

**Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de
Ensenada**

**División de Física Aplicada
Departamento de Electrónica y Telecomunicaciones**

**Supervisión del crecimiento de capas inhomogéneas y del gas de
fondo en ablación láser**

TESIS

**que para cubrir parcialmente los requisitos para obtener el
grado de Maestro en Ciencias**

Presenta:

Víctor Julián García Gradilla

Ensenada B.C., marzo de 2003

RESUMEN de la tesis de VÍCTOR JULIÁN GARCÍA GRADILLA presentada como requisito parcial para la obtención del grado de MAESTRO EN CIENCIAS en ELECTRÓNICA Y TELECOMUNICACIONES. Ensenada, B. C., marzo de 2003.

Supervisión del crecimiento de capas inhomogéneas y del gas de fondo en ablación láser

Aprobado por:

Dr. Enrique Mitrani Abenchuchan
Director de Tesis

Resumen.

La ablación láser, comúnmente conocida como PLD por sus siglas en inglés “pulsed laser deposition”, es una técnica empleada en el crecimiento de películas delgadas en presencia de gas de fondo.

En este trabajo se presentan el estudio, adaptación y modelado de la cámara de depósito del CCMC-UNAM. Incluye el desarrollo de la instrumentación electrónica para un sistema de supervisión y control que contempla el disparo del láser sobre un blanco de Si_3N_4 , el control de las presiones parciales de dos gases de fondo (O_2 y N_2) así como, con el auxilio de técnicas elipsométricas, la medición de las características físicas de la capa depositada sobre un sustrato de silicio.

Adicionalmente, se presentan y analizan los resultados de algunos depósitos realizados mediante este sistema que muestran su utilidad y repetibilidad.

Palabras clave: ablación láser (PLD), control de presiones parciales, películas delgadas, instrumentación electrónica.

Inhomogeneous Film Growth and Ambient Gas Supervision in Laser Ablation

Abstract.

Pulse laser deposition (PLD) is being used to prepare a wide variety of materials in thin film form. This work presents the CCMC-UNAM chamber study, adaptation and modeling, besides the electronics instrumentation development for supervision and control of a deposition system. The system will perform the laser triggering, two gases partial pressure control and the measurement of optical characteristics in the deposited film.

Additionally, in order to show the use and repeatability of the system, some deposits are analyzed and presented.

Key words: Pulsed laser deposition (PLD), two gases partial pressure control, thin films, electronics instrumentation.

Dedicatoria:

A Dios, Gracias...

Agradecimientos:

A los miembros del comité por su gran ayuda y apoyo:

Dr. Enrique Mitrani Abenchuchan.
Dr. Roberto Machorro Mejía.
Dr. Luis A. Márquez Martínez.
Dr. Horacio Soto Ortiz.
Dr. Salvador Zazueta Rubio.

Al Dr. Gerardo Soto por su apoyo técnico durante este trabajo.

A los miembros del personal académico del CCMC por su apoyo técnico y académico:

Dr. Jesús Antonio Díaz.
Dr. Wencel de la Cruz.
Dr. Enrique Sámano.
Dr. Jesús M. Siqueiros.
M. C. Eduardo Pérez Tijerina.
Ing. Pedro Casillas Figueroa.
Ing. Israel Gradilla Martínez.
M. C. Eloisa Aparicio.
Ing. Francisco Ruiz.

Al CONACYT por su apoyo económico durante la realización de este trabajo.

A mis Padres y hermanos:

Víctor García.
María Elena Gradilla.
Daniel García.
David García.

A mi futura esposa:

Karen M. Cázares Z.

Contenido:

Página

I. Introducción.....	1
II. Tecnología de depósito.....	2
II.1 Depósito por ablación láser.....	2
II.1.1 Modificación del blanco durante la irradiación acumulativa del láser.....	4
II.2 Análisis de películas.....	5
II.2.1 Elipsometría.....	5
II.3 Sistemas de vacío.....	7
II.3.1 Regiones de presión de la tecnología de vacío.....	7
II.3.2 Producción de vacío.....	11
Tipos de bombas.....	11
Evacuación de una cámara.....	14
II.3.3 Medición de bajas presiones.....	16
Sondas para medición directa de presión.....	17
Sondas utilizando medios indirectos de medición.....	18
Instrumentos de medición parcial.....	21
III. Sistema automático para depósito de películas delgadas.....	23
III.1 Antecedentes (depósitos de películas variando el gas de fondo).....	23
III.2 Descripción del sistema de ablación.....	25
III.3 Control automático de depósito.....	28
III.4 Descripción del sistema mecánico-neumático y las modificaciones realizadas.....	28
III.5 Descripción del sistema electrónico para el control de gases.....	31
III.6 Programa de control.....	33
IV. Modelo y control del sistema.....	37
IV.1 Modelo y control con un gas.....	37
IV.2 Control de presión de 2 gases.....	45
IV.3 Modelo con observadores.....	51
V. Pruebas y experimentos.....	60
V.1 Depósitos de películas delgadas multicapas.....	60
V.2 Depósitos de películas de capa sencilla.....	65
V.3 Otros depósitos multicapa.....	71
V.4 Análisis de la tasa de crecimiento de los depósitos.....	77
Conclusiones.....	81
Apéndices.....	84
A.1 Tarjeta de adquisición y control.....	84
A.2 Programa de control.....	86
Referencias.....	87

Lista de Figuras:

Página

Figura 1. (a) Foto de un depósito por ablación láser, del lado izquierdo se observa el blanco atacado por un láser y del lado derecho el sustrato recogiendo el flujo de material. (a) Cuatro etapas del calentamiento de una superficie debido a la irradiación por un láser.....	3
Figura 2: Curvas características de la velocidad de bombeo de una bomba turbomolecular.	12
Figura 3: Variación del índice de refracción y composición química de la película conforme se varía la presión de O ₂ durante un depósito por ablación láser.....	23
Figura 4: Concentración relativa de N/Si para el crecimiento de SiN _x por ablación láser a diferentes presiones del gas de N ₂	24
Figura 5: Sistema de ablación Láser.	25
Figura 6: Sistema de vacío original.	29
Figura 7: Sistema de vacío modificado.....	30
Figura 8: Sistema de ablación láser modificado.	32
Figura 9. Estructura del programa de control.	34
Figura 10: Respuesta al escalón normalizada de la cámara de ablación.....	37
Figura 11: Aproximación de un modelo de segundo orden de la cámara de depósito.	38
Figura 12: Respuesta al escalón simulada con control PI, ganancias K _p =0.39 y K _i =0.034.39	
Figura 13: Respuesta al escalón con control PI de la cámara de crecimiento.	40
Figura 14: Respuesta al escalón simulada con controlador PID, ganancias K _p =1.8 K _i =0.08 y K _d =4.	41
Figura 15: Respuesta al escalón con controlador PID de 0 a 10 mTorr simulado y medido.	42
Figura 16: Respuestas al escalón de 5 a 10 mTorr y de 10 a 5 mTorr medidos en la cámara de crecimiento.....	43
Figura 17: Respuesta a escalón de 10 a 1 mTorr medido en la cámara de crecimiento.	44
Figura 18: Estimador de presiones parciales.	46
Figura 19: Diagrama de control de 2 gases.....	47
Figura 20: Sistema de ablación modificado.....	48
Figura 21: Respuesta estimada en la cámara de crecimiento.....	49
Figura 22: Respuesta medida con espectrómetro de masas en la cámara de análisis.	50
Figura 23: Flujo de los controladores.	50
Figura 24: Respuestas al escalón de O ₂ en la cámara de crecimiento y modelado.....	52
Figura 25: Respuesta al escalón de N ₂ en la cámara de ablación y su modelado.	54
Figura 26: Estados x_1, \hat{x}_1 y x_2, \hat{x}_2 en la planta y el observador en respuesta al escalón unitario bajo simulación con Simnon.	56
Figura 27: Estados x_3, \hat{x}_3 y x_4, \hat{x}_4 en la planta y observador en respuesta al escalón unitario bajo simulación con Simnon.	57
Figura 28: Estados x_1, \hat{x}_1 y x_2, \hat{x}_2 en la planta y observador con condiciones iniciales distintas en respuesta al escalón bajo simulación con Simnon.	58

Figura 29: Concentración de SiO ₂ en los depósitos con blanco de Si ₃ N ₄ variando el gas de fondo.	62
Figura 30: Grosor de la película en los depósitos con blanco de Si ₃ N ₄ variando el gas de fondo.	62
Figura 31: Apariencia de un depósito por ablación láser con blanco de Si ₃ N ₄	64
Figura 32: Propiedades ópticas de la película del experimento 1 y su modelo de ajuste. ...	66
Figura 33: Comparación del espectro elipsométrico del experimento 1 (modelo) en tiempo final, con el 2 en los tiempos del experimento donde más se aproximan.	67
Figura 34: Comparación del espectro elipsométrico del experimento 1 (modelo) en tiempo final, con el 3 en los tiempos del experimento donde más se aproximan.	68
Figura 35: Variación del grosor en depósitos multicapa con energía de disparo del láser de 500mJ.	72
Figura 36: Histéresis en el depósito multicapas.....	73
Figura 37: Propiedades ópticas de dos depósitos multicapa en diferentes puntos de los mismos (análisis por elipsometría ex-situ).	75
Figura 38: Propiedades ópticas de 2 depósitos multicapa en diferentes puntos de los mismos (análisis por elipsometría ex-situ)	76
Figura 39: Tasa de depósito con diferentes energías del láser.	78
Figura 40: Tasa de depósito normalizada con diferentes energías del láser.	79
Figura 41. Diagrama de bloques de la tarjeta de adquisición y control.	84
Figura 42. Diagrama eléctrico de la tarjeta de adquisición y control.	85

Lista de tablas:

Página

Tabla I. Propiedades de los depósitos multicapa con presión ascendente por ablación láser (análisis por elipsometría in-situ).....	61
Tabla II. Depósitos de películas sencillas.	65
Tabla III. Propiedades de los experimentos de capa sencilla por elipsometría in-situ.	69
Tabla IV. Análisis de los depósitos en distintos puntos de la película por elipsometría ex-situ.....	70
Tabla V. Depósitos multicapa con perfil de presión descendente.	71

I. Introducción

Los materiales tienen propiedades especiales cuando son depositados en forma de películas delgadas. Dichos depósitos tienen aplicaciones relevantes en la ciencia y la tecnología.

La ablación láser, es una técnica de depósito de películas delgadas con la que cuenta el CCMC-UNAM. Se han realizado depósitos y estudios de materiales desarrollados por esta técnica en la que se encuentran características especiales cuando se crecen películas en atmósfera gaseosa, como la modificación de la estequiometría, las propiedades ópticas y otras características químicas y físicas.

Pero se tiene un gran problema para establecer atmósferas estables y repetibles de un experimento a otro, ya que se cuenta con un sistema con válvulas manuales para la inserción de los gases, en la que se necesita experiencia para lograr establecer una presión deseable durante el proceso de depósito debido a la dificultad de su ajuste, además de posibles variaciones de ésta debido a las perturbaciones.

Los usuarios han expresado el deseo de realizar depósitos donde puedan establecer una atmósfera deseada y controlable de manera automática, con la capacidad de utilizar mezclas de gases para hacer estudios de materiales en los que se presenten algunas características deseables y poderlos repetir.

El objetivo de este trabajo es el de lograr un sistema de depósito repetible, por lo que se presenta el desarrollo de un sistema de control de presiones parciales en la cámara de depósito del sistema de ablación láser de CCMC, esperando llegar a esa meta.

II. Tecnología de depósito

II.1 Depósito por ablación láser

La ablación láser o PLD por sus siglas en inglés (pulsed laser deposition) es una técnica de depósito que se utiliza para preparar una gran variedad de materiales en forma de películas delgadas (Saenger, 1994). En la configuración más básica de un PLD, el flujo de material por depositar es generado irradiando un blanco de algún material con un haz de un láser de alta intensidad, y la película crece al coleccionar este flujo sobre un sustrato (ver figura 1 a). Este flujo de material es frecuentemente modificado y/o suplementado por la presencia de gas de fondo y/o plasma.

Un láser de excímero, usualmente de 248 nm, incide sobre un blanco de cualquier material, en donde el blanco y el sustrato pueden ser precalentados (Brannon, 1993). En general, el proceso de depósito es realizado en una cámara sellada para permitir condiciones de vacío y la inserción de algún gas a baja presión que pueda ayudar a la formación de la película. El haz del láser antes de entrar a la cámara, pasa a través de una lente que lo enfoca sobre el blanco. Para crear flujos grandes de material evaporado se utilizan densidades de energía del láser en el intervalo de uno a varios Joules/cm² sobre el blanco, y frecuencias de disparo de hasta 100 Hz. La distancia sustrato-blanco puede variar de 2 a 30 cm.

El fenómeno físico empieza cuando un pulso de láser intenso incide sobre la superficie del blanco, ésta absorbe el pulso energético provocando el calentamiento, fundido y evaporación del material (ver figura 1 b). Como el láser continúa calentando esta

superficie, también se produce un plasma. La formación del plasma y su expansión dan origen a especies con energía cinética alta, ionizadas y neutras que juegan un papel importante en el crecimiento de las películas delgadas, refiriéndose por especies a partículas, átomos, moléculas y cúmulos. La estequiometría y las propiedades físicas de las películas dependen altamente de la naturaleza y la energía de las especies que interactúan con el sustrato y la película en crecimiento.

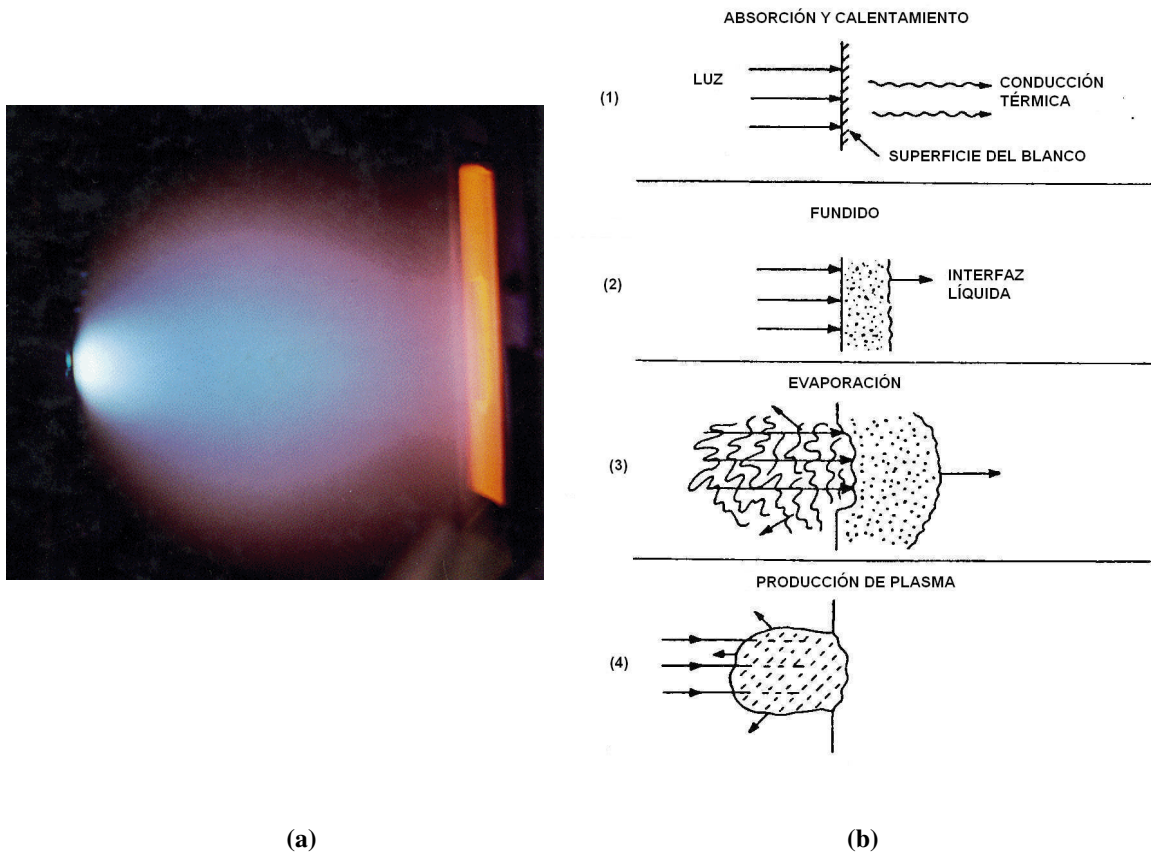


Figura 1. (a) Foto de un depósito por ablación láser, del lado izquierdo se observa el blanco atacado por un láser y del lado derecho el sustrato recogiendo el flujo de material. (a) Cuatro etapas del calentamiento de una superficie debido a la irradiación por un láser.

Un aspecto importante del PLD es la no uniformidad del espesor en el crecimiento de la película sobre la extensión lateral del sustrato. Debido a la naturaleza de la pluma de ablación, hay una no uniformidad inherente en la manera que se deposita el material sobre el sustrato, obteniendo un perfil espacial de depósito en forma de “una curva gaussiana”, con la región central de la película depositada más gruesa que en las orillas.

El gas de fondo durante el proceso de ablación láser, atenúa y termaliza la pluma, cambiando parámetros importantes del crecimiento de la película tales como la distribución espacial y la tasa de depósito (Geohegan, 1994). Además, la presencia de gas reactivo provoca la formación de moléculas o grupos de átomos que pueden ayudar a la incorporación del gas en la película que se crece, tal como la formación de YO de la ablación de Y en gas O₂.

II.1.1 Modificación del blanco durante la irradiación acumulativa del láser

La ablación láser es frecuentemente descrita como un proceso de tres etapas, la evaporización de algún material (blanco), el transporte del vapor de material en forma de pluma y el crecimiento de la película en un sustrato. Estos pasos son repetidos miles de veces durante un depósito, si cada pulso del láser incidiera sobre una superficie virgen del blanco o si el blanco se mantuviera invariante después de cada disparo, estos tres pasos proveerían una descripción completa del proceso de ablación.

Sin embargo, los pulsos del láser rara vez remueven material de una manera limpia y ordenada capa por capa. En su lugar, las superficies irradiadas por el láser sufren cambios

físicos y químicos (Foltyn, 1994). Se producen cambios en la morfología del blanco en forma de ondas y rizos periódicos. Además, los blancos de materiales compuestos al ser expuestos al láser dejan una superficie con composición muy diferente a la original. El efecto neto de estos cambios es que en cierto punto durante el depósito, la superficie irradiada del blanco mantiene poco parecido a la que tenía al inicio del depósito.

II.2 Análisis de películas

II.2.1 Elipsometría

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 CCMC), 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 Senkrech a la componente perpendicular),

$$\rho = \frac{R_p}{R_s} = \tan(\psi)e^{i\Delta} \quad (1)$$

$$R_p = \frac{E_{rp}}{E_{ip}} = |R_p|e^{i\Delta_{Rp}} \quad (2)$$

$$R_s = \frac{E_{rs}}{E_{is}} = |R_s|e^{i\Delta_{Rs}} \quad (3)$$

$$\Delta = \Delta_{Rp} - \Delta_{Rs} \quad (4)$$

$$\tan(\psi) = \frac{|R_p|}{|R_s|} \quad (5)$$

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 exceptuando 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.

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, visible e 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 ~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 inverso de modelado de datos para estimar los parámetros del modelo que mejor ajusten los datos medidos.

II.3 Sistemas de vacío

II.3.1 Regiones de presión de la tecnología de vacío

Cuando la presión de un gas cambia, también cambian algunas características de su comportamiento. Estos cambios determinan frecuentemente las condiciones requeridas

para un experimento. Es usual subdividir el vacío en regiones (Wilson, 1997), donde el comportamiento del gas tenga características parecidas. Las subdivisiones son en general,

- i) Bajo vacío 1000 – 1 mbar.
- ii) Vacío medio 1 – 10^{-3} mbar.
- iii) Alto vacío 10^{-3} – 10^{-7} mbar.
- iv) Ultra-alto vacío 10^{-7} mbar y hacia abajo.

Los límites de estas divisiones son algo arbitrarias. Las características que cambian más notablemente entre estas regiones es el tipo de flujo del gas.

En la zona de bajo vacío prevalece el flujo viscoso. Aquí la interacción entre partículas determina el tipo de flujo, es decir, la viscosidad de los flujos de material juegan un papel dominante. Si aparece un movimiento “vórtice” en la corriente del flujo, entonces se le conoce como flujo turbulento. Sin embargo, si varias capas del medio que fluye se deslizan unas sobre otras, se le conoce como flujo laminar. El criterio que se toma para determinar un flujo viscoso, es que el camino libre medio de las partículas λ , es más pequeño que el diámetro d del tubo conductor, es decir, $\lambda < d$.

En las regiones del alto y ultra-alto vacío, las partículas se pueden mover libremente sin ninguna interacción entre ellas, siendo el flujo molecular el que domina. El criterio que se toma para este flujo, es que el camino libre medio de las partículas es más grande que el tubo conductor, $\lambda > d$.

En la región de vacío medio hay una transición entre el flujo viscoso y el flujo molecular. Para esta clase de flujo el camino libre medio es del mismo orden del tubo conductor, $\lambda \sim d$.

Hay que tener en mente como es el comportamiento de los gases a nivel molecular en las diferentes zonas de presión. En la región de flujo viscoso, la dirección del movimiento de la mayoría de las moléculas es la misma que la del flujo macroscópico. Las partículas que forman el gas están densamente acomodadas y colisionarán unas con otras más frecuentemente que con los límites del recipiente. En cambio, en la región de flujo molecular, las colisiones de las partículas con las paredes del recipiente son las que dominan. Como resultado de las reflexiones en las paredes y la desorción de partículas de gas en el alto vacío, las partículas de gas en las paredes del recipiente pueden tener cualquier dirección aleatoria, es incorrecto pensar en un caudal de gas en el sentido macroscópico. Es por esto que en la región de flujo molecular, la conductancia del sistema de bombeo depende de su geometría, ya que las partículas llegan a las aperturas aleatoriamente.

