CRECIMIENTO Y CARACTERIZACIÓN DE PELICULAS DE Cr MEDIANTE PULVERIZACIÓN CATÓDICA MAGNETRÓN RF

J.E. Alfonso[1*], J. Torres[1],E. M. Cárdenas[1], M.M. Torres[2], J.J. Olaya[2], J.F. Marco[3]

- ✓ Este artículo forma parte del "Volumen Suplemento" **S1** de *la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* (*RLMM*). Los suplementos de la RLMM son números especiales de la revista dedicados a publicar memorias de congresos.
- ✓ Este suplemento constituye las memorias del congreso "*X Iberoamericano de Metalurgia y Materiales (X IBEROMET)*" celebrado en Cartagena, Colombia, del 13 al 17 de Octubre de 2008.
- ✓ La selección y arbitraje de los trabajos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*, quien nombró una comisión *ad-hoc* para este fin (véase editorial de este suplemento).
- ✓ La *RLMM* no sometió estos artículos al proceso regular de arbitraje que utiliza la revista para los números regulares de la misma.
- ✓ Se recomendó el uso de las "Instrucciones para Autores" establecidas por la *RLMM* para la elaboración de los artículos. No obstante, la revisión principal del formato de los artículos que aparecen en este suplemento fue responsabilidad del Comité Organizador del *X IBEROMET*.

Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales 2009; **S1** (3): 969-972

CRECIMIENTO Y CARACTERIZACIÓN DE PELICULAS DE Cr MEDIANTE PULVERIZACIÓN CATÓDICA MAGNETRÓN RF

J.E. Alfonso[1], J. Torres[1],E. M. Cárdenas[1], M.M. Torres[2], J.J. Olaya[2], J.F. Marco[3]*

[1] Grupo de Materiales con Aplicaciones Tecnológicas (GMAT), Departamento de Física, Universidad Nacional de Colombia. A.A. 14490 Bogotá, D.C., Colombia
[2] Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica, Universidad Nacional de Colombia. A.A. 14490 Bogotá, D.C., Colombia
[3] Instituto de Química-Física "Rocasolano" CSIC, c/Serrano, 119,28006 Madrid, España

[*]*E-mail: jealfonsoo@unal.edu.co*

Trabajos presentados en el X CONGRESO IBEROAMERICANO DE METALURGIA Y MATERIALES IBEROMET
Cartagena de Indias (Colombia), 13 al 17 de Octubre de 2008
Selección de trabajos a cargo de los organizadores del evento

Publicado On-Line el 29-Jul-2009
Disponible en: *www.polimeros.labb.usb.ve/RLMM/home.html*

Resumen

El cromo es un material ampliamente utilizado en la protección de piezas de uso industrial, especialmente en aquellas que están sometidas a medios altamente corrosivos y a grandes esfuerzos mecánicos. Estas aplicaciones se deben a sus propiedades físicas, químicas y mecánicas, entre las que se destacan, baja conductividad eléctrica, estabilidad química y bajo coeficiente de fricción.

En el presente trabajo se dan a conocer los resultados obtenidos en el crecimiento de películas delgadas de cromo mediante la técnica de pulverización catódica magnetrón RF. Las películas han sido crecidas en sustratos de acero inoxidable a partir de un blanco de cromo (99.99%). Básicamente, el estudio se ha centrado en establecer la mejor condición de depósito para la potencia aplicada al blanco y el tiempo umbral para lograr películas policristalinas de Cr.

Las películas obtenidas fueron caracterizadas estructuralmente, mediante la técnica de difracción de rayos X (DRX); morfológicamente mediante microscopia electrónica de barrido (MEB) y químicamente por espectroscopia de fotoelectrones producidos por rayos X (XPS).

Palabras Claves: Cromo, pulverización catódica RF, DRX, XPS, MEB

Abstract

The chromium is a material broadly used in the protection of industrial pieces, especially in those that are subjected to highly corrosive environment and big mechanical efforts. These applications are due to their physical, chemical and mechanical properties, among those that low electrical conductivity, chemical stability and low friction coefficient.
Presently work is given to know the results obtained in the growth of thin films of chromium by means of magnetron sputtering RF. The films have been grown in substrates of stainless steel starting from a chromium target (99.99%). Basically, the study has been centered in finding the best deposit condition for the power applied to the target and the threshold time to achieve chromium polycrystalline films.
The obtained films were characterized structurally, by X-ray diffraction (XRD); morphologically by scanning electron microscopy (SEM) and chemically by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS).

