

TESIS DEFENDIDA POR
Víctor Julián García Gradilla
Y APROBADA POR EL SIGUIENTE COMITÉ

Dr. Enrique Mitrani Abenchuchan
Codirector del Comité

Dr. Roberto Machorro Mejía
Codirector del Comité

Dr. Gerardo Soto Herrera
Miembro del Comité

Dr. Eugenio Rafael Méndez Méndez
Miembro del Comité

Dr. Luis Alejandro Márquez Martínez
Miembro del Comité

Dr. Vasilli Spirine
Miembro del Comité

Dra. María del Carmen Maya Sánchez
*Coordinador del programa de posgrado
en Electrónica y Telecomunicaciones*

Dr. David Hilario Covarrubias Rosales
Director de Estudios de Posgrado

2 de marzo de 2010.

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y DE EDUCACIÓN SUPERIOR
DE ENSENADA**



**PROGRAMA DE POSGRADO EN CIENCIAS
EN ELECTRÓNICA Y TELECOMUNICACIONES**

**CONTROL DE LAS PROPIEDADES ÓPTICAS EN EL DEPÓSITOS DE
PELÍCULAS DELGADAS**

TESIS

que para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de
DOCTOR EN CIENCIAS

Presenta:

VÍCTOR JULIÁN GARCÍA GRADILLA

Ensenada, Baja California, México, marzo de 2010.

RESUMEN de la tesis de Víctor Julián García Gradilla, presentada como requisito parcial para la obtención del grado de DOCTOR EN CIENCIAS en Electrónica y Telecomunicaciones con orientación en Instrumentación y Control. Ensenada, Baja California. Marzo de 2010.

Control de las propiedades ópticas en el depósito de películas delgadas.

Resumen aprobado por:

Enrique Mitrani Abenchuchan
Codirector de Tesis

Roberto Machorro Mejía
Codirector de tesis

Se presenta el desarrollo de un sistema de control para el depósito de películas delgadas por la técnica de erosión iónica reactiva. Controlando la concentración óxido de zirconio, se realizaron depósitos de películas con composición variable. Para esto se desarrolló un modelo que relaciona la oxidación del blanco de zirconio con el voltaje de descarga del magnetrón y la presión durante el depósito. La estimación de la concentración de óxido de zirconio en la película depositada, se obtiene a partir de un observador de estados, el cual se basa en el modelo de depósito y las variables medibles del sistema. El control se realiza variando el flujo de entrada de gas reactivo y realimentando la composición de la película, utilizando un controlador por ubicación de polos a partir de la linealización del modelo desarrollado.

Palabras clave: erosión iónica reactiva, modelaje del mecanismo del voltaje de descarga, control de depósitos.

ABSTRACT of the thesis presented by Víctor Julián García Gradilla as a partial requirement to obtain the DOCTOR OF SCIENCE degree in Electronics and Telecommunications. Ensenada, Baja California, Mexico. March 2010.

Optics properties control in thin film deposition

A control system development for deposition of thin films by reactive sputtering is presented. Zirconium oxide thin films were deposited controlling their composition. To this end, a new model relating zirconium target oxidation with the magnetron discharge voltage and the pressure of the deposition chamber was developed. Zirconium oxide concentration in the thin film was estimated with a state observer by means of the Berg et al. deposition model and the measured variables of the system. The deposition control was achieved varying the reactive gas input flow using a pole placement controller on the system's linearized model.

Keywords: Reactive sputtering, discharge voltage modeling, deposition control.

Dedicatoria

Le dedico este trabajo a mi familia Karen, Víctor y Gabriel, que me acompañaron a lo largo de esta aventura, quienes fueron mi inspiración y fortaleza para seguir adelante aún en los momentos más difíciles.

Agradecimientos

Quiero agradecer a Dios porque siempre confió en mi para llevar a cabo esta difícil empresa.

Agradezco el gran apoyo que recibí de mi director de tesis el Dr. Enrique Mitrani, porque en todo momento estuvo conmigo ayudándome con su consejo y sabiduría. De igual manera agradezco a mi codirector el Dr. Roberto Machorro por su gran aporte, interés y consejo durante la investigación.

Agradezco también a los miembros del comité los Doctores Eugenio Méndez, Luis Márquez, Vasilli Spirine y Gerardo Soto, quienes fueron mis maestros durante el desarrollo de este trabajo.

Un agradecimiento muy especial para el Dr. Wencel de la Cruz por su gran apoyo en el trabajo experimental, ya que sin su ayuda este trabajo no hubiera sido posible. De igual manera agradezco a los Doctores Oscar Contreras, Felipe Castellón y Armando Reyes por su consejo y apoyo.

También quisiera agradecer al personal técnico del CNyN por su gran ayuda en este trabajo: Israel Gradilla, Pedro Casillas, Eloisa Aparicio, Francisco Ruiz, Jesus Díaz, David Domínguez, Eric Flores, Enrique Medina, Alejandro Tizado, Carlos Gonzalez, Juan Peralta, Jorge Palomares, Margot Sainz y Arturo Gamietea.

Muchas gracias a Noemi Abundiz por su apoyo en la escritura de la tesis en Lyx.

Muchas gracias al CICESE por la preparación que me brindó para lograr esta meta.

Gracias a la UNAM que me permitió realizar este trabajo.

De igual manera agradezco al CONACYT por su apoyo económico durante estos años de trabajo.

Gracias a mi esposa Karen y a mis hijos Víctor y Gabriel que me apoyaron y soportaron todo el tiempo que me llevó realizar este trabajo.

Agradezco también a mi padre Víctor por su guía, que me ve desde arriba y sé que está festejando este momento conmigo.

Agradezco mucho a mi hermano Daniel García por su apoyo en el desarrollo de este trabajo.

Agradezco a mi madre María Elena y mi hermano David por su apoyo en todo momento.

Gracias a mis suegros Jorge y Graciela, así como a mis cuñadas y comadres Yasmín, Jackeline y Linda porque siempre me apoyaron cuando los necesité.

Contenido

Resumen en español	I
Resumen en inglés	II
Dedicatoria	III
Agradecimientos	IV
Contenido	VI
Lista de Figuras	VIII
Lista de Tablas	XI
Capítulo I. Introducción.	1
Capítulo II. Marco Teórico.	4
II.1. .Erosión iónica (sputtering).	4
II.1.1. .Generación del plasma.	6
II.1.2. .Bombardeo iónico.	10
II.1.3. .Transporte.	14
II.1.4. .Formación de la película.	14
II.2. .Erosión iónica reactiva.	16
II.2.1. .Modelo de erosión iónica reactiva.	17
II.2.2. .Aplicaciones de las películas delgadas.	21
II.3. .Control.	24
II.3.1. .Expresión de sistemas en variables de estados.	26
II.3.2. .Linealización.	27
II.3.3. .Respuesta de sistemas lineales.	29
II.3.3.1. .Respuesta al escalón de sistemas de segundo orden.	30
II.3.4. .Control por retroalimentación de estados.	32
II.3.5. .Observadores de estado.	34
II.3.5.1. .Filtro de Kalman.	37

Capítulo III. Desarrollo del sistema de control de depósitos por erosión iónica reactiva.	42
III.1. Modelo de depósito de óxido de zirconio.	44
III.2. Modelo de voltaje de descarga.	46
III.3. Modelo dinámico	50
III.4. Linealización.	53
III.5. Control del sistema de depósito por ubicación de polos.	58
III.5.1. Observador de estados para la obtención de la fracción de compuesto depositada	59
III.5.1.1. Diseño del filtro de Kalman	63
III.5.2. Control por ubicación de polos.	66
Capítulo IV. Pruebas y experimentos.	70
IV.1. Depósito con barrido del flujo de gas reactivo.	72
IV.2. Depositos de capa simple.	73
IV.3. Depósitos de nitruro de renio.	75
IV.3.1. Depósitos de capa simple de nitruro de renio	79
IV.4. Nitruro de titanio	81
IV.5. Depósitos de películas de óxido de zirconio utilizando el control.	82
IV.5.1. Depósitos de capa sencilla.	82
IV.5.2. Depósitos con variación del perfil.	95
Capítulo V. Conclusiones.	99
Referencias	102
Apéndice A. Elipsometría.	105
Apéndice B. Diagramas eléctricos del sistema de adquisición.	109
Apéndice C. Programas del sistema de control.	113
Apéndice D. Condiciones generales para el depósito de películas.	116

Lista de Figuras

1.	Sistema de depósito por erosión iónica (Thornton, 1982a)	5
2.	Ionización (Chapman, 1980).	6
3.	Excitación (Chapman, 1980).	7
4.	Relajación (Chapman, 1980).	8
5.	Recombinación (Chapman, 1980).	8
6.	Regiones del plasma (Rossnagel, 1991).	9
7.	Formación de la funda del cátodo (Rossnagel, 1991).	10
8.	Billar de átomos (Chapman, 1980).	11
9.	Bombardamiento iónico (Thornton, 1982a).	12
10.	Razón de erosión <i>sputter yield</i> para diferentes materiales (Thornton, 1982a).	13
11.	Procesos en la formación de la película (Smith, 1995).	15
12.	Crecimiento de la película (Ohring, 1992).	15
13.	Flujos de gas en la cámara de depósito (Berg et al., 1987).	18
14.	Flujo de partículas durante la erosión iónica reactiva (Berg et al., 1987).	21
15.	Película de índice de refracción (a una longitud de onda de referencia de 755nm) y respuesta espectral de un filtro rugoso de tres líneas (Bulkin et al. 1996).	23
16.	Componentes de un sistema de control realimentado.	25
17.	Respuesta al escalón de sistemas de segundo orden (Ogata, 1998).	31
18.	Esquema de un sistema lineal (izquierda) y de un control por ubicación de polos (derecha) (Ogata, 1998).	32
19.	Observador de estados (Ogata, 1998).	35
20.	Sistema discreto con ruido (Dutton, 1997).	38
21.	Filtro de Kalman discreto (Dutton, 1997).	39
22.	Sistema de depósito por erosión iónica reactiva del CNyN	43
23.	Comportamiento de la presión parcial, el voltaje de descarga y las fracciones de compuesto vs flujo de gas reactivo durante el depósito de películas de ZrOx por erosión iónica reactiva.	46

24.	Analogía entre el sistema de depósito y un circuito eléctrico	47
25.	Linealización del sistema de depósito.	54
26.	Respuesta simulada al escalón de la planta y del observador ante condiciones iniciales distintas.	61
27.	Ruido en la observación de las señales del sistema de control de depósitos por erosión iónica reactiva.	62
28.	Respuesta simulada del observador de estado Luenberger x_g y del filtro de Kalman x_k a señales con ruido del sistema de depósito.	65
29.	Diagrama de bloques del control de seguimiento con asignación de polos (Ogata, 1998).	67
30.	Respuesta del sistema de control de seguimiento ante una entrada escalón unitario.	69
31.	Comportamiento de la presión parcial, el voltaje de descarga y las fracciones de compuesto vs flujo de gas reactivo durante el depósito de películas de ZrO_x por erosión iónica reactiva.	71
32.	Variación de la concentración y el voltaje de descarga en depósitos de ZrO_x por erosión iónica reactiva.	74
33.	Propiedades ópticas de películas de ZrO_x a diferentes flujos de oxígeno.	76
34.	Comportamiento de la presión en depósitos de nitruro de renio por sputtering reactivo	77
35.	Comportamiento del voltaje de descarga en depósitos de nitruro de renio por sputtering reactivo	78
36.	Variación de la concentración de nitrógeno en el depósito de películas de nitruro de renio por erosión iónica reactiva.	80
37.	Curva de presión y voltaje en depósitos por erosión iónica reactiva de nitruro de titanio (Combadiere y Machet, 1996).	82
38.	Respuesta del sistema de depósito por erosión iónica reactiva y la incorporación de la medición del elipsómetro para obtener la concentración de ZrO_2 en la película depositada a una consigna de concentración de $ZrO_2 = 0.7$	84
39.	Relación entre el valor de referencia y obtenido de las concentraciones de ZrO_2 en las películas utilizando el control de depósito.	88
40.	Evolución de los parámetros elipsométricos (a) Δ , (b) ψ con dos longitudes de onda del haz incidente, durante el depósito de óxido de zirconio con consigna de concentración de 1.25 para tres experimentos distintos.	91
41.	Evolución de los parámetros elipsométricos (a) Δ , (b) ψ con dos longitudes de onda del haz incidente, durante el depósito de óxido de zirconio con consigna de concentración de 0.75 para tres experimentos distintos.	92

42.	Evolución de los parámetros elipsométricos (a) Δ , (b) ψ con dos longitudes de onda del haz incidente, durante el depósito de óxido de zirconio con consigna de concentración de 0.0 para tres experimentos distintos.	93
43.	Evolución de las variables del sistema durante el depósito por erosión iónica de óxido de zirconio con estequiometría variable, ante una referencia de concentración senoidal.	96
44.	Evolución de los parámetros elipsométricos (a) Δ , (b) ψ con dos longitudes de onda del haz incidente, durante el depósito de óxido de zirconio con referencia de concentración de senoidal para dos experimentos distintos.	97
45.	Polarización elíptica, descrita por los parámetros elipsométricos ψ, Δ . La dirección de propagación es en +Z apuntando hacia el lector.	107
46.	Diagrama de bloque de la tarjeta de adquisición y control.	110
47.	Diagrama eléctrico de la tarjeta de adquisición y control.	111
48.	Diagrama eléctrico de la tarjeta de adquisición y control.	112
49.	Programa de control de los depósitos	114

Lista de Tablas

- I. Resultados de los análisis por elipsometría de la serie de depósitos de óxido de zirconio a diferentes referencias x de fracciones de concentración de ZrO_2 87

Capítulo I

Introducción.

Las películas delgadas son capas del orden nanométrico con una gran diversidad de aplicaciones hoy en día: películas antireflectoras para anteojos, filtros ópticos, componentes electrónicos, microprocesadores, celdas solares, detectores para cámaras fotográficas, recubrimientos antioxidantes, recubrimientos duros para herramientas, recubrimientos biocompatibles para implantes médicos y recubrimientos para aplicaciones aeroespaciales entre muchas otras. Para elaborar este tipo de capas existen muchas técnicas como la evaporación térmica, ablación láser, evaporación química, erosión iónica, etc. Una de las más utilizadas es la erosión iónica y no es la excepción en el CNYN UNAM, que cuenta con varios sistemas de depósito por esta técnica.

En muchas aplicaciones, la elaboración de capas delgadas requiere de una gran precisión en sus propiedades físicas al momento de crecerlas. Un ejemplo son los recubrimientos duros (PalDey y Deevi, 2003 y Pinheiro et al. 2009), en los que se requiere una serie de capas apiladas de dos materiales con distintas propiedades, llamadas multicapas. Además se ha mostrado que para este tipo de películas, la incorporación de capas intermedias con cambio gradual en la composición mejora las propiedades del recubrimiento (Zeng et al. 1998). De la misma manera, los filtros ópticos requieren de

capas con perfiles de índice de refracción bien definidos para obtener las respuestas deseadas (Bulkin et al. 1996).

Este último tipo de recubrimientos se han logrado realizar a través de la técnica de evaporación química PECVD (Ohring, 1992). Con esta técnica se logran películas muy uniformes y es posible controlar la composición mediante la admisión de gases reactivos activados por un plasma. Sin embargo, esta técnica es muy laboriosa, ya que utiliza precursores químicos que generalmente requieren una atmósfera controlada en presión y temperatura. Además de que muchos de los compuestos químicos que se utilizan son corrosivos y los depósitos se realizan a temperaturas elevadas, por lo que se necesita de cámaras tratadas para este tipo de condiciones y se hace complicado el monitoreo del crecimiento de la película.

La erosión iónica reactiva es una técnica de depósito relativamente sencilla, que permite variar las propiedades del material depositado mediante la introducción de un gas reactivo, al formar éste compuestos con el material evaporado. Desafortunadamente, el control de las propiedades de la película depositada no es sencillo, ya que en muchos casos éstas no se pueden variar de manera gradual al incrementar la entrada del gas reactivo, pasando de un estado en el que crece material elemental del blanco sin reaccionar, a uno en el que se forma un compuesto con contribución excesiva del gas reactivo, debido a un fenómeno de histéresis que ocurre cuando los materiales son muy reactivos. Para trabajar en la región de transición se han desarrollado sistemas en los que se controla la presión parcial del gas reactivo variando el flujo de entrada de este gas (Sproul et al. 2005), ya que la composición de la película depende de esta presión. Una desventaja de este esquema de control es que los instrumentos para medir la presión parcial como un espectrómetro de masas son costosos y requieren otra bomba capaz de realizar un bombeo diferencial, ya que no operan a presiones en las que se realiza el depósito, haciendo al sistema más complejo. De la misma manera, se puede obtener

una medida indirecta de la presión parcial a través de del análisis del plasma con un espectrofotómetro óptico, pero el proceso no deja de ser complejo.

Otra variable relacionada con el cambio en la composición en los depósitos por erosión iónica reactiva, es el voltaje de descarga con el que se produce el plasma (Combadere y Machet, 1996), que puede ser extraída fácilmente de la fuente de voltaje del sistema. Esta variable no ha sido explotada en el control de los depósitos. En el presente trabajo se desarrolla un sistema de control para el depósito de películas delgadas de ZrO_X auxiliándose del voltaje de descarga dada la potencialidad y economía para extraer esta variable.

El objetivo general de este trabajo es desarrollar un método de depósito de películas delgadas con propiedades físicas repetibles, además de poder seguir perfiles de composición para fabricar capas más complejas con diversidad de aplicaciones, para que una vez que se desarrolle la técnica pueda ser extendida a otros materiales.

Capítulo II

Marco Teórico.

En este capítulo se describen los conceptos básicos importantes para desarrollar el sistema automático de control del depósito de películas delgadas, tal como el proceso físico de depósito de películas delgadas por erosión iónica reactiva. Asimismo se integra una sección en la que se describen los sistemas de control automático y su utilidad. Se exponen conceptos matemáticos básicos necesarios de las técnicas de control de sistemas.

II.1. Erosión iónica (sputtering).

La erosión iónica (sputtering en inglés) es un proceso de depósito por evaporación física en el cual la superficie de un material denominado blanco, es removida o erosionada mediante el bombardeo de iones energéticos (Thornton, 1982a). Se dice que este proceso es físico ya que consiste de un simple intercambio de momento entre partículas, sin reacciones químicas. Este proceso físico se puede dividir en 4 etapas: generación del plasma, bombardeo iónico, transporte de material y formación de la película en el sustrato. Para describir el proceso se utilizará el esquema básico tipo diodo que consiste de dos placas paralelas, una denominada cátodo, conectado a un potencial negativo que

es donde se coloca el blanco al que se le extrae material y otra denominada ánodo, que es la superficie en la que se deposita el material extraído. Para realizar depósitos por sputtering se necesita de un ambiente limpio de un gas inerte (generalmente argón) a presiones en el rango de 1-100mT, que requiere de un sistema regenerativo de la atmósfera gaseosa. Este se conforma de una cámara con capacidad de alto vacío, una bomba de vacío, una válvula para la inyección del gas y una fuente de voltaje. Un sistema tradicional se puede observar en la figura 1.

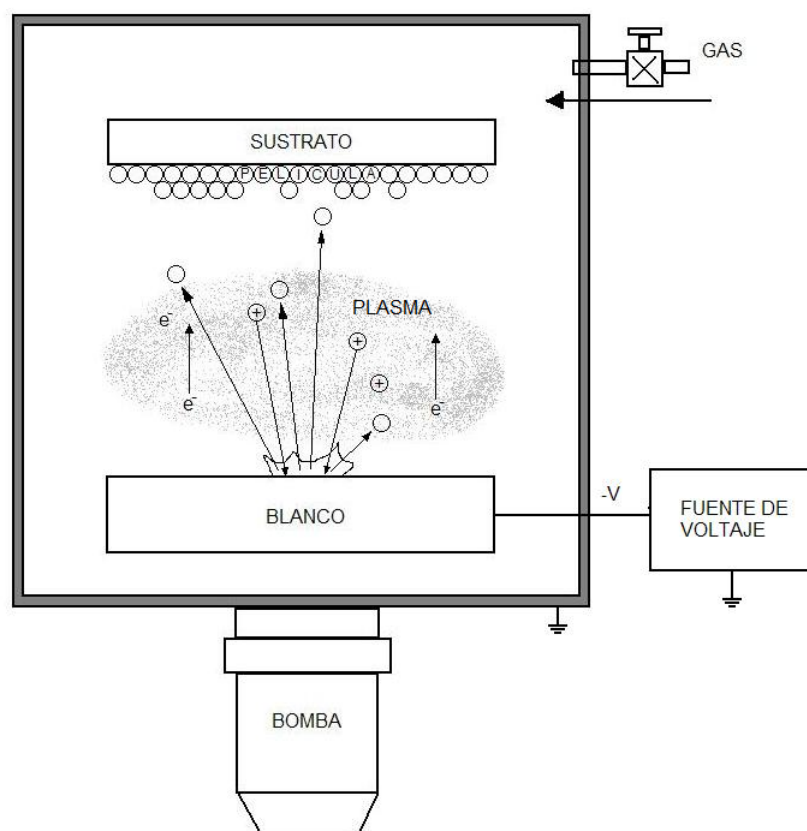


Figura 1. Sistema de depósito por erosión iónica (Thornton, 1982a) .

II.1.1. Generación del plasma.

La generación del plasma es un proceso físico en el que un gas generalmente a baja presión, es ionizado por la acción de electrones energéticos. El proceso inicia al aplicar una diferencia de potencial entre los electrodos produciéndose un campo eléctrico. Los electrones libres del gas son acelerados hacia el ánodo y en su paso colisionan con los átomos del gas, ionizándolo. Los eventos más importantes en el proceso de producción del plasma son la ionización, la excitación, la relajación y la recombinación (Chapman, 1980).

Ionización. Este proceso sucede cuando el electrón primario tiene suficiente energía para arrancar un electrón del átomo, dando como resultado un ión positivo y un electrón adicional. El proceso se ilustra de manera esquemática en la figura 2 y se describe por la ecuación:



Estas partículas cargadas siguen siendo aceleradas por el campo eléctrico, produciendo en cascada otras ionizaciones y provocando que el plasma se mantenga.

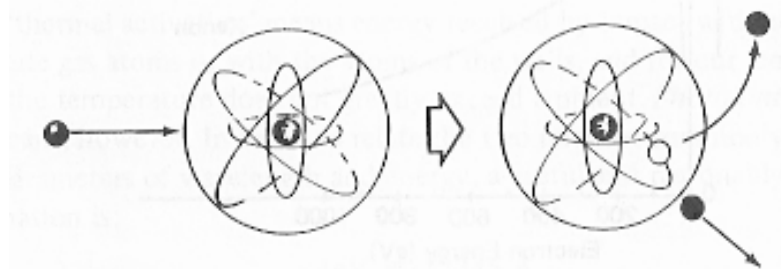


Figura 2. Ionización (Chapman, 1980).

Excitación. En este proceso el electrón primario no logra desprender electrones del

átomos, transfiriendo entonces su energía y haciendo que el electrón del átomo pase a un nivel más energético. El proceso se ilustra en la figura 3 y se puede representar por la expresión:

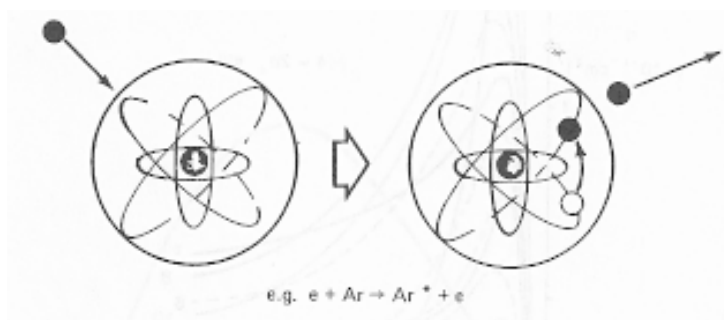
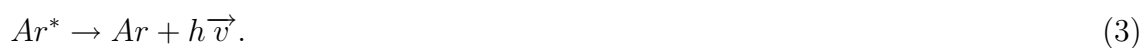


Figura 3. Excitación (Chapman, 1980).

Relajación. Este evento es el responsable del brillo del plasma y es el proceso inverso a la excitación. Ocurre cuando los electrones del átomo pasan de un estado de alta energía a su estado original, a través de una o varias transiciones entre niveles de energía. En cada transición se libera un fotón de energía definida por el cambio de nivel. El proceso se ilustra en la figura 4 y se representa por la siguiente ecuación:



Recombinación. Se puede considerar como el proceso inverso al de la ionización, en el que un ión positivo gana un electrón para volver a su estado neutro. Éste no se puede dar en un solo evento y generalmente está acompañado del proceso de relajación. El proceso se ilustra en la figura 5.

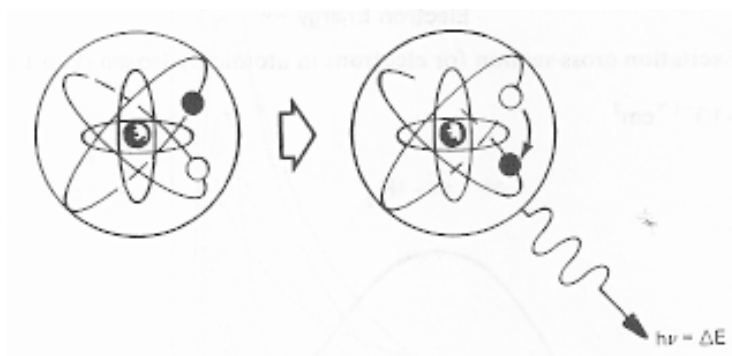


Figura 4. Relajación (Chapman, 1980).

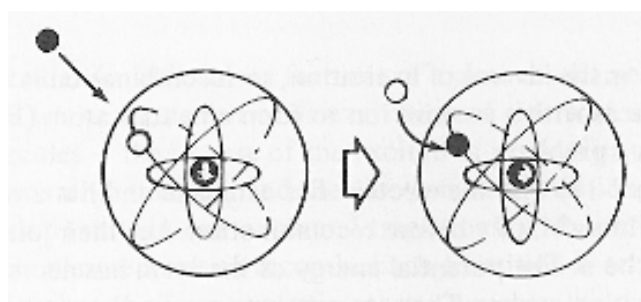


Figura 5. Recombinación (Chapman, 1980).

Existen otros procesos derivados de las colisiones que se producen en un plasma, tales como la disociación, la inclusión de electrones, la inclusión disociativa, colisiones metaestables y colisiones entre iones y neutros.

El voltaje en el que se produce o inicia el proceso de ionización conocido como voltaje de ruptura V_B está dado por la relación de Paschen (Rosnagel, 1991 y Thornton, 1982b):

$$V_B = A \frac{pd}{C + \log pd}, \quad (4)$$

donde p es la presión del gas, d es la separación de los electrodos, A y C son constantes que dependen del gas.

Existen varios regímenes de ionización según la corriente de descarga (Rosnagel, 1991). Debajo de 10^{-9} Amperes, justo en el rompimiento se le conoce como región *Townsend* y se caracteriza por un gran incremento en la corriente de descarga con un pequeño aumento en el voltaje (figura 6). En la región *normal* la corriente es pequeña y la luminiscencia del plasma es poca, pero si se continúa aumentando la corriente se llega a la región *anormal*, en la que se obtiene mayor cobertura y una gran luminiscencia del plasma, este régimen es en el que se llevan a cabo los procesos de erosión iónica. A corrientes mayores se producen arcos eléctricos, reflejándose en un elevado calentamiento del cátodo.

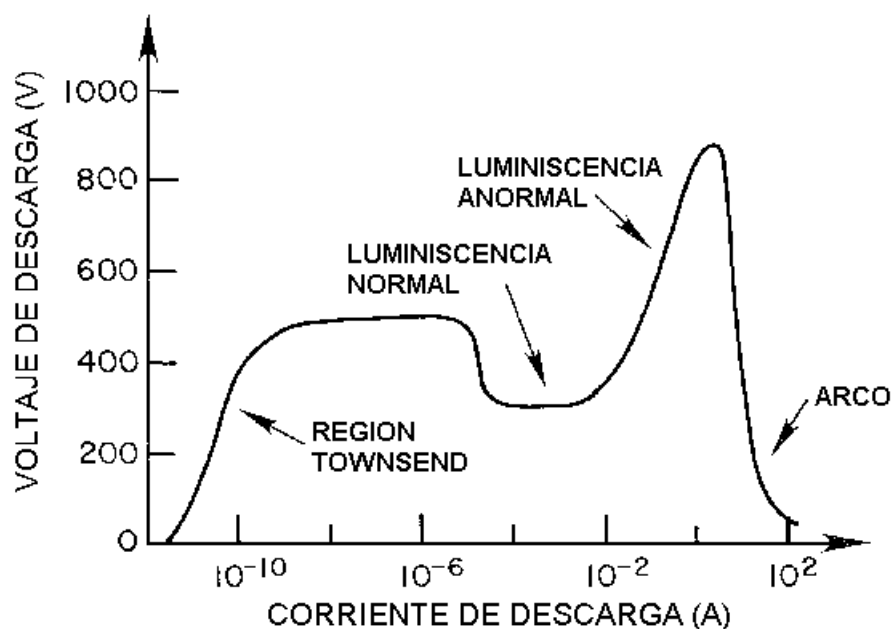


Figura 6. Regiones del plasma (Rosnagel, 1991).

Al realizar una descarga luminosa o plasma se producen diversas regiones (figura 7) y la mayor del espacio entre los electrodos se llena por una luminiscencia negativa (negative glow), que es resultado de los procesos de excitación y recombinación. La región más próxima al cátodo se conoce como funda del cátodo. Esta región tiene pocos

electrones ya que éstos son repelidos por el potencial del electrodo. Sin embargo, los iones positivos en las fronteras del plasma próximos a esta funda son acelerados por este potencial, iniciando el bombardeo de iones.

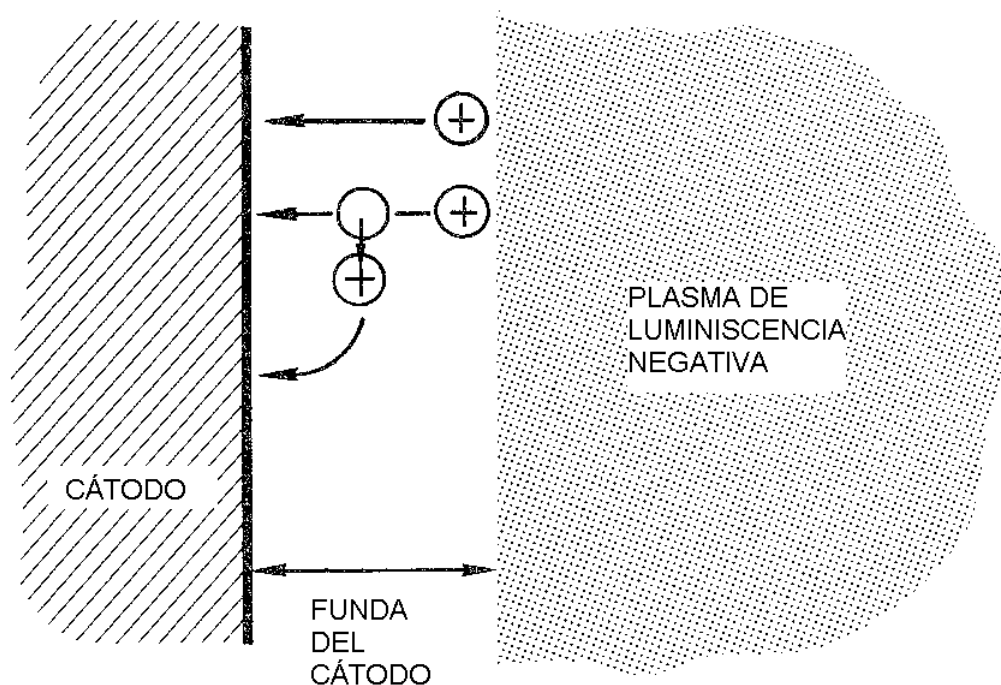


Figura 7. Formación de la funda del cátodo (Rossnagel, 1991).

