



MEXICO, D. F.

AGOSTO 1995

I

# FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

## DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



-

Vniver4dad Nacional. AvPn94a de Mexico

> M. en C. Virginia Abrín Batule Jefe de la División de Estudios Profesionales de la Facultad de Ciencias Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo de Tesis: " ELABORACION DE PELICULAS DELGADAS POR DEPOSICION MEDIANTE PLASMAS Y EVAPORACION CONTROLADA "

ł

realizado por JOSE MANUEL ALVARADD REYES

con número de cuenta 8206352-0 , pasante de la carrera de FISICA

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

#### Atentamente

Director de Tesis Propietario	FIS. FRANCISCO FERNANDEZ ESCOBAR
Propietario	DR. FERNANDO ALBA ANDRADE
Propietario	DR. JUAN MANUEL MENDEZ ACEVEDO
Suplente	FIS. MANUEL JESUS JIMENEZ JIMENEZ M.
Suplente	DR. JUAN CARLOS ALONSO HUITRON
	(

# AGRADECIMIENTOS

A mis padres

•

### Eulalia Reyes Chávez

### Trinidad Alvarado González

Que sin tener la oportunidad de ver su más grande ilusión, siempre confiaron en mi.

"El amor y la fé que profesaron en vida, son las luces que me guían día con día "

> A mis hermanas Luisa Guadalupe Francisca Eva María

I

Que a su manera contribuyeron grandemente en mi formación, la cual sin su apoyo, cariño y comprensión, no sería posible la meta lograda. Mi más eterno agradecimiento al director de esta tesis: *Fís. Francisco Fernández Escobar* 

" Todos sabemos que las personas siempre merecen una oportunidad, pero pocos son capaces de obsequiarla"

"LA BONDAD -no el genio, ni la gloria, ni el amor- es lo que refleja la grandeza del alma humana."

> Agradezco al M.en C. Justino Guzmán, por los consejos y opiniones sugeridas así como el apoyo, en todo momento, brindado para la realización de este trabajo

1

"La sabiduría, de la vida, no es un don ni algo que se encuentra como receta en los libros. Es la vivencia de todos esos momentos amargos o felices que generan una conciencia en nosotros, distinguiendo de esta manera el oro del cobre"

Agradezco a mis sinodales

Fís.Francisco Fernández Dr. Fernando Alba Andrade Dr. Juan Manuel Méndez Acevedo Fís. Manuel Jesus Jiménez Jiménez Dr. Juan Carlos Alonso Huitron

Por sus opiniones y sugerencias para la elaboración de este trabajo. Partícularmente al Dr. Alba Andrade, por el apoyo económico brindado durante el desarrollo de este trabajo.

ü

Al grupo de electrónica: Fis. Francisco Pena B., Ing. Carlos Munive V. Martha González, Martha Tinoco, Fis. Jesus Ortega, Fis. César Ruíz. Clara Luz Quintanar. Hilda Rodríguez.

"Gracias por los ratos tan agradables; su sola presencia me hace sentir que todavía se pueden encontrar amigos. ('uando entre la multitud de tus amistades, te detienes por un momento y volteas hacia citrás, te das cuenta que solo existen unas cuantas huellas que siempre están contígo, y es cuando logras destinguir entre la multitud: a los amigos"

Agradezco al Laboratorio de Microscopía Electrónica y de manera muy especial a **Roberto Hernández Reyes**, quien me orientó y apoyó para el depósito de las películas delgadas, así como las facilidades brindadas en el uso del quipo.

#### Gracias: Roberto

Agradezco al técnico Edgar Méndez por su disponibilidad para ayudarme en cualquier momento, en la elaboración y diseño de dispositivos.

Agradezco al grupo del Acelerador Van de Graaff de 5.5 Mev del IFUNAM.

Juan Carlos Pineda S. M. en C. Eustacio Pérez Zavala Dr. Eduardo Andrade Ibarra

Por la ayuda otorgada en la medición de los espesores de películas que se elaboraron en este trabajo

iii

Agradezco a Edith Cienfuegos Por el equipo prestado en las primeras evaluaciones de los espesores de las películas

De manera muy especial a Irene Calixto Sanchez

**...** .

•--

Por haber permanecido a mi lado en todo momento.

" El amor no se crea ni se destruye solo se transforma "

Y finalmente agradezco a todos aquellos que de alguna u otra manera contribuyeron en el desarrollo de este trabajo.

M<sup>a</sup> del Carmen Robles Pacheco..... Gracias ;. "Despues de todo, no siempre se puede obtener lo que se desea"

iv

# Capitulo I.- Películas delgadas

**...** 

-

	página
1.1 Antecedentes	6
1.2 Métodos para la elaboración de películas delgadas	6
1.3 Métodos Físicos	7
1.3.1 Método de evaporación térmica	7
1.3.2 Método de espurreo ("sputtering")	8
1.3.3 Ionización	8
1.3.4 "Sputtering" por cátodo	11
1.3.5 "Magnetron Sputtering"	12
1.4 Técnicas para la evaluación de películas delgadas	15
1.4.1 Técnicas Espectroscópicas	16
1.4.2 Microscopía electrónica	18
1.4.3 Elipsometría	19
1.5 Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)	20
1.5.1 Dispositivo RBS	22

# Capitulo II.- Elaboración sistemática y cuantificada de películas delgadas

2.1 Un sistema de elaboración de películas delgadas	26
2.2 Sistema de control de los sistemas móviles	28
2.2.1 Sistema de control del movimiento del motor p.a.p.	28

2.2.2 Interface	30
2.3 Sistema de medición de masas	33
2.3.1 Efecto Piezoeléctrico	34
2.3.2 Circuito equivalente de un cristal piezoeléctrico Vibratorio	36
2.3.3Dependencia de los cambios de frecuencia con la masa	42
2.3.4 Osciladores de alta frecuencia	44
2.3.5 Frecuencimetro	45
2.3.6 Conexión de los circuitos, en la cámara de vacío	52

•**•**•

-

ł

# Capitulo III.- Evaluaciones experimentales y resultados

3.1 Movimiento controlado del motor p.a.p.	55
3.2 Sistema de medición de espesores	56
3.2.1 Preparación de la cámara	57
3.2.2 Depósito de películas	59
3.2.3 Análisis de resultados	66
3.2.4 Proceso de medición en el Depósito de Películas	69
Conclusiones	76
Apendice A	77

### Introducción

La fabricación de películas delgadas tiene una gran importancia científica y repercusión en el terreno de la física aplicada; particularmente en la industria, donde se requieren procesos de alta producción con reproducibilidad confiable en cada uno de los parámetros de interés de las películas elaboradas. Por citar un ejemplo, en la fabricación de celdas solares se depositan en forma sistemática, controlada y cuantificada, varias capas de películas semiconductoras tanto intrínsecas como extrínsecas, para lograr el ya conocido efecto fotovoltaico, tan útil en el campo de las fuentes de energía alternativas. Entre otros ejemplos se encuentran además, el recubrimiento de espejos, elaboración de circuitos integrados, etc.

El método de "magnetron sputtering" es muy usado industrialmente por reunir varias características deseables; es decir, se usan sistemas con capacidad para un número grande de materia prima (substratos), con la ventaja de poder depositar un determinado número de materiales diferentes, sin necesidad de abrir el sistema para cambiar la fuente; esto es, tener multifuentes en el mismo sistema; y finalmente, las veces que el sistema puede usarse antes de que se requiera abrir para hacer algún cambio (recargar materia prima, limpiar o cambiar la fuente, mantenimiento del sistema, etc.).

En base a lo anterior, se puede apreciar que la importancia que tienen los equipos para la producción de películas delgadas es tanto científica como estratégica y económica; por lo que el desarrollo de tales equipos es esencial. Sin embargo, a pesar de esa importancia, tal desarrollo es aislado y escaso en nuestro país.

Hace algunos años, el investigador emérito: Dr Fernando Alba Andrade, elaboró en el Instituto de Física de la U.N.A.M., un proyecto de diseño y construcción de una cámara de vacío para el depósito de películas delgadas por el método de "magnetron sputtering". Al respecto, en el capitulo I se mencionan brevemente algunos de los métodos empleados para el depósito de películas delgadas y se hace una comparación de éstos con el de espurreo ("sputtering"); haciendo resaltar de este modo, las ventajas que se tienen al depositar películas por dicho método.

Entre la serie de objetivos que se pretende alcanzar con dicho proyecto, es de interés para el presente trabajo el cubrir los puntos siguientes, en apoyo a dicha investigación.

1).- Controlar el movimiento de una cortina limitadora del "sputtering".

2).- Desarrollar y construir un sistema que permita medir el crecimiento del espesor de la película durante el depósito.

3).- Automatizar la operación de la instrumentación necesaria a los incisos anteriores, mediante una microcomputadora tipo PC compatible con IBM, equipada con una tarjeta A/D - D/A de patente.

;

Respecto al punto 2, si bien existen instrumentos de patente que permiten medir el espesor de la película durante el depósito de la misma tales como: STM-100 y el XTC fabricados por Sycon Instrumentos y INFICON Leybold-Heracus respectivamente, son instrumentos de alto costo (mayor a 4000 dolares) e importados, lo que implica en algunas ocasiones un mantenimiento especializado además de costoso.

Esta tesis, surgió en apoyo a ese proyecto, dedicándose particularmente al control del sistema de movimiento (cortina y portamuestras) y la construcción de un dispositivo que permita medir el espesor o espesores de películas depositadas sobre un determinado substrato. Especificamente, el trabajo realizado comprende lo siguiente:

1.- Construcción de los circuitos que permitan el control de velocidad y posición de motores paso a paso, desde una microcomputadora tipo PC, mediante una tarjeta A/D- D/A de patente. Esto, para ser aplicado a los sistemas moviles descritos.

2.- Construcción de un sistema para medir la masa depositada, en base a variaciones de frecuencia electromecánica en cristales piezoeléctricos empleados como sensores. Se pretende resolver masas de películas con espesores entre 0.01 y 1 micras. Esta etapa implica la construcción de:

 a) Un oscilador de alta frecuencia (MHz) y amplitud variables en los intervalos de operación de los cristales, con impedancia de salida adecuada a los mismos.

b) Un contador digital con desplicgue de 8 dígitos y respuesta mínima de 0.5 s

e) Los circuitos de interconexión y control de los instrumentos anteriores para la citada microcomputadora.

3) Elaborar la programación básica para la operación automatizada del conjunto y efectuar evaluaciones de éste en función de las variables: desplazamiento y velocidad, además de lo referente a la cantidad de masa depositada, analizando resultados contra valores obtenidos por otras técnicas distintas a las mencionadas.

En el capitulo II se describe el diseño y construcción de los dispositivos desarrollados para la realización de dichos objetivos, así como, una justificación teórica que garantiza la viabilidad de usar un cristal de cuarzo como transductor para medir espesores de películas depositadas sobre un substrato.

En el capitulo III se presentan los resultados experimentales obtenidos mediante el análisis de varios depósitos de películas de oro sobre cristales de cuarzo de 3.59575 MHz., usados como transductores para la realización del segundo objetivo antes mencionado. Tales resultados se comparan con la medida de los espesores, -alcanzados en cada caso-, realizada

mediante la técnica de retrodispersión de Rutherford; haciendo las conclusiones pertinentes al respecto.

5

.....

-

#### Capitulo I.- Películas delgadas

#### 1.1.- Antecedentes

El término delgado, aplicado a películas, es muy ambiguo. Se le emplea para definir el espesor de las capas comprendidas dentro de un intervalo de 5Å hasta 1 micra; en ocasiones se utiliza el término de "Película Gruesa " para describir espesores mayores. Para los fines que se persiguen en este trabajo, se denominará como película delgada toda capa depositada con espesor menor ó ígual a 1µ.

Las investigaciones de la estructura y propiedades físicas de tales películas no son de origen reciente, pero comienzan junto con el presente siglo. Se observa por primera vez en el depósito de películas metálicas sobre las paredes de tubos de descarga<sup>1</sup>, debido al fenómeno de evaporación. En 1937 Strong<sup>2</sup> publicó, el libro " Prácticas de Laboratorio de Física Moderna", que trata sobre el desarrollo de tecnología para la elaboración de películas. A partir de entonces, se generó una gran cantidad de publicaciones sobre el tema<sup>3</sup>. Fué hasta 1946, cuando Aron<sup>4</sup> realiza una revisión completa de dichas publicaciones sobre tas propiedades del espesor de las películas. Desde entonces se han desarrollado técnicas para controlar el espesor de la película, durante el proceso de su elaboración.