***Keywords**: Chromium, sputtering RF, XRD, XPS, SEM*

1. INTRODUCCIÓN

El cromo crecido en película delgada es un material ampliamente utilizado en la protección de piezas de uso industrial y en la recuperación de piezas desgastadas, como cigüeñales, cojinetes, asientos de válvulas, troqueles y herramientas que se encuentran sometidas a medios altamente corrosivos y a grandes esfuerzos mecánicos. Además, el cromo negro, obtenido por baños electrolíticos, es usado en celdas solares y superficies antireflectantes, dadas su alta absorción, baja emisividad y resistencia a altas temperaturas. De igual forma, el cromo poroso se ha

convertido en otra opción para el recubrimiento de anillos de pistones, cilindros de aviones y motores diesel. Estas aplicaciones se deben a sus propiedades físicas, químicas y mecánicas, entre las que se destacan, baja conductividad eléctrica, estabilidad química y bajo coeficiente de fricción [1].

Por otro lado, el cromo tiene aplicaciones decorativas, debido a las características químicas y a las propiedades ópticas que presenta, dependiendo de la técnica empleada en el crecimiento del recubrimiento. El cromo negro decorativo es usado en fontanería, equipos de barcos y muebles, aunque disminuye la resistencia al desgaste, mejora la resistencia a la corrosión y al absorber aceites y pinturas permite una fácil manipulación de su apariencia [2].

En la actualidad, la técnica más común para la obtención de los recubrimientos de cromo es la electroquímica debido a sus bajos costos, alta eficiencia y la posibilidad de producción en masa [3,4]. Sin embargo, presenta dificultades en el control del depósito y es ambientalmente nociva [2,4], por lo tanto, se ha recurrido a depositar este material mediante procesos más limpios tales como pulverización catódica, deposición química en fase vapor asistida por plasma (PACVD) o spray pirólisis [4].

En el presente trabajo se dan a conocer los resultados obtenidos en el crecimiento de películas delgadas de cromo mediante la técnica de pulverización catódica magnetrón RF. Básicamente, el estudio se centró en encontrar la mejor condición de depósito para la potencia aplicada al blanco y determinar el tiempo umbral de depósito, para lograr películas policristalinas.

Las películas obtenidas fueron caracterizadas estructuralmente, mediante la técnica de difracción de rayos X (DRX); morfológicamente mediante microscopia electrónica de barrido (MEB) y químicamente por espectroscopia de fotoelectrones producidos por rayos X (XPS).

2 PARTE EXPERIMENTAL

El equipo utilizado para crecer las películas de cromo es de la marca Alcatel HS 2000, este equipo consta de un magnetrón RF, un sistema de vacío (una bomba mecánica y una turbomolecular) además un control de mezcla de gases de la marca Dynamass.

Las películas fueron depositadas en sustratos de acero inoxidable AISI 316, a partir de un blanco de cromo (99.99%) con dimensiones de 4" de diámetro y ¼" de espesor.

Los parámetros que se fijaron durante los depósitos fueron: presión total de 10^{-2}mbar, distancia blanco sustrato 5cm y flujo de argón en 20sccm. Como parámetros de estudio se tomó la potencia sobre el blanco en el intervalo de 200W a 300W y el tiempo de depósito el cual se varió entre 1 y 60 minutos.

Es importante anotar que durante el proceso de depósito no se realizó calentamiento intencional de los sustratos.

La caracterización estructural de los procesos se realizó mediante DRX en un equipo X-pertPro Panalytical en modo haz rasante con la línea monocromática kα del cobre (1,540998Å) trabajando a 45 kV y 40 mA.

El estudio de los procesos de crecimiento y el espesor de la película fueron analizados mediante MEB, con un equipo FEI QUANTA 200 en alto vacío y a un voltaje de 30kV.

El estudio químico se hizo mediante XPS con un espectrómetro Leybold-Heraeus LHS-10 a una presión de $5x10^{-9}$ mbar, usando la línea de radiación kα del Mg. Las energías de enlace fueron referenciadas con respecto a la línea C1s (284,6eV).