Los diferentes tipos de flujo nos permite diferenciar entre las zonas de bajo, medio y alto vacío. Para distinguir entre el alto y el ultra-alto vacío, se requiere de la introducción del parámetro llamado tiempo de monocapa τ , que se definirá a continuación. En las zonas de alto y ultra-alto vacío, la naturaleza de las paredes del contenedor es de mayor importancia: a presiones por debajo de 10^{-3} mbar hay más moléculas en la superficie del recipiente que en el espacio restante. Es entonces un parámetro importante en la caracterización de esta zona de presión, el considerar el tiempo que se toma en formar una capa atómica o capa molecular sencilla, también llamada monocapa, en una superficie sin gas adherido en un ambiente de vacío. El valor de este tiempo es calculado suponiendo que cada partícula que invade la superficie se queda unida a ella. El tiempo de monocapa está

relacionado al número de partículas que inciden sobre una unidad de superficie por unidad de tiempo, también llamada tasa de impacto Z_A . En un gas en estado estático la tasa de impacto está relacionado a la densidad de partículas n y la velocidad media de la partícula $\langle c \rangle$,

$$Z_A = n\langle c \rangle / 4 \quad (6)$$

Si una superficie tiene un número de lugares libres por unidad de superficie a , entonces el tiempo de vida de la monocapa τ está dado por,

$$\tau = a/Z_A = 4a/(n\langle c \rangle) \quad (7)$$

Suponiendo entonces que la monocapa es absorbida en la pared interior de una esfera de 1 litro de volumen que fue evacuada, entonces la razón del número de partículas absorbidas contra el número de partículas libres en el espacio es,

Presión	Razón de partículas absorbidas/libres
A 1 mbar	10^{-2}
A 10^{-6} mbar	10^4
A 10^{-11} mbar	10^9

Utilizando esta información y concepto de tiempo de monocapa, se puede entender la existencia del límite entre alto y ultra-alto vacío. En la región de alto vacío el tiempo de monocapa es de fracciones de segundo, mientras que en el ultra-alto vacío es del orden de minuto u horas.

II.3.2 Producción de vacío

Tipos de bombas

El propósito de una bomba de vacío es la de reducir la densidad de partículas de gas, y así la presión en un recipiente (Wilson, 1997). Las bombas de vacío se dividen en 2 tipos:

- i) Aquellas que remueven las partículas de gas del volumen bombeado y las envían a la atmósfera en una o más etapas de compresión. Éstas son llamadas bombas de compresión o de transferencia de gas.
- ii) Y aquellas que condensan o adhieren químicamente a una pared las partículas por ser removidas. Éstas son llamadas bombas de confinamiento.

Bomba rotatoria. La bomba rotatoria es una de las más comunes encontrada en la tecnología de vacío. Éstas son bombas mecánicas que pertenecen al grupo de compresión, que operan aumentando y disminuyendo periódicamente el volumen de su cámara. La aplicación principal de las bombas rotatorias es en las regiones de bajo y medio vacío, o como bombas de respaldo para remover el gas comprimido por bombas de alto vacío.

Bomba turbomolecular. Es probablemente la bomba más utilizada para lograr presiones en la región de alto y ultra-alto. Ésta pertenece al grupo de bombas de compresión, las que transportan al gas de una zona de baja presión a una de alta presión manteniendo el volumen de la cámara constante. El principio de operación de las bombas moleculares se conoce bien desde 1913 y depende del hecho de que las partículas por remover recibirán un impulso en la dirección de flujo requerida, a través de la superficie de

un rotor moviéndose rápidamente. Las primeras bombas moleculares que usaban navajas en forma de disco en el rotor eran altamente propensas a fallas mecánicas. Más recientemente las navajas del rotor han sido construidas en forma de turbina, lo que facilita su construcción y mejora su confiabilidad.

En la figura 2 se muestran las características de velocidad de bombeo de una bomba turbomolecular. La velocidad de bombeo es constante durante un intervalo grande de trabajo. Sin embargo, decrece a presiones de entrada mayores que 10^{-2} mbar (~ 7.6 mTorr), donde toma lugar la transición entre flujo molecular y flujo laminar viscoso. Aunque una bomba turbomolecular respaldada por una bomba rotatoria puede bombear una cámara directamente de presión atmosférica, ésta operará forzada debido a la naturaleza viscosa del gas, por lo que sólo puede ser expuesta a estas presiones por un período corto de tiempo.

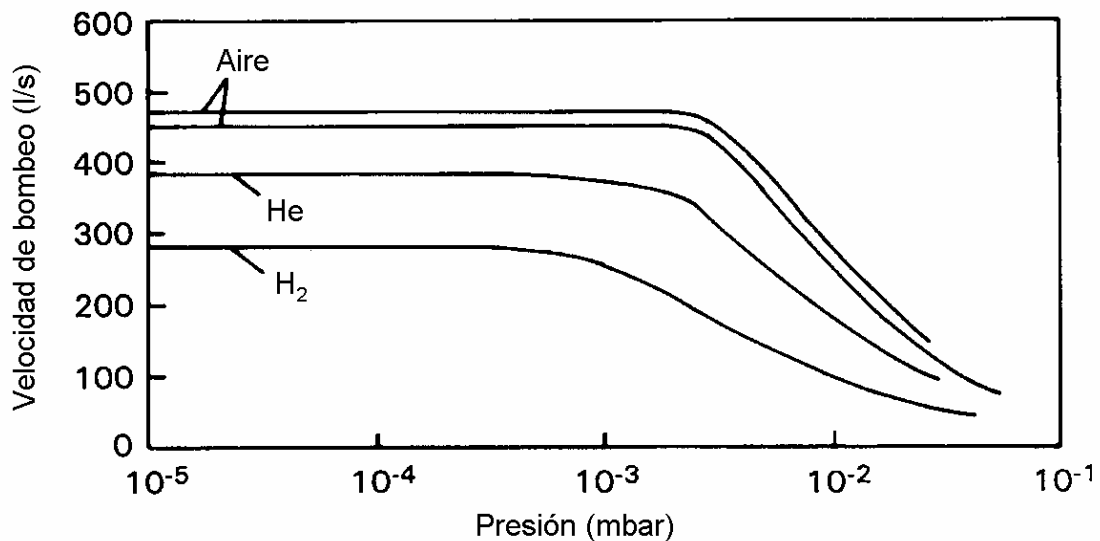


Figura 2: Curvas características de la velocidad de bombeo de una bomba turbomolecular.

La figura 2 también muestra que la velocidad de bombeo depende mucho del tipo de gas. Debido a su alta velocidad de bombeo para moléculas de hidrocarburos de gran masa, la bomba turbomolecular puede ser instalada directamente a una cámara de vacío sin necesidad de “baffles” enfriadores o trampas. Sin embargo, cuando estas bombas son apagadas deben ventilarse a la atmósfera, o el aceite de ésta y el de la de respaldo se succionarán hacia el sistema de vacío. Si la ventilación falla durante el apagado o no opera correctamente, los vapores de aceite pueden entrar en la cámara de vacío. Para impedir este problema, normalmente se utilizan válvulas entre la bomba y la cámara, permitiendo la ventilación independiente de la cámara.

Bomba de difusión. Es otro tipo de bomba utilizada para lograr alto y ultra-alto vacío, aunque ésta ha sido rebasada en años recientes por la turbomolecular. Está clasificada dentro de las bombas de confinamiento, donde la acción de bombeo es debida a la difusión de los gases en un fluido de partículas de alta velocidad. En estas bombas, las moléculas de gas son removidas del recipiente en un flujo de alta velocidad, más comúnmente en forma de vapor (lo más típico es aceite o mercurio). Este transporta el gas en la dirección de bombeo por impacto, de allí el gas bombeado es enviado a un espacio de mayor presión. El fluido sale por una boquilla en forma de vapor, y se condensa en las paredes exteriores de la bomba que se encuentran frías.

Bomba criogénica. es una bomba de adsorción utilizada frecuentemente en sistemas de depósito MBE (*molecular beam epitaxy*) o de implante iónico y en sistemas de análisis de superficies. Éstas consisten de una superficie enfriada a temperaturas por debajo de 120 °K tal que los gases y vapores se condensen o adhieran a esta superficie.

Un tipo de bomba criogénica es una trampa de vapor enfriada con nitrógeno líquido combinada con una bomba de difusión de aceite. Si se utiliza un medio enfriador o puntos de ebullición más bajos, por ejemplo, helio líquido con un punto de ebullición de 4.2 °K, entonces se pueden bombear los gases como O₂, N₂ y H₂. Para utilizar estas bombas en las regiones de alto y ultra-alto vacío, las superficies se deben enfriar por debajo de 20 °K. Si se requiere una presión de 10⁻⁹ bar, entonces se necesitan temperaturas por debajo de 20 °K para sacar gases como el aire, O₂ y N₂; sin embargo, para gases como Ne y He, se necesitan temperaturas más bajas que sólo se obtienen con helio líquido. El hidrógeno es de particular interés, éste constituye la mayor parte del gas residual en sistemas de alto y ultra-alto vacío, ya que es muy difícil de condensar porque requiere temperaturas de 3.5 °K. Entonces se necesita otro mecanismo para remover hidrógeno de un sistema.

Un mecanismo utilizado para condensado de gases difíciles es el atrapado criogénico. Aquí un gas que es condensable fácilmente es metido en el sistema tal que se produzca una mezcla de gases. Los gases que se utilizan típicamente son Ar, CO₂, CH₄, NH₃ y otros hidrocarburos más pesados. Las mezclas condensadas producidas tienen presiones de vapor de varios órdenes de magnitud más bajas que las del hidrógeno puro. Este mecanismo se presenta automáticamente cuando se bombea en forma criogénica cualquier mezcla de gases y no está limitado al bombeo de hidrógeno.

Evacuación de una cámara

Una de las primeras consideraciones cuando se diseña un sistema de bombeo es el tamaño de la bomba (Wilson, 1997). Si se escoge una bomba muy grande se desperdicia dinero y si se escoge muy pequeña no se alcanzarán las condiciones necesarias para el

experimento. Surgen básicamente 2 preguntas cuando se escoge el tamaño del sistema de bombeo,

- i) ¿Qué tan grande debe ser la velocidad de bombeo efectiva del sistema para que la presión disminuya a un valor deseado en un tiempo dado?
- ii) ¿Qué tan grande debe ser la velocidad de bombeo para que los gases liberados en el sistema de vacío en operación puedan ser bombeados suficientemente rápido para que la presión requerida no sea excedida?

Esto nos lleva a la idea de la velocidad de bombeo efectiva, S_{ef} , del sistema. Ésta es entendida como la velocidad de bombeo de todo el arreglo de bombas que prevalece realmente en la cámara, tomando en cuenta las conductancias de las componentes entre la bomba y la cámara; por ejemplo, válvulas, aperturas de baffles, trampas frías, etc. Si las conductancias de estas componentes son conocidas al igual que la velocidad real de la bomba (refiriéndose a ésta como la velocidad de bombeo nominal, S), entonces la velocidad de bombeo efectiva se puede determinar con la fórmula,

$$\frac{1}{S_{ef}} = \frac{1}{S} + \frac{1}{C} \quad (8)$$

donde C = la conductancia de flujo total de la tubería entre la bomba y la cámara de vacío. Ésta puede ser subdividida en componentes individuales de conductancia como,

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_3} + \dots + \frac{1}{C_N} \quad (9)$$

las conductancias de tubos sencillos puede ser calculada en diferentes regiones de presión, pero las conductancias de componentes geoméricamente más complicadas como trampas frías, dobleces, válvulas y baffles son usualmente calculadas experimentalmente.

II.3.3 Medición de bajas presiones

En la tecnología moderna de vacío, la medición de presión debe cubrir un intervalo amplio de presiones (Wilson, 1997), típicamente de 16 órdenes de magnitud desde 10^3 mbar hasta 10^{-13} mbar (750 Torr a 7.5×10^{-14} Torr respectivamente). Es complicado físicamente construir una sonda que mida sobre todo este intervalo. Por esto han sido desarrolladas una serie de sondas para trabajar en intervalos de unos cuantos órdenes de magnitud.

Los tipos de sondas caen dentro de 2 categorías: aquellas que miden la presión directamente, esto es que miden la presión de acuerdo a la definición como una fuerza que actúa sobre una unidad de área, y aquellas que la miden indirectamente en función de una propiedad dependiente de la presión en el gas (por ejemplo, la conductividad térmica, la probabilidad de ionización, la conductividad eléctrica). Sólo en el caso de medición directa o absoluta de presión, la lectura es independiente de la naturaleza del gas, sin embargo será dependiente de la temperatura. En el caso de mediciones indirectas de presión las propiedades medidas son invariablemente dependientes de la masa molar del gas así como la presión. Consecuentemente tal medición de presión será dependiente de la naturaleza del gas. En tales sondas, la presión siempre es calibrada con aire o nitrógeno como gas de prueba. Para los demás gases se deben utilizar factores de corrección.

Sondas para medición directa de presión

Las sondas para medición directa de presión operan con principios mecánicos, midiendo la fuerza que ejercen las partículas del gas sobre una superficie (Wilson, 1997), normalmente midiendo el desplazamiento de una interfaz (ya sea sólida o líquida) entre una región de presión por medir y una a cierta presión de referencia, por ejemplo, la atmosférica.

Una categoría de sondas mecánicas de vacío son las sondas de diafragma, siendo la más conocida de éstas el barómetro. Ésta contiene una cápsula de pared delgada hecha de una aleación de cobre-berilio herméticamente sellada, evacuada a una presión de referencia. La parte externa de la cápsula es comunicada al recipiente donde se requiere medir la presión, y cuando la presión se reduce el diafragma se mueve hacia afuera. Este movimiento es transferido por una palanca a un apuntador que indica la presión sobre una escala lineal, la medición debido a la referencia de presión sellada es independiente de la presión atmosférica. Este tipo de sondas miden de presión atmosférica (10^3 mbar) a unos cuantos mbar con una exactitud de ± 10 mbar. Si se requieren mediciones exactas con un intervalo por debajo de los 50 mbar, es conveniente utilizar una sonda evacuada a presión de referencia menor que 10^{-3} mbar. Tal sonda medirá presiones en el intervalo de 1-100 mbar con una exactitud de 0.3 mbar. El problema de este tipo de sondas es su sensibilidad a la vibración.

La medición directa de presión es raramente utilizada en instrumentación para análisis de superficies; sin embargo, este tipo de mediciones es utilizada para calibrar otras sondas

donde se necesita gran exactitud en regiones de bajo vacío, por ejemplo, cuando se mezclan gases antes de meterlos a la cámara de vacío.

Sondas utilizando medios indirectos de medición

Todas las sondas que miden la presión indirectamente, realizan mediciones de naturaleza eléctrica sobre el gas y las convierten a presión (Wilson, 1997). El aparato consiste de una cabeza conectada al sistema de vacío y una unidad de control casi siempre alejada de la cabeza.

Uno de los tipos de sonda más comunes utilizados en tecnología de vacío es la sonda de vacío de conductividad térmica o de Pirani. Estas sondas utilizan la variación del camino libre medio (una función de la densidad del número de partículas) y la correspondiente variación en conductividad térmica del gas para monitorear la presión del gas. Estas sondas son utilizadas ampliamente para medición de presión en la región de 1 a 10^{-3} mbar (750-0.75 mTorr).

La cabeza de una sonda Pirani tiene un filamento sensor que está expuesto a la cámara de vacío. Una corriente fluye por el filamento y produce calor. Este calor puede ser disipado del filamento por radiación o por transferencia de calor al gas circundante. En la región de bajo vacío, la razón de calor disipado debido a convección es casi independiente de la presión. Sin embargo, en el alto vacío, cuando el camino libre medio de las moléculas de gas se vuelven del orden del diámetro del filamento, la convección del calor disipado se vuelve fuertemente dependiente de la presión. Esto continúa hasta que la presión llega a $\sim 10^{-3}$ mbar (0.75 mTorr), donde el proceso de transferencia de calor dominante es la radiación, la cual es independiente de la presión.

En la práctica hay 2 métodos utilizados para medir la presión de esta manera; aquellos en los cuales el filamento sensor varía su resistencia y en los que se mantiene constante. En el primer caso el filamento en la cabeza de la sonda forma una rama del circuito con configuración conocida como puente de Wheatstone. Cuando la razón de transferencia de calor cambia, también lo hace la temperatura del filamento, por ejemplo, si la presión aumenta, la razón de transferencia de calor aumentará, la temperatura del filamento disminuirá al igual que su resistencia, por lo que el puente entrará en desbalance. La corriente del puente sirve como medida de presión que es indicada en un medidor. En una segunda aproximación, el filamento sensor es también parte de un puente de Wheatstone, sin embargo en este caso el voltaje aplicado al filamento es regulado para mantener la resistencia (y temperatura) del filamento constante y el puente siempre balanceado. Entonces, cuando la presión cambia, el voltaje aplicado debe cambiar para compensar la variación de la transferencia de calor. En este caso el voltaje aplicado es la medida de presión.

Las sondas más comunes para medir presión en regiones de alto-ultra alto vacío son las de ionización. Éstas miden la presión en términos de la densidad del número de moléculas del gas. Una parte de los átomos o moléculas del gas son ionizados por impacto de electrones y los iones positivos producidos son colectados por un electrodo, la corriente resultante es medida. Hay dos tipos básicos de sondas distinguibles por el método de generación de electrones ionizantes.

En la cabeza de la sonda llamada de cátodo frío o sonda Penning hay 2 electrodos: el cátodo y el ánodo, entre los cuales una descarga auto-sostenida es excitada aplicando un

voltaje continuo de cerca de 2kV a través de los electrodos. La descarga es sostenida aplicando un fuerte campo magnético perpendicular a las líneas de campo eléctrico tal que los electrones en la descarga tienen caminos espirales largos y subsecuentemente alta probabilidad de colisión con las partículas del gas. Los iones positivos generados en la descarga viajarán al cátodo y la presión será medida monitoreando la corriente de descarga generada misma que es indicada en un medidor. Como la sección transversal de ionización es función de los tipos de gas que se ionizan, la lectura de presión será dependiente del gas. Hay un límite superior en la región de medición de $\sim 10^{-2}$ mbar para este tipo de sondas, esto es debido a que a presiones más altas se presentan descargas parásitas en la cabeza de la sonda y en esta región la corriente de descarga será mucho menos dependiente de la presión.

Por otro lado las sondas de ionización de cátodo caliente son las más comúnmente encontradas en tecnología de superficies, ya que son las únicas sondas comerciales para medición en ultra-alto vacío. Estas sondas utilizan un cátodo caliente (o filamento) como fuente de electrones ionizantes. En la cabeza de la sonda hay tres electrodos: el cátodo o filamento, el ánodo y el colector de iones. Cuando el filamento es calentado pasando una corriente sobre éste, desprenderá una gran cantidad de electrones por emisión térmica. Los electrones son acelerados en un campo eléctrico entre el cátodo y el ánodo. El ánodo en forma de rejilla hace que gran parte de los electrones emitidos pasen a través de éste. Los potenciales eléctricos aplicados al ánodo y el cátodo son tales que los electrones tienen suficiente energía para ionizar las partículas de gas del sistema en colisión. Las partículas de gas que son ionizadas en el lado lejano del ánodo desde el filamento serán atraídas hacia

el colector de iones que está a un potencial negativo con respecto al ánodo. Esta corriente de iones es proporcional a la densidad de número de partículas en el sistema y es expresada como una presión. La abundancia de electrones del filamento quiere decir que no necesita campo magnético, entonces el encapsulado de electrodos se puede instalar directamente en la cámara de vacío.

A excepción del caso de cabezas de sondas especialmente diseñadas, el límite superior de las mediciones de vacío de las sondas de cátodo caliente es de $\sim 10^{-2}$ mbar, por arriba de estas presiones se dan descargas en forma de flama en la región de los electrodos, resultando en la ruptura del filamento, y el límite inferior de esta sonda es $\sim 10^{-12}$ mbar.

Instrumentos de medición parcial

En diversos procesos de vacío es importante saber la composición del gas o la mezcla, es decir, la presión parcial de los gases en el sistema. Los gases pueden ser distinguidos unos de otros por sus masas moleculares (Wilson, 1997). Entonces un dispositivo de medición parcial de presión es un analizador sensible a la masa.

Un sistema típico de medición parcial de presión consta normalmente de 3 componentes:

- 1) Una fuente de iones donde las partículas del gas son ionizadas para ser analizadas y detectadas en masa.
- 2) Un sistema de separación de iones para que los iones de diferentes masas puedan ser distinguibles fácilmente.
- 3) Un colector de iones para medir la corriente de iones en cada masa.

Estos dispositivos toman comúnmente forma de un pequeño filtro de masa en forma de cuadripolo con una fuente de iones de cátodo caliente y un detector. Cuando se necesita mayor sensibilidad se utiliza un detector multiplicador de electrones. El analizador de masa opera en el intervalo de hasta 100 u.m.a. (unidades de masa atómica) y no más de 300 u.m.a. con una resolución de picos de 1 u.m.a.

La salida de estos dispositivos es mostrada en forma de un histograma representando una medida de corriente de iones colectada o un equivalente cuando el analizador barre sobre el intervalo de masas deseado. En la interpretación de este espectro, debe tomarse en cuenta que gases de diferentes especies pueden tener diferentes probabilidades de detección. Esto es debido a las diferentes probabilidades de ionización y a las variaciones en la transmisión del analizador de masas como función de la masa, y en el caso del multiplicador de electrones a la detectabilidad como función de la masa.

III. Sistema automático para depósito de películas delgadas

III.1 Antecedentes (depósitos de películas variando el gas de fondo)

Se han depositado películas inhomogéneas de SiO_xN_y por ablación láser de un blanco de Si_3N_4 en un ambiente de oxígeno (Machorro et al., 2000). El índice de refracción del material depositado puede alcanzar valores de 1.47 (SiO_2) a 2.3 (Si_3N_4) para una longitud de onda de 497nm, dependiendo de la presión de oxígeno en la cámara de ablación durante el depósito (ver figura 3).

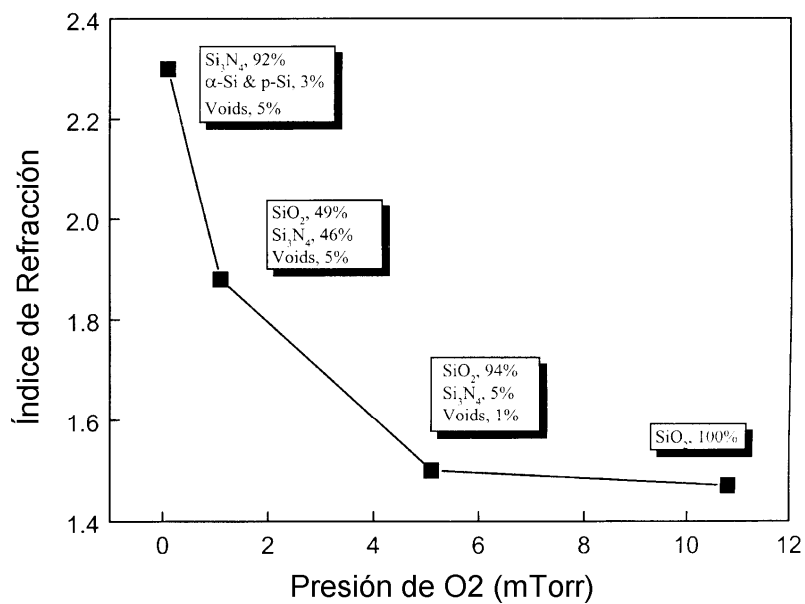


Figura 3: Variación del índice de refracción y composición química de la película conforme se varía la presión de O_2 durante un depósito por ablación láser.

También es posible variar la estequiometría del SiN_x (ver figura 4), cuando un blanco de Si_3N_4 es sinterizado en atmósferas de N_2 por la misma técnica de ablación láser (Samano et al., 1998).