El desarrollo de películas delgadas tiene más de 90 años, durante los cuales los métodos de depósito que más se han trabajado son tanto el de evaporación como el de "sputtering". Por otro lado, el desarrollo tecnológico ha avanzado enormemente en la búsqueda de tener un mejor control en la elaboración de películas, tanto en su espesor como en la uniformidad; de tal manera que existe una variedad de métodos para el depósito de películas delgadas, pero no todos son capaces de depositar toda clase de materiales y algunos métodos requieren de más tiempo para la elaboración de películas delgadas. Esto último es un factor importante -sin menospreciar la calidad de ta película- en diferentes áreas de la industria y las ciencias, tales como: optoelectrónica, microelectrónica, recubrimiento de productos mecánicos, preparación de componentes en semiconductores y aisladores; así como el recubrimiento de espejos para telescopios, por mencionar algunos ejemplos. Por tales motivos, el tiempo que pueda durar la elaboración de películas delgadas resulta ser, por consiguiente, de importancia estratégica y económica.

#### 1.2.- Métodos para la elaboración de películas delgadas

Los métodos existentes para depositar películas delgadas, se pueden clasificar en dos grandes grupos; los que involueran procesos químicos: depósito por cátodo, sin electricidad, por evaporación química, oxidación térmica, oxidación ánodica;. y los que involueran métodos físicos: evaporación térmica y el de "sputtering". En ambos grupos se tiene una gran variedad de técnicas de elaboración<sup>5</sup>, de tal forma que para describir detalladamente a cada una de ellas, por un lado, se requiere de mucho tiempo, y por otro, eso queda fuera del objetivo del presente trabajo. Sin embargo se describen a continuación los procesos físicos, dado que en éstos es

común emplear un transductor para sensar el espesor de las películas, el cual es un objetivo que se pretende alcanzar en este trabajo.

#### 1.3.- Métodos físicos

Entre los métodos físicos, son de interés particular a este trabajo el método por "sputtering" y el método por evaporación térmica; ya que ambos son muy utilizados para depósitar palículas metalicas, sin embargo se describen con mayor detalle el método de "sputtering" por el interés que se tiene en este trabajo.

#### 1.3.1.- Método de Evaporación Térmica

Para la evaporación se emplea una cámara de vacío (cuya presión puede ser del orden de 10-6 torr), como la que se muestra en la figura 1.1. En el interior de ésta se calienta un filamento de tungsteno, mediante el paso de una corriente eléctrica<sup>6</sup>. El material, con el cual se desea recubrir una superficie dada, se encuentra en contacto con el filamento para su evaporación, de tal forma que las moléculas de vapor tienden a adherirse sobre el substrato. Las bajas presiones necesarias a este proceso, es para tener un camino libre de las moléculas evaporadas de varías veces el diámetro de la cámara, a fin de que el material evaporado se desplace eficientemente en todas direcciones a partir de la fuente. El substrato, que se encuentra situado a varios centímetros de la fuente, tiene una temperatura, determinada por la energía de radiación procedente de la fuente y por la energía cinética desprendida por las partículas al chocar; una mayor temperatura facilita la adhesión en la película.



Figura 1.1 Esquema de una cámara de vacio para el depósito de películas delgadas por el método de evaporación

Dependiendo de tipo del material que se desea depositar por este método, se usan filamentos de diferentes geometrías. En la figura 1.2 se muestran algunos tipos de filamentos. El tipo helicoidal se usa comúnmente para metales que se suspenden sobre el tungsteno en formas de pequeñas u de alambre. Frecuentemente se evaporan con este filamento materiales como el oro, el aluminio y la plata. La configuración de canasta y de navecilla se emplean para

<sup>7</sup> 

materiales que no pueden ser colocados fácilmente en forma de alambre. La canastilla tiende a evaporar el material, que se deposita en todas direcciones; mientras que la navecilla, por su forma, evapora únicamente hacia arriba.

Las fuentes antes descritas, funcionan bien con muchos materiales elementales y con algunos compuestos. Pero, en algunas ocasiones, debido a las altas temperaturas que se emplean en el método de evaporación, existen compuestos que se fraccionan y materiales que reaccionan tan rápidamente, que es necesario emplear otra forma de evaporarlos; ésta debe ser tal que ocasione una evaporación rápida en esos casos.



Figura 1.2 Algunos tipos de calentadores para la evaporación a bajas presiones de materiales diversos

#### 1.3.2.- Método de "sputtering"

Para los procesos de "sputtering", existen un variedad de tecnologías: cátodo, triodo, magnetrón, multiblancos, reactivo, etc. Todas ellas tienen el mismo principio, que consiste principalmente, en el bombardeo de la fuente por medio de un haz de iones. De dichas tecnologías se describen solamente dos de ellas: "sputtering" por cátodo y de magnetrón; ya que la primera se utilizó en pruebas preliminares para el depósito de películas con el fin de evaluar el espesor que se deposita en un determinado tiempo, (procedimiento que se describe con mayor detalle en el capítulo III); y la segunda, es de interés en el presente trabajo, que involuera el control de espesores de películas delgadas preparadas mediante el uso de plasmas. Antes de describir cada técnica (cátodo y magnetrón), se mencionan a continuación algunos conceptos sobre ionización y plasma.

#### 1.3.3.- Ionización

Este fenómeno se produce siempre que un átomo neutro pierde o gana uno o más electrones. Al átomo cargado resultante se le da el nombre de ion. Los electrones se pueden unir también a átomos o moléculas neutras para producir iones negativos. Las fuerzas que

sostienen a los electrones adicionales sujetos a los átomos nentros son débiles, de manera que los iones negativos pueden perder con facilidad el exceso de electrones con que cuentan. La figura 1.3 muestra una gráfica de la energía necesaria para separar el electrón más alejado del núcleo de un átomo neutro, en función del número atómico Z. En esta figura se puede observar que los átomos de capas más cercanas (helio, neón, etc.) requieren las energías de ionización mayores y que los átomos de metales alcalinos (litio, sodio, etc.), que solo tienen un electrón en sus capas externas parcialmente llenas, son los que se ionizan con más facilidad. Los átomos que tienen energías de ionización bajas, forman sólidos cuyas funciones de trabajo son bajas también. Las principales fuentes de energía de ionización son los fotones (hv), la energía térmica (kT) y la energía de colisión ( $mv^2/2$ )<sup>7</sup>. 1



Figura 1.3. Energía de ionización de átomos neutros en función de su número atómico

#### Ionización por Fotones

Los átomos individuales de un gas pueden emitir electrones cuando se hombardean con fotones cuya energía es mayor que la de ionización. Esto es energéticamente semejante a la fotoemisión de los sólidos. Los iones producidos fotoeléctricamente en un gas, pueden participar en la conducción gaseosa cuando se aplican campos eléctricos.

#### Ionización Térmica

En los gases, se necesitan temperaturas muy elevadas para la ionización térmica. Si se desea producir una ionización térmica significativa; el promedio de las energías cinéticas de la partícula (kT), debe ser del orden de la energía de ionización. Si ésta es del orden 10 eV, se necesitan temperaturas del orden de  $10^5$  °K para producir una ionización térmica notable. A temperatura ambiente, puesto que  $kT \approx 1/40$  eV, se produce una ionización térmica insignificante. Puesto que las energías cinéticas individuales de los átomos de un gas tienen límites de variación muy amplios (estadística de Maxwell-Boltzmann ), la ionización térmica aparece poco a poco al aumentar la temperatura y no hay una energía de umbral, como sucede en la fotoionización.

#### Ionización por Colisión

Cuando se tienen partículas cargadas moviéndose a velocidades altas, que bombardean átomos neutros, la ionización o excitación se produce con facilidad. En este caso, las fuerzas de largo alcance de Coulomb actúan entre el proyectil cargado y los electrones ligados; de manera que la probabilidad de ionización es muy grande. Cuando se usan partículas neutras a altas velocidades, solo actúan fuerzas de corto alcance y la probabilidad de ionización es muy pequeña. La experiencia demuestra que cuando una partícula cargada, a velocidad alta, se desacelera al pasar por un gas, produce en promedio un par de iones por cada 30 eV de energía que pierde la partícula. Este hecho se aplica al paso de cualquier partícula cargada en casi cualquier tipo de gas; lo que permite calcular la energía inicial de una partícula cargada, basándose en una medición del número de iones que produce antes de llegar al reposo.

#### Plasma

Está de moda referirse a los plasmas como el cuarto estado de la materia; no son en realidad un estado separado, son, más bien, un fenómeno ambiental que pueden experimentar los estados gaseosos, liquidos y sólidos, en presencia de una cantidad suficiente de ionización.

En la figura 1.4, se indica cómo la distribución del potencial en un diodo gaseoso de electrodos planos paralelos, puede cambiar con el tiempo a medida que la ruptura  $(V_{\rm b})$ prosigue hacia una corriente de estado uniforme limitada por el circuito exterior y a una descarga de "resplandor". Cuando t=  $t_0$ , se aplica abruptamente al tubo un potencial mayor que el de ruptura. En el momento en que  $t = t_0$ , la carga espacial neta es cero y la gráfica del potencial en función de la distancia es una recta. Si t  $\approx$  t<sub>1</sub>, se inician las avalanchas y llegan liasta el ánodo. La concentración de iones positivos es mayor cerca del ánodo y la curva del potencial comienza a alejarse de una línea recta conforme los electrones son atraídos rápidamente hacía el ánodo. Cuando t  $\approx$  t<sub>2</sub>, la concentración de iones positivos es lo suficientemente grande como para hacer que se reduzca el campo cercano al ánodo. La energía que los electrones transportan hacia la región de baja densidad de campo, hace que aumente la temperatura de esta región y se inicie la ionización térmica. La región de ionización en avalancha comienza a reducirse en dirección del cátodo. Cuando t  $\approx t_3$ , la longitud de la región de la avalancha se reduce bastante y la ionización térmica adquiere mayor interés. La carga neta de la región de baja intensidad de campo se acerca a cero. Cuando se llega a un estado uniforme, la descarga ha desarrollado dos regiones bien definidas, una de baja intensidad de campo, que es un región neutra conocida con el nombre de plasma, en que la ionización se produce térmicamente; y una región de caída del cátodo o cubierta, en la que se aceleran los electrones que salen del cátodo. A las descargas de este tipo se les da el nombre de descargas de resplandor.



Figura 1.4. Variaciones en el tiempo de la distribución del potencial durante la ruptura

#### 1.3.4.- "sputtering" por cátodo.

Para la elaboración de películas delgadas por el método de "sputtering" por cátodo, se utiliza un equipo semejante al que se muestra en la figura 1.5. La fuente y el substrato se encuentran colocados en una forma tal, que la fuente sea paralela al substrato. Ambos están separados a una distancia (fija) de entre 10 a 20 cm. Una vez teniendo la presión deseada se introduce un gas, ordinariamente argón, el cual se ioniza por la aplicación de una diferencia de potencial (del orden de 5Kv) entre el ánodo y el cátodo; los cuales se encuentran en contacto con el substrato y la fuente respectivamente. Los iones de argón (Ar+) son atraídos fuertemente por el cátodo, produciendo que choquen con la fuente a una velocidad tal que producen un desprendimiento de átomos (o moléculas) del material que se desea depositar. Los átomos desprendidos del cátodo por efecto de los iones que se estrellan, tienen suficiente velocidad para adherirse al substrato creando una película sobre éste, cuyo espesor depende, entre otras cosas, del tiempo que se mantenga la diferencia de potencial.

El depósito por "sputtering" si bien depende de las propiedades de los materiales tales como, su punto de fusión, el punto de ebullición y el de sublimación, no tiene el grado de importancia como en el depósito por evaporación; por lo tanto, la energía de ionización no está limitada y permite usar este método para materiales refractarios, que es una limitante que tiene el depósito por evaporación.



l

Figura 1.5. Esquema de una cámara de vacío para el depósito de películas por el método de "sputtering" por cátodo

#### 1.3.5.- "magnetron sputtering"

El continuo desarrollo de nuevas técnicas de depósito por "sputtering" ha tenido buenos resultados para el control y mejoramiento de las películas. Si bien el método de depósito de "sputtering" por cátodo data desde hace más de 90 años, las aplicaciones de éste fueron limitadas; no fué, sino hasta 1960 que se introduce la técnica de depósito de "magnetron sputtering", cuando el método toma gran importancia. Hoy día, es una de las principales técnicas para el depósito controlado de capas sobre conductores, semiconductores y aislantes.

Los magnetrones son dispositivos al vacío que generan o amplifican ondas electromagnéticas de alta frecuencia. En los magnetrones se usan campos eléctricos y magnéticos perpendiculares para producir trayectorias cicloidales.

El concepto de "magnetron sputtering" \*, básicamente consiste tanto en aplicar un campo magnético (B), que puede estar dado por un imán permanente o electromagnético, como la aplicación de un campo eléctrico (E) perpendicular a B. El campo E tiene como consecuencia la ionización del gas que se introduce en el interior de la cámara (argón); mientras que B, concentra los iones en una región donde el campo B es más intenso (en el centro); impidiendo de esta manera que no exista ionización en las fronteras de las líneas de campo (figura 1.6). La fuente se encuentra a un potencial negativo, por lo cual los iones del argón son atraídos hacia la superficie del material, con una velocidad v = E / B y en forma cicloidal, relacionada por la fuerza de Lorentz q(E+ v x B.). El impacto de los iones con la superficie, produce un desprendimiento de átomos de ésta (figura 1.7), los cuales se dirigen hacia el substrato. Debido a la ionización alta del proceso, podrían usarse gases a presiones bajas, lo cual permite aprovechar al máximo el depósito de la película. De lo anterior se pueden ver algunas ventajas que tiene el "magnetron sputtering", sobre los otros métodos de depósito, y que se describen a continuación<sup>9</sup>.



