

INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES DE OCCIDENTE

Departamento de Matemáticas y Física

Desarrollo tecnológico y generación de riqueza sustentable

**PROYECTO DE APLICACIÓN PROFESIONAL (PAP)
PAP PROGRAMA DE APOYO A LA INVESTIGACION Y DESARROLLO EN
NANOCIENCIAS Y NANOTECNOLOGIA**



ITESO

Universidad Jesuita
de Guadalajara

**4I03B DESARROLLO DE MATERIALES MULTIFUNCIONALES
MAGNETOELÉCTRICOS PARA NANODISPOSITIVOS DE NUEVA
GENERACIÓN:**

Síntesis y caracterización de películas delgadas

PRESENTAN

Ing. en nanotecnología, Ignacio Daniel Gómez Gracián
Ing. en nanotecnología, María Fernanda Piña Delgadillo

Profesor PAP

M. en C. Sebastián Gascón Pérez

Tlaquepaque, Jalisco, México

Diciembre de 2022

INDICE

REPORTE PAP	2
Presentación Institucional de los Proyectos de Aplicación Profesional	2
Resumen	2
1. Introducción.....	3
1.1. Objetivos.....	4
1.1.1. Objetivo general	4
1.1.2. Objetivos particulares	5
1.2. Justificación	5
1.3. Antecedentes.....	6
1.4. Contexto	7
2. Desarrollo	9
2.1. Sustento teórico y metodológico	9
2.1.1. Sputtering (Depósito de películas delgadas por pulverización catódica)	9
2.1.2. Atmósfera de Neón.....	10
2.1.3. FTIR (Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier).....	10
2.1.4. SEM (microscopia de barrido electrónico).....	11
2.1.5. AFM (microscopio fuerza atómica)	12
2.1.6. XPS (espectroscopia de fotoelectrones por rayos X)	12
2.2. Planeación y seguimiento del proyecto	13
2.2.1. Descripción del proyecto	13
2.2.2. Plan de trabajo	13
2.2.3. Desarrollo de propuesta de mejora	15
3. Resultados del trabajo profesional.....	25
4. Reflexiones, implicaciones éticas y aportes sociales del proyecto.....	34
4.1. Aprendizajes profesionales.....	34
4.2. Aprendizajes sociales	34
4.3. Aprendizajes éticos.....	35
4.4. Aprendizajes personales	35
5. Conclusiones.....	35
6. Bibliografía.....	36

REPORTE PAP

Presentación Institucional de los Proyectos de Aplicación Profesional

Los Proyectos de Aplicación Profesional (PAP) son una modalidad educativa del ITESO en la que el estudiante aplica sus saberes y competencias socio-profesionales para el desarrollo de un proyecto que plantea soluciones a problemas de entornos reales. Su espíritu está dirigido para que el estudiante ejerza su profesión mediante una perspectiva ética y socialmente responsable.

A través de las actividades realizadas en el PAP, se acreditan el servicio social y la opción terminal. Así, en este reporte se documentan las actividades que tuvieron lugar durante el desarrollo del proyecto, sus incidencias en el entorno, y las reflexiones y aprendizajes profesionales que el estudiante desarrolló en el transcurso de su labor.

Resumen

En este trabajo se sintetizaron películas delgadas de Ag:Ti a través de un co-dopaje por magnetron sputtering variando la potencia aplicada en el blanco de titanio. Este sistema de películas de Ag:Ti junto con un sistema multicapa de BN, en donde se modificó la atmósfera de trabajo del gas Argón – Neón, fueron caracterizados por diversas técnicas. En ambos sistemas se estudió la rugosidad y la morfología de las muestras por AFM y SEM, respectivamente. Para los recubrimientos de BN, la composición química se determinó a partir de las mediciones por XPS, mientras que la fase cristalina se estimó a partir de los espectros obtenidos por FTIR. Las caracterizaciones fueron complementadas para su análisis con el uso de distintos softwares como lo es *Gwyddion* para visualizar en 3D las mediciones realizadas en el AFM y calcular la rugosidad observada donde destacan el depósito de nitruro de boro realizado con un flujo de atmósfera mayor de Argón que de Neón y el depósito de plata – titanio con sus respectivas potencias muy similares. Con respecto a la composición, se utiliza el software de *Aanalyzer*, para calcular el porcentaje atómico de cada elemento con los espectros de alta resolución del XPS, donde en ambos sistemas se detectaron los elementos esperados, sin anomalías.

1. Introducción

Las películas de nitruro de boro (BN) son un material cerámico que han sido objeto de numerosos estudios teóricos y experimentales debido a su comportamiento dieléctrico en alta temperatura y buenas propiedades tribológicas. Estas películas tienen aplicación como capas para dispositivos opto-eléctricos y emisores de campo de electrones. Este compuesto puede existir en varias fases cristalinas, una de ellas es la fase cúbica c-BN la cual se utiliza especialmente en el área de películas delgadas de herramientas de corte, por su alta dureza, de hasta 70 GPa. También, esta fase posee propiedades eléctricas para dispositivos eléctricos que operan en alta temperatura y aplicaciones de poder. En la Figura 1.1 se observa un esquema representativo de la estructura cristalina de la fase c-BN.

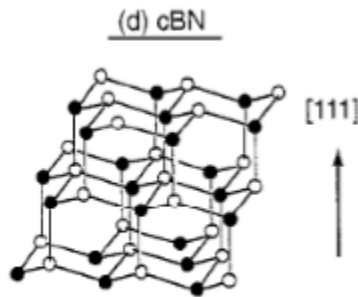


Figura 1.1 Representación esquemática de la fase cristalina cúbica del material nitruro de boro

En cambio, la fase hexagonal h-BN se asemeja al grafito, siendo eléctricamente aislante debido a la no deslocalización de los enlaces π . Este material es altamente utilizado en dispositivos optoelectrónicos, dispositivos de emisión de campo y semiconductores de alta potencia (Pat, y otros, 2018).

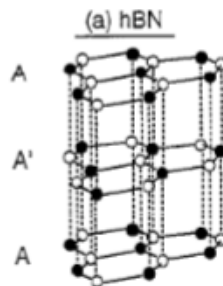


Figura 1.2. Representación esquemática de la fase cristalina hexagonal del material nitruro de boro

Por otro lado, el titanio es un material usado generalmente en el campo de la biomedicina en aplicaciones como implantes de huesos o dispositivos dentales. En la práctica se suelen usar aleaciones de Ti y Nb debido a la posibilidad de obtener mejores propiedades mecánicas y excelente biocompatibilidad. Sin embargo, se sigue teniendo el problema de colonización microbiana que lleva a problemas de infección. En orden de solucionar este problema, se ha intentado usar la plata que ha sido probada en nanopartículas como un excelente antimicrobiano (Wojcieszak, y otros, 2016).

La plata puede modificar el Ti sin cambiar mucho su biocompatibilidad. Su adición suele generar estructuras de formación inter-metálicas que exhiben propiedades como la biocompatibilidad del titanio y las propiedades antimicrobianas de la plata. También presentan propiedades como alta corrosión, resistencia al desgaste, buenas propiedades eléctricas y elasticidad (Wojcieszak, y otros, 2016).

Por su parte, los metales con baja resistividad son importantes en la fabricación de interconectores y electrodos. Entre estos materiales destaca la plata con una resistividad ($\rho = 1.59 \mu\Omega$); sin embargo, las películas delgadas de plata tienden a aglomerarse durante el proceso de recocido, debido a su poca adherencia a los sustratos de silicio o de vidrio. Se han reportado mejoras en la estabilidad térmica de las películas delgadas de plata, realizando dopajes de aluminio en plata. Se obtuvieron resultados similares con sistemas de Ti/Ag/Ti, debido que al igual que el aluminio el titanio posee una energía libre grande en la formación de óxidos alrededor de -889.5 kJ/mol (Kawamura, Zhang, Kiyono, & Abe, 2013).

1.1. Objetivos

1.1.1. Objetivo general

El objetivo por alcanzar en este proyecto de investigación y desarrollo en nanociencias es analizar el cambio en la morfología, espesor, rugosidad y composición de los sistemas de películas delgadas de nitruro de boro (BN) y de un co-dopaje de AgTi, depositado por sputtering. En el primer sistema se varió la composición de la atmósfera de trabajo y en el segundo se modificó la potencia aplicada en cada material. Se analizará el uso potencial en herramientas de corte para las películas de BN y en el caso de las películas de AgTi en sus aplicaciones electrónicas, ópticas y biomédicas.

1.1.2. Objetivos particulares

- Analizar la composición química, morfología y rugosidad del sistema de películas de nitruro de boro (BN) y el sistema plata-titanio Ti/Ag:Ti.
- Obtener películas de Ag:Ti con diferentes porcentajes de Ti mediante un co-depósito por magnetrón sputtering, variando la potencia en el titanio.
- Caracterizar la composición de las películas utilizando espectroscopia de fotoelectrones por rayos X, la rugosidad utilizando microscopio fuerza atómica y la morfología utilizando la microscopía de barrido electrónico

1.2. Justificación

Actualmente, se utilizan recubrimientos para aumentar el desempeño de materiales, pero conservando propiedades como la tenacidad del sustrato, e integrando alta dureza y resistencia al desgaste. Sin embargo, la gran parte de estos recubrimientos cuentan con problemas de fragilidad y elevada fuerza de fricción (Zhang, y otros, 2008). En los tiempos recientes, los nitruros de metales de transición son los más utilizados en aplicaciones industriales. Principalmente, el nitruro de titanio (TiN) debido su buena resistencia al desgaste, pero no proporciona suficiente protección sobre movimientos a altas velocidades y en ambientes de poca lubricación (Zhang, y otros, 2008).

Como alternativa surgen las películas de nitruro de boro (BN), especialmente la fase cristalina c-BN que se mantiene sobresaliente, en muchas condiciones duras posee propiedades como buena resistencia a la oxidación, estabilidad térmica, químicamente inerte con materiales ferrosos y buen conductor térmico (Ulrich, Ye, Stüber, & Ziebert, 2009).

Para incrementar la capacidad de los recubrimientos de herramientas, el proceso consiste en hacer un sistema de recubrimiento de distintas capas, con diferentes materiales y, por ende, distintas propiedades. Existen combinaciones de recubrimientos duros convencionales, como TiN o TiAlN, y encima un sistema de capas con una capa de carburo de boro (B₄C), un capa gradiente de B-C-N y el c-BN con alta dureza como capa exterior (Keunecke, Wiemann, Weigel, Park, & Bewilogua, 2006), esto con el propósito de que las herramientas logren resistir altas temperaturas, incluso la corrosión y el desgaste, y eventualmente para poder aumentar la vida útil de estas útiles herramientas de corte.

Películas de Ti/Ag:Ti

Los metales con baja resistividad, como la plata, tiene un rol importante como interconector y electrodo. Las películas de plata poseen baja resistividad con un coeficiente de $1.59 \mu\Omega$ pero éstas presentan alta aglomeración durante su crecimiento lo que limita sus aplicaciones y reduce su adhesión en sustratos de SiO₂/Si o de vidrio. Por esta razón, en este proyecto se aplicará un dopaje con Ti para suprimir la aglomeración de la plata formando una película delgada de AgTi (Kawamura, Zhang, Kiyono, & Abe, 2013).