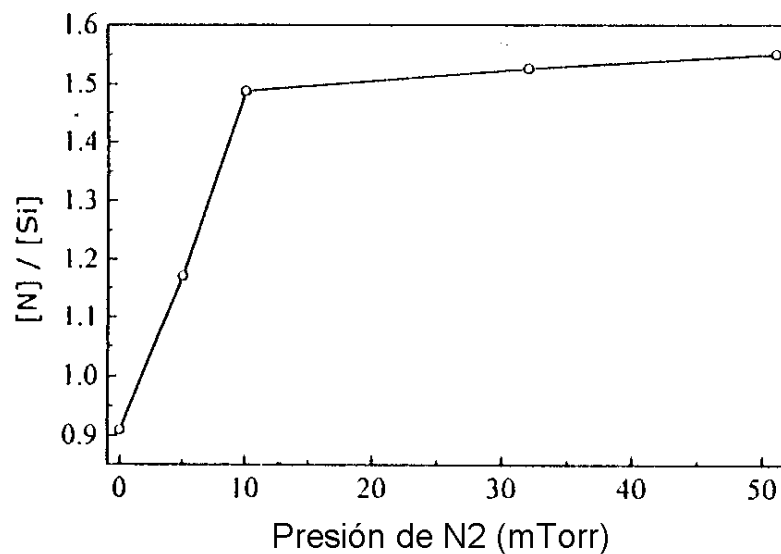


Figura 4: Concentración relativa de N/Si para el crecimiento de SiN_x por ablación láser a diferentes presiones del gas de N_2 .

Una variación continua en la composición de la película produce variaciones de sus propiedades eléctricas, mecánicas y ópticas, que pueden usarse en diversas ramas de la física y la tecnología. Una aplicación puede ser en la óptica, ya que variando el índice de refracción de la película suave y gradualmente durante su crecimiento se pueden construir filtros ópticos con características deseadas. Sin embargo, las películas con una composición variable son muy difíciles de preparar ya que requieren de un control y monitoreo preciso durante su crecimiento (Machorro et al., 2000).

En nuestro caso, necesitamos de un sistema de control para mantener una atmósfera estable, o tener una presión controlada para obtener procesos de depósito repetibles y poder así caracterizar un proceso en función de la presión con otra serie de parámetros fijos, y obtener películas con índice de refracción o estequiometría variable de una manera reproducible.

III.2 Descripción del sistema de ablación

El CCMC-UNAM cuenta con un sistema de ablación láser para el depósito de películas delgadas (ver figura 5), constituido principalmente por los componentes descritos a continuación.

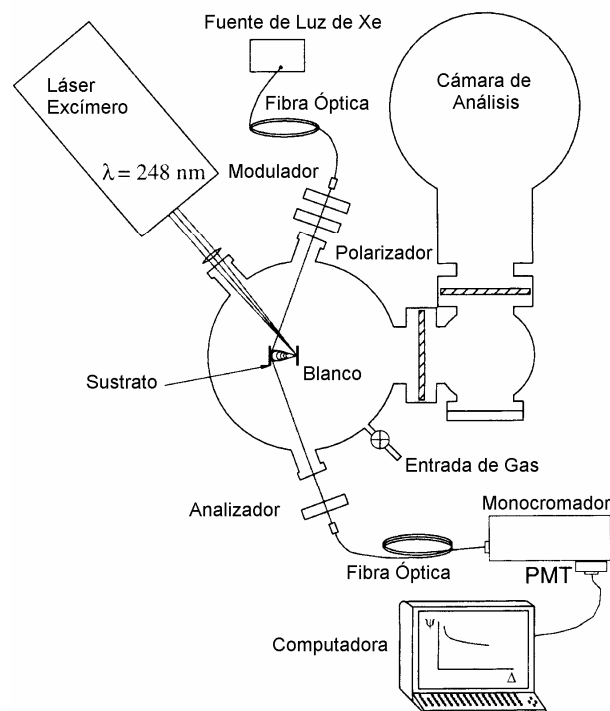


Figura 5: Sistema de ablación Láser.

- Tres cámaras para ultra-alto vacío interconectadas entre sí por válvulas de compuerta. Cada cámara cuenta con una bomba de ionización para mantener el ultra-alto vacío. También se cuenta con una bomba turbomolecular respaldada por una bomba mecánica para operar desde la presión atmosférica hasta el alto vacío ($760\text{-}10^{-9}$ torr).

Para desplazar las muestras entre las cámaras se tiene un sistema de varillas al alto vacío movidas por imanes externos de gran fuerza.

Cámara de introducción. A través de esta cámara se introducen muestras, sustratos o blancos. Ésta opera de presión atmosférica, al momento de introducir los blancos y se evacua al alto vacío. Una vez conseguido el alto vacío, se puede comunicar con las otras cámaras para mandar las muestras hacia éstas, de esta manera se disminuye en gran medida la contaminación.

Cámara de análisis. En esta cámara se pueden realizar análisis de XPS y AES (espectroscopía de rayos X y espectroscopía de electrones Auger respectivamente). Esta cuenta con un manipulador para 2 porta muestras y una varilla para moverlos. Esta cámara cuenta además con un analizador de gases residuales (RGA) marca balzer modelo QMG 112, basado en un cuadripolo con capacidad de detectar masas de 0.5 a 200 u.m.a., y sensibilidad para medir presiones hasta de 5×10^{-14} mbar (3.8×10^{-14} Torr), este instrumento es de suma importancia ya que permite conocer las presiones parciales de los gases.

Cámara de crecimiento. En esta cámara se realizan los depósitos por medio de un láser pulsado. Cuenta con una ventana de cuarzo transparente al UV (región de la longitud de onda del láser). También tiene un par de ventanas de cuarzo de baja

birrefringencia, ideales para la instalación de un elipsómetro, ya que afectan muy poco el estado de polarización de la luz.

Los blancos se encuentran en un manipulador en forma de carrusel para la rápida elección de uno. La cámara tiene un sujetador de portasustrato que puede tener movimiento giratorio si se desea mayor uniformidad del depósito. Éste cuenta con un cubresustrato para evitar su contaminación durante la limpieza del blanco.

- Un láser pulsado de alta potencia fabricado por Lambda Physik modelo LPX210i ($E=700\text{mJ}$ $T=25\text{ns}$ $\lambda=248\text{nm}$), para la devastación de blancos.

-Varios manómetros para la medición de presión, uno de cátodo caliente en cada cámara para medición de alto y ultra alto vacío (10^{-5} a 10^{-12} Torr). Y una sonda Pirani en la cámara de crecimiento para medir en el rango de 100 a 0.1 mTorr.

-Un elipsómetro in-situ para medir propiedades del depósito, por ejemplo se puede medir indirectamente el índice de refracción, absorción, etc. Este instrumento es del tipo de analizador rotatorio que mide múltiples longitudes de onda, modelo M-44 de J.A. Woollam, que cubre un intervalo de 270 a 760 nm.

-Un espectrofotómetro in-situ de diseño del departamento de propiedades ópticas del CCMC-UNAM que cubre el intervalo de 180-850 nm y cuenta con una cámara CCD intensificada modelo DH523 de Andor, utilizada para exposiciones muy cortas ~ 50 ns, con el que se puede medir la evolución espacial y temporal del plasma de ablación.

III.3 Control automático de depósito

Por los motivos expuestos en los párrafos anteriores, resulta evidente la conveniencia de realizar películas con condiciones de presión controladas en la cámara de crecimiento para poder analizar y reproducir capas con mayor precisión. Para esto se necesita un sistema de control de depósito donde se pueda:

- Fijar presiones parciales de un par de gases y mantenerlas a pesar de las perturbaciones durante el depósito.
- Variar presiones durante el depósito para cambiar las propiedades del mismo con un perfil dado.
- Controlar el tiempo de depósito y la tasa de disparo del láser.

Con esto se busca hacer películas repetibles, además de aumentar la velocidad y precisión del proceso.

III.4 Descripción del sistema mecánico-neumático y las modificaciones realizadas

El sistema mecánico-neumático cuenta con un conjunto de cámaras de vacío hechas de acero inoxidable, intercomunicadas por medio de válvulas de cortina para alto vacío.

Para evacuar la cámara de crecimiento en el intervalo 10^3 - 10^{-7} Torr era necesario comunicar la cámara de crecimiento con la de introducción, evacuando a través de la última con una bomba turbomolecular, teniendo el volumen de estas 2 cámaras por evacuar (ver figura 6).

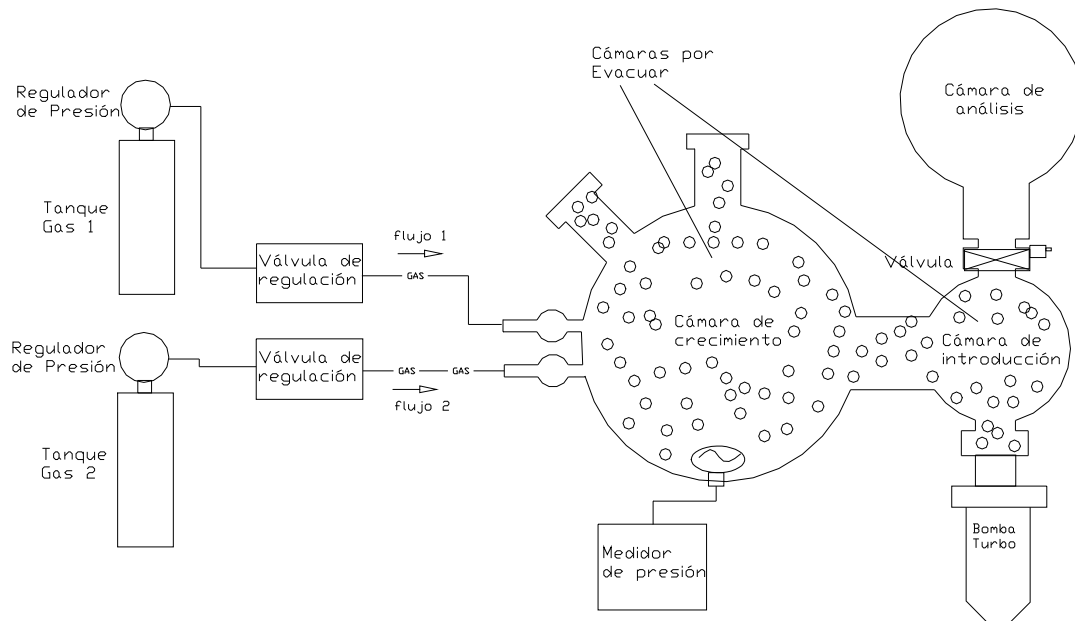


Figura 6: Sistema de vacío original.

Originalmente el proceso neumático estaba constituido por un par de tanques de gas de diferente naturaleza y presión regulada, conectados a un par de válvulas de regulación fina que alimentan a la cámara de crecimiento (figura 6). Para extraer el gas contaminado y lograr un equilibrio en la presión se utiliza una bomba turbomolecular Alcatel de 140lt/seg, conectada a la cámara de introducción. Los intervalos de operación de la cámara son de 0.1 – 30 mTorr y para monitorear estas presiones se utiliza una sonda Pirani la que trabaja de 0.1-100 mTorr. Con esto se logra una presión que varía con las perturbaciones del proceso de ablación, además de la dificultad de establecer presión que se logra después de varios minutos. Como sólo es necesario un vacío controlado en la cámara de crecimiento

durante el depósito, se hizo un cambio en la configuración del sistema de bombeo, aislando la cámara de crecimiento y trasladando la bomba turbo directamente sobre ésta (figura 7), llevando a la evacuación de un volumen menor que con las dos cámaras comunicadas, haciendo el proceso más rápido.

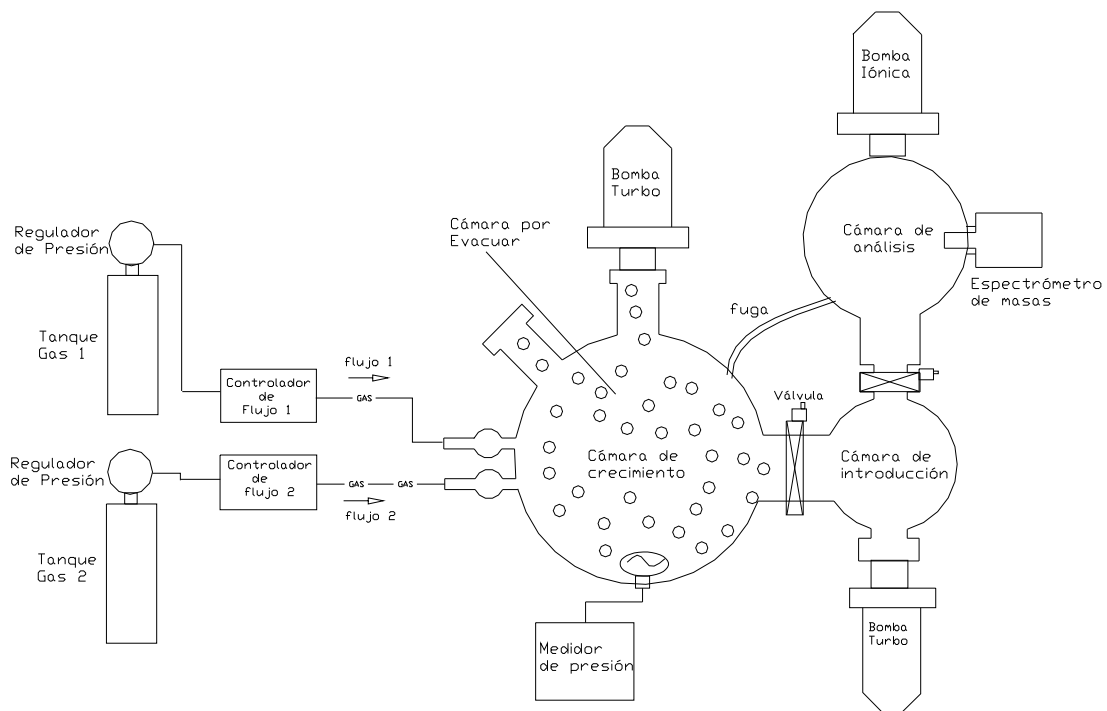


Figura 7: Sistema de vacío modificado.

Con el sistema neumático modificado, la introducción del gas en la cámara se hace a través de un sello perforado por cuatro tubos de acero, el que a su vez está intervenido por una válvula de cortina antes de llegar a la cámara. De los cuatro tubos de acero, tres se utilizan para introducción de gas, y el cuarto para evacuación de la zona entre el sello y la válvula. Se cuenta con dos controladores de flujo de gas, en el intervalo 0-20 scm, los que

introducen el gas a la cámara por los tubos de acero. Estos controladores son alimentados por tanques de gas regulados en presión, y controlados por una señal eléctrica de voltaje, directamente proporcional al flujo. El intervalo de operación para los depósitos es de 0.03 a 10^{-7} Torr. Para conocer la mezcla de gases en la cámara de crecimiento se hace una fuga de ésta hacia la cámara de análisis, donde se tiene el espectrómetro de masas que nos da información de la proporción que hay entre los dos gases de interés, además ésta dispone de una bomba iónica para su evacuación, el intervalo de presiones de operación de esta cámara es de 10^{-7} a 10^{-10} Torr.

III.5 Descripción del sistema electrónico para el control de gases

El sistema electrónico de control y supervisión está constituido principalmente por una computadora personal (CP) compatible con IBM y sistema operativo DOS (figura 8), cuenta con una tarjeta de adquisición y control de diseño propio (ver apéndice I), que tiene cuatro entradas analógicas, dos salidas del mismo tipo y una salida digital. La velocidad máxima que maneja la tarjeta es de 500Hz y su interfaz con la computadora es por el puerto IDE.

Esta tarjeta puede manejar dos controladores de flujo con las salidas analógicas de 0-5 volts proporcionales al flujo de éstos. Además utiliza dos de sus entradas para el monitoreo de los mismos.

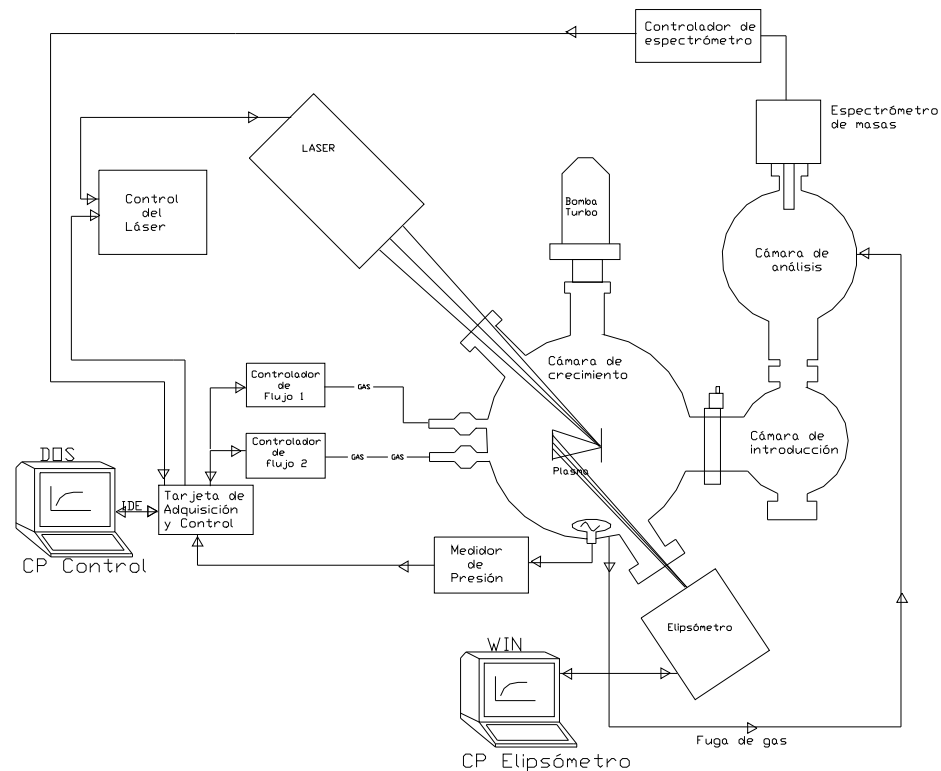


Figura 8: Sistema de ablación láser modificado.

Las dos entradas restantes son utilizadas, una para leer la señal eléctrica de la sonda Pirani (0-1V) proporcional a la presión, y la otra para leer el espectrómetro de masas el que entrega una señal eléctrica de 0-10 volts en forma de histograma.

Para leer este espectro es necesario muestrear rápido, esto es a 100Hz, mientras que el muestreo de los demás eventos se hace a 5 Hz debido a su baja razón de cambio.

La tarjeta también cuenta con una salida digital, la que es usada para el disparo del láser, el que cuenta con una entrada de disparo externo.

La CP de control se encarga de procesar los datos que le entrega la tarjeta de adquisición realizando el control de presiones por medio de un algoritmo de control PID (proporcional integral derivativo).

Las variables por controlar son las presiones parciales para lo que se utilizan unos controladores de flujo y una bomba como actuadores, además de un medidor de presión para cerrar lazo, el control PID de la CP de control hace el resto del trabajo.

La CP elipsómetro, otra computadora tipo IBM-PC, es parte de un subsistema independiente para el monitoreo del depósito en diferentes tiempos del mismo, ésta tiene varias tarjetas de adquisición, control y periféricos que manejan al instrumento (Wollam, 1997).

El controlador del espectrómetro de masas es un equipo electrónico que maneja a este instrumento y produce una señal de voltaje de salida de 0-10 Volts en forma de espectro de masas.

El controlador del láser, dispone la energía y repetición del pulso del láser, además de los modos de operación. Cuenta con una entrada de niveles TTL para disparo externo.

III.6 Programa de control

El programa para controlar las presiones parciales en la cámara de depósito tiene la estructura mostrada en la figura 9.

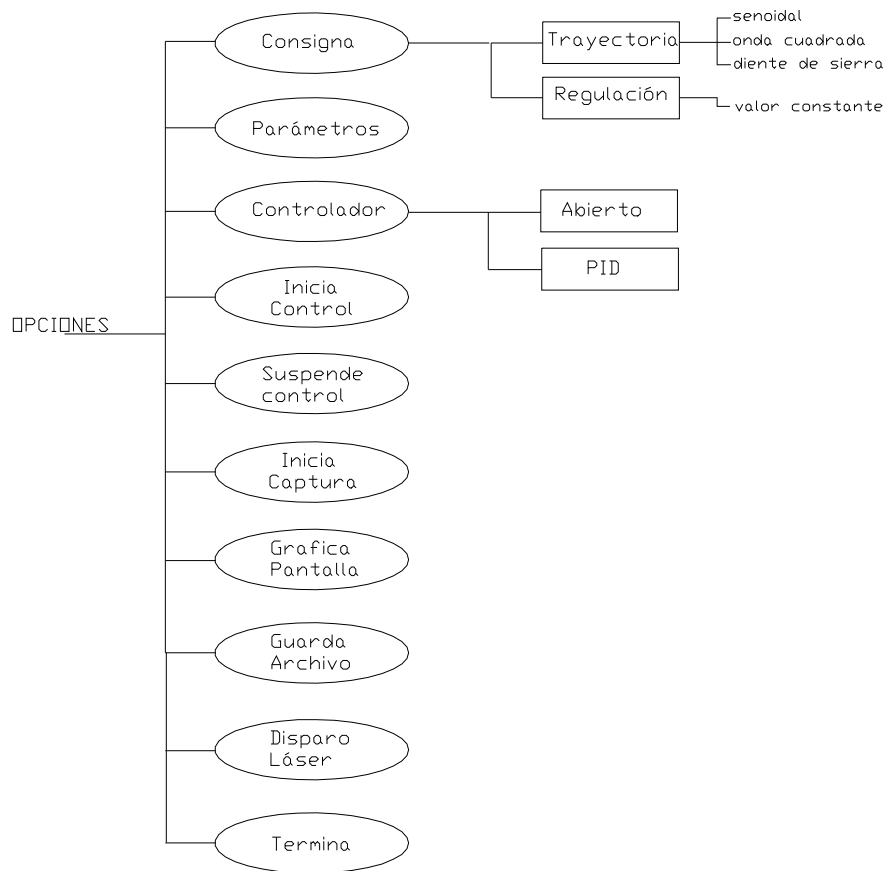


Figura 9. Estructura del programa de control.

La estructura del programa es un menú de opciones que realizan diferentes funciones:

- 1) **Consigna.** Se define el tipo de consigna de presión que se quiere controlar ya sea trayectoria o regulación. Se cuenta con tres tipos de trayectoria definidas: una señal senoidal, una señal cuadrada y una señal de diente de sierra. En el modo de regulación, se elige un valor fijo de presión.
- 2) **Parámetros.** Se eligen los parámetros de la adquisición, de los controladores y del disparo del láser. Entre los primeros se encuentran el período de muestreo, la

selección de los canales de entrada y el filtrado digital. En los parámetros de los controladores se encuentran las ganancias y saturaciones de los controladores PID para cada gas. Y en el último se tiene la frecuencia y número de disparos del láser.