II.1.2. Bombardeo iónico.

Como se vió en la sección anterior, los iones en el borde del plasma cercanos a la funda del cátodo, son acelerados hacia éste y las colisiones de los iones con la superficie del cátodo producen diversos efectos que dependen del tipo de colisión. Para la erosión iónica las colisiones más trascendentes son las elásticas, es decir, en las que sólo existe intercambio de momento. Sin embargo, no se está exento de las colisiones inelásticas o de intercambio de energía interna. Entre los procesos inelásticos más importantes está el desprendimiento de electrones de los átomos del blanco, conocida como emisión

de electrones secundarios. Estos son responsables, en parte, de la sustentabilidad del plasma, así como también responsables los demás tipos de colisiones que se mostraron en la sección anterior, las que utilizan al ión como partícula incidente.

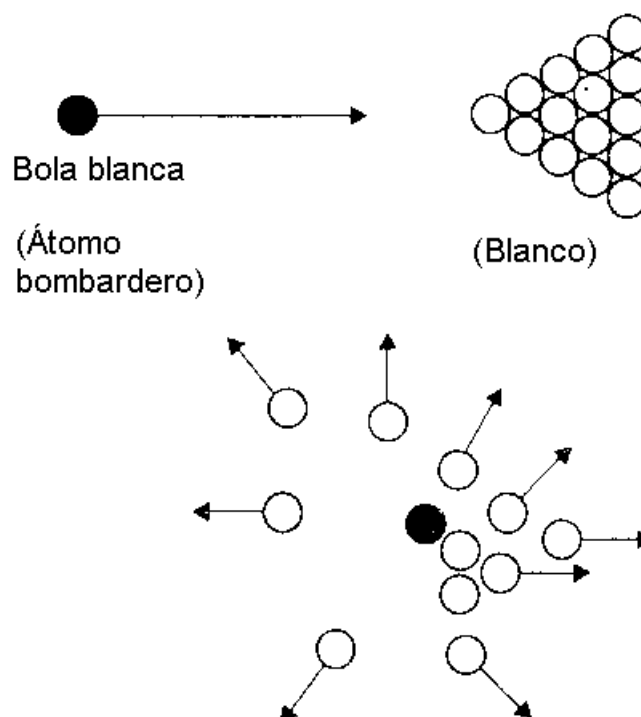


Figura 8. Billar de átomos (Chapman, 1980).

En la erosión iónica, las colisiones de interés son aquellas en las que existe intercambio de momento (Thornton, 1982a). Si la energía cinética de la partícula o ión incidente es menor que la energía de los enlaces ($e=0-50\text{eV}$), el ión no tiene suficiente energía para desprender los átomos y es reflejado (Powell y Rosnagel, 1999). Para energías entre 50 y 1000eV , el ión incidente tiene suficiente energía para desalojar átomos del blanco y este régimen es conocido como *knock-on*, en el que trabajan la mayoría de los procesos de depósito por evaporación física. A energías altas, entre 1 y 50keV , el ión incidente desprende una densa cantidad de partículas; sin embargo este régimen no se utiliza en

tecnología de depósitos debido a una excesiva generación de calor. Para energías muy altas, mayores a 50keV, el ión incidente penetra profundamente la red del blanco y queda implantado en su interior.

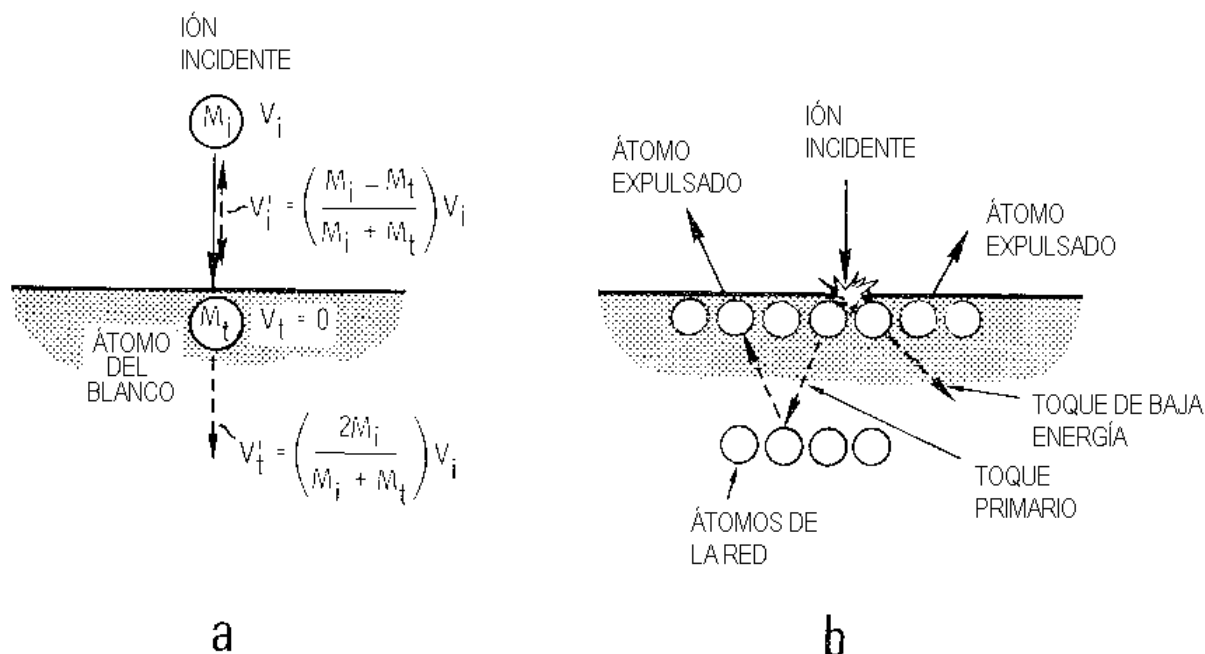


Figura 9. Bombardeo iónico (Thornton, 1982a).

El proceso de erosión iónica es parecido al evento de apertura en una mesa de billar (figura 8). El momento del ión incidente es transferido a uno o más átomos de la superficie del blanco, pero por regla general el ión se impacta con dos átomos simultáneamente: el átomo que recibió poca energía captura una componente de momento lateral y expulsa a uno de sus vecinos (figura 9), el que recibió mayor energía o al que impactó primero, choca con la red cristalina (lattice) y sale reflejado expulsando a otro átomo de la superficie.

Del proceso anteriormente descrito se deriva el término *sputter yield* o razón de erosión, que significa el número de átomos erosionados o expulsados por ión incidente. Este valor es diferente para cada material y está relacionado con la masa de la molécula

que se quiere desprender y su energía de enlace. En la figura 10 se muestran los valores de la razón de erosión para diferentes materiales.

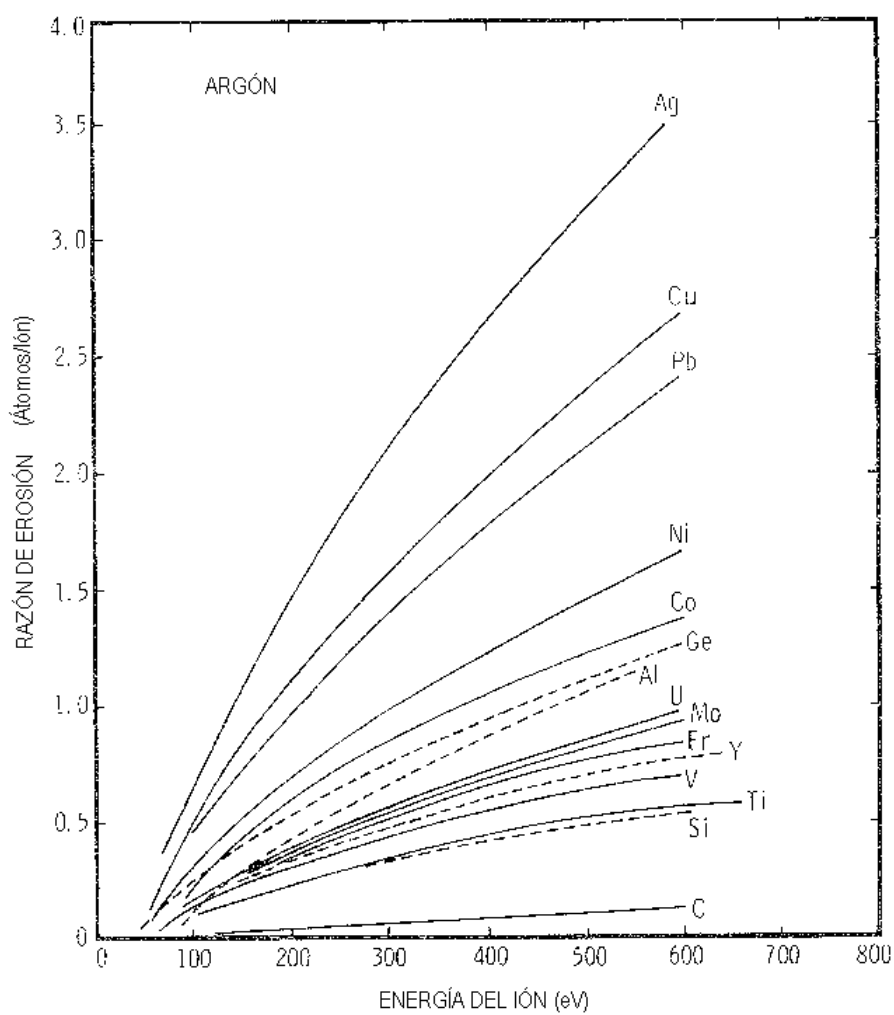


Figura 10. Razón de erosión *sputter yield* para diferentes materiales (Thornton, 1982a).

El material expulsado por el proceso anterior se compone de diversas especies tales como moléculas neutras, iones y electrones; estos últimos ayudan a sostener la existencia del plasma al colaborar con la ionización del gas.

II.1.3. Transporte.

Las moléculas expulsadas del blanco salen en fase gaseosa e interaccionan con el plasma antes de llegar al sustrato donde se forma la película. Dependiendo de la presión de la cámara, estas moléculas colisionan con las partículas del plasma perdiendo energía en el trayecto. La distancia que recorren estas moléculas antes de una colisión está dictada por el camino libre medio y es inversamente proporcional a la presión. Para presiones bajas el camino libre medio es grande, entonces la partícula proveniente del blanco tiene pocas colisiones en su trayecto hacia el sustrato, llegando con la mayor parte de su energía cinética inicial (Powell y Rossnagel, 1999). A presiones mayores el camino libre medio es menor, la partícula expulsada del blanco perderá gran parte de su energía cinética termalizándose con el gas.

II.1.4. Formación de la película.

El proceso empieza cuando las partículas provenientes del blanco llegan a la superficie del sustrato transfiriendo su energía cinética, y se *adsorben físicamente* quedando debilmente adheridas a la superficie, debido a las fuerzas de atracción dipolar conocidas como fuerzas Van der Waals (figura 11). Las moléculas adsorbidas son móviles, por lo que se difunden en la superficie intercambiando su energía con los átomos de ésta hasta que la molécula es desorbida, esto es gana energía y sale expulsada; o interacciona para formar enlaces químicos con la superficie (Smith, 1995), proceso conocido como adsorción química. Este tipo de adsorción es más fuerte que la física. Finalmente los átomos incorporados reajustan sus posiciones mediante el proceso llamado difusión en el bulto (Thornton, 1982a). Los átomos incorporados forman inicialmente islas de material

(figura 12), estas islas al ir creciendo se unen por coalescencia para formar una película continua (Ohring, 1992).

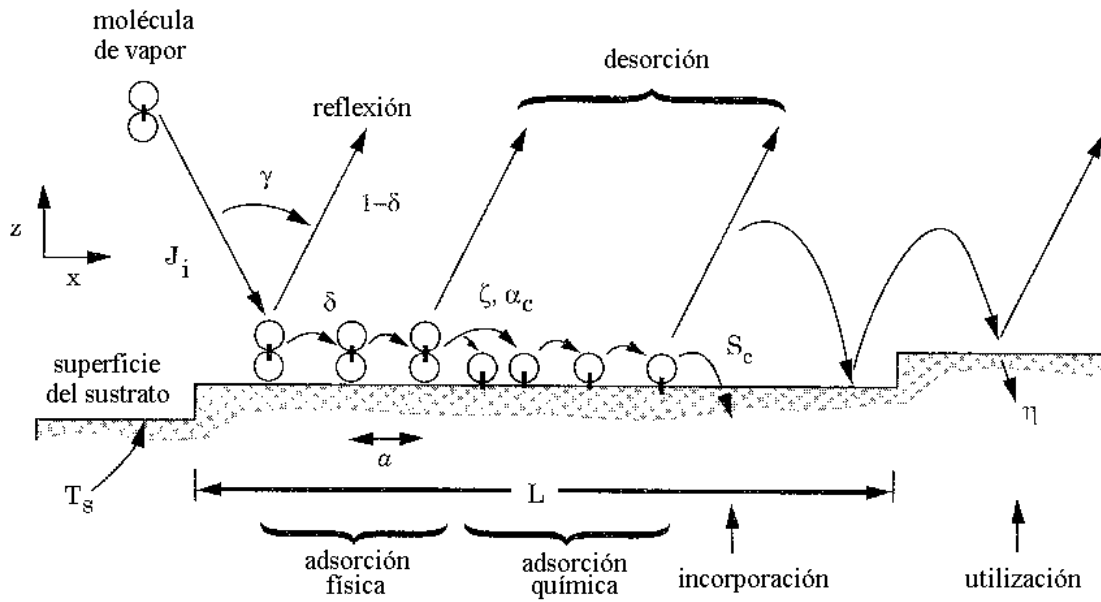


Figura 11. Procesos en la formación de la película (Smith, 1995).

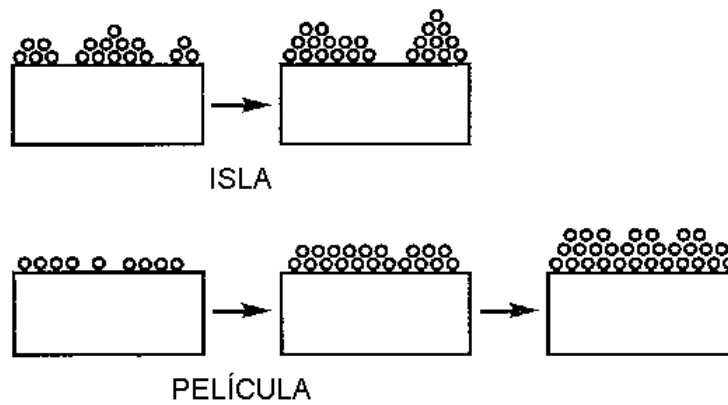


Figura 12. Crecimiento de la película (Ohring, 1992).

II.2. Erosión iónica reactiva.

En esta sección se presenta la variante reactiva de la erosión iónica para formar películas compuestas, además de mencionar las dificultades que se presentan al depositar con esta técnica, tales como el envenenamiento del blanco, el cambio en la tasa de depósito, etc.

Una variación del proceso de erosión iónica convencional, es la erosión iónica reactiva. En esta modalidad se utiliza un gas adicional denominado gas reactivo, para formar compuestos con el material del blanco y así modificar las propiedades de la película depositada. Los gases reactivos más utilizados son el oxígeno y el nitrógeno, mismos que reaccionan principalmente con las superficies del sistema de depósito: el blanco, el sustrato, las paredes de la cámara y en casos de presiones altas con el material que va viajando en fase gaseosa.

La reacción en las superficies produce un cambio en la composición de éstas: una fracción θ de la superficie está constituida por moléculas del compuesto formado por la reacción entre el metal y el gas reactivo denominado MGr. El resto de la superficie $(1-\theta)$, se forma por moléculas de material del blanco sin reaccionar o metal denominado M. La inyección gradual del gas reactivo se esperaría que fuera modificando gradualmente las propiedades o concentración atómica del material compuesto en la película depositada, pero generalmente el resultado es un comportamiento no lineal de histéresis debido a la formación de compuestos en las superficies. La modificación de la superficie del blanco debido a la llegada del gas reactivo, varía la razón de erosión “sputter yield” del blanco, ya que típicamente es más difícil remover moléculas del compuesto MGr que del metal M. Otro efecto que produce la modificación de las superficies, es una variación en el coeficiente de adherencia “sticking coefficient” de las superficies hacia los átomos del gas reactivo, esto es la razón de los átomos que llegan a una superficie

entre los que se quedan, lo que implica un cambio en el consumo de gas reactivo por las superficies. Estos dos últimos efectos son los que contribuyen a la no linealidad, lo que hace complicado el control de las propiedades de las películas por el simple control de la inyección del flujo de gas reactivo. Una manera de analizar mejor al proceso para poder controlarlo es mediante un modelo matemático. Existen varios modelos para la explicación de procesos de “DC sputtering” reactivo (Berg et al. 1987; Depla y De Gryse, 2004a; Depla y De Gryse, 2004b y Depla y De Gryse, 2004c), pero la mayoría parten del modelo propuesto por Berg et al. (1987). Con este modelo se pueden estimar las propiedades físicas de la película si se conocen los parámetros y variables del proceso tales como áreas de las superficies, corriente de iones, presión del gas reactivo, entre otras.

II.2.1. Modelo de erosión iónica reactiva.

Se introduce el modelo de Berg para la descripción de procesos por erosión iónica reactiva y como se resuelven estas ecuaciones para su respuesta en estado estacionario. De igual manera se cita al modelo más completo desarrollado por Depla, que parte del modelo básico de Berg en el que le incluye la implantación de iones en el proceso de erosión y su importante contribución del cambio de variable de reacciones por unidad de superficie a fracción de superficie reaccionada y densidad de átomos en la misma.

El modelo de Berg et al. (1987) describe el comportamiento de las variables que influyen en una cámara de depósito por la técnica de erosión iónica reactiva. Propone que el flujo de entrada del gas reactivo q_o a la cámara se divide en tres caminos (figura

13): el primero hacia el blanco q_t , otro hacia las paredes de la cámara q_c y el último hacia la bomba q_p , bajo las siguientes ecuaciones:

$$q_t = \alpha_t F(1 - \theta_1) A_t \quad (5)$$

$$q_c = \alpha_c F(1 - \theta_2) A_c \quad (6)$$

$$q_p = S \cdot P_G \quad (7)$$

$$q_o = q_t + q_c + q_p \quad (8)$$

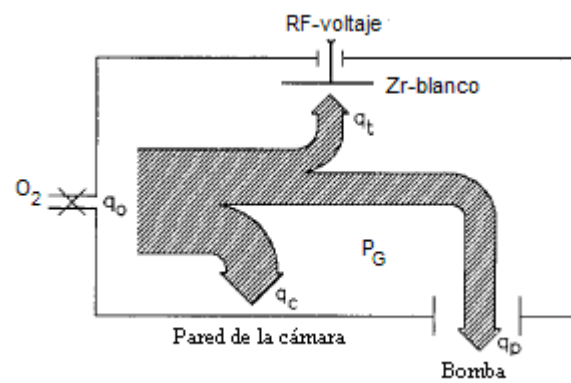


Figura 13. Flujos de gas en la cámara de depósito (Berg et al., 1987).

Donde:

α_t es el coeficiente de adherencia "sticking coefficient" de la superficie del blanco hacia los átomos del gas reactivo.

α_c es el coeficiente de adherencia "sticking coefficient" de la superficie de la cámara hacia los átomos del gas reactivo.

A_t es el área del blanco.

A_c es el área de la cámara.

θ_1 es la fracción de superficie del blanco cubierta por material compuesto metal-gas reactivo (ZrO_2 en nuestro sistema).

θ_2 es la fracción de superficie de la cámara o sustrato cubierta por material compuesto.

S es la velocidad de bombeo.

F es el flujo de moléculas del gas reactivo debido a su presión parcial P_G :

$$F = \frac{P_G}{\sqrt{2\pi kTM}}. \quad (9)$$

Además se tienen que cumplir las ecuaciones que describen el proceso de reacción y remoción de partículas, las cuales se representan por:

$$\frac{dG_1}{dt} = 2\alpha_t F(1 - \theta_1) - \frac{J}{e} S_G \theta_1, \quad (10)$$

$$\frac{dG_2}{dt} = 2\alpha_c F(1 - \theta_2) + \frac{J}{e} S_G \theta_1 \frac{A_t}{A_c} (1 - \theta_2) - \frac{J}{e} S_M (1 - \theta_1) \frac{A_t}{A_c} \theta_2. \quad (11)$$

Donde:

G_1 es el número de átomos del gas reactivo que reaccionan con el metal en la superficie del blanco.

G_2 es el número de átomos del gas reactivo que reaccionan con el metal en la superficie del sustrato.

J es la densidad de corriente de iones de argón.

e es la carga del electrón.

S_G es la razón de erosión del material compuesto de la superficie del blanco por ión incidente de argón .

S_M es la razón de erosión del material metálico del blanco por ión incidente de argón..

Estas ecuaciones representan el balance entre el arribo y remoción de partículas reactivas en las superficies. La ecuación (10) está relacionada con la actividad en el blanco, el primer término se refiere a las reacciones en su superficie por la llegada del gas reactivo (se denota por F con dirección al blanco en la figura 14); y el segundo término se debe a las partículas removidas de la fracción de superficie cubierta por compuesto (denotadas por F_1 y F_3). La ecuación (11) está asociada con la actividad en la superficie de las paredes de la cámara o sustrato, el primer término se relaciona con las reacciones por la llegada del gas reactivo (se denota por F con dirección a la cámara en la figura 14); el segundo término se refiere a las partículas metálicas erosionadas del blanco que llegan a la fracción de superficie cubierta por compuesto (denotado por F_3); y el tercer término se relaciona con las partículas compuestas erosionadas del blanco que arriban a la fracción de superficie metálica de la cámara (denotado por F_2). Al resolver las ecuaciones (9 a 11) en estado estable ($dG_i/dt=0$), se obtienen θ_1 y θ_2 en función de P_G , y al combinar las ecuaciones (5 a 8), se pueden relacionar estas variables con los flujos de gas. En particular, es útil incluir el flujo de entrada ya que es una de

las variables sobre las que se tiene control. Más adelante se presentarán las curvas de comportamiento de este modelo aplicado a nuestro sistema de depósito.

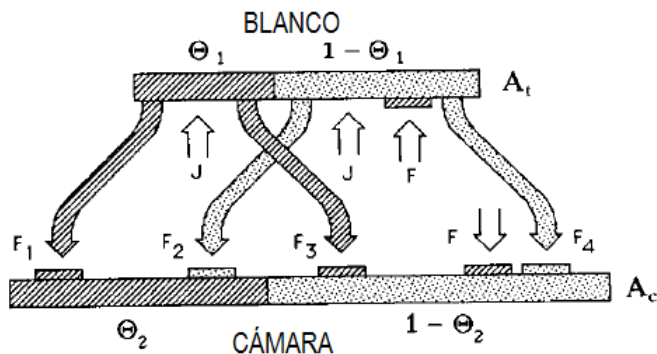


Figura 14. Flujo de partículas durante la erosión iónica reactiva (Berg et al., 1987).

II.2.2. Aplicaciones de las películas delgadas.

Las películas delgadas tienen una infinidad de aplicaciones y para realizarlas se necesita un control muy preciso de las propiedades de la capa que se deposita.

Por ejemplo, en los recubrimientos duros se requieren depositar multicapas, intercalando una capa de material duro con una de material "blando" por cierto número de períodos. Como esta técnica mejora la dureza, la resistencia al impacto y el desgaste (Zeng et al. 1998; PalDey y Deevi, 2003 y Pinheiro et al. 2009), se aplica en recubrimientos para herramientas. De igual manera, se ha encontrado que la incorporación de capas intermedias con cambio gradual en la composición en este tipo de películas (Zeng et al. 1998), aumenta la adherencia al sustrato, mejorando así otras propiedades como la resistencia al desgaste teniendo utilidad en aplicaciones donde hay fricción.

Otra aplicación se encuentra en los filtros ópticos. En este tipo de recubrimientos es necesario crecer una película con cierto perfil de índice de refracción para lograr una respuesta deseada. Para esto se sigue una trayectoria compleja del índice de refracción vs

el espesor durante el crecimiento de la película. Un ejemplo de este tipo de trayectorias se muestra en la figura 15 para un filtro rugoso de tres líneas. El cambio de índice se logra al variar la composición de la película depositada al modificar la potencia del plasma (Vernhes et al. 2004) o la relación de los gases reactivos (Bulkin et al. 1996) en la técnica de depósito por PECVD.

En el presente trabajo se desarrolla un sistema de control para el depósito de películas delgadas, capaz de controlar las propiedades de la película de tal manera que pueda utilizar en aplicaciones que requieran el tipo de crecimientos descritos previamente.

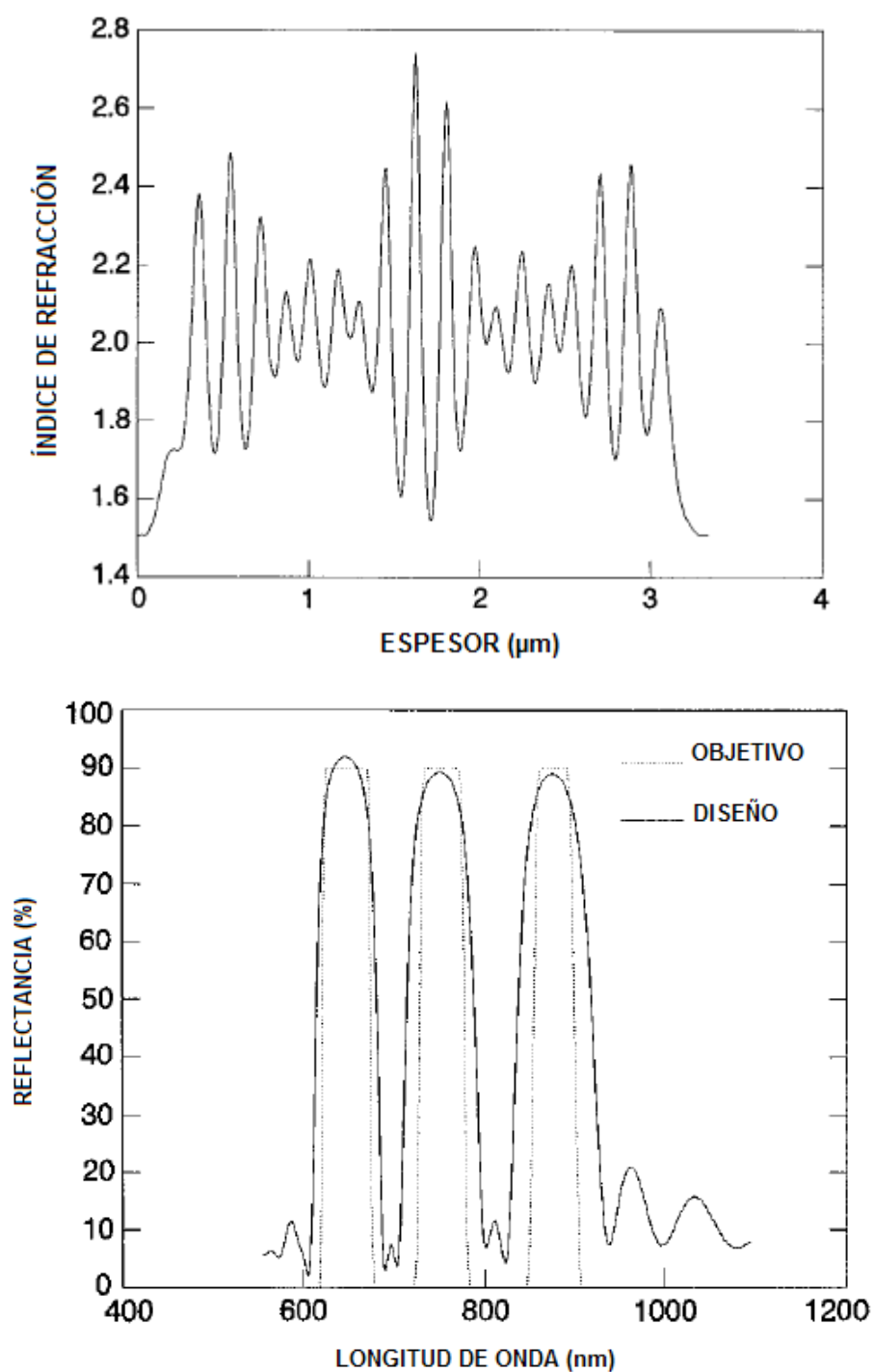


Figura 15. Perfil de índice de refracción (a una longitud de onda de referencia de 755nm) y respuesta espectral de un filtro rugoso de tres líneas (Bulkin et al. 1996).

II.3. Control.

Se presenta una introducción a los sistemas de control y su utilidad, además de algunas aplicaciones en procesos cotidianos, así como la necesidad del modelado matemático para facilitar su diseño.

El control es el arte de manipular un sistema para que produzca un resultado deseado. En la actualidad los sistemas de control están inmersos en infinidad de procesos, tanto industriales como médicos y de la vida cotidiana. Algunos ejemplos clásicos son el control de guiado de un misil, el control de temperatura de un horno casero, el control de nivel de líquido de un tanque y hasta el control de posicionamiento de la cabeza de una lectora de discos compactos, entre otros muchos.

Los sistemas de control pueden ser clasificados en dos grupos que son: control en lazo abierto y control en lazo cerrado o realimentado. Los primeros se caracterizan porque ejercen control sobre un proceso sin verificar la salida del mismo. Tal es el caso de un sistema de riego por aspersión, el que rocía el agua en un terreno por un tiempo determinado sin verificar la humedad de la tierra. El control en lazo cerrado o realimentado por su parte, verifica la salida del sistema, compara con el valor de referencia o consigna y corrige la entrada del sistema para obtener la salida deseada. Un ejemplo es el control automático de velocidad de un automóvil, al cual se le establece una consigna (velocidad deseada), lee la velocidad del auto con un velocímetro, la compara y ejerce una acción sobre el pedal de aceleración del vehículo hasta lograr la velocidad pactada.

Un sistema de control realimentado se compone de varios elementos que se enlistan a continuación: planta, sensor, compensador, comparador, actuador, referencia o consigna, señal de error, entrada y salida (figura 16).

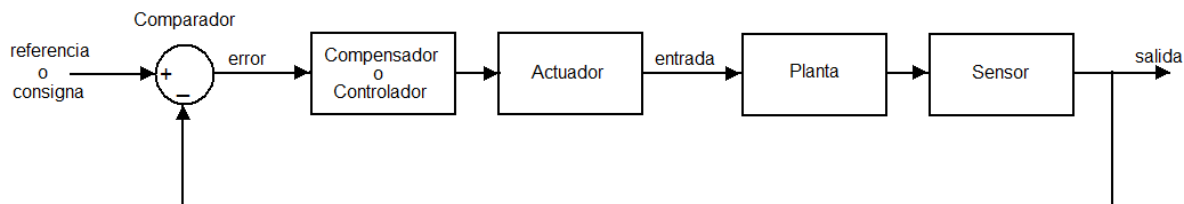


Figura 16. Componentes de un sistema de control realimentado.