Figura. 1.6. Depósito por "sputtering" mediante plasma. En la región pequeña donde el campo eléctrico y magnético son perpendiculares, se observa como los iones se dirigen hacia la fuente.

#### Adherencia

La adherencia que tienen las películas sobre un substrato, depende en gran parte de la energía de los átomos que se depositan sobre éste. Para átomos más energéticos, que tienden a penetrar a mayor profundidad, se tiene una mejor adherencia sobre el substrato. De lo anterior se puede hacer una comparación entre el método de evaporación y el de "sputtering". Para "sputtering", se utilizan energías en un intervalo comprendido entre 1 y 100 eV. En los métodos de evaporación, la energía se encuentra entre 0.01 y 0.1 eV; de esta manera se concluye que la adherencia de la película por el método de "sputtering" es mejor que por el de evaporación.

Ð



.

figura. 1.7. Interacción de particulas durante el proceso de "sputtering"

#### Uniformidad

El recubrimiento de película sobre la frontera de una superficie, es un problema que presenta el método de evaporación. Si bien el vapor se irradía en todas las direcciones del interior de la cámara, éste se dirige en gran parte en forma líneal hacia el substrato. Ello ocasiona que el espesor de la película tienda a desaparecer al acercarse a los límites de la frontera del substrato (figura 1.8), Esto se debe a que las presiones bajas necesarias para este método, proporcionan un camino libre a las moléculas equivalente a varias veces el diámetro de la cámara. Alternativamente, el método de "sputtering" a presiones de algunos mtorr, proporciona un camino libre de los átomos de 100 veces menor a la distancia entre la fuente y el substrato. Esto implica que la trayectoria de los átomos desprendidos de la fuente no es recta hacia el substrato, es parcialmente aleatoria, ocasionada por las colisiones que tiene con los átomos del gas que se introduce en el interior de la cámara. De este proceso aleatorio resaltan tres ventajas observables con respecto a la evaporación.

1.- Se tiene un mejor recubrimiento en las fronteras del substrato.

2.- La unión del material que se deposita y el substrato, exhiben un grado alto de homogeneidad.

3.- Debido a la trayectoria azarosa de los átomos procedentes de la fuente, se tiene una mejor uniformidad sobre toda la superfície del substrato.



Figura 1.8, Muestra como la película, que se deposita por el método de evaporación, decrece conforme se aproxima a los límites de la superficie del substrato, desapareciendo sobre los costados de éste.

Con lo anterior, se podria suponer que el "sputtering" a presiones altas proporciona una mejor uniformidad de la película, debido a que las colisiones entre los átomos son más frecuentes. Este criterio tiene sus limitaciones; una de éstas es que la alta frecuencia de colisiones podría ocasionar una reducción en la energía de los átomos que arriban de la fuente; provocando que una gran fracción de éstos jamás llegue al substrato.

#### Manejo del plasma

Para lograr plasmas de densidad alta, se deben encontrar medios para reducir a un mínimo la velocidad con que los iones llegan a la superficie de un substrato. Si se coloca el plasma en un campo magnético, el movimiento de los iones será helicoidal y su paso perpendicular al campo magnético se verá limitado a las discontinuidades de sus trayectorias helicoidales producidas por los choques. El método de depósito de "magnetron sputtering" <sup>10 11</sup>, mejora la distribución y la intensidad del campo magnético. Este tipo de plasma se encuentra confinado por los campos E y B. El imán del magnetrón es paralelo a la superficie del substrato, con el fin de que el "sputtering" se dirija solamente hacia éste. Eso es posible, por la forma en que se producen las líneas de campo, las cuales parten del centro del magnetrón hacia sus extremos (figura 1.6), originando que solo en una pequeña región los campos (E y B) sean perpendiculares, mientras que en sus extremos disminuye bruscamente. En la zona en que los campos son perpendiculares, el "sputtering" se da directamente sobre la superficie del substrato (figura 1.7).

#### 1.4.- Técnicas para la evaluación de películas delgadas

Hasta el momento se ha puesto énfasis en la elaboración de las películas por los métodos antes mencionados. Se dió énfasis a los procesos físicos, debido a su uso en la industria y la investigación. Sin embargo, el deseo de obtener una buena calidad de la película, lleva intrínseca la medida del espesor que se desea alcanzar en el depósito. A continuación se describen algunas técnicas de evaluación de películas delgadas.

Existen una gran variedad de técnicas para la evaluación de la geometría de materiales. La utilización de una u otra depende de las propiedades que se esperan del material a caracterizar<sup>12</sup>. De manera más general, se pueden dividir estas técnicas de acuerdo al proceso que se utiliza; a saber, técnicas físicas: espectroscópicas y nucleares, químicas, etc. Cabe señalar que una caracterización total del material incluye en ocasiones el uso de más de una técnica. Para el interés del presente trabajo, se describen brevemente las técnicas espectroscópicas y nucleares.

#### 1.4.1.- Técnicas Espectroscópicas

Hay muchas de estas técnicas, pero todas trabajan bajo el mismo principio. Éste consiste en que, bajo ciertas condiciones, los materiales son capaces de absorber o emitir energía presente en varias de sus formas, usualmente es radiación electromagnética; sin embargo, también puede ser en forma de ondas sonoras, partículas energéticas, etc. Del resultado experimental, se obtiene una gráfica de absorción o emisión como función de la energía. El eje de la energía se expresa en términos de la frecuencia f, o bién de la longitud de onda  $\lambda$ , de la radiación utilizada. Dichos términos se relacionan por la ecuación:

$$E = hf = hc\lambda^{-4} \tag{1.1}$$

donde h es la constante de Planck (6.6 x  $10^{-34}$  J s), c es la velocidad de la luz (2.998x $10^{10}$  cm/s), f la frecuencia (Hertz) y  $\lambda$  la longitud de onda (cm.), quedando la energía expresada en Joules. El espectro electromagnético cubre un intervalo enorme de frecuencias y por tanto de energías. Las técnicas espectroscópicas cubren intervalos de frecuencia diferentes y limitados de este espectro, dependiendo del proceso y las magnitudes del cambio de energía que éste envuelve, (figura 1.9).



Fig. 1.9 Espectro Electromagnético

A frecuencias bajas; i.e. longitud de onda larga, los cambios de energía asociados son pequeños, pero quizá suficientes para causar la inversión del spin del núcleo o del electrón en un campo magnético aplicado. De este modo, se observa de la figura 1.9 que la resonancia magnética nuclear (NMR) opera en la región de radiofrecuencia. Por otro lado, a frecuencias altas, el valor de los cambios de energía y el movimiento vibracional de los átomos en moléculas o redes cristalinas, puede ser alterado por la absorción o emisión de radiación infrarroja (IR). A frecuencias más altas, las transiciones electrónicas que involucran las capas exteriores (bandas de valencia), la energía asociada usualmente se sitúa en las regiones del visible y el ultravioleta; sin embargo, para transiciones en capas interiores, las energías asociadas son mucho más altas y caen dentro de la región de rayos X.

Aunque varias técnicas espectroscópicas se desarrollan inicialmente para aplicarse en materiales moleculares, éstas encuentran muchas aplicaciones en el estado sólido. Las medidas espectroscópicas en sólidos complementan los resultados obtenidos de la difracción de rayos X. La espectroscopia da información sobre el orden local atómico o molecular, mientras que la difracción da información sobre la estructura atómica.

#### Espectroscopia vibracional infrarroja (IR)

Los átomos en los sólidos vibran a frecuencias de aproximadamente 10<sup>12</sup> a 10<sup>13</sup> Hz. Los modos vibracionales, incluyendo pares o grupos de átomos unidos, pueden ser excitados a estados de altas energías, por absorción como función de la frecuencia o el número de anda. En esta técnica la frecuencia varía en un intervalo bien definido, obteniéndose así la cantidad de radiación absorbida o transmitida por la muestra.

Los espectros IR son muy usados para una identificación correcta de grupos funcionales bien específicos, especialmente en moléculas orgánicas. En sólidos inorgánicos de entaces covalentes, incrementan la intensidad de los picos en una cantidad pequeña. Ya que los sólidos inorgánicos tienden a dar espectros vibracionales específicos, éstos pueden ser utilizados como medios de identificación. Consultando un archivo de espectros de referencia, puede ser posible identificar compuestos ó materiales desconocidos.

Aparte de los posibles usos rutinarios de identificación de muestras, el espectro de IR puede ser utilizado para caracterizar sólidos y proveer alguna información estructural. Para estos propósitos, es necesario un conocimiento profundo de los espectros y en particular la asignación precisa de picos de modos vibracionales específicos.

#### Espectroscopia ultravioleta (UV)

A las transiciones de electrones entre niveles de energía más externos al núcleo se les asocia cambios de energía del orden de 10<sup>3</sup> a 10<sup>5</sup> eV. Estas energías se sitúan desde el cercano infrarrojo, pasando por el visible hasta el ultravioleta (fig. 1.9); siendo por tal motivo asociadas

por el color. La espectroscopia visible y UV tienen una gran variedad de aplicaciones según la estructura local de los materiales. Esto se debe a que las bandas de absorción son sensibles a la coordinación de los átomos del material y al carácter de enlace entre ellos.

En ambas espectroscopias (IR y UV) se obtiene un espectro como el que se muestra en la figura 1.10, donde se grafica tanto la absorción de energía por el material y la longitud de onda de la luz incidente sobre el mismo. En dicho espectro se mide, mediante un "software" propio para cada técnica (IR; UV), los máximos consecutivos de longitudes de onda ( $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$ ), ya que a partir de éstos se relaciona el espesor mediante la ecuación siguiente.<sup>13</sup>

$$d = \frac{1}{2n} \left( \frac{\lambda_1 \lambda_2}{\lambda_1 - \lambda_2} \right)$$
(1.3)

donde n es el indice refracción del material y d el espesor de la película



fig.- 1.10. Espectro de obsorción obtenido por las técnicas UV y IR.

#### 1.4.2.- Microscopía electrónica

La microscopia electrónica es una técnica versátil capaz de proveer información estructural en un grado considerable de amplificación. Por un lado, la microscopia electrónica de barrido, SEM (scanning electron microscopy), complementa a la microscopía óptica en el estudio de la textura, topografía y características superficiales de polvos y piezas sólidas. Pueden observarse características de tamaño mayor a algunas decenas de micrómetros y la calidad de la imagen dependerá de los instrumentos del SEM. Por otro lado, la microscopía electrónica de alta resolución, HREM (high resolution electron microscopy), es capaz, bajo circunstancias favorables, de dar información sobre la escula atómica. Se pueden llegar a observar imágenes directas de la red con resolución de hasta 2Å.

Los microscopios electrónicos se diseñan para ser de *transmisión y de reflexión ó barrido*. En el *microscopio electrónico de transmisión*; TEM (trasmission electron microscopy) las muestras son generalmente más delgadas que 2000Å, porque los electrones deben atravesarlas; como interactúan fuertemente con la materia son completamente absorbidos por muestras gruesas. La preparación de la muestra puede ser difícil; especialmente si no es posible obtenerla en laminillas delgadas. Las técnicas de adelgazamiento usadas, como el bombardeo iónico, no son siempre satisfactorias, como es el caso de cerámicos polieristalinos. Existe también el riesgo de que el bombardeo iónico provoque una modificación estructural del sólido en cuestión; o bien, que partes diferentes del material puedan ser atacadas, preferencialmente, en la dirección del haz iónico. Una solución posible es usar instrumentos de muy alto voltaje (1MV). Si el sólido a examinar puede molerse en un polvo fino, entonces al menos algunas de las partículas resultantes serían lo suficientemente delgadas como para ser analizadas.

En los instrumentos de *reflexión* el espesor de la muestra no representa mayor problema y no se requieren métodos especiales de preparación. Generalmente es necesario recubrir la muestra con una capa de metal, específicamente si aquella es un mal conductor eléctrico; esto se hace para prevenir el acumulamiento de carga sobre la superficie. El instrumento principal de reflexión es el microscopio electrónico de barrido (SEM), que se usa para estudiar la estructura sobre un intervalo mucho más amplio ( $10^{-2}$  a  $10^2$  µm.). Los intervalos de ánalisis en los diferentes tipos de microscopios se muestran en la figura 1.11.



fig. 1.11 Intervalos de trabajo de varias técnicas usadas para observar sólidos CTEM == microscopía convencional de transmisión electrónica; HREM = microscopía electrónica de alta resolución; SEM = microscopía electrónica de barrido

#### 1.4.3.- Elipsometría

La elipsometria es una técnica conveniente y precisa para medir tanto el espesor como el índice de refracción de películas delgadas sobre superficies sólidas. Se basa en medidas de los cambios en el estado de polarización que sufre un haz de luz elípticamente polarizado al reflejarse sobre una superficie. Si la superficie reflejante está completamente limpia, sus

constantes ópticas pueden ser calculadas a partir de estos cambios. Una película delgada transparente o semitransparente, causa cambios adicionales a partir de los cuales puede determinarse el espesor y el índice de refracción de la película.

