

## MEJORA DE HETEROSISTEMAS BASADOS EN COMBINACIONES DE NITRUROS Y CERÁMICAS CO-SINTERIZADAS A BAJA TEMPERATURA PARA LA OBTENCIÓN DE NUEVOS DISPOSITIVOS (NITRUMULEN-UCA)

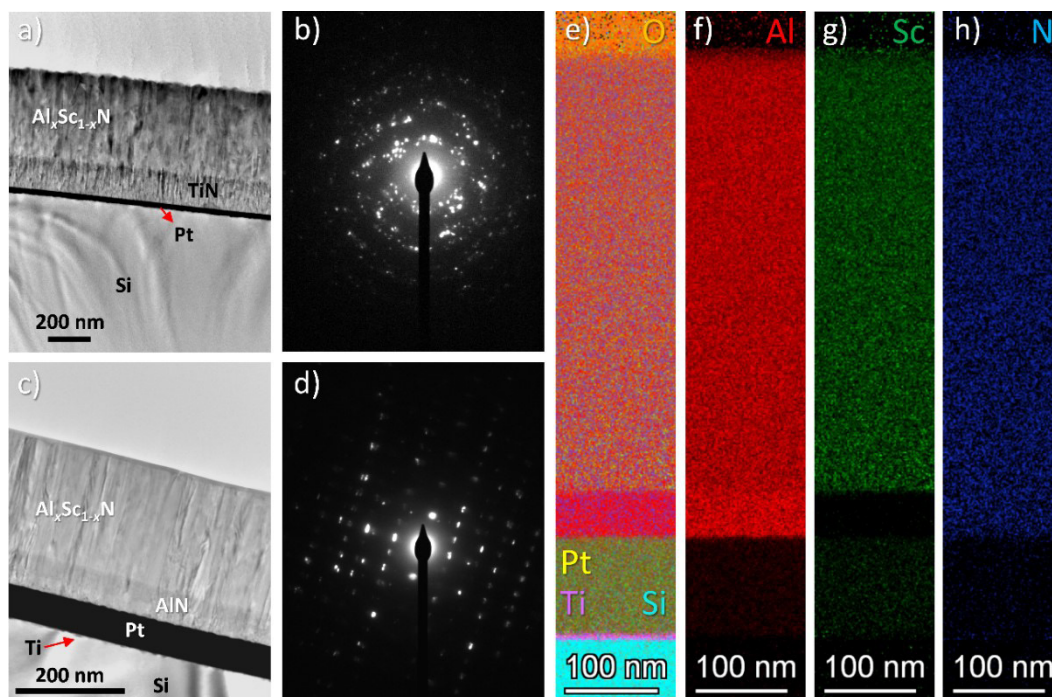
Jiménez Ríos. J.J., García Roja. R., Morales Sánchez F.M.

Equipo de investigación Ciencia e Ingeniería de los Materiales, Instituto IMEYMAT, Facultad de Ciencias, Universidad de Cádiz.

La Ciencia de los Materiales abarca una gran variedad de disciplinas y ámbitos de estudio para responder a cuestiones clave para el avance de la sociedad. Estableciendo relaciones entre las propiedades de un material, su estructura, la forma en que se ha obtenido y su desempeño a nivel práctico, se puede caracterizar exhaustivamente un sistema y proceder a niveles superiores de desarrollo, como su implementación comercial. Es una ciencia transversal, a la que contribuyen expertos de diversa formación. Integrado en el Instituto IMEYMAT, el grupo “Ciencia e Ingeniería de los Materiales” (TEP-0120) busca responder a estas cuestiones contribuyendo al desarrollo de la ciencia y la ingeniería en las etapas de fabricación y aplicación de materiales funcionales y estructurales. Cuenta con experiencia en caracterización de materiales mediante técnicas basadas en haces de electrones acelerados, como la microscopía electrónica