Se conoce como planta al proceso que se quiere controlar; la referencia o consigna es el valor que se desea que entregue la salida de la planta. La salida es la variable del sistema que se quiere controlar. El sensor es el transductor que monitorea la salida. El comparador mide la diferencia entre las señales de referencia y salida produciendo una señal de error, misma que es utilizada por el compensador o controlador para producir una señal que corrija el proceso. Esta señal es inyectada al actuador, el que ejerce acción sobre la planta para modificar la salida del sistema, generalmente el actuador se considera como parte de la planta.

El trabajo del controlador se enfoca en calcular la entrada o entradas de la planta para obtener una salida o respuesta deseada, de acuerdo con ciertas especificaciones dadas. Para esto es muy útil tener una descripción detallada del proceso que se quiere controlar. Casi cualquier proceso físico puede ser descrito por medio de ecuaciones diferenciales, en la mayoría de los textos de control se ofrece una pequeña muestra de como modelar estos procesos (Dutton, 1997; Khalil, 2001 y Ogata, 1998). Una vez que se obtiene el modelo matemático de la planta descrito por ecuaciones, viene la tarea de control.

Existen muchas estrategias para controlar un proceso, el control se puede dividir en control clásico y control moderno. El primero se basa en utilizar un modelo del sistema en el dominio de la frecuencia utilizando la variable compleja de Laplace, sólo que este enfoque está limitado a sistemas lineales. El control moderno se basa en la

noción de estado y se trabaja con las ecuaciones en el dominio del tiempo, además se puede extender el análisis para sistemas no lineales.

Nuestro sistema de control utiliza técnicas modernas, por lo que es necesario expresar al sistema en variables de estado.

II.3.1. Expresión de sistemas en variables de estados.

El modelado de los sistemas generalmente se describe en forma de ecuaciones diferenciales. Para reducir la complejidad de su análisis se desarrolló la expresión en variables o espacio de estados. Esto es ordenar las ecuaciones diferenciales que describen al sistema en una ecuación diferencial en forma matricial. Existen varias maneras de expresar a un sistema en variables de estados (Ogata, 1998), una de las más utilizadas es la forma canónica de controlabilidad que se muestra a continuación. Sea un sistema descrito por la siguiente ecuación diferencial:

$$y^{(n)} + a_1 y^{(n-1)} + a_2 y^{(n-2)} + \dots + a_{n-1} \dot{y} + a_n y = b_0 u^{(n)} + b_1 u^{(n-1)} + b_2 u^{(n-2)} + \dots + b_{n-1} \dot{u} + b_n u \quad (12)$$

donde u es la entrada del sistema y y es la salida, la expresión en espacio de estados de la forma canónica controlable quedará:

$$\begin{bmatrix} \dot{x}_1 \\ \dot{x}_2 \\ \vdots \\ \dot{x}_{n-1} \\ \dot{x}_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & \cdots & 0 \\ 0 & 0 & 1 & \cdots & 0 \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ 0 & 0 & 0 & \cdots & 1 \\ -a_n & -a_{n-1} & -a_{n-2} & \cdots & -a_1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ \vdots \\ x_{n-1} \\ x_n \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ \vdots \\ 0 \\ 1 \end{bmatrix} u \quad (13)$$

$$y = \begin{bmatrix} b_n - a_n b_0 & b_{n-1} - a_{n-1} b_0 & \cdots & b_1 - a_1 b_0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ \vdots \\ x_n \end{bmatrix} + b_0 u \quad (14)$$

Y de forma compacta:

$$\dot{x} = Ax + Bu \quad (15)$$

$$y = Cx + Du \quad (16)$$

De esta forma es muy sencillo su manejo en sistemas de cómputo, en los que se realizan la mayoría de los análisis del sistema de control.

La representación de un sistema en variables de estado no es única, pero los valores propios de la matriz A del sistema de la ecuación (15) no cambian ante cualquier transformación lineal del mismo. Por lo que esta matriz es de gran importancia para la determinación de algunas características del sistema como se verá más adelante.

II.3.2. Linealización.

Se introduce el concepto de linealización de sistemas y su utilidad, con la salvedad

de que este tipo de aproximaciones son válidas alrededor del punto de operación y son muy útiles para la solución de control dentro de los márgenes de trabajo.

La mayoría de los sistemas reales son no-lineales, pero pueden ser representados por una aproximación lineal alrededor de un punto de operación, en la que el nuevo sistema conserva muchas de las propiedades del sistema original tales como la respuesta y estabilidad en la vecindad de este punto. Para citar un ejemplo, la mayoría de los sistemas requiere de un amplificador de voltaje, tan solo la saturación de un amplificador al valor de la fuente de voltaje es una no-linealidad.

El control de estos sistemas puede ser diseñado utilizando como modelo la aproximación lineal y se pueden utilizar las herramientas del control lineal que son más sencillas de desarrollar que las estrategias del control no lineal, y en muchos casos dan resultados satisfactorios dentro de la región de operación.

Sea un sistema no-lineal representado por:

$$\dot{x} = f(x, u) \tag{17}$$

donde f es una función continuamente diferenciable en el dominio de operación, el sistema se puede representar como una expansión en series de Taylor alrededor del punto de operación:

$$\dot{x} = f(x, u) = \sum \frac{(x - x_0)^n}{n!} \frac{\partial^n f(x, u)}{\partial x^n} \Big|_{x_0, u_0} + \sum \frac{(u - u_0)^n}{n!} \frac{\partial^n f(x, u)}{\partial u^n} \Big|_{x_0, u_0} . \tag{18}$$

La representación lineal del sistema considera sólo los términos de primer orden de la expansión por lo que el nuevo sistema linealizado queda:

$$\dot{\hat{x}} = f(x_0, u_0) + (x - x_0) \left. \frac{\partial f(x, u)}{\partial x} \right|_{x_0, u_0} + (u - u_0) \left. \frac{\partial f(x, u)}{\partial u} \right|_{x_0, u_0}. \quad (19)$$

En control generalmenta se linealiza suponiendo como punto de linealización o punto de equilibrio al origen, por lo que el sistema linealizado queda:

$$\dot{\hat{x}} = \left. \frac{\partial f(x, u)}{\partial x} \right|_{x_0, u_0} x + \left. \frac{\partial f(x, u)}{\partial u} \right|_{x_0, u_0} u = Ax + Bu. \quad (20)$$

II.3.3. Respuesta de sistemas lineales.

Se muestran los tipos de respuesta de un sistema lineal, su relación con los valores propios de la matriz que describe al sistema y la participación de las condiciones iniciales. De igual manera se introduce el concepto de estabilidad.

La respuesta de un sistema lineal autónomo (invariante con el tiempo) representado por la ecuación de estados:

$$\dot{x} = Ax + Bu \quad (21)$$

está dado por:

$$x(t) = x(0)e^{At} + \int_0^t e^{A(t-\tau)} Bu(\tau) d\tau \quad (22)$$

Lo que significa que la respuesta del sistema está gobernada por la matriz A , y las condiciones iniciales de donde se desprende el concepto de estabilidad.

Se dice que un sistema lineal es estable si ante cualquier entrada acotada se tiene una salida acotada. De la ecuación (22), $x(0)$ es una constante y si u está acotada, la estabilidad de la respuesta depende de la exponencial de la matriz A , por lo que para el cálculo de la estabilidad del sistema se considera sólo la respuesta del sistema homogéneo, esto es, sin considerar la entrada.

El origen del sistema lineal de la ecuación (21) será estable si los valores propios de la matriz A tienen parte real menor o igual a cero, y que para cada valor propio con parte real cero y multiplicidad mayor que dos, forme bloque de Jordan de orden 1. Será asintóticamente estable si todos los valores propios de A tienen parte real negativa. La estabilidad asintótica se extiende al origen de sistemas no lineales si su linealización por series de Taylor cumple con la condición anterior (Khalil, 2001).

El origen del sistema lineal de la ecuación (21) será inestable si alguno de los valores propios de la matriz A tiene parte real positiva. Lo que se extiende al origen del sistema no lineal si su linealización por series de Taylor cumple con la condición anterior (Khalil, 2001).

II.3.3.1. Respuesta al escalón de sistemas de segundo orden.

Una estrada muy utilizada para observar el desempeño de un sistema es el escalón

unitario y muchos sistemas se diseñan en base a la respuesta a dicha entrada. Gran parte de los sistemas se pueden reducir o representar por sistemas de segundo orden, por lo que es de gran utilidad estudiarlos. Si se considera un sistema de segundo orden representado por:

$$uw_n^2k = \ddot{x} + 2\zeta w_n \dot{x} + xw_n^2 \quad (23)$$

La respuesta al escalón tendrá la forma como se ilustra en la figura 17, donde la respuesta del sistema está dictada por los parámetros ζ y w_n , en la que el primer parámetro indica el amortiguamiento de la respuesta y el segundo la rapidez. Por lo que, si es posible manipular estos parámetros mediante el control, se puede obtener una respuesta con la forma deseada.

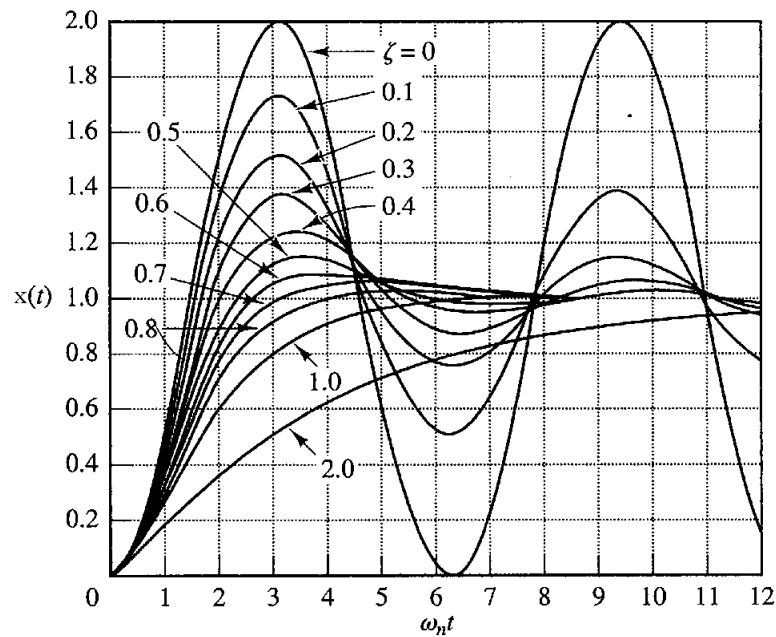


Figura 17. Respuesta al escalón de sistemas de segundo orden (Ogata, 1998).

II.3.4. Control por retroalimentación de estados.

Se presenta el esquema de control por retroalimentación de estados, sus límites y alcances, así como su particularidad de manipular las respuestas naturales del sistema al reasignar los valores propios de la matriz que representa al sistema. De igual manera se cubren las condiciones necesarias para aplicar este tipo de controlador.

El problema de control se concentra en manipular al sistema para obtener una respuesta deseada. La estrategia de control por ubicación de polos consiste en realimentar todos los estados del sistema y multiplicarlos por una ganancia K , tal que se forme un nuevo sistema en el que su matriz característica se le puedan colocar los valores propios o polos de manera arbitraria, a través de una elección adecuada de ésta ganancia y así modificar la respuesta del sistema de manera deseada. El esquema de control por ubicación de polos se muestra en la figura 18, para un sistema lineal representado por la siguiente ecuación:

$$\begin{aligned} \dot{x} &= Ax + Bu \\ y &= Cx \end{aligned} \quad (24)$$

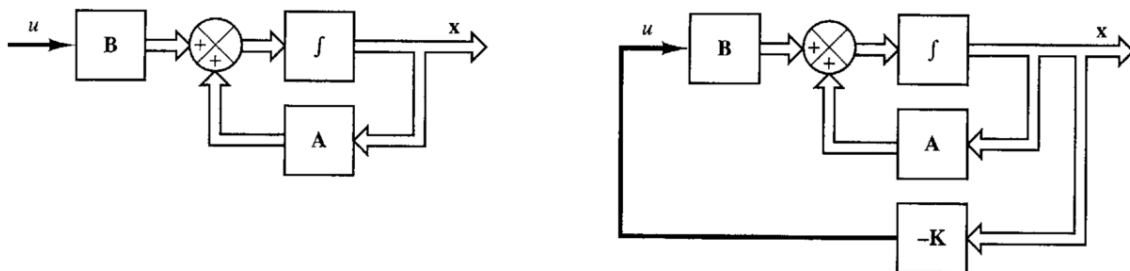


Figura 18. Esquema de un sistema lineal (izquierda) y de un control por ubicación de polos (derecha) (Ogata, 1998).

Para que el sistema pueda ser manipulado de esta manera, se debe cumplir el requisito de *controlabilidad*. Se dice que el sistema de la ecuación 24 es controlable, si la matriz de controlabilidad definida por:

$$Ctrl = [\hat{B} \quad \hat{A}\hat{B} \quad \dots \quad \hat{A}^{n-1}\hat{B}] \quad (25)$$

es de rango completo o sus columnas son linealmente independientes.

Una vez cumplida esta condición, se puede continuar con el diseño del sistema realimentado.

La nueva entrada del sistema realimentando será:

$$u = Kx. \quad (26)$$

La ecuación del sistema realimentado quedará:

$$\dot{x} = (A + BK)x \quad (27)$$

y la respuesta homogénea del nuevo sistema será

$$x(t) = x(0)e^{(A+BK)t}. \quad (28)$$

Si la pareja A, B es controlable podemos, con una selección adecuada de K , asignar los valores propios de $A+BK$ de manera arbitraria, manipulando la respuesta del sis-

tema. El problema radica ahora en como escoger la ganancia de retroalimentación K , tal que asignemos los valores propios en el lugar adecuado. Esto se puede realizar con la fórmula de Ackermann (Ackermann, 1972 y Hsu y Chang, 1996), misma que calcula K a partir de los valores propios deseados para $A+BK$ y las matrices A y B . Esta fórmula se incluye en diversos paquetes de cálculo matemático como Matlab y Scilab.

La ventaja de este esquema de control es que podemos manipular de forma arbitraria la respuesta del sistema, dado que el nuevo sistema está definido por la matriz $A+BK$, misma que nosotros seleccionamos. La desventaja es que se necesitan tener disponibles todas las variables del sistema. Para lograr esto se utilizó la técnica de observación de estados, la cual se describe a continuación.

II.3.5. Observadores de estado.

En la mayoría de los casos, las variables de estado de un sistema no se pueden medir en forma directa. El observador de estados es un recurso matemático utilizado para estimar variables de interés de un sistema dinámico que no pueden ser medidas directamente. Por ejemplo, el controlador por ubicación de polos requiere de todas las variables del sistema para su retroalimentación, por lo que esta herramienta es muy útil

para ese fin. Para que un sistema de la forma (24) sea observable, debe cumplir que la matriz de observabilidad definida por:

$$Obs = \begin{bmatrix} C \\ CA \\ CA^2 \\ \vdots \\ CA^{n-1} \end{bmatrix} \quad (29)$$

sea de rango completo, para esto se debe cumplir que sus columnas sean linealmente independientes. Si se cumple esta condición es posible construir un observador como el de la figura 19.

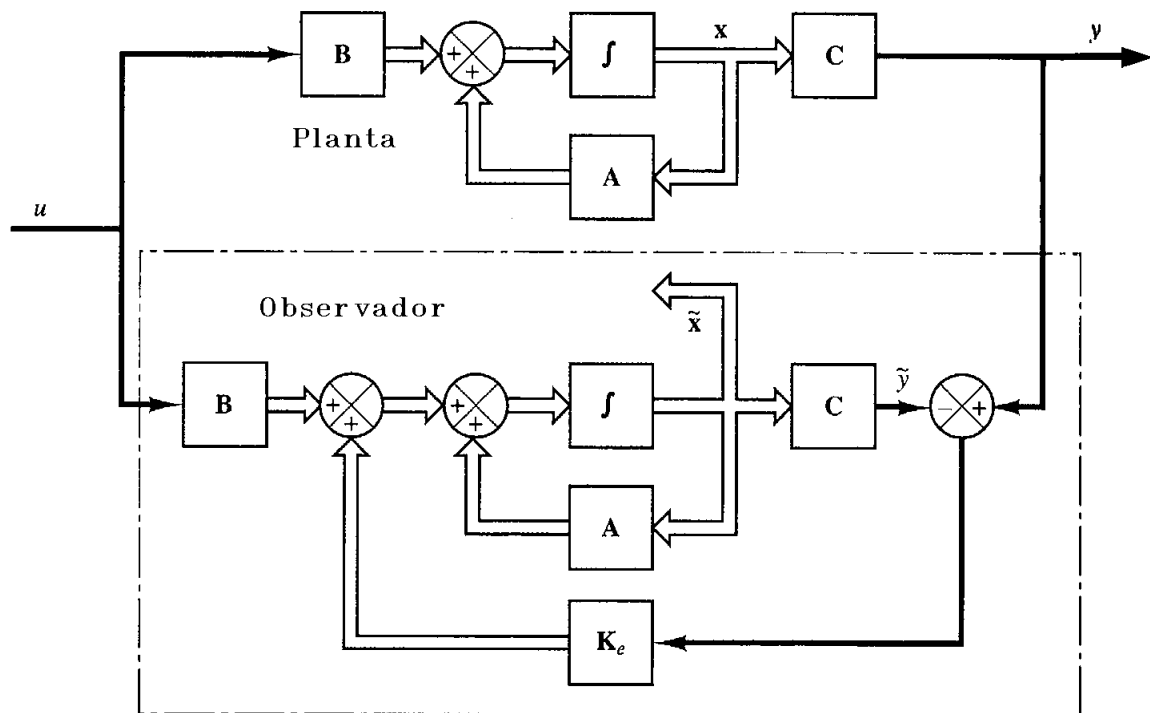


Figura 19. Observador de estados (Ogata, 1998).

conocido como observador de Luenberger, definido por:

$$\dot{\tilde{x}} = A\tilde{x} + Bu + K(y - C\tilde{x}) \quad (30)$$

El objetivo del observador es reproducir el estado del sistema original, por lo que para medir la diferencia entre éstos se resta la ecuación (24) de la (30) obteniéndose:

$$\dot{x} - \dot{\tilde{x}} = Ax - A\tilde{x} + Bu - K(Cx - C\tilde{x}) = (A - KC)(x - \tilde{x}) \quad (31)$$

Si definimos el error de observación como

$$e = x - \tilde{x} \quad (32)$$

la ecuación (31) se puede reducir a

$$\dot{e} = (A - KC)e \quad (33)$$

Dado que queremos que el estado observado y el real sean iguales, esto es que el error de observación e sea cero o tienda a cero rápidamente, el problema se reduce a un control por ubicación de polos. Por lo que se debe buscar una ganancia K tal que los valores propios de $A-KC$ que representan al observador, estén más a la izquierda del plano imaginario que los valores propios de la planta expresada por A , de manera que

la dinámica del observador de estados sea más rápida que la de la planta, pudiendo alcanzar así los valores del sistema que se quiere observar.

II.3.5.1. Filtro de Kalman.

En muchas ocasiones los sistemas de control se encuentran inmersos en ruido y se requiere eliminarlo. El filtro de Kalman es un observador de estados optimizado para trabajar con señales ruidosas. Este se encarga de recuperar las variables del proceso eliminando el ruido. Su utilización requiere de información de las señales de ruido que afectan al sistema.

Debido a que el desarrollo de este filtro es más sencillo en su versión digital y a que su realización es preponderantemente digital, se parte de un modelo discreto de la planta. Este modelo está dado por las siguientes ecuaciones:

$$x_{k+1} = \Phi x_k + \Delta u_k \quad (34)$$

$$y_{k+1} = C x_{k+1} \quad (35)$$

Suponiendo que el sistema está afectado por ruido (figura 20), donde el ruido de la planta incluyendo errores de modelo se representa por w y a las perturbaciones en la medición de la salida como v , el modelo se modificará como sigue:

$$x_{k+1} = \Phi x_k + \Delta u_k + \Gamma w_k \quad (36)$$

$$z_{k+1} = Cx_{k+1} + v_{k+1} \quad (37)$$

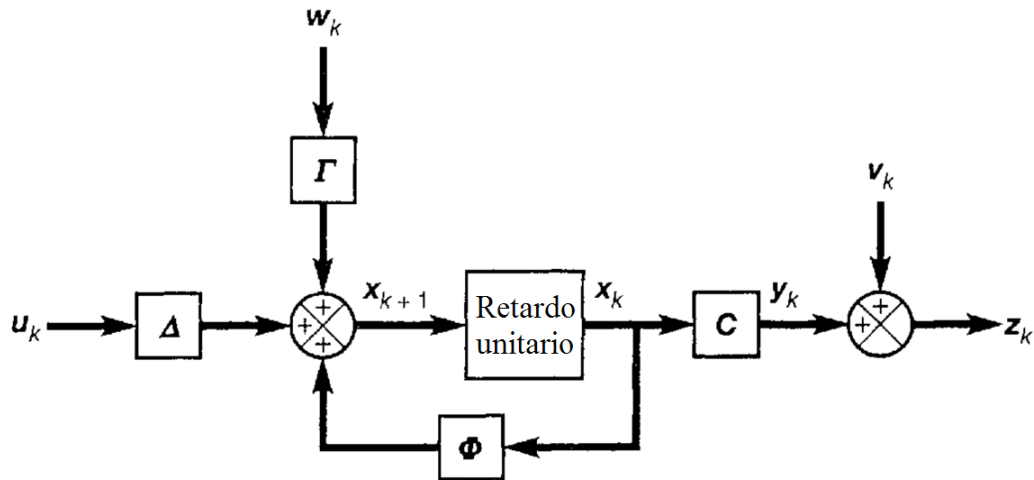


Figura 20. Sistema discreto con ruido (Dutton, 1997).

De manera similar la versión discreta del observador continuo de Luenberger queda como:

$$\hat{x}_{k+1/k+1} = \Phi \hat{x}_{k/k} + \Delta u_k + K(z_{k+1} - \hat{z}_{k+1}) \quad (38)$$

y como la predicción de salida es:

$$\hat{z}_{k+1} = C(\Phi \hat{x}_{k/k} + \Delta u_k), \quad (39)$$

al sustituir este valor en (38), se tiene la siguiente ecuación del observador:

$$\hat{x}_{k+1/k+1} = [1 - KC][\Phi\hat{x}_{k/k} + \Delta u_k] + Kz_{k+1}, \quad (40)$$

mismo que se puede observar gráficamente en la figura 21.

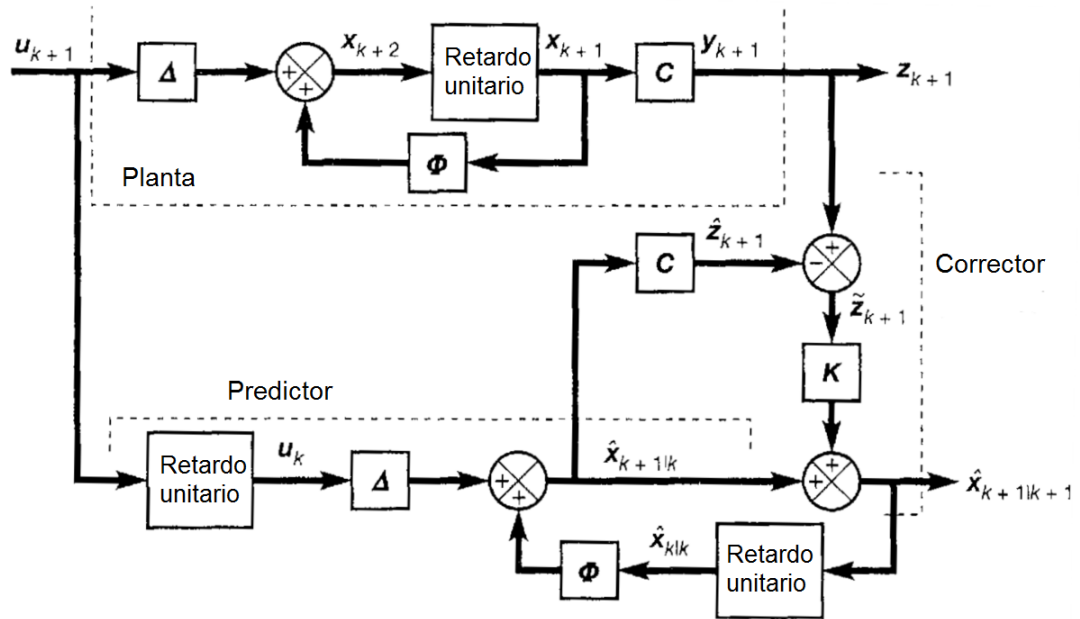


Figura 21. Filtro de Kalman discreto (Dutton, 1997).

El objetivo del filtro de Kalman es minimizar el error estimado, el cual se define por:

$$\tilde{x}_{k+1} = x_{k+1} - \hat{x}_{k+1/k+1} \quad (41)$$

asimismo, la matriz de covarianza del error está dada por:

$$P_k = E[\tilde{x}_k \tilde{x}_k^T] \quad (42)$$

donde $E[\bullet]$ es el operador valor esperado. Para cumplir con el objetivo del filtro de Kalman es necesario encontrar una ganancia K tal que se minimice a la matriz de covarianza P_k , por lo que al filtro de Kalman se le conoce también como estimador de varianza mínima. La derivación de la ecuación para el cálculo de esta ganancia no es sencilla, se encuentra en el apéndice de la referencia (Dutton, 1997) y es la siguiente:

$$K_{k+1} = P_k^* C^T [C P_k^* C^T + R]^{-1} \quad (43)$$

donde,

$$P_k^* = \Phi P_k \Phi^T + \Gamma Q \Gamma^T \text{ y } P_{k+1} = [1 - K_{k+1} C] P_k^*$$

quedando la ecuación del observador como:

$$\hat{x}_{k+1/k+1} = [1 - K_{k+1} C] [\Phi \hat{x}_{k/k} + \Delta u_k] + K_{k+1} z_{k+1}. \quad (44)$$

Donde,

z_k es la salida medida

$\hat{x}_{k/k}$ es el estimado de varianza mínima de x en el instante k

\tilde{x}_k es el error estimado ($x_k - \hat{x}_{k/k}$),

P_k es la covarianza del error estimado $cov(\tilde{x}_k)$

Q es la covarianza del ruido del sistema $cov(w)$

R es la covarianza del error de medición $cov(v)$

En resumen, el valor de la ganancia K en función de los valores previos de la covarianza y las estadísticas de error, se calcula en cada instante de tal forma que minimiza el valor de la varianza de la estimación siguiente.

Capítulo III

Desarrollo del sistema de control de depósitos por erosión iónica reactiva.

En este capítulo se describe el sistema de depósito por erosión iónica utilizado, sus capacidades e instrumentos de medición incorporados, así como el diseño del sistema de control del mismo, en el que se presenta un modelo de voltaje de descarga para monitoreo de la condición del blanco, un observador de estados para la estimación de la composición en la película depositada y una modificación al modelo de depósito de Berg para representar al sistema.

El Centro de Nanociencias y Nanotecnología (CNyN) cuenta con un sistema de erosión iónica para el depósito de películas delgadas. Éste se compone de una cámara para vacío hecha de acero inoxidable de un volumen de 4 litros, la que es evacuada por una bomba turbomolecular de una velocidad de bombeo de 150 l/s a través de una reducción que va de 10.16 a 2.56 cm de diámetro, la cual permite conectividad con cualquier bomba pero limita drásticamente su capacidad de bombeo. La presión total de la cámara es medida a través de un transductor capacitivo tipo baratrón con un intervalo de operación de 0.01 - 100 mTorr. Las presiones parciales se obtienen con un espectrómetro de masas tipo cuadrupolo con un alcance de 300 u.m.a. Para la creación del plasma se utiliza un magnetrón para blancos de 5.12 cm de diámetro, alimentado por una fuente de corriente directa de 500 W, con capacidad de regular corriente, voltaje o

potencia. La sección de gases se integra por cuatro cilindros de gas, cada uno regulado en presión a través de un manómetro, los que alimentan a cuatro controladores de flujo de gas con capacidad máxima de 10 ml/min, los que se encargan de inyectar el gas a la cámara de vacío. Para el análisis de la película depositada se utiliza un elipsómetro de analizador rotatorio multicanal (apéndice A), con el que se obtienen algunas propiedades físicas de la misma, mismo que puede ser utilizado durante el crecimiento del material o *ex-situ*. La adquisición de datos y el control se realiza con una computadora personal a través de una tarjeta de adquisición de datos de diseño propio que tiene 4 salidas y 8 entradas analógicas, con los que se maneja a los 4 controladores de flujo de gas, y se monitorea a los sensores de presión así como a las variables de la fuente de corriente directa. Asimismo la computadora personal es capaz de adquirir los datos que produce el sistema del elipsómetro (figura 22).

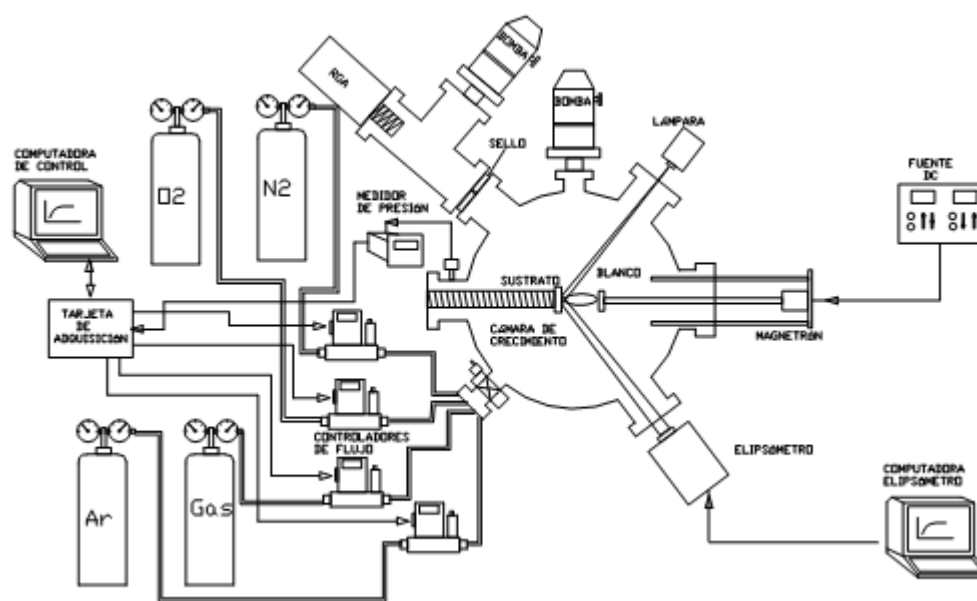


Figura 22. Sistema de depósito por erosión iónica reactiva del CNYN

Para controlar el proceso de depósito de manera eficiente es necesario tener un conocimiento detallado del sistema, por lo que se hace necesario obtener un modelo

del mismo. Un modelo práctico para procesos de erosión iónica reactiva es el modelo desarrollado por Berg et al. (1987) que se presentó en el capítulo anterior, en el que se utilizan variables de uso común del sistema.

III.1. Modelo de depósito de óxido de zirconio.

Se presenta la aplicación del modelo de erosión reactiva de Berg en nuestro sistema, a partir de datos experimentales con depósitos de óxido de zirconio. De la misma manera se incorpora un modelo de segundo orden para la válvula electroneumática que se utiliza para introducir el gas reactivo. Asimismo se analizan las variables que influyen en el proceso de depósito: presión, voltaje de descarga, flujos de gases, etc.

El óxido de zirconio es un material refractario utilizado como barrera térmica en dispositivos electrónicos gracias a su muy baja conductividad y alta capacidad dieléctrica. Es un material prometedor que puede ser empleado en dispositivos nanoelectrónicos y nano-ópticos, a condición de lograr un control muy fino de los espesores y propiedades de la capa depositada.

