

# Sputtering en la descarga luminiscente anormal a 800 °C

## Sputtering in Abnormal Glow Discharge at 800°C of Temperature

Fecha de Recepción: 2013-04-14  
Fecha de Aprobación: 2013-05-21

César Enrique Rojas Sánchez\*  
Armando Sarmiento Santos\*\*  
Enrique Vera López\*\*\*

### Resumen

Durante los procesos de tratamiento superficial o de sinterización en el cátodo de una descarga luminiscente anormal es inevitable la presencia del *sputtering*, debido al bombardeo de la superficie de la pieza por iones y especies neutras rápidas. En este trabajo se reporta el *sputtering* sufrido por muestras de acero 1020 y de cobre colocadas en el cátodo de una descarga luminiscente con flujo de argón a una temperatura de 800 °C en el cátodo. El proceso de *sputtering* fue llevado a cabo en corriente continua y también con corriente continua pulsante, encontrándose una menor tasa de *sputtering* con este último tipo de señal, reflejada en la menor pérdida de masa de las muestras utilizadas. También se determinó que cuando se utiliza corriente continua pulsante se requiere una menor potencia en la descarga luminiscente para mantener una

### Abstract

The sputtering is inevitable during the surface treatment processes and sintering in the cathode of an abnormal glow discharge, due to the piece surface bombardment by ions and fast neutral species. In this work we study the sputtering in samples of 1020 steel and copper, placed in the cathode of a glow discharge, with argon flow at 800°C temperature at the cathode. The sputtering process was carried out in continuous current and pulsed continuous current, finding a lower sputtering rate in the latter type of signal, reflected in a lesser mass loss from the samples used. It was also found that less power is required in the glow discharge to maintain the same temperature at the discharge cathode, when using pulsed current. By the samples surface optical microscopy analysis, is also observed less homogeneity in the samples surface

\* M.Sc. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia. cesar.rojas@uptc.edu.co

\*\* Ph.D. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia. armando.sarmiento@uptc.edu.co

\*\*\* Ph.D. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia. enrique.vera@uptc.edu.co

misma temperatura en el cátodo de la descarga. Mediante análisis de microscopía óptica de la superficie de las muestras, también se observa menor homogeneidad superficial en las muestras sometidas a la descarga luminiscente anormal en corriente continua pulsante.

**Palabras clave:** Sputtering, Descarga luminiscente anormal, Corriente continua.

subjected to abnormal glow discharge in the pulsed current.

**Keywords:** Sputtering, Abnormal Glow Discharge, Continuum Current.

## I. INTRODUCCIÓN

El *sputtering* es un proceso de atomización presente en el cátodo de la descarga luminiscente, debido al bombardeo de iones y especies neutras rápidas [1, 2], que puede afectar la microestructura superficial de los materiales sometidos a tratamiento en las descargas luminiscentes [3]. Durante el proceso de sinterización en el cátodo de una descarga luminiscente en atmósferas inertes [4], de hecho, la morfología de la superficie de la pieza tratada cambia dependiendo de las condiciones utilizadas para realizar el tratamiento. Una de las condiciones que puede variarse durante el proceso de sinterización en el cátodo de la descarga luminiscente es el tipo de señal utilizada para encender y mantener la descarga.

Este trabajo permite evaluar algunos de los aspectos experimentales relacionados con el *sputtering* presente durante el tratamiento de materiales a temperaturas relativamente altas, correlacionándolos con el tipo de señal utilizado para generar la descarga luminiscente anormal.

## II. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En la Fig. 1 se muestra la configuración electrónica utilizada para generar la descarga luminiscente; consta de un ánodo cilíndrico de 5 cm de diámetro y 5 cm de longitud; dentro del ánodo se inserta el cátodo, que consta de un tubo de 4 mm de diámetro y 20 cm de longitud, con una delgada lámina de 1,2 cm de ancho y 5 cm de longitud soldada en uno de los extremos y que hará las veces de soporte de la muestra. Dentro del cátodo se colocó una termocupla tipo K con blindaje metálico, justo en la posición de la muestra y el centro de la descarga, cuya lectura se registra con un termómetro minipa MT-600. Tanto el ánodo como el cátodo fueron fabricados en acero 1020. Dicha configuración

electrónica fue montada en el interior de una cámara de vacío con posibilidad de controlar la presión y el flujo gaseoso.