1.3 Antecedentes

Películas de nitruro de boro BN

Los recubrimientos de nitruro de boro, en sus diversas fases, tanto como la cúbica como la hexagonal, presentan propiedades atractivas para su aplicación en diferentes sectores. Estos recubrimientos pueden ser sintetizados por distintos métodos, de los cuales destacan las técnicas PVD como magnetrón sputtering. En esta sección se mencionan dos experimentos realizados con esta técnica, pero para distintos propósitos del depósito del experimento.

Con base a la experimentación de (Fan, Cheng, & Luo, 2020) que consiste en un depósito por la técnica de magnetrón sputtering RF, se analiza tanto la estructura como las propiedades ópticas de películas delgadas de nitruro de boro (BN) dopadas con carbono (C), se pueden rescatar las técnicas de caracterización de estas estructuras dopadas, donde se realiza por AFM, espectroscopía Raman y XPS, por la última técnica de caracterización se determinó que las muestras se componen de enlaces químicos B–N, B–C y C–N.

Mientras que, en el experimento llevado a cabo por (Jia, y otros, 2011) se asemeja más a la síntesis realizada para las muestras caracterizadas para este proyecto. En el experimento antes mencionado, se observa el efecto del flujo de N₂/Ar en los depósitos de las películas B-C-N, y se analiza este comportamiento de él en las composiciones químicas y el contenido de enlaces en las películas B–C–N sintetizado utilizando la técnica de sputtering. En donde los resultados mostraron que con el aumento de la relación de flujo de N₂/Ar, el porcentaje de nitrógeno es invariable, mientras que los porcentajes de boro y carbono disminuyen y aumentan, respectivamente.

Películas de Ti/Ag:Ti

Por otro parte, las películas codopadas con plata y titanio han llamado mucho la atención por sus aplicaciones dentro de la industria de la biomedicina y de la electrónica, asimismo su manera de síntesis capta la atención por la rapidez de depósito de la plata y la estabilidad del titanio cuando se realiza la técnica de sputtering.

En la caracterización física y química de recubrimientos de titanio dopados con plata realizada por (Schmitz, y otros, 2014), en donde, los recubrimientos se sintetizaron utilizando una fuente de magnetrón sputtering, se caracterizó su morfología, ángulo de contacto, composición de fase, contenido y distribución de plata.

Se ha realizado por (Kawamura, Zhang, Kiyono, & Abe, 2013), un dopaje de titanio sobre plata para mejorar la resistividad y evitar la aglomeración de la plata en recocido. Los porcentajes finales de Titanio fueron de 0.2%, 0.5% y 1.4%, donde las de mayor desempeño fueron las de 0.2% y 0.5, respectivamente. Más aún, se encontró que al momento de realizar el recocido la aglomeración de la plata disminuía. Se ha realizado por (Kawamura, Zhang, Kiyono, & Abe, 2013), un dopaje de titanio sobre plata para mejorar la resistividad y evitar la aglomeración de la plata en recocido. Los porcentajes finales de Titanio fueron de 0.2%, 0.5% y 1.4%, donde las de mayor desempeño fueron las de 0.2% y 0.5, respectivamente. Más aún, se encontró que al momento de realizar el recocido la aglomeración de la plata disminuía. Los resultados de la morfología, realizados con AFM demostraron cambios significativos en la morfología y rugosidad de los recubrimientos, dependiendo en la combinación de la combinación del sustrato y la temperatura. Estos recubrimientos son comunes de realizar ya que los materiales metálicos, principalmente titanio y sus aleaciones, tienen buenas propiedades mecánicas, además de que estos materiales tienen un potencial para evitar infecciones bacterianas.

1.4. Contexto

Películas de nitruro de boro BN

Actualmente existen herramientas de corte, donde tanto el material por el cual están constituidas y el tipo de operación que realizan son importantes, por ello los recubrimientos en herramientas son indispensables en la industria. El tipo de material más común para las herramientas de corte puede ser desde el acero HSS el cual es muy utilizado en la actualidad

porque se trata de un acero con alto contenido en carbono con adiciones considerables de elementos de aleación como tungsteno, molibdeno, cromo, vanadio y cobalto (López, 2016). El recubrimiento puede ser de un material duro, y un principal material de recubrimientos protectores de herramientas es el nitruro de boro cúbico (c-BN), por su alta dureza y resistencia química. Además de esto, la fase c-BN tiene aplicación como en sectores como en la industria óptica, térmica y electrónica (Yamamoto, Keunecke, Bewilogua, Czigan, & Hultman, 2001).

Películas de Ti/Ag:Ti

El titanio (Ti) tiene una excelente biocompatibilidad, además en un entorno biológico, este material tiene una resistencia superior a la corrosión. Su uso en el entorno de la ingeniería de biomateriales también ayuda a prevenir la adherencia bacteriana inicial y la formación extensiva de una biopelícula resistente en la superficie de diferentes materiales, lo cual es un objetivo de hoy en día. Por ejemplo, (Fernández, 2017) realizó mediciones antimicrobianas con E. Coli, Bacillus y Estafilococos, para cuatro tipos de nano estructuras, donde se observaron comportamientos antimicrobianos diferentes con respecto a la plata en su forma de nanopartículas de plata como se ve en la Figura 2. Asimismo, la plata es un material bioactivo que posee el menor riesgo de alergias a los metales, La plata puede llegar modificar las propiedades de los materiales a base de Ti, pero sin una disminución significativa en su biocompatibilidad (Wojcieszak, y otros, 2016). Entonces, la combinación de Ti-Ag puede exhibir una excelente biocompatibilidad por parte del titanio, combinada con las propiedades antimicrobianas de la plata.

Por otro lado, las películas delgadas IMI (ITO-metal-ITO) transparentes y conductoras, son altamente dependientes de la capa intermedia, para una buena estabilidad. Donde la plata sería excelente opción debido a su gran capacidad de transmitancia y conductividad. Pero las películas delgadas de plata pura son inestables y de fácil aglomeración, además la conductividad y transmitancia se verán reducidas al aumentar la rugosidad, corrosión y oxido. Al dopar la Ag con Ti se obtiene una mejor estabilidad y resistividad (Shi-Wei, Koo, Huang, & Chen, 2005). Por lo que se le dará el enfoque de capa intermedia de conductores transparentes.

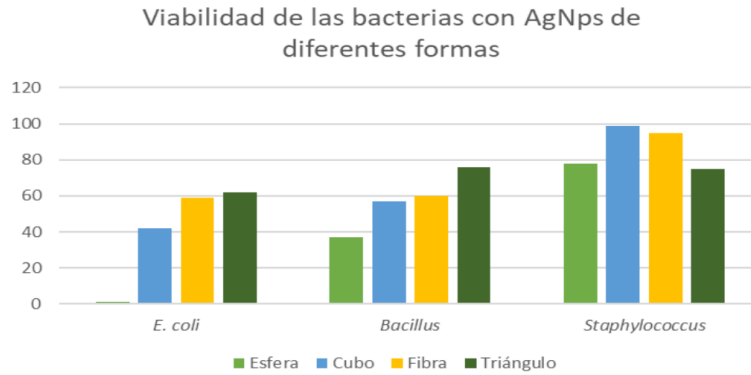


Figura 3. Aplicación biomédica de nanopartículas de plata

2. Desarrollo

2.1. Sustento teórico y metodológico

2.1.1. Sputtering (Depósito de películas delgadas por pulverización catódica)

La pulverización catódica (sputtering) es un proceso físico en el que se produce la erosión de los átomos de un material sólido denominado “blanco” mediante el bombardeo de este por iones energéticos, como se muestra en la Figura 4. Se utiliza principalmente en áreas como películas delgadas, técnicas de grabado y técnicas analíticas (Wasa, Kanno, & Kotera, 2012).

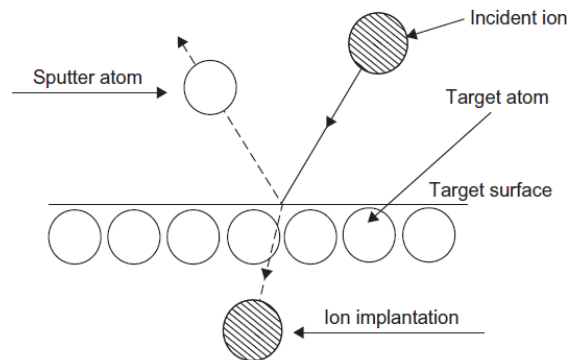


Figura 4. Proceso físico de pulverización catódica; obtenida de analíticas (Wasa, Kanno, & Kotera, 2012)

La técnica RF o radio frecuencia sputtering involucra un potencial o corriente eléctrica alterna en un rango de radio frecuencia (3 Hz – 300 Ghz) para evitar que se cargue ciertos tipos de materiales, que, con el tiempo, puede provocar la formación de arcos en el plasma que arroja gotas, lo que crea problemas de control de calidad en las películas delgadas, e incluso puede provocar el cese completo de la pulverización de átomos que finalizan el proceso (Hughes, 2016).

Mientras el sputtering de corriente directa (DC) es un método efectivo para aplicar recubrimientos que son realizados con materiales conductores. Pero está limitado cuando se trata de materiales dieléctricos, porque puede tomar una carga polarizada (Hughes, 2016).

2.1.2. Atmósfera de Neón

En los procesos de crecimiento de películas vía condensación desde una fase gaseosa como el sputtering, una fracción larga de iones entre las especies que forman la película benefician la síntesis de películas hechas a medida. En procesos PVD que utilizan plasma, se genera con colisiones de electrones energéticos o con gases metaestable (argón). La generación de grandes flujos de iones requiere que se promueva. La probabilidad del impacto se describe usando el camino de ionización libre medio λ_{miz} que está determinada por velocidad de los neutros pulverizados v_s , la densidad del plasma n_e , y el coeficiente de ionización con la expresión:

$$\lambda_{miz} = v_s / (k_{miz} * n_e)$$

Ecuación 1.

Una forma de disminuir λ_{miz} , para promover la ionización por impacto de electrones es aumentar la densidad (electrón) del plasma. También, esto se puede lograr con la variación del coeficiente k_{miz} , que está definido como:

$$k_{miz}(T_e) = k_0 \exp\left(-\frac{E_0}{T_e}\right)$$

Ecuación 2.

Donde k_0 y E_0 son constantes que dependen del material, es evidente de la ecuación que la temperatura T_e , es un exponencial, que provee un medio para aumentar la probabilidad de ionización. Lo que mayor afecta a T_e es el gas del sputtering que debe tener un número suficiente de electrones de alta energía, entre los valores que se encuentran algunos gases son Ar ($E_i=15.6$), He ($E_i=24.58$) y Ne ($E_i=21.56$) (Aijaz, Sarakinos, Lundin, Brenning, & Helmersson, 2012).

2.1.3. FTIR (Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier)

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es una técnica para obtener el espectro infrarrojo de absorción, emisión y fotoconductividad de sólidos, líquidos y gases. Esta técnica utiliza el proceso matemático llamado transformada de Fourier para traducir los datos sin procesar (interferograma) en el espectro real, en pocas palabras, es para identificar

los grupos funcionales característicos a partir de las bandas espectrales (Burgos & Langlet, 1999), obteniendo un espectro infrarrojo en un rango completo de números de onda simultáneamente.

La longitud de onda de absorción es proporcional a la energía requerida para iniciar oscilaciones intramoleculares. Las oscilaciones típicas de las moléculas se registran como "picos" o "absorbancias" por el espectrómetro FTIR. Estos movimientos se cuantifican específicamente a las oscilaciones de grupos funcionales y son se encuentra comúnmente en la misma ubicación del espectro infrarrojo independientemente del compuesto (Poliskie & Clevenger, 2008).