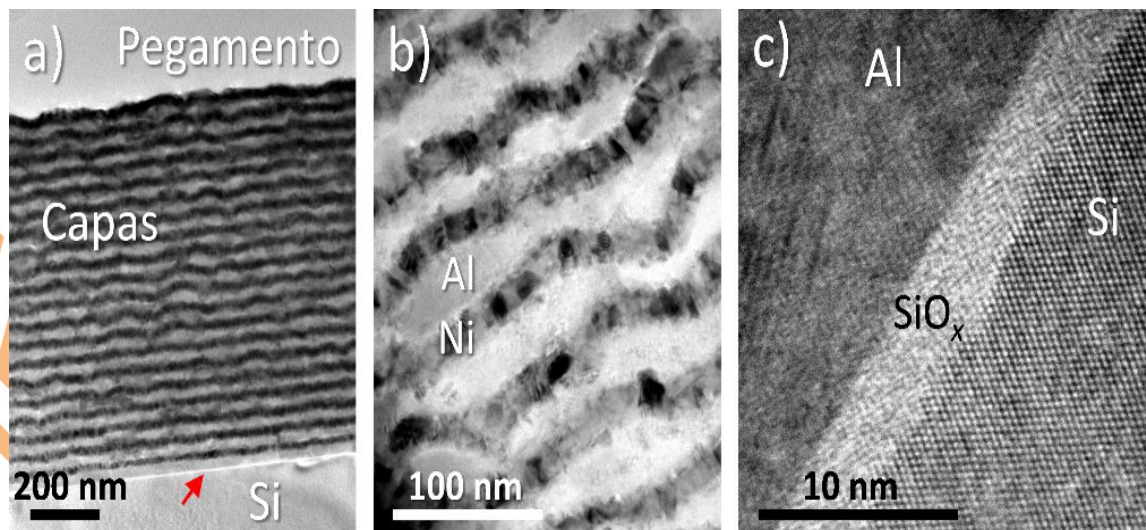
de transmisión (TEM), crucial en este proyecto, con el que se financiaron colaboraciones entre investigadores de este grupo y otros de instituciones extranjeras como la Universidad Técnica de Ilmenau, Alemania. En dichos trabajos se exploran dos líneas de investigación para dos grupos de materiales con finalidades muy diferentes.

Por un lado, gracias a la experiencia del grupo en nitruros semiconductores del grupo III (III-N), como nitruro de galio, GaN, o nitruro de indio y galio,  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ , podemos analizar heteroestructuras consistentes en películas delgadas de nitruro de aluminio y escandio ( $\text{Al}_x\text{Sc}_{1-x}\text{N}$ ) combinadas con diversas capas intermedias y depositadas sobre sustratos de silicio. Combinar este metal con compuestos III-N permite formar aleaciones de características potencialmente interesantes, como propiedades piezoeléctricas



**Figura 1.** Imágenes de TEM para dos arquitecturas  $\text{Sc}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}/\text{Si}$  (111) y diagramas de difracción de electrones de área seleccionada de la aleación, con capas intermedias  $\text{TiN}/\text{Pt}/\text{Ti}$  (a, b); y  $\text{AlN}/\text{Pt}/\text{Ti}$  (c, d). Mapas EDX del segundo sistema, para todos los elementos detectados (e), y separando señales de aluminio (f), escandio (g) y nitrógeno (h). Haz de electrones paralelo al eje de zona “[112]” Si

**En futuras iteraciones, consideraremos evaluar la integración de estas u otras heteroestructuras III-N en otros sustratos de gran interés, como las cerámicas co-sinterizadas a baja temperatura (Low-Temperature Co-fired Ceramics, LTCC).**



**Figura 2.** Imágenes de microscopía TEM a varios aumentos de multicapas Al/Ni depositadas sobre Si (100) (a, b), ampliando la región de la intercara Al/Si (100) en condiciones de contraste de fase con la capa de SiO<sub>x</sub> señalada a bajo aumento (c). Haz de electrones paralelo al eje de zona "[011]" Si.

superiores a las del mismo nitruro de aluminio; u otorgarles ferroelectricidad (capacidad de cambiar la dirección de su polarización eléctrica espontánea con un campo eléctrico). No sorprende, por tanto, el creciente interés por usar este ternario en ámbitos como la fabricación de dispositivos electroacústicos, la biomedicina o las telecomunicaciones.

Así, con esta línea de trabajo buscamos, por ahora, aprovechar estas heteroestructuras para contribuir al desarrollo de nuevos sensores magnetoeléctricos ultra-sensibles, para detectar y medir campos magnéticos a temperatura ambiente, con aplicaciones en campos como alguno de los ya citados. Hasta ahora, como se muestra en la figura 1, los primeros resultados en el estudio por microscopía TEM o en modo transmisión-barrido como la espectroscopía dispersiva de rayos X (STEM-EDX) permiten comparar dos heteroestructuras con aleaciones Al<sub>x</sub>Sc<sub>1-x</sub>N de composición química prevista similar (25% ScN), pero con diferentes capas intermedias. No solo se identificaron películas Al<sub>x</sub>Sc<sub>1-x</sub>N homogéneas, aunque ligeramente más pobres en ScN (en-