La ecuación siguiente determina las constantes ópticas de una superficie, o el índice de refracción y espesor de la película mediante la técnica de elipsometría:

 $\rho = \tan y e^{i\Delta}$  1.2

Esta ecuación<sup>14</sup> consiste básicamente en medir el valor de tan $\psi$ , el cambio en la amplitud relativa; y  $\Delta$ , el cambio de la fase entre las dos componentes del campo eléctrico de la luz que incide sobre la superficie o película; ambos producidos por la reflexión p. Las cantidades  $\psi$  y  $\Delta$ , son funciones de las constantes ópticas de la película, del substrato, del espesor de la película, de la longitud de onda de la luz utilizada y del ángulo de incidencia. Un elipsómetro es un instrumento electro-óptico de precisión, diseñado especialmente para medir  $\psi$  y  $\Delta$ . Sus componentes se muestran en la figura 1.12.



Fig. 1.12 Esquema de un Elipsómetro

#### 1.5.- Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)

La Espectroscopia RBS es un método de análisis de la materia<sup>15</sup>, que consiste en el bombardeo de un blanco con iones, analizando la energía de las partículas retrodispersadas por las colisiones con los núcleos de los átomos de la muestra. Los iones al incidir sobre la superficie de la muestra, unos son retrodispersados y otros penetran una cierta distancia x y son

retrodispersados. Estos iones, al llegar al detector, producen señales o pulsos de acuerdo a la cantidad de sus energías. Las señales pasan a través de un amplificador para ser analizadas por un multicanal que cuenta el número de iones recibidos por el detector, con una energía  $E y E + \delta E_1$ ; en donde el ancho del canal es  $\delta E_1 y$  a cada intervalo se le asigna un número de canal. Al espectro, lo forman el número de cuentas o altura de cada canal, en donde es posible obtener la información del espesor de las películas, así como de su composición; mediante un programa de simulación.

ł

Una partícula  $\alpha$  que tiene inicialmente cualquier dirección dentro del área  $\sigma = \pi b^2$ , llamada sección transversal de la interacción, se dispersará con un ángulo igual o mayo que 0 llamado ángulo de dispersión.

Suponiendo que una lámina metálica de espesor t contiene n átomos por unidad de volumen, entonces el número de núcleos blancos por unidad de área es nt. Por lo tanto un haz incidente de partículas  $\alpha$ , en un área A, encuentra ntA núcleos. Por lo que la fracción f de partículas  $\alpha$  dispersadas con un valor igual o mayor de  $\theta$  es la relación entre la sección global dada por ntA $\sigma$  y el áren total A, por lo que se tiene<sup>16</sup>:

$$f = \frac{mA\sigma}{A} = m\pi b^2 \tag{1.3}$$

y ya que  $\sigma = \pi h^2$  y al sustituir b, se tiene

$$f = \pi n \left[ \frac{Ze^2}{4\pi \varepsilon_0 T} \right]^2 \cot^2 \frac{\partial}{2}$$
(1.4)

Al diferenciar la ecuación anterior se obtiene la fracción de partículas  $\alpha$  incidentes que son dispersadas entre 0 y 0 +d0 dando

$$df = -\pi m \left[ \frac{Ze^2}{4\pi\varepsilon_0 T} \right] \cos \frac{\theta}{2} \csc^2 \frac{\theta}{2} d\theta \qquad (1.5)$$

El signo menos indica que f disminuye al aumentar  $\theta$ . Las partículas dispersadas entre  $\theta$ y  $\theta + d\theta$  forman una zona esferica de radio r de una anchura rd $\theta$ . El radio de esta zona es rsen  $\theta$ ; y por lo tanto el área (ds) barrida por las partículas es

$$ds = 4\pi r^2 \sin\frac{\theta}{2}\cos\frac{\theta}{2}d\theta \qquad (1.6)$$

Si el número total de Ni partículas  $\alpha$  llegan a la lámina entonces las partículas dispersadas entre  $\theta$  y  $\theta$  + d $\theta$  es Nidf, el número real de partículas que incide en la pantalla del detector por unidad de área es N( $\theta$ ) y está dado por

$$N(\theta) = \frac{Ni|df|}{ds} = \frac{N \operatorname{int} Z^2 e^2}{(8\pi\varepsilon_0)^2 r^2 T^2 \operatorname{sen}^4(\theta_2)}$$
(1.7)

La ecuación (1.7) es la fórmula de dispersión de Rutherford, que calcula el número de partículas por unidad de área que llegan a una pantalla fluorescente, colocada a una distancia r de la lámina de dispersión.

#### 1.5.1.- Dispositivo RBS

En la figura 1.13 se muestra un esquema de un equipo para el analisis de muestras por la técnica RBS. Una descripción a grandes rasgos del funcionamiento de los dispositivos mostrados en dicha figura, es la siguiente; mediante el acelerador se envía el haz de partículas, las cuales antes de incidir sobre la muestra a estudiar, pasan a través de colimadores, filtros e imanes, con el fin de seleccionar el tipo de partículas (protones ó partículas alfa) y la energía de éstas. Ya seleccionado el tipo de haz, éste incide perpendicularmente sobre la muestra, la cual se encuentra en el interior de una cámara de vacío a una presión del orden de 10<sup>-5</sup> torrs. El impacto del haz en el blanco, produce una retrodispersión de partículas (entre otros fenomenos), las cuales tienen una energía menor a la inicial. Las partículas retrodispersadas son detectadas por un colector cercano a la muestra (figura 1.14) que proporciona señales eléctricas de baja energía, las cuales pasan por una etapa de amplificación, para posteriormente ser enviadas para su procesamiento, a una serie de circuitos análogicos y digitales que se ocupan de formar el espectro del análisis. Finalmente, el espectro obtenido se carga a una computadora; la cual mediante programas de simulación proporciona la interpretación de dicho espectro, redituando los resultados de interés.

De todas las técnicas de evaluación de espesores hasta ahora descritas, se puede notar que no solo se limitan a dar información sobre la magnitud del espesor de una película depositada sobre un substrato, sino además proporcionan una información detallada de la estructura del material. Esta información, es de gran importancia para el área de la investigación, ya que en base a los resultados obtenidos por el análisis, se puede elegir el método o métodos de depósito adecuados para una aplicación específica. Sin embargo, ya que se ha elegido el método adecuado para depositar las películas, es poco conveniente depender de estos equipos únicamente para evaluar el espesor de las mismas.



.....

i

Figura 1.13.- Esquema de un dispositivo RBS, para el análisis y evaluación de espesores en películas delgadas.



Figura 1.14.- Proceso de esparcimiento de un haz, ocasionado por el bombardeo de una muestra por medio de partículas

<sup>1</sup>Vacuum Deposition of Thin Films L. Holland Ed. Chapman and Hall Ltd, 1970

<sup>2</sup>Strong, J. and other, Modern Physical Laboratory Practice, London, 1944

<sup>3</sup>Physical Acustic Mason Vol I, Parte A Ed. Academic Press, 1966

<sup>4</sup>Aron, A.,Ann. Physical Paris, 1946

\_

<sup>5</sup>Solid State. Chemistry and applications A.R. West, Ed. Wily, 1984.

6Circuitos integrados Principios de diseño y Fabricación Raymond M. Warner. Jr James N. Fordamwałt Ed. Diana, 1978

<sup>7</sup>Física Electrónica Hemenway, Henry y Caulton Ed. Limusa, 1989

<sup>8</sup>Manual de las características de un magnetrón plano de patente modelo 200us' Gun, Parte No 00200

<sup>9</sup> Research and Developmet Rev. Mark Bernick and Mike Mckeown Octubre 1989

<sup>10</sup>Physics of Solid Surfaces J. Koural Ed. Elsevier, 1987

\_\_\_

11 Beam Modification of Material Vol 3 "Ion Beam Assisted Film Growth" Tadatsugu Itoh Ed.- Elservier, 1989

12Tesis de Licenciatura en Física Morales Morales "Producción y Caracterización de Películas delgadas de Nitruro de Boro" 1993 Fac. de Ciencias U.N.A.M.

<sup>13</sup>Tesis de Licenciatura en Física
Juan Manuel Mendez Acevedo
Propiedades Opticas de Películas Delgadas
de Silicio Amorfo Hidrogenado"
Facultad de Ciencias, U.N.A.M., 1985

### 14MRS

BULLETIN Una publicación de la sociedad de Investigación de Materiales Mayo 1995, Volumen XX, Nº 5

<sup>15</sup>Backscattering Ruthrford Spectroscopy Chu, Wei-Kan Ed. New York Academic, 1978

16 Tesis de Licenciatura en Física Gilberto Mondragón Galícia "Transiciones de fase en películas delgadas del sistema Al-Mn observadas por Microscopía electrónica de transiciones" Facultad de Ciencias, U.N.A.M, 1993

#### Capitulo II.- Elaboración sistemática y cuantificada de películas delgadas

En el capítulo anterior, se mencionaron algunas técnicas de elaboración de películas delgadas, además de varios métodos para evaluar el espesor de las mismas, entre otros. Está por demás resaltar la importancia científica de los tópicos descritos y su repercusión tanto en el terreno de la física aplicada; como en la industria en donde se requieren procesos de alta producción con repetibilidad confiable en cada uno de los parámetros de interés de las películas elaboradas.

En el presente capítulo se describen los dispositivos construidos, que dentro de la cámara de vacío, se necesitan para el control del movimiento de una cortina limitadora de "sputtering"; además del sistema para medir el crecimiento de la película durante el depósito de la misma. A continuación se describe una cámara de vacío con dichas características.

#### 2.1 Un sistema de elaboración de películas delgadas

Un esquema de la parte básica del proyecto de diseño y construcción de una cámara de vacío, para el depósito de películas delgadas por el método de "sputtering" con magnetrones, del cual surgió la presente tesis; se muestra en la figura 2.1



Fig. 2.1. Esquema básico del conjunto para la elaboración de películas delgadas

A grandes rasgos, en el sistema ilustrado en la figura anterior, se colocan sobre el portamuestras, tanto el substrato como el transductor. El portamuestras y la cortina, son móviles mientras que el magnetrón es fijo; todo ello se encuentra a una misma presión (10<sup>-6</sup> Torrs). Sobre el magnetrón se coloca el tipo de material que se desea depositar. El control que se tenga en el movimiento de la cortina, garantizará la uniformidad y el espesor en el depósito del material sobre el substrato.

Como un ejemplo de elaboración de la película delgada, midiendo el espesor alcanzado durante el proceso, usando el equipo que se muestra en la figura 2.1; se debe hacer lo siguiente: Primeramente se mueve el portamuestras hasta alinear la muestra sobre el material a depositar; posteriormente se ubica la cortina entre el substrato y el magnetrón. Al activarse el magnetrón (figura 1.6, cap. 1) se inicia el proceso de "sputtering" sobre la muestra, controlando la uniformidad de la deposición por el movimiento gobernado la cortina. Este proceso, con los mismos parámetros, se repite para depositar sobre el transductor, para que el espesor alcanzado sobre el substrato, sea el mismo que en el transductor. El aumento de material sobre el cristal de cuarzo, que forma parte de un oscilador de alta frecuencia (  $\approx 3.58$  MHz ), produce variaciones en la misma, las cuales son evaluadas directamente además de enviarlas a una computadora para el proceso numérico de conversión de frecuencia a espesor de la película depositada.

Esta tesis, surgió en apoyo a ese proyecto, dedicándose particularmente al control del sistema de movimiento (cortina y portamuestras) y la construcción de un dispositivo que permita medir el espesor o espesores de películas depositadas sobre un determinado substrato, según el ejemplo anterior. Específicamente, el trabajo realizado comprende lo siguiente:

L- Construcción de los circuitos que permitan el control de velocidad y posición de motores paso a paso, desde una microcomputadora tipo PC, mediante una tarjeta A/D- D/A de patente. Esto, para ser aplicado a los sistemas móviles descritos.

2.- Construcción de un sistema para medir la masa depositada, en base a variaciones de frecuencia electromecánica en cristales piezoeléctricos empleados como sensores. Se pretende resolver masas de películas con espesores entre 0.01 y 1 micras. Esta etapa implica la construcción de:

a) Un oscilador de alta frecuencia (MHz) y amplitud variables en los intervalos de operación de los cristales, con impedancia de salida adecuada a los mismos.

b) Un contador digital con despliegue de 8 dígitos y respuesta mínima de 0.5 s

c) Los circuitos de interconexión y control de los instrumentos anteriores para la citada microcomputadora.

