

Caracterización de películas delgadas de WO₃

José Carlos Jiménez Luis¹, Beatriz Lagunas Simón², Abel Hurtado Matías³, Roberto Talamantes Soto³.

Instituto politécnico Nacional, ESIQIE¹, Universidad autónoma del estado de Hidalgo², Centro de investigación en materiales avanzados³.

1. Resumen

Se realizó la caracterización de películas delgadas de WO₃ depositadas sobre sustratos de Silicio, utilizando técnicas como lo son: MEB, AFM, DRX, TEM y nanoindentación.

2. Introducción

Entre los óxidos de metales de transición, el trióxido de tungsteno es uno de los materiales más interesantes, exhibiendo una amplia variedad de propiedades novedosas particularmente en forma de película delgada es clave para el desarrollo de dispositivos inteligentes y aplicaciones tecnológicas avanzadas. [1]

El óxido de tungsteno WO₃ es un material prometedor para sensores de gas debido a su conductividad eléctrica y excelente sensibilidad y selectividad, [2] de igual manera tiene aplicación en la óptica (recubrimientos reflectores), microelectrónica (capas conductoras de circuitos integrados) y otros (recubrimientos metálicos protectores y decorativos). [3]

3. Objetivo:

3.1 Objetivo general: Determinar las propiedades generales del WO₃ usando diferentes técnicas como DRx, nanoindentador, AFM y MEB.

3.2 Objetivo particular: Comparar las propiedades obtenidas con la finalidad de apreciar el efecto de la temperatura respecto a las propiedades piezoeléctricas.