Para aplicar el modelo de Berg es necesario tener un amplio conocimiento de las variables que describen al sistema. En nuestro caso se conocen el volumen de la cámara, las áreas de las superficies del blanco y de la cámara, la velocidad de bombeo, los flujos de gas y la corriente de descarga. El modelo de Berg requiere de todas estas cantidades además de los coeficientes de adherencia del blanco α_t y sustrato α_c , y las razones de erosión del metal S_M y del compuesto S_G . Estas variables pueden ser obtenidas por ajuste, a partir de una corrida experimental barriendo el flujo de entrada de gas reactivo durante el crecimiento de la película, manteniendo el resto de las variables estáticas con la fuente de corriente directa en modo de corriente constante. Con esto se obtiene una

curva de histéresis típica de los depósitos por erosión iónica reactiva. El procedimiento detallado de los depósitos se presenta en el apéndice D.

El ajuste del modelo se hace fijando un par de variables, en nuestro caso suponemos que $S_M = 1$ y $\alpha_c = 1$. Utilizando mínimos cuadrados se obtiene que $S_G = 0.07$ y $\alpha_t = 0.3$. Los resultados de este ajuste se presentan en la figura 23a, en la que se puede apreciar el comportamiento de histéresis típico en la presión debido al envenenamiento del blanco, en el que la trayectoria de presión no es igual para el aumento de flujo de gas reactivo que para su disminución. A partir de este modelo es posible obtener las concentraciones o fracciones de compuesto de ZrO_2 sobre las superficies del blanco y sustrato figura 23b. Se puede apreciar que la fracción cubierta por ZrO_2 sobre el blanco varía de 0-0.3, mientras que la fracción de compuesto sobre el sustrato varía de 0-0.8, ambos antes de llegar al punto de inflexión en el que estas fracciones cambian abruptamente a uno o las superficies están 100% cubiertas por ZrO_2 . Esta región de operación es conocida como envenenada, en la que no es recomendable realizar depósitos, ya que la tasa de depósito es muy baja y no se pueden variar las propiedades de la película.

Para lograr el control de la composición de la película, algunos autores sugieren controlar la presión parcial del gas reactivo, dado que existe una relación directa entre la presión parcial y el cambio de composición. Sin embargo, en nuestros experimentos se observa que la presión parcial de oxígeno no varía mayormente con el cambio de concentración de ZrO_2 en la película depositada, por lo que se hace necesario buscar otra variable medible con la que se pueda monitorear este cambio. El voltaje del blanco o voltaje de descarga ha sido citado por varios autores (Depla y De Grise, 2004c y Combadere y Machet, 1996) como una variable sensible a los cambios en la composición de la película depositada. Se puede apreciar en la figura 23c que el voltaje de descarga sí es sensible al cambio de composición, ya que varía gradualmente con el cambio de concentraciones en las superficies del blanco y sustrato, por lo que este voltaje se

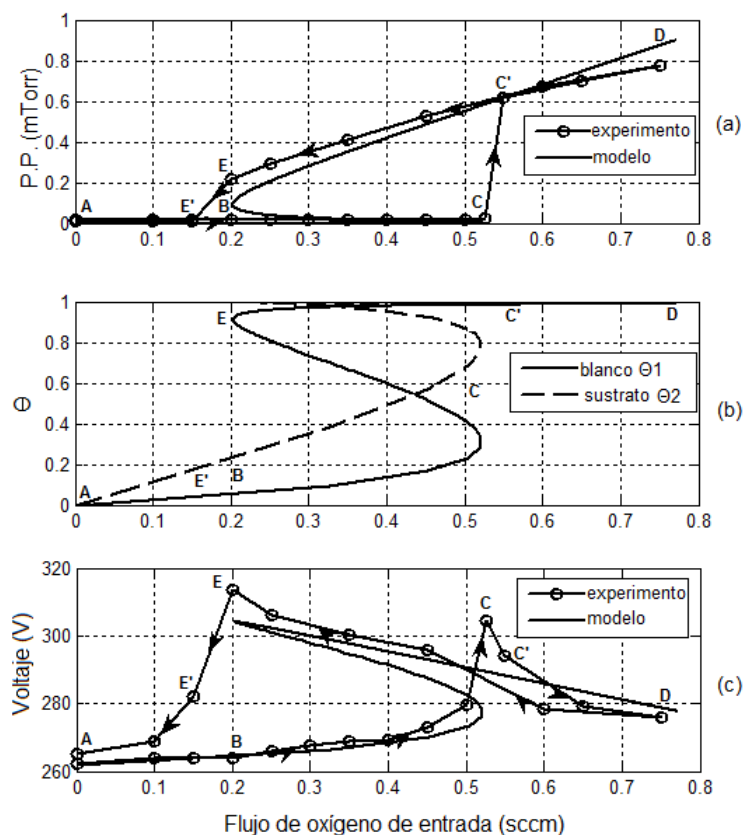


Figura 23. Comportamiento de la presión parcial, el voltaje de descarga y las fracciones de compuesto vs flujo de gas reactivo durante el depósito de películas de ZrOx por erosión iónica reactiva.

presenta como una señal útil para monitorear los cambios de composición, aunque de igual manera se presente el comportamiento de histéresis debido al envenenamiento del blanco. Por esta razón se desarrolló un modelo que relaciona estas cantidades, el cual se muestra a continuación.

III.2. Modelo de voltaje de descarga.

Se presenta el modelo de voltaje de descarga propuesto para describir la condición o

envenenamiento del blanco en el proceso de depósito de las películas de óxido de zirconio, la cual es una de las variables importantes para el modelo de depósito.

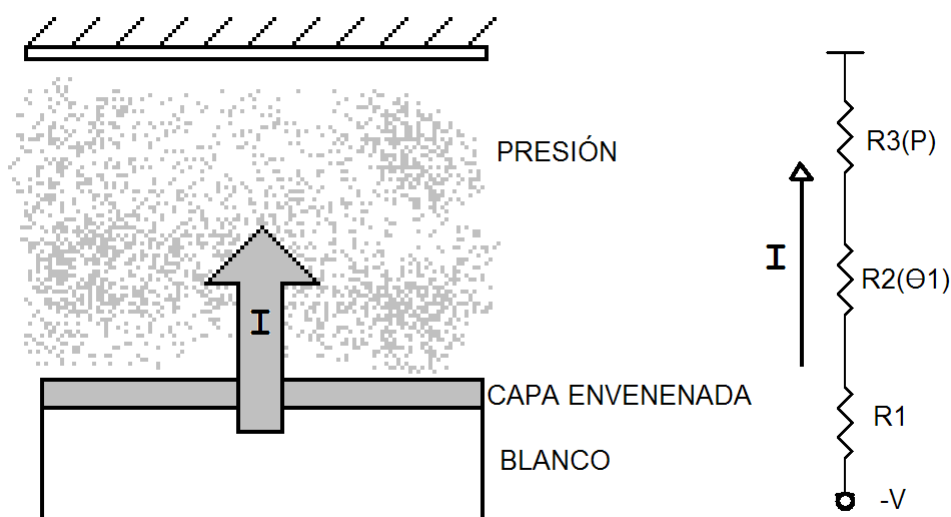


Figura 24. Analogía entre el sistema de depósito y un circuito eléctrico

Además de ser muy sensible a los cambios de las condiciones dentro de una cámara de depósito, tales como la presión, el envenenamiento del blanco, espesor del blanco, área de la superficie de la cámara, etc, el voltaje de descarga es una variable muy sencilla de medir durante los procesos de erosión iónica reactiva. Al tener como objetivo el depósito estequiométrico controlado de películas delgadas, es importante relacionar los cambios del voltaje de descarga con la composición de la película depositada por lo que se desarrolló un modelo que considera las variables que afectan más al voltaje de descarga en un sistema convencional (Garcia-Gradilla et al. 2009). Hay diversas explicaciones válidas del comportamiento del voltaje de descarga: implantación de iones (Depla y De Gryse, 2004b y Depla y De Gryse, 2004c), electrones secundarios (Berg y Nyberg, 2005 y Depla et al. 2006), etc. que involucran la fracción del envenenamiento del blanco denotado por θ_1 en la ecuación original de Berg. El modelo propuesto, parte de la observación de las gráficas de voltaje, del envenenamiento del blanco o fracción

de compuesto en la superficie del blanco θ_1 y de la presión. Relaciona el parecido del envenenamiento del blanco con el voltaje en la región A-C o región no envenenada (figura 23), también relaciona la similitud del aumento de la curva de presión con la disminución de voltaje en la región D-E o región envenenada. Dicho esquema tiene una explicación muy sencilla que además no necesita modificación del modelo original, el cual implica una analogía con un circuito eléctrico (figura 24). Se proponen tres resistencias en serie: una debida al espesor del material metálico del blanco R_1 , la segunda al compuesto que se forma en la superficie del blanco debido al envenenamiento $R_2(\theta_1)$ y la tercera debido a la presión del gas $R_3(P)$. Entonces el voltaje de descarga es el producto de la corriente de descarga con la suma de estas tres resistencias.

$$V_D = [R_1 + R_2(\theta_1) + R_3(P)]I \quad (45)$$

Dado que en nuestro sistema se tiene corriente constante, un cambio de estas resistencias o variables del sistema, se refleja en un cambio en el voltaje de descarga. Como el espesor del blanco no cambia significativamente, R_1 puede ser considerada constante. Depla et al. (2006) explican cómo la variación del espesor del blanco modifica esta resistencia. En la región no envenenada, la presión no cambia tampoco, por lo tanto R_3 es casi constante también. Así la única resistencia variable en esta zona es $R_2(\theta_1)$, que es función del envenenamiento del blanco. Como la corriente es constante, la variación del voltaje de descarga en esa región se puede relacionar primordialmente a $R_2(\theta_1)$ y consecuentemente al envenenamiento del blanco o fracción de compuesto en la superficie del blanco θ_1 . En la región envenenada, el valor de θ_1 es constante y cercano a la unidad, por lo que $R_2(\theta_1)$ se puede considerar constante, entonces en esta región la presión es

la variable dominante del sistema: los cambios en el voltaje de descarga se deben a los cambios de presión y tienen una relación inversa (Depla et al. 2006).

En la figura 23c se observa la respuesta del modelo propuesto descrito por la ecuación (45), utilizando funciones de primer grado para R_2 y R_3 : $R_2 = \beta_1 \cdot \theta_1$ y $R_3 = k_1 - \beta_2 P$, y la fracción envenenada θ_1 obtenida del ajuste del modelo de Berg, donde β_1 , k_1 , y β_2 son constantes positivas, β_1 y β_2 representan la pendiente de voltaje en las regiones no-envenenada y envenenada respectivamente, mientras que k_1 representa la intersección con el eje y . Se puede resaltar (figura 23c) como se aproxima la respuesta del modelo propuesto a la curva de voltaje experimental, sobre todo en la región no envenenada A-C, de igual manera, la región envenenada D-E se ajusta aceptablemente. La importancia de este modelo radica en que una vez medidos el voltaje de descarga y la presión total, se puede obtener la fracción de envenenamiento del blanco θ_1 al despejar la ecuación (45). Asimismo, también es posible deducir la concentración de ZrO_2 en la película depositada θ_2 , aplicando nuestro modelo a las ecuaciones de Berg. Con esto se tendría al modelo de Berg como una función del voltaje de descarga en lugar de su versión original en la que se utiliza la presión parcial del gas reactivo. Un manejo adecuado de estas dos variables permitiría evitar que el blanco caiga en un estado no deseado así como controlar las propiedades de la película en el sistema de depósito. Además, como se han reportado comportamientos similares de voltaje y presión en experimentos de TiN (Combadiere y Machet, 1996), este modelo podría ser extendido a otros materiales. Otra ventaja de utilizar el voltaje del descarga radica en que, la mayoría de las fuentes para “sputtering” en corriente directa poseen salidas analógicas de voltaje, corriente y potencia para su monitoreo. Por lo que no se requiere de un instrumento adicional para el control, como es el caso de otros controles de depósito que monitorean la presión parcial con un cuadripolo o el plasma con un espectrógrafo. Aunque estos últimos instrumentos son superiores cuando se trata con más de un gas

reactivo, ya que pueden identificar la contribución de cada uno de ellos. Por otra parte, se ha observado en nuestros experimentos que el voltaje de descarga es más sensible a los cambios de la estequiometría de la película durante el depósito que la presión parcial y el flujo de gas reactivo, por lo que el modelo de voltaje de descarga resulta una herramienta prometedora para el control de las propiedades de las películas en depósitos por erosión iónica reactiva.

III.3. Modelo dinámico

Aunque el modelo propuesto por Berg es dinámico (ecs. 10 y 11), sólo está resuelto en su parte estática, por lo que para resolver la sección dinámica es necesario tener un mayor número de ecuaciones, o poner a las reacciones G_i en función de las otras variables definidas. Depla et al. (2004a y 2004b) en su modelo de implantación de iones expresa al número de reacciones por unidad de superficie en el blanco G_1 , en función de la fracción de superficie cubierta por compuesto θ_1 y la densidad de la superficie n_{pp1} . Con este cambio de variable aplicado al modelo de Berg es ahora posible resolver al sistema, sólo queda calcular la variable n_{pp1} la cual se puede obtener de manera experimental mediante un ajuste ante una respuesta del sistema a una estrada escalón unitario, esto es un escalón de flujo de gas reactivo. El sistema queda como:

$$n_{pp1} \frac{d\theta_1}{dt} = 2\alpha_t F(1 - \theta_1) - \frac{J}{e} S_G \theta_1 \quad (46)$$

$$n_{pp2} \frac{d\theta_2}{dt} = 2\alpha_c F(1 - \theta_2) + \frac{J}{e} S_G \theta_1 \frac{A_t}{A_c} (1 - \theta_2) - \frac{J}{e} S_M (1 - \theta_1) \frac{A_t}{A_c} \theta_2 \quad (47)$$

Otro cambio importante que se realizó, fue expresar al flujo de moléculas del gas reactivo dentro de la cámara F, en función del flujo de entrada a la cámara del mismo, en lugar de expresarlo en función de la presión parcial del gas, quedando:

$$F = \frac{q_o}{\alpha_t(1 - \theta_1)A_t + \alpha_c(1 - \theta_2)A_c + S\frac{k_1}{k_2}} \quad (48)$$

Así se logra expresar al sistema en función de una variable de acceso más sencillo.

De esta manera queda completo el modelo de la sección de la cámara de depósito, quedando pendiente considerar el modelo de la válvula electromecánica con la que se introduce el gas.

La mayoría de los sistemas se pueden modelar o reducir a un sistema de segundo orden, por lo que se decidió tomar esta opción para modelar a la válvula electromecánica. El procedimiento fue ajustar la frecuencia natural w_n y el amortiguamiento ζ del sistema de segundo orden para que coincidiera con la respuesta al escalón de la válvula, resultando en el siguiente subsistema:

$$H(s) = \frac{q_o(s)}{q_i(s)} = \frac{w_n^2 k}{s^2 + 2\zeta w_n s + w_n^2} \quad (49)$$

y expresado en el dominio del tiempo:

$$q_i w_n^2 k = \ddot{q}_o + 2\zeta w_n \dot{q}_o + q_o w_n^2 \quad (50)$$

Una vez que se tienen los modelos de ambas secciones del sistema completo de depósito es posible conformar un modelo completo para expresar el equipo de depósito.

Para esto se utilizan variables de estado, haciendo un cambio de variables $q_o = x_1$ y $q_i = u$ y derivando respecto al tiempo tenemos,

$$\dot{x}_1 = \dot{q}_o = x_2 \quad (51)$$

$$\dot{x}_2 = \ddot{q}_o = -2\zeta w_n x_2 - w_n^2 x_1 + k w_n^2 u \quad (52)$$

Ahora, igualando $\theta_1 = x_3$ y $\theta_2 = x_4$ al sustituirlos en las ecuaciones (46) y (47):

$$\dot{x}_3 = 2\alpha_t F(1 - x_3) - \frac{J}{e} S_G x_3 \quad (53)$$

$$\dot{x}_4 = 2\alpha_c F(1 - x_4) + \frac{J}{e} S_G x_3 \frac{A_t}{A_c} (1 - x_4) - \frac{J}{e} S_M (1 - x_3) \frac{A_t}{A_c} x_4 \quad (54)$$

Incorporando todo en una sola ecuación quedará:

$$\begin{aligned}
& \begin{pmatrix} \dot{x}_1 \\ \dot{x}_2 \\ \dot{x}_3 \\ \dot{x}_4 \end{pmatrix} = \\
& \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 & 0 \\ -w_n^2 & -2\zeta w_n & 0 & 0 \\ 2\alpha_t Fp(1-x_3) & 0 & -\frac{J}{e} S_G & 0 \\ 2\alpha_c Fp(1-x_4) & 0 & \frac{J}{e} S_G \frac{A_t}{A_c} (1-x_4) & -\frac{J}{e} S_M \frac{A_t}{A_c} (1-x_3) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \end{pmatrix} \\
& + \begin{pmatrix} 0 \\ kw_n^2 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} u
\end{aligned} \tag{55}$$

o de manera compacta:

$$\dot{x} = A_{NL}x + Bu \tag{56}$$

III.4. Linealización.

Se presenta la linealización del sistema y su expresión en variables de estado.

Una manera de reducir la complejidad de un sistema es linealizar, esto es, trabajar con un sistema lineal que se comporte de manera semejante alrededor de una región

de operación del sistema original no lineal. En nuestro sistema se desea trabajar en la región no-envenenada, en la que la fracción de compuesto depositada θ_2 varíe entre 0.1 y 0.8. De la figura 25 podemos observar que hay una moderada región lineal entre 0 y 0.8 por lo que se tomó el punto intermedio $\theta_{20} = 0.4$ al que le corresponde un flujo de entrada $q_{o0} = 0.34$ y una fracción del blanco $\theta_{10} = 0.15$.

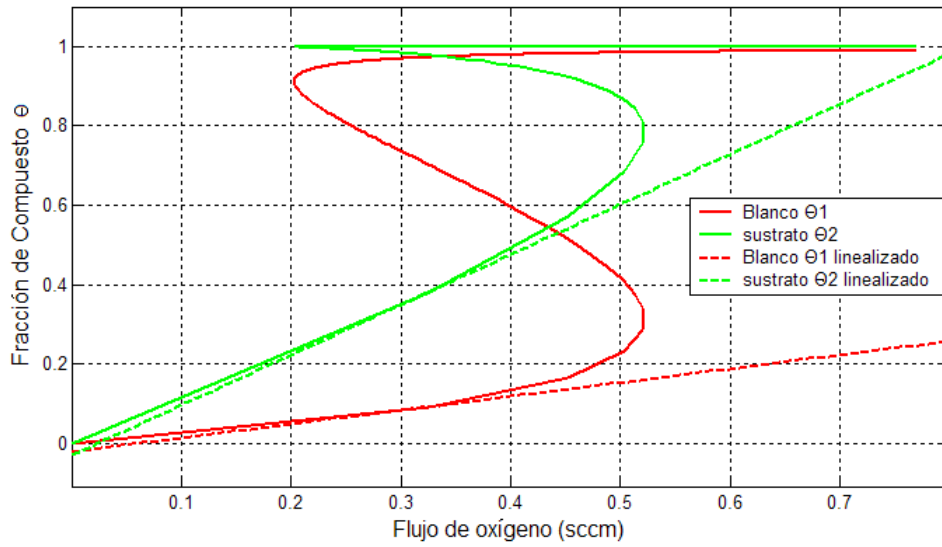


Figura 25. Linealización del sistema de depósito.

La mayoría de los análisis de estabilidad se realizan suponiendo como punto de equilibrio el origen, por lo que se hará un cambio de variable para este fin. Al hacer el cambio de coordenadas tenemos que $\theta = \hat{\theta} + \theta_0$ y $q_o = \hat{q}_o + q_{o0}$ y al sustituir en (46) y (47) tenemos:

$$n_{pp1}\dot{\hat{\theta}}_1 = 2\alpha_t F(1 - \hat{\theta}_1 - \theta_{10}) - \frac{J}{e} S_G(\theta_1 + \theta_{10}) \quad (57)$$

$$n_{pp2}\dot{\hat{\theta}}_2 = 2\alpha_c F(1-\hat{\theta}_2-\theta_{20}) + \frac{J}{e} S_G(\hat{\theta}_1+\theta_{10}) \frac{A_t}{A_c} (1-\hat{\theta}_2-\theta_{20}) - \frac{J}{e} S_M(1-\hat{\theta}_1-\theta_{10}) \frac{A_t}{A_c} (\hat{\theta}_2+\theta_{20}) \quad (58)$$

$$F = \frac{\hat{q}_o + q_{o0}}{\alpha_t(1-\hat{\theta}_1-\theta_{10})A_t + \alpha_c(1-\hat{\theta}_2-\theta_{20})A_c + S \frac{k_1}{k_2}} \quad (59)$$

La linealización del nuevo subsistema en el origen está dada por:

$$\dot{\tilde{\theta}}_1 = \left. \frac{\partial f_1}{\partial \hat{\theta}_1} \right|_0 \tilde{\theta}_1 + \left. \frac{\partial f_1}{\partial \hat{\theta}_2} \right|_0 \tilde{\theta}_2 + \left. \frac{\partial f_1}{\partial \hat{q}_o} \right|_0 \tilde{q}_o \quad (60)$$

$$\dot{\tilde{\theta}}_2 = \left. \frac{\partial f_2}{\partial \hat{\theta}_1} \right|_0 \tilde{\theta}_1 + \left. \frac{\partial f_2}{\partial \hat{\theta}_2} \right|_0 \tilde{\theta}_2 + \left. \frac{\partial f_2}{\partial \hat{q}_o} \right|_0 \tilde{q}_o \quad (61)$$

donde

$$\left. \frac{\partial f_1}{\partial \hat{\theta}_1} \right|_0 = \frac{1}{n_{pp1}} \left[2\alpha_t \left[-F|_0 + \left. \frac{\partial F}{\partial \hat{\theta}_1} \right|_0 (1-\theta_{10}) \right] - \frac{J}{e} S_N \right] \quad (62)$$

$$\left. \frac{\partial f_1}{\partial \hat{\theta}_2} \right|_0 = \frac{1}{n_{pp1}} \left[2\alpha_t \left. \frac{\partial F}{\partial \hat{\theta}_2} \right|_0 (1-\theta_{20}) \right] \quad (63)$$

$$F|_0 = \frac{q_{o0}}{\alpha_t(1 - \theta_{10})A_t + \alpha_c(1 - \theta_{20})A_c + S\frac{k_1}{k_2}} \quad (64)$$

$$\left. \frac{\partial F}{\partial \hat{\theta}_1} \right|_0 = \frac{q_{o0}\alpha_t A_t}{\left[\alpha_t(1 - \theta_{10})A_t + \alpha_c(1 - \theta_{20})A_c + S\frac{k_1}{k_2} \right]^2} \quad (65)$$

$$\left. \frac{\partial F}{\partial \hat{\theta}_2} \right|_0 = \frac{q_{o0}\alpha_c A_c}{\left[\alpha_t(1 - \theta_{10})A_t + \alpha_c(1 - \theta_{20})A_c + S\frac{k_1}{k_2} \right]^2} \quad (66)$$

$$\left. \frac{\partial f_2}{\partial \hat{\theta}_1} \right|_0 = \frac{1}{n_{pp2}} \left[2\alpha_c \left. \frac{\partial F}{\partial \hat{\theta}_1} \right|_0 (1 - \theta_{20}) - \frac{J}{e} S_G \frac{A_t}{A_c} (1 - \theta_{20}) + \frac{J}{e} S_M \frac{A_t}{A_c} \theta_{20} \right] \quad (67)$$

$$\left. \frac{\partial f_2}{\partial \hat{\theta}_2} \right|_0 = \frac{1}{n_{pp2}} \left[2\alpha_c \left(\left. \frac{\partial F}{\partial \hat{\theta}_2} \right|_0 (1 - \theta_{20}) - F|_0 \right) - \frac{J}{e} S_G \frac{A_t}{A_c} \theta_{10} + \frac{J}{e} S_M \frac{A_t}{A_c} (1 - \theta_{20}) \right] \quad (68)$$

$$\left. \frac{\partial f_1}{\partial \hat{q}_o} \right|_0 = \frac{1}{n_{pp1}} \left[\frac{2\alpha_t(1 - \theta_{10})}{\alpha_t(1 - \theta_{10})A_t + \alpha_c(1 - \theta_{20})A_c + S\frac{k_1}{k_2}} \right] \quad (69)$$

$$\left. \frac{\partial f_2}{\partial \hat{q}_o} \right|_0 = \frac{1}{n_{pp2}} \left[\frac{2\alpha_c(1 - \theta_{20})}{\alpha_t(1 - \theta_{10})A_t + \alpha_c(1 - \theta_{20})A_c + S\frac{k_1}{k_2}} \right] \quad (70)$$

Sustituyendo los valores de las constantes y aplicándolos en las ecuaciones linealizadas (60) y (61) se obtiene:

$$\dot{\tilde{\theta}}_1 = -0.0685\tilde{\theta}_1 + 0.0037\tilde{\theta}_2 + 0.0171\tilde{q}_o \quad (71)$$

$$\dot{\tilde{\theta}}_2 = 0.0088\tilde{\theta}_1 - 0.0412\tilde{\theta}_2 + 0.0484\tilde{q}_o \quad (72)$$

Al igualar $\tilde{\theta}_1 = x_3$, $\tilde{\theta}_2 = x_4$ y $\tilde{q}_o = x_1$ y sustituirlos en las ecuaciones (71) y (72) e incorporando el sistema lineal de la válvula dado por las ecuaciones (51) y (52) quedará el sistema completo como:

$$\begin{pmatrix} \dot{x}_1 \\ \dot{x}_2 \\ \dot{x}_3 \\ \dot{x}_4 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 & 0 \\ -4 & -3.2 & 0 & 0 \\ 0.0171 & 0 & -0.685 & 0.0037 \\ 0.0484 & 0 & 0.0088 & -0.0412 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 \\ 4 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} u \quad (73)$$

Y dado que la salida medible y es la fracción de compuesto formada sobre el blanco x_3 , tenemos que la ecuación de la salida y queda:

$$y = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} x \quad (74)$$

De esta manera se tiene el modelo linealizado completo para depósitos de ZrO_x por erosión iónica reactiva quedando pendiente el desarrollo de técnicas de control lineal para manipular al sistema.

III.5. Control del sistema de depósito por ubicación de polos.

Se realiza el desarrollo matemático del control por asignación de polos. De la misma manera se diseñan los observadores de estado para estimar las variables que no se pueden medir, además del diseño del filtro de Kalman.

En la formación de películas delgadas es de interés tener control sobre las propiedades de la película depositada. Hasta ahora no se tiene un medio para verificar las propiedades de la película durante su crecimiento, pero si se tiene acceso a otras variables que afectan la formación de la misma. Entre las más destacables a partir del modelo obtenido, se tienen el flujo de entrada de gas reactivo y la fracción de compuesto en la superficie del blanco. Para obtener las propiedades de la película formada y así diseñar un controlador para corregirlas, se hace necesario utilizar la técnica de observación de estados descrita en la sección 2.3.5 con la que se puede obtener una aproximación de éstas.

III.5.1. Observador de estados para la obtención de la fracción de compuesto depositada

La observación de estados es un recurso matemático utilizado para obtener variables de interés de un sistema que no se pueden medir directamente, a partir de las variables disponibles. Para esto es necesario tener una descripción muy detallada del proceso que se quiere estimar a través de un modelo. Ya que se tiene el modelo matemático del proceso, hay que saber si esta técnica es aplicable al sistema mediante la prueba de observabilidad.

Para simplificar los cálculos se reduce el grado del sistema de depósito, al dividirlo en dos subsistemas de grado dos: uno para la cámara y otro para la válvula. El subsistema de la cámara se expresa de manera matricial a partir de las ecuaciones (71) y (72) como:

$$\begin{bmatrix} \dot{\tilde{\theta}}_1 \\ \dot{\tilde{\theta}}_2 \end{bmatrix} = \underbrace{\begin{bmatrix} -0.0685 & 0.0037 \\ 0.0088 & -0.0412 \end{bmatrix}}_A \begin{bmatrix} \tilde{\theta}_1 \\ \tilde{\theta}_2 \end{bmatrix} + \underbrace{\begin{bmatrix} 0.0171 \\ 0.0484 \end{bmatrix}}_B \tilde{q}_o \quad (75)$$

y como la variable que podemos medir es la fracción de compuesto en el blanco θ_1 , la salida será:

$$y = \underbrace{\begin{bmatrix} 1 & 0 \end{bmatrix}}_C \begin{bmatrix} \tilde{\theta}_1 \\ \tilde{\theta}_2 \end{bmatrix}$$

Para esto se debe cumplir que la matriz de observabilidad de nuestro sistema sea

de rango completo, esto es, que sus columnas sean linealmente independientes. Esta matriz está dada por:

$$Obs = \begin{bmatrix} C \\ CA \\ CA^2 \\ \vdots \\ CA^{n-1} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ -0.0685 & 0.0037 \end{bmatrix} \quad (76)$$

Y el rango de esta matriz es 2, por lo que el subsistema es observable.

La ecuación del observador está dada por:

$$\dot{\hat{\theta}} = (A + LC)\hat{\theta} + Bq_o - Ly \quad (77)$$

Este subsistema seguirá al sistema original, si se hace que la dinámica de la matriz característica $A+LC$ tenga una dinámica más rápida que la matriz A que describe al sistema original. Para esto se utiliza la técnica de asignación de polos, es decir, que se selecciona una matriz L tal que la matriz $A+LC$ que representa la dinámica del observador, tenga las magnitudes de las partes reales de sus valores propios más grandes que los del sistema original representado por A . Esto hace que el error de seguimiento (observación) tienda rápidamente a cero, lográndose que el estado $\hat{\theta}$ alcance al estado $\tilde{\theta}$ en un tiempo determinado y una vez alcanzado se mantenga.

Para esto se obtienen los valores propios de la matriz A , los cuales son $\lambda_1 = -0.069667$ y $\lambda_2 = -0.04005$. Para asegurar que la dinámica del observador sea lo suficientemente rápida como para alcanzar los estados del sistema original, se pro-

ponen unos valores propios con dinámica 10 veces más rápida, esto es con polos en $\lambda_1 = -0.69667$ y $\lambda_2 = -0.4005$ por lo que los valores propios de $A+LC$ deben ser los antes mencionados. Al usar la fórmula de Ackermann (Ackermann, 1972 y Kautsky, Nichols y Dooren, 1985) se obtiene una matriz de retroalimentación del observador $L = [0.98747 \ 62.85]$.

Al simular ambos subsistemas se obtiene que bajo condiciones iniciales distintas, el observador es suficientemente rápido como para alcanzar los estados de la planta después de 5 segundos y enseguida ambos estados son prácticamente idénticos (fig. 26).