Como equipo de vacío se utilizó una bomba mecánica de dos etapas y un medidor de vacío tipo capacitivo marca Vacuubrand en el rango de 0-760 torr. Para controlar el flujo del gas en la cámara y la presión de esta, se utilizaron reguladores de flujo de esfera marca Dwyer, en el rango de 0 a 1 LPM, y una válvula de vacío de conductancia variable colocada entre la bomba y la cámara. Las muestras de 10 mm de diámetro y 2 mm altura, de acero 1020 y de cobre electrolítico, fueron colocadas en el cátodo de la descarga, previa preparación por desbaste con una secuencia de lijas hasta un acabado final con lija N.º 600. Después de lijadas, las muestras fueron lavadas con alcohol y secadas en flujo de aire caliente. Como sistema de ignición de la descarga se utilizó una fuente variable de corriente alterna (0-800 V), rectificadora con puente rectificador y filtrada con un banco de capacitores electrolíticos; la fuente fue diseñada para operar en la configuración rectificadora y filtrada y rectificadora solamente (aislando el banco de condensadores del circuito), configuraciones que fueron utilizadas para estudiar la incidencia de la configuración de la fuente en el proceso de *sputtering*. El acople de la fuente de poder a los electrodos de la descarga se realizó mediante una resistencia variable ajustada en 320 W. La temperatura de 800 °C fue establecida con la fuente de poder en una atmósfera de argón con flujo de 3,74 (cm<sup>3</sup>/s)<sub>STP</sub> a 2 torr de presión. Los tiempos utilizados durante el proceso de *sputtering* fueron de 30 y 40 min. para las muestras de cobre y de acero, respectivamente. Las muestras fueron pesadas, antes y después del proceso de *sputtering* en una balanza de cinco dígitos (sensibilidad 0,1 mg) para determinar la variación de masa resultante.

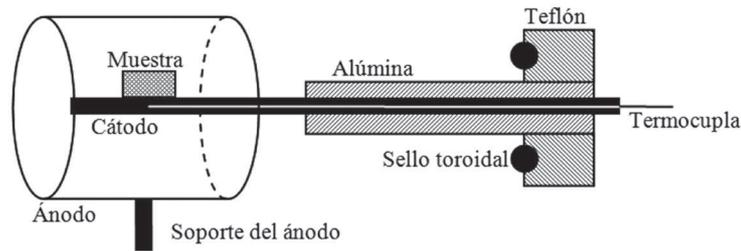


Fig. 1. Esquema de la configuración electrónica utilizada para realizar el *sputtering* en la DLA

La superficie de las muestras fue observada por microscopía óptica, antes y después de sometidas a la DLA, para evaluar el cambio de su morfología debido al proceso de *sputtering*.

### III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la tabla 1 se muestran los valores del voltaje y de la corriente de la DLA a presión de 2 torr en argón con flujo de 3,74 cm<sup>3</sup>/s, necesarios para mantener la temperatura en 800 °C en el cátodo donde fueron colocadas las muestras; también se muestra la variación de masa  $D_m$  de las muestras de acero 1020 y de cobre, después del proceso de pulverización catódica, en porcentaje de masa. El proceso fue repetido tres veces para cada material, como se puede observar en los datos de la tabla 1. De los valores de corriente y de voltaje de la tabla 1 puede inferirse que se requiere más potencia eléctrica en la configuración filtrada para establecer la misma temperatura del cátodo, comparada con la configuración sin filtrar; este hecho puede deberse al mayor potencial pico ( $V_p=1,41V$ ) alcanzado en la configuración sin filtrar con respecto al potencial constante de la configuración filtrada (superior en alrededor de 50 V para el acero y 84 V para el cobre y un pico de corriente superior en alrededor de 28 mA). Con potenciales mayores inciden partículas con mayor energía sobre el cátodo para mantener su temperatura y, simultáneamente, es posible extraer partículas con mayor energía del cátodo para mantener la descarga luminiscente. Por otro lado, en configuración filtrada de la fuente de

poder, la deficiencia en la energía de las partículas se ve compensada por la mayor cantidad de estas que llega al cátodo, reflejada en la mayor corriente necesaria para mantener la temperatura del cátodo en la configuración filtrada de la fuente [5]. También, el voltaje constante de la fuente, en la configuración filtrada permite generar una descarga luminiscente más estable, cuando se compara con la descarga luminiscente generada con la fuente sin filtrar, debido a la menor presencia de arcos e inestabilidades observadas durante el tratamiento.

Aunque la energía de las partículas que inciden sobre el cátodo es menor en la configuración filtrada de la fuente de poder, esta es suficiente para extraer átomos de la muestra y debido a su mayor cantidad también extraen mayor cantidad de átomos, como se muestra en la tabla 1, donde se obtiene alrededor de tres veces más *sputtering* para la configuración filtrada de la fuente para cada material estudiado.

Comparando la cantidad de masa extraída en los dos materiales utilizados (tabla 1), la mayor pérdida de masa observada en la muestra de cobre, a pesar de ser sometida un menor tiempo a la descarga, es debida a su menor energía de cohesión atómica y a su mayor densidad, comparadas con las del acero 1020 [6].