3. RESULTADOS Y DISCUSION

En la figura 1 se muestra el patrón de difracción de rayos X de las películas de cromo, obtenidas en función de la potencia aplicada al blanco y con tiempo de depósito de 1 hora. Los resultados indican que para las tres potencias empleadas en el proceso de crecimiento, se han obtenido películas policristalinas, donde se destacan los planos (110), (200) y (211) ubicados en 44,54º, 64,72º y 82,01º, respectivamente, con intensidad relativas que coinciden con lo que se publica en las cartas PDF [5]. Sin embargo, se observa la variación de las intensidades relativas entre los planos (200) y (211) de las películas crecidas a una potencia de 300W. Este resultado sugiere una leve texturización a lo largo del plano (211) bajo esta condición de crecimiento.

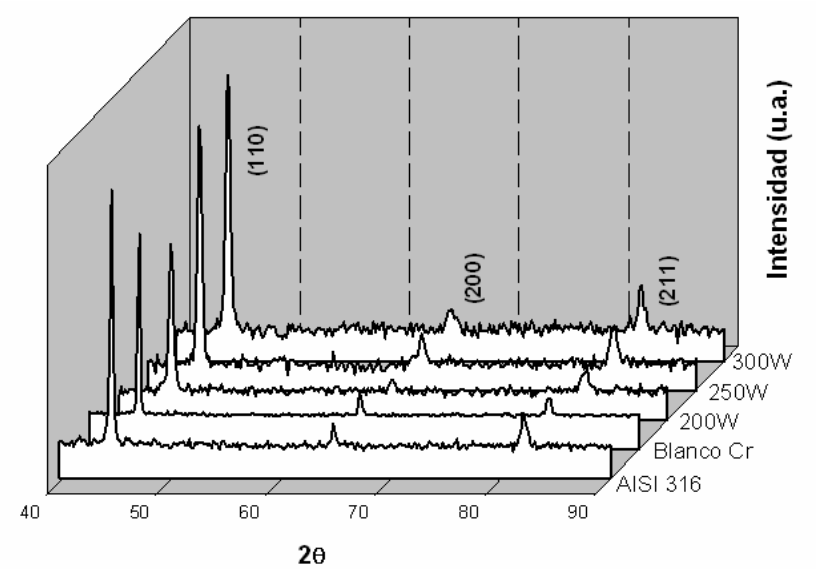


Figura 1. Patrón de difracción de rayos X de películas de Cr, en función de la potencia aplicada al blanco. Como referencias se presentan los planos propios del sustratro y del blanco.

Con el fin de establecer un tiempo umbral en el crecimiento de películas de Cr, se realizó un estudio en el que se varió el tiempo entre 1 y 60 minutos y con una potencia de 250W, dejando fijos los demás parámetros de crecimiento. El resultado del estudio se muestra en la figura 2, en la que se puede observar que bajo nuestras condiciones experimentales, se obtienen películas con las mismas características policristalinas del blanco, a partir de 1 minuto de depósito.

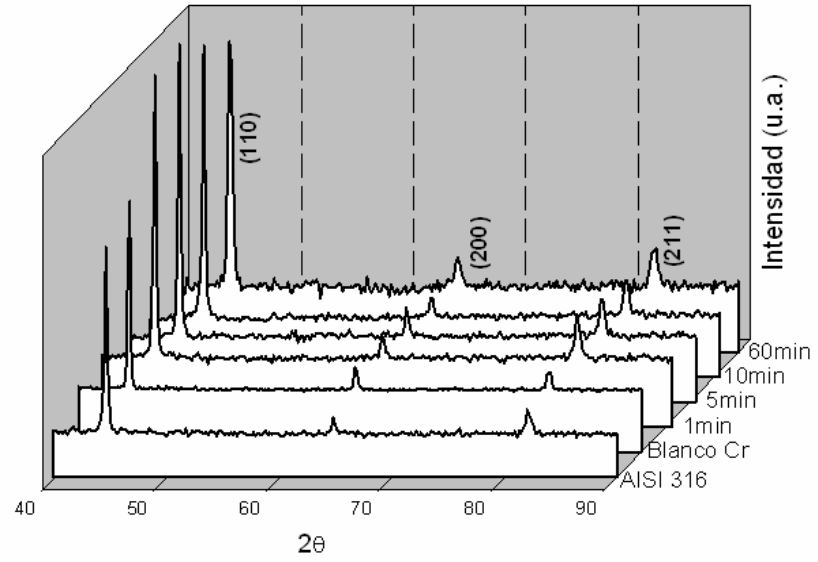


Figura 2. Patrón de difracción de rayos X de películas de Cr, en función del tiempo de depósito. Como referencias se presentan los planos propios del sustratro y del blanco.