2.1.4. SEM (microscopia de barrido electrónico)

Un microscopio electrónico utiliza electrones en lugar de luz visible, para crear una imagen; por este método se logra llegar a una mayor amplificación debido a que los electrones tienen una longitud onda considerablemente menor que la de los fotones. Existen varios tipos de microscopios electrónicos, algunos de ellos son: Microscopio electrónico de transmisión (*Transmission Electron Microscopy TEM*) y el microscopio electrónico de barrido (*Scanning Electron Microscope SEM*). Las utilidades de microscopio SEM, son muy variadas, van desde la química hasta la geología. En ciencia de materiales como análisis de fases cristalinas, transiciones de fases, valoración del deterioro de materiales y control de calidad (Egerton, 2016).

El SEM es un tipo de microscopio que genera imágenes a través del bombardeo de electrones hacia una muestra, los cuales interactúan con la muestra liberando señales que son captados por unos sensores para formar una imagen de la topología del material. Para evitar que los electrones no interactúen con el aire, las mediciones se realizan en alto vacío (Stokes, 2008). Al igual que el TEM, se aumenta su resolución gracias a lentes magnéticas, cuando se aceleran los electrones primarios (filamento) e interactúan con la materia de forma elástica (interacción electrostática con el núcleo) e inelástica (electrones del átomo). Esto puede crear dos tipos de señales los electrones secundarios (electrones eyectados del átomo bombardeado) o electrones retro dispersados (electrones que son regresados elásticamente), (Egerton, 2016).

2.1.5. AFM (microscopio fuerza atómica)

El principio del AFM se basa, en una punta muy fina (tip), montada sobre el final de un cantiléver, que barre la superficie de la muestra en series horizontales. Las deflexiones causadas por la interacción del tip y la muestra son detectadas por un sensor óptico. Esta señal se usa para minimizar la fuerza que se aplica a la muestra a través del servo motor (Fotiadis, Scheuring, Müller, Engel, & Müller, 2001).

Es una herramienta versátil para medir la topografía de la superficie. Es ampliamente utilizado porque es fácil de usar y tiene una amplia capacidad de realizar diferentes trabajos, especialmente a la hora medir rugosidad (Dana, Sedin, Kathy, & Rowlen, 2001).

2.1.6. XPS (espectroscopia de fotoelectrones por rayos X)

Espectroscopia de fotoelectrones por rayos X, es una técnica cuantitativa basado en el efecto fotoeléctrico donde se pueden identificar los elementos de un material o un recubrimiento. No solo puede mostrar los elementos presentes también como están enlazados.

Esta técnica pertenece a la familia de espectroscopias de fotoemisión, en donde la población de electrones es obtenida por la irradiación de un chorro de rayos X. Los estados químicos son inferidos por la medición de la energía cinética o energía de enlace. Por esto se requiere de un alto vacío de alrededor de 10^{-7} Pa. Se pueden analizar compuestos, aleaciones, semiconductores, polímeros, elementos, vidrios, recubrimientos entre otras muchas cosas. En la Figura 5 se muestra los componentes principales de la instrumentación del XPS (Andrade, 1985).

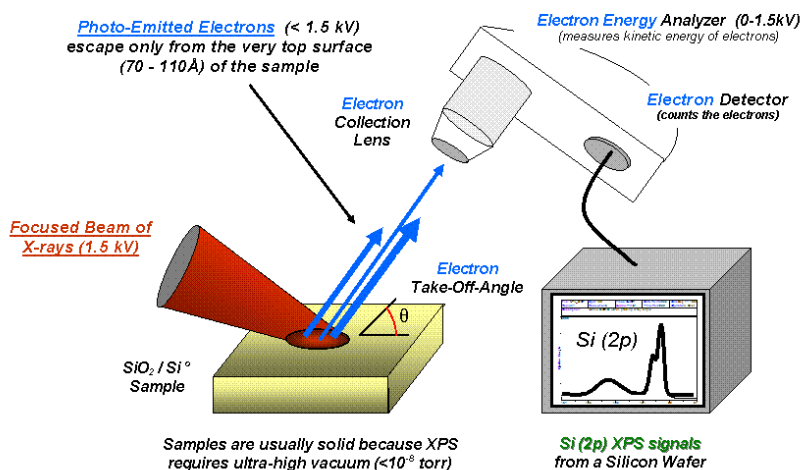


Figura 5. Partes principales del XPS, Imagen obtenida (Wikipedia contributors, 2022)

2.2. Planeación y seguimiento del proyecto

2.2.1. Descripción del proyecto

En esta sección se describe la metodología utilizada en este proyecto. En primer lugar, se partió de un sistema de muestras ya recubiertas, correspondientes a una serie de películas multicapa de nitruro de boro, en donde se varió la proporción del gas Ar:Ne en el depósito por magnetron sputtering. La nomenclatura de las muestras y su relación [Ar:Ne] es de la siguiente manera S1Si5 [1:0], S1Si2 [7:3], S1Si3 [1:1] y S1Si5 [1:0].

También se utilizó *Origin* para analizar espectros de FTIR, y así obtener los picos característicos de fase cubica y hexagonal, para calcular la fracción de cada fase en la películas de nitruro de boro BN.

Por otro lado, en este proyecto se depositó un sistema de películas de AgTi por magnetron sputtering de corriente directa modificando la potencia en cada uno de los blancos de plata y titanio para obtener diferentes porcentajes de cada elemento. Se utiliza la nomenclatura [Ag:Ti], haciendo referencia a la potencia de la plata y el titanio utilizadas durante el depósito, las muestras realizadas son S1 [45:0], S2 [45:40], S3[45:80] y S4[0:40].

Ambos sistemas de películas delgadas fueron caracterizados por microscopía de fuerza atómica en modo de contacto, para después procesar los datos con el programa *Gwyddion* y así determinar la rugosidad de cada muestra, y complementar los análisis con microscopía electrónica de barrido. Se realizaron mediciones por espectroscopía de fotoelectrones por rayos X para poder calcular la composición atómica de la superficie de los recubrimientos mediante un ajuste con el software *Aanalyzer* y graficando los datos mencionados con el software de *Origin*.

2.2.2. Plan de trabajo

Para realizar nuestras actividades planeadas para este proyecto, se plantearon 6 tareas principales para aproximadamente 15 semanas. Se seccionaron las 15 semanas en 5 períodos como se puede observar en la Tabla 1. Cronograma de actividades. Antes que nada, se realiza una investigación bibliográfica en más de 15 artículos científicos relacionados con las películas de nitruro de boro (BN), donde se investiga las distintas fases de este compuesto, sus características y propiedades, así como una revisión de distintos depósitos de estas películas realizados con magnetron Sputtering y artículos que se enfocan en el análisis XPS de películas de BN. Con la información recabada, se realiza la caracterización de 5 muestras

depositadas con distintos flujos de gases argón/neón en el proceso de depósito por sputtering. Para la caracterización, se pretende observar el espesor y realizar un análisis de composición por Espectroscopia de energía dispersiva (EDS) a las muestras de BN en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM). La siguiente prueba de caracterización, es un análisis de rugosidad de la superficie de las muestras por medio de Microscopia de Fuerza Atómica (AFM), donde se observa la superficie rugosa o lisa de las muestras con un barrido general de área de 40x40 μm y un barrido pequeño de 5x5 μm , y con el software *Gwyddion* se procesan las imágenes obtenidas del AFM para obtener el valor numérico de la rugosidad. La última prueba de caracterización consiste en un análisis de composición por Espectroscopía por fotoelectrones de Rayos X (XPS) donde se realiza una medición en 3 puntos distintos de cada muestra para obtener la composición de cada muestra y sus respectivos elementos que son carbono (C), oxígeno (O), nitrógeno (N) y boro (B). posteriormente estas mediciones fueron analizadas con el software *Aanalyzer* para obtener los porcentajes de composición de cada elemento.

Basándonos en la Tabla 1. Cronograma de actividades, se realizan 4 depósitos en total de plata (Ag) y titanio (Ti) con el uso del equipo de magnetron sputtering, todos realizados con una capa de adherencia de Ti. Para el primer depósito, solo se agrega una capa de Ag, para el segundo y tercer depósito se realizan co-depósitos de AgTi, modificando la potencia. Para el último depósito, solo se agrega una capa de Ti. Tanto el primer y último depósito se utilizarán como de referencia para compararlos con los co-depósitos. Posteriormente, para la caracterización de estos sistemas co-dopados, se realiza una medición de la rugosidad de la superficie con el AFM, y la cual se verificará con un análisis de la morfología de la superficie con un barrido en el SEM.

Actividad realizada	Semana 1-3	Semana 4-6	Semana 7-9	Semana 10-12	Semana 13-15
Investigación bibliográfica					
Medición morfología SEM					
Medición rugosidad AFM					
Medición composición XPS					
Análisis composición Aalyzer					
Codepósito Ag/Ti Sputtering					

Tabla 1. Cronograma de actividades

2.2.3. Desarrollo de propuesta de mejora

2.2.3.1. Parámetros de trabajo

Películas de nitruro de boro BN

Para los distintos equipos utilizados para este proyecto que fue el SEM, AFM y XPS, se tuvieron que decidir que parámetros se utilizarían, ya que, en promedio, se realizaron 3 mediciones con los mismos parámetros, pero en distintos puntos, para poder comparar los resultados obtenidos, los parámetros elegidos fueron los siguientes:

SEM	
Voltaje	15 kV
Spotsize	60
Magnificación	220x
Escala	100 μ m

Tabla 2. Parámetros SEM para sistema BN

En la Tabla 2 se observa que se maneja un voltaje de alrededor de 15 kV para no cargar energéticamente las muestras y poder visualizar claramente, también las micrográficas para discutir en la sección 3 se realizaron a una magnificación de alrededor 200x para obtener una escala de 100 μ m y tener una vista amplia sobre la superficie y poder comparar la superficie de las muestras.

AFM	
Voltaje	0 V
Área	5x5 μm
Velocidad	0.8 – 1.2
Puntos	512

Tabla 3. Parámetros AFM para sistema BN

Para el AFM, se utiliza la mínima área posible y clara de las muestras que fue 5x5 μm como se menciona en la Tabla 3, para tener un área suficiente para poder hacer los cálculos de rugosidad con el software de *Gwyddion*.

XPS	
Flood gun	0.6 eV
Paso	0.1 – 1 eV
Paso de energía	10 – 40 eV
Escaneos	1 – 6

Tabla 4. Parámetros XPS para sistema BN

XPS – alta resolución	
Oxígeno 1s	540 – 525
Nitrógeno 1s	407 – 390
Carbono 1s	295 – 280
Boro 1s	195 – 185

Tabla 5. Espectros XPS alta resolución para sistema BN

Tanto en la Tabla 4 y Tabla 5 corresponden a los parámetros que se siguieron para las mediciones en XPS para realizarles un espectro de barrido amplio y sus respectivos barridos pero a alta resolución de cada elemento presente, donde los espectros se limitan como en la Tabla 5, aunque el flujo constante de electrones de baja energía o *flood gun* sobre un área deseada llegó a variar ± 1 eV en cada muestra.