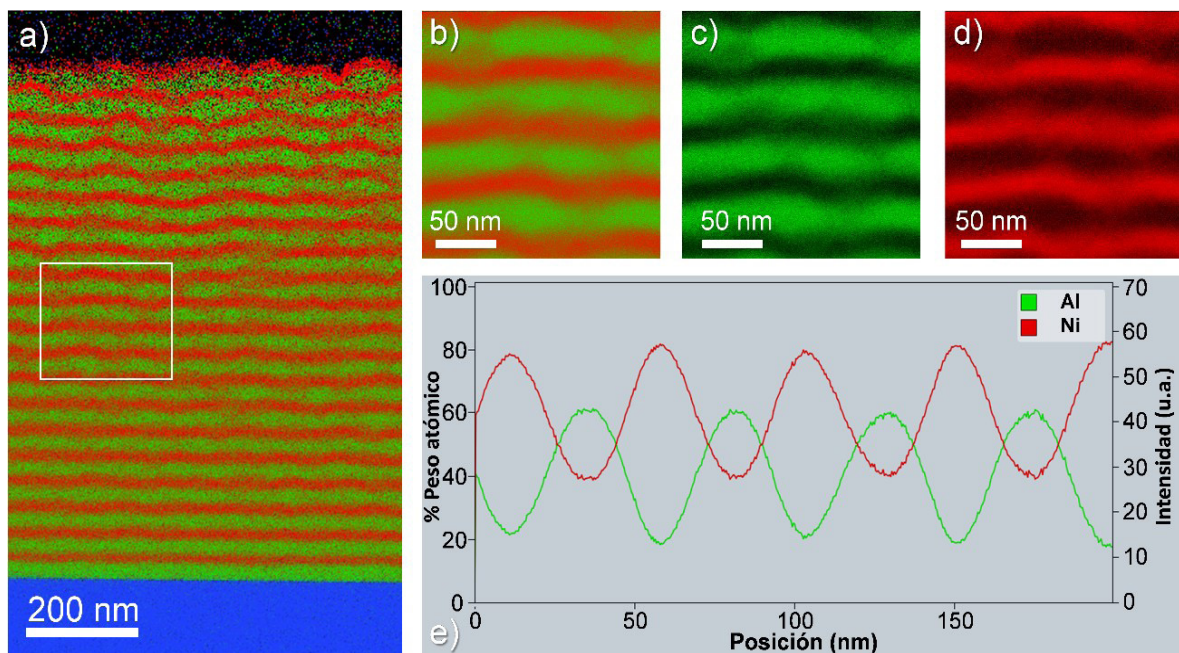
tre el 15 y el 20%), sino que también se apreciaron rasgos cristalinos distintos (aleación policristalina, aunque con posible orientación preferente de granos a lo largo de la dirección polar, con las primeras; y una película monocristalina en la misma orientación con las segundas). En futuras iteraciones, consideraremos evaluar la integración de estas u otras heteroestructuras III-N en otros sustratos de gran interés, como las cerámicas co-sinterizadas a baja temperatura (Low-Temperature Co-fired Ceramics, LTCC).

Nuestros estudios en este proyecto también exploran cuestiones en otra línea de trabajo centrada en nanocapas apiladas y alternadas de aluminio y níquel (Al/Ni). Si este conjunto se expone a una fuente suficientemente energética, como la ignición por chispa o una rampa de calentamiento, ambos metales reaccionan y forman aleaciones Al<sub>x</sub>Ni<sub>y</sub>. Una propiedad atractiva de este sistema es el carácter rápido y exotérmico de dicha reacción, lo que puede emplearse para, por ejemplo, realizar soldaduras más controladas entre componentes electrónicos. Esto implicaría poder gene-

rarlas en regiones más localizadas, pero hay que optimizar el crecimiento de estos materiales para que, por ejemplo, aparezcan menos tensiones, que fomentan la formación de defectos volumétricos como grietas, perjudiciales para el sistema final. En esta línea confluyen el estudio del procesamiento y de la estructura de estos materiales, buscándose relacionar la morfología tridimensional a escala nanoscópica, la arquitectura de las multicapas y la microestructura como rasgos característicos para las transformaciones que se dan en estos metales. Hasta hoy, el estudio TEM del sistema se centra en multicapas Al/Ni depositadas por pulverización catódica (Sputtering) sobre obleas de silicio y sin activar. Si bien ya hallamos aspectos de interés para optimizar su ingeniería (medida del espesor de capas, rugosi-