- 3) Controlador. Aquí se puede definir que tipo de controlador se quiere utilizar, por el momento sólo se cuenta con lazo abierto (sin control) y un PID. En un futuro se podrían aumentar el número de controladores para mejorar el rendimiento del sistema o para pruebas de los mismos.
- 4) Inicia control. Arranca la adquisición y almacenamiento de datos en memoria, además del control del sistema.
- 5) Suspende control. Detiene la adquisición de datos, el cese de disparos del láser en caso de presentarse y ordena el cierre de válvulas de admisión de la cámara, terminando el control del sistema.
- 6) Inicia captura. Inicia el almacenamiento de presiones parciales y total, además de los flujos, guardando 500 datos de cada parámetro en la memoria.
- 7) Grafica en pantalla. Esta función despliega en la pantalla los últimos datos capturados de presión y flujo.
- 8) Escribe archivo. Guarda en formato “matlab”, los últimos datos capturados de presión y flujo.
- 9) Disparo láser. Inicia o detiene el disparo del láser. Si se inicia una serie de disparos esta termina bajo dos eventos, la primera es cumplir con el número de disparos establecidos y la segunda es repetir esta opción.

- 10) Termina programa. Esta opción detiene el control del sistema, cerrando válvulas de admisión y cesando el disparo del láser.

El programa de control está hecho con el compilador Borland C versión 3.0, para sistema operativo DOS, ya que necesita de una interrupción periódica para hacer la adquisición de los datos y el control, la que se hace reprogramando la interrupción del reloj de la CP, proceso que no se puede lograr con éxito bajo ambiente windows 9x o posteriores.

La operación del programa es simple, primero se seleccionan los parámetros del sistema, los que ya están preseleccionados a valores convenientes y no es necesario cambiarlos. Después se elige el tipo de controlador, por ahora sólo hay uno funcional que es el PID. A continuación se inicia el control del sistema, el que activa una interrupción periódica en la CP, iniciando la adquisición de datos y el control. Dadas estas instrucciones, ahora se puede elegir el tipo de consigna de presión que se quiere controlar para posteriormente comenzar el disparo del láser ya sea por medio de este programa o con disparo interno del láser.

Para el estudio del comportamiento de los gases en la cámara, se tienen opciones de captura, almacenamiento y visualización de los datos, lo que ayuda a caracterizar, modelar y controlar mejor al sistema neumático.

Los programas fuente y ejecutable se encuentran en el apéndice II.

IV. Modelo y control del sistema

IV.1 Modelo y control con un gas

Se obtuvo el modelo matemático de la cámara de crecimiento, aplicando un escalón a la planta para su identificación. La respuesta normalizada al escalón se presenta en la figura 10.

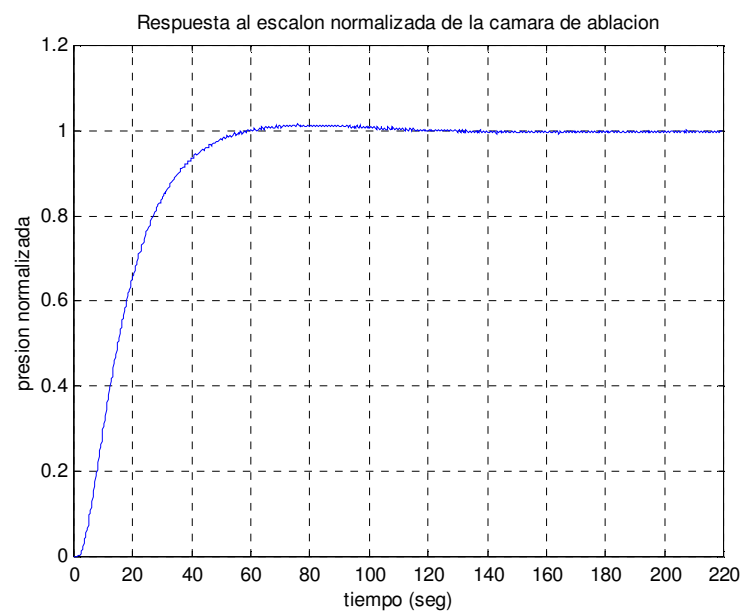


Figura 10: Respuesta al escalón normalizada de la cámara de ablación.

En la figura 10, se observa que la respuesta del sistema es muy parecida a la producida por un sistema subamortiguado de segundo orden (Ogata, 1998). Se trató de aproximar analíticamente esta respuesta con la de un segundo orden de la siguiente manera:

Tomando el sobretiro M_p

$$Mp = 0.014 = e^{-(\delta/\sqrt{1-\delta^2})\pi} \quad (10)$$

resolviendo δ se obtuvo $\delta=0.81$

ahora formando un sistema de segundo orden:

$$h(s) = \frac{wn^2}{s^2 + 2\delta wns + wn^2} \quad (11)$$

donde se barrió wn para obtener una respuesta al escalón lo más cercana a la de nuestra planta original. Con lo que se obtuvieron las respuestas de la figura 11.

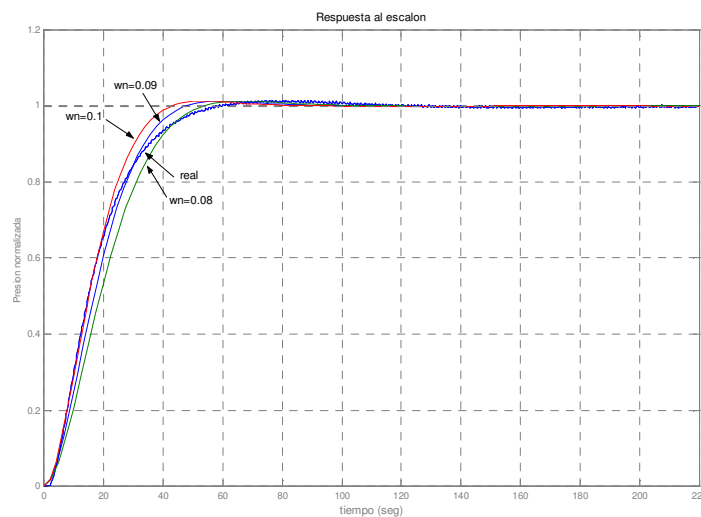


Figura 11: Aproximación de un modelo de segundo orden de la cámara de depósito.

Se optó por la respuesta que produce $wn=0.09$ para aproximar nuestro sistema. El modelo no produce una respuesta idéntica pero tiene un tiempo de subida parecido. Con este modelo del sistema se trató de buscar mediante simulación un controlador que pudiera manejar la planta.

El primero que se optó fue un controlador PI donde bajo simulación se buscó una respuesta sobreamortiguada (sin sobreimpulsos) al escalón que suba de la manera más rápida posible. El método que se utilizó para su sintonización fue manual, a prueba y error, variando las ganancias y observando su efecto, aunque para lograr la primera aproximación del controlador PI, se utilizó el método de Ziegler-Nichols (Ogata, 1998) y se obtuvo la respuesta de la figura 12.

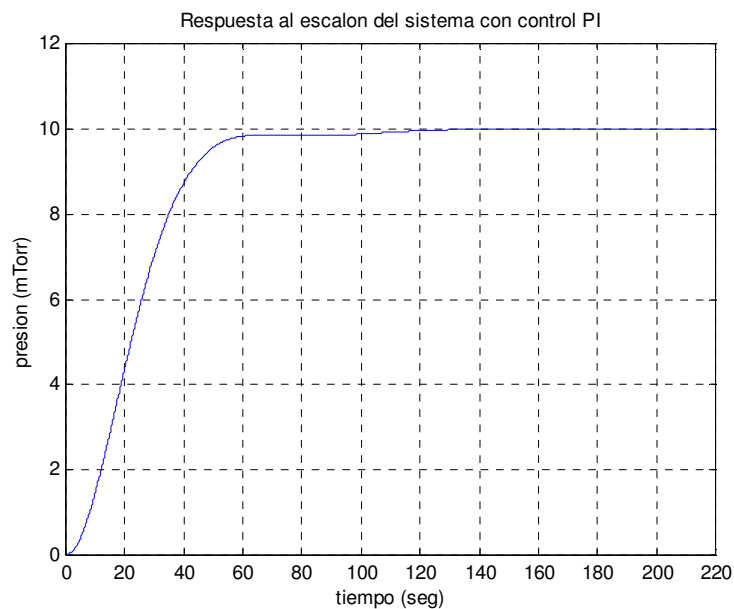


Figura 12: Respuesta al escalón simulada con control PI, ganancias $K_p=0.39$ y $K_i=0.034$.

Después se probó el controlador calculado anteriormente en la cámara, donde se obtuvo después de un ligero reajuste una respuesta muy parecida (ver figura 13), con lo que se valida el modelo propuesto.

En la figura 13 se puede notar la diferencia que existe entre la simulación y la medición real, esto es debido a que el modelo utilizado para caracterizar la planta nunca es exacto.

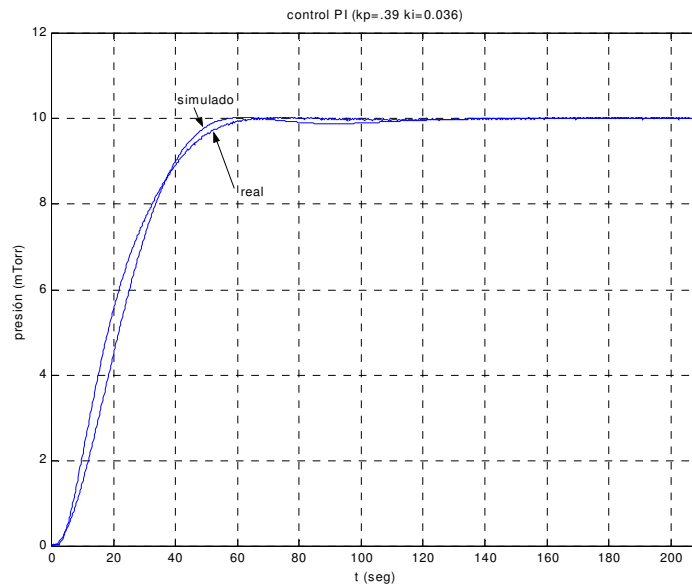


Figura 13: Respuesta al escalón con control PI de la cámara de crecimiento.

En simulaciones posteriores se buscó aumentar la velocidad de respuesta al escalón utilizando un controlador PID, donde primero se ajustó la ganancia proporcional llevando las demás a cero, para obtener una respuesta lo más rápida tomando en cuenta las restricciones de la acción de control, la cual está acotada. Enseguida se manejó la ganancia integral para llevar el error de estado estacionario a cero lo más rápido posible, y al final se aplicó la ganancia derivativa para reducir el sobretiro de la respuesta producida por el integrador. Se continuó trabajando con las ganancias integral y derivativa para obtener una

respuesta al escalón lo más rápida posible, con el menor sobretiro y tiempo de establecimiento, la respuesta obtenida se observa en la figura 14.

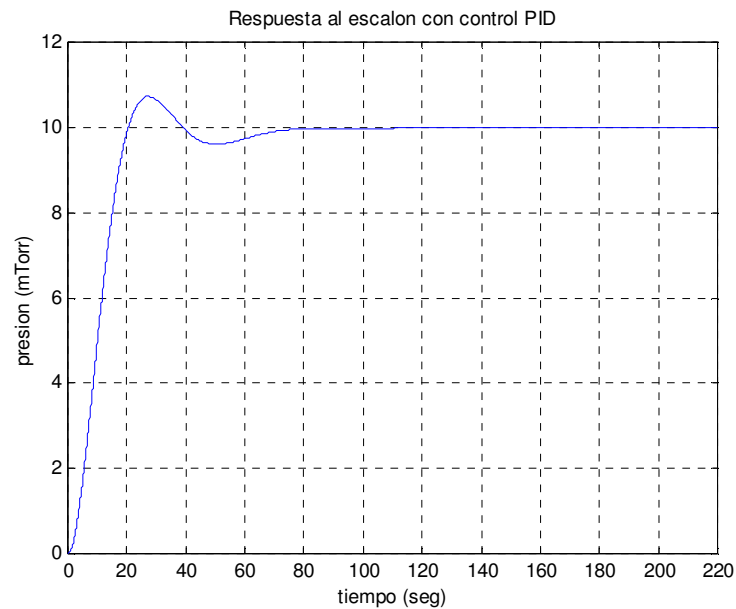


Figura 14: Respuesta al escalón simulada con controlador PID, ganancias $K_p=1.8$ $K_i=0.08$ y $K_d=4$.

Lo siguiente fue usar el controlador obtenido bajo simulación en la cámara, obteniendo tiempos de subida parecidos pero sin sobretiro y tiempos de establecimiento mayores. Se buscó reducir el tiempo de establecimiento aumentando la ganancia del integrador, después de varios intentos de ajuste se encontraron las siguientes ganancias $K_p=1.8$ $K_i=0.105$ y $K_d=4$, con este juego de valores se obtuvieron las respuestas de la figura 15.

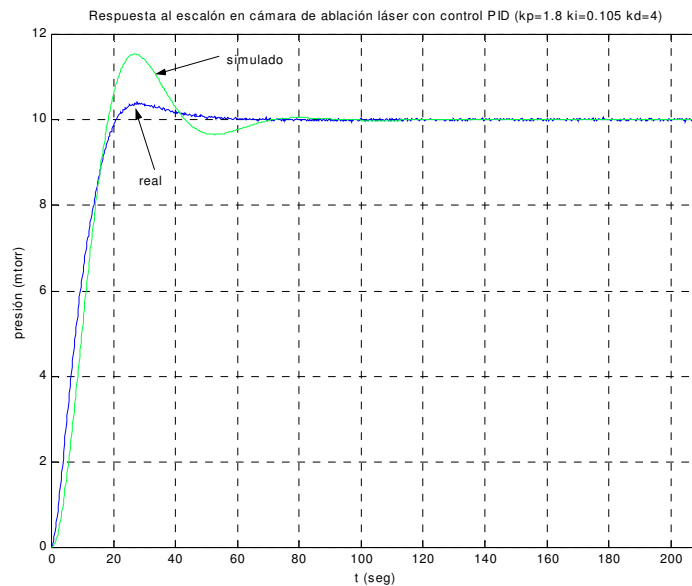


Figura 15: Respuesta al escalón con controlador PID de 0 a 10 mTorr simulado y medido.

En la figura 15 se nota un pequeño sobretiro en la medición real, de diferente magnitud que en el de la simulación, pero con un tiempo de subida muy parecido.

La respuesta obtenida en la medición real es más deseable, ya que se establece más rápidamente y no tiene oscilaciones indeseables. También se nota de nueva cuenta la diferencia entre el modelo y la medición real debido a la simplicidad del mismo, pero se observa que tiene un comportamiento muy parecido en los tiempos de subida y establecimiento, mostrando la gran utilidad de la simulación para ayudar a resolver el problema de control.

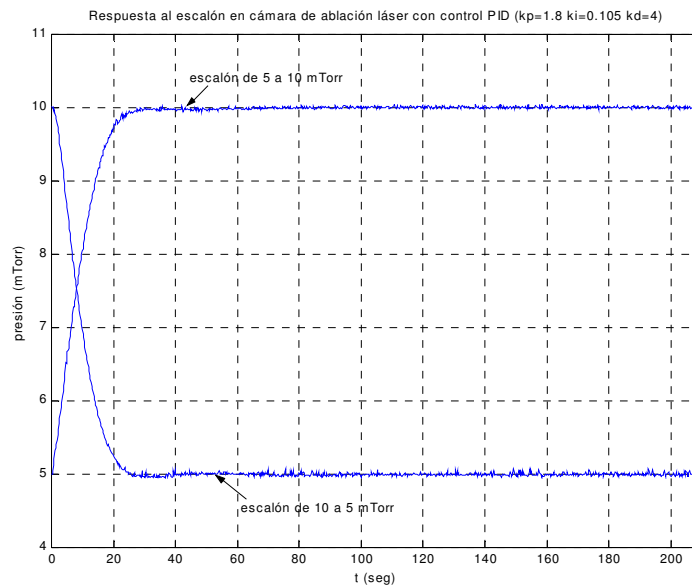


Figura 16: Respuestas al escalón de 5 a 10 mTorr y de 10 a 5 mTorr medidos en la cámara de crecimiento.

En la figura 16 se observa la respuesta a escalones de magnitud diferente al de la figura 15, mostrando un desempeño distinto en el que no hay sobreimpulsos a diferencia del anterior, obteniendo un tiempo de establecimiento más corto, lo cual es aún más deseable. Pero muestra también que el sistema no es lineal ya que no se comporta igual en todo el intervalo de operación.

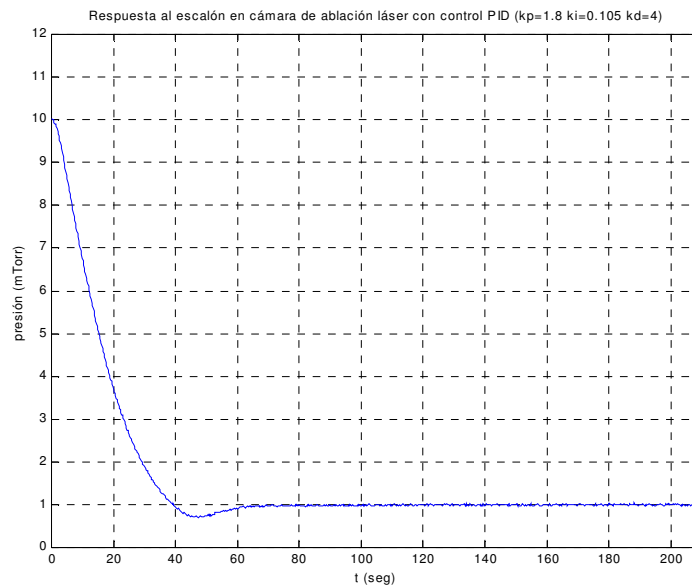


Figura 17: Respuesta a escalón de 10 a 1 mTorr medido en la cámara de crecimiento.

En la figura 17 se muestra la respuesta al escalón cerca del límite de operación, en la que se nota un pequeño sobreimpulso parecido al de la respuesta de 0 a 10 mTorr, pero con una velocidad más lenta debido a que se está cerca de la saturación de la acción de control.

El controlador PID desarrollado en el diseño cuenta con una protección contra el desbordamiento del integrador (Dutton et al., cap. 5.8.3, 1997), esta protección mejora el rendimiento del controlador en los límites de la acción de control o en zonas de saturación del mismo.

Como se ve debido a la no linealidad de la bomba además de las limitaciones físicas de la acción de control (los controladores de flujo no pueden sacar gas y tienen un límite máximo), la respuesta a escalones de diferentes magnitudes no es la misma. Se buscó un punto intermedio donde el comportamiento de la planta cumpliera con un desempeño

satisfactorio (respuesta al escalón lo más rápida posible sin mucho sobretiro y pronto establecimiento).

IV.2 Control de presión de 2 gases

Una vez obtenido el controlador de presión para un solo gas, la implementación para 2 gases es sencilla. Si se considera a nuestra planta como un sistema lineal en el intervalo de operación se puede aplicar el principio de superposición y extender el sistema a dos controladores diseñados por separado.

Si se quiere llevar a cabo este control doble es necesario conocer la presión parcial de cada gas. Para obtener estas presiones parciales se obtuvo el espectro de emisión del plasma de ablación de un blanco de nitruro de silicio en atmósfera de O_2 en un depósito típico, tratando de buscar una línea espectral dependiente de la presión de oxígeno, no encontrando ninguna. Por otro lado, se encontró una línea perteneciente al silicio, pero sólo era sensible en el intervalo de 0 a 5 mTorr, por lo que se descartó esta técnica para encontrar las presiones parciales. Es necesario mayor trabajo en este sentido, pero por ahorro de tiempo y complejidad de la técnica no se continuó por este camino.

Ya que no se tiene acceso a las presiones parciales, mas sí a la presión total, para obtener éstas es necesario en primera instancia crear un modelo de la planta para estimar las presiones parciales a partir de los flujos parciales que entran a la planta y de la presión total de la misma.

El estimador recibe las mediciones de los dos flujos de entrada, cada uno alimenta un modelo, los que entregan una presión parcial simulada independiente una de la otra, también se mide la presión total (ver figura 18). Ya que la suma de las presiones parciales debe ser igual a la presión total, en el caso que esta suma no sea igual a la presión total medida, se hace un escalamiento de éstas por medio de multiplicaciones y divisiones para igualar a la presión medida, obteniendo así las presiones parciales estimadas, y como los modelos para simular las presiones parciales utilizan la presión anterior para el cálculo de la siguiente aproximación, estas presiones son realimentadas a los modelos.

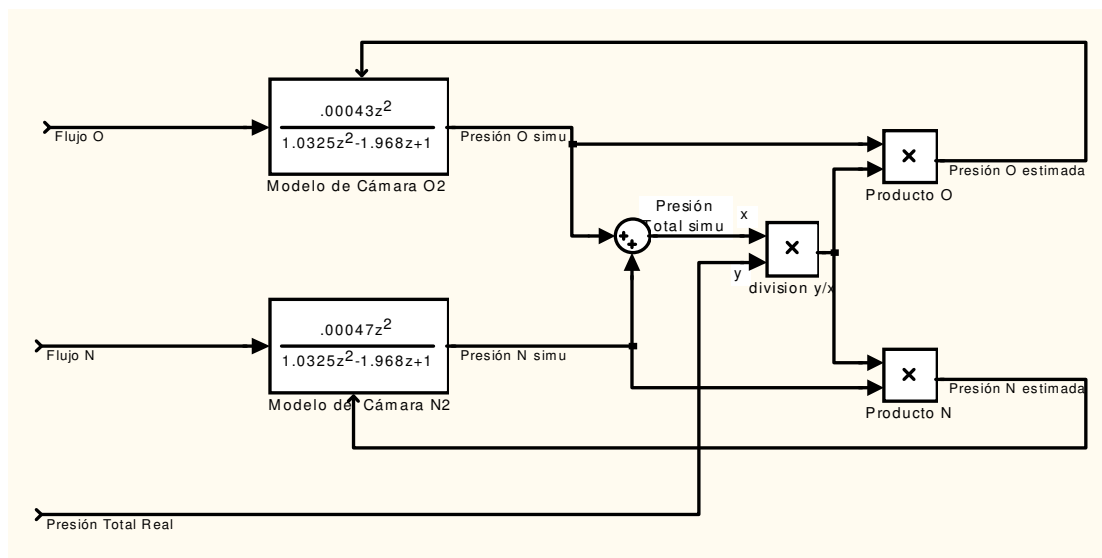


Figura 18: Estimador de presiones parciales.

Teniendo el estimador de presiones parciales ya sólo se diseña al sistema de control como 2 controles independientes cada uno entonado para cada gas, siendo la salida del estimador la retroalimentación de cada subsistema de control y a su vez la salida de cada

controlador son entradas al estimador y a la planta (ver figura 19). En otras palabras el estimador genera las presiones parciales de la planta a partir de las variables conocidas como son los flujos de entrada de la cámara y la presión total utilizando un modelo matemático.