4. Resultados

4.1 Resultados Drx

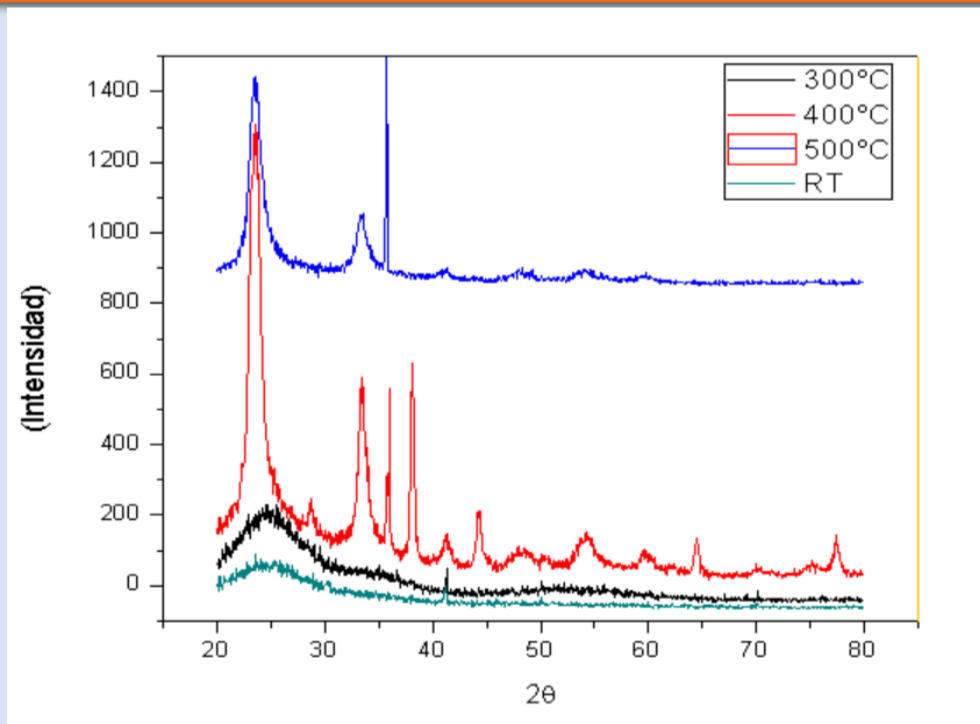


Fig. 4.1.1. Difractograma de WO₃ a diferentes tratamientos térmicos

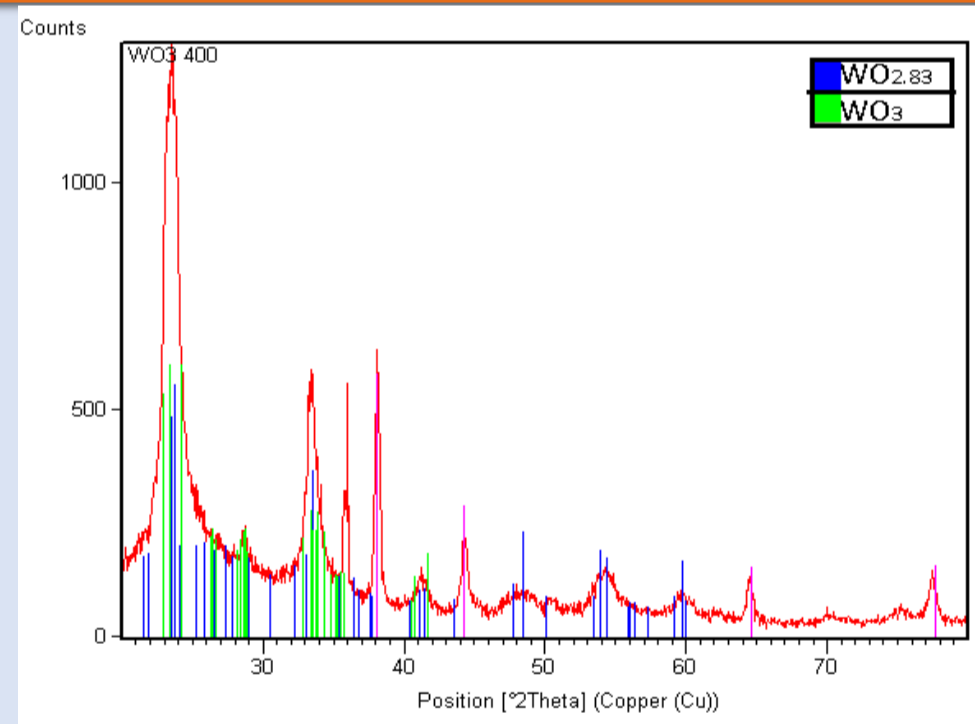


Fig. 4.1.2. Difractograma de WO₃ a un tratamiento térmico de 400 °C

Muestra	DRX			
°C	Fórmula química	Sistema cristalino	Parámetros reticulares (Å)	Ángulos (°)
RT	WO _{2.72}	Monoclínico	a = 18.320 b = 3.790 c = 14.040	α = γ = 90.00 β = 115.03
400	WO ₃	Anórtico	a = 7.309 b = 7.522 c = 7.678	α = 88.81 β = 90.92 γ = 90.93
	WO _{2.83}	Monoclínico	a = 19.310 b = 3.781 c = 17.070	α = γ = 90.00 β = 104.40

Tabla 4.1.1. Información de WO₃ obtenida por DRX

En la Fig. 4.1.1 se observa la evolución de la estructura cristalina a diferentes temperaturas de la película de WO₃.

En la Fig. 4.1.2 se observan los picos del WO_{2.83} y del WO₃, en azul y verde respectivamente, estando en color rosa W sin reaccionar.

4.2 Resultados MEB:

Los resultados proporcionados por el MEB, demuestran que el espesor aumentan proporcionalmente conforme aumenta la temperatura, Tabla 4.2.1.

Muestra	Espesor (µm)
RT	0.275
300	0.3035
400	0.306
500	0.319
550	0.3385

Tabla 4.2.1. Espesor de WO₃ a diferentes tratamientos térmicos.