Películas de Ti/Ag:Ti

A comparación del sistema BN, para las películas Ti/Ag:Ti se realizó la síntesis de estas mismas con el equipo de sputtering, donde sus parámetros fueron cruciales para el depósito de las películas, ya que se planeó un codopaje. Asimismo, se realizó la respectiva caracterización de las películas con los equipos de SEM, AFM y XPS, los parámetros seguidos fueron los siguientes:

Sputtering	Muestra S1	Muestra S2	Muestra S3	Muestra S4
Capa adherencia de Ti 5nm	✓	✓	✓	✓
Co-depósito Ag:Ti		✓	✓	
Potencia Ag	45 W			0 W
Potencia Ti	0 W	40 W	80 W	40 W
Presión de trabajo	8 mTorr			
Tiempo	20 min			
Espesor esperado	240 nm	240 nm	240 nm	17 nm

Tabla 6. Parámetros de depósito Sputtering para sistema AgTi

Acorde a la Tabla 6, se realizaron 4 depósitos en total cada uno con su respectiva capa de adherencia de titanio para una mejor adherencia de las películas al sustrato, y sus parámetros de tiempo del depósito y presión de trabajo permanecieron constantes. Como se observa, 2 depósitos de ellos corresponden a co-depósitos realizados variando la potencia del titanio.

SEM	
Voltaje	15 kV
Spotsize	60
Magnificación	6,000x
Escala	2 μm

Tabla 7. Parámetros SEM para sistema AgTi

Para el análisis de los co-depósitos en el SEM, se maneja un voltaje de alrededor de 15 kV para no cargar energéticamente las muestras, porque se cargan con facilidad por su alta conductividad derivada de los materiales en que están depositadas las muestras. Además, como se observa en la Tabla 7 se observan las muestras con una escala más pequeña, que son 2 μm que fue utilizada más que nada para hacer una espectroscopía de energía dispersiva (EDS) para identificar elementos y composición sobre la superficie.

AFM	
Voltaje	0 V
Área	5x5 μm
Velocidad	1.06
Puntos	512

Tabla 8. Parámetros AFM para sistema AgTi

En la Tabla 8, para el análisis AFM, se utiliza la mínima área posible de las muestras que fue 5x5 μm , para tener un área suficiente para poder hacer los cálculos de rugosidad con el software de *Gwyddion*.

Para llevar a cabo el análisis del XPS se utilizaron los parámetros de las tablas 9 y 10. En estas muestras no fue necesario el uso del *Flood gun* porque la muestra era conductora y se realizaron espectros de alta resolución a los picos principales.

XPS	
<i>Flood gun</i>	0.0 eV
Paso	0.1 – 1 eV
Paso de energía	10 – 25 eV
Escaneos	1 – 6

Tabla 9. Parámetros XPS para sistema Ag:Ti

XPS – alta resolución	
Oxígeno 1s	535 – 525
Plata 3d	379 – 364
Carbono 1s	287 – 281
Titanio 2p	468 – 454

Tabla 10. Espectros XPS alta resolución para sistema Ag:Ti

Mientras que, para el análisis de composición de las películas Ti/Ag:Ti, en el XPS se elimina el *flood gun* ya que no fue necesario al realizar el barrido del espectro amplio como se observa en la Tabla 9 y Tabla 10.

2.2.3.2. Softwares de trabajo

Para analizar las muestras en el XPS primero se limpiaron los portamuestras con acetona, etanol e isopropanol con la sonicadora durante 5 minutos. Se colocó una cinta doble cara para que la muestra fuera más conductora y no tuviera pérdida de electrones. También se utilizó el cañón de electrones para alinear el pico del carbono se muestra en la Figura 6 el desplazamiento llevado a cabo:

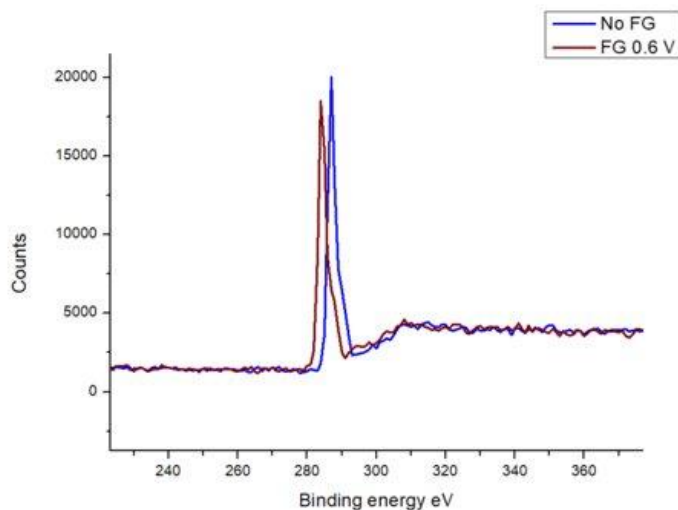


Figura 6. Desplazamiento llevado a cabo con cañón de electrones

Se obtuvo un espectro general para poder identificar los picos de los elementos más importantes y descartar los picos Auger que son debidos a otro tipo de interacciones, se muestra en la Figura 7:

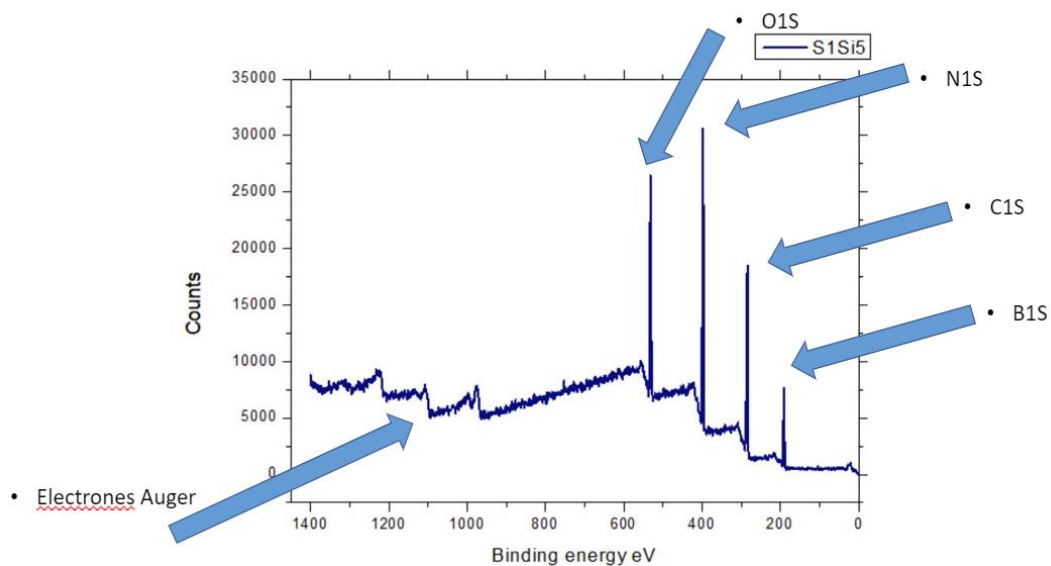


Figura 7. Survey de películas de nitruro de boro (BN)

Se utilizo el programa Origin para analizar espectros de FTIR, y así obtener los picos característicos de fase cubica y hexagonal, para calcular la fracción de cada fase en las películas de nitruro de boro BN.

También se usó el software AAnalyzer para analizar los espectros obtenidos del XPS, como por ejemplo la composición y enlaces entre los materiales. Ajustando con curvas Voigt, que es la convolución de una Gaussiana y Lorenziana. En el análisis llevado a cabo con AAnalyzer, primero se ajusta el pico del carbono utilizando aproximadamente 6 picos, deben las curvas deben estar correlacionadas tanto como la parte gaussiana como la parte Lorenziana, se obtiene una gráfica similar a la Figura 8. Una vez ajustado el carbono se desplaza el pico de mayor área utilizando la fórmula $f+1201.9+e0$, para ajustar lo mejor posible 284.8 de energía de enlace (posición del enlace C-C para el carbono adventicio).

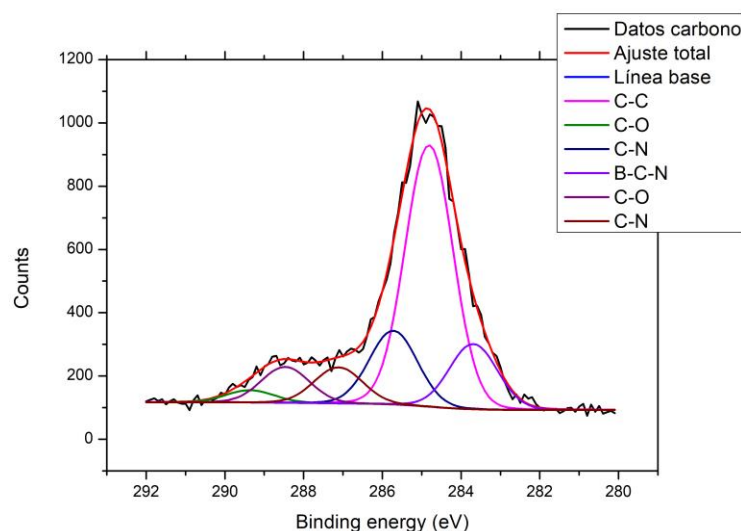


Figura 8. Ajuste del carbono con los picos teóricos

Se utiliza este el shift obtenido con el carbono, para aplicárselos a los demás elementos oxígeno, nitrógeno y boro. Para el oxígeno se utilizan aproximadamente 3 picos, el nitrógeno 4 picos y boro 3 picos. Se extraen los datos del AAnalyzer de KE(ev), BE(eV) y área. Se buscan en la literatura los factores de Scofield para cada elemento, se calcula lambda que es el camino libre medio inelástico de cada elemento que estada por:

$$IMFP = \lambda = 2170KE^{-1} + 0.72(aKE)^{0.5}$$

Donde λ está en unidades de nanómetros (distancia), a es igual al espesor de la monocapa y KE es la energía cinética del electrón. Esta ecuación se utilizó debido a que es la que corresponde a compuestos inorgánicos, como es el caso de películas delgadas de nitruro de boro.

Se calcula n que es igual al área entre el valor de Scofield multiplicado por el camino libre medio inelástico. Se suman todas las n de todos los elementos para poder calcular el porcentaje atómico de cada elemento.

Se revisa en la literatura la ubicación de los picos añadidos, por ejemplo, en espectro del nitrógeno aparece reportado el enlace B-N en la energía cinética de 1088.1, con los datos de la Tabla 11, se tiene 1088.4189 por lo que se podría decir que hay un enlace B-N en nuestra muestra.