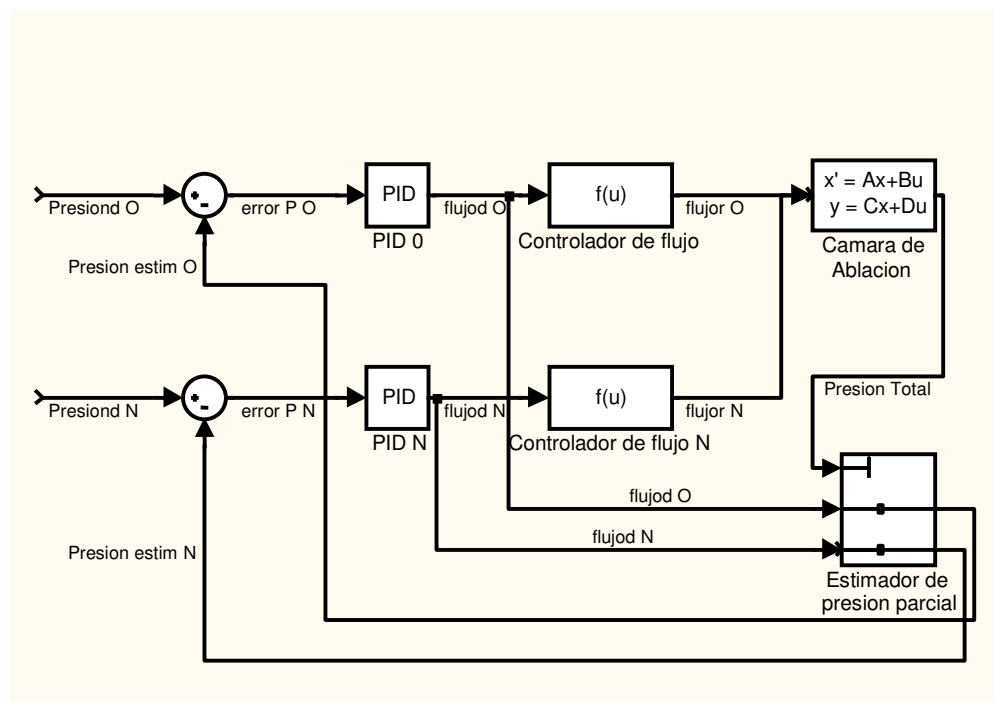


Figura 19: Diagrama de control de 2 gases.

El esquema es simple, la señal de error es alimentada al controlador PID, éste alimenta a un controlador de flujo y a la cámara de ablación, los que juntos forman la planta a la que hay que controlar. Este esquema es implementado dos veces pero utilizando la misma cámara, suponiendo que ésta es lineal, ver figura 19.

Para validar el modelo es necesario tener un medidor de presiones parciales, y para hacer esto se utilizó un espectrómetro de masas. Dado que el espectrómetro de masas trabaja a presiones muy bajas fuera del intervalo de la cámara de crecimiento, se hizo el siguiente arreglo sugerido por Gerardo Soto (Soto, 2002):

Se hizo una fuga pequeña de la cámara de crecimiento hacia la cámara de análisis donde está el cuadripolo, se supone que ambas cámaras contienen la misma mezcla (ver figura 20). Obteniendo la razón de cada gas en la segunda cámara y midiendo la presión total en la primera, se puede calcular la presión parcial en esta última.

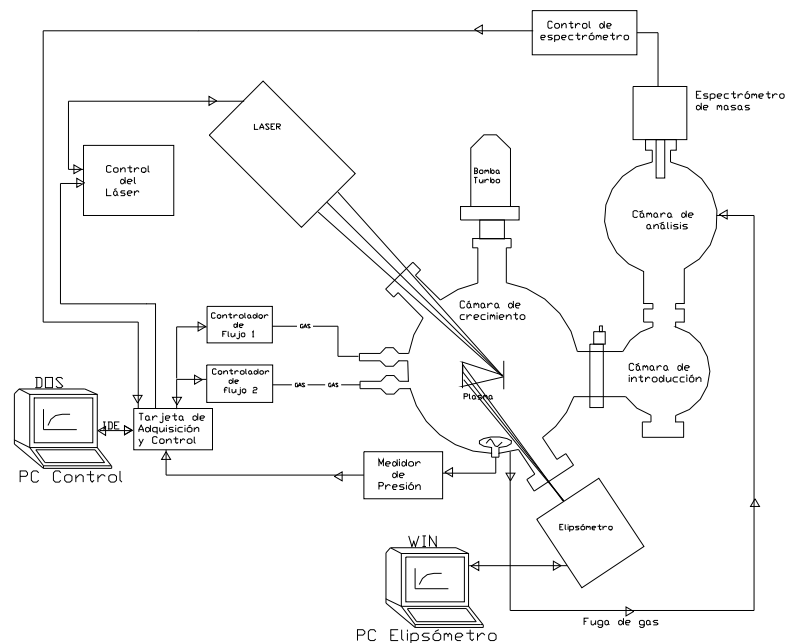


Figura 20: Sistema de ablación modificado.

Se hicieron pruebas de control con 2 gases. El estado estacionario corresponde en las 2 cámaras con el debido escalamiento en la cámara de análisis, esto es usando las estimaciones del modelo en la cámara de crecimiento (figura 21) comparado con la medición real en la cámara de análisis (figura 22); pero sin embargo, el estado transitorio no corresponde. Esto era de esperarse, pero no el que la cámara de análisis se adelante a la de crecimiento.

Haciendo un escalamiento en la cámara de análisis, se obtiene que las 2 presiones finales en la cámara de crecimiento son iguales. Esto hace ver que nuestro modelo o estimador está funcionando en el valor final pero no en el transitorio, con lo que se pueden establecer consignas fijas de presión pero no trayectorias, o al menos trayectorias rápidas.

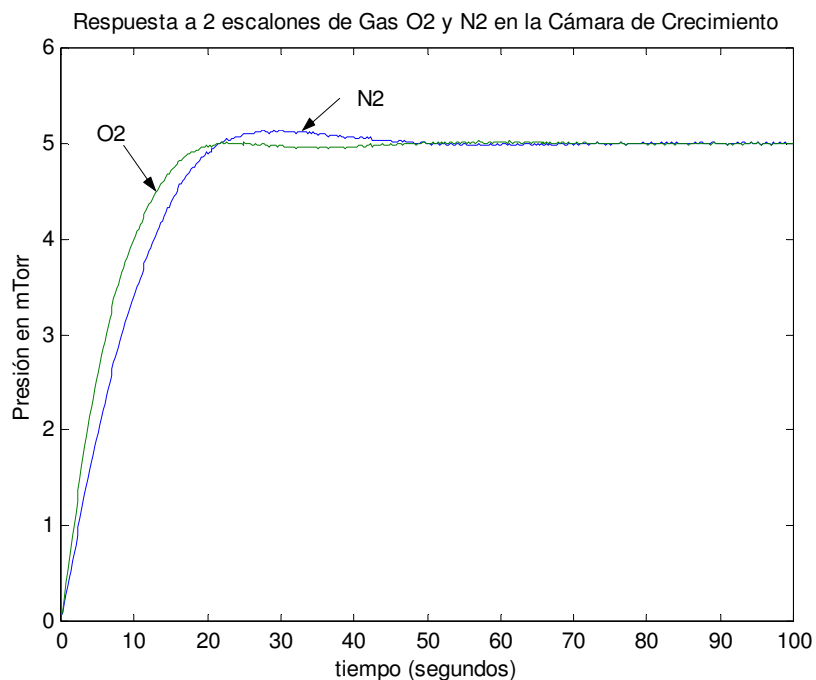


Figura 21: Respuesta estimada en la cámara de crecimiento.

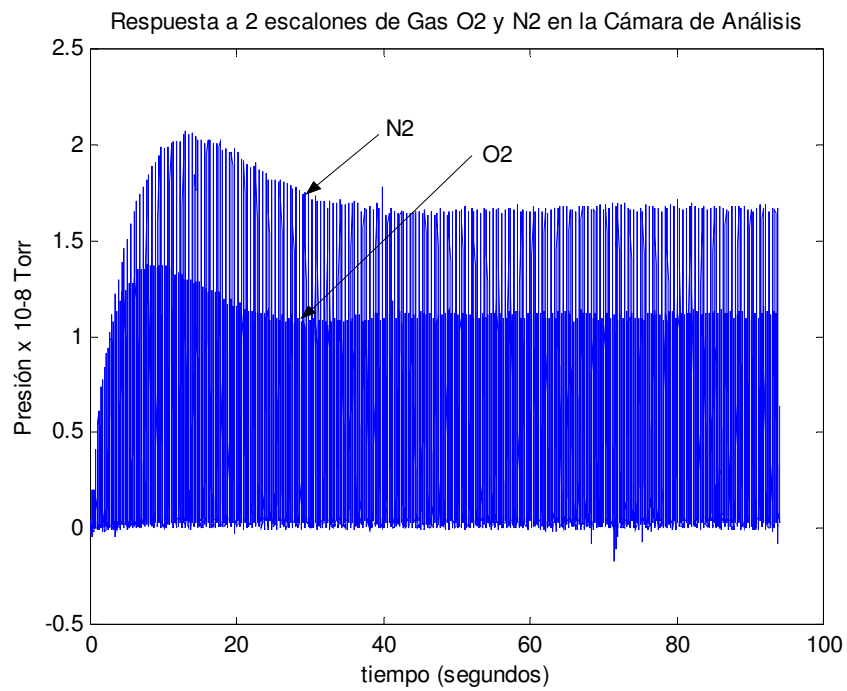


Figura 22: Respuesta medida con espectrómetro de masas en la cámara de análisis.

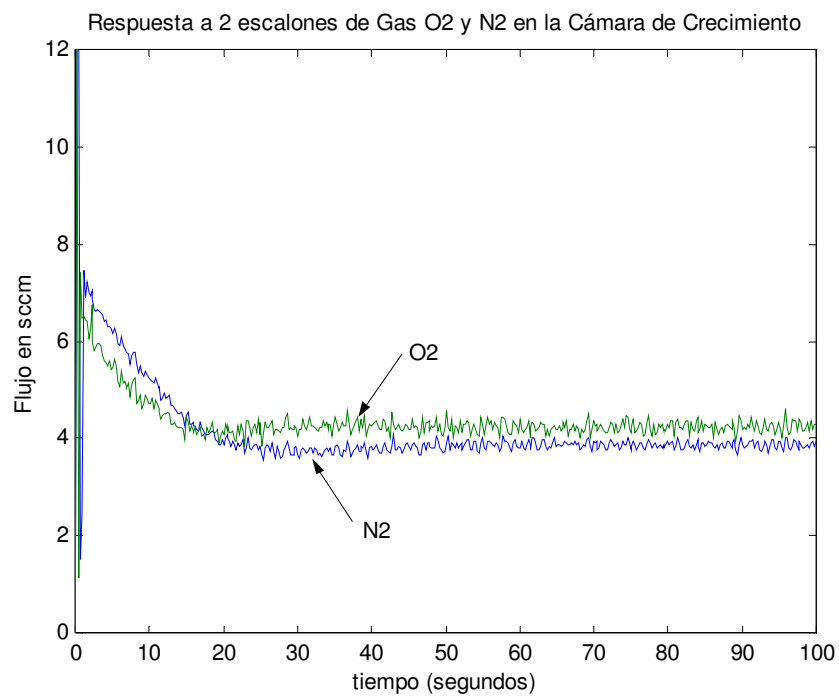


Figura 23: Flujo de los controladores.

Ya que la fuga de gas hacia la cámara de análisis en un principio se tomó cerca de la entrada de gases en la cámara de crecimiento, se pensó que la presión parcial estaba distorsionada por el flujo actual del gas ya que como se ve en las figuras 22 y 23, hay un parecido en los sobretiros o picos de los flujos de gas y las presiones en la cámara de análisis. Por esto se cambió la fuga cerca del medidor de vacío de la cámara de crecimiento con la intención de observar la presión que ve éste y se obtuvieron resultados muy similares de respuesta muy rápida o adelantada en comparación a la observada en la cámara de crecimiento.

El efecto anterior se puede explicar como un retardo del medidor de presión Pirani, el cual tiene una constante de tiempo muy lenta en comparación con el cuadripolo en la segunda cámara.

Se consultó la hoja de datos del medidor Pirani, la que indica un tiempo de hasta 60 segundos para su establecimiento a bajas presiones. Por lo que la constante de tiempo de este medidor influye en la dinámica del sistema haciendo ver a la presión en la cámara más lenta de lo que es.

IV.3 Modelo con observadores

Dado que la respuesta del medidor Pirani es lenta, se optó por utilizar un espectrómetro de masas con respuesta más rápida para hacer el modelo del sistema. Para esto se hicieron las modificaciones en el arreglo, primero ya que este medidor sólo trabaja a presiones muy bajas, fuera del intervalo de operación de la cámara de crecimiento, se colocó a éste en la

cámara de análisis, y se hizo una fuga muy pequeña de la cámara de crecimiento a la de análisis. Con el conocimiento que esta cámara tiene una dinámica mucho más rápida que la de crecimiento, se espera que ésta refleje el comportamiento de la presión en la última cámara.

Para identificar al sistema, se aplicaron escalones de flujo de gas de O_2 y N_2 . Primero se midió la respuesta con gas O_2 , observando el comportamiento de los dos medidores.

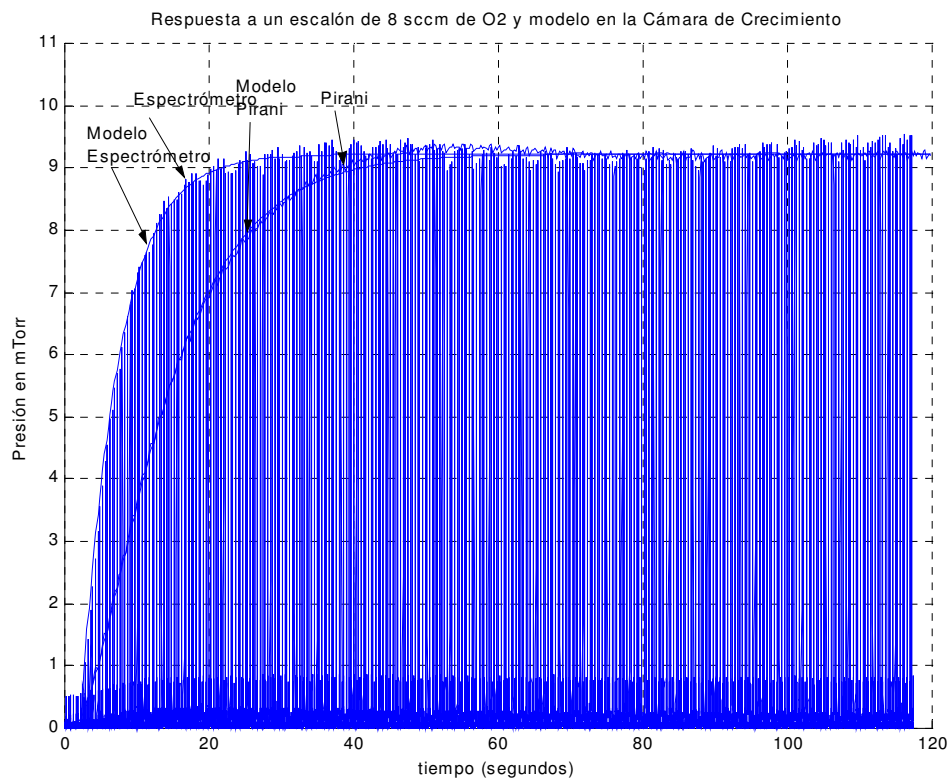


Figura 24: Respuestas al escalón de O_2 en la cámara de crecimiento y modelado.

En la figura 24 se observa que la respuesta del espectrómetro de masas es mucho más rápida y parecida a la respuesta de un sistema de primer orden o con un polo muy dominante. Por sencillez se le ajustó un sistema de primer orden con un retardo, sugiriendo que el retardo sea debido a la tubería de la fuga quedando:

$$G_{1e}(s) = \frac{k_1 a_1 e^{-sT}}{s + a_1}, \text{ donde } a_1=0.2, T=1.2, k_1=1.15 \quad (12)$$

Después se tomó la respuesta del Pirani para este gas y se le ajustó un sistema de segundo orden. Éste quedó:

$$G_{1p}(s) = \frac{k_1 a_1 b_1}{(s + a_1)(s + b_1)}, \text{ donde } a_1=0.2, b_1=0.119, k_1=1.15 \quad (13)$$

Se hizo lo mismo con la respuesta del gas N₂ (figura 25), quedando el modelo con la respuesta del espectrómetro como:

$$G_{2e}(s) = \frac{k_2 a_2 e^{-sT}}{s + a_2}, \text{ donde } a_2=0.1316, T=1.2, k_2=1.235 \quad (14)$$

y el modelo con la respuesta del Pirani:

$$G_{2p}(s) = \frac{k_2 a_2 b_2}{(s + a_2)(s + b_2)}, \text{ donde } a_2=0.1316, b_2=0.111, k_2=1.235 \quad (15)$$

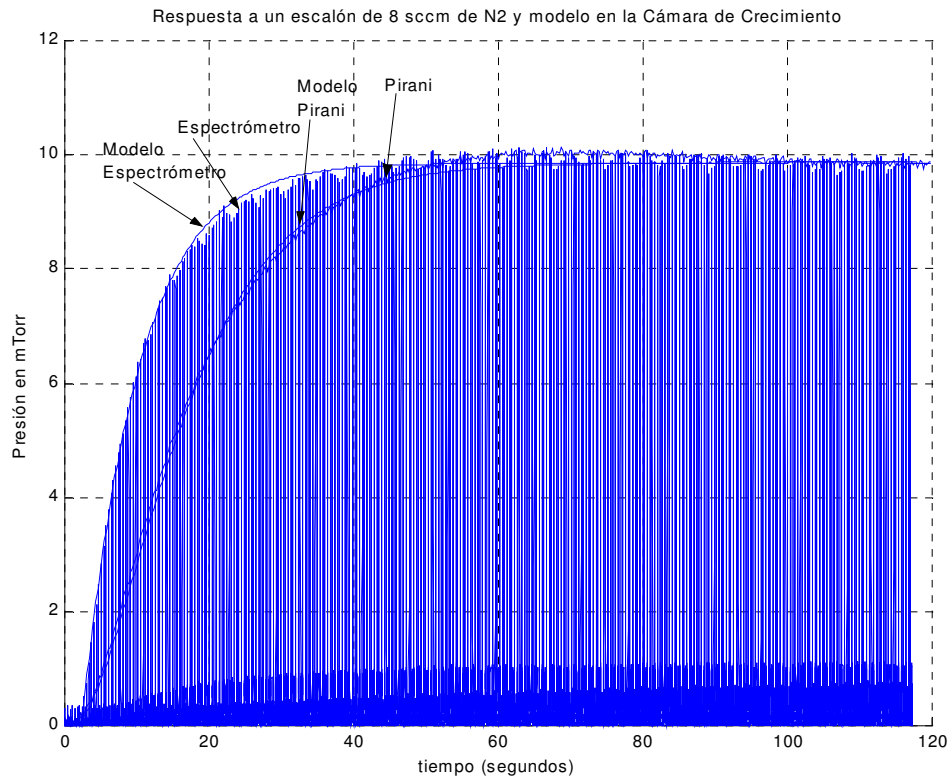


Figura 25: Respuesta al escalón de N₂ en la cámara de ablación y su modelado.

Después de obtener la función de transferencia del sistema, se pasó a una representación en variables de estado (Ogata, 1998), en la que se desprecian los retardos de (12) y (13), suponiendo que éstos son debidos al transporte del gas y el retardo del medidor, quedando:

$$\begin{bmatrix} \dot{x}_1 \\ \dot{x}_2 \\ \dot{x}_3 \\ \dot{x}_4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -a_1 & 0 & 0 & 0 \\ b_1 & -b_1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -a_2 & 0 \\ 0 & 0 & b_2 & -b_2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} k_1 a_1 & 0 \\ 0 & 0 \\ 0 & k_2 a_2 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \end{bmatrix} \quad (16)$$

$$y = \begin{bmatrix} 0 & 1 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \\ x_4 \end{bmatrix}$$

donde,

x_1 = presión de O_2 en la cámara.

x_2 = presión de O_2 medida por la sonda Pirani.

x_3 = presión de N_2 en la cámara.

x_4 = presión de N_2 medida por la sonda Pirani.

y = presión total medida por la sonda Pirani.

Para poder controlar las presiones parciales se necesita conocer a éstas por lo que se diseñó un observador. El observador (Dutton et al., cap. 9, 1997), es un modelo de la planta que utiliza las entradas y salidas de la planta para estimar algunas variables de interés, en este caso las presiones parciales. La forma del estimador es la siguiente:

$$\dot{\hat{x}} = A\hat{x} + Bu - L(y - C\hat{x}) \quad (17)$$

en el que se diseñó una matriz $(A+LC)$ con polos en $(-1.6, -1.5, -1, 1, -1)$ para garantizar rápida convergencia del estimador, dado que el sistema definido en (17) es observable, resulta el siguiente sistema de ecuaciones para el observador:

$$\begin{bmatrix} \dot{\hat{x}}_1 \\ \dot{\hat{x}}_2 \\ \dot{\hat{x}}_3 \\ \dot{\hat{x}}_4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -a_1 & -l_1 & 0 & -l_1 \\ b_1 & -b_1 - l_2 & 0 & -l_2 \\ 0 & -l_3 & -a_2 & -l_3 \\ 0 & -l_4 & b_2 & -b_2 - l_4 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \hat{x}_1 \\ \hat{x}_2 \\ \hat{x}_3 \\ \hat{x}_4 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} k_1 a_1 & 0 & l_1 \\ 0 & 0 & l_2 \\ 0 & k_2 a_2 & l_3 \\ 0 & 0 & l_4 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} u_1 \\ u_2 \\ y \end{bmatrix} \quad (18)$$

Se probó el observador con el simulador Simnon entregando las siguientes respuestas:

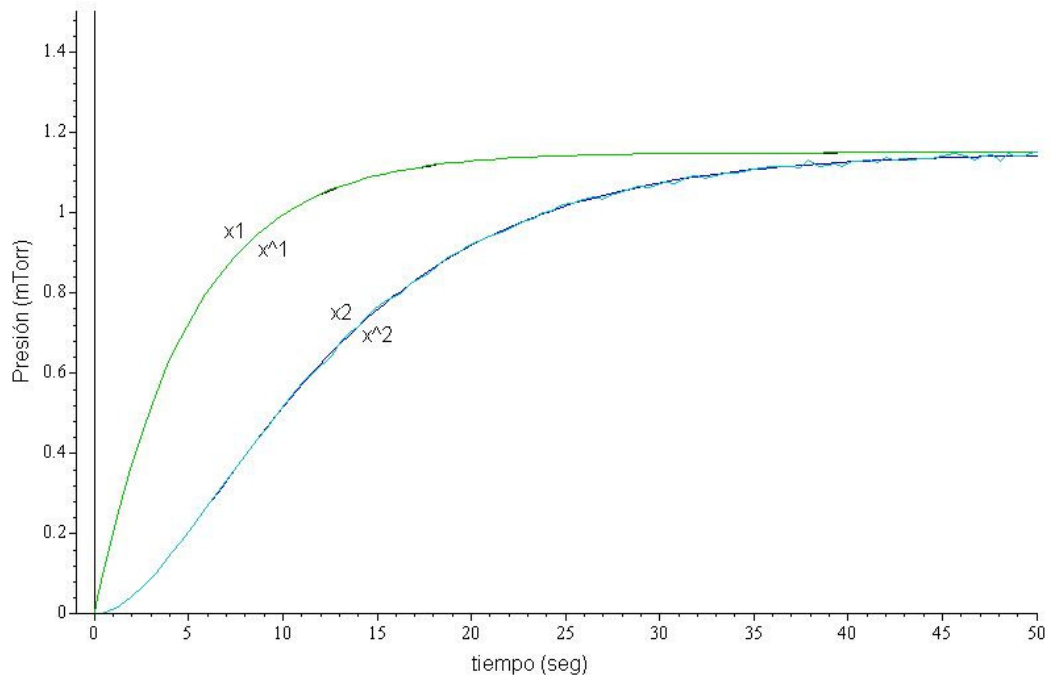


Figura 26: Estados x_1, \hat{x}_1 y x_2, \hat{x}_2 en la planta y el observador en respuesta al escalón unitario bajo simulación con Simnon.