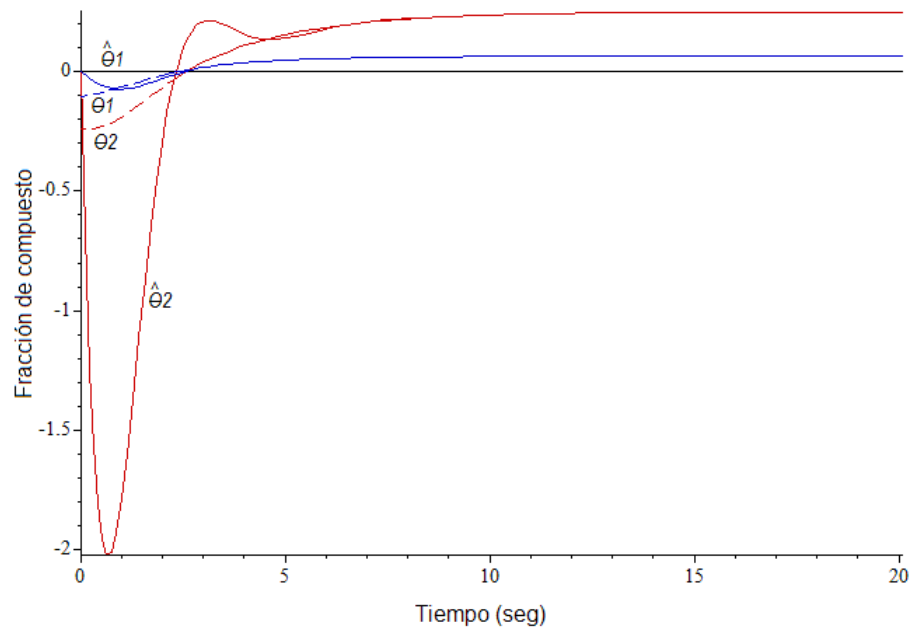


Figura 26. Respuesta simulada al escalón de la planta y del observador ante condiciones iniciales distintas.

Sin embargo, al implementar este observador en el sistema real, se constata un alto contenido de ruido en las variables observadas (figura 27). Este ruido podría perjudicar grandemente el control de nuestro sistema, por lo que es recomendable eliminarlo. Para esto es necesario determinar la fuente ruido.

Tras un análisis se encontró que una componente del ruido proviene de la señal de barrido del monitor de la computadora de control, y otra del muestreo del convertidor analógico-digital, mismos que no sobrepasan en amplitud, tres cuentas en promedio del convertidor, pero el observador amplifica este ruido en un orden del 20% de la escala completa en la variable estimada x_4 . Una forma directa para reducir el ruido en la variable estimada a un 2% E.C. consistiría en reducir el ruido de entrada unas 10 veces, lo que conlleva a un cambio del sistema de adquisición, en la utilización de filtros de entrada más selectivos y en incrementar el número de bits de los convertidores.

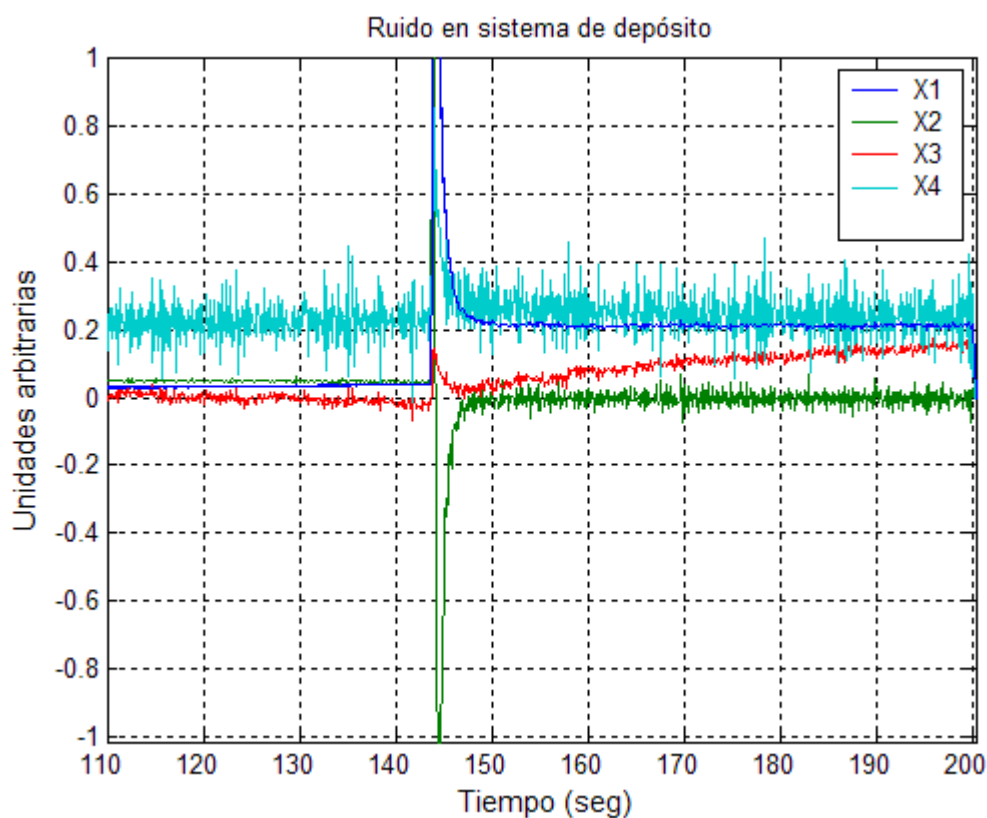


Figura 27. Ruido en la observación de las señales del sistema de control de depósitos por erosión iónica reactiva.

Otra manera más económica y eficiente de reducir el ruido es utilizar las técnicas de

filtraje digital Kalman. Éste es un observador de estados hecho para señales con ruido, el cual se menciona en el capítulo anterior.

III.5.1.1. Diseño del filtro de Kalman

Según el procedimiento descrito en la sección 2.3.5 (Dutton 1997), el primer paso para diseñar un filtro de Kalman, es la discretización del sistema original y para esto se utiliza la función `c2d` de MatlabTM con un período de muestreo de 0.1 s, obteniéndose:

$$\Phi = \begin{bmatrix} 0.99317 & 0.0003727 \\ 0.0008779 & 0.99589 \end{bmatrix}, \Delta = \begin{bmatrix} 0.001702 \\ 0.00483 \end{bmatrix}$$

y el nuevo sistema discreto está dado por la ecuación:

$$x_{k+1} = \Phi x_k + \Delta u_k \quad (78)$$

Dado que el ruido en el sistema es de 0.03 y se manifiesta en x_1 , la matriz de covarianza Q será

$$Q = \begin{bmatrix} 0.0009 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix}$$

De la misma manera, el ruido de entrada es 0.01 por lo que R será 0.0001.

Entonces la matriz de retroalimentación del observador K será, según la ecuación (43):

$$K_{k+1} = P_k^* C^T [C P_k^* C^T + R]^{-1} \quad (79)$$

Donde

$$P_k^* = \Phi P_k \Phi^T + \Gamma Q \Gamma^T \text{ y } P_{k+1} = [1 - K_{k+1} C] P_k^*$$

Quedando el observador como:

$$\hat{x}_{k+1/k+1} = [1 - K_{k+1} C][\Phi \hat{x}_{k/k} + \Delta u_k] + K_{k+1} z_{k+1} \quad (80)$$

Donde z_k es la salida medida.

Evaluando los valores de las matrices y corriendo la simulación se obtiene una matriz de retroalimentación del observador K que tiende a un valor estacionario. En estas condiciones es posible considerar esta matriz como una constante y así reducir los cálculos durante la observación de estados. Por lo que el observador se reduce a una sola ecuación recursiva:

$$\hat{x}_{k+1} = [1 - KC][\Phi \hat{x}_k + \Delta u_k] + K z_{k+1} \quad (81)$$

De esta manera se obtiene el observador de estados para el subsistema de depósito sin incluir la válvula. Para completar el sistema u obtener el resto de los estados referentes a la válvula, se realiza el mismo procedimiento utilizando las ecuaciones (51) y (52), que al discretizarla se obtiene el sistema de la ec. (78) con las siguientes matrices:

$$\Phi = \begin{bmatrix} 0.982031 & 0.08501 \\ -0.34 & 0.71 \end{bmatrix}, \Delta = \begin{bmatrix} 0.018 \\ 0.34 \end{bmatrix}$$

El ruido del sistema es 0.01 por lo que la matriz de covarianzas queda:

$$Q = \begin{bmatrix} 0 & 0 \\ 0 & 0.0001 \end{bmatrix}$$

El ruido de entrada es 0.06 por lo que $R=0.0036$

Aplicando las ecuaciones (78-81) y corriendo la simulación se obtiene una K estacionaria

$$K = [0.00288 \quad 0.003038]$$

Al incorporar este par de observadores al sistema completo y corriendo simulaciones añadiendo ruido se obtiene una respuesta en la que el ruido de los estados observados se reduce drásticamente y es casi imperceptible (fig 28).

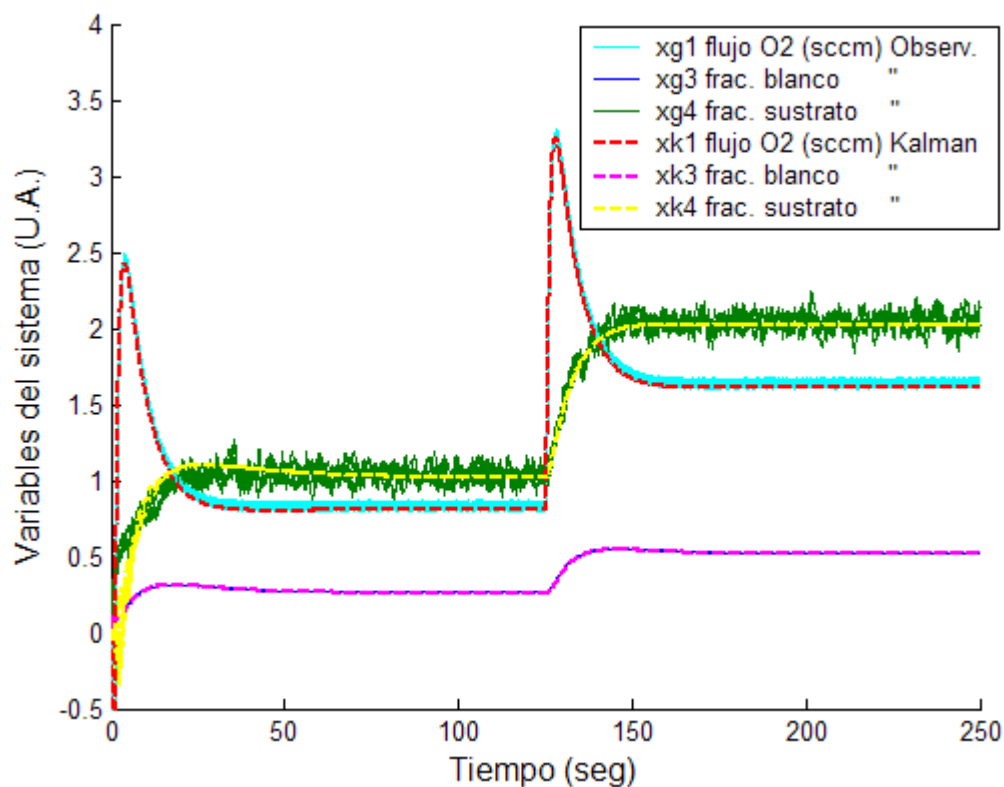


Figura 28. Respuesta simulada del observador de estado Luenberger xg y del filtro de Kalman xk a señales con ruido del sistema de depósito.

La implementación de observadores permite obtener todas las variables del modelo que representa nuestro sistema. De esta manera es posible aplicar mayor número de técnicas de control, tal como la de asignación de polos por retroalimentación de estados.

III.5.2. Control por ubicación de polos.

Diversas aplicaciones requieren que el depósito de películas delgadas sigan un perfil o trayectoria en la composición del material mientras va creciendo. Entre ellas se encuentran los filtros ópticos y los recubrimientos duros. Para esto es deseable tener control sobre el perfil de la composición del material depositado, por lo que se utiliza un control de seguimiento por ubicación de polos. Este tipo de control es muy bueno ya que actúa sobre las respuestas naturales del sistema y las puede redirigir o reubicar para hacer comportar al sistema de manera arbitraria (sección 2.3.4).

El control de seguimiento incluye un integrador en la trayectoria directa del sistema original, para lograr que el error de seguimiento en estado estacionario sea cero. Una vez que se tiene el modelo del sistema obtenido en la sección anterior, dado por:

$$\dot{x} = Ax + Bu \tag{82}$$

$$y = Cx \tag{83}$$

Al incluir dicho integrador, se manifiesta como un aumento del grado del sistema, utilizando una nueva variable ξ , el sistema se puede reescribir como:

$$\begin{bmatrix} \dot{x} \\ \dot{\xi} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} A & 0 \\ -C & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x \\ \xi \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} B \\ 0 \end{bmatrix} u + \begin{bmatrix} 0 \\ 1 \end{bmatrix} r \tag{84}$$

Y la ecuación del error descrita en el capítulo 2.3.4 queda como:

$$\underbrace{\begin{bmatrix} \dot{x}_e \\ \dot{\xi}_e \end{bmatrix}}_{\dot{e}} = \underbrace{\begin{bmatrix} A & 0 \\ -C & 0 \end{bmatrix}}_{\hat{A}} \underbrace{\begin{bmatrix} x_e \\ \xi_e \end{bmatrix}}_e + \underbrace{\begin{bmatrix} B \\ 0 \end{bmatrix}}_{\hat{B}} u_e \quad (85)$$

$$\dot{e} = \hat{A}e + \hat{B}u_e \quad (86)$$

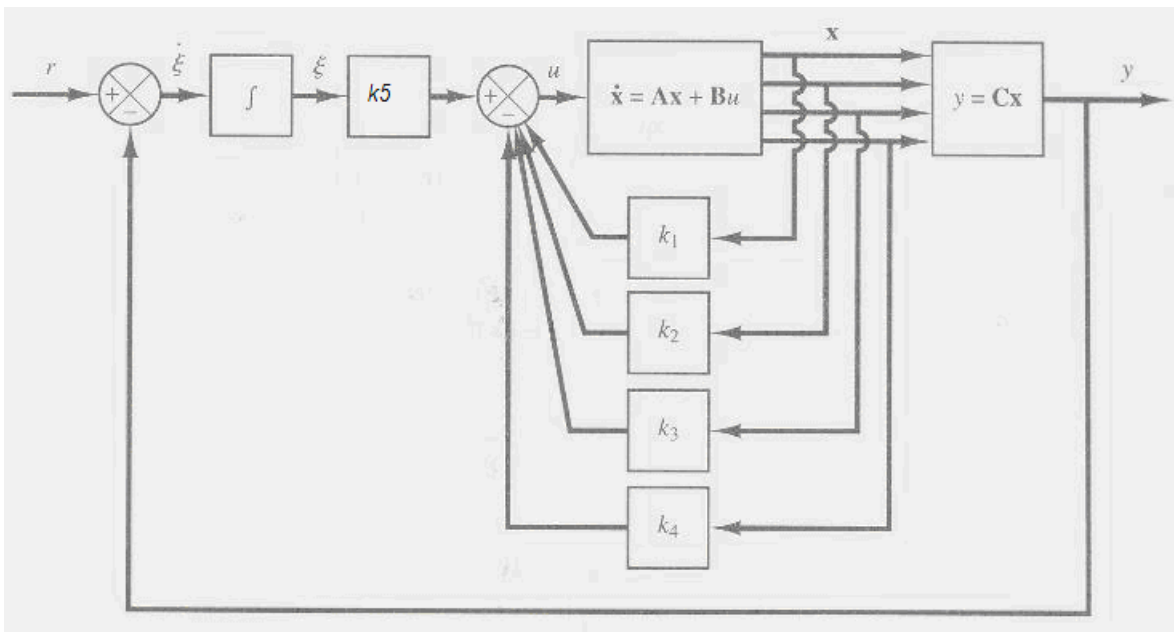


Figura 29. Diagrama de bloques del control de seguimiento con asignación de polos (Ogata, 1998).

Para que este nuevo sistema sea controlable, se debe cumplir que la matriz de controlabilidad sea de rango completo:

$$Ctrl = [\hat{B} \quad \hat{A}\hat{B} \quad \dots \quad \hat{A}^{n-1}\hat{B}] \quad (87)$$

$$Ctrl = \begin{bmatrix} 0 & 4 & -12.8 & 24.96 & -28.672 \\ 4 & -12.8 & 24.96 & -28.672 & -8.0896 \\ 0 & 0 & 0.0683 & -0.2224 & 0.4388 \\ 0 & 0 & 0.1936 & -0.6268 & 1.2318 \\ 0 & 0 & 0 & -0.1936 & 0.6268 \end{bmatrix}$$

La matriz $Ctrl$ es de rango 5, así que el sistema es controlable, por lo que se puede aplicar ubicación de polos. Los valores propios de la matriz característica del error \hat{A} son $\lambda_1 = 0$, $\lambda_{2,3} = -1.6 \pm 1.2i$, $\lambda_4 = -0.0401$ y $\lambda_5 = -0.0697$. Si se proponen entonces los polos o valores propios del nuevo sistema realimentado en $\lambda_p = [-1 \quad -3 + i \quad -3 - i \quad -0.08 \quad -0.14]$, la ecuación de error del sistema realimentado quedará como:

$$\dot{e} = (\hat{A} - \hat{B}\hat{K})e$$

Al aplicar la ecuación de Ackermann para obtener la matriz de retroalimentación \hat{K} , tal que se obtengan los valores propios propuestos, se obtiene:

$$\hat{K} = [3.1921 \quad 0.9776 \quad 53.4557 \quad 41.7924 \quad -8.079] .$$

Los valores propios de la matriz del sistema realimentado tienen todos parte real negativa, lo que significa que las componentes que forman la respuesta del error del sistema tienden asintóticamente a cero, condición suficiente para demostrar estabilidad

del mismo. Sin embargo, ya que el sistema original es no lineal esta estabilidad sólo se puede garantizar en la vecindad del punto en el que se hace la linealización.

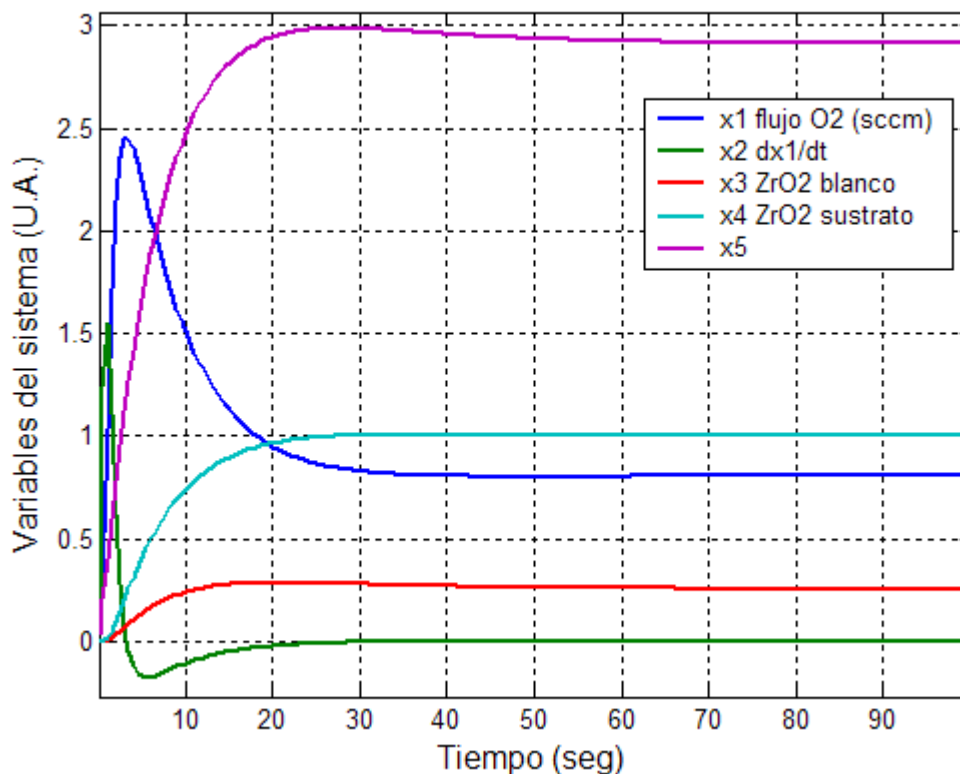


Figura 30. Respuesta del sistema de control de seguimiento ante una entrada escalón unitario.

En la figura 30 se observa el comportamiento de todas las variables del sistema en respuesta al escalón unitario. Nuestra variable de interés es x_4 o fracción de compuesto de la película depositada, la cual tarda 20 segundos en alcanzar la referencia para luego establecerse. Cabe mencionar que éste es el valor máximo que debe alcanzar la fracción de compuesto x_4 . Y si se analiza x_1 , el flujo de entrada de gas reactivo, se ve que no rebasa los 3 ml/min, valor muy inferior al flujo máximo permitido de 10 ml/min, por lo que no se sale de los límites de operación de los instrumentos.

Capítulo IV

Pruebas y experimentos.

Se presentan los resultados experimentales de depósitos de películas de capa simple y de perfil variable mediante el sistema de control desarrollado en la sección anterior, así como su análisis por elipsometría.

Los depósitos de películas delgadas se realizan siguiendo un procedimiento muy riguroso, debido a que cualquier variación en las condiciones del proceso (distancia sustrato-blanco, separación del blanco con la coraza del magnetrón, presión de los gases, etc.), afecta el resultado del mismo. Este procedimiento se presenta de manera detallada en el apéndice D. En la presente sección se muestran varios tipos de experimentos que se realizaron para caracterizar el sistema de depósito, así como algunos experimentos realizados una vez desarrollado el sistema de control para el crecimiento de películas de óxido de zirconio. Mientras no se indique lo contrario todos los depósitos son realizados a corriente de descarga constante de 170 mA y flujo constante de argón de 5 sccm.

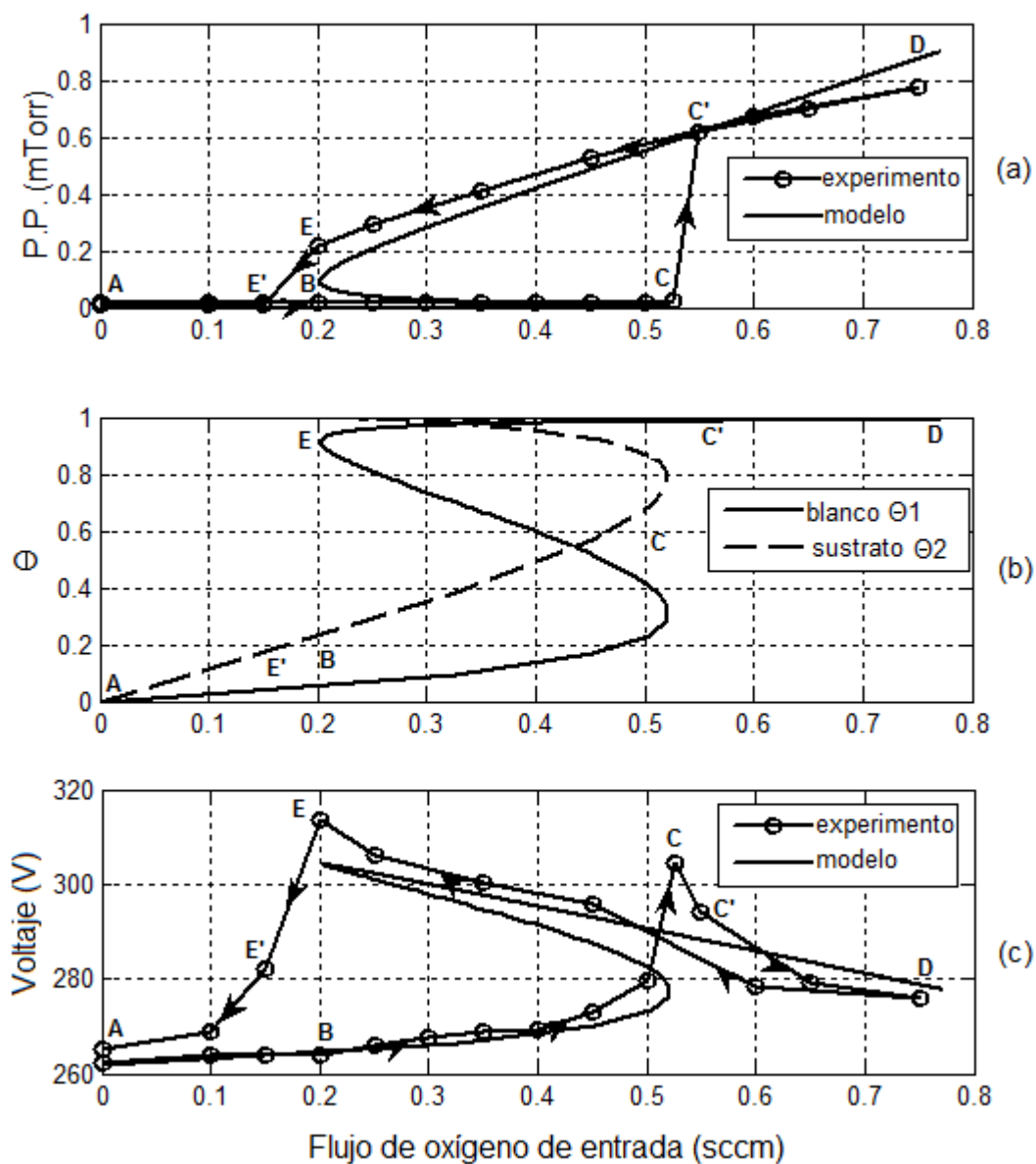


Figura 31. Comportamiento de la presión parcial, el voltaje de descarga y las fracciones de compuesto vs flujo de gas reactivo durante el depósito de películas de ZrO_x por erosión iónica reactiva.

IV.1. Depósito con barrido del flujo de gas reactivo.

El primer experimento es un depósito con un blanco de zirconio, en el que el flujo de gas reactivo (oxígeno) se modifica gradualmente, para determinar el comportamiento típico de histéresis en la presión de los depósitos por erosión iónica reactiva. En la figura 31 se muestra el resultado del experimento en el que se presenta el comportamiento de histéresis en la presión, ya que ésta presenta diferentes trayectorias para el aumento y disminución del flujo de gas reactivo. Partiendo de cero, (punto A) al ir aumentando el flujo de gas reactivo, la presión no aumenta significativamente en la primera sección, pero al ajustar el modelo de Berg, como se describe en la sección anterior, se obtiene que la concentración de óxido de zirconio aumenta en la superficie del blanco y en la película depositada; de igual manera ocurre con el voltaje de descarga, el que se incrementa en esta región. Al seguir aumentando el flujo de oxígeno pasando el punto C, se produce un incremento abrupto en la presión parcial de este gas, quedando el sistema atrapado en la parte superior de la curva de histéresis. En esta región la presión cambia con la variación del flujo de gas reactivo, pero la concentración de óxido de zirconio, tanto en las superficies de la cámara como en el blanco es del 100 % y no varía según el modelo; asimismo el voltaje de descarga cambia de pendiente. A esta región se le conoce como región de envenenamiento del blanco, debido a la capa de óxido formada su superficie, la que tiene la particularidad de ser más difícil de erosionar, disminuyendo la tasa de depósito por lo que casi nunca se realizan depósitos en estas condiciones. La región en la que se realizan los depósitos es conocida como no envenenada, en la cual se tiene un rango amplio de concentraciones de óxido de zirconio en la película depositada, además de obtener una elevada tasa de depósito.

La utilidad de este experimento es identificar las regiones en las que opera el de-

pósito, y ajustar el modelo de Berg a las mediciones de flujo y presión, para obtener un modelo con el que se pueda diseñar el sistema de control para los depósitos.

De esta manera es fácil identificar bajo qué condiciones se deben hacer los depósitos, sin necesidad de determinar esta región mediante la realización de depósitos bajo condiciones estáticas para después analizar sus propiedades y observar si son las apropiadas.

Para corroborar que se encontraron las regiones apropiadas es necesario realizar una serie de depósitos de capa sencilla con las condiciones que dicta la curva anterior en la región de interés.

IV.2. Depositos de capa simple.

Los depósitos de capa simple son experimentos en los cuales se mantienen todos los parámetros del depósito estáticos, incluyendo el flujo de gas reactivo. De esta manera es posible crear capas con composición homogénea, cuyas propiedades no varíen durante su crecimiento. Esto permite analizar sin dificultad propiedades tales como su composición e índice de refracción.

Se realizaron una serie de depósitos de capa sencilla a diferentes valores de flujo de gas reactivo, para relacionarlo con la composición de la película creada y de esta manera corroborar el comportamiento en las concentraciones de óxido de zirconio, predeterminado por el modelo de Berg. De la misma manera se analizaron otras propiedades, en especial el índice de refracción, para observar como varía en cada depósito con el cambio de las condiciones del mismo.

En la figura 32 se muestra la relación entre el flujo de gas reactivo y la concentración de óxido de zirconio en la película, tras el análisis por elipsometría en los depósitos de capa sencilla. Se puede observar que la concentración varía de 0 a 90 % a flujos de

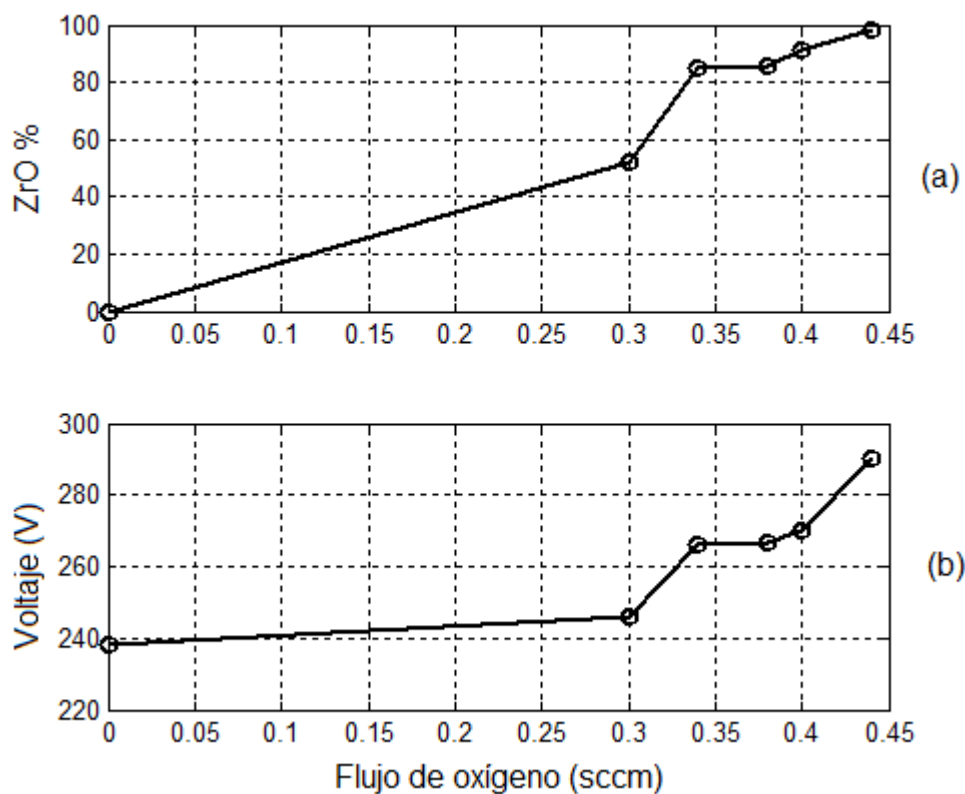


Figura 32. Variación de la concentración y el voltaje de descarga en depósitos de ZrOx por erosión iónica reactiva.

gas reactivo de 0 a 0.5 sccm, de manera muy cercana a como la predice el modelo de Berg en el experimento de barrido de gas reactivo de la sección anterior. De igual manera se puede observar la variación del voltaje de descarga al aumentar el flujo de gas reactivo, mismo que se puede relacionar con la variación de la concentración de óxido de zirconio en la película, y es causa del desarrollo del modelo de voltaje de descarga que se realiza en el capítulo anterior. Este modelo atribuye directamente la variación del voltaje, al cambio de composición en la superficie del blanco e indirectamente a la concentración de óxido de zirconio en la película depositada, tal como se acaba de observar. De esta manera se obtiene una señal medible que se relaciona indirectamente con la composición de la película depositada y directamente con la otra variable del

modelo que es la concentración de óxido de zirconio en la superficie del blanco durante el depósito. Esta señal es indispensable para el desarrollo del sistema de control.