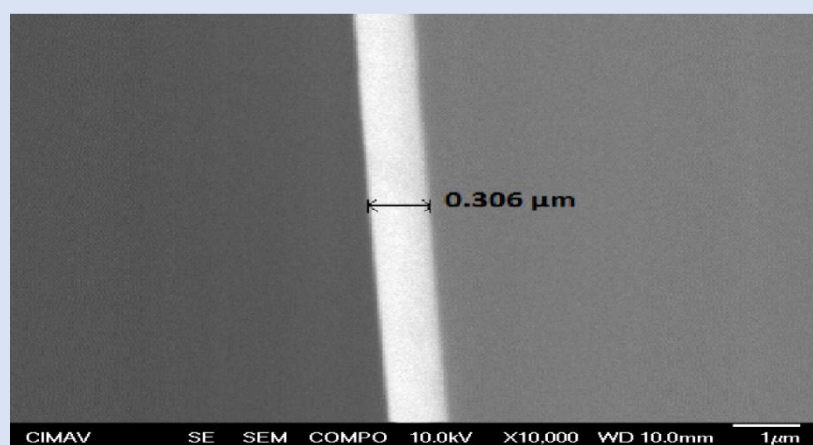
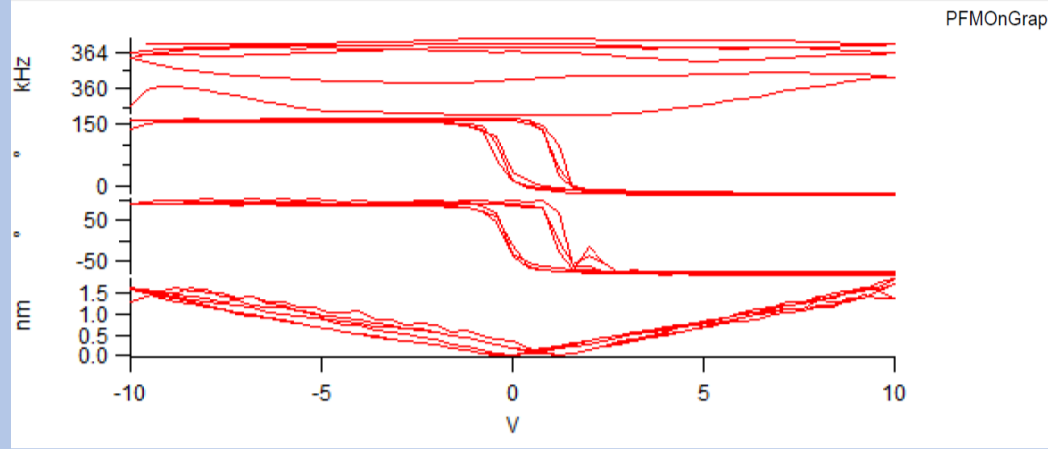


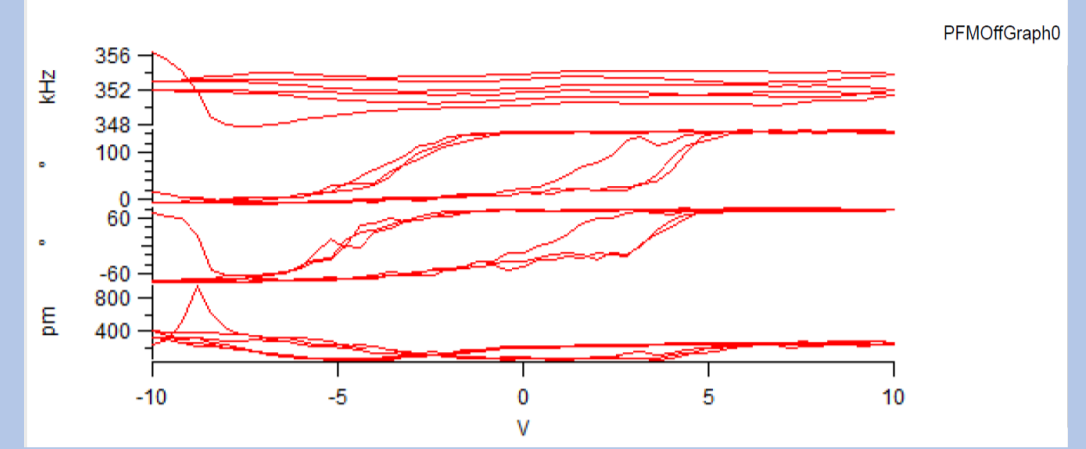
Fig. 4.2.1. Espesor de WO₃ a un tratamiento térmico de 400°C.