En la figura 26 se aprecia que los estados x_1, \hat{x}_1 y x_2, \hat{x}_2 del modelo y el observador se siguen fielmente, no hay diferencia notable entre el observador y la planta.

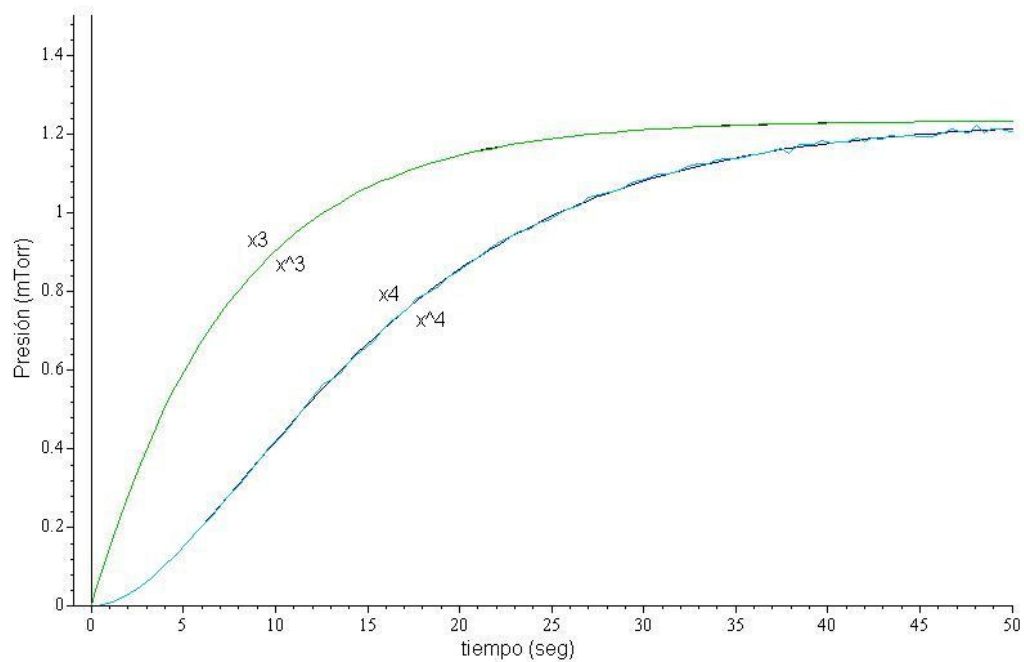


Figura 27: Estados x_3, \hat{x}_3 y x_4, \hat{x}_4 en la planta y observador en respuesta al escalón unitario bajo simulación con Simnon.

En la figura 27 se pueden apreciar los estados x_3, \hat{x}_3 y x_4, \hat{x}_4 los cuales son prácticamente iguales, por lo que a condiciones iniciales iguales se puede decir que nuestro observador estima fielmente las variables de interés.

Ahora veremos la respuesta del observador con diferentes condiciones iniciales:

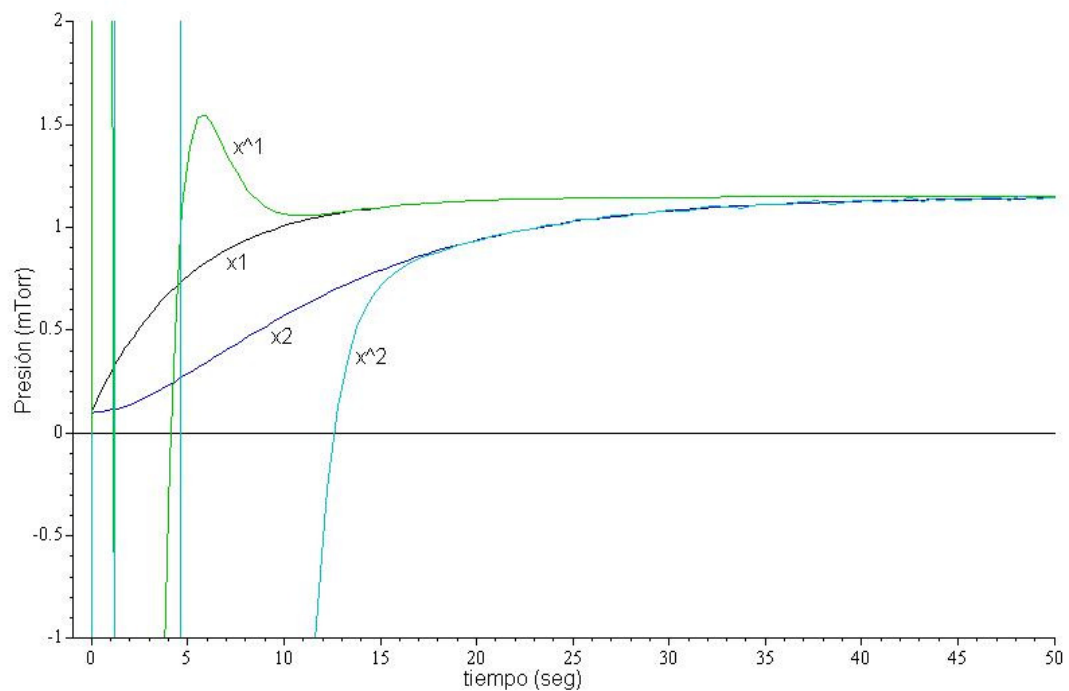


Figura 28: Estados x_1 , \hat{x}_1 y x_2 , \hat{x}_2 en la planta y observador con condiciones iniciales distintas en respuesta al escalón bajo simulación con Simnon.

En la figura 28 se ve que el observador tarda ~15 segundos en alcanzar a la planta, pero después la sigue sin problema. Habría que probar el observador en otras condiciones para evaluar su confiabilidad y robustez.

El observador empleado es del tipo continuo y debe ser discretizado, para esto hay que resolver un sistema de ecuaciones complicado en un tiempo muy corto por un método que converja. Por lo que hay que probar varios métodos para resolver ecuaciones diferenciales y seguir trabajando con simulaciones para llevarlo a la práctica. También hay que ver si el tiempo para resolver estos sistemas de ecuaciones no interfieren con el período de muestreo del sistema.

Otro camino para resolver el problema de obtener las presiones parciales es conseguir un medidor de presión más rápido que no interfiera con la dinámica del sistema, y que trabaje en los intervalos de operación deseados, con lo que quedaría un observador más sencillo con una matriz de 2×2 de más sencilla discretización.

También se puede utilizar el espectrómetro, pero es necesario un sistema para cambiar las escalas y un algoritmo para leer las líneas espectrales de interés.

Queda camino por recorrer para obtener una mejor medición de las presiones parciales para poder controlarlas mejor. Es necesario continuar el trabajo que se ha comenzado por alguno de los 3 caminos antes descritos, buscando el más sencillo y viable. Por ahora se dejará el sistema con el estimador de la sección IV.2 que entrega las presiones parciales de manera más lenta, ya que es útil en el establecimiento de consignas de presión constante.

V. Pruebas y experimentos

V.1 Depósitos de películas delgadas multicapas

Con el propósito de probar la utilidad del sistema de control de gases, se hicieron depósitos multicapa de películas delgadas por ablación láser, a partir de un blanco de Si_3N_4 , gas de fondo de N_2 a presión constante y O_2 a presión variable. Se utilizó la técnica de elipsometría para caracterizar el crecimiento de la película, con esto modelar su composición y grosor. Para el control de presiones parciales se utilizó el controlador PID descrito en el capítulo anterior y para el cálculo de las presiones parciales se empleó el estimador de la sección IV.2. Este estimador es el que se utiliza en todos los experimentos de depósito de películas delgadas del presente trabajo.

Se repitió cuatro veces el experimento con el fin de observar la repetibilidad de los depósitos. El experimento consiste en hacer depósitos multicapa sobre un sustrato de silicio a partir de un blanco de Si_3N_4 , empezando por limpiar éste último disparando el láser en condiciones de ultra alto vacío, a una frecuencia de 1 Hz y una energía de 200mJ sobre el área de desbaste durante 5 minutos. Después de la limpieza, mantener una presión parcial de gas de fondo de N_2 constante, variando la presión parcial de O_2 en forma discreta de 0 a 5 mTorr, para esto se dispara el láser en cada cambio de presión durante dos minutos a una frecuencia de 10Hz y una energía del haz del láser de 600mJ, esperando en cada cambio, un tiempo apropiado para el establecimiento de la presión y empezar una nueva adquisición del elipsómetro, produciendo un depósito de capas encimadas con diferentes condiciones debido al cambio de presión.

Se utilizó la técnica de elipsometría in-situ para monitorear el depósito, de esta manera estimar grosor y composición de cada capa depositada, ajustando un modelo con el programa del elipsómetro. Los resultados obtenidos se muestran a continuación:

Tabla I. Propiedades de los depósitos multicapa con presión ascendente por ablación láser (análisis por elipsometría in-situ).

capa	Presión O ₂ (mTorr)	Experimento 1			Experimento 2		
		Grosor Å	% SiO ₂	ECM	Grosor Å	% SiO ₂	ECM
1	0	421.34	8.81 *	7.82	409.25	8.28 *	7.97
2	0.2	508.27	30.3	13.45	484.1	33	12.27
3	0.6	522.61	39.6	12.84	495.77	41.4	11.23
4	1	530.6	42	18.67	502.2	47.2	12.17
5	2	543.9	50.1	20.93	505.8	54.4	14.63
6	3	534.7	57.3	21.84	508.5	60.4	16.3
7	4	539.3	61	33.73	504.8	63.2	17.77
8	5	549.5	68	36.17	516.4	70.44	23.92

capa	Presión O ₂ (mTorr)	Experimento 3			Experimento 4		
		Grosor Å	% SiO ₂	ECM	Grosor Å	% SiO ₂	ECM
1	0	385.97	8.61 *	5.9	412.7	11.17 *	4.12
2	0.2	456.98	34.3	12.94	486.02	29.18	17
3	0.6	476.4	45.6	17.94	508.7	44.9	40.6
4	1	472.2	50.75	23.81	497.5	40.5	46.97
5	2	485.9	54.54	25.46	523.34	53.7	56.27
6	3	502.5	66.4	39.85	524.37	54.6	68.09
7	4	484.14	68.56	36.6	480.36	59.4	74.85
8	5	500	75	51.59	473	59.3	90.4

* Porcentaje de silicio puro (%Si).

Nota: en la tabla sólo se nota el porcentaje de SiO₂, el resto está compuesto de Si₃N₄.

ECM: es el error cuadrático medio del ajuste, que representa la suma de las diferencias entre el modelo y la medición, divididas entre la desviación estándar de la medición y elevadas al cuadrado.

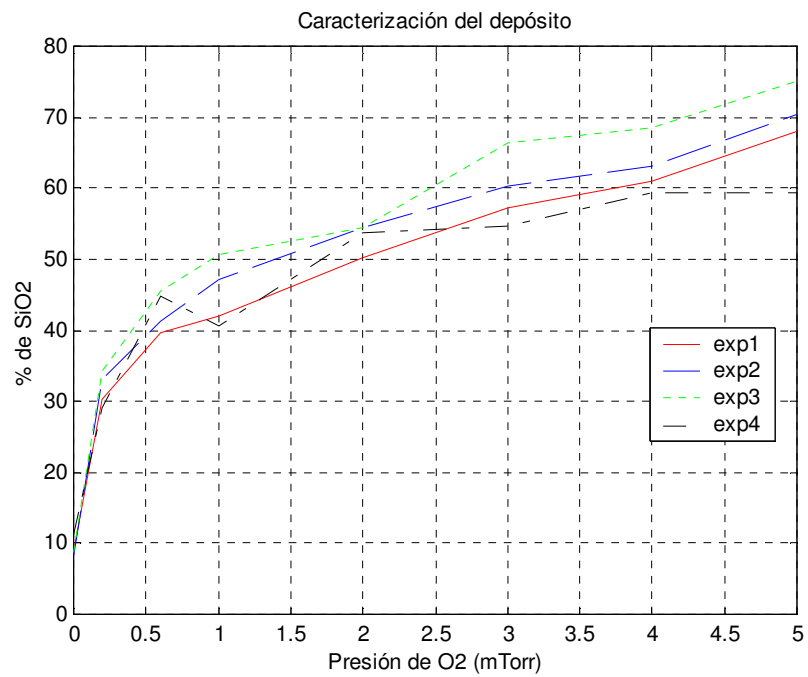


Figura 29: Concentración de SiO₂ en los depósitos con blanco de Si₃N₄ variando el gas de fondo.

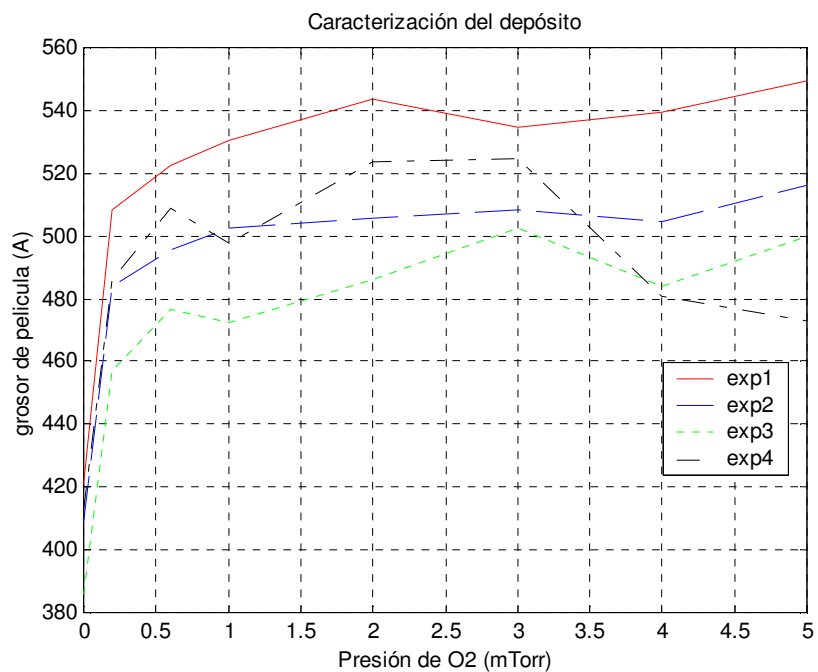


Figura 30: Grosor de la película en los depósitos con blanco de Si₃N₄ variando el gas de fondo.

En la figura 29 se observa que el porcentaje de SiO_2 aumenta conforme aumenta la presión de O_2 , y que la diferencia entre cada depósito aumenta conforme aumenta la presión, pero esto es sólo porque se están encimando capas de diferente composición y el modelado acumula errores (como se muestra en la tabla I), por lo que si se mide la capa superior o última capa, el ajuste no será tan bueno. Además de esto, la falta de repetibilidad también se le atribuye, al blanco que se encuentra muy desbastado y tal vez contaminado con otros elementos que se le hayan adherido durante otros depósitos.

En la gráfica de la figura 30 se observa el grosor de las películas conforme aumenta la presión. Se puede apreciar que el espesor aumenta ligeramente con la presión y que no es repetitivo para los 4 depósitos. Aquí hay 4 variables, la de error de modelado del elipsómetro, la alineación del mismo debido a la falta de uniformidad del depósito (no se tiene el mismo grosor en toda la película), la energía del láser tiene ligeras variaciones, así como el desgaste del blanco.

El depósito por ablación láser no es uniforme, esto es, la película no crece igual al centro y a las orillas, esto se puede notar de los patrones de interferencia del depósito en la figura 31.

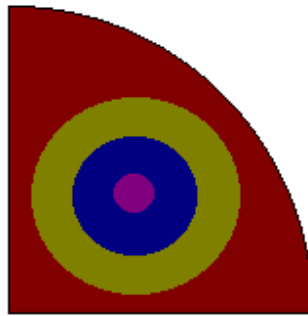


Figura 31: Apariencia de un depósito por ablación láser con blanco de Si_3N_4 .

Debido a esta falta de uniformidad, otra variable importante será la alineación del elipsómetro, que no siempre apunta a la misma región de crecimiento de la película, complicando la medición y contribuyendo con errores de alineado.

Comparando las gráficas del porcentaje de SiO_2 con el grosor (figuras 29 y 30) en el crecimiento de las películas, se puede observar una correlación entre ellas, cuando hay mayor oxidación la película es más delgada; dado que no hay certidumbre de la alineación del elipsómetro y que el depósito debe ser más grueso en el centro de la película, se puede suponer que la película se oxida más hacia las orillas del depósito y que el problema de repetibilidad se deba mayormente a la alineación del elipsómetro. Para corroborar esto se realizarán nuevos depósitos (sección V.3) para analizar sus propiedades en distintos puntos del sustrato con elipsometría ex-situ y buscar mayor repetibilidad.

V.2 Depósitos de películas de capa sencilla

Se hicieron 3 nuevos depósitos pero a un solo par de presiones parciales ($O_2=1\text{mTorr}$ y $N_2=15\text{mTorr}$), para observar la repetibilidad sin pasar por el problema de acumulación de errores de modelado por la acumulación de capas diferentes. El procedimiento es el mismo que en los experimentos de la sección V.1, con la diferencia que se crece una sola capa por experimento. La energía y frecuencia de disparo del láser son de 600mJ y 10 Hz respectivamente.

Tabla II. Depósitos de películas sencillas.

	% SiO_2	Grosor Å
Experimento 1	44.8	696.38
Experimento 2	44.7	737.95
Experimento 3	43.3	741.29

* Porcentaje de silicio puro %Si.

Nota: en la tabla sólo se nota el porcentaje de SiO_2 , el resto está compuesto de Si_3N_4 .

La tabla II muestra los resultados obtenidos, en donde se aprecia que el porcentaje de SiO_2 repite mejor que en los depósitos anteriores debido a que sólo se depositó esta capa sobre cada sustrato y no se manejan modelos complicados para su aproximación, pero se nota que sigue el problema con los grosores donde la alineación del elipsómetro juega un papel importante ya que el depósito tiene una distribución de material parecido a una gaussiana (como se menciona en la sección II.1), con mayor concentración en el centro que decae suavemente hacia las orillas.

Se retomaron los datos elipsométricos de los depósitos anteriores con el fin de comparar los espectros elipsométricos de cada experimento. Esto es tomar la película más

delgada, ver sus propiedades ópticas y como se tiene la historia de cada depósito, retroceder en el tiempo las mediciones en las películas que salieron más gruesas hasta llegar al mismo espesor para comparar las propiedades. Se empezó por tomar la película más delgada (exp. 1), se obtuvieron sus parámetros elipsométricos al final del depósito y se aproximó un modelo (figura 32).

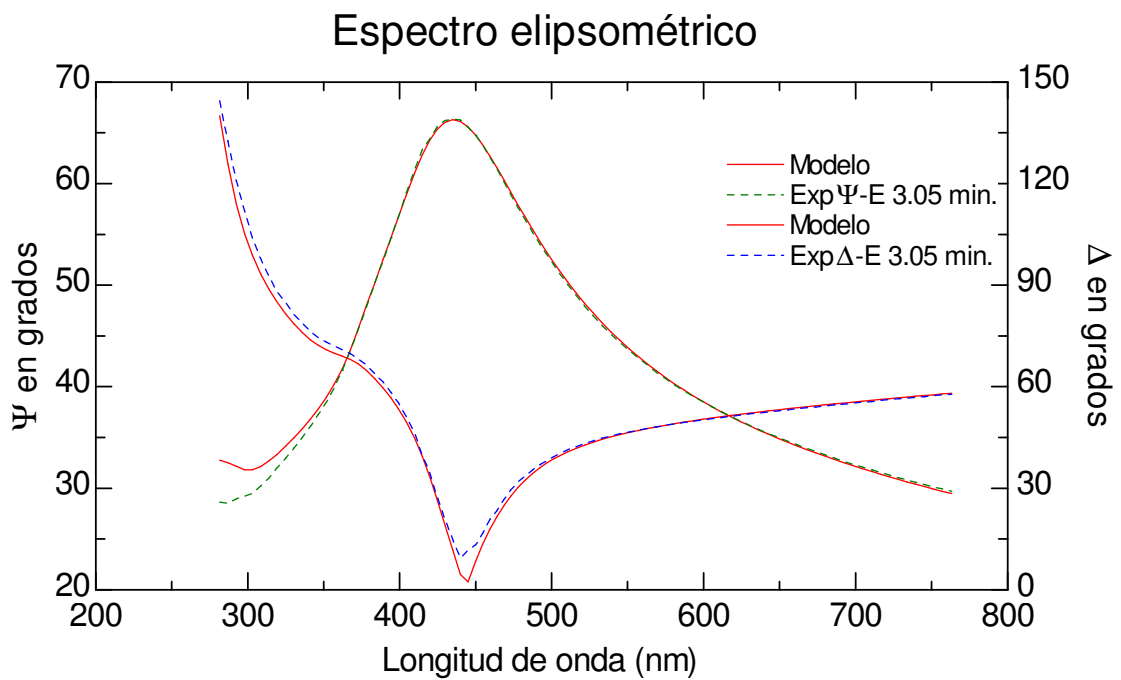


Figura 32: Propiedades ópticas de la película del experimento 1 y su modelo de ajuste.

Dado el modelo del primer experimento, se analizaron los datos de los otros dos depósitos para su comparación. Trabajando con los datos del experimento 2 y considerando que se tiene la historia durante el crecimiento completo de la película, se tomaron los parámetros elipsométricos en tiempos anteriores al final del depósito y se

compararon con el modelo del experimento 1, buscando el tiempo en que los espectros son más próximos (ver figura 33).