Otras características que cambian y que se pueden medir directamente son las propiedades ópticas de la película depositada. En la figura 33 se muestra la variación del índice de refracción de las películas depositadas a diferentes flujos de oxígeno. La parte real del índice varía de 1.9 a 2.5 mientras que la parte imaginaria varía entre 0.05 y 1.7 a una longitud de onda de referencia de 550nm, aunque en la gráfica se puede apreciar un espectro más amplio, por lo que sería posible utilizar esta variable para intentar controlar las propiedades de la película durante el depósito. Sin embargo, como se indica más adelante en la sección 4.5, este procedimiento es complicado debido a la acumulación de errores de ajuste del elipsómetro para el cálculo de los índices por la aproximación de medio efectivo AME.

IV.3. Depósitos de nitruro de renio.

Se realizaron experimentos utilizando nitruro de renio para determinar si el modelo de voltaje de descarga desarrollado se puede aplicar a otros materiales. Por consiguiente se realiza el procedimiento de barrido de flujo de gas reactivo, en nuestro caso nitrógeno, durante el depósito de películas por erosión iónica reactiva con un blanco de renio, a una corriente constante de 170 mA y un flujo constante de argón de 5 sccm.

El flujo de gas reactivo se varía entre 0 y 10 sccm con la finalidad de obtener la curva de histéresis de la presión parcial de nitrógeno, encontrar la región de operación y ajustar el modelo de Berg. Se observa en la figura 34 que la presión varía de manera lineal al incrementar el flujo de nitrógeno. El voltaje de descarga (figura 35), disminuye cuando el flujo de nitrógeno varía en el rango de 0 a 1 sccm, después el voltaje aumenta con flujos

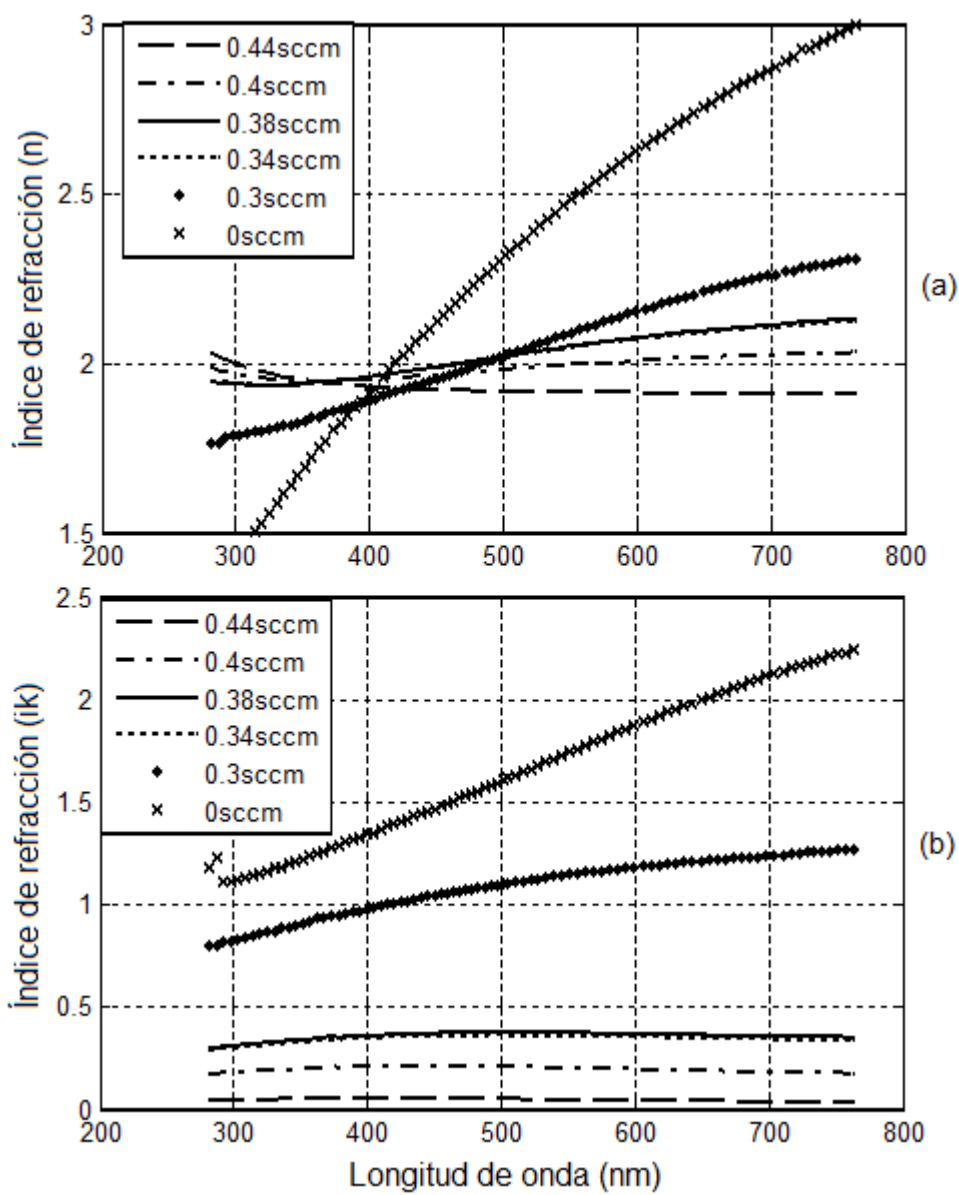


Figura 33. Propiedades ópticas de películas de ZrOx a diferentes flujos de oxígeno.

de 1 a 4 sccm, finalmente se vuelve a una pendiente negativa en el voltaje de descarga para flujos mayores a 5 sccm. La curva se forma de dos trayectorias: en la primera se incrementa el flujo de nitrógeno partiendo de cero hasta 10 y la segunda se disminuye el flujo de gas reactivo desde este punto hasta llegar a cero. Esta curva de voltaje como se puede observar presenta histéresis, ya que las trayectorias de subida y bajada son distintas. De la misma manera se observó que comparandola con el comportamiento de la curva del voltaje de descarga de los depósitos de óxido de zirconio es distinta, ya que aquella presenta un máximo en la primera parte de la curva, a diferencia de ésta que presenta un mínimo en la primera sección. De la misma forma, ésta presenta un segundo punto de inflexión o un máximo que no presenta el óxido de zirconio.

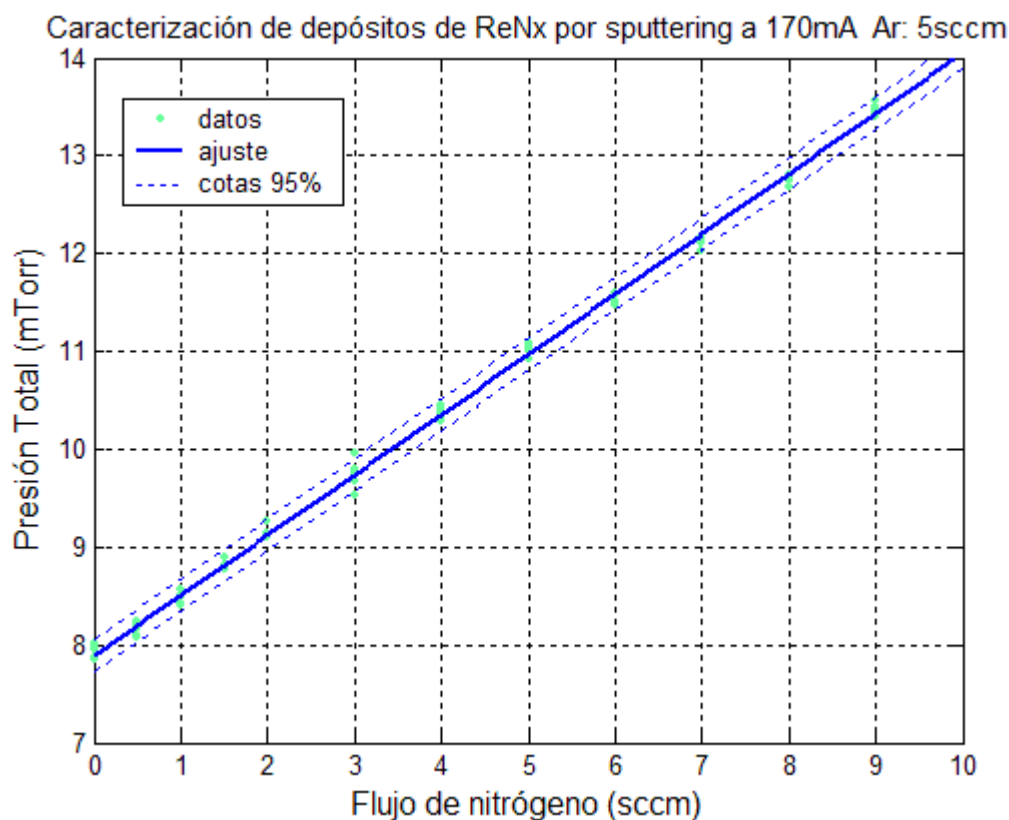


Figura 34. Comportamiento de la presión en depósitos de nitruro de renio por sputtering reactivo

La primera caída de voltaje en los depósitos de renio se puede explicar como un aumento en la presión, sumado a que la resistencia del renio disminuye al ser nitrurado o dicho otra manera, la emisión de electrones secundarios del renio aumenta al nitrurarse, lo que provoca una caída en el voltaje al conservar la corriente de descarga constante. El aumento subsecuente del voltaje de descarga con el incremento del flujo de gas reactivo, se podría explicar como un fenómeno de implantación de iones, lo cual no es considerado en el modelo actual de Berg, ya que éste opera para flujos pequeños de gas reactivo ignorando este tipo de contribuciones. La última sección de la curva en la que el voltaje de descarga vuelve a tener pendiente negativa, se atribuye principalmente al aumento de la presión.

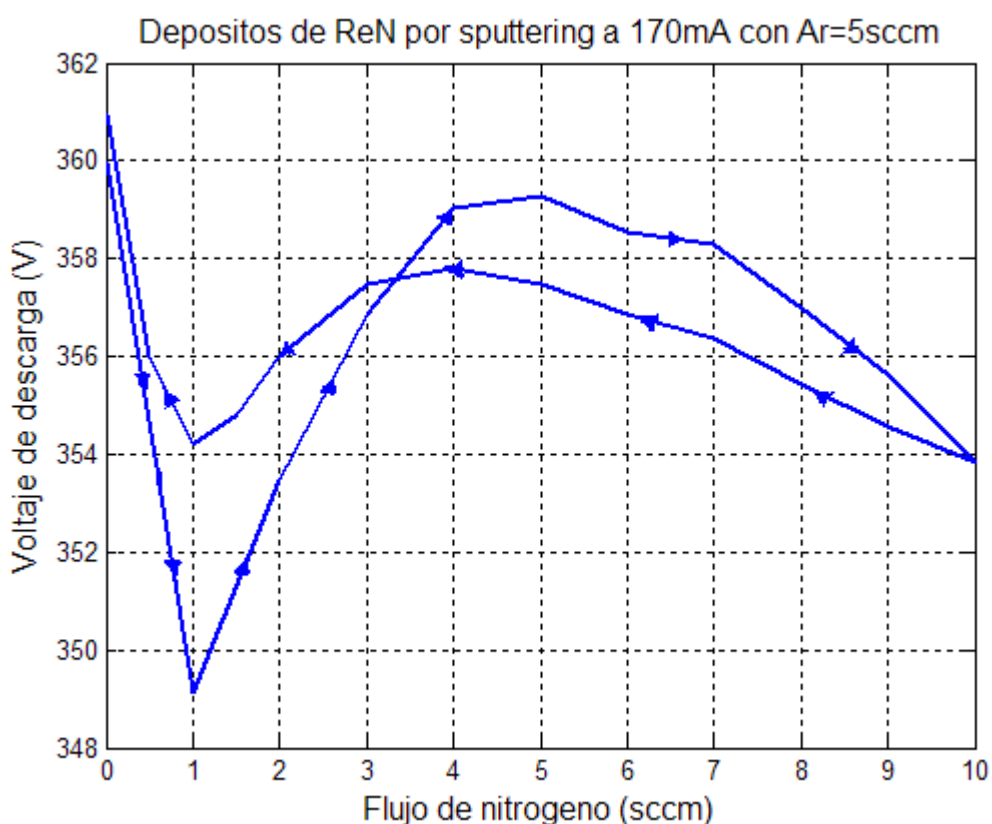


Figura 35. Comportamiento del voltaje de descarga en depósitos de nitruro de renio por sputtering reactivo

Como estos resultados no presentan histéresis en la presión, es difícil encontrar la región en la que se pueden realizar depósitos con gran variación de la concentración de nitrógeno en la película. Por otro lado el voltaje de descarga entrega una pequeña pista de esta región, por lo que se elige realizar depósitos en todo el intervalo de flujos de nitrógeno para los depósitos de capa sencilla.

IV.3.1. Depósitos de capa simple de nitruro de renio

Se realizaron depósitos de capa simple de nitruro de renio a diferentes valores de flujo de nitrógeno para relacionarlo con la composición o concentración de nitrógeno en la película depositada. Como esta película no se adhiere al sustrato, el análisis por elipsometría no fue posible. En su lugar se realizó análisis por espectroscopía Auger, en la que se puede cuantificar la concentración química de cada elemento en la película. La concentración de nitrógeno en el depósito varía de 0 a 25 % en el intervalo de flujos de nitrógeno de 0 a 5 sccm (figura 36), que es la región en la que se obtienen depósitos suficientemente gruesos para su análisis. Para flujos de nitrógeno más altos, la capa creada es tan delgada que es muy difícil analizarla, lo que implica una tasa de erosión muy baja y que el blanco de renio se encuentra envenenado.

Estos resultados indican que en la región de flujos de nitrógeno 0-5 sccm, la película no se logra nitrurar lo suficiente como para sintetizar ReN, por lo que es necesario cambiar los parámetros del sistema, de tal suerte que se logren mejores condiciones para aumentar el atrapado "gettering" del renio hacia el nitrógeno y obtener un nitruro de renio estequiométrico. El renio tiene un bajo coeficiente de atrapado cuando es expuesto al nitrógeno, por lo que es difícil la obtención de nitruro de renio.

Dada la elevada concentración de nitrógeno necesaria para obtener nitruro de renio, no se cumple la condición de bajos porcentajes de gas reactivo durante el depósito

Caracterización de depositos de ReN por sputtering a 170mA con Ar=5sccm

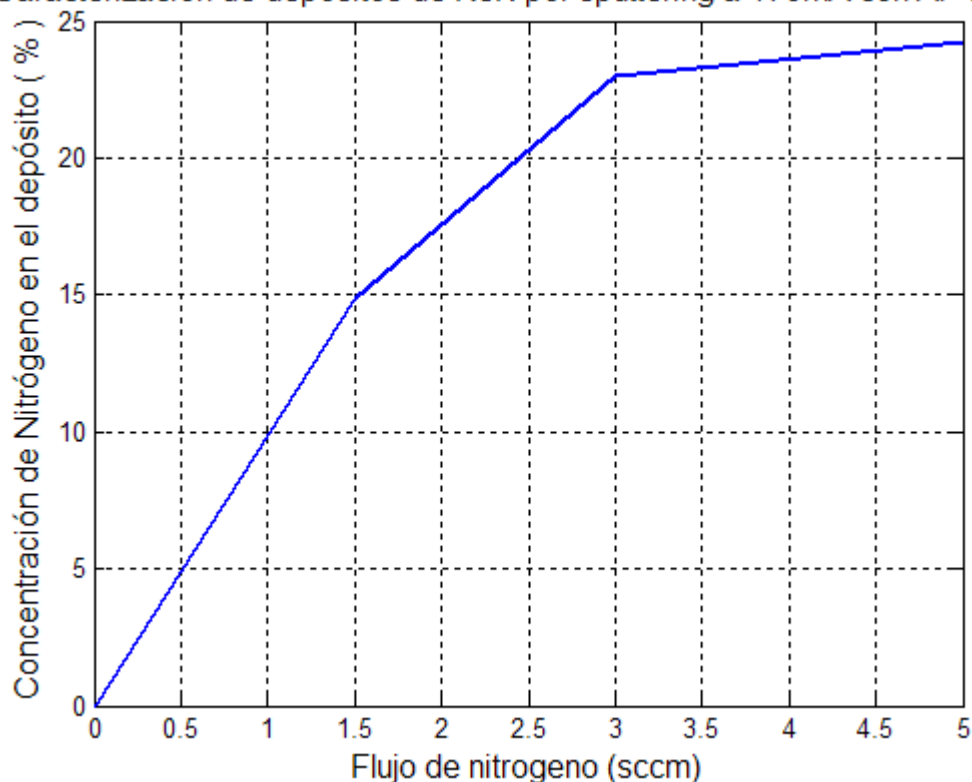


Figura 36. Variación de la concentración de nitrógeno en el depósito de películas de nitruro de renio por erosión iónica reactiva.

dictado por el modelo de Berg, por lo que no es posible aplicarlo. Este modelo resulta incompleto ya que sólo considera atrapado de las superficies, además, dado que se tienen grandes porcentajes de nitrógeno en la atmósfera del sistema de depósito, se presenta el fenómeno de implantación de iones reactivos los cuales no son considerados por el modelo. En conclusión, el modelo desarrollado para el óxido de zirconio no puede ser aplicado al caso del nitruro de renio, ya que en este tipo de depósito es más trascendente la presión del gas reactivo, misma que podría utilizarse para controlar el crecimiento de las películas.

IV.4. Nitruro de titanio

Aunque no se realizaron experimentos en nuestro trabajo con nitruro de titanio, Combadiere y Machet (1996) publicaron curvas del voltaje de descarga y la presión con este material durante su depósito por erosión iónica reactiva (fig 37). En estas gráficas se muestra que el nitruro de titanio tiene un comportamiento muy parecido al de nuestros experimentos de óxido de zirconio. En principio sí se tiene el comportamiento típico de histéresis en la presión y las curvas de voltaje de descarga siguen un patrón muy parecido al que se obtuvo para nuestro material. Se puede apreciar fácilmente la región no envenenada en la que la presión no aumenta significativamente con el incremento de flujo de gas, y el incremento del voltaje de descarga en la misma región indicando la formación de compuesto en su superficie. De igual manera es posible distinguir la región envenenada en la que se tiene un incremento abrupto en la presión de nitrógeno y ya dentro de esta región sí hay variación significativa en la presión en respuesta a un cambio en el flujo de gas reactivo. Por su parte, el voltaje de descarga cambia de pendiente en esta región tal como en los depósitos de óxido de zirconio. Es conocido que el titanio es usado como bomba gettering por lo que reacciona rápidamente para formar compuestos con el nitrógeno. Por lo anterior es muy probable que el modelo de voltaje de descarga desarrollado para los depósitos de óxido de zirconio, pueda ser extendido a este y otros materiales que presenten comportamientos similares.

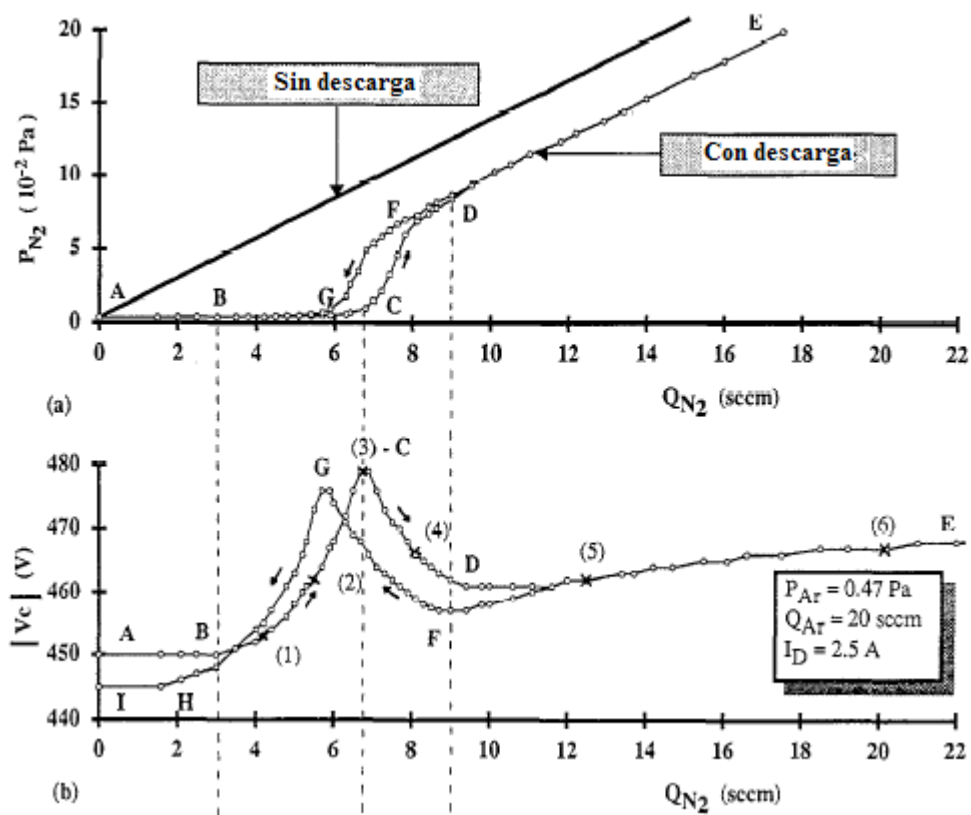


Figura 37. Curva de presión y voltaje en depósitos por erosión iónica reactiva de nitruro de titanio (Combadiere y Machet, 1996).

IV.5. Depósitos de películas de óxido de zirconio utilizando el control.

IV.5.1. Depósitos de capa sencilla.

Se realizaron depósitos de capa sencilla para probar el sistema de control desarrollado en la sección 3.6, con el que se controla la concentración de ZrO_2 en la película,

auxiliándose de la observación de estados para la estimación de la misma y filtrado Kalman para la eliminación de ruido.

En la figura 38 se muestran las curvas de las variables del sistema de depósito. La más importante o la que se desea controlar es x_4 que representa la concentración de ZrO_2 en la película depositada, misma que es estimada por el observador de estados a partir del voltaje de descarga. Para una consigna de concentración de óxido de zirconio de 0.7, se observa que después de 10 segundos el sistema se estabiliza en el valor deseado. Por lo que el sistema de control cumple su objetivo, que es mantener la concentración deseada de óxido de zirconio en la película, aunque esta concentración es una estimación del valor real. Para corroborar que la concentración estimada por el observador de estados, ésta se midió en tiempo real o in-situ con un elipsómetro utilizando la aproximación de medio efectivo.

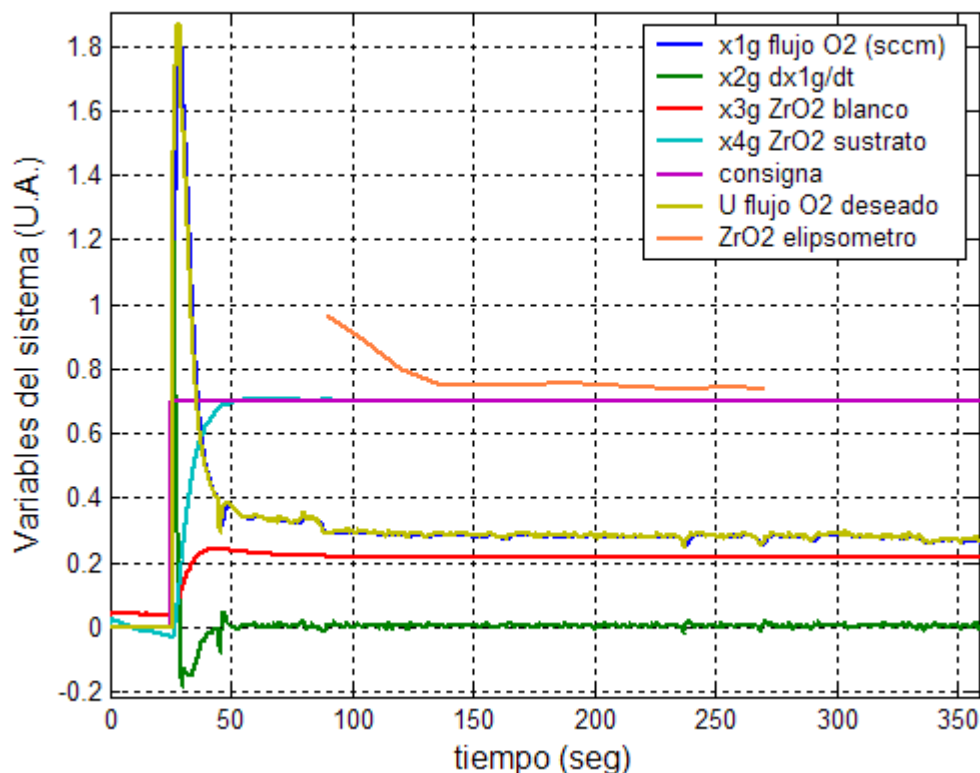


Figura 38. Respuesta del sistema de depósito por erosión iónica reactiva y la incorporación de la medición del elipsómetro para obtener la concentración de ZrO_2 en la película depositada a una consigna de concentración de $ZrO_2 = 0.7$

Se puede observar que al inicio de la medición elipsométrica o inicio del crecimiento de la película, la concentración de ZrO_2 es más alta que la concentración deseada, pero en unos segundos esta tiende a estabilizarse a un valor constante cercano al de la concentración deseada.

Este fenómeno inicial no está considerado en el modelo. En éste interviene un cambio en la geometría de la cámara y superficies, ya que se remueve el obturador para dar inicio al crecimiento de la película en el sustrato, lo que trae un cambio de una superficie cubierta por zirconio (obturador), por una superficie "limpia" (sustrato), cubierta solo de gas residual. En realidad sí se forma una pequeña capa sobre el sustrato antes de

quitar el obturador, debido a la erosión del blanco en el procedimiento de limpieza y el cambio de consigna previo, y aunque el sustrato no se cubre por el flujo directo de material erosionado del blanco, sí alcanza a llegar una pequeña cantidad de zirconio por flujo aleatorio, el cual reacciona con el oxígeno residual para formar una capa delgada de óxido de zirconio sobre la superficie del sustrato. De igual manera, al retirar el obturador e iniciar el crecimiento de la película, las primeras moléculas de zirconio que llegan al sustrato, forman capas con mayor concentración de óxido de zirconio que el deseado, debido a que la superficie inicial tiene todavía bastante oxígeno. Pero con el tiempo la concentración de ZrO_2 tiende a estabilizarse y corresponde al valor de consigna deseado.

Esta condición inicial no se compensa aún, pero en un futuro se espera considerarla en el modelo para contrarrestar este efecto y producir una capa más cercana a la deseada. Probablemente se tendría que reducir la cantidad de gas reactivo (oxígeno) al inicio del crecimiento de la película, antes y poco después de retirar el obturador del proceso de depósito.

Sumado a esto, si se desea reducir el crecimiento de la capa no deseada que se forma antes de retirar el obturador, es necesario implementar un obturador que proteja más al sustrato impidiendo la llegada de material no deseado.

Otro evento que se puede apreciar del gráfico es que el ajuste para obtener la concentración de ZrO_2 de la medición elipsométrica se trunca en 270 segundos. Esto es debido a que para obtener la concentración de ZrO_2 en las capas, se utiliza la Aproximación de Medio Efectivo AME de las mediciones elipsométricas del crecimiento de la película, que arroja aproximaciones muy cercanas a la realidad en las primeras capas, pero en cada aproximación arroja un error que se va acumulando conforme va creciendo el número de capas en el depósito, hasta llegar a un punto en el que el ajuste ya no es confiable, lo que limita la AME a pocas capas cubriendo sólo el inicio del crecimiento de la película.

Este mismo modelo se utiliza para generar otras propiedades como la función dieléctrica y el índice de refracción, por lo que el error se extiende también a estas variables.

En un principio se deseaba realizar un esquema de control para el crecimiento de películas delgadas en el que además de controlar las condiciones en las que se efectúa el depósito, también se tuviera una manera de corregir las propiedades de la película, ayudándose de la medición directa de las propiedades de la capa durante su crecimiento, para tener un mayor control y certeza de la película que se deposita. Sin embargo, como la exactitud en la apreciación de estas propiedades mediante la AME de las mediciones elipsométricas disminuye al aumentar el número de capas de la película, esta señal sólo se puede utilizar para retroalimentar el control de crecimiento de películas de pocas capas. Para mejorar la aproximación se requeriría obtener un modelo óptico más exacto o más completo que no se cubre en este trabajo.

Otro esquema que no se ha explorado para el control basado en mediciones sobre la película creciente, es utilizar la medida directa del elipsómetro, para lo que se necesita modelar que medición elipsométrica se requiere para obtener el depósito deseado y de esta manera se retroalimentaría sobre la medición elipsométrica directa, evitando la acumulación de errores por ajustes en cada capa, mismo que se deja para un trabajo futuro.

Por ahora se tiene un control de la propiedad de la película depositada, aunque no de una medición directa de la capa creciente, pero indirectamente mediante su "observación" o estimación, utilizando medición directa de otras variables que afectan las propiedades de la película depositada, auxiliadas por el modelo de voltaje de descarga desarrollado en la sección 3.2 y del modelo de Berg et al. (1987) desarrollado para este sistema en la sección 3.1.

El objetivo de un sistema automatizado de control es lograr realizar procesos de manera automática y reproducible. En un proceso de crecimiento de películas delgadas es importante tener precisión en las propiedades físicas de la capa que se forma. Para medir la repetibilidad de nuestro sistema de crecimiento de películas se realizó una serie de experimentos, en los que se depositan capas sencillas de óxido de zirconio con composición variable en el intervalo de fracciones de concentración de ZrO_2 de 0 a 1, repitiendo cada experimento tres veces.

Cada experimento consiste en crecer una película sencilla de $Zr(1-x) + ZrO_2(x)$ durante 10 minutos, variando x en incrementos de 0.25 desde 0 hasta 1 y analizando las concentraciones de los materiales depositados mediante la aproximación de medio efectivo AME de las mediciones elipsométricas. Los resultados se muestran en la tabla I y se pueden observar de manera gráfica en la figura 39.

Se puede notar que la concentración de la película depositada repite para cada consigna. Del análisis estadístico se obtiene una desviación estándar de concentración de 1.3 %, y una desviación máxima en esta muestra de 2.67 %, pero no se logró una gran exactitud: la diferencia entre el valor deseado y el obtenido es grande, sobre todo en los extremos de la región de operación debido a diversos factores que afectaron a los experimentos.

Tabla I. Resultados de los análisis por elipsometría de la serie de depósitos de óxido de zirconio a diferentes referencias x de fracciones de concentración de ZrO_2 .