3) Elaborar la programación básica para la operación automatizada del conjunto y efectuar evaluaciones de éste en función de las variables: desplazamiento y velocidad, además de lo referente a la cantidad de masa depositada, analizando resultados contra valores obtenidos por otras técnicas distintas a las mencionadas.

De acuerdo a lo anterior, el problema motivo de este trabajo se puede dividir en dos grandes aspectos; a saber, el sistema de medición de la masa depositada durante la elaboración de las películas, -que es la parte medular de la tesis-; y los medios que permitan optimizar dicha

deposición, los cuales comprenden la instrumentación necesaria para la operación y el control de las partes móviles, en forma automatizada, incluyendo la captura y el manejo de datos.

ł

Para seguir el orden cronológico de desarrollo de este trabajo, se presenta a continuación el sistema de operación y control de los sistemas móviles, describiendo posteriormente el desarrollo del sistema medidor de espesores, para finalizar el capítulo con la interconexión de las etapas que forman el conjunto automatizado.

#### 2.2.- Sistema de control de los sistemas móviles

De las especificaciones planteadas en el proyecto global, el movimiento, tanto de la cortina como del portamuestras, debe estar bajo control máximo. De estos movimientos, el más importante en la elaboración de las películas es el de la cortina, ya que, del control de la velocidad de éste, depende la uniformidad que se obtenga de la película. La velocidad máxima para la cortina limitadora de "sputtering", es de 2 cm/s, mientras que para el portamuestras puede ser un poco mayor (4 cm/s), ya que la función de éste áltimo es únicamente la de alínear la muestra y el transductor con el material que se desea depositar.

Las velocidades usuales en los sistemas móviles son aún más lentas, por lo que para motores de inducción convencionales, se requiere de sistemas de reducción. Por otro lado, estos motores, debido a su inercia en la rotación no permiten un control óptimo de la ubicación; lo que implica (al usarlos) dispositivos adicionales para el control de su posíción; es decir, transductores de desplazamiento.

Como una alternativa, entre los motores de inducción, se encuentran los motores de paso a paso (p.a.p), los cuales permiten el control óptimo de la posición angular de su eje de giro en el intervalo de velocidades (0, 60) rpm. A velocidades bajas, presentan la desventaja de que es notable la secuencia de pasos durante su movintiento; es decir, avanzan, paran, avanzan, etc.; sin embargo, a su velocidad máxima, este efecto es despreciable.

Tomando en cuenta lo anterior, se decidió, usar motores p.a.p. girando a velocidades altas, con reductores mecánicos de 100:1, -formados par un juego de poleas o de engranes-, a fin de lograr la velocidad especificada bajo control máximo de posición y efecto mínimo de los pasos que producen el movimiento. El funcionamiento de esta clase de motores y lo desarrollado para su operación, se describen a continuación.

#### 2.2.1.- Sistema de control del movimiento del motor p.a.p.

Los motores de p.a.p. funcionan básicamente mediante una secuencia de cuatro pasos, para cuatro señales de entrada (SWI a SW4) con nivelos TTL; lo que hace girar al eje del

motor con desplazamientos angulares de 1.8° por paso (200 pasos por revolución )<sup>1</sup>. Tal secuencia se ilustra en la tabla I.

١

SWI	SW2	SW3	SW4
on	off	on	off
on	off	off	on
off	on	off	on
off	on	on	off
on	off	on	off

12341

Tabla I.- Secuencia de entrada de cuatro pasos para el motor p.a.p

De acuerdo a lo anterior, es posible predeterminar y efectuar desplazamientos angulares discretos en este tipo de motores, controlando la cantidad de pasos en las señales que se envían. Externamente, el motor posee 6 cables de alimentación de los cuales 2 son referencias (tierras) y los cuatro restantes reciben cada una de las señales en la secuencia ilustrada (tabla 1). Otra forma de ver la secuencia de pasos, es graficando cada una de las señales contra el tiempo, lo cual se ilustra en la figura 2.2, donde se puede notar que las cuatro señales que constituyen la secuencia, se pueden obtener a partir de una sola, por corrimientos de fase sucesivos de 90°.



Figura 2.2.- Señales manejadoras de un motor p.a.p.
Eu la gráfica anterior, puede verse que esta clase de motores siempre mantiene dos de sus fases alimentadas; particularmente el motor empleado tiene un consumo de 6  $V_{\rm CD}$  y 1.3 Amperes, por fase, por lo que se tuvo que construir una fuente regulada de 6  $V_{\rm CD}$ , con disponibilidad de corriente de por lo menos 2.6 Amperes, la cual fué hecha bajo técnicas convencionales, considerando no necesario reportar mayor información al respecto.

Debido a las cantidades de corriente requeridas para el funcionamiento del motor empleado y dada la disponibilidad de corriente que proporcionan las señales que envía cualquier circuito integrado o computadora (menor a 0.1 Amperes); fué necesario construir amplificadores de potencia, para cada fase, los cuales operan a corte y saturación. El diagrama de dichos amplificadores se muestra en la figura 2.3.



Fig. 2.3.- Circuito de potencia para los motores a pasos

Dado que el proyecto original contempla la operación y control por microcomputadora; se usó a ésta para generar las señales  $Q_1$ ,  $Q_2$ ,  $Q_3$  y  $Q_4$  necesarias a los amplificadores anteriores. Para ello se utilizó una interface de patente, que se describe brevemente a continuación.

# 2.2.2.- Interface

Ya se sabe que una interface<sup>2</sup> es una etapa que existe entre dos ó más sistemas electrónicos digitales para poder transmitir o recibir información, mediante la cual se cubren especificaciones tales como la cantidad y función de cada uno de los circuitos involucrados asi como el tipo y forma de las señales con las cuales se efectúa el intercambio de información. Bajo las características de la interface que se utilice, se ajustan los parámetros necesarios para llevar a cabo la comunicación, como son, el formato de la información, la sincronía, la rapidez de transmisión, etc.

En este trabajo, se utilizó una interface A/D-D/A modelo PCL-812PG. Debido a las multifunciones que proporciona, esta interface permite una variedad de aplicaciones, que incluyen: el control de procesos, control de pruebas y automatización de equipos, etc. teniendo

compatibilidad con computadoras IBM, PC/XT/AT. La PCL-812PG, tiene la viabilidad de ser programable en tres tipos de lenguajes: Basic, C, y Pascal. Se incluyen a continuación algunas características generales de dicha interface.<sup>3</sup>

# Tarjeta multi-canal Modelo PCL-812PG

Entrada analógica (	convertidor A/D)
Canales:	16
Resolución:	12 Bits
Rango de entrada:	Bipolar: +/- 5V,+/-1.25V, +/-2.5V, +/-0.625V,
	+/-0.3125V. Todos los rangos de entrada son
	programables por software
Sobrevoltaje:	Continuo +/-30V max
Tipo de conversión:	Aproximaciones sucesivas
Precisión	0.015% en lectura de +/-1 bit
Linealidad	+/- 1 bit
Tipo de Disparador	Disparador por software o externo.
Transferencia de	Controlado por programación, controlado por
datos	un interruptor o DMA
Disparador externo	compatible con TTL, carga máxima 0.4mA a
-	0.5V (Bajo) o 0.05mA máximo a 2.7V (Alto)

# Salida analógica (convertidor D/A)

Canales:	2
Resolución:	12 bit
Rango de salida:	0 a +5V o 0 a +10V con referencia fija a -5V o -10V. +/-10V DC externa o referencia AC
Voltaje de	interna: -5V (+/-0.1V), -10V (+/-0.2V).
referencia:	Externa: DC o AC, +/-10V máx
Tipo de conversión	12 bit monolítico multiplicable
Linealidad	+/- 1/2 bit
Salida de corriente	+/- 5mA max
ajuste de tiempo	30 microsegundos

# Entrada digital

•

----

Canal	16 bit
nivel	Compatible con TTL
Entrada de voltaje	Bajo -0.8V máx. Alto -2.0V min
Carga de entrada	Bajo -0.4mA máx. a 0.5V
-	Alto -0.05mA máx. a 2.7V

#### Salida digital

Canal	16 bits
Nivel	Compatible con TTL
Salida de voltaje	Bajo 8mA a 0.5V max
2	Alto -0.4mA a 2.4V min

# Especificaciones Generales

Consumo de potencia	+5V: 500mA, max. 1A
-	+12V: 50mA, max 100mA
	-12V: 14mA, max 20mA
Conectores de I/O	20 terminales, entrada de puertos I/O de analógico / digital
Base de direcciones I/O	Requiere de 16 localizaciones de dirección consecutivos La base de las direcciones se definen por la posición de los switch por la linea de dirección A8-A4.
Temperatura de operación	0 a +50°C
Peso	8.6 oz (243 g)

De las características anteriores, se utilizó la salida digital de la interface para generar las señales necesarias a los motores p.a.p., que en consecuencia controlan el movimiento de los sistemas móviles (ventana y portamuestras). La programación efectuada, de acuerdo al manual de dicha interface, consiste básicamente en un ciclo iterativo que genera sucesivamente las cifras decimales 10, 9, 5, 6, 10, 9, 5... etc., - con pausas controladas entre una y otra-, debido a que la codificación en binario de cada una de estas cantidades, comprenden la secuencia de pasos ilustrada en la tabla l, donde el estado "ON" se entiende como un 1 lógico y el "OFF" como 0. En la tabla siguiente, se muestra tal equivalencia.

I

SWI	SW2	SW3	SW4	Decimal
1	0	1	0	10
1	0	0	1	9
0	1	0	1	5
0	1 I	1	0	6
1	0	1	0	10

Tabla	11	Codificación	de la	interface	para l	a salida	digital.
					•		

Con lo anterior, la cantidad de giro que debe efectuar el motor, depende del número de iteraciones, el cual es dado por una variable de entrada. La velocidad de giro depende del

tiempo de pausa que se programe entre el envío de una cifra y la siguiente; siendo éste por lo general de la misma magnitud en toda la iteración a fin de tener una velocidad uniforme; con la ventaja de poder cambiarlo por "software" en un momento dado, cuando se desee un cambio de velocidad durante determinada deposición (no uniforme).

Debido a que un motor p.a.p. solamente necesita de 4 bits para su operación y dado que la salida de la interface usada, dispone de 16 bits; es posible tener el control de hasta 4 motores; o bien los dos contemplados y disponer de 8 bits para otro tipo de aplicaciones, tales como el encendido y apagado de magnetrones y/o sistemas de vacío, apertura o cierre de electroválvulas del gas, etc. etc.

Además de la salida digital anterior, la interface también tiene una entrada digital; la cual, en forma análoga al proceso de la señal enviada al motor p.a.p., permite la captura de información binaria que se traduce al equivalente en decimal. Esta entrada digital, como se describe posteriormente, se usa para capturar las variaciones de frecuencia procedentes del transductor de masa depositada. Al respecto, se describe a continuación, la fundamentación teórica mínima necesaria concerniente al método empleado para cuantificar la masa depositada en la elaboración de películas delgadas.

## 2.3.- Sistema de medición de masas

En el capitulo I se mencionaron algunos métodos de evaluación de películas depositadas, las cuales, si bien proporcionan incertidumbres mínimas en la medida de los espesores de las mismas (además de otros datos, tales como composición, estructura, etc.), requieren de un tiempo de evaluación relativamente largo y de equipos especiales y costosos lo cual no permite considerarlos como parte del sistema descrito en la sección 2.1.

Por lo anterior fué necesario diseñar y construir el dispositivo para la medición de espesores, dedicado totalmente a dicho sistema, utilizando cristales oscilando a altas frecuencias (MHz), como transductores, los cuales cambian su frecuencia natural de resonancia ante un depósito de masa sobre el mismo. Este fenómeno se empezó a estudiar desde 1940, año a partir del cual surge una intensa búsqueda por encontrar transductores electroacústicos para el estudio de materiales. Durante este desarrollo se encontró, alrededor de 1960, un transductor piezoeléctrico para la medición de espesores en películas delgadas. A partir de entonces se generó una variedad de estudios experimentales, publicaciones<sup>5</sup> sobre teorías y aplicaciones de materiales piezoeléctricos. Actualmente sus aplicaciones, son variadas en campos de la ciencia y la tecnología. De hecho, esta clase de aparatos ya existen en el mercado internacional; su costo es de \$9,000 US DIs. aproximadamente y sus transductores de repuesto, (cristales de oro), valen alrededor de \$80 US. DIs. cada uno. No se tiene conocimiento de que estos dispositivos se hayan desarrollado o fabricado en el país; por lo cual se decidió implementar el que se presenta en este trabajo, con el que si bien no se pretende alcanzar la resolución del de patente (~1 Å ), además de otras características como precisión, estabilidad, etc., sí se desean

cubrir las necesidades del proyecto mencionado, contribuyendo de paso al desarrollo de la tecnología nacional.

l

Dado el tipo de cristales de cuarzo, ya inencionado, que se usan como transductores en este trabajo, es conveniente describir brevemente el fenómeno de piezoelectricidad, que es la base del principio de funcionamiento aprovechado.