Finalmente, para los dos tipos de configuración de la fuente de poder se requiere mayor diferencia de potencial para mantener las condiciones de temperatura del cátodo cuando se realiza el proceso de *sputtering* en las muestras

**TABLA 1**

MEDIDAS DE LA VARIACIÓN DE MASA DEL ACERO 1020 Y DEL COBRE EN LA DLA DE ARGÓN CON UN FLUJO DE 3,74 CM<sup>3</sup>/S A 2 TORR DE PRESIÓN Y 800 °C. TAMBIÉN SE MUESTRA EL VOLTAJE Y LA CORRIENTE DE LA DESCARGA, NECESARIOS PARA ESTABLECER LA TEMPERATURA DEL CÁTODO Y DE LA MUESTRA

Material	t (min.)	Conf/ción	Dm(%)	v(V)	V(mA)
Acero 1020	40	Sin filtrar	-0,013	482	140
			-0,013	470	140
			-0,014	480	140
		Filtrado	-0,037	628	170
			-0,039	620	170
			-0,042	627	170
Cobre	30	Sin filtrar	-0,073	520	140
			-0,076	521	140
			-0,070	521	140
		Filtrado	-0,222	648	170
			-0,266	650	170
			-0,220	660	170

de cobre (ver tabla 1: superior, alrededor de 44 V en la configuración sin filtrar, y 28 V en la configuración filtrada). Este comportamiento puede deberse a la mayor cantidad de átomos extraídos de la muestra (alrededor de tres veces superior a la del acero 1020), lo cual también demanda mayor energía para mantener las condiciones de ionización de la descarga y, así, la temperatura del cátodo [5].

En la Fig. 2 se muestran las imágenes obtenidas por microscopía óptica de las muestras de cobre, antes y después de sometidas a la descarga luminiscente en la configuración sin filtrar y filtrada de la fuente de poder, a 500 aumentos. La temperatura de las muestras se mantuvo en 800 °C a presión de 2 torr y flujo de 3.74 cm<sup>3</sup>/s en atmósfera de argón durante cuarenta minutos. En las micrografías se observa cómo, antes de ser sometidas a la descarga, en la superficie de la muestra se distinguen las huellas del ligado (Fig. 2a), que desaparecen después de sometidas a la descarga, producto del bombardeo de las especies

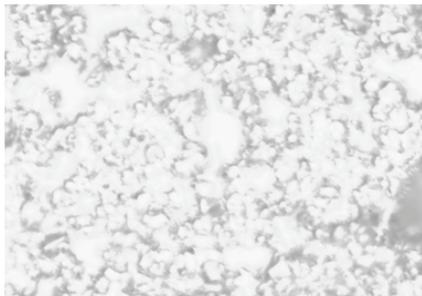
activas generadas en la columna negativa de la descarga sobre la superficie de la muestra, arrancando átomos de esta (sputtering), como se ilustra en las Fig. 2b y 2c. Además, en las Fig. 2b y 2c se observa la erosión de la superficie de la muestra, la cual, bajo condiciones controladas puede utilizarse para preparación metalográfica [7].

Comparando el proceso de *sputtering* con más detalle en la configuración sin filtrar y filtrada, de la fuente de poder, se puede observar que la superficie de las muestras sometidas a la descarga generada con la fuente de poder filtrada es más homogénea, lo que es coherente con las medidas de corriente y de voltaje mostradas en la tabla 1, ya que el voltaje promedio es mayor para la señal filtrada con relación a la señal sin filtrar; además, el voltaje ripple es menor en la señal filtrada que la señal sin filtrar [8], lo que implica que en la señal filtrada todas las especies llegan con la misma energía y en mayor cantidad, mientras que en la señal sin filtrar las especies llegan

con diferente energía y en menores cantidades generando un proceso menos homogéneo que tal vez requiera de un mayor tiempo para obtener resultados similares a los de la descarga sostenida con la fuente filtrada. Además, el mayor potencial pico de la señal sin filtrar respecto a la señal filtrada provoca que sobre la superficie de la muestra incidan partículas más energéticas que aumentan la inhomogeneidad de la interacción con la superficie, dejando cráteres de diferente forma y profundidades, los cuales se observan en la Fig. 2b.



(a)



(b)



(c)

**Fig 2.** Micrografía de las muestras de cobre sometidas a 800 °C durante 30 min., en la descarga luminiscente a 2 torr de presión con flujo de 3.74 cm<sup>3</sup>/s de argón y voltaje constante a 500x: a) antes, b) con señal sin filtrar y c) con señal filtrada.