Referencia x	Concentración de ZrO_2			espesor (\AA)		
	exp 1	exp 2	exp3	exp 1	exp 2	exp 3
0	0.122	0.1360	0.143	573.0	571.7	600.8
0.25	0.370	0.3920	0.375	584.0	609.3	629.97
0.5	0.53	0.539	0.58	610	711.0	900.0
0.75	0.702	0.724	0.705	932	810	951
1.0	0.907	0.894	0.926	971.3	970.7	945
1.25	0.982	0.977	0.979	853	954.3	906.9

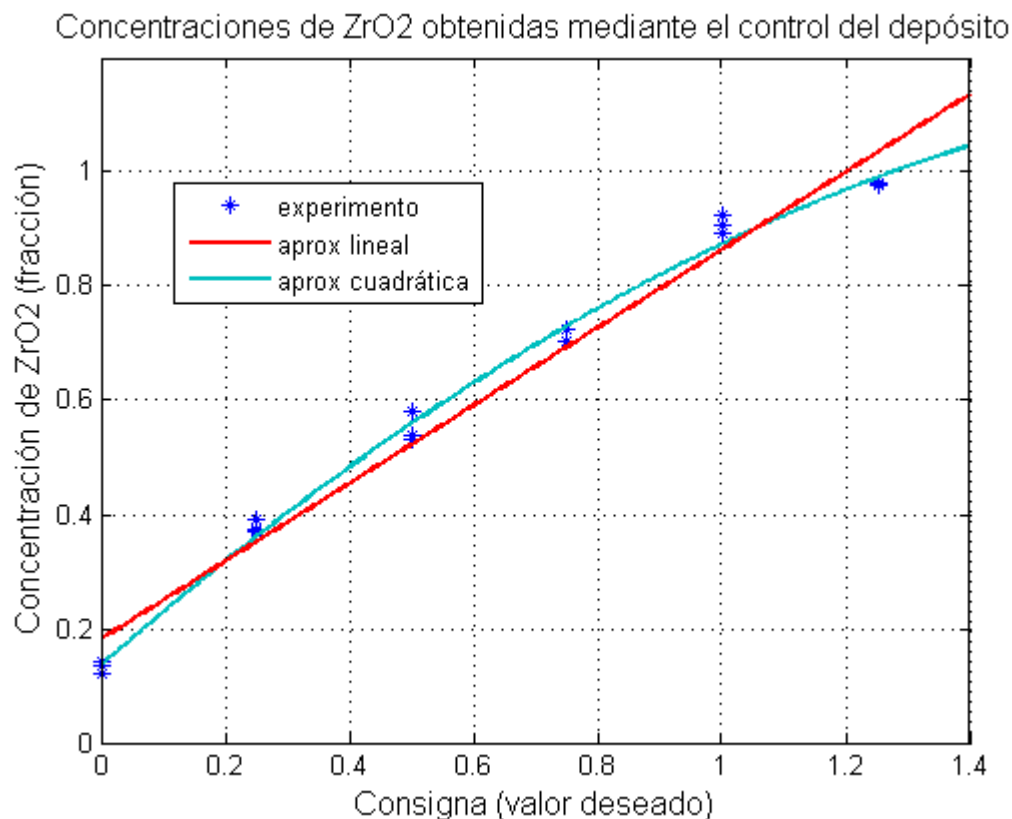


Figura 39. Relación entre el valor de referencia y obtenido de las concentraciones de ZrO₂ en las películas utilizando el control de depósito.

Se tuvo un pequeño cambio en la distancia sustrato-blanco, lo que modificó significativamente la concentración de óxido de zirconio en la película depositada y de esta manera ya no se logró depositar zirconio metálico, aun sin inyectar oxígeno a través de la válvula. Esto debido a que el camino libre medio hacia la superficie del sustrato aumentó y las moléculas provenientes del blanco tienen mayor número de colisiones dispersándose, llegando en menor número y con menor energía al sustrato, dando cabida a que el gas residual de la cámara reaccione con el zirconio, por lo que aumenta el porcentaje de óxido de zirconio en la película y no se logra eliminarlo. Además de este cambio, se presenta el efecto de desgaste del blanco, en el que se forma un zurco en la región de erosión del blanco y cambia el ángulo de incidencia de los iones de argón hacia

la superficie del blanco, el que afecta la forma y energía con la que salen las moléculas del blanco (Powell y Rossnagel, 1999), produciendo un ensanchamiento en el ángulo con el que sale expulsado el material, disminuyendo de la misma manera el flujo que llega a la superficie del blanco. Actualmente se está trabajando con una compañía privada para estudiar este efecto y si es posible compensarlo.

Para disminuir el efecto de oxidación del zirconio y lograr películas metálicas es necesario regresar a la distancia original, de igual manera es posible agregar un término al modelo de depósito que compense este agregado o bien realizar una relación para hacer coincidir el valor de referencia con el obtenido, dada la repetibilidad del sistema o que la desviación del mismo asciende a tan solo el 1.3%. Las dos últimas opciones no mejoran el alcance en concentraciones del sistema, esto es, no se logra depositar zirconio metálico, pero si acerca el valor de referencia al experimental.

Otra opción que se desea estudiar a futuro es el de incrementar la corriente de descarga del plasma para aumentar la tasa de erosión y compensar la disminución de flujo en el sustrato por el efecto de esparcimiento o ensanchamiento de la distribución de las moléculas erosionadas debido al desgaste del blanco, esperando mayor alcance de las concentraciones.

En la sección 4.2 se observó que en el análisis de AME de las mediciones elipsométricas, al ir haciendo cortes en las capas para analizar su composición e índice de refracción, en las últimas capas se acumulaban los errores de modelado que resultaba en un ajuste erróneo o simplemente el ajuste no convergía a ningún valor cuando la película acumulada sobrepasaba los 80nm. La idea original de controlar el sistema de depósito de manera fina, era realimentar la concentración o el índice de refracción obtenida por este medio, dado que se obtiene información directa de la película que crece. Descartado

este método, queda analizar el comportamiento de los parámetros de polarización ψ, Δ durante el crecimiento de la película.

Dadas las limitaciones de nuestra cámara, el obturador que protege al sustrato no lo cubre de manera adecuada, por lo que crece una pequeña capa de óxido de zirconio durante el proceso de limpieza del blanco, previo al crecimiento de la capa de interés, mismo que se manifiesta en un cambio gradual del estado de polarización de la luz reflejada por el sustrato, que se observa durante aproximadamente los primeros 8 minutos de la adquisición elipsométrica en todos los experimentos (figuras 40, 41 y 42)

Se puede observar en la figura 40 que para dos películas con igual consigna (exp 2 y 3), los parámetros de polarización siguen una misma trayectoria. Si se logra controlar a partir de esta trayectoria, es posible cerrar el lazo de control de manera fina y aumentar el grado de repetibilidad de las películas.

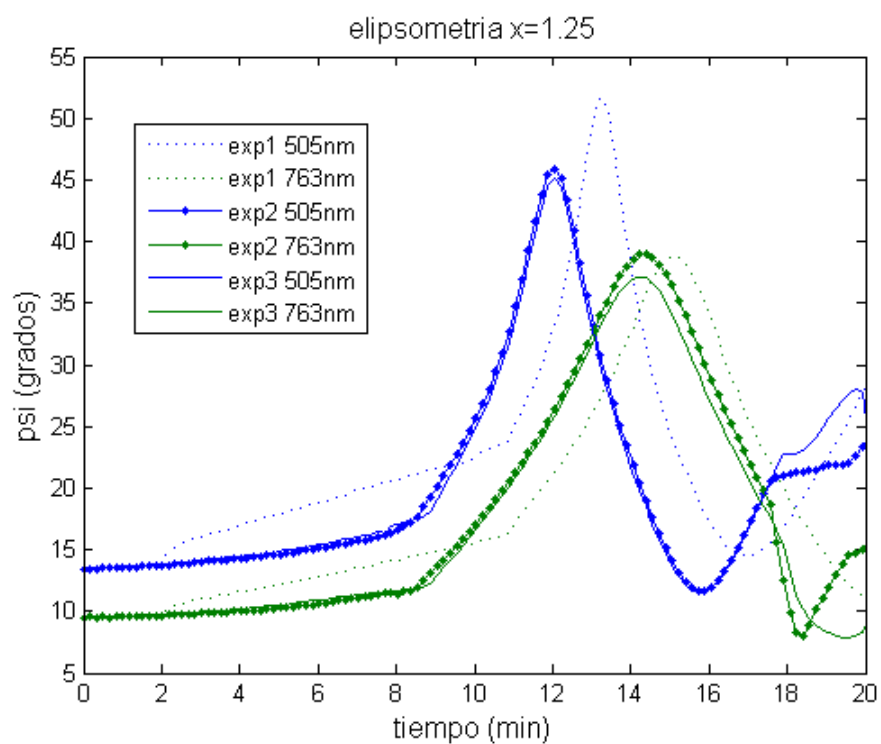
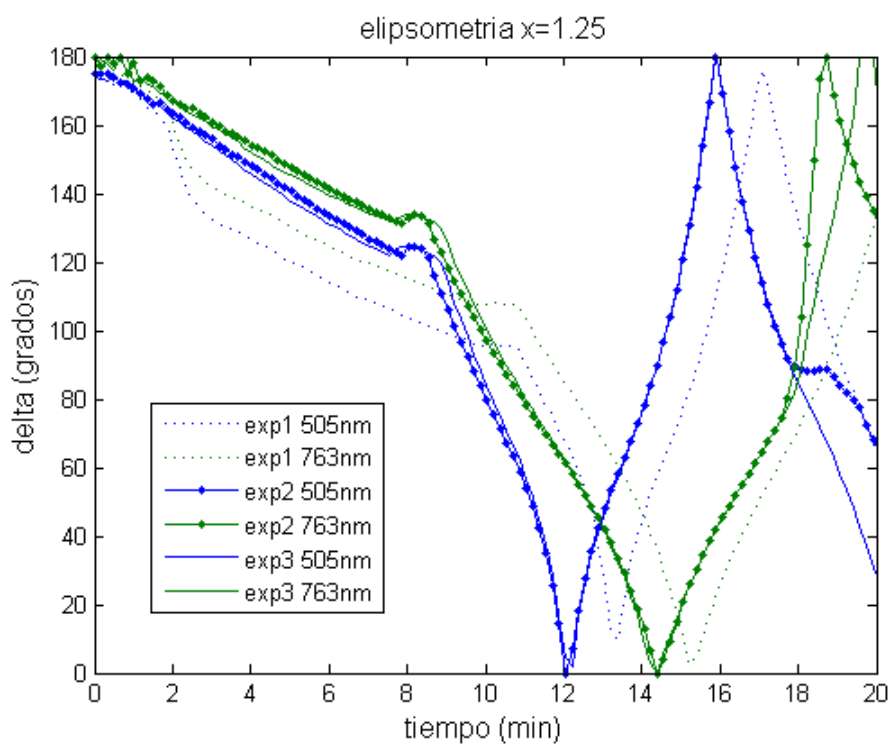
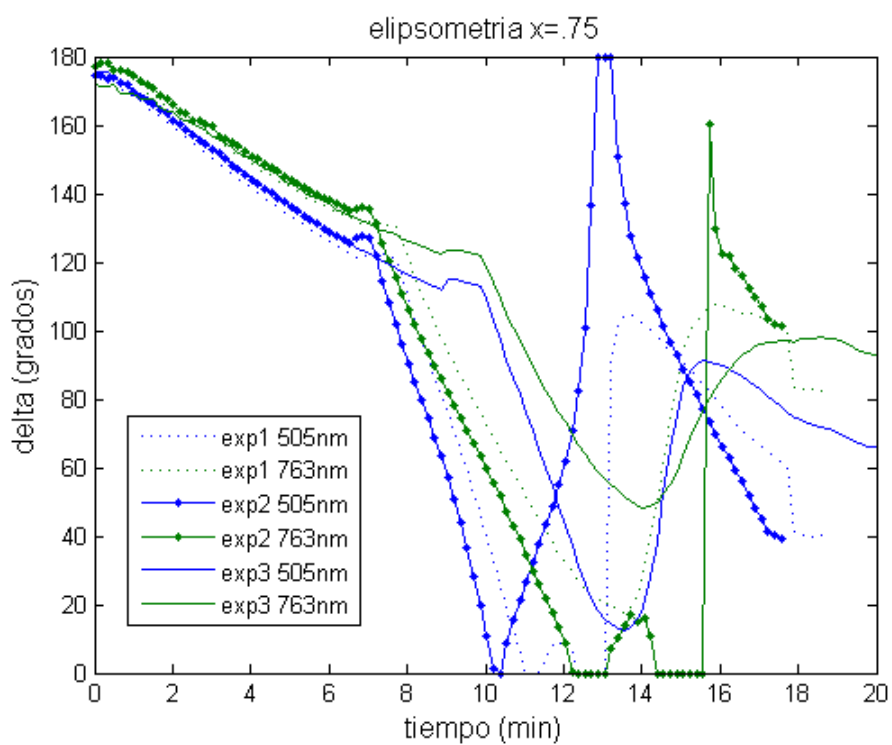
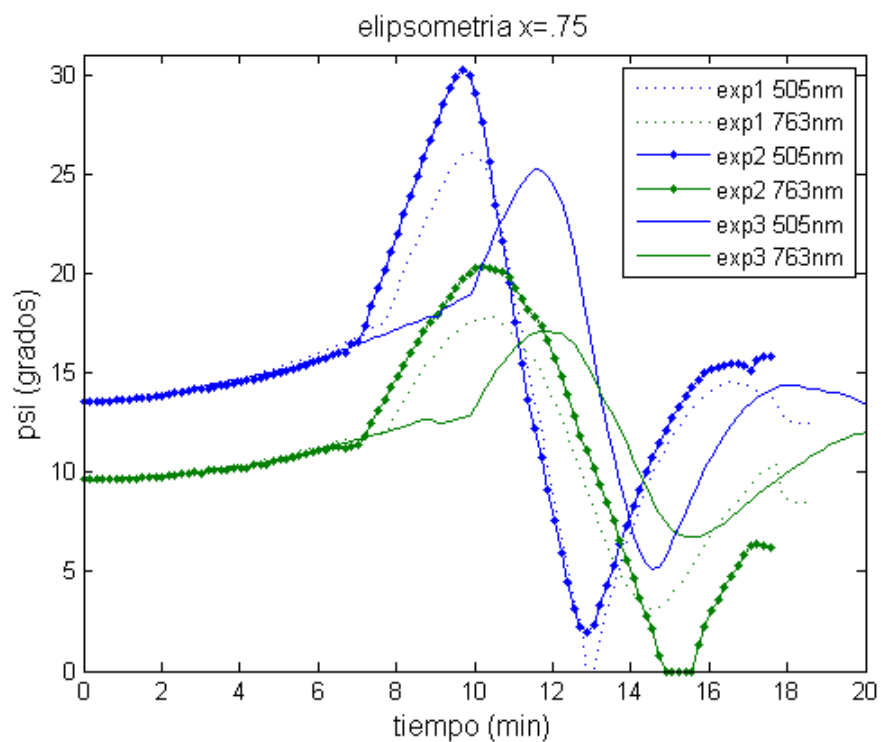


Figura 40. Evolución de los parámetros elipsométricos (a) Δ , (b) ψ con dos longitudes de onda del haz incidente, durante el depósito de óxido de zirconio con consigna de concentración de 1.25 para tres experimentos distintos.

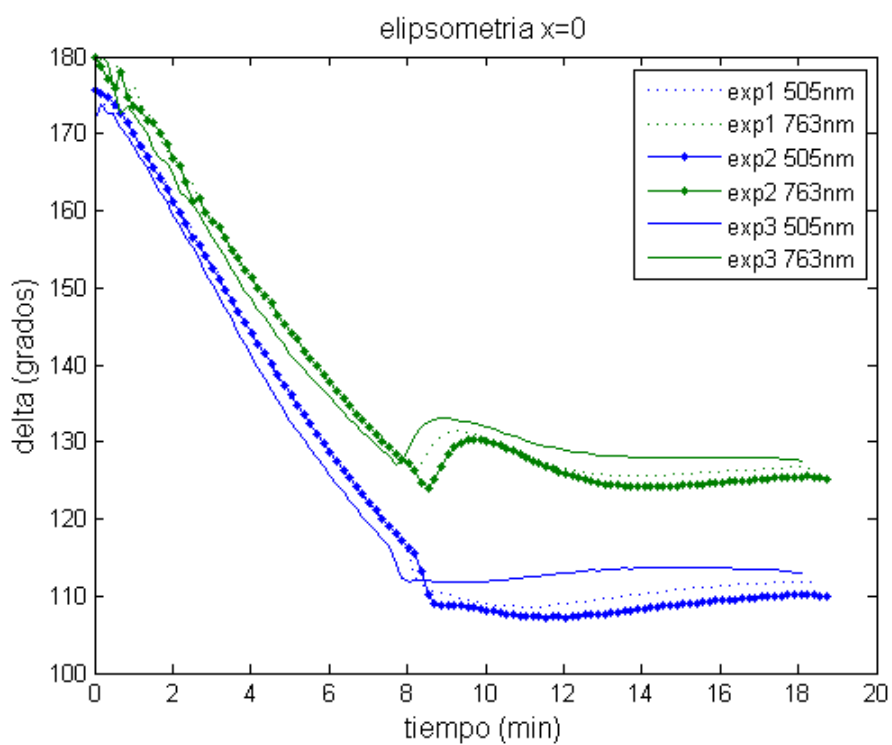


(a)

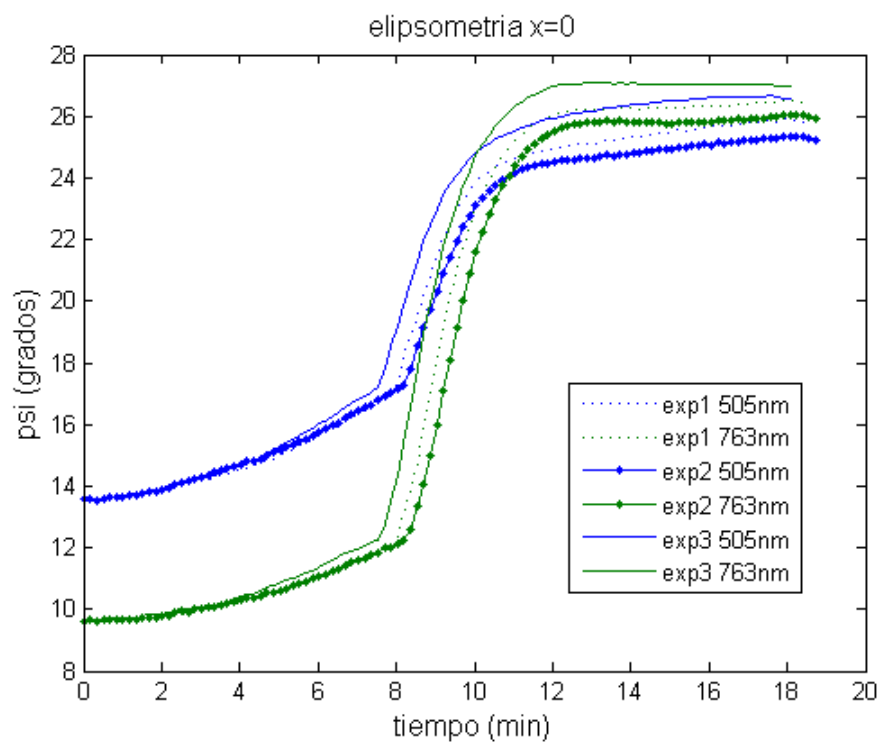


(b)

Figura 41. Evolución de los parámetros elipsométricos (a) Δ , (b) ψ con dos longitudes de onda del haz incidente, durante el depósito de óxido de zirconio con consigna de concentración de 0.75 para tres experimentos distintos.



(a)



(b)

Figura 42. Evolución de los parámetros elipsométricos (a) Δ , (b) ψ con dos longitudes de onda del haz incidente, durante el depósito de óxido de zirconio con consigna de concentración de 0.0 para tres experimentos distintos.

También que una tercera curva (exp 1), en la que el crecimiento de la película inicia en tiempo distinto, lo que significa un cambio de condiciones iniciales de los parámetros elipsométricos, que se traduce en un ligero cambio en la trayectoria elipsométrica. Se podría hacer un recorrimiento de los datos para igualar los inicios de las curvas y de esta manera empatarlas, pero el cambio de polarización es diferente para cada longitud de onda y material depositado, por lo que no se resuelve el problema de condiciones iniciales distintas. Lo que se debe realizar es mejorar la obturación del sustrato y de esta manera eliminar o reducir drásticamente el crecimiento de capas durante el proceso de limpieza del blanco. Si no es posible reducir este crecimiento, entonces igualar los tiempos de limpieza en cada depósito, para iniciar siempre del mismo punto, ya que como puede verse en los experimentos esta capa es repetitiva y produce la misma trayectoria en los parámetros elipsométricos de experimento a experimento.

En el experimento con consigna de concentración de $\text{ZrO}_2 = 1.25$ (fig. 40), se puede observar que el cambio en la concentración de la capa que se forma durante la limpieza ZrO_2 100 % y la del depósito ZrO_2 97 % es pequeño, (se crece casi el mismo material) las condiciones iniciales afectan poco y los cambios en la polarización de los experimentos se conservan con amplitud similar. Por el contrario cuando el cambio en la composición del material que se deposita es grande, la diferencia en las condiciones iniciales afectan mayormente, ya que la polarización de la película que se deposita varía de manera muy distinta a la capa formada durante la limpieza, como es el caso de depósito de zirconio metálico, en el que la diferencia de trayectorias es grande (fig. 42).

Como la AME de las mediciones elipsométricas se limita a calcular concentraciones tan solo en las primeras capas de crecimiento del material, entonces es posible utilizar las variables ψ, ∇ de las mediciones para controlar el resultado de la película y así obtener películas más parecidas. Para esto es necesario mejorar el subsistema de obturación del sustrato y eliminar o reducir sustantivamente el crecimiento indeseado de capas durante

la limpieza del blanco. Además es necesario conocer más sobre como evolucionan las variables elipsométricas con el crecimiento del material, para desarrollar un modelo que las integre, tema que queda para el futuro.

Si no es posible reducir este crecimiento, entonces se debe igualar los tiempos y procesos de limpieza en cada experimento, para tratar de empezar el depósito con condiciones iniciales iguales, ya que como se observa en los experimentos el crecimiento de esta capa es repetitiva y sigue la misma trayectoria en los distintos experimentos.

IV.5.2. Depósitos con variación del perfil.

En algunas aplicaciones como los filtros ópticos y los recubrimientos duros, se requiere variar la concentración de la película con algún perfil determinado durante su crecimiento. Sobre todo los filtros ópticos requieren trayectorias complicadas en la composición de la capa durante la evolución del depósito. Nuestro sistema de control fue diseñado para seguir trayectorias arbitrarias. Para probar su desempeño se realizó un depósito en el que la referencia es una senoide de fracción de concentración de óxido de zirconio con amplitud 0.25 centrada en 0.5. En la figura 43 se puede observar el desempeño del sistema, el que sigue la senoide de manera suave con un desfase de 10 segundos, por lo que nuestro sistema podría ser utilizado en aplicaciones en las que se requiera seguir algún perfil en la concentración de la película depositada.

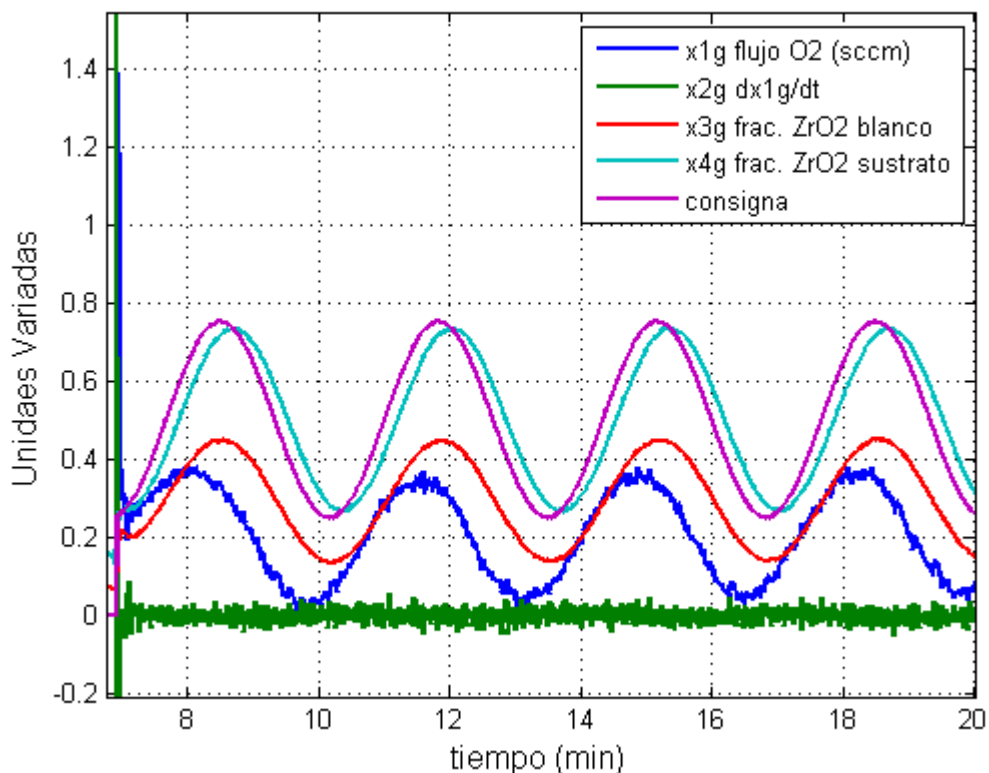


Figura 43. Evolución de las variables del sistema durante el depósito por erosión iónica de óxido de zirconio con estequiometría variable, ante una referencia de concentración senoidal.

En la figura 44 se aprecia la evolución de los parámetros elipsométricos ψ y Δ , en los primeros 7 minutos se observa un cambio gradual en la polarización, que refleja la formación de la capa indeseada debido al procedimiento de limpieza del blanco previo al crecimiento de la capa de interés. Después se aprecia la contribución del perfil senoidal de la composición de la película, el que afecta la polarización de la luz, resultando en una variación muy parecida a una senoide. Mas el tema de la evolución de los parámetros elipsométricos se propone para trabajos futuros.

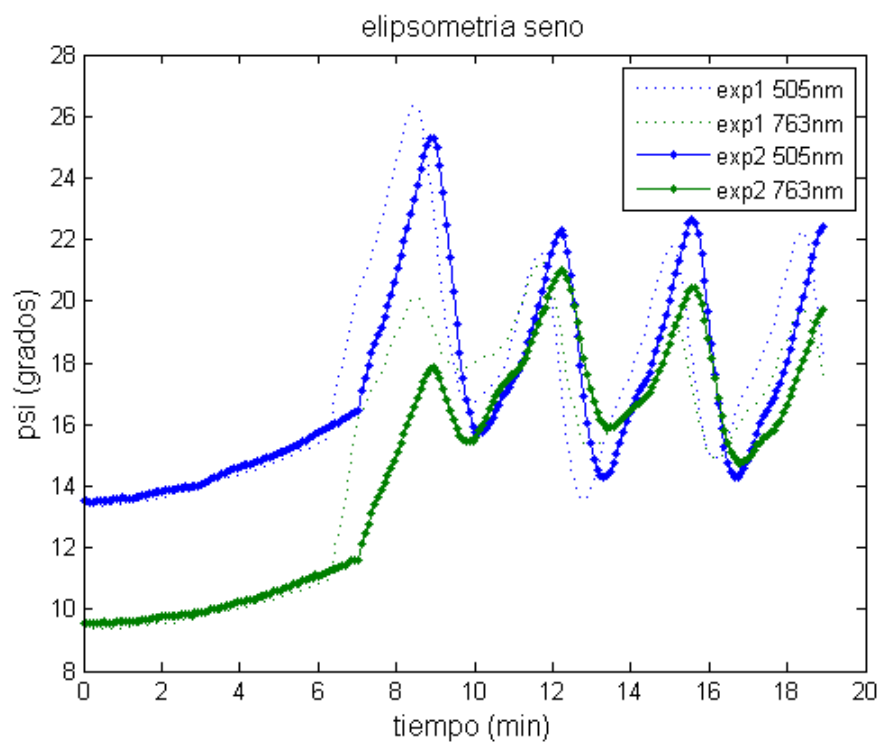
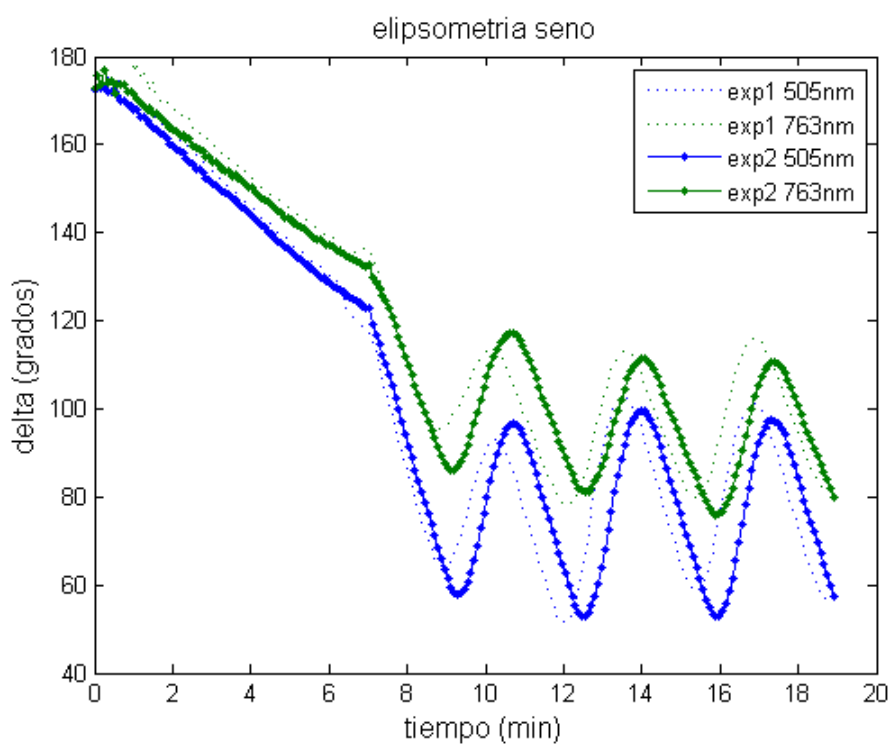


Figura 44. Evolución de los parámetros elipsométricos (a) Δ , (b) ψ con dos longitudes de onda del haz incidente, durante el depósito de óxido de zirconio con referencia de concentración de senoidal para dos experimentos distintos.

A partir de estos resultados, podemos decir que las técnicas propuestas permiten producir películas inhomogéneas e incursionar en aplicaciones en las que se requiere el control de perfiles o trayectorias de las propiedades del material depositado, durante el proceso de elaboración de películas delgadas.

Sin embargo, para un control más preciso de las propiedades de estas películas delgadas, sería útil supervisar la evolución de los parámetros elipsométricos durante su crecimiento, tema que se deja abierto para trabajos futuros.

Capítulo V

Conclusiones.

Se logró controlar la concentración de óxido de zirconio ZrO_2 en el proceso de crecimiento de películas delgadas por la técnica de erosión iónica reactiva. El control se diseñó a partir de una modificación y linealización del modelo de crecimiento de películas delgadas por erosión iónica reactiva publicado por Berg et al. Esta linealización se realiza en la región no envenenada de los depósitos. La región lineal fue identificada a partir de un barrido de flujo de gas reactivo durante el depósito de la película al analizar el comportamiento de la presión parcial del gas reactivo y del voltaje de descarga. El control se realiza variando el flujo de entrada de gas reactivo en el proceso de depósito y corrigiendo con la realimentación de la concentración de óxido de zirconio en la película creciente.

Para la obtención de la concentración de óxido de zirconio en la película, se utiliza un observador de estados, que la estima a partir del modelo matemático del sistema físico, la medición del flujo de gas reactivo y la medición de la concentración de óxido de zirconio en la capa que se forma sobre la superficie del blanco durante el depósito.