Al ka =	1486.7 eV	shift	0.10437	a =	0.2						
Elemento	Orbital	picos #	KE (eV)	BE (eV)	σ	λ	Area	n	Atomic %	Totales	Enlaces
O	1s	1	955.58856	531.11144	2.93	9.953585294	679.34111	23.2938210	3.275963732	11.38661364	O-C
		2	954.45929	532.24071	2.93	9.950162633	1403.995	48.1579245	6.772766653		O-B
		3	953.09918	533.60082	2.93	9.943079088	277.14585	9.5130519	1.337883251		O-C
Elemento	Orbital	picos #	KE (eV)	BE (eV)	σ	λ	Area	n	Atomic %	Totales	Enlaces
C	1s	1	1203.0222	283.6778	1	11.1697285	319.05563	28.5643138	4.017187907	29.85009541	B-C-N
		2	1201.8979	284.8021	1	11.16451138	1279.0754	114.5661781	16.1121975		C-C
		3	1200.9891	285.7109	1	11.16029247	360.49744	32.3017914	4.542814048		C-N
		4	1199.5931	287.1069	1	11.15380874	176.32975	15.8089272	2.223313729		C-N
		5	1198.243	288.457	1	11.14753461	174.77752	15.6785806	2.204982233		C-O
		6	1,197.3503	289.3497	1	11.14338416	59.394786	5.3300492	0.749599987		C-O
Elemento	Orbital	picos #	KE (eV)	BE (eV)	σ	λ	Area	n	Atomic %	Totales	Enlaces
N	1s	1	1089.1858	397.5142	1.8	10.62853063	1533.4269	80.1525501	11.27238194	31.89413793	N-C-B-O
		2	1088.4189	398.2811	1.8	10.6247914	2123.1776	111.0180019	15.61319406		B-N
		3	1087.2137	399.4863	1.8	10.61891246	449.84209	23.5346391	3.309831568		C-N
		4	1086.6591	400.0409	1.8	10.61620604	230.81708	12.0788642	1.698730365		C-N
Elemento	Orbital	picos #	KE (eV)	BE (eV)	σ	λ	Area	n	Atomic %	Totales	Enlaces
B	1s	1	1296.9205	190.30066	0.486	11.59718239	224.77281	39.8799879	5.608585817	26.86915303	B-N-C-O
		2	1295.9458	190.87732	0.486	11.59282607	721.7525	128.1040049	18.0161114		B-N
		3	1294.8651	191.8349	0.486	11.58799408	129.9236	23.0697831	3.244455807		B-O
							Totales	711.0524689	100.000	100.000	

Tabla 11. Datos de Aanalyzer

Otra forma de comprobar los enlaces es comparando los espectros, en la Figura 9, se muestra el espectro del nitrógeno y boro, el enlace B-N, debe estar presente en ambos espectros. También la Tabla 11 en el ajuste del pico 2 de N 1s y B 1s, el porcentaje Atomic %, son parecidos lo que podría indicar que el enlace B-N está presente.

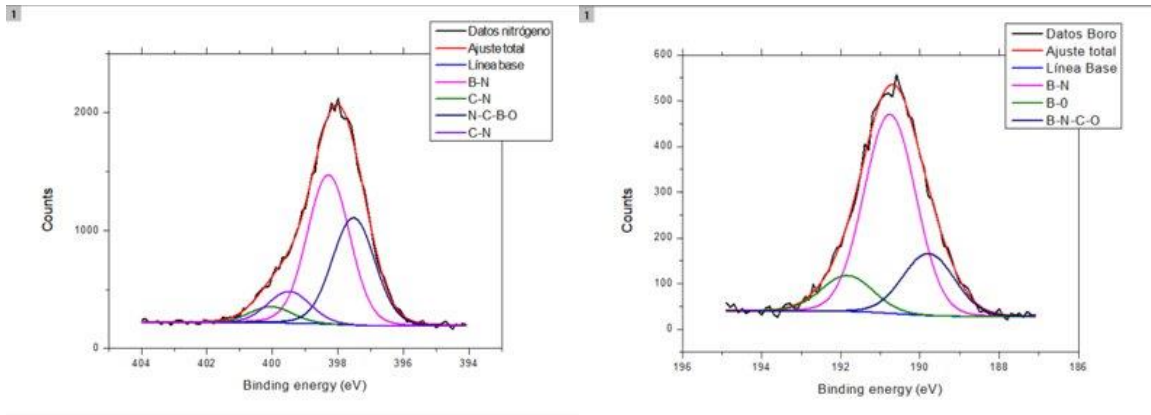


Figura 9. Ajuste de curvas con AAnalyzer, de los espectros N 1s y B1s, respectivamente

En este caso, se utiliza el software Origin, para graficar y calcular todos los datos de forma más exacta y precisa.

Para el análisis FTIR de las películas delgadas, se extrajeron los datos obtenidos del FTIR (Thermo Scientific Nicolet is50), se eliminó el ruido hasta el 410 cm⁻¹, se agregó la línea base de forma manual utilizando herramienta peak and baseline, para finalmente normalizar la columna de transmitancia, el proceso se puede observar en la tabla.

	A(X1)	B(Y1)	C(X2)	D(Y2)	E(X3)	F(Y3)	G(X4)	H(Y4)	I(X5)	J(Y5)	K(X6)	L(Y6)	M(Y6)
Long Name							Subtracted	Subtracted	Baseline_D	Baseline_D			
Units													
Comments			Eliminar ruido inicial hasta 410				Calcular línea base	Subtracted from F		Baseline to Subtract for F			Normalizar
F(x)=													
Sparklines													
1	399.6747	0	411.2455	96.29147	411.2455	96.29147	411.2455	-0.8587	411.2455	97.15017	411.2455	-0.8587	0.91728
2	400.1569	99.99762	411.7277	96.39322	411.7277	96.39322	411.7277	-0.74925	411.7277	97.14247	411.7277	-0.74925	0.92345
3	400.639	99.42126	412.2098	96.52436	412.2098	96.52436	412.2098	-0.61041	412.2098	97.13477	412.2098	-0.61041	0.93128
4	401.1211	99.00304	412.6919	96.64371	412.6919	96.64371	412.6919	-0.48337	412.6919	97.12708	412.6919	-0.48337	0.93845
5	401.6032	98.66499	413.174	96.69469	413.174	96.69469	413.174	-0.42469	413.174	97.11938	413.174	-0.42469	0.94176

Tabla 12. Procedimiento de procesado de datos para FTIR.

Se utilizó la siguiente fórmula para calcular el volumen de la fracción cBN:

$$cBN = \frac{I_{1060}}{I_{1060} + I_{1370}}$$

Ecuación 3

Formula obtenida de (Mirkarimi, Medlin , & McCarty, 1997) donde cada subíndice representa la intensidad en ese número de onda, se obtiene la intensidad utilizando el puntero de Origin, como se muestra en la Figura 9:

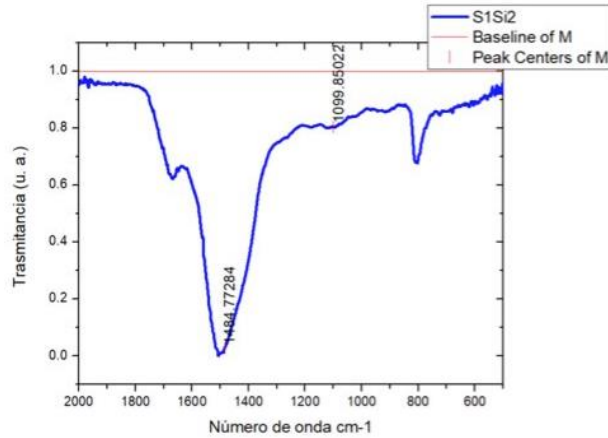


Figura 10. Intensidades para calcular la fracción cúbica

Se repitieron los pasos para todas las muestras, los picos podrían estar desplazados por siguientes factores (Mirkarimi, Medlin , & McCarty, 1997):

- Estrés de compresión
- Espesor de película
- Grado de cristalización
- Naturaleza del sustrato

Para procesar las imágenes de AFM se utilizaron los siguientes pasos:

Procedimiento para graficar en 3D

1. Abrir la imagen con el software *Gwyddion*.
2. Utilizar el botón de data process Level data by *mean plane subtraction*
3. Para filtrar la imagen se utiliza el botón *Remove polynomial background*.
4. Desplazar la imagen a cero con el botón *Shift minimum data value to zero*.
5. Graficar en 3D presionando el botón *Display a 3D view of Data*.

Procedimiento calcular la rugosidad en 2D y 3D:

1. Repetir los pasos 1 ha 4 del procedimiento para graficar en 3D.
2. Para calcular rugosidad en 2D oprimir el botón *Calculate roughness parameters* y medir en tres zonas distintas.
3. Para calcular rugosidad en 3D oprimir el botón *Statistical quantities*.



Figura 11. Botones de procesamiento de imágenes

Para utilizar la mufla se siguieron los pasos siguientes:

1. Conectar la mufla.
2. Encender la mufla con el botón verde.
3. Oprimir el botón mode
4. Seleccionar tiempo de calentado, moverse con el panel de flechas de cruz
5. Seleccionar temperatura de calentado.
6. Volver a presionar el botón mode.
7. Presionar el botón de encendido.

En el caso de las muestras Ag/Ag:Ti primero se cortaron los sustratos de silicio en 4 piezas, después se limpiaron en ultrasonido con acetona, isopropanol y etílico durante 10, 7, 5 min, respectivamente. Se montaron las muestras con cinta kapton, sobre el portamuestras. Después se introdujeron en la precámara del sputtering para realizar el vacío, para seguir con la cámara principal. Se trabajo con los parámetros del sputtering con los de la tabla 6. En la Figura 11 se muestra el antes y después del proceso.

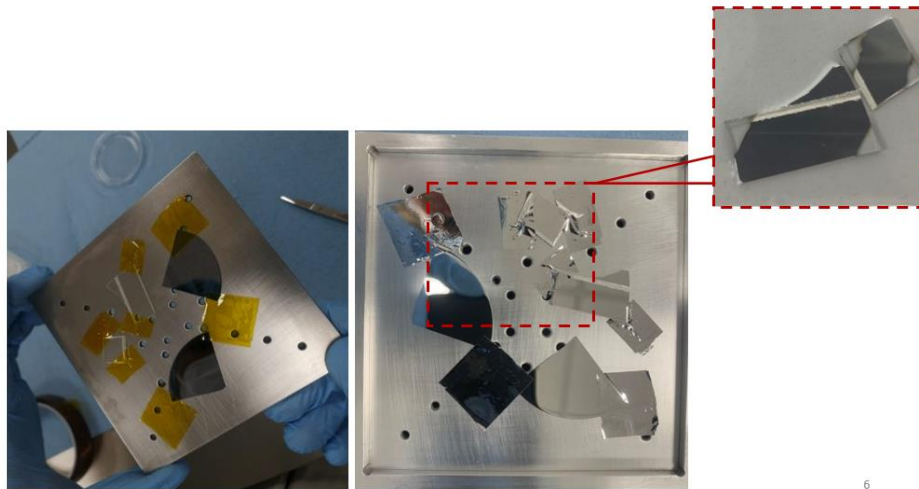


Figura 12. Antes y después del co-depósito de AgTi

También se realizó un tratamiento térmico con la mufla, se empleó un método de rampeado, para evitar choque térmico sobre la muestra para esto primero se colocó la muestra sobre la mufla y se calentó a 250 °C y se mantuvo durante 15 minutos, una vez terminado subir la temperatura hasta 500 °C durante 20 minutos.

3. Resultados del trabajo profesional

En esta tercera sección se presentan los resultados obtenidos para los sistemas de películas de nitruro de boro y plata-titanio. Se realizaron micrografías de todas las muestras para analizar la morfología con el SEM. En la Figura 12 se observan estas imágenes con los parámetros de la Tabla 2 para las muestras del sistema de BN: a)S1Si5[1:0], b)S1Si2[7:3], c)S1Si3[1:1] y d)S1Si4[3:7].