La micrografía de la figura 3 permite establecer que el crecimiento de las películas de Cr obedecen a un comportamiento columnar, descrito por Volmer - Weber [5]. Además, a partir de la micrografía se puede establecer que la velocidad de crecimiento de las películas es del orden de 0.03μm/min.

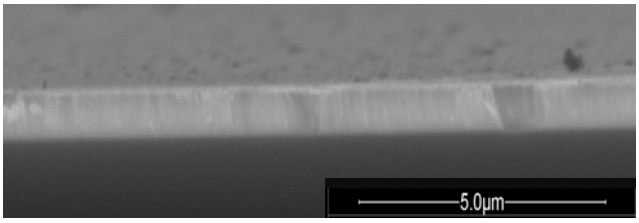


Figura 3. Micrografía de la sección transversal de una película de cromo crecida sobre silicio, a una potencia de 250W y con tiempo de depósito de 20 minutos.

de las películas de Cr. A partir de la figura, se puede establecer que las películas presentan enlaces centrados en 573,9eV y 583,2eV que corresponden a cromo metálico y además, líneas centradas en 576,4eV y 586,2eV que corresponden a un óxido de cromo (Cr_2O_3). La presencia de óxido de cromo en la superficie de la película sugiere que se presenta una reacción química entre cromo y oxígeno residual presente en la cámara de depósito

La figura 4 muestra el análisis químico superficial

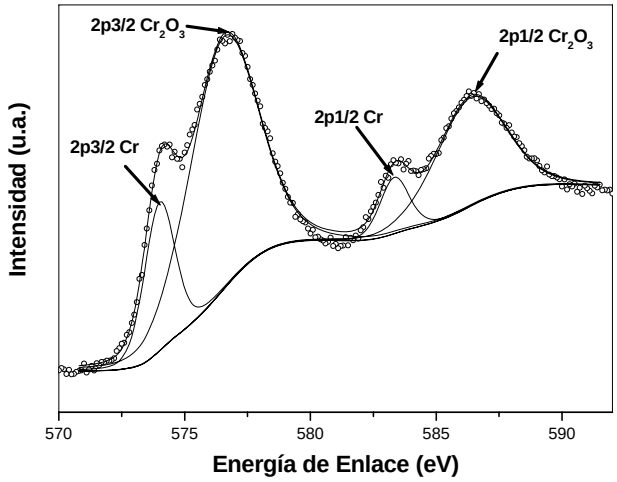


Figura 4. Espectro reducido de XPS de las líneas 2p½ y 3p½ de Cr y Cr_2O_3 [6,7]

4. CONCLUSIONES

En este trabajo se ha logrado establecer que las películas crecidas bajo nuestras condiciones experimentales, tienen una potencia umbral de 250W para reproducir la estructura cristalográfica del blanco. Además, que los procesos de crecimiento obedecen a un comportamiento columnar que permiten obtener altas velocidades de depósito, lo que implica, tener la posibilidad de crecer películas policristalinas en tiempos cortos, del orden de 1 minuto.

Finalmente, se logró evidenciar que la superficie de la película esta formada por cromo metálico y óxido de cromo.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Dirección de Investigación de la Universidad Nacional, sede Bogotá, DIB, y al Centro Internacional de Física, CIF.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] Newby, K.R. Metal Finishing, 2007; 105(**10**): 182-191.

[2] Snyder, D.L. Metal Finishing, 2007. 105(**10**): 173-181

[3] D.Pletcher, F.Walsh. *Industrial electrochemistry,* 2nd edition Great Britain: Chapman and Hall, 1990, Capítulo 2.

[4] Navinsek, B. et al. Surface and Coatings Technology, 1999. 116-119: 476-487S.

[5] Base de datos ICSD POWD-12++

[6] J.M.Abella. *Láminas delgadas y recubrimientos. Preparación, propiedades y aplicaciones,* Madrid (España): Consejo superior de investigaciones científicas, 2003, p. 112-118

[7] Dolle P. et al. Electron Spectrosc. Relat. Phenom, 1979.17: 299

[8] E. J. Paparazzo. Phys.D. 1987. 20:1091