# 2.3.1.- Efecto Piezoeléctrico

Se conoce como material piezoeléctrico, aquél que es capaz de producir un voltaje cuando éste experimenta una deformación (compresión, expansión o torsión). La acción inversa también tiene lugar, es decir, dado un voltaje se genera una deformación mecánica del material. Esto puede entenderse al considerar un cristal unidimensional, de espesor h, como el que se ilustra en la figura 2.4, al cual se le aplica un voltaje V y un esfuerzo  $T_{\rm in}$  lo que ocasiona que el cristal sufra una deformación relativa  $e_{\rm nt}$  y un desplazamiento eléctrico D dados por las expresiones 4

$$D = \varepsilon \varepsilon_0 F + q T_m \qquad c_m = q F + \frac{T_m}{M} \qquad (2.1)$$

Donde,  $\varepsilon$  es la constante dieléctrica del material con esfuerzo nulo, q es el coeficiente de deformación piezoeléctrico o el módulo piezoeléctrico y M es el módulo de Young con campo F=0. Cady<sup>5</sup> da una tabla de valores de q para distintos materiales, en particular, el cuarzo posee  $q=2.31 \times 10^{-12} \text{ C/N}$ .

Se pueden analizar 3 casos del circuito mostrado en la figura (2.4):

a) el voltaje V a circuito abierto bajo el esfuerzo  $T_{\rm m}$ .

b) con los electrodos en corto circuito y el mismo esfuerzo  $T_{\rm m}$ 

c) anulando la deformación relativa ( $e_m$ ), que corresponde al caso del cristal empotrado.



١

Fig. 2.4 Cristal piezoeléctrico, de espesor h, al cual se le aplica una tensión eléctrica V y un esfuerzo T<sub>m</sub>

Para el primer caso; debido a que los electrodos no pueden acumular carga, se tiene que D=0 y, por tanto.

$$F = -\frac{qT_m}{\varepsilon\varepsilon_0} \qquad V = -Fh = \frac{qT_m}{\varepsilon\varepsilon_0}h \qquad (2.2)$$

sustituyendo el valor F anterior en la expresión para  $e_m$  (2.1) se tiene que la deformación relativa queda expresada como

$$e_m = \left(\frac{1}{M} - \frac{q^2}{\varepsilon \varepsilon_0}\right) T_m \qquad (2.2a)$$

si se despeja el módulo de Young de las ecuaciones (2.2a) y (2.1) y comparándolos, se encuentra que para el caso de circuito abierto M es menor que cuando el campo F=0. Reescribiendo D de la ecuación 2.1 en términos de la polarización P, se obtiene que  $D = \varepsilon_0 F + P \approx 0$ , lo que implica

$$P = -\varepsilon_0 F = \frac{qT_m}{\varepsilon}$$
 (2.2b)

۰.

En el caso de cortocircuito, F = 0, y por lo tanto se tiene de (2.1).

$$D = P = qT_m \tag{2.2c}$$

ł

comparando esta última ecuación con (2.2b) se observa que P, en corto circuito, es e veces mayor.

Para el caso en que el cristal está emprotado  $(e_m=0)$  y se le aplica un voltaje V, entonces se produce un esfuerzo dado por

$$T_{\rm m} = -qMF = \frac{qMV}{h} \qquad (2.3)$$

Sustituyendo la ecuación anterior en (2.1), se tiene que el desplazamiento eléctrico queda expresado como

$$D = (\varepsilon \varepsilon_0 - q^2 M) F \qquad (2.3a)$$

Donde se puede notar, por comparación con (2.1) que la constante dieléctrica es menor que cuando el esfuerzo  $T_m$  es nulo. La polarización P queda determinada por

$$P = D - \varepsilon_0 F = \left[\varepsilon_0(\varepsilon - 1) - q^2 M\right] F \qquad (2.3b)$$

Lo que implica que la susceptibilidad  $\chi = \varepsilon - 1 - q^2 M/\varepsilon_0$  es menor, en este caso, por un factor de  $q^2 M/\varepsilon_0$ .

Cuando el cristal forma parte de un oscilador, como lo es en el caso de este trabajo; varios de los parámetros anteriores sufren modificaciones, según se analiza a continuación.

# 2.3.2.- Circuito equivalente de un cristal piezoeléctrico vibratorio

Retomando las ecuaciones (2.1), y expresando  $D \ge T_{\rm m}$  en términos de  $F \ge e_{\rm m}$ ; , se tiene que

$$D = (ee_0 - q^2 M)F + qMe_m \qquad T_m - qMF + Me_m \qquad (2.4)$$

Estas ecuaciones rigen solo para variaciones lentas de F y  $T_{\rm in}$ , es decir, para variaciones en las cuales se puede suponer a  $e_{\rm ni}$ ,  $T_{\rm m}$ , F y D como constantes a través del material en un instante dado.

١.

A frecuencias altas, se establecen en el cristal ondas mecánicas estacionarias y  $e_m$ ,  $T_m$ , F y D serán funciones de x. Así la ecuaciones (2.4) es valida para  $e_{ux}$ ,  $T_{ux}$ ,  $F_x$ ,  $D_x$ ; donde  $D_x$  es constante en el cristal y se expresa como.

$$D_x = -D = -\frac{Q}{A} \quad (2.5)$$

donde Q/A es la densidad de carga en la superficie del electrodo y A es el área del mismo

Para reescribir las ecuaciones (2.4) en términos de nuevas variables se analiza la figura 2.5. Supóngase que existe una fuerza motriz  $+f_{\rm in}$  que actúa sobre una cara y una fuerza motriz  $f_{\rm m}$  que actúa sobre la otra cara. Así, las caras vibran en oposición de fase: si una se desvía en +  $\Delta h$  desde la posición de equilibrio y posee una velocidad  $+v_{\rm s}$ , la otra cara tendrá una desviación  $-\Delta h$  y una velocidad -  $v_{\rm s}$ . Por otro lado, es necesario expresar la carga Q de los electrones y la fuerza  $f_{\rm m}$  en términos de v y  $\Delta h$ , por lo que se usará la notación compleja del álgebra fasorial, de modo que, por ejemplo, para señales senoidales  $v_{\rm s} = j \, \omega \Delta h$ .



Fig. 2.5.- Cristal piezoeléctrico en vibración

La expresión para D de las ecuaciónes (2.4), puede ser integrada con respecto a x entre los límites  $-\frac{1}{2}h$  y  $+\frac{1}{2}h$ , quedando

$$Q = (\varepsilon \varepsilon_0 - q^2 M) \frac{A}{h} V - \frac{AMq}{h} 2\Delta h \qquad (2.7)$$

debido a que

$$\int_{h/2}^{h/2} Dudx = -\frac{Qh}{A} \qquad \int_{h/2}^{h/2} F_{udx} = -V \qquad \int_{h/2}^{h/2} e_{mu}dx = 2\Delta h$$

La expresión de  $T_{\rm m}$  en las ecuaciones (2.4) se reescribe en dos etapas. Se aplica primero un voltaje V y se supone el cristal empotrado, de modo que e = 0 en los bordes. Para esto hay que aplicar un esfuerzo  $T_{\rm m}$ ; entonces, en todas partes,  $e_{\rm mx} = 0$  y  $F_{\rm x} = -V/h$  (ec. 2.3), de modo que  $T_{\rm m} = T_{\rm mx} = f_{\rm m}/A$ , es la misma en todas partes; y por ende

$$f_m = + \frac{qMAV}{h}$$
 (2.8)

Si después se aplica un esfuerzo  $T_{\rm m} = f_{\rm m}/A$  en los bordes ( o fronteras ) y se cortocircuita los electrodos (V=0); eso significa que el campo  $F_x$  es nulo en todas partes, de modo que  $T_{\rm mx}=Me_{\rm mx}$ , según, la ecuación (2.4);  $T_{\rm mx}$  y  $e_{\rm mx}$  son altora funciones de x. Por otro lado  $f_{\rm m}$  se puede relacionar con una impedancia mecánica  $Z_{\rm mec}$  y una impedancia acústica  $Z_{\rm ac}$  mediante la ecuación

$$f_m = (Z_{mec} + Z_{ac}) \bullet 2\nu_s \qquad (2.9)$$

Lo anterior merece una explicación. Si  $v_s$  es la velocidad de una cara, la velocidad de la otra cara es  $-v_s$  y la velocidad relativa entre ambas  $2v_s$ . Además  $f_m/v$  representa una impedancia mecánica. Se necesita una fuerza motriz  $Z_{mec} \cdot 2v_s$  para hacer vibrar el cristal y se requiere una fuerza  $Z_{ac} \cdot 2v_s$  para hacer vibrar el medio (airc, agua u otro gas o líquido) en que se encuentra el cristal. Combinando (2.8) y (2.9), sustituyendo (2.4) y reescribiendo (2.7), se tiene que

$$Q = CV - 2K\Delta h$$

У

$$f_m = +KV + 2j\omega(Z_{mec} + Z_{ac})\Delta h \qquad (2.10)$$

donde

$$C = (\varepsilon \varepsilon_0 - q^2 M) \frac{A}{h} \qquad K = \frac{AMq}{h} \qquad (2.10a)$$

Aquí, C es la capacitancia de la placa vibrante y K es el llamado coeficiente de acoplamiento electromecánico, expresado en coulombs/metro.

Para calcular  $Z_{mec}$  y  $Z_{ac}$ , se usa un circuito equivalente eléctrico del cristal vibrante (figura 2.6). Con tal propósito, supóngase que no se aplica fuerza externa ( $f_m = 0$ ); lo que implica que el voltaje V aplicado, da origen a una carga

$$Q = \left[C + \frac{K^2}{j\omega(Z_{mee} + Z_{ae})}\right]'$$
(2.11)

ł

de modo que la corriente I es

$$I = \frac{dQ}{dt} = j\omega Q = \left[ j\omega C + \frac{K^2}{(Z_{mec} + Z_{stc})} \right]$$
(2.11a)

Así el cristal vibrante actúa como transductor, transformando, ó mejor dicho transduciendo, una impedancia mecánica  $(Z_{mec}+Z_{ac})$  en una impedancia eléctrica  $(Z_{mec}+Z_{ac})/K^2$ . A continuación se demuestra que las impedancias anteriores están dadas por.

$$Z_{abc} = \frac{1}{2} A \rho_m c_m \qquad Z_{mec} = \frac{1}{2} \frac{MA}{c} c \operatorname{tgh} \left( \frac{j\pi h}{\lambda} + \frac{1}{2} \alpha h \right) \qquad (2.12)$$

Fig. 1.6.- Circuito equivalente eléctrico de un cristal piezoeléctrico en vibración

donde  $\rho_{\rm m}$  es la densidad del medio,  $c_{\rm m}$  la velocidad del sonido en el medio, c la velocidad acústica en el cristal,  $\lambda$  la longitud de onda del sonido en la placa y  $\alpha$  un factor pequeño de pérdida mecánica. Se demuestra primeramente la fórmula para  $Z_{ac}$ . Se necesita una fuerza

$$f_m = Z_{av} 2v_s$$
 (2.12a)

para hacer vibrar el aire. La masa total  $m_a$  puesta en movimiento, por unidad de tiempo, en cada lado de la placa es  $Ac_m \rho_m$  y la potencia entregada, en cada lado, al aire vibrante es

$$P = \frac{1}{2}m_a v_s v^* s = \frac{1}{2} A d_m c_m v_s v^* s$$

donde el asterisco denota una cantidad compleja conjugada. Para el aire en vibración, la energía cinética media y la energía potencial media son iguales entre si e iguales a  $\frac{1}{2}(m_a \ b_s \ v_s^*)$ ; el factor 1/2 proviene del hecho de que la amplitud compleja  $v_s$  representa una señal senoidal.