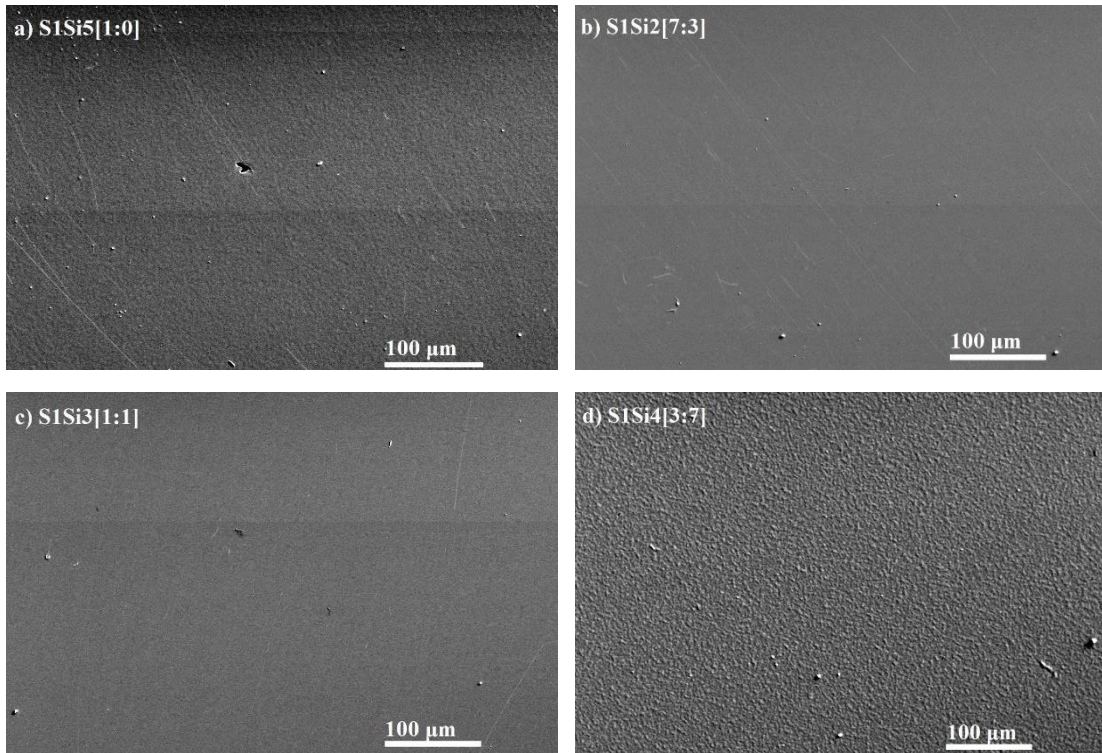


Figura 13. Micrografías SEM del sistema BN (a) S1Si5[1:0], (b) S1Si2 [7:3], (c) S1Si3 [1:1] y (d) S1Si4 [3:7]

Se puede notar que las muestras S1Si2[7:3] y S1Si3[1:1] tienen la menor rugosidad. La S1Si5[1:0] se encuentra con un poco mayor de rugosidad. Sin embargo, S1Si4[3:7] presenta la mayor apariencia rugosa que se aprecia a simple vista por la formación de muy pequeñas aglomeraciones en su superficie.

En Figura 13, se presenta una imagen con mayor aumento de la muestra S1Si4, aplicado un EDS puntual, se encontró que los pequeños puntos están compuestos mayormente de carbono mientras que los restantes está compuestos de cromo (posiblemente también boro pero el sistema no es capaz de detectarlo).

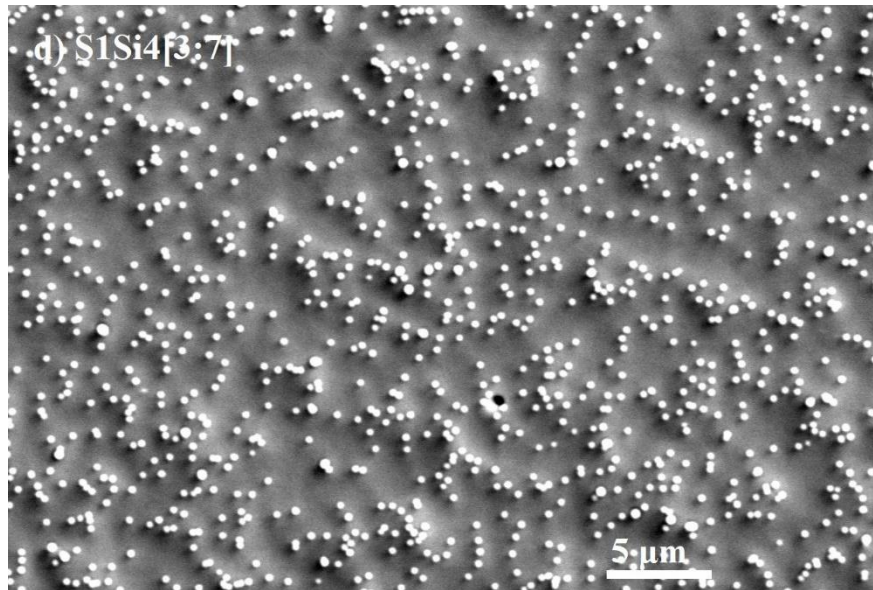


Figura 14. Micrografía SEM de muestra SiSi4[3:7]

También, se analizó la rugosidad de las muestras utilizando el AFM con los parámetros de la Tabla 3 y extrayendo la información del software *Gwyddion*, se calcularon los parámetros de Rugosidad Promedio (R_a) y Rugosidad cuadrática media (R_q). En donde R_a representa la desviación media aritmética, es decir, la desviación promedio de todos los puntos del perfil de rugosidad de una línea media sobre la longitud de evaluación. Así mismo, el parámetro R_q es el promedio de las desviaciones de altura medidas tomadas dentro de la longitud de evaluación y medidas desde la línea media (Klapetek, 2013). Los valores estimados se graficaron utilizando el software *Origin* para una mejor visualización, en la Figura 15, se muestran los resultados, se mantienen los parámetros de rugosidad bastante uniformes a medida que aumenta el neón, menos en el último caso de mayor concentración de Neón que sube, esto se nota claramente en las micrografías del SEM en particular la Figura 13, donde los cúmulos blancos probablemente estén causando el aumento de rugosidad.

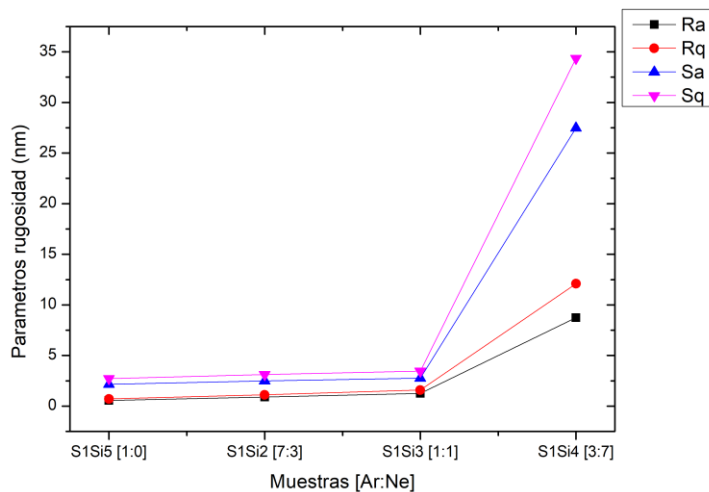


Figura 15. Rugosidad para sistema BN

Una vez analizados los espectros de alta resolución por XPS en *Aanalyzer* que corresponden a los elementos de C 1s, B 1s, N1s y O 1s acorde a la Tabla 5. Se encontraron los siguientes espectros con sus respectivas curvas de ajuste. En la Figura 15 se muestran los espectros de C 1s, B 1s, N1s y O 1s correspondientes a la muestra S1Si4[3:7].

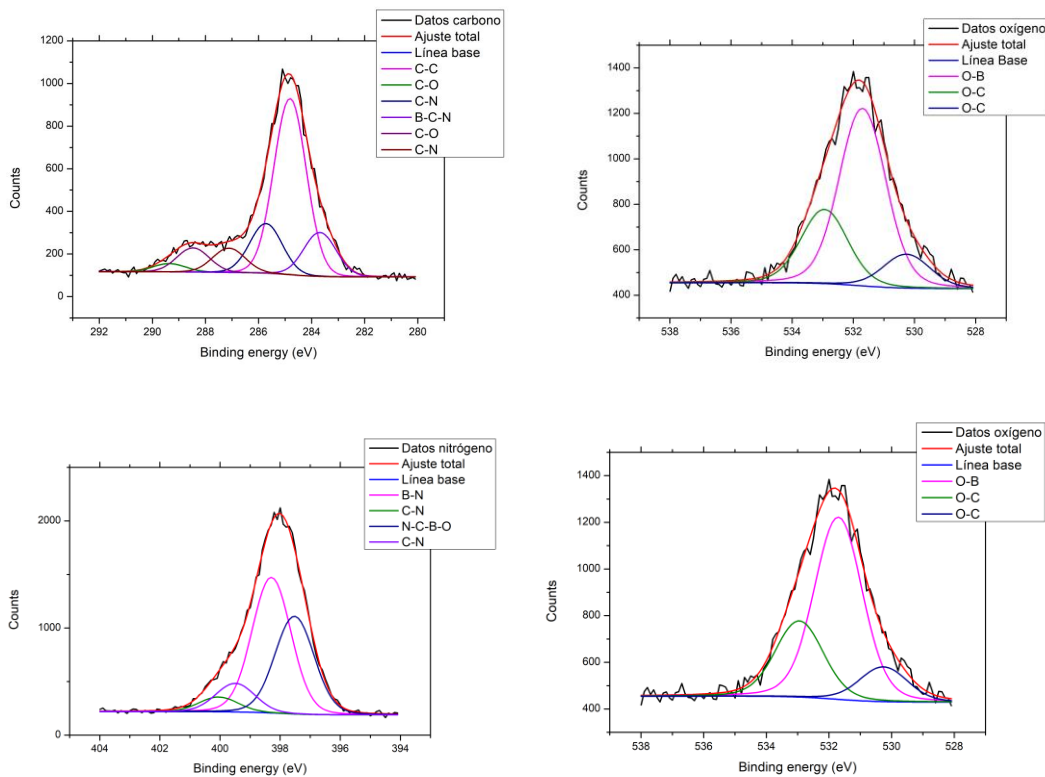


Figura 1516. Espectros de la muestra de (a)C 1s, (b)N 1s, (c)O 1s y (d)B 1s de la S1Si4[3:7]

De la misma forma, en la Figura 17, se muestra la variación de la composición atómica de cada muestra al modificar la atmósfera de trabajo (la proporción Ar:Ne) en el depósito; no se observa una tendencia muy clara, pero los valores se mantienen aproximadamente constantes.

En todos los recubrimientos se observa una mayor fracción de carbono que varía entre el 32 y 34 %. Los contenidos de nitrógeno y boro se encuentran en el rango de 28-31 % y 23-24%, respectivamente. Por último, el porcentaje de oxígeno se encuentra por debajo del 15 % el cual puede ser causa de contaminación durante el proceso del depósito o adsorción en la superficie de la muestra.

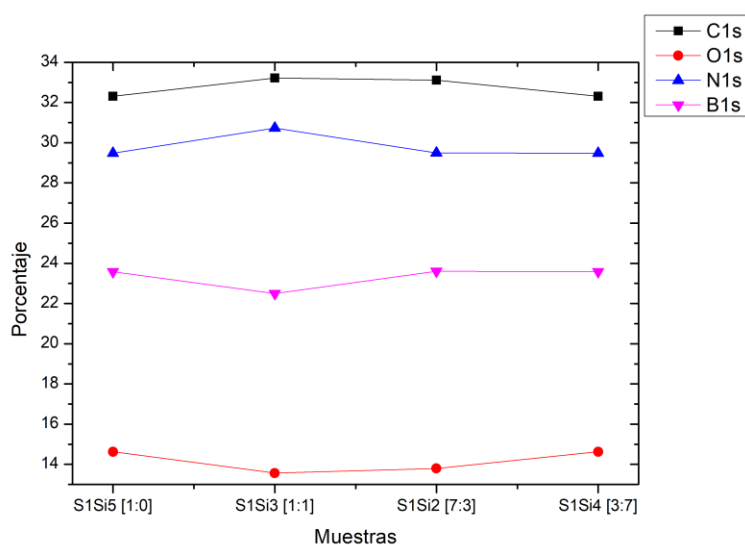


Figura 17. Variación de la composición de las películas

Se graficaron los resultados del FTIR, los cuales se pueden ver en la Figura 17; se puede apreciar que la fracción cúbica se mantiene constante a lo largo de la variación de la atmósfera del neón.