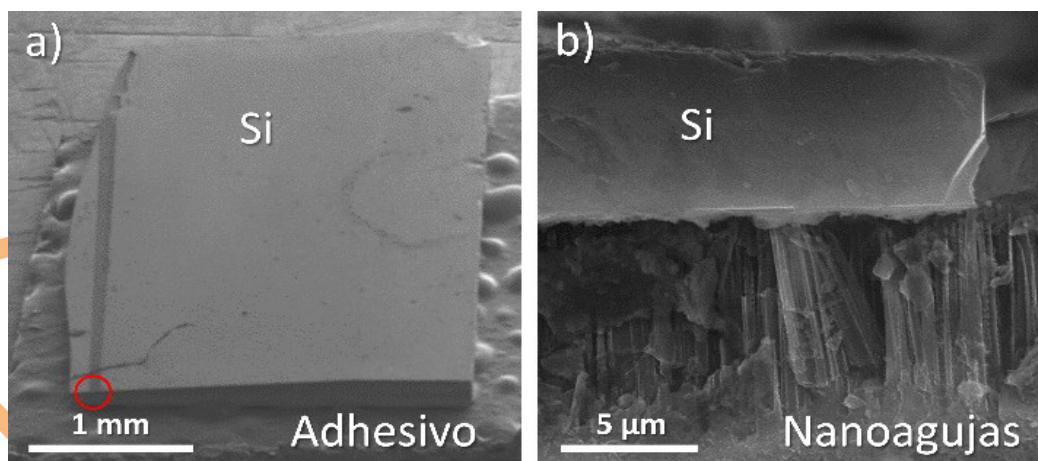
dad variable según distancia al sustrato, una capa de SiO<sub>x</sub> presente sobre el mismo, etc.) con imágenes TEM como las de la figura 2, con los próximos experimentos se buscará entender la heterogeneidad química de las películas metálicas, como revelan mapas de espectroscopía EDX como los de la figura 3, tomados en una muestra de 40 capas.

Actualmente, además de tener planificado estudiar las multicapas tras depositarlas por otras técnicas a fines comparativos, nuestros socios ya han preparado, por FIB, lamelas de este sistema por dos aproximaciones (FIB convencional y con plasma de xenón) que estudiaremos con las mismas técnicas para determinar si las capas provienen de mezclas no esperadas (regiones con intermixing) durante el



**Figura 3.** Mapa de espectroscopía EDX de una región con capas apiladas Al/Ni depositadas sobre Si (100) (a), ampliando la región marcada con la señal detectada para ambos metales (b) y separándolas en aluminio (c) y níquel (d). Espectro lineal EDX a lo largo de las capas de esta zona mostrando la variación de porcentaje atómico en las películas de ambos metales (e).

**Obtener esta morfología de agujas no es algo arbitrario, pues se basa en experimentos previos de nuestros socios, quienes encontraron que la morfología del sustrato puede cambiar sensiblemente la evolución de la reacción Al/Ni al activarla.**



**Figura 4.** Preparación en cuña, mediante el método del trípode, de nanoagujas de Si, vista al microscopio SEM (a) y ejemplo a mayor aumento de una zona como la marcada (b). Puede apreciarse daño en las nanoagujas a consecuencia de la preparación.

crecimiento de los metales, o si se deben a la preparación de la muestra TEM por vías tradicionales como el método del trípode. Este aparato ha tenido gran protagonismo en el proyecto, pues ha permitido hacer algunos intentos preliminares para obtener preparaciones en cuña de muestras de silicio nanoestructurado en forma de agujas y observarlas por microscopía electrónica de barrido (SEM, figura 4), aunque todavía deben optimizarse para no dañar los materiales a observar. Obtener esta morfología de agujas no es algo arbitrario, pues se basa en experimentos previos de

nuestros socios, quienes encontraron que la morfología del sustrato puede cambiar sensiblemente la evolución de la reacción Al/Ni al activarla. En el futuro, se buscará llevar esta investigación a cotas mayores, como combinar el nanoprocesamiento del sustrato con las capas tras optimizar sus respectivas rutas de fabricación, así como comparar estas capas antes y después de activarlas mediante el método que finalmente sea el más idóneo para los propósitos planteados.



El Dr. Juan Jesús Jiménez Ríos es Graduado en Química por la Universidad de Cádiz desde 2013. Entre 2016 y 2020 realizó, dentro del grupo “Ciencia e Ingeniería de los Materiales”, su tesis doctoral, con mención internacional y calificación sobresaliente “cum laude”. Ha realizado dos estancias en la Universidad Técnica de Ilmenau (Alemania), y su carrera científica hasta hoy se centra en la caracterización estructural y composicional de materiales nitruros semiconductores del grupo III (III-N) combinados con sustratos de silicio o de cerámicas co-sinterizadas a baja temperatura (LTCC). Actualmente es investigador posdoctoral por la Junta de Andalucía