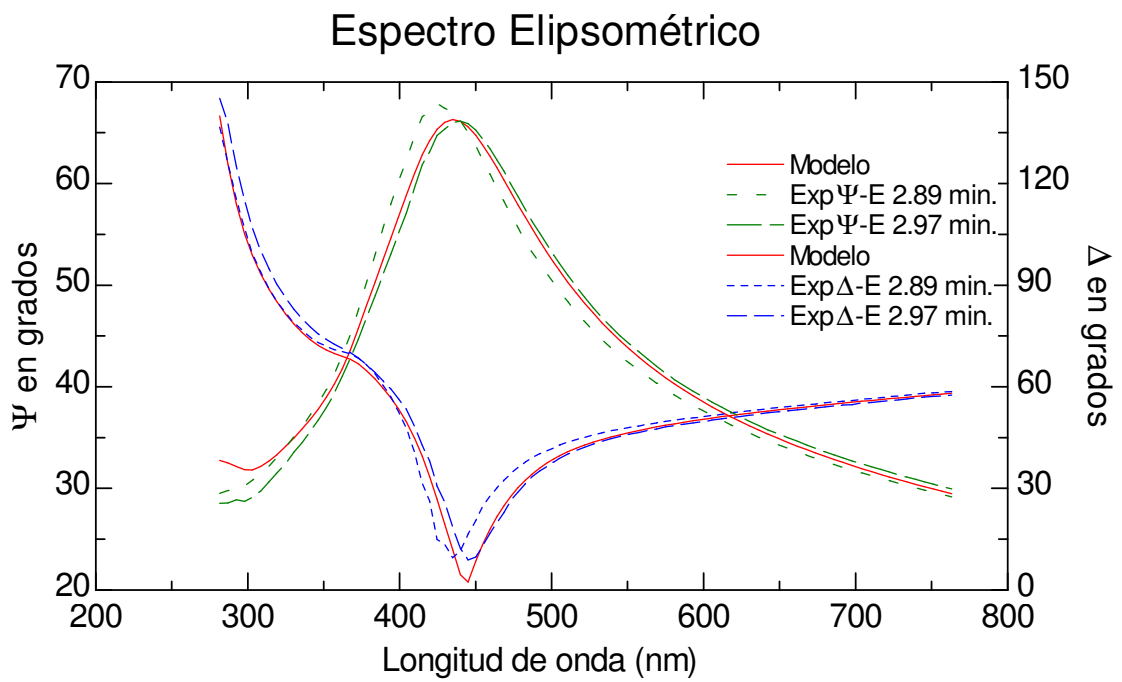


Figura 33: Comparación del espectro elipsométrico del experimento 1 (modelo) en tiempo final, con el 2 en los tiempos del experimento donde más se aproximan.

Lo mismo se hizo para el experimento 3 y el resultado se observa en la figura 34.

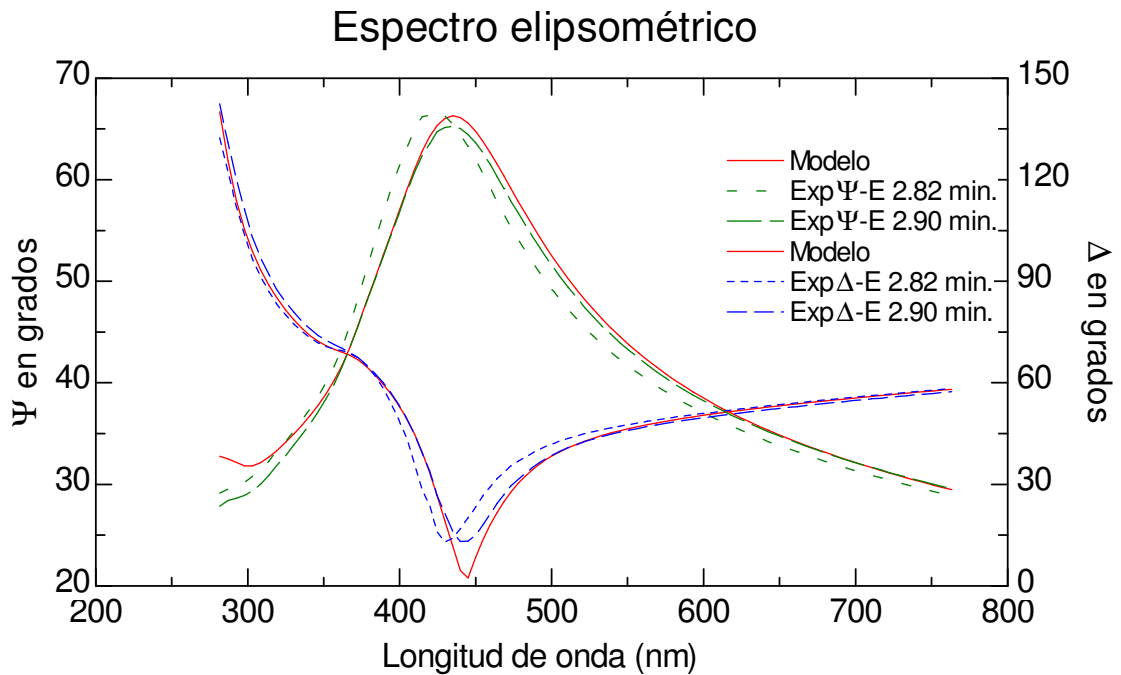


Figura 34: Comparación del espectro elipsométrico del experimento 1 (modelo) en tiempo final, con el 3 en los tiempos del experimento donde más se aproximan.

De las figuras 32-34 se puede observar que las propiedades ópticas de los 3 materiales son muy parecidas en estos tiempos, lo que nos puede indicar que se obtienen depósitos muy cercanos en composición y que el parámetro del espesor es una variable que no está repitiendo debido a que las condiciones como alineación del elipsómetro, distancia del sustrato, energía del láser, etc., no son las mismas y se necesita una retroalimentación si se desea control sobre el grosor.

Con la finalidad de observar el comportamiento del sistema en un intervalo de presiones más amplio, además de descartar la acumulación de errores por el apilado de capas diferentes, se hicieron varios depósitos de una sola capa a diferentes presiones de O_2

con una presión de N₂ fija para buscando repetibilidad. El tiempo de depósito fue de 2.67 minutos con una energía de 600mJ y una frecuencia de disparo del láser de 10Hz.

El proceso fue el siguiente:

Se colocó al sustrato en posición para depósito y se alineó el elipsómetro guardando la posición del sustrato. Después se hizo limpieza del blanco en alto vacío tapando el sustrato (para hacer esto hay que mover el sustrato) y disparando el láser hacia el primero por unos cinco minutos, con una energía de 200mJ y frecuencia de 1Hz. Después de este procedimiento se reajustó la posición del sustrato y se realineó el elipsómetro, se ordenaron las presiones deseadas esperando un tiempo aproximado de 1 minuto para el establecimiento de las mismas, (sin tomar cuenta exacta). A continuación inició la adquisición de datos con el elipsómetro y enseguida el disparo del láser por 2.66 minutos con una energía de 600mJ y frecuencia de 10Hz. En la tabla III se muestran los resultados.

Tabla III. Propiedades de los experimentos de capa sencilla por elipsometría in-situ.

Presión de N ₂ = 15mTorr										
Exp.		a			b			C		
	Presión O ₂ mT	Grosor Å	%SiO ₂	ecm	Grosor Å	%SiO ₂	ecm	Grosor Å	%SiO ₂	ecm
1	0	560.3	8.8 *	7.8	544.3	8.3 *	7.9	513.4	8.6 *	5.9
2	1	696.4	44.8	16.8	737.9	44.7	12.4	741.3	43.3	17.1
3	2	721.7	52.4	12.0	718.3	54.8	9.6	724.7	55.5	13.4
4	4	703.7	63.9	9.5	661.5	64.3	14.3	622.8	62.5	22.8

* Porcentaje de silicio puro %Si.

Nota: en la tabla sólo se nota el porcentaje de SiO₂, el resto está compuesto de Si₃N₄.

Se puede notar de la tabla III que el porcentaje de SiO₂ es altamente repetible mientras que hay problemas con el grosor de la película donde hay variaciones de hasta 80 Å de una película a otra de las mismas condiciones.

Con los experimentos 3 y 4 de la tabla III se hizo un análisis de la película resultante, probando el grosor y composición de la misma en diferentes puntos. Sobre una misma película se tomaron varios puntos de análisis, uno al centro otros dos alejándose del mismo ~ 8 y 16 mm. Los resultados se muestran en la tabla IV.

Tabla IV. Análisis de los depósitos en distintos puntos de la película por elipsometría ex-situ.

Presión Mtorr		Grosor A			% SiO ₂		
		Centro	A 8mm	A 16mm	Centro	A 8mm	A 16mm
N ₂ =15 O ₂ =2	Exp3a	770.3	705.1	578.8	58.8	61.7	66.1
	Exp3b	770.4	702.5	603.8	64.9	67.2	69.9
	Exp3c	787.2	723.0	615	64.7	67.4	75.7
N ₂ =15 O ₂ =4	Exp4a	742.8	665.5	501.4	73.4	76.2	84.2
	Exp4b	706.4	643.0	464.9	72.4	76.9	81.7
	Exp4c	712.9	685	439.2	73.8	80.1	85.2

Nota: en la tabla sólo se nota el porcentaje de SiO₂, el resto está compuesto de Si₃N₄.

La tabla IV muestra que los espesores al centro son más grandes y hacia las orillas decaen. También deja ver que el nivel de oxidación crece en las orillas, efecto que puede ser debido a que la distancia que recorre el material antes de depositarse en el sustrato es más larga, y la concentración de silicio menos densa por lo que se oxida mayormente por la atmósfera de oxígeno.

Con este experimento se puede notar la importancia de la alineación del elipsómetro, la que es difícil de repetir in-situ debido a otros parámetros de ajuste como la inclinación del blanco y el área de desbaste.

V.3 Otros depósitos multicapa

Para observar el comportamiento del sistema de depósito con un perfil de presión descendente, se realizó un par de depósitos multicapa donde se mantuvo la presión de N₂ fija y la de O₂ se varió de manera descendente, con una energía del láser de 500mJ, un tiempo de depósito por capa de 2 minutos y una frecuencia de 10Hz.

El procedimiento es el mismo que para una capa sencilla con las variantes del tiempo de depósito, energía del láser y que al terminar la primer capa no se vuelve a limpiar al blanco, suspendiendo el depósito por unos 3 minutos para hacer el cambio de presión y analizar los datos elipsométricos. Después se continuó con la siguiente capa repitiendo el procedimiento de adquisición de datos elipsométricos, disparo del láser y cambio de gas hasta terminar todas las capas.

Tabla V. Depósitos multicapa con perfil de presión descendiente.

Capa	Presión O ₂ (mTorr)	Experimento 1			Experimento 2		
		Grosor A	% SiO ₂	ecm	Grosor A	% SiO ₂	ecm
1	5	428.8	68.1	14.5	442.3	67.2	16.4
2	4	465.3	72.9	20.8	485.3	71.7	22.9
3	3	466.3	65.5	26.4	475	63.8	35.3
4	2	465.2	59	47.3	475	56.6	57.7
5	1	467.8	56	74	473.4	51.6	96.4

Nota: en la tabla sólo se nota el porcentaje de SiO₂, el resto está compuesto de Si₃N₄.

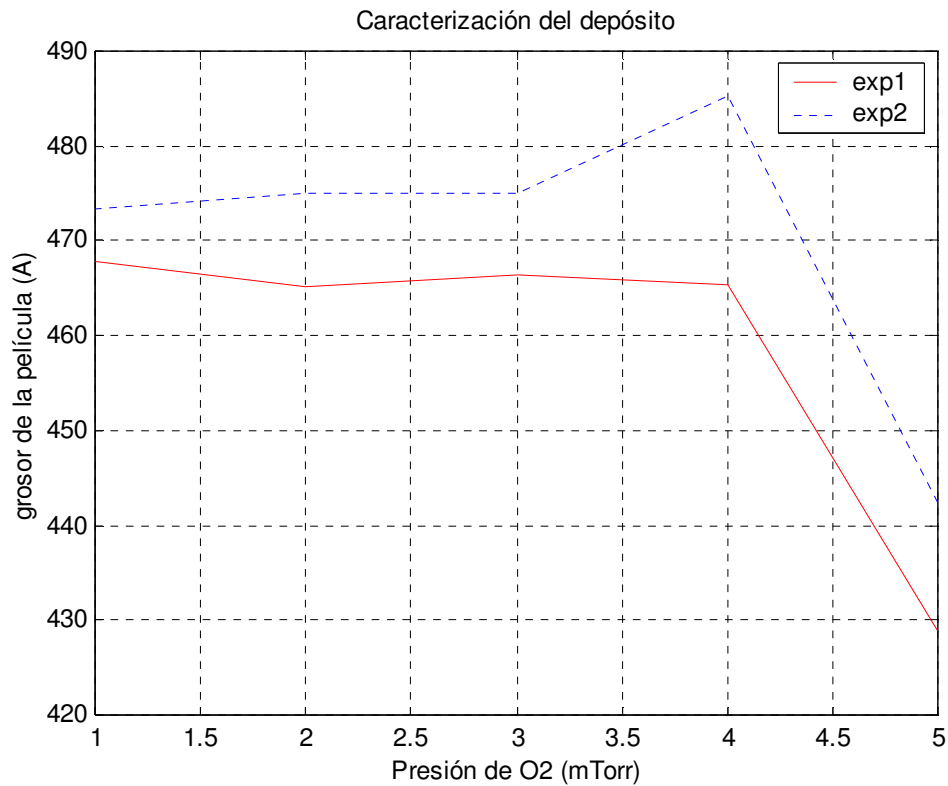


Figura 35: Variación del grosor en depósitos multicapa con energía de disparo del láser de 500mJ.

De la tabla V se puede notar que el grosor dentro de un mismo experimento es muy constante (también ver figura 35), es de notar que el único cambio con los experimentos multicapa anteriores (tabla I), donde hubo mayor variación en el grosor, es el de energía una más baja. Al cambiar de experimento es muy difícil alinear el arreglo para que coincidan la misma área e inclinación del blanco, por lo que cambia la distancia de éste hacia el sustrato, y por lo mismo varía el grosor y la composición de la película de un experimento a otro; además, la alineación del elipsómetro es distinta y dada la no

homogeneidad del depósito en el cual varía la composición y el grosor del centro a las orillas, las mediciones de este instrumento son diferentes con el cambio de experimento.

También se puede notar que el porcentaje de SiO_2 , tiene una tendencia de aumentar en el cambio de 5 a 4 mTorr de presión de O_2 , aunque al continuar bajando la presión, la oxidación del silicio tiende a bajar. Este efecto es parecido al tiempo de monocapa (cap. II sección 3), donde los gases que se adhieren a las paredes de un material son muy difíciles de remover y tardan mucho en salir.

Para apreciar mejor este efecto observemos dos experimentos cuando depositamos aumentando la presión de O_2 y cuando la disminuimos (experimentos 1 de las tabla I y V).

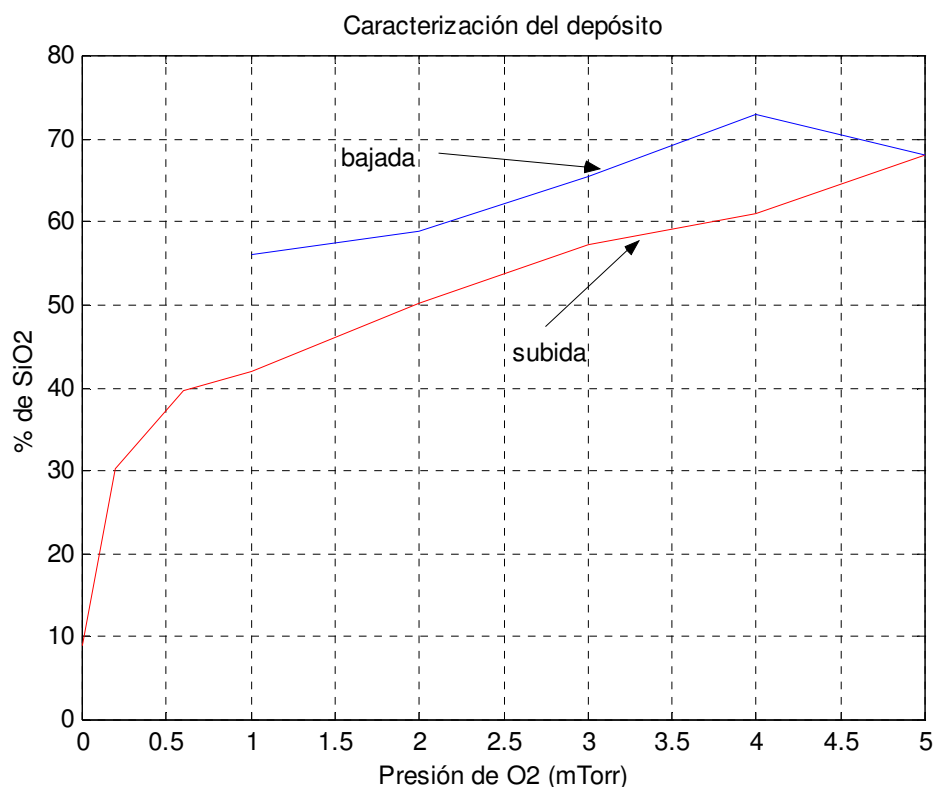


Figura 36: Histéresis en el depósito multicapas.

En la figura 36 se nota que el depósito tiene una histéresis, que cuando se deposita aumentando la presión de O_2 se tiene una curva de $\%SiO_2$, diferente de la que se obtiene disminuyendo esta presión. En la segunda curva el depósito es más oxidado que en la primera, como si quedara oxígeno en algún lugar que reacciona con nuestro proceso de depósito. Es importante recordar el efecto del tiempo de monocapa citado en el capítulo II, donde el gas que está adherido a las paredes del recipiente es más lento en remover que el que está en el espacio. Por lo que el blanco podría estar adsorbiendo oxígeno, y si la presión fue mayor antes, éste adsorba más que si antes fue baja. Otro fenómeno que se le puede sumar es el de la modificación del blanco cuando es expuesto a radiación continua (sección II.1), donde el blanco es modificado en presencia de O_2 .

Sería interesante repetir los experimentos con tiempos de espera controlados y con tiempos grandes. Lo primero para disminuir variabilidad entre experimentos y lo segundo para determinar si disminuye la histéresis con el tiempo.

Otra finalidad de este depósito multicapa es analizarlo ex-situ, para buscar una zona del depósito donde las propiedades ópticas sean más parecidas. Para esto se hizo elipsometría del primer experimento en el centro del depósito, después se tomó al segundo analizándolo en el centro y otros 2 puntos recorriéndose en cada uno 1mm hacia una orilla. Se compararon los espectros obteniendo:

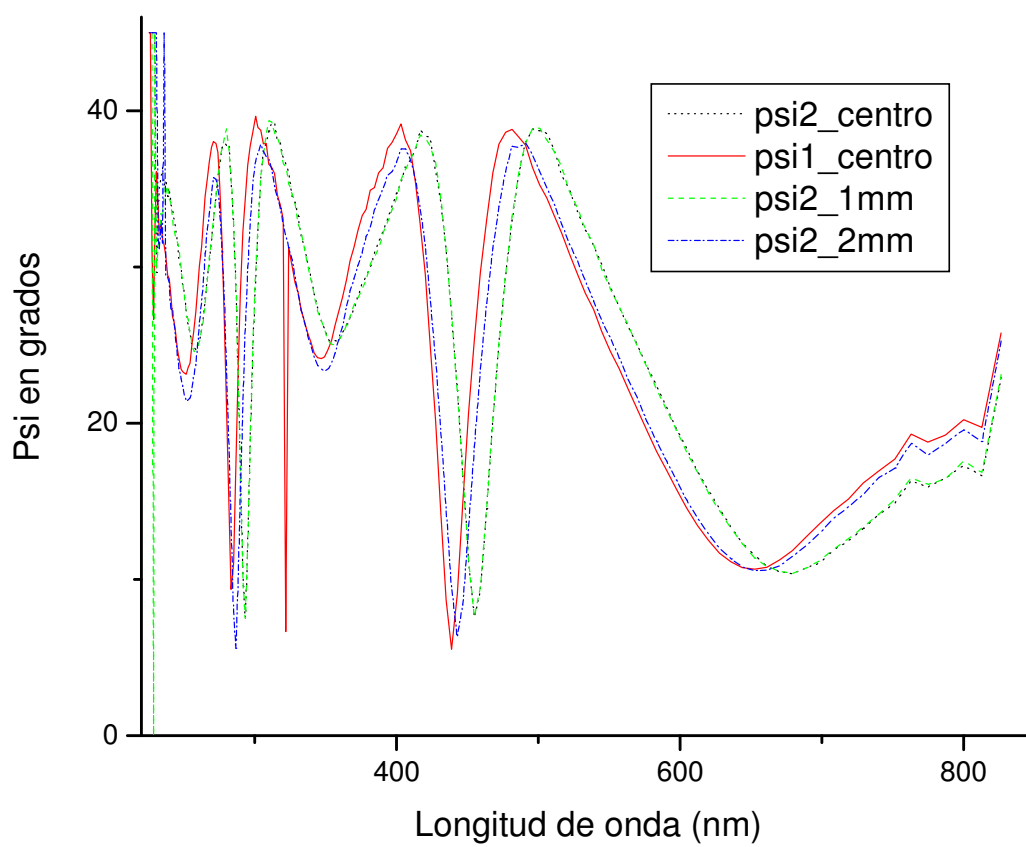


Figura 37: Propiedades ópticas de dos depósitos multicapa en diferentes puntos de los mismos (análisis por elipsometría ex-situ).