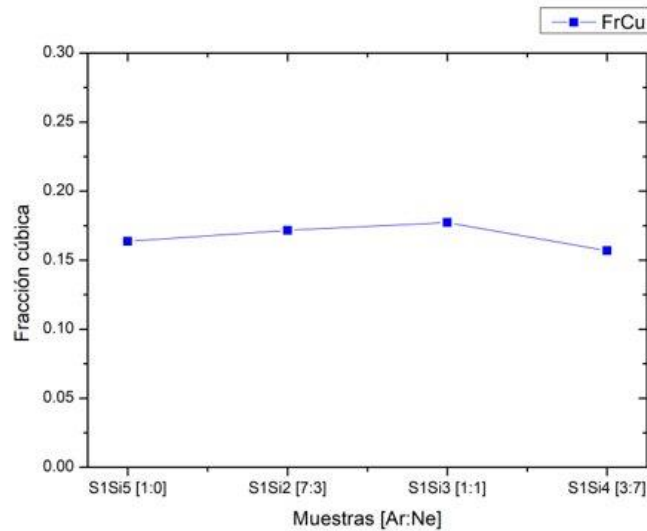


Figura 1718. Fracción cúbica de las muestras

Pasando a las películas de Ti/Ag:Ti, primero se caracterizó la rugosidad utilizando el AFM, haciendo uso del software Gwyddion. Se muestra los resultados en la Figura 18, se aprecia que S1 tiene una menor rugosidad a todas las demás. Seguidamente, S2 y S3 muestran aumento en la rugosidad, aunque S3 muestra una menor rugosidad a S2. Aunque aparentemente tienen una rugosidad similar, comparando ambas imágenes en el Software *Gwyddion*, la muestra S3 tiene unos picos muy altos y otros muy pequeños, lo que afecta el promedio, causando que aparente una rugosidad similar. Sin embargo, S2 es más uniforme como se manifiesta en la Figura 19.

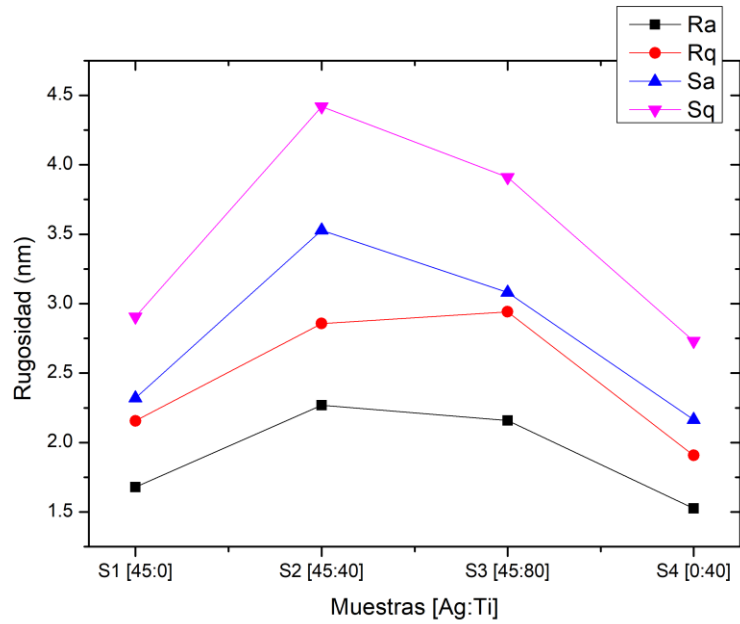


Figura 1819. Rugosidad comparativa entre las muestras

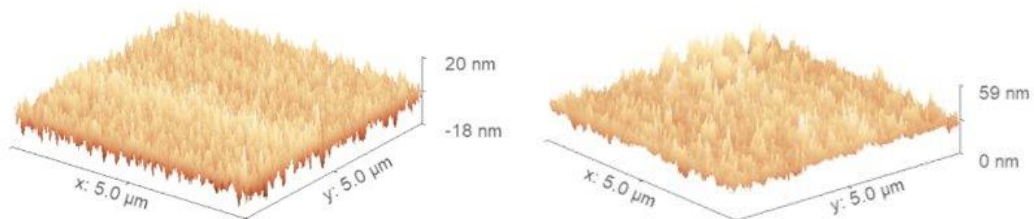


Figura 1920. Imagen 3D Gwyddion; Muestra a) S2 [45:40] b) S3 [45:80]

Por otra parte, se realizó un análisis de morfología y de composición con el microscopio SEM. En la Figura 20, se muestra el porcentaje del recubrimiento S2 y S3. Se tiene una tendencia al aumentar la potencia del titanio aumento su porcentaje mientras que la plata disminuye.

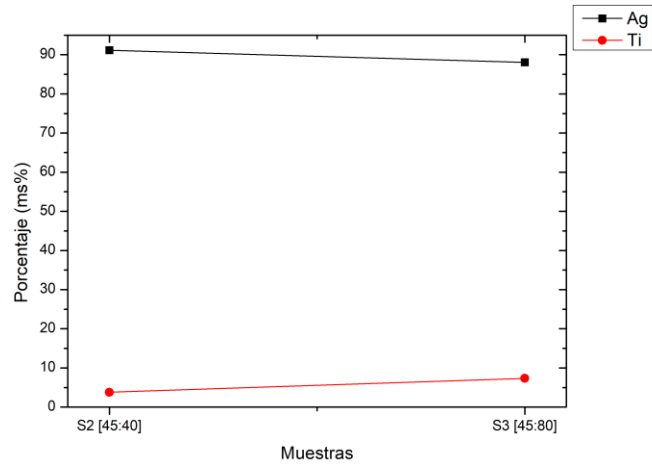


Figura 2021. Composición química de las películas AgTi

En la Figura 21, se presenta la distribución química de los elementos Ag y Ti, la plata (imagen morada) se concentra mayormente en la parte superior como se esperaría, mientras que el Titanio (imagen amarilla) se ve más difuminado esto debido a que se tiene en menor cantidad y la capa de adherencia es muy pequeña para ser captada por el Microscopio SEM.

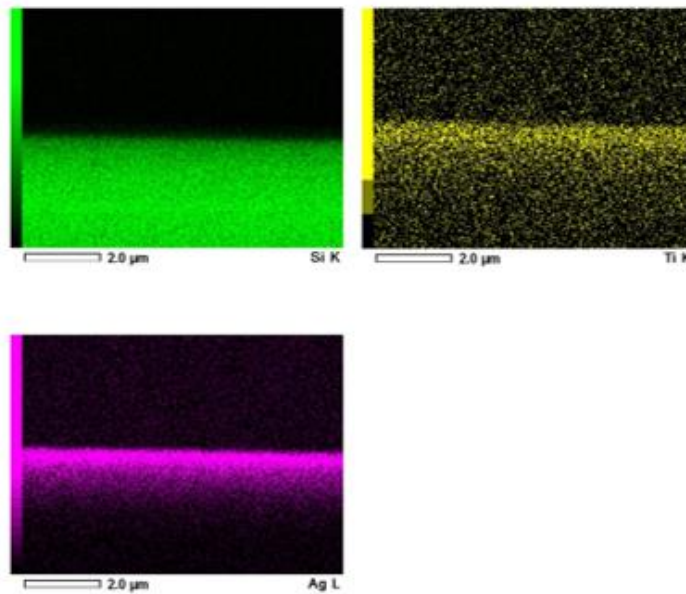


Figura 2122. Distribución química del sistema AgTi S2

Se realizaron medidas en el XPS, en la Figura 22 se muestra el Survey de la muestra S2, se descartaron los electrones Auger para un supuesto análisis de composición, se realizaron espectros de alta resolución en los picos de C 1s, Ag 3d, Ti 2p y O 1s. Esto debido a que son los más importantes, el pico ubicado aproximadamente en 600 eV, también pertenece a la plata, pero su contribución es muy pequeña comparada con el principal.

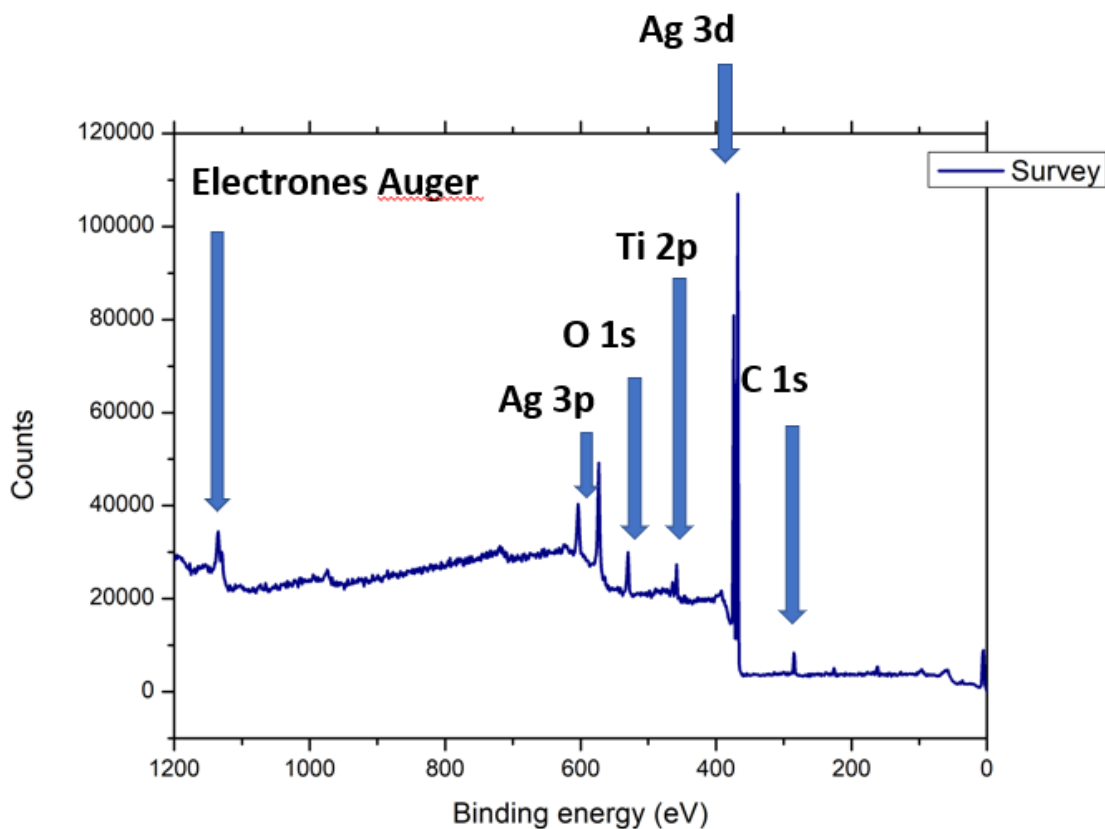


Figura 2223. Picos más importantes del sistema AgTi

4. Reflexiones, implicaciones éticas y aportes sociales del proyecto

4.1. Aprendizajes profesionales

A lo largo del desarrollo de este proyecto se han alcanzado, desarrollado y fortalecido habilidades profesionales como la síntesis y caracterización de películas delgadas, por ello, desarrollar este proyecto de aplicación nos ha proporcionado competencias profesionales en el ámbito de la investigación científica, principalmente. Además, se desarrollaron más habilidades para uso de equipos sofisticados como el XPS, el AFM y el SEM, los cuales fueron usados principalmente para la caracterización de morfología, rugosidad, espesor y composición de los sistemas multicapa. Para también, desarrollar competencias nuevas para hacer uso de softwares para completar nuestros análisis realizados. Todo lo mencionado anteriormente fue realizado, para poder indagar y señalar la importancia de los recubrimientos realizados con estas películas para distintas aplicaciones dentro del campo ingenieril de herramientas de corte, hasta dentro del campo de la electrónica.