١

Por otro lado, P es también igual a la razón de energía suministrada por cada lado de la placa; esto da  $P=\frac{1}{2}f_mv_s$ . Igualando ambas expresiones, se obtiene

$$f_m = Ad_m c_m v_s \qquad (2.12b)$$

Igualando (2.12a) y (2.12b) se demuestra la expresión para  $Z_{ac}$  de las ecuaciones (2.12)

Para la fórmula para  $Z_{mec}$ , supóngase que las placas son cortocircuitadas; tomando en cuenta  $v_s = j \omega \Delta h$ , se necesita una fuerza para hacer vibrar el cristal

$$f'_{m} = Z_{mec} 2v_{s} = 2j\omega Z_{mec} \Delta h \qquad (2.13)$$

En el cristal se establecen ondas estacionarias; esto significa que si  $\gamma = (\alpha + j2\pi/\lambda)$  es la constante de propagación de las ondas, la desviación  $\xi_x$  desde la posición de equilibrio es <sup>6</sup>

$$\xi_{x} = \frac{1}{2} \xi_{1} [exp(y_{x}) - exp(-y_{x})] = \xi_{1} \operatorname{senh} y_{x} \qquad (2.14)$$

donde el origen del sistema de coordenadas está en el centro de las placas. Puesto que  $\xi_x = +\Delta h$ en  $x = \frac{1}{2}h$  y  $\xi_x = -\Delta h$  en  $x = -\frac{1}{2}h$ , se tiene

$$\Delta h = \xi_1 \operatorname{senh}\left(\frac{1}{2}\gamma h\right) \qquad (2.14a)$$

Recordando que el cristal tiene los electrodos en corto circuito F=0, y la ecuación (2.4) se convierte en

$$T_{mx} = Me_{mx} = M \frac{d\xi_x}{dx} = M y \xi_1 \cosh y x$$

de modo que en  $x=\frac{1}{2}h$ 

$$T_{mx} = T_m = \frac{f'm}{A} = M\gamma \xi \cosh\left(\frac{1}{2}\gamma x\right) \qquad (2.14b)$$

		•
L	r	
	٩	
		٠

Por tanto, eliminando  $\xi_{\perp}$  con (2.14a),

$$f'_{m} = AM\gamma c \operatorname{tgh}\left(\frac{1}{2}\gamma h\right)\Delta h \qquad (2.15)$$

I

igualando esta última ecuación con (2.13), se obtiene

$$Z_{mec} = \frac{AM\gamma}{2j\omega} c \operatorname{tgh}\left(\frac{1}{2}\gamma h\right)$$
 (2.15a)

sustituyendo

i .

$$\frac{\gamma}{j\omega} \approx \frac{2\pi}{\omega\lambda} = \frac{1}{f\lambda} = \frac{1}{c} \qquad y \qquad c \operatorname{tgh}\left(\frac{1}{2}\gamma h\right) = c \operatorname{tgh}\left(\frac{j\pi h}{\lambda} + \frac{\alpha h}{2}\right)$$

donde c es la velocidad acústica en el cristal; esto proporciona la expresión para  $Z_{mec}$  de las ecuaciones (2.12).

Lo más interesante en la expresión para  $Z_{mec}$  es que posee un número infinito de resonancias.  $Z_{mec}$  es muy pequeña si

$$\frac{h}{\lambda} = \left(m + \frac{1}{2}\right) \qquad o \qquad \omega = \omega_0 = \frac{\pi c}{h}(2m+1) \quad (m = 0, 1, 2, K) \quad (2.16)$$

donde  $\omega_0$  es la frecuencia angular de resonancia. La frecuencia de resonancia más importante es la que ocurre cuando m=0. Para frecuencias cercanas a la de resonancia  $\omega_0$ , se cumple

$$\operatorname{cigh}\left(\frac{j\pi h}{\lambda}+\frac{\alpha h}{2}\right)\approx\frac{\alpha h}{2}+\frac{jh}{2c}\Delta\omega$$

donde  $\Delta \omega^{\perp}(\omega \cdot \omega_0)$ , de modo que  $Z_{mec}$  puede ser aproximada como

$$Z_{mec} \approx \frac{MA}{2c} \left( \frac{\alpha h}{2} + jh \frac{\Lambda \omega}{2c} \right)$$
 (2.17)

Del análisis hasta ahora descrito sobre el cristal de cuarzo, cabe resaltar la relación que se establece con la condición del primer punto de resonancia en la ecuación (2.16), de la cual se obtiene

$$f_0 = \left(\frac{c}{2h}\right) \tag{2.18}$$

Donde  $f_0$  es el primer punto de resonancia del cristal, h el espesor y c la velocidad acústica del mismo, en vibración. Si bien se ha obtenido una expresión de la frecuencia de oscilación del cristal en términos de su espesor (h), es necesario relacionar estas frecuencias con las masas depositadas sobre él; por lo que a continuación se hace un breve análisis al respecto.

## 2.3.3.- Dependencia de los cambios de frecuencia con la masa.

En la sección anterior, se llegó a la expresión que relaciona el espesor de un cristal de cuarzo bajo oscilación con la frecuencia de la misma y la constante de velocidad acústica del cuarzo. J. de Klerk<sup>5</sup>, en sus estudios sobre la fabricación de películas delgadas, por depósito mediante vapor, utiliza como transductor piezoeléctrico a un disco de cuarzo, en el que se satisface esa expresión (2.18), la cual también se puede escribir como<sup>7</sup>

$$f_{0} = \left(\frac{N}{h}\right) \qquad (2.18a)$$

$$\dot{o}$$

$$f_{0}h = N \qquad (2.18b)$$

El valor de N depende de la dirección de propagación en el cuarzo y es constante, es decir, del tipo de corte usado al obtener el disco. Dado que el usar estos tipos de cristales como transductores implica relacionar variaciones de su espesor con las variaciones de su frecuencia de oscilación, al obtener la diferencial de (2.18b), se puede escribir

$$f_o dh + h df_0 = 0 \qquad (2.19)$$

donde  $f_Q = f_0 \neq df_0$ , es la primera frecuencia de resonancia natural del cuarzo (sin variación). Lo anterior se puede escribir como

$$\frac{df_0}{f_Q} = -\frac{dh}{h} \qquad (2.19a)$$

y sustituyendo (2.18b)

$$df_0 = -\frac{f_0^2}{N}dh \qquad (2.20)$$

De este modo, la ecuación (2.20) proporciona los cambios de frecuencia,  $df_0$ , de un cristal de cuarzo, dependiendo del tipo de corte que se le dé al cristal, así como su frecuencia de resonancia natural  $f_Q$  ( la cual es constante). Ahora bien, expresando la ecuación (2.20) en términos del espesor de una película de oro por ejemplo,  $dh_{Au}$ , que se deposita sobre la base del cristal de cuarzo, y considerando la velocidad acústica ,c', de la película depositada, la ec. (2.20) puede escribirse como:

ł

$$\frac{dh_{Ay}}{N} = -\frac{df_0}{f_0^2} \qquad (2.20a)$$

Donde N'=c'/2, es la frecuencia natural de la película depositada, o sea

$$\frac{dh_{du}}{c} = -\frac{df_0}{2f_0^2}$$
(2.21)

combinando las ecuaciones (2.18), (2.20) y (2.21)

$$o \qquad \frac{dh_{du}}{c} = \frac{dh}{c}$$

$$dh_{4u} = \frac{c^{4}}{c} dh \qquad (2.22)$$

por sustitución de la ecuación (2.20), y recordando que N=e/2, se obtiene

$$dh_{du} = -\left(\frac{c}{2f_Q^2}\right)df_0 \qquad (2.23)$$

La ecuación (2.23), proporciona el espesor de una película en función de las variaciones de frecuencia que sufre el cristal.

De acuerdo a lo anterior, teóricamente es posible evaluar espesores de películas depositadas, en términos de los cambios de frecuencia del cristal; lo cual implica el uso de osciladores electrónicos, que se describen a continuación.

4	ļ	3

#### 2.3.4 .- Osciladores de alta frecuencia.

ł

Existe una amplia variedad de osciladores a cristal de cuarzo<sup>8</sup>; tales como: Colpitts, Clapp, Pierce, etc.; los cuales se muestran en la figura 2.3. La 2.3a muestra un oscilador Colpitts. El divisor de voltaje capacitivo, produce el voltaje de retroalimentación a la base del transistor. El cristal actúa como un inductor que resuena con C<sub>1</sub> y C<sub>2</sub>. La 2.3b es una variante del oscilador Colpits. La señal de retroalimentación se aplica al emisor en lugar de la base. Esta variación permite que el circuito trabaje a una frecuencia de resonancia mayor. La figura 2.3c es un oscilador Clapp con FET. La finalidad es mejorar la estabilidad de la frecuencia al reducir el efecto de las capacitancias parásitas. Finalmente la figura 2.3d, es un oscilador Pierce<sup>9</sup> con cristal, su ventaja principal es la simplicidad de su diseño.



Fig. 2.3. Diferentes tipos de osciladores de cristal

Debido a que la estabilidad de la frecuencia de oscilación del cristal, depende en gran parte de la estabilidad de las componentes del circuito, se prefirió un oscilador como el que se muestra en la figura 2.4, que utiliza el integrado MM5369. Este integrado<sup>10</sup> está diseñado, entre otras aplicaciones (secc 2.3.4), para hacer oscilar un cristal de cuarzo en el intervalo de 2 a 4MHz; particularmente útil para el cristal usado de 3.579545MHz. La ventaja en comparación con los circuitos descritos anteriormente, es que proporciona una mejor estabilidad en la frecuencia de oscilación, es decir, las variaciones en la lectura de frecuencia cambian a lo más en  $\pm$  100 Hz.; con el integrado, mientras que para los osciladores mostrados en la figura 2.3, se tienen variaciones de hasta  $\pm$ 1000 Hz. La importancia de obtener una buena estabilidad en la frecuencia de oscilación, garantiza una lectura confiable en la medida de espesores de las peliculas depositadas.



١

Figura 2.4. Oscilador de cristal, empleando un IC. 5369.

En la terminal 7 del integrado MM5369, se obtienen las variaciones de frecuencia del transductor, ocasionadas por el crecimiento del espesor de la película depositada sobre éste. La etapa de amplificación mediante el transistor de efecto de campo, se agregó para tener un optimo acoplamiento de impedancias con el medidor de frecuencias, que también se utilizó como etapa intermedia para enviar los datos correspondientes a la computadora; por lo que también nuvo que desarrollarse según lo que se describe a continuación.

# 2.3.5.- Frecuencimetro 11

El frecuencímetro se diseñó con un despliegue de lecturas de 8 dígitos; y con la posibilidad de enviar estas lecturas a la microcomputadora, via la interface descrita en la sección 2.2.2. La figura 2.5 muestra las etapas de dicho frecuencimetro, las cuales se describen a continuación.

Ę



Fig. 2.5.- Etapas del frecuencimetro implementado.

# Base de Tiempo12

Con esta etapa se proporciona el tiempo necesario para habilitar el frecuencímetro y así sensar las variaciones de frecuencia del cristal. Comúnmente estos tiempos son llamados de muestreo y típicamente son múltiplos de 1s por ejemplo: 0.1, 1, 10 segundos. En este caso se optó por un tiempo fijo de 0.1s, con lo cual se realizan 5 lecturas por segundo.

Debido a la importancia en la exactitud de esta base de tiempo, se empleó nuevamente el circuito integrado 5369, en la configuración recomendada por el fabricante (figura 2.6), lo cual garantiza su estabilidad en la ya discutida oscilación propia de otro cristal de cuarzo, también de 3.58MHz. Internamente el 5369 se encarga de hacer divisiones en la frecuencia original tal que en su terminal 1 entrega una frecuencia de 60 Hz.

Teniendo la frecuencia de 60 Hz. estable; el paso siguiente consistió en hacer un divisor de frecuencia, para reducir de 60 a 10 Hz., este divisor se logró con un contador de 6 pulsos de reloj, ó también llamado contador Mod-6, para así tener el tiempo de muestreo de 0.1s



Fig. 2.6. Base de tiempo.

## Divisor de frecuencia/Tiempo de muestreo

El contador Mod-6 se realizó con el circuito integrado CD4518, que es un contador doble en BCD, con "ENABLE" y "RESET" independientes. En la figura 2.7 se observa este circuito integrado, así como su tabla de verdad.

	a ()	3		21	2.0	، دان	0.00	CLOCK	ENABLE	RESET	1	ACCION
		J.	3		de-		1	H	H	L	INCREME	NTA CUENTA
	$(G = \{j_i\})$	14	10	12	))	10	3	l L	L	L	INCREME	NTA CUENTA
							1	L	x	L	NO	CAMBIA
}									11	L	NO	CAMBIA
}								11	L	L	NO	CAMBIA
		- 1	. †	- <del>i</del>	.7 -	4		H	L	Ł	NO	CAMBIA
		31		2	24	a n	ín.	X	X	n	Q1 A	Q4=0

Figura 2.7. Contador 4518

Inicialmente las salidas  $Q_0$  a  $Q_3$  de los contadores están en "0" lógico o L (Low); de acuerdo con la tabla de la figura 2.7, si "ENABLE" está en "1" y hay pulsos en la entrada del reloj, cada vez que exista una transición de subida, el contador incrementará su cuenta. Si además se realiza el producto lógico entre  $(Q_0 + Q_2)$  por medio de una compuerta "AND" (74LS08), cuando el contador llegue al estado  $Q_0 =$ "1",  $Q_1 =$ "0",  $Q_2 =$ "1" y  $Q_3 =$ "0" (5 decimal), en la salida de la compuerta "AND" habrá un "1", de tal forma que al conectar esta salida al "RESET" del contador, éste reiniciará su cuenta cada 6 pulsos de entrada. En la salida  $Q_2$  está la frecuencia buscada de 10 Hz (figura 2.8).

lander, her parte et l'incomé inge



Figura 2.8. Etapas de los circuitos: Divisor/Tiempo de muestreo 0.1 s y Acoplador de impedancias.