4.3 Resultados AFM:

En la gráfica 4.3.1 se observa que la aplicación de un campo eléctrico de 10 V a la película tratada a 400°C hay una orientación "polarización" la cual como se espera es retenida después de retirar el campo eléctrico. (gráfica 4.3.2)



Gráfica 4.3.1 Piezorespuesta en muestra a 400°C aplicando voltaje de 10 V



Gráfica 4.3.2 Piezorespuesta en muestra a 400°C al retirar el voltaje de 10 V

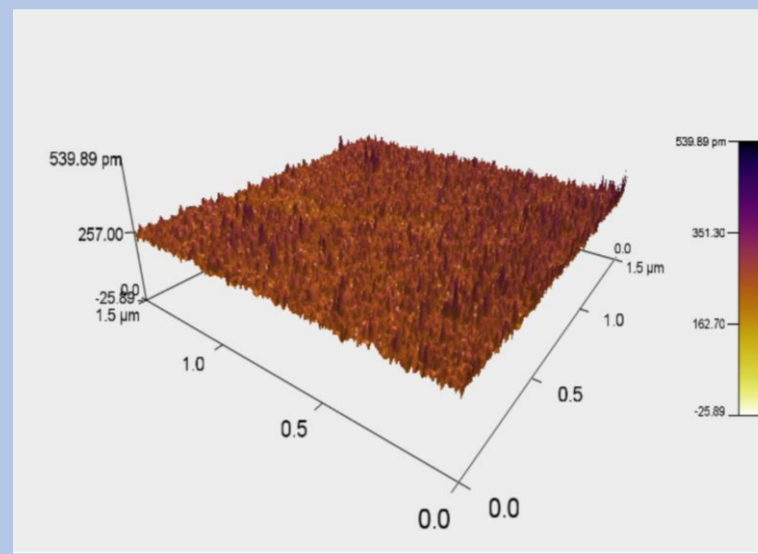


Figura 4.3.1 Rugosidad en muestra a 300 °C

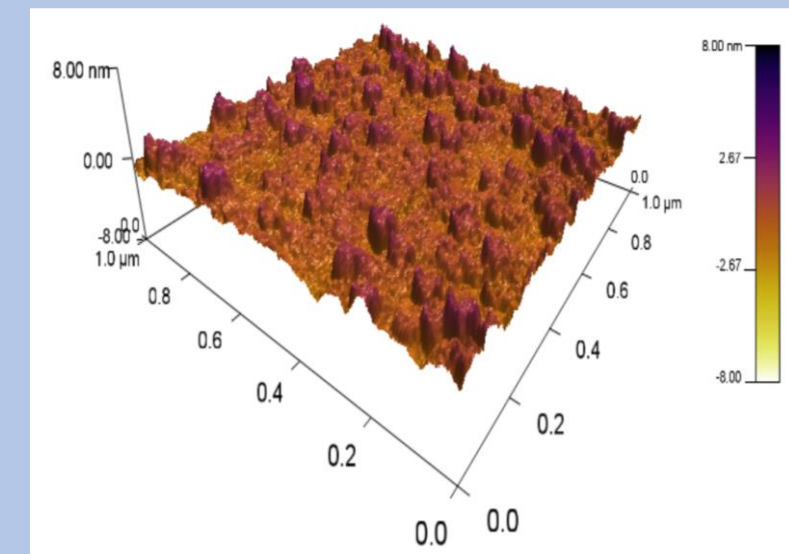


Figura 4.3.2 Rugosidad en muestra a 400 °C