4.2. Aprendizajes sociales

En cuestión de aprendizajes sociales, algo que se ha llegado a comprender a lo largo de estas semanas desarrollando el proyecto, es el impacto tan grande que puede tener en la sociedad cuando se logró al 100% los objetivos deseados, además de que se logren compartir con la comunidad científica e incluso estudiantil de la carrera, los resultados obtenidos sobre esta investigación de la influencia del gas del depósito de películas de nitruro de boro sobre la rugosidad de la superficie de estas mismas, para la fabricación de herramientas de corte. Asimismo, a partir de esta investigación, nos preparamos para pensar sobre el impacto que tendrían las películas de plata y titanio, pero una aplicación más médica o electrónica en la sociedad. Por lo tanto, nuestros servicios profesionales pueden ayudar a contribuir al pensamiento crítico para el desarrollo de nuevos materiales. Este proyecto nos ha ayudado a encaminar nuestra percepción del impacto que tiene la nanotecnología, en cuestión de técnicas de síntesis, donde evidentemente la investigación científica es clave para lograr un mayor impacto en la sociedad.

4.3. Aprendizajes éticos

Este proyecto nos ha permitido darnos cuenta de que siempre es necesario tener iniciativa y no cerrarse, si no nunca dejar de aprender sin importar a lo que te vayas a dedicar en los próximos años. Porque lo que importa es ofrecer tus conocimientos para alcanzar un bien común y lograr un impacto positivo en la industria y claramente en la sociedad, que es lo importante. También, aprendimos a recrear procedimientos, identificar áreas de mejora e intentar con ideas nuevas, lo que nos ha permitido volver autónomos y lograr realizar grandes avances de dentro de este proyecto de investigación.

4.4. Aprendizajes personales

Como aprendizajes personales con este proyecto, es que nos ha permitido visualizar la idea del papel que tenemos nosotros, los nanotecnólogos y nos motiva a ir más allá de lo que nos planteamos desde que iniciamos la carrera. Además, ha incrementado nuestra confianza al decidir qué es lo más conveniente para el proyecto y e incluso a aportar ideas nuevas y objetivos distintos. Desarrollar nuestras habilidades para la investigación, para la práctica en cuestión de uso sofisticados utilizados actualmente en industrias de primer nivel nos da una idea positiva de los avances que podemos continuar logrando en nuestro futuro profesional. Nos proporciona confianza para seguir por el camino de la investigación y de la práctica, a seguir indagando para buscar opciones clave para resolver distintos conflictos que se nos llegaran a presentar tanto en nuestro camino profesional, así como en el personal.

5. Conclusiones

Como conclusión, el objetivo planteado inicialmente por alcanzar fue logrado correctamente, porque se logró observar y analizar el cambio en la morfología y espesor con el equipo SEM, comparar la rugosidad con el equipo de AFM y el software de *Gwyddion*, así como la composición con el equipo XPS y el software de *Aanalyzer*, todo este análisis de los sistemas de películas delgadas de nitruro de boro (BN) y de un co-dopaje de AgTi, depositado por sputtering. En el primer sistema se logró analizar un cambio en la rugosidad, debido al cambio de la atmósfera de trabajo durante en depósito, donde se concluye que la fluencia de más neón que argón provoca una rugosidad muy marcada sobre la superficie, pero que, en

todo el sistema BN se logra la composición del enlace B-N que es el principal y más importante. En el segundo sistema se observaron cambios en la composición de titanio por la variación de la potencia de este, durante el co-depósito por sputtering, donde se rescata que una pequeña potencia en el depósito de titanio produce una rugosidad compacta sobre la superficie. Se desarrollaron competencias imprescindibles a lo largo del proyecto, se investigaron en diversas fuentes científicas sobre las películas a caracterizar, así como también se investigó y comparó sobre distintas técnicas de depósito, así como de las técnicas de caracterización de las películas que se iban a utilizar, con aplicaciones ingenieriles, biomédicas, electrónicas y ópticas.

6. Bibliografía

- Gascón Pérez, S. (2020). Optimización de plasma y síntesis de películas TiAl/TiAlN/TiAlCN/a-C depositadas por HIPIMS. *UNIVERSIDAD DE GUADALAJARACENTRO UNIVERSITARIO DE CIENCIAS EXACTAS E INGENIERÍAS*, 13-14.
- Aijaz, A., Sarakinos, K., Lundin, D., Brenning, N., & Helmersson, U. (2012). A strategy for increased carbon ionization in magnetron sputtering discharges. *Diamond and Related Materials*, 23, 1-4. doi:10.1016/j.diamond.2011.12.043
- Andrade, J. (1985). (XPS), X-ray Photoelectron Spectroscopy. *Surface and Interfacial Aspects of Biomedical Polymers*, 105-195.
- Burgos, M., & Langlet, M. (1999). The sol-gel transformation of TIPT coatings: a FTIR study. *Thin Solid Films*, 349, 19-23. doi:doi.org/10.1016/S0040-6090(99)00139-X
- Dana, L., Sedin, Kathy, L., & Rowlen. (2001). Influence of tip size on AFM roughness measurements. *University of Colorado*, 40-48.
- Egerton, R. (2016). *Physical Principles of Electron Microscopy*. Springer. doi:DOI:10.1007/978-3-319-39877-8
- Fan, Z., Cheng, Y., & Luo, Y. (2020). The structure and optical properties of C doped BN thin films deposited by RF reactive magnetron sputtering. *Optical Materials*, 110. doi:10.1016/j.optmat.2020.110502
- Fernández, T. (Septiembre de 2017). *Departamento de Química Inorgánica de la Universidad de Sevilla*. Obtenido de Estudio de las aplicaciones biomédicas de las nanopartículas de plata: <https://idus.us.es/bitstream/handle/11441/66375/Fern%C3%A1ndez%20Bueno%2C%20Teresa.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Fotiadis, D., Scheuring, S., Müller, S., Engel, A., & Müller, D. (2001). Imaging and manipulation of biological structures with the AFM. *Micron*, 33, 385-397. doi:10.1016/S0968-4328(01)00026-9
- Hughes, M. (27 de Octubre de 2016). *What is RF Sputtering?* Obtenido de Semicore Equipment, Inc.: <https://www.semicore.com/news/92-what-is-rf-sputtering>
- Jia, F., Zhuang, C., Guan, C., Zhao, J., Bai, Y., & Jiang, X. (2011). Preparation of B-C-N films by magnetron sputtering with different N₂/Ar flow ratio. *Vacuum*, 85, 887-891. doi:10.1016/j.vacuum.2011.01.004

- Kawamura, M., Zhang, Z., Kiyono, R., & Abe, Y. (2013). Thermal stability and electrical properties of Ag–Ti films and Ti/Ag/Ti films prepared by sputtering. *Vacuum*, 87, 222-226. doi:10.1016/j.vacuum.2012.02.021
- Keunecke, M., Wiemann, E., Weigel, K., Park, S., & Bewilogua, K. (2006). Thick c-BN coatings – Preparation, properties, and application tests. *Thin Solid Films*, 515, 967-972. doi:10.1016/j.tsf.2006.07.057
- Klapetek, P. (2013). Quantitative Data Processing in Scanning Probe Microscopy. *Micro and Nano Technologies*. doi:10.1016/C2011-0-09615-1
- López, J. (Junio de 2016). *Escuela de ingenierías industriales de la Universidad de Valladolid*. Obtenido de Catálogo virtual de búsqueda de: <https://uvadoc.uva.es/bitstream/handle/10324/18335/TFG-I-431.pdf;jsessionid=952F8E5DD175AC8BB52567FA41D6BEE6?sequence=1>
- Mirkarimi, P., Medlin, D., & McCarty, K. (1997). Review of advances in cubic boron nitride film synthesis. *Sandia National Laboratories*, 47-100.
- Pat, S., Şilik, E., Musaoğlu, C., Özen, S., Mohammadigharehbagh, R., Yudar, H., & Korkmaz, Ş. (2018). Cubic BN thin film deposition by a RF magnetron sputtering. *Vacuum*, 157, 31-35. doi:10.1016/j.vacuum.2018.08.027
- Poliskie, M., & Clevenger, J. (2008). Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy for Coating Characterization and Failure Analysis. *Metal Finishing*, 106, 44-47. doi:10.1016/S0026-0576(08)80126-2
- Schmitz, T., Warmuth, F., Werner, E., Hertl, C., Groll, J., Gbureck, U., & Moseke, C. (2014). Physical and chemical characterization of Ag-doped Ti coatings produced by magnetron sputtering of modular targets. *Materials Science and Engineering*, 44, 126-131. doi:10.1016/j.msec.2014.08.024
- Shi-Wei, C., Koo, C., Huang, H., & Chen, C. (2005). Ag–Ti Alloy Used in ITO–Metal–ITO Transparency Conductive Thin Film. *The Japan Institute of Metals*, 2536-2540.
- Stokes, D. (2008). *Principles and Practice of Variable Pressure Environmental Scanning Electron Microscopy (VP-ESEM)*. doi:10.1002/9780470758731
- Ulrich, S., Ye, J., Stüber, M., & Ziebert, C. (2009). Cubic boron nitride based metastable coatings and nanocomposites. *Thin Solid Films*, 1443-1450.
- Wasa, K., Kanno, I., & Kotera, H. (2012). *Handbook of sputter deposition technology*. doi:doi.org/10.1016/C2010-0-67037-4
- Wikipedia contributors. (8 de octubre de 2022). *X-ray photoelectron spectroscopy*. Obtenido de Wikipedia: https://en.wikipedia.org/wiki/X-ray_photoelectron_spectroscopy
- Wojcieszak, D., Mazur, M., Kaczmarek, D., Mazur, P., Szponar, B., Domaradzki, J., & Kepinski, L. (2016). Influence of the surface properties on bactericidal and fungicidal activity of magnetron sputtered Ti–Ag and Nb–Ag thin films. *Materials Science and Engineering*, 62, 86-95. doi:10.1016/j.msec.2016.01.029
- Yamamoto, K., Keunecke, M., Bewilogua, K., Czigany, Z., & Hultman, L. (2001). Structural features of thick c-boron nitride coatings deposited via a graded B-C-N interlayer. *Surface and Coatings Technology*, 142-144, 881-888. doi:10.1016/S0257-8972(01)01212-9
- Zhang, X., Jiang, J., Yuqiao, Z., Lin, J., Wang, F., & Moore, J. (2008). Effect of carbon on TiAlCN coatings deposited by reactive magnetron sputtering. *Surf. Coatings Technol*, 594-597.