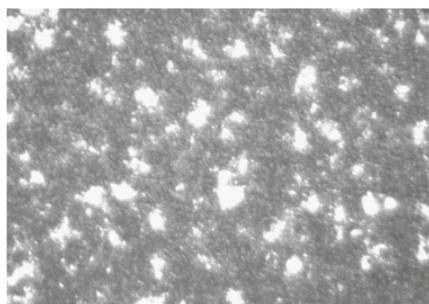
En la Fig. 3 se muestran las micrografías del acero 1020, antes y después de sometido a la descarga luminiscente, en la configuración sin filtrar y filtrada de la fuente de a 500 aumentos. Las condiciones del tratamiento fueron las mismas utilizadas para el cobre, excepto el tiempo de tratamiento, que fue de cuarenta minutos, escogido para permitir observarse una razonable variación de masa.

En las muestras sometidas a la descarga (Fig. 3b y 3c) se observa la modificación superficial debida al bombardeo de las especies activas del plasma de la descarga luminiscente. Comparando las superficies de las muestras de acero 1020 después de tratadas en la descarga luminiscente en las configuraciones sin filtrar y filtrada de la fuente de poder, se evidencia que la superficie tratada con la descarga filtrada presenta un bombardeo más homogéneo comparado con la muestra de la señal no filtrada, corroborando el comportamiento observado en las muestras de cobre (Fig. 2b y 2c). También, la superficie tratada de las muestras de acero 1020 presenta una mayor homogeneidad que las de cobre debido a su carácter más resistente.

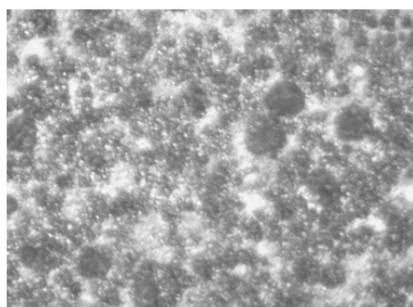
Finalmente, tanto la muestra de cobre como la de acero 1020, pierden más masa en la configuración filtrada de la fuente de poder, y, además, la superficie de la muestra exhibe un patrón homogéneo, comparado con la muestra en la configuración sin filtrar; esto sucede en las mismas condiciones de presión, flujo y temperatura.



(a)



(b)



(c)

**Fig. 3.** Micrografía de las muestras de acero 1020 sometidas a 800 °C durante 40 min., en la descarga luminiscente a 2 torr de presión con flujo de 3.74 cm<sup>3</sup>/s de argón y voltaje constante a 500x: a) antes, b) con señal sin filtrar y c) con señal filtrada.

#### IV. CONCLUSIONES

Se realizó la pulverización catódica (*sputtering*) de acero 1020 y cobre para tiempos de 40 y 30 minutos, respectivamente, a temperatura y presión constante, para la configuración filtrada y sin filtrar de fuente de poder, observándose que el *sputtering* es más eficiente para la configuración filtrada que sin filtrar, lo cual puede deberse a que la energía de la señal es proporcionada en forma homogénea y es aprovechada en su totalidad durante el *sputtering*. Por otro lado, se puede obtener una misma temperatura en el cátodo de la descarga luminiscente con menor consumo de potencia, utilizándose la configuración sin filtrar de la fuente de poder, en lugar de la configuración filtrada.

Las DLA con la señal sin filtrar pueden tener aplicaciones especiales, como en el caso de la sinterización, donde se requiere la menor pérdida de masa de la muestra, debida al proceso de *sputtering* por los choques de las especies ionizadas y átomos energéticos provenientes del plasma de la columna negativa de descarga luminiscente.

La DLA con la señal filtrada es más estable, debido a la menor presencia de arcos e inestabilidades en ella.

#### REFERENCIAS

- [1] A. M. Howatson, *An Introduction to Gas Discharges*, Pergamon Press, Oxford, 1976.
- [2] R. S. Mason, M. Pichilingi, "Sputtering in a Glow Discharge Ion Source-Pressure Dependence: Theory and experiment", *J. Phys D*, vol. 27, pp. 2363-2371, 1994.
- [3] C. V. Budtz-Jorgensen, J. Bottiger, P. Kringhoj, "Energy Spectra of Particles Bombarding the Cathode in Glow Discharges", *Vacuum*, vol. 56, pp. 9-13, 2000.
- [4] V. J. Batista, R. Binder, A. N. Klein, J. L. R. Muzart, "Sintering Iron Using Abnormal Glow Discharge", *The International Journal of Powder Metallurgy*, vol. 34, No. 8, pp. 55-62, 1998.
- [5] B. Chapman, *Glow Discharge Processes*, John Wiley and Sons, New York, 1980.
- [6] J. F. Shackelford, *Introducción a la Ciencia de Materiales para Ingenieros*, 4 ed., Prentice Hall Iberia, Madrid, 1998.
- [7] G. Petzov, *Metallographic Etching*, American Society for Metals, Ohio, USA, 1978.
- [8] M. H. Rashid, *Power Electronics Handbook*, Academic Press, San Diego, California, USA, 2001.