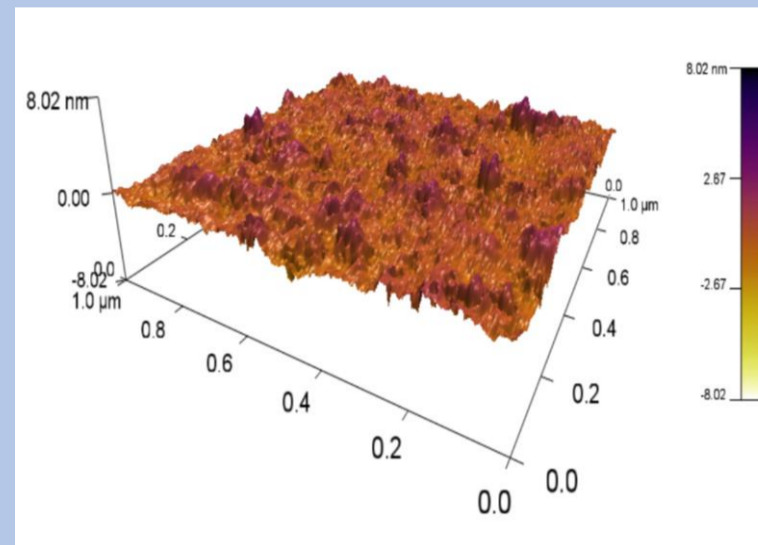


Figura 4.3.3 Rugosidad en muestra a 500 °C

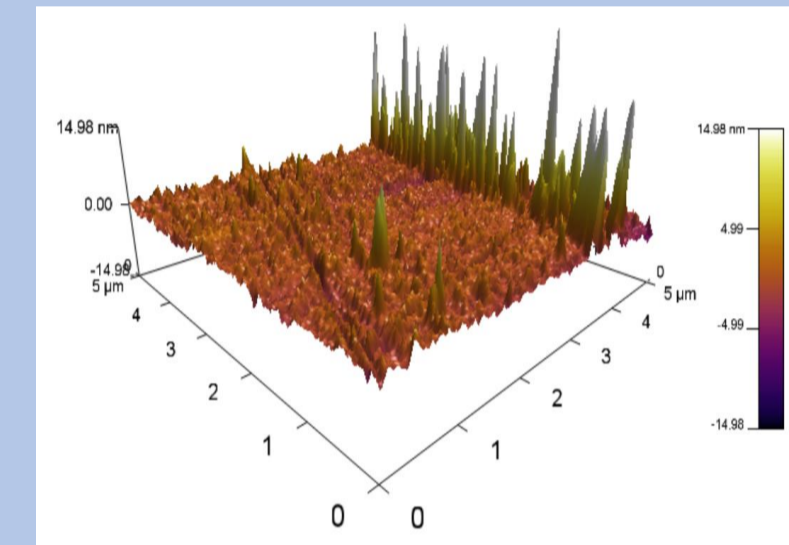


Figura 4.3.4 Rugosidad en muestra a temperatura ambiente

En las figuras de la izquierda se observan las rugosidades características a las diferentes temperaturas de tratamiento térmico con valores de 1.43 nm Pm, 611Pm, 497.523 Pm y 2.470 nm para 300°C, 400°C, 500C y RT respectivamente.

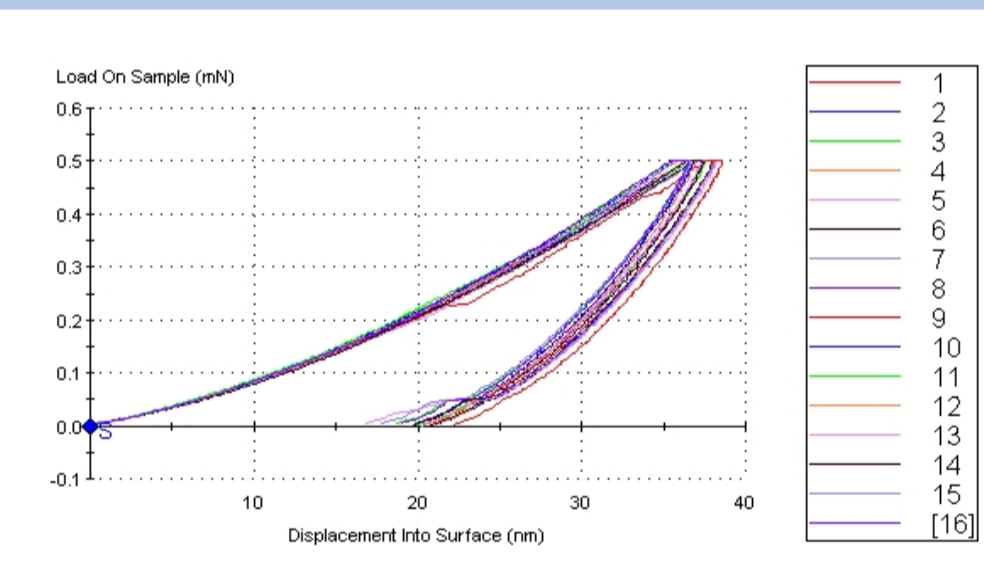
La influencia del tratamiento térmico es importante ya que a mayor temperatura de envejecido la rugosidad es menor y esto favorece las propiedades del WO₃.