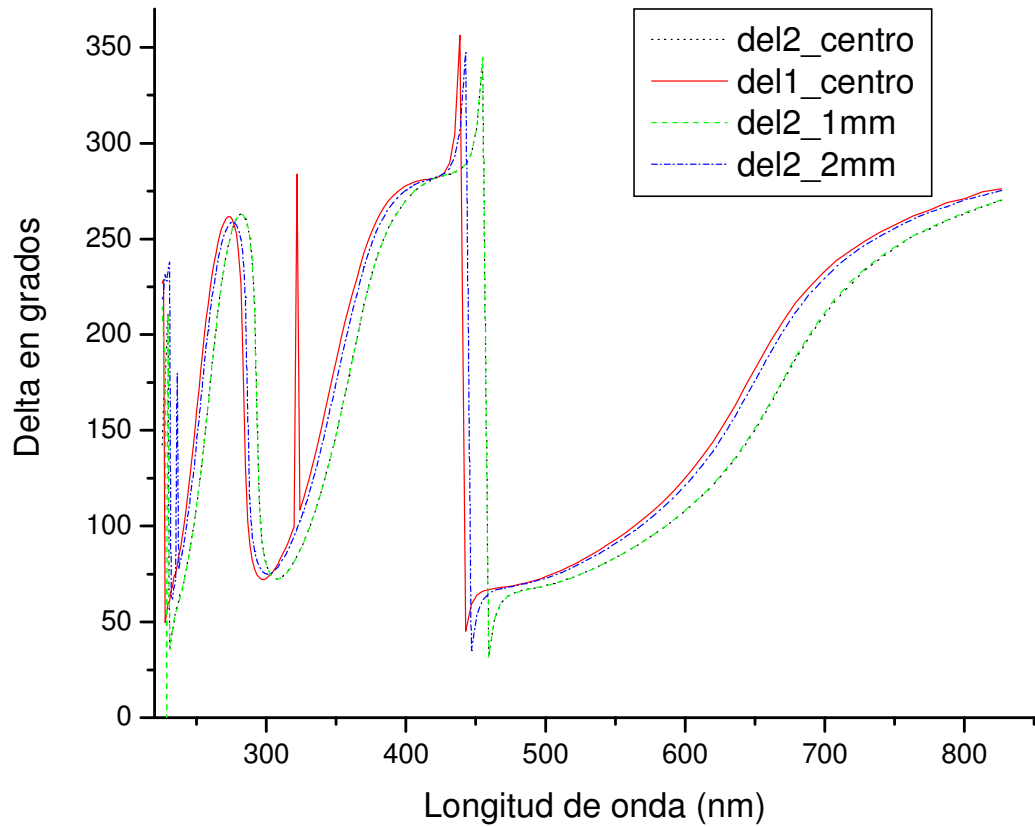


Figura 38: Propiedades ópticas de 2 depósitos multicapa en diferentes puntos de los mismos (análisis por elipsometría ex-situ)

En las figuras 37 y 38 se ve que las propiedades ópticas en el centro de las dos películas son un tanto diferentes, pero a medida que nos alejamos hacia una orilla en el segundo depósito, las propiedades se aproximan a las del centro del primero. Esto en cierto modo era de esperarse, ya que este era más grueso y menos oxidado en su centro, y sabemos que este tipo de depósito tiende a ser más delgado y oxidado hacia las orillas. Para aumentar la repetibilidad en los centros se necesita tener mayor control de los parámetros de alineación

del blanco así como el área de desbaste del mismo, además de la distancia con el sustrato, parámetros que por ahora son difíciles de repetir.

V.4 Análisis de la tasa de crecimiento de los depósitos

Por otro lado se intentó analizar los depósitos en la mitad del tiempo total del mismo, para observar si lleva una tasa constante de crecimiento. Para esto se tomaron los depósitos de capa sencilla de la tabla III, el análisis está expresado en porcentaje del grosor total y se encuentra en la tabla VI.

Tabla VI. Análisis de depósitos de capa sencilla en T/2.

Exp.	Presión O ₂ (mTorr)	Grosor Final (Å)	% SiO ₂ Final	Grosor en T/2 (Å)	% SiO ₂ en T/2	% Grosor en T/2
1 a	0	561	8.18	285.4	8.83	50.89
1 b	0	544.4	7.7	297.1	8.4	54.67
1 c	0	508.2	8.18	269.5	8.83	53.01
2 a	1	696.4	44.3	386.5	41.4	52.12
2 b	1	737.9	43.9	356.5	40.5	51.12
2 c	1	741.3	42.3	359.1	39.6	48.49
3 a	2	721.7	52.4	365.43	50.8	50.63
3 b	2	718.3	54.8	361.6	54.1	50.34
3 c	2	724.7	55.5	360.33	53.4	49.72
4 a	4	703.7	63.9	373.12	60.8	53.02
4 b	4	661.5	64.3	331.6	61.4	50.18
4 c	4	622.8	64.1	309.4	62.9	50.21

En la tabla VI se puede apreciar que el porcentaje del grosor del depósito a la mitad del tiempo del mismo es de aproximadamente el 50 %, por lo que se puede sugerir que tiene una tasa de depósito constante. Aunque la concentración de material depositado varía un

poco, esto puede ser debido al cambio que sufre el blanco cuando es atacado por el láser (sección II.1) con la contribución de la atmósfera reactiva.

En los depósitos con energía menor de los depósitos multicapa (tabla V y figura 35), se observó que el grosor era más constante al cambiar de capa dentro de un mismo experimento, comparado con los depósitos multicapa con energía mayor (tabla I y figura 30). Por lo que se hizo un análisis de un par de películas con diferentes energías del láser durante su depósito, observando la tasa de crecimiento en cada una.

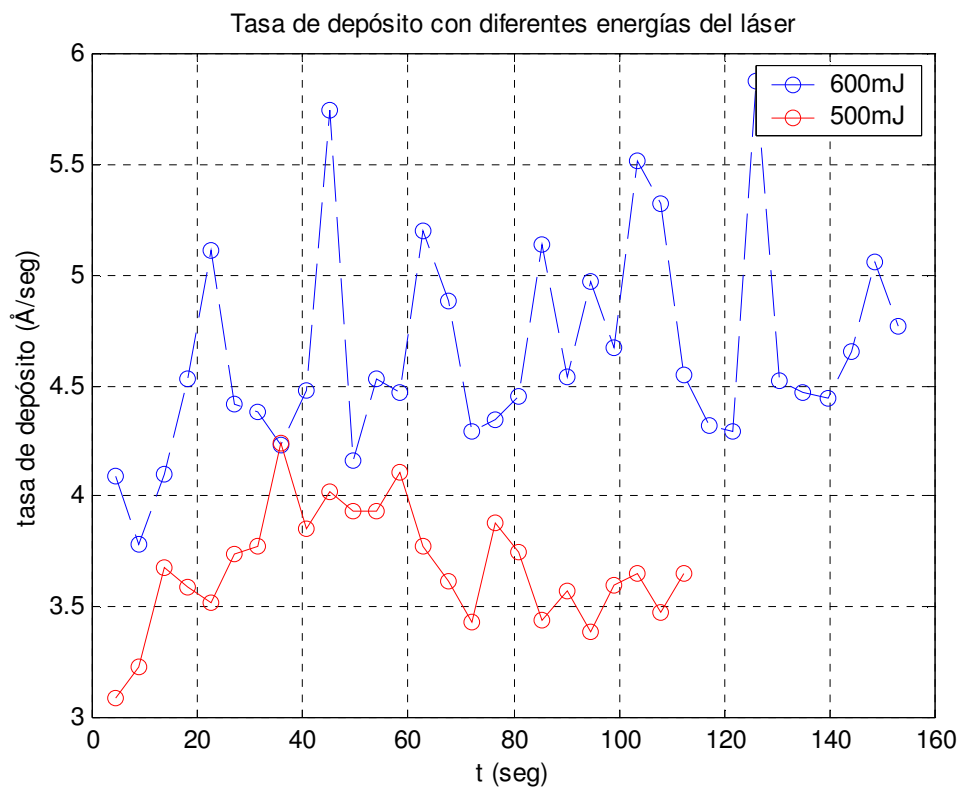


Figura 39: Tasa de depósito con diferentes energías del láser.

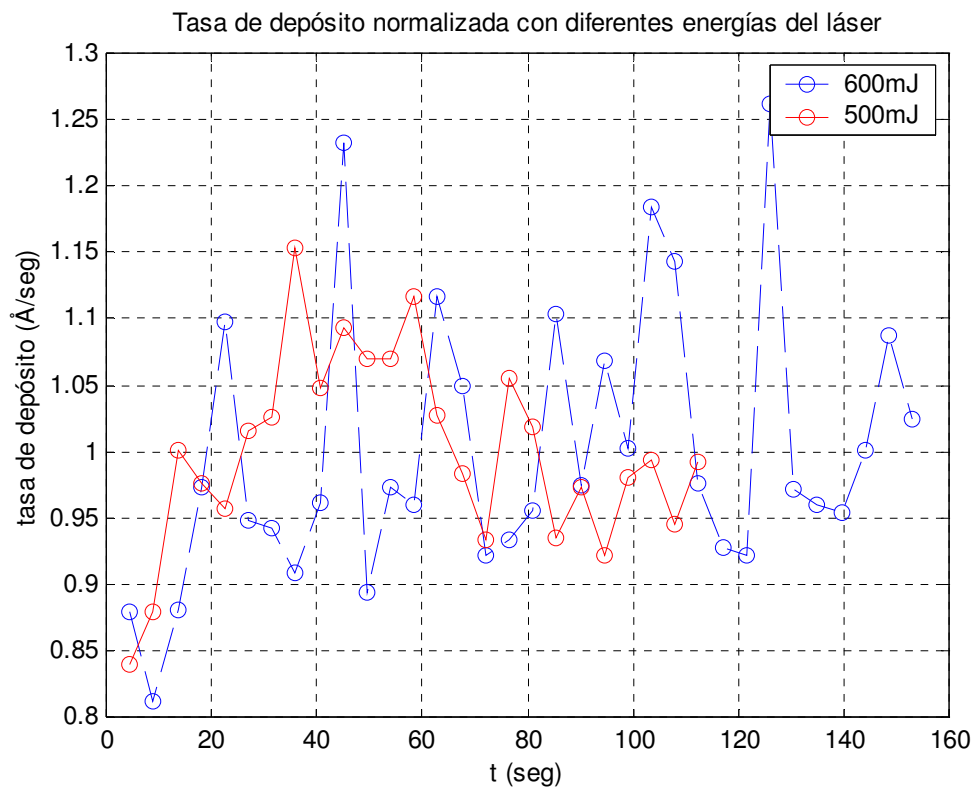


Figura 40:Tasa de depósito normalizada con diferentes energías del láser.

En la figura 39 se observa el crecimiento de la película en tiempos discretos, esto es cada 4.5 segundos, que es igual al tiempo de muestreo del elipsómetro con el que hacemos la medición. Cada 4.5 seg, la película depositada a una energía de 600mJ crece en promedio 20.96 Å, mientras que a 500mJ crece 16.55 Å, esto son tasas de crecimiento de 4.66 y 3.68 Å/segundo respectivamente. Con el fin de observar la variación del depósito se normalizaron las mediciones (figura 40), obteniendo a simple vista que el depósito a 600mJ fluctúa mayormente, mientras que el de menor energía es más constante. Las desviaciones estándares normalizadas del crecimiento de los depósitos $\sigma_{500}=0.072$ y $\sigma_{600}=0.103$

corroboran esta observación. Es posible que a mayor energía en el láser, éste se encuentre cerca de la saturación, haciendo más complicada la regulación de energía, y si es menor, el láser no tenga tanto problema en entregar la cantidad de energía requerida y sea más estable. Para poder llegar a una conclusión de que la energía influye en una tasa de depósito más constante, es necesario hacer más experimentos para realizar un estudio estadístico y si es posible monitorear la energía de cada pulso del láser para incluirla en el análisis.

Conclusiones

Se mejoró el sistema de ablación, logrando establecer presiones parciales controladas dentro de la cámara de crecimiento y con esto obtener depósitos repetitivos en espesor y composición. El parámetro que repitió mayormente fue la concentración química del material depositado. Ésta varía de un experimento a otro por diversas razones:

- 1) La inclinación del blanco, que influye en la distancia sustrato blanco que es recorrida por el plasma en la atmósfera reactiva.
- 2) La deformidad del blanco de Si_3N_4 , que modifica la dirección de expulsión del plasma así como su composición.
- 3) La alineación del elipsómetro con respecto al área del sustrato en la que se deposita el material, ya que la composición química y los espesores de las películas no son uniformes. En el caso de los depósitos con blanco de Si_3N_4 , se observó que los experimentos no son homogéneos, esto es que la concentración química no es la misma en el centro del sustrato y las orillas, por lo que si el centro de la nube de material no pega siempre en el mismo lugar debido a la inclinación del blanco, el elipsómetro medirá en diferentes puntos del depósito para cada experimento afectando la repetibilidad de la medición.
- 4) El perfil de crecimiento de presión en los depósitos multicapa, que provoca un comportamiento de histéresis en las películas debido posiblemente al fenómeno de tiempo de monocapa y de modificación del blanco durante la irradiación continua del láser sobre éste.

Para aumentar la repetibilidad estequiométrica y geométrica de los depósitos, hay que tener especial cuidado en: 1) la inclinación del blanco, (aun no se tiene ningún aditamento para ajustar finamente este parámetro), 2) la distancia del sustrato, la que cuenta con un vernier para ajuste fino, por lo que esta distancia si puede repetirse más fácilmente, 3) la alineación del elipsómetro, ésta puede ser buena si los dos parámetros anteriores son reproducibles, quedando el elipsómetro siempre al centro del depósito con ligeras variaciones, 4) dar un perfil o trayectoria de presión repetida de un depósito a otro para minimizar los efectos de la histéresis, o también se pueden controlar los tiempos de espera antes de disparar, para observar si el fenómeno de tiempo de monocapa es el que afecta.

El espesor es el parámetro con mayor variabilidad. Los parámetros que influyen en esta variabilidad son:

- 1) La energía del láser. Se observó que a una energía menor (500mJ), el grosor es más reproducible, con variaciones muy pequeñas dentro de un mismo experimento. Esto podría deberse a que está lejos del límite superior de energía del láser, y permita regularla mejor.
- 2) La inclinación del blanco. Ya que la inclinación del blanco varía la distancia sustrato-blanco, a mayor distancia la nube de material se abre más y las capas son más delgadas.
- 3) La alineación del elipsómetro. El depósito no es uniforme, por lo que si el elipsómetro no apunta a la misma región del depósito de un experimento a otro, las lecturas serán diferentes, aunque el depósito fuese igual.

Si se quieren depósitos con grosor reproducible, hay que repetir el ángulo de inclinación del blanco, (difícil por ahora), reproducir la distancia del sustrato (se cuenta con un vernier para su ajuste), bajar la energía del láser para dejarlo recuperar y que su energía sea constante.

Habría que hacer más experimentos con energía baja para obtener alguna conclusión sobre su contribución en la variabilidad del grosor del depósito, además de monitorear la energía real en cada disparo.

Control de presión.

Por ahora se tiene un sistema que sólo hace regulación debido a la lentitud del medidor de presión y el modelo utilizado basado en su respuesta. La presión en el estado estacionario fue controlada y probada con un espectrómetro de masas. El desempeño del modelo se puede considerar repetitivo de acuerdo con el resultado de los depósitos, los cuales en composición química fueron reproducibles.

La discriminación de presiones parciales por medio de la detección de líneas de emisión del plasma de ablación es poco efectivo para nuestra aplicación.

Se tiene un nuevo modelo para estimación de presiones empleando un observador, donde se elimina la lentitud del medidor Pirani. Éste debe ser probado en condiciones de ruido y condiciones de operación. El modelo podría servir en un momento dado para seguimiento de trayectorias de presión.

Apéndices.

A.1 Tarjeta de adquisición y control.

La tarjeta de adquisición y control es de diseño propio, la que 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 decodificado de direcciones. Esta tarjeta cuenta con dos salidas y cuatro entradas analógicas de 12 bits de resolución, además de un par de salidas digitales para manejo de dispositivos con niveles TTL. El diagrama de bloques se muestra en la figura 41.

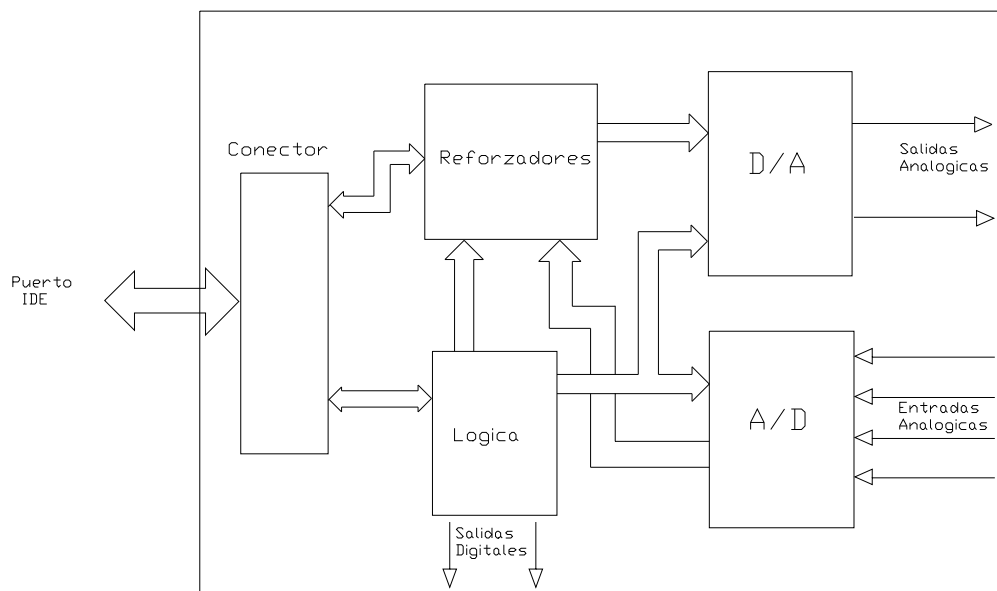


Figura 41. Diagrama de bloques de la tarjeta de adquisición y control.

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 500 HZ, 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 la figura 42.

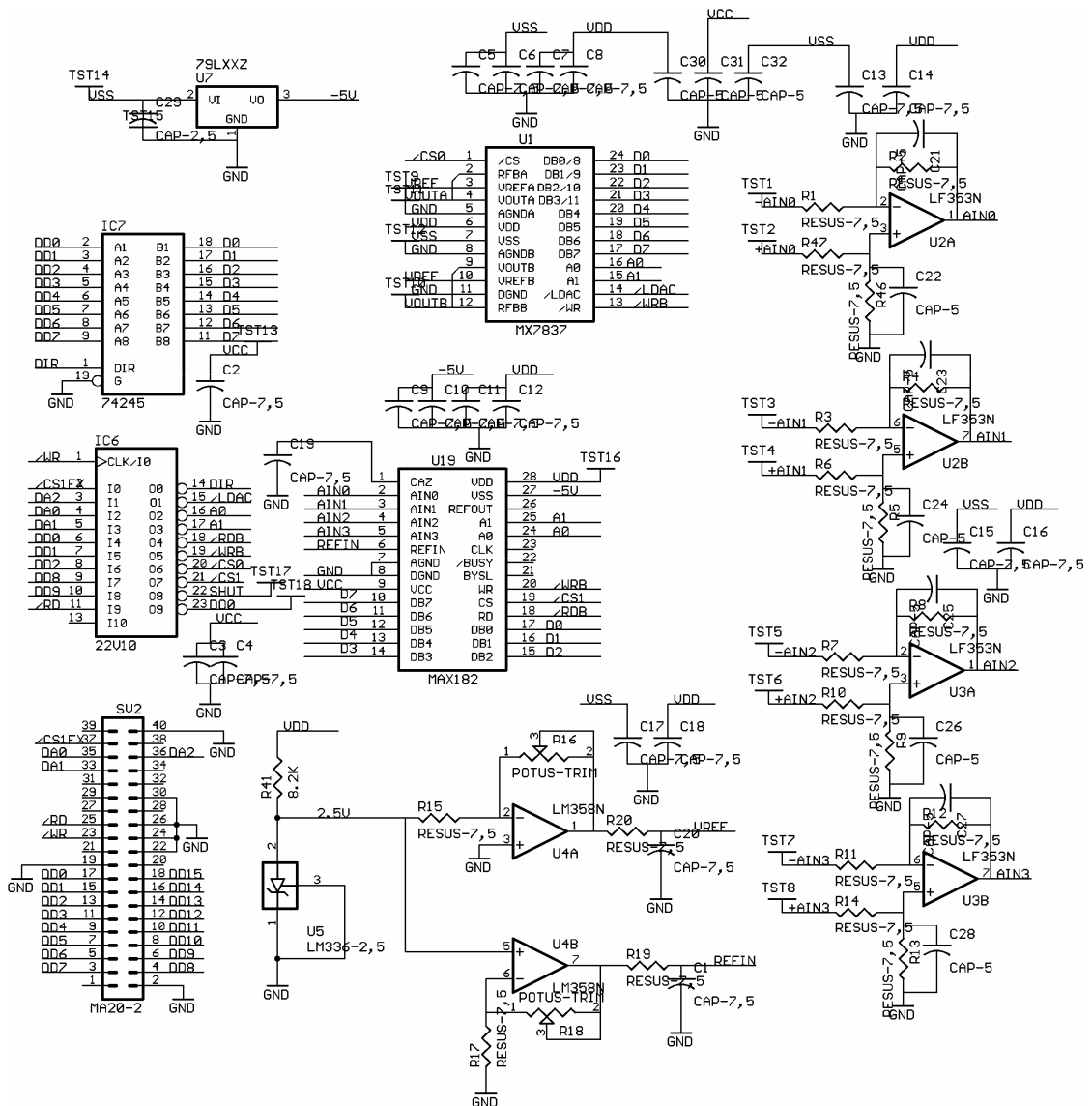


Figura 42. Diagrama eléctrico de la tarjeta de adquisición y control.

A.2 Programa de control.

El programa de control está hecho en lenguaje C, con el compilador borland C versión 3.0 para sistema operativo DOS. Los archivos fuentes y ejecutables se encuentran en el disquete anexo bajo los nombres `adqui.cpp` y `adqui.exe` respectivamente.

Referencias.

- Brannon J. 1993. Excimer laser ablation and etching. The American Vacuum Society. New York. 71-86 p.
- Dutton K., Thompson S., Barraclough B., 1997. The art of control engineering. Addison Wesley, New York.
- Foltyn S. R. 1994. Surface modification of materials by cumulative laser irradiation. En: Douglas B. Chrisey y Graham K. Hubler. Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, Inc., New York. 89-113 p.
- Geohegan D. B. 1994. Diagnostic and characteristics of pulsed laser deposition laser plasmas. En: Douglas B. Chrisey y Graham K. Hubler. Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, Inc., New York. 115-165 p.
- Machorro R., Samano E. C., Soto G., Villa F., Cota-Araiza L. Modification of refractive index in silicon oxynitride films during deposition. Material Letters 45 (2000): 47-50 p.
- Ogata K., 1998. Ingeniería de control moderna. Prentice Hall, México. 57-309, 669-710 p.
- Saenger K. L. 1994. Angular distribution of ablated material. En: Douglas B. Chrisey y Graham K. Hubler. Pulsed Laser Deposition of Thin Films. John Wiley & Sons, Inc., New York. 199-227 p.

- Samano E. C., Machorro R., Soto G., y Cota-Araiza L. 1998. In situ ellipsometric characterization of SiNx films grown by laser ablation. *J. Appl. Phys.* 84(9): 5296-5305 p.
- Soto Gerardo 2002. Comunicación personal. Investigador del CCMC-UNAM.
- Wilson R. 1997. Vacuum technology for applied surface science. En: John C. Vickerman. *Surface Analysis – The Principal Techniques.* John Wiley & Sons Ltd., New York. 9-42 p.
- Woollam J. A. 1997. A short course in ellipsometry. En: Woollam J. A. *WVASE32 Manual.* WexTech Systems, Inc., New York. 5-59.