Para obtener la concentración de ZrO_2 en la superficie del blanco se desarrolló un modelo que utiliza la medición del voltaje de descarga y la presión durante el depósito, mismo que se deduce a partir del comportamiento de las curvas de presión, voltaje

y concentración de ZrO_2 en los depósitos. La variación del voltaje de descarga en la zona de operación que es la región no envenenada, está directamente relacionada con la formación de la capa de óxido en el blanco, mientras que en la región envenenada, la variación del voltaje de descarga se debe al cambio en la presión y varía de manera inversa a ésta.

Es posible extender el modelo de voltaje de descarga y por ende la observación de estados a otros materiales como el nitruro de titanio, ya que el depósito de este material presenta comportamientos de histéresis en la presión y en el voltaje de descarga, muy parecidos a los desarrollados por el crecimiento de óxido de zirconio.

Sin embargo, otros materiales como el renio tienen comportamientos distintos en los que la presión durante el depósito no presenta histéresis, y es más difícil utilizar el voltaje de descarga para controlar la formación del compuesto en la superficie del blanco. El control de este tipo de depósitos necesita de otras alternativas como puede ser la estimación de la concentración de la capa compuesta a partir de la presión durante el depósito.

El sistema de control de depósito es repetible, la desviación en la concentración de las películas depositadas asciende a tan solo 1.3%. De la misma manera es posible controlar trayectorias en la concentración del material depositado, por lo que se pueden desarrollar películas complicadas con aplicaciones en los filtros ópticos y las películas duras.

En el presente trabajo se logró controlar el proceso de depósito en base a estimaciones de las propiedades de la película depositada a partir de mediciones de variables que afectan al sistema y un modelo muy preciso. Frecuentemente es deseable controlar teniendo una medición directa de las propiedades de la capa que se deposita. La elipsometría es una gran herramienta para el análisis durante el crecimiento de películas que actúa directamente sobre la película creciente, mediante la aproximación de medio

efectivo de las mediciones elipsométricas, es posible obtener las concentraciones de los materiales que componen la película que se forma, además de algunas propiedades ópticas. Desafortunadamente esta aproximación acumula errores mientras crece el número de capas de la película que se forma, lo que limita el análisis a algunas capas iniciales del crecimiento y esta señal ya no es útil para el control del sistema de depósito. Como trabajo futuro, se propone desarrollar un mejor modelo óptico para mejorar los ajustes de esta señal para una posible incorporación en la retroalimentación del sistema de control o bien trabajar en un esquema que analice las variables directas de medición del elipsómetro, para el mismo fin de corrección del control del depósito.

Referencias

Ackermann J. 1972. Design of Linear Control Systems in State Space. Regelungstech Prozess-Datenverarbeitung. 20: 297-300 p.

Berg S., H-O. Blom, T. Larsson y C. Nender. 1987. Modeling of reactive sputtering of compound materials. Journal of Vacuum Science Technology A. 5(2): 202-207 p.

Berg S. y T. Nyberg. 2005. Fundamental understanding and modeling of reactive sputtering processes. Thin Solid Films 476: 215-230 p.

Bulkin P. V., P. L.. Swart y B. M. Lacquet. 1996. Fourier-transform design and electron cyclotron resonance plasma-enhanced deposition of lossy graded-index optical coatings. Applied Optics. 35: 4413-4419 p.

Chapman Brian. 1980. Glow Discharge Processes: Sputtering and Plasma Etching. John Wiley and Sons, New York, 406 p.

Combadiere L. y J. Machet. 1996. Study and control of both target-poisoning mechanisms and reactive phenomenon in reactive planar magnetron cathodic sputtering of TiN. Surface and Coatings Technology. 82: 145-157 p.

Depla D., G. Buyle, J. Haemers y R. De Gryse. 2006. Discharge voltage measurements during magnetron sputtering. Surface and Coatings Technology. 200: 4329-4338 p.

Depla, D. y R. De Gryse. 2004a. Target poisoning during reactive magnetron sputtering Part I: the influence of ion implantation. Surface and Coatings Technology. 183: 184-189 p.

Depla, D. y R. De Gryse. 2004b. Target poisoning during reactive magnetron sputtering Part II: the influence of chemisorption and gettering. Surface and Coatings Technology. 183: 190-195 p.

Depla, D. y R. De Gryse. 2004c. Target poisoning during reactive magnetron sputtering Part III: the prediction of the critical reactive gas mole fraction. Surface and Coatings Technology. 183: 196-201 p.

Dutton Ken. 1997. The Art of Control Engineering. Prentice Hall, Harlow, 813 p.

García-Gradilla V., G. Soto-Herrera, R. Machorro-Mejía y E. Mitrani-Abenchuchan. 2009. Modelo del voltaje de descarga en depósitos de ZrOx por erosión iónica reactiva. *Revista Mexicana de Física*. 55(2): 106-111 p.

Kautsky J., N.K. Nichols y P. Van Dooren. 1985. Robust pole assignment in linear state feedback. *International Journal of Control*. 41: 1129-1155 p.

Khalil Hassan. 2001. *Nonlinear Systems*. Prentice Hall, New Jersey, 750 p.

Hsu L. C. y F. R. Chang. 1996. The generalized Ackermann's formula for singular systems. *Systems & Control Letters*. 27: 117-123 p.

Ogata Katsuhiko. 1998. *Ingeniería de Control Moderna*. Prentice Hall, México, 997 p.

Ohring Milton. 1992. *The Materials Science of Thin Films*. Academic Press, New Jersey, 704 p.

PalDey S. y S. C. Deevi. 2003. Single layer and multilayer wear resistant coatings of (Ti,Al)N: a review. *Materials Science and Engineering*. A342: 58-79 p.

Pinheiro D., M.T. Vieira y M. A. Djouadi. 2009. Advantages of depositing multilayer coatings for cutting wood-based products. *Surface and Coatings Technology*. 203: 3197-3205 p.

Powell Ronald A. y Stephen M. Rossnagel. 1999. *PVD for Microelectronics: Sputter Deposition Applied to Semiconductor Manufacturing*. Academic Press, San Diego, California, 419 p.

Rossnagel Stephen M. 1991. *Glow Discharge Plasmas and Sources for Etching and Deposition* En; John L. Vossen y Werner Kern. *Thin Film Processes II*. Academic Press, San Diego, California, 11-102 p.

Smith Donald L. 1995. *Thin Film Deposition: Principles and Practice*. McGraw-Hill, New York, 616 p.

Sproul W. D., D. J. Christie y D. C. Carter. 2005. Control of reactive processes. *Thin Solid Films*. 491, 1-17 p.

Thornton John A. 1982a. Coating Deposition by Sputtering. En: Bunshah Rointan F. *Deposition Technologies for Films and Coatings: Developments and applications*. Noyes Publications, New Jersey, 170- p.

Thornton John A. 1982b. Plasmas in Deposition Processes. En: Bunshah Rointan F. Deposition Technologies for Films and Coatings: Developments and applications. Noyes Publications, New Jersey, 19- p.

Vernhes R., O. Zabeida, J.E. Klemberg-Sapieha y L. Martinu. 2004. Single-material inhomogeneous optical filters based on microstructural gradients in plasma-deposited silicon nitride. Applied Optics. 43: 97-103 p.

Zeng X., S. Zhang y J. Hsieh. 1998. Development of graded Cr-Ti-N coatings. Surface and Coatings Technology. 102: 108-112 p.

Apéndice A

Elipsometría.

Se presenta el principio de la técnica de elipsometría para el análisis de películas delgadas de manera no destructiva ni invasiva, los datos que se obtienen, función dieléctrica, índice de refracción, aproximación de medio efectivo, etc.

La elipsometría es una técnica de medición muy sensible para superficies y películas delgadas, que usa luz polarizada (Woollam, 1997). Su sensibilidad, mayor que la de un reflectómetro simple, se debe a la determinación del cambio de fase de un haz reflejado de luz polarizada. Para elipsómetros con analizador rotatorio, (como el que se tiene en el CNyN), los detectores sólo necesitan tener una respuesta lineal a la intensidad y no necesitan ser calibrados de manera absoluta. La elipsometría mide el cambio del estado de polarización de la luz reflejada de la superficie de una muestra. Sin embargo, las mediciones elipsométricas se realizan usualmente para describir una muestra que modifica el estado de polarización del haz de luz. Los valores medidos se expresan en psi (ψ) y delta (Δ). Estos valores están relacionados a la razón de los coeficientes de reflexión de Fresnel R_p y R_s , para luz polarizada p y s respectivamente (p se refiere a

componente de la luz en el plano de incidencia y s del alemán Senkrechth a la componente perpendicular),

$$\rho = \frac{R_p}{R_s} = \tan(\psi)e^{i\Delta} \quad (88)$$

$$R_p = \frac{E_{rp}}{E_{ip}} = |R_p| e^{i\Delta_{Rp}} \quad (89)$$

$$R_s = \frac{E_{rs}}{E_{is}} = |R_s| e^{i\Delta_{Rs}} \quad (90)$$

$$\Delta = \Delta_{Rp} - \Delta_{Rs} \quad (91)$$

$$\tan(\psi) = \frac{|R_p|}{|R_s|} \quad (92)$$

donde:

E_{ip} es la componente del campo del haz incidente en el plano de incidencia.

E_{rp} es la componente del campo del haz reflejado en el plano de incidencia.

E_{is} es la componente del campo del haz incidente perpendicular al plano de incidencia.

E_{rs} es la componente del campo del haz reflejado perpendicular al plano de incidencia.

Como la elipsometría mide la razón entre 2 valores, ésta puede ser muy exacta y reproducible excepto cuando R_s tiende a cero. Dado que esta razón es un número complejo, también contiene información de fase Δ como se expresa en (4), entre las componentes p y s , que hace la medición muy sensible.

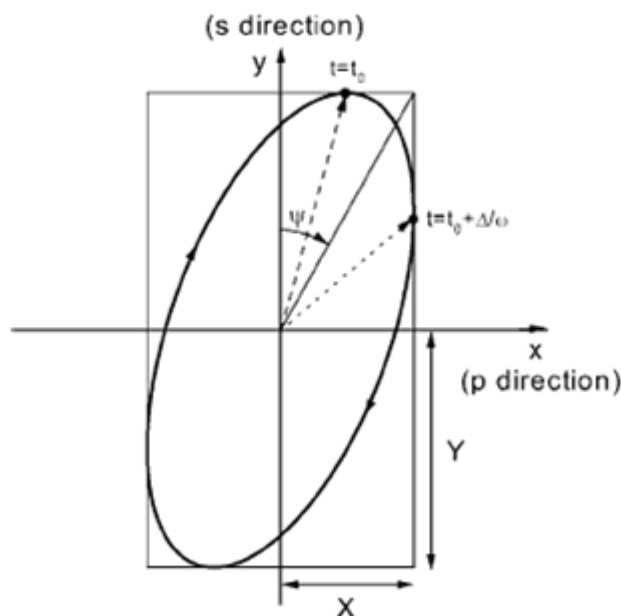


Figura 45. Polarización elíptica, descrita por los parámetros elipsométricos ψ, Δ . La dirección de propagación es en $+Z$ apuntando hacia el lector.

La elipsometría se puede usar para determinar el grosor de películas delgadas y/o sus constantes ópticas. En ciertas condiciones es muy sensible al grosor de películas, a el nivel de monocapas. La elipsometría también ha probado ser una de las mejores técnicas para determinar las constantes ópticas en las longitudes de onda del UV cercano, el visible y el IR cercano. Hay varios factores que determinan los límites de información de una muestra dada que pueden ser determinados por elipsometría. La mayoría de estos factores están relacionados con la escala utilizada en elipsometría, es decir, la longitud de

onda del haz incidente. Esta técnica trabaja mejor en caracterización de películas cuyo grosor es del orden de la longitud de onda de la luz utilizada para la medición. Además, la rugosidad en la superficie de una muestra o de una película debe ser menor que $\sim 10\%$ de la longitud de onda del haz de prueba para que la medición elipsométrica sea válida. Una mayor rugosidad puede causar esparcimiento del haz incidente y despolarización del haz reflejado. Los experimentos ópticos nunca miden directamente los parámetros de interés de la muestra (grosor, constantes ópticas, etc.). En su lugar miden algunas cantidades como la ψ y la Δ que son función de los parámetros de interés. Entonces es necesario resolver el problema de modelado de datos para estimar los parámetros del modelo que mejor ajusten los datos medidos.

Apéndice B

Diagramas eléctricos del sistema de adquisición.

Se describe la tarjeta desarrollada para la adquisición de datos del sistema de control de depósitos.

La tarjeta de adquisición y control es de diseño propio y cuenta con una interfaz de ducto IDE para la comunicación con una CP tipo IBM-PC comercial. Tiene una etapa de refuerzo de las señales eléctricas digitales y una lógica para decifrado de direcciones. Esta tarjeta cuenta con cuatro salidas y ocho entradas analógicas de 12 bits de resolución, además de ocho salidas digitales para manejo de dispositivos con niveles TTL. El diagrama de bloques se muestra en la figura 46.

La velocidad de esta tarjeta está limitada por la velocidad de conversión del convertidor A/D que es de $200\mu\text{s}$ y la capacidad de muestreo de la CP, con la que se han logrado velocidades de 100 HZ en ambiente Labview y 1 KHz en ambiente DOS, ya que la tarjeta de adquisición no tiene capacidad de almacenamiento ni microcontrolador para hacer el muestreo y control. El diagrama eléctrico se muestra en las figuras 47 y 48.

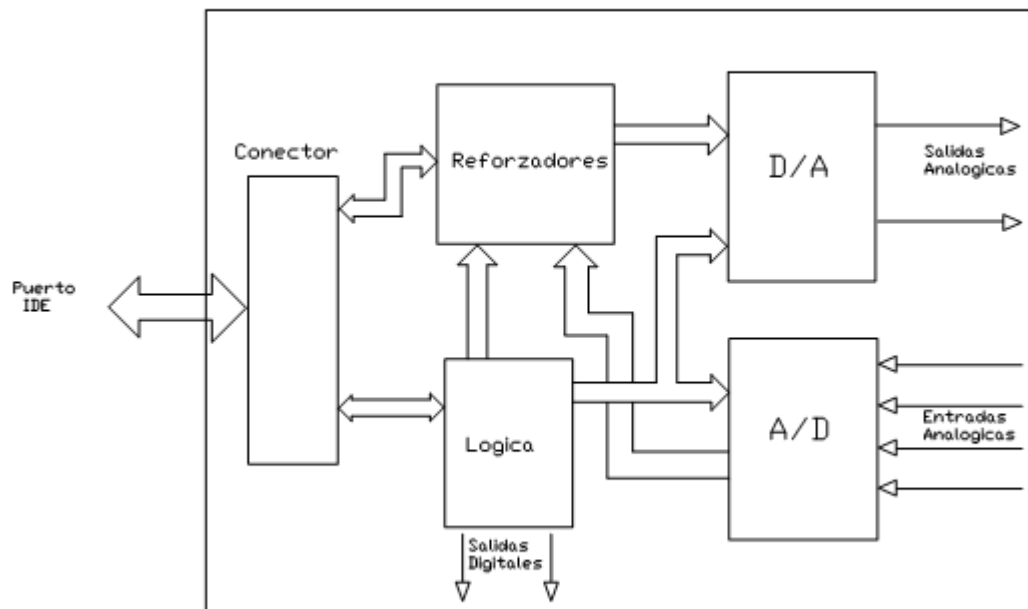


Figura 46. Diagrama de bloque de la tarjeta de adquisición y control.

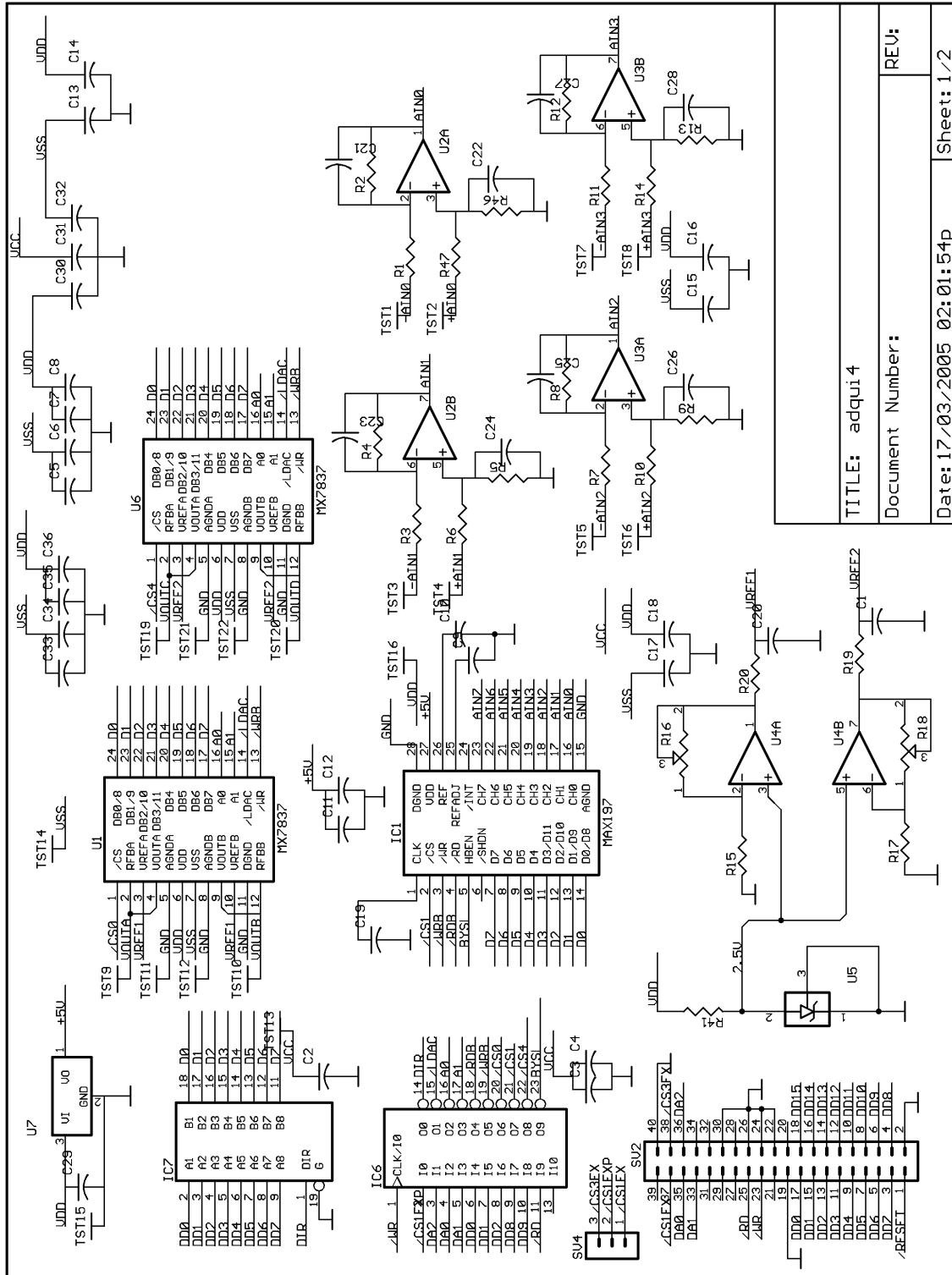


Figura 47. Diagrama eléctrico de la tarjeta de adquisición y control.

TITLE: adqui 4

Document Number:

Date: 17/03/2005 02:01:54p

Sheet: 1/2

REV:

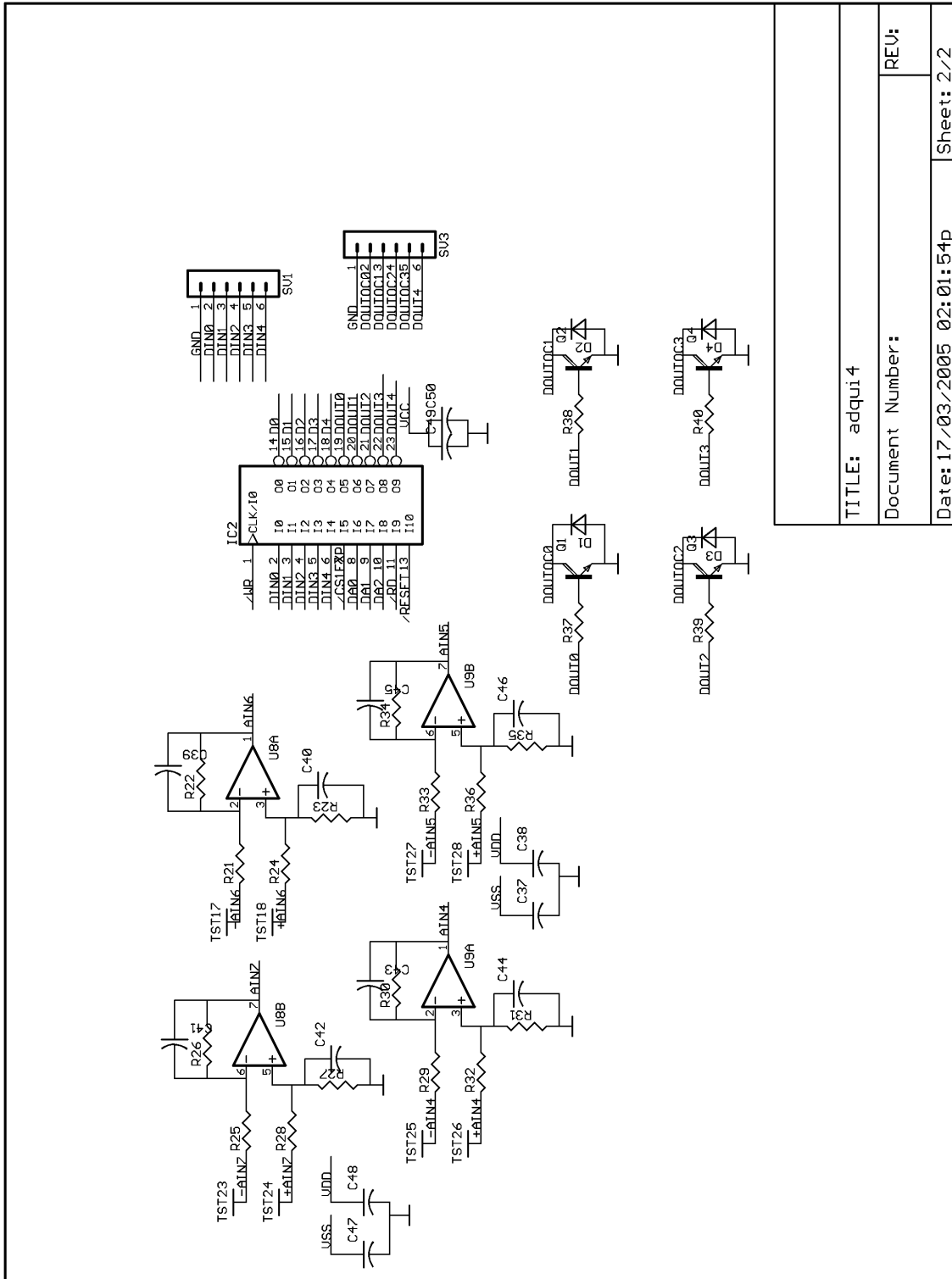


Figura 48. Diagrama eléctrico de la tarjeta de adquisición y control.

TITLE: adqui 4	
Document Number:	
REV:	Sheet: 2/2
Date: 17/03/2005 02:01:54p	

Apéndice C

Programas del sistema de control.

Se describe el programa de control desarrollado para el sistema de depósito, además de una liga al programa realizado.

El programa para el manejo del sistema de control de depósito de películas se realizó en Labview. Este es un sistema de desarrollo de programas para la adquisición de datos, procesamiento de los mismos y sistemas de control, que se maneja de manera gráfica.

El programa de control de los depósitos consiste de un ciclo "while", el cual adquiere datos del proceso a través de una tarjeta de adquisición de datos, tales como presión en la cámara, flujos de gases, voltaje, corriente y potencia de descarga del magnetrón, con un tiempo de muestreo de 0.1 segundos, mismo que puede ser configurado por programa. Los valores adquiridos son alimentados a la sección del modelo de voltaje de descarga y a la sección de observadores de estado, los cuales generan y filtran las variables que interesan al sistema de control, como lo son la fracciones de las superficies cubiertas por compuesto y flujos de gas. Estas variables junto con las que se adquieren en la sección previa son enviadas a la sección de visualización, de esta manera es posible ver las variables de interés en pantalla mientras corre el proceso de depósito y detectar algún comportamiento o anomalía. Además de ir a la etapa de visualización, estas variables

también se conducen a la etapa de captura de datos en memoria, la que al llenarse, vacía los datos en un archivo en la sección almacenamiento.

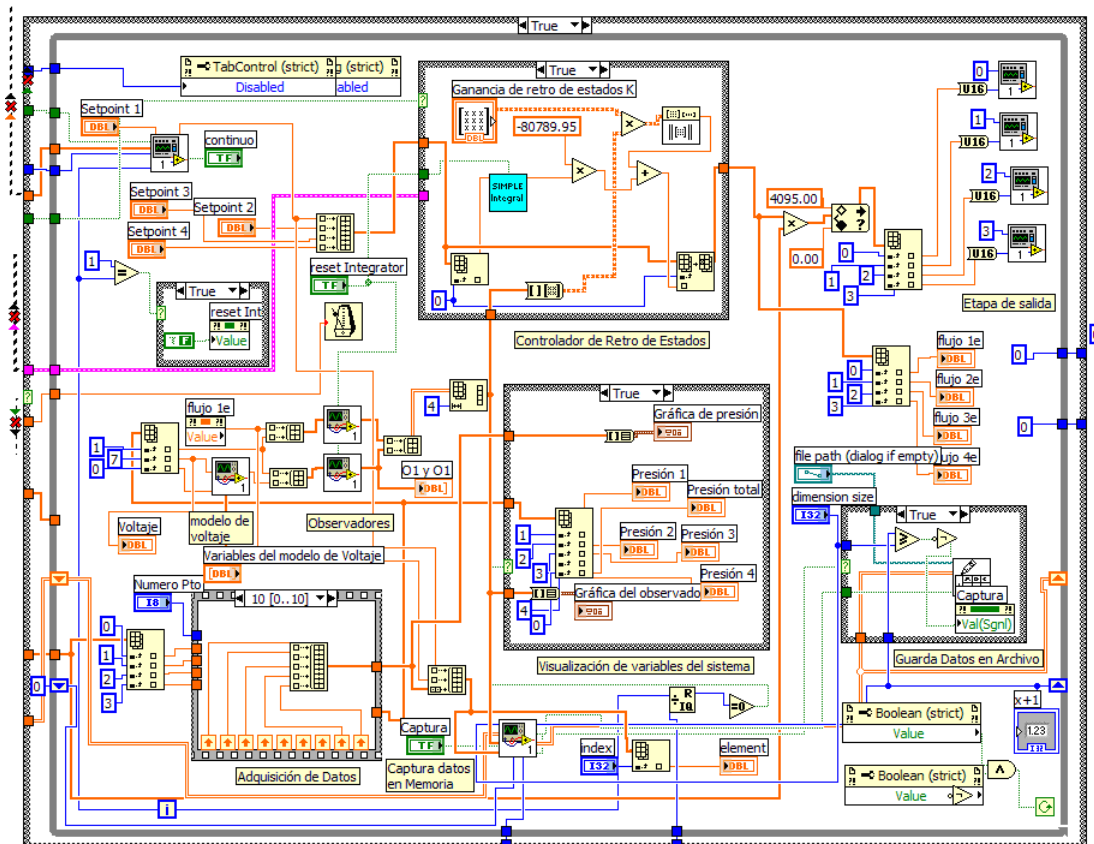


Figura 49. Programa de control de los depósitos

Al mismo tiempo, las variables de salida de la sección de los observadores, se alimentan al controlador de retro de estados, que además recibe información de la consigna, que dicta el valor deseado de composición en la película del sistema de control. Entonces el controlador de retroalimentación de estados realiza el cálculo del valor de salida, en este caso el flujo de gas reactivo necesario para obtener la concentración de óxido requerido por la película depositada.

Este valor se envía a la etapa de salida, que manda los valores a la tarjeta de adquisición de datos, la que maneja las válvulas que introducen los gases en la cámara de depósito.

En la sección de consigna se tiene la opción de consigna fija, la que se puede modificar manualmente durante el proceso de depósito, o existe la opción de utilizar un archivo con algún perfil o curva de valores en la consigna que se desee durante el experimento.

El programa tiene dos modos de operación, el de control de la concentración de ZrO_2 en la película, o el control simple del flujo de gas reactivo hacia la cámara. Esto dependiendo de las necesidades que se tengan para el depósito.

En un futuro se desea incorporar una rutina en la que se realice la detección automática de las regiones de operación del sistema, utilizando un depósito con barrido de flujo de gas reactivo como el descrito en la sección 4.1.

Apéndice D

Condiciones generales para el depósito de películas.

Como ya se mencionó, el depósito de películas delgadas es muy sensible a los cambios en las condiciones en las que se realiza el experimento. Por esto es necesario seguir un procedimiento muy riguroso de manera que se evite modificar de un depósito a otro las condiciones en que éste se realiza. Primero hay que asegurar que la cámara de depósito y el blanco se encuentren limpios. Esto se logra mediante inspección visual y/o pasando una toallita por alguna de las paredes de la superficie de la cámara, si se encuentra sucia se limpia con una toallita para tareas delicadas humedecida con acetona industrial, y si la suciedad es muy resistente se puede emplear adicionalmente una lija fina para retirar las incrustaciones. Una vez que se tiene limpia la cámara, se sella y se procede a realizar vacío con la bomba mecánica; una vez que se alcanza una presión menor que 0.1 Torr se enciende la bomba turbomolecular. Si la cámara viene de un procedimiento de limpieza rudo o tiene mucho tiempo expuesta al ambiente, es recomendable hornearla para eliminar humedad y lograr un mejor vacío. Entonces se deja al sistema llegar a una presión menor que 10^{-5} Torr, lo cual toma unas cuatro horas si la cámara está limpia. Una vez que se cumple esto, el sistema está listo para iniciar el proceso de erosión. Si se requiere elipsometría, se procede a alinear el haz del elipsómetro y calibrarlo, para esto se debe desbloquear al sustrato durante este procedimiento. Ya que se concluye

el procedimiento anterior, se cuida que el sustrato en el que se hace el depósito esté obstruido para no contaminarlo durante el proceso de limpieza del blanco. El proceso de limpieza consiste en erosionar al blanco en atmósfera pura de Argón, utilizando los parámetros que se emplean para el depósito de la película a excepción del gas reactivo, es decir, introducir un flujo constante de argón de 5 sccm a la cámara y una corriente de descarga del magnetrón de 170mA. Se erosiona el blanco hasta que el voltaje de descarga y la presión de la cámara se establezcan sin variación. La estabilización de la presión se debe a que, las superficies de la cámara se van cubriendo de una película de zirconio que actúa como bomba *gettering* y tarda un tiempo en lograr su equilibrio. El voltaje de descarga se debe mayormente a la descontaminación del blanco, ya que como se encontró en la sección 3.2, este voltaje depende de la capa de compuesto formada en la superficie del blanco. El procedimiento de limpieza tarda de 5 a 10 minutos dependiendo de las condiciones del blanco y la cámara. Una vez limpio el blanco, sin interrumpir la descarga, se procede a seleccionar la consigna o valor de concentración de ZrO_2 que se desea en la película, y se espera a que el sistema logre la concentración deseada. Entonces se retira el obturador que cubre al sustrato y se inicia el depósito. Si se utiliza elipsometría es igual tiempo de iniciar la adquisición. Una vez que se cumple el tiempo de depósito, se detiene la fuente de CD y el control del depósito dejando únicamente el flujo de argón por un pequeño lapso.