4.4 Resultados nanoindentador:

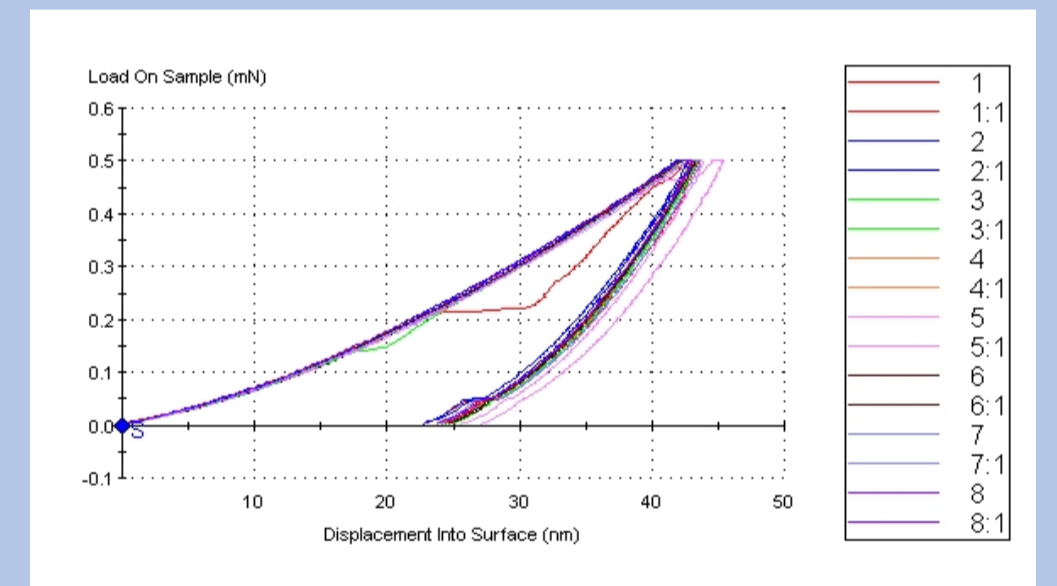
Test	E (Gpa)	H (Gpa)	Displacement (nm)	Stiffness(N/m)
RT	216.9	8.093125	37.475	54635
300°C	172.675	7.508125	40.19375	46759.6875
400°C	163.0125	6.573125	43.31875	46884.5
500°C	153.34375	6.656875	43.5	44167.1875

Tabla 4.4.1 Valores obtenidos de dureza, módulo elástico, desplazamiento y rigidez en las muestras tratadas a diferentes temperaturas.

En las gráficas 4.4.1 y 4.4.2 se observan las gráficas obtenidas después de la nanoindentación las cuales fueron realizadas con la funcionalidad DCM para una mejor resolución y precisión en el análisis.



Gráfica 4.4.1 Durezas obtenidas en muestra RT (Temperatura ambiente)



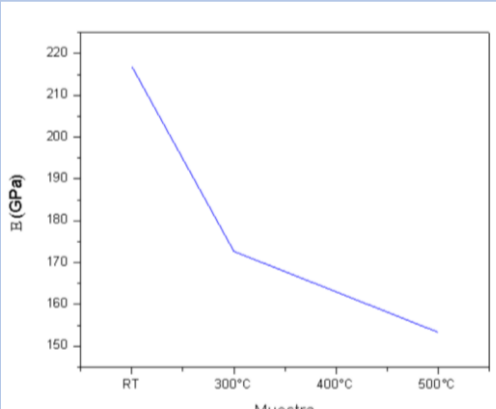
Gráfica 4.4.2 Durezas obtenidas en muestra a 400°C

Test	E	Avg E	H	Avg H	Displacement	Load	Stiffness	Drift
Mean	216.9	216.9	8.09	8.1	37.5	0.498	54635	0.501
Std. Dev.	8.3	8.3	0.26	0.3	0.7	0.001	1626	0.185
% COV	3.81	3.81	3.16	3.16	1.78	0.27	2.98	36.91
Minimum	204.5	204.5	7.58	7.6	36.5	0.495	51532	0.293
Maximum	233.2	233.2	8.48	8.5	38.6	0.5	57038	0.858

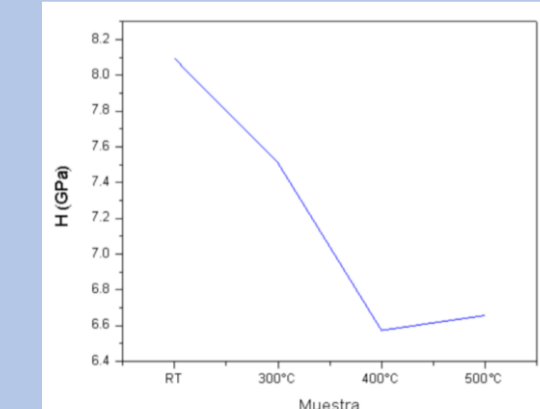
Tabla 4.2.2 Tabla de resultados de propiedades mecánicas en muestra RT

Test	E	Avg E	H	Avg H	Displacement	Load	Stiffness	Drift
Mean	163	163	6.57	6.6	43.3	0.497	46885	0.068
Std. Dev.	7.5	7.5	0.22	0.2	0.6	0.001	2434	0.066
% COV	4.61	4.61	3.39	3.39	1.41	0.22	5.19	97.47
Minimum	149.2	149.2	6	6	42.7	0.496	42220	-0.002
Maximum	179.6	179.6	6.95	6.9	45.3	0.499	51881	0.214

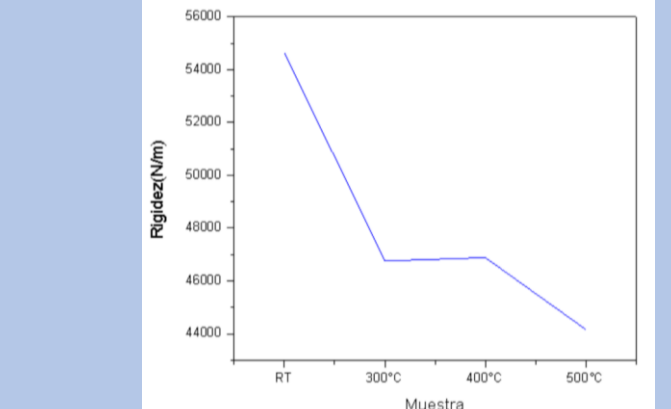
Tabla 4.2.2 Tabla de resultados de propiedades mecánicas en muestra tratada a 400°C



Gráfica 4.4.3 Módulo elástico a diferentes temperaturas



Gráfica 4.4.4 Durezas obtenidas a diferentes temperaturas



Gráfica 4.4.5 Rigidez obtenida a diferentes temperaturas

Conclusiones

La estructura cristalina es la responsable de dar la característica piezoeléctrica a este material, con la indexación de las pruebas en DRX se observó que a temperatura ambiente la muestra es amorfa, no tiene una estructura cristalina, misma muestra al igual que la de 300 grados no mostró piezorespuesta.

La muestra de WO₃ a 400°C fue la que mostró una mejor piezorespuesta, la cual posee una estructura monoclínica, con lo cual se concluye que esta estructura cristalina favorece la piezorespuesta. Sin embargo en la Fig. 4.1.2 se observan en mayor medida los picos del WO_{2.83} demostrando que se necesita elevar la temperatura para una reacción homogénea ya que de igual forma se encontró W libre.

Al observar las gráficas del nanoindentador vemos la homogeneidad de la película de WO₃ ya que las curvas en las 16 pruebas son muy parecidas, con esto en cuenta se puede descartar la formación de aglomerados que provocarían fallos en el material.

Agradecimientos

Agradecemos a el Dr. Abel Hurtado Macías y el M.C. Roberto Pablo Talamantes Soto, por darnos su tiempo, apoyo y consejos para el desarrollo del tema de investigación y entregar satisfactoriamente un póster científico, así como al CIMAV por brindarnos la oportunidad de participar en el 15^o Verano de la Investigación.

Referencias

- [1] M. Regragui, V. Jousseau, M. Addou, A. Outzourhit, J. C. Bernéde, and B. El Idrissi, "Electrical and optical properties of WO₃ thin films," *Thin Solid Films*, 2001.
- [2] S. K. Gullapalli, R. S. Vemuri, F. S. Manciu, J. L. Enriquez, and C. V. Ramana, "Tungsten oxide (WO₃) thin films for application in advanced energy systems," *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.*, 2010.
- [3] Á. I. A. Durán, «Estudio de películas delgadas de WO₃ depositadas por la técnica de Sputtering reactivo,» Chihuahua, 2014.
- [4] S. Yun *et al.*, "Ferroelastic twin structures in epitaxial WO₃ thin films," *Appl. Phys. Lett.*, 2015.