## **Contadores BCD**

۰.

Esta etapa de conteo decimal codificada en binario, se realizó mediante los microcircuitos 74LS90 (de bajo consumo, alta velocidad) por la magnitud de las frecuencias a registrar. Cada circuito integrado, de 4 bits, puede registrar dígitos de 0 a 9 en decimal, por lo que considerando la tabla de respuesta correspondiente (Figura 2.9), se tomaron en cuenta los puntos siguientes: a) Para el conteo en forma BCD, la salida  $Q_A$  es conectada a la entrada B, y b) La condición de "reset" (el 2º caso de la tabla ) se da cuando  $R_0(1)$  y  $R_0(2)$  se encuentran en el estado alto y  $R_9(2)$  en el estado bajo; esto último, durante la construcción, se conectó directamente a tierra. Ambos puntos se cubrieron para todos los contadores.

			RESI	ET IN		. (	aruc	າຫ	0
	10100 (00 00 00 00 00 00 00 00 00 00 00 00		- K0 G - H	2) (G L	(1) $(1)$ $(2)$	L L	ι L	- 48 L	VA L
		H	H	Х	L	L	L	L	L
ļ		X	X	Н	Н	Н	L	L	L
1		X	L.	Х	L	СС	וטו	ΥT	
ĺ		L	Х	L	х	СС	) U 1	TV	
		L	Х	Х	L	сс	ו ט ו	TR	
		x	ւ	L	Х	со	001	т и	
	u entsj vogzj, vec ellutj ezika; Apiloj			l	Fig. 2.9 C	ontad	or L	\$749	0

Como señal de "reset", se usaron los pulsos de reloj de 0.1 s; que antes de conectarse a las terminales,  $R_0(1)$  y  $R_0(2)$ , pasaron por una etapa de acoplamiento de impedancias (figura 2.8); debido al número de compuertas que alimentan dichos pulsos, ya que éste mismo se usa también para habilitar las memorias temporales, ("Latches"), que tienen la viabilidad de recibir y retener la lectura enviada por los contadores, a fin de exhibir la lectura de frecuencia en 8 dígitos, lo cual se consigue haciendo un arreglo de contadores en cascada. Al primer contador se le conecta en la terminal "A", los pulsos que salen del integrado 7408, que corresponde a una compuerta AND (figura 2.8), cuyas entradas de esta compuerta corresponden tanto a las variaciones de frecuencia f<sub>o</sub> que experimenta el cristal, como los pulsos invertidos de reloj de 0.1 s (tiempo de muestreo). Una vez habilitado el primer contador, los demás se habilitan del que le antecede, es decir; se conecta la terminal Q<sub>D</sub>, que corresponde al bit más significativo, con la entrada de la terminal A del contador siguiente. Antes de que la condición de "reset" se presente, la lectura tomada se guarda en las memorias temporales SN74LS374N (figura 2.10a), hasta el inicio del siguiente ciclo, ya que el dato que se presenta en las entradas D1 a D8 es transferido a las salidas Q1 a Q8 cuando los pulsos de reloj tienen una transición al estado bajo; en caso contrario, aún cuando el dato de entrada cambie, la salida sigue presentando el estado anterior. La terminal 11, que corresponde al reloj de las memorias, es gobernada por el tiempo de muestreo (0.1s). De esta forma, la información es mantenida un tiempo igual al de conteo. Dicha información se envía en código BCD del integrado 74LS47, que es un decodificador de 7 segmentos (figura 2.10b), la cual después de ser decodificada es enviada a los "displays" y al mismo tiempo se transmite a la computadora.



Fig. 2.10.- a) Memorias temporales SN74LS374, b) decodificador de 7 segmentos (IC. 74LS47)

En la figura 2.11 se muestra el circuito eléctrico final del frecuencímetro de 8 dígitos.



Envío de los datos a la computadora

Para lograr la transmisión de las lecturas hacia la computadora, es necesario un circuito que seleccione cada uno de los ocho dígitos de una lectura, y los envíe a la línea de recepción (interface) de datos en el momento preciso. Esto se logra por medio de circuitos digitales llamados multiplexores (figura 2.12). La multiplexión significa transmitir un gran número de unidades de información sobre un número más pequeño de canales o líneas. Un multiplexor es un circuito combinacional que selecciona la información binaria de una entre muchas líneas de entrada y las dirige a una sola línea de salida. La selección de una sola línea particular de entrada está controlada por un conjunto de líneas de selección. Esto es, para 2 n líneas de entrada existen n líneas de selección cuyas combinaciones de bits determinan cuál entrada se selecciona.

	04-1)	1973) 1		INPUT			OUTPUT Y
Ver	45 48 51	14 IS 4	STRO	BE SELECT	Α	B	
- 19 A.	a di la		н	X	X	X	84
JROM	i deut	(H)08(-7	1 L	L	L	X	11
			1 L	L	H	X	١,
			L	Н	X	L	11
	014Put	infind.	- L	H	Х	11	Ł
	T L T		·				
- FEEGE – TA INPU	18 17 /A มี 114	1977 - 1966 - Wi					

Fig. 2.12. Multiplexor SN74LS158

ł

Debido a las características de las entradas digitales de la tarjeta PCL-812PG, se requiere que la información sea enviada en paquetes de 16 bits; por tal motivo, se utilizaron multiplexores (SN74LS158) de 8X4. Las datos de entrada a los multiplexores, se toman de las salidas de las memorias temporales, antes de ser enviados a los decodificadores. De este modo se obtienen paquetes de 16 bits (figura 2.13).



fig. 2.13. Paquetes de 16 bits

## 2.3.6.- Conexión de los circuitos, en la cámara de vacío

La figura 2.14, muestra un diagrama a bloques, de la conexión de los circuitos antes mencionados, con la cámara de vacío. En resumen, el funcionamiento del conjunto consiste en lo siguiente. Primeramente se envían pulsos digitales previamente programados hacia la etapa de potencia que suministra la corriente necesaria para el movimiento del o los motores a pasos, cuya función es la de mover el portamuestras y/o la cortina. El proceso de control de los motores, tiene como finalidad, la de colocar tanto la muestra como el transductor, para depositar un material dado, según lo mencionado en las secciones 2.1 y 2.2.

El cristal de cuarzo se encuentra oscilando por medio del circuito de la figura 2.4. Una vez depositada la película sobre el substrato, se repite el proceso sobre el cristal, el cual experimenta variaciones en su frecuencia de resonancia, las cuales son enviadas al frecuencímetro, y a la vez, a la microcomputadora, via la interface. De este modo, se obtienen las lecturas de frecuencia que mediante un "software" adecuado, son procesadas para obtener el espesor alcanzado.

En el apéndice A se presenta el diagrama de flujo utilizado para la programación de la interface, a fin de lograr la transmisión y acceso de datos a la computadora. Se utilizó como código de programación al lenguaje C.



Fig. 2.14.- Conexión de circuitos sobre la cámara de vacío

<sup>1</sup>Tesis de Licenciatura en Física Cesar Arzate Trujillo "Automatización y control de líneas de preparación de gases para análisis isotópicos" Fac. de Ciencias U.N.A.M l

<sup>2</sup>Tesis de Licenciatura en Física Francisco Pena B. "Control numérico para manejo y adquisición de instrumentos analógicos" Fac. de Ciencias U.N.A.M,1989

<sup>3</sup>Manual del Usuario Tarjeta de Interface PCL-812PG

<sup>4</sup>Electrónica Física del Estado Sólido Aldert der Ziiel Ed. Prentice/Hall Internacional, 1969

<sup>5</sup> Field and Wave Electromagnetics David K. Cheng Ed. Addison-Wesley, 1989

6Physical Acoustics Mason Vol I, Parte A Ed. Academic Press, 1966

<sup>7</sup>Physical Acoustics Mason Vol IV, Parte A Ed. Academic Press, 1970

8 Electrónica Téoria de Circuitos Boylestad Ed. Limusa, 1988

<sup>9</sup>Electrónica Para Científicos James J. Brophy Ed. Reverté, 1974 10Manual: National Semiconductor, MOS/LS1 Circuitos CMOS, 1981

<sup>11</sup>Manual de TTL Texas Intruments Segunda edición, 1976

-

-

12Diseño Digital Morris Mano Ed.: Prentice Hall Hispanoamericana, 1987

# Capítulo III.- Evaluaciones experimentales y resultados.

L

De acuerdo a lo descrito en el capítulo anterior, se presentan aquí las evaluaciones correspondientes a cada una de las etapas desarrolladas, haciendo particular énfasis en el sistema de medición de masas depositadas ya que, por un lado se considera a éste como la parte medular de la tesis y por otro, la instrumentación restante, por su naturaleza de electrónica digital, no requirió más evaluación que confirmar su "sí" ó "no" funcionamiento, mediante el método adecuado, según se describe más adelante

Cabe mencionar que las evaluaciones y resultados que se reportan, no se practicaron directamente sobre el sistema para el cual fueron diseñados (sección 2.1), debido principalmente a los motivos siguientes.

a).- Aún cuando la cámara de vacío; ilustrada en la figura 2.1 del capítulo anterior, ya se terminó, están todavía en proceso de construcción los sistemas mecánicos de soporte y rotación, además del montaje de los tambores y magnetrones.

b).- En lugar de una espera improductiva, se optó por evaluar bajo simulación en condiciones extremas, los sistemas de movimiento desarrollados, a fin de disminuir en lo posible la probabilidad de problemas en el montaje definitivo.

c).- Si en la evaluación del sistema de medición de espesores se usa un equipo de depósito de películas delgadas de calidad inferior al pretendido,- pero bajo el mismo principio de funcionamiento-; además de otra técnica de medición de espesores altamente confiable (para fines de comparación); es de esperarse que las etapas desarrolladas en este aspecto, mantengan en el equipo final sus condiciones de operación por lo menos igual que en las condiciones de prueba.

Se describen a continuación la evaluaciones realizadas.

## 3.-1.- Movimiento controlado del motor p.a.p.

Habiendo ensamblado las etapas descritas en la sección 2.2 del capítulo anterior, se fijó en un soporte al motor p.a.p bajo la acción de un freno de prony, hecho con un tramo de ángulo de aluminio de 24 cm de longitud y 1 cm de ancho por lado. El punto de apoyo se ubicó a 6 cm del eje de giro y a 18 cm del mismo, en el extremo opuesto de la barra, se colocó una masa de 2 Kg de peso ( ver figura 3.1). Se analizaron la repetibilidad de la posición y los límites de la velocidad angular, usando, además de cronómetro, un transportador con resolución de ½ grado señalado por una aguja indicadora sujeta al eje de giro del motor.

Vía la microcomputadora, se ejecutaron más de 100 movimientos distintos, combinando los parámetros siguientes en los intervalos especificados.



Fig.3.1.- Evaluación del motor p.a.p. mediante freno de prony.

i).- N: Número de vueltas, con N un número real en el intervalo (0, 120), aunque internamente,
por "software"-, los valores de N fueron discretos y redondeados a múltiplos de 0.005, correspondiente a cada paso dado por el motor.

ii).- W: Velocidad angular en RPM's, con W real en el intervalo (0, 120). Cada uno de tales giros, se repitió por lo menos 20 veces bajo las mismas condiciones.

Los resultados obtenidos de lo anterior permiten, en resumen, asegurar repetibilidad total de movimiento hasta el límite de velocidad angular de los 68 RPM's. Entre las 68 y 82 RPM's se detectó un promedio de 16 % de fallas ("patinajes"), incrementándose el porcentaje hasta 40% en las 100 RPM's, arriba de las cuales las fallas fueron prácticamente totales.

La repetibilidad de la posición, obviamente quedó sujeta al margen de seguridad de la velocidad angular, siendo esa totalmente repetible,- dentro de la discreción de los pasos-, para velocidades inferiores a las 68 RPM's.

# 3.2.- Sistema de medición de espesores

Se describe el procedimiento experimental realizado para la comprobación de la relación que existe entre los cambios de frecuencia en un cristal de cuarzo con la cantidad de masa que se deposita sobre éste. La parte fundamental de este trabajo es la de obtener dicha relación, ya que en base a ésta se podrá garantizar, por una parte, el uso de un cristal de cuarzo como transductor de los espesores de películas, y por otro, la confiabilidad de la lectura que se obtenga durante el depósito.

Para evaluar los circuitos desarrollados en la sección 2.3, conforme a la teoría presentada, se usó para el depósito de películas una cámara de vacío marca ERNEST F. FULLAM, modelo DA-100 que utiliza el método de "sputtering" por cátodo. En este equipo, el párametro de control más conocido para lograr un espesor deseado es el tiempo de exposición, bajo una relación empírica que a lo más asegura el orden de magnitud del espesor pretendido. Por ello, el procedimiento experimental para estas evaluaciones, consistió básicamente en medir los cambios de la frecuencia de oscilación en varios cristales de cuarzo sometidos al proceso de "sputtering" durante tiempos distintos, para después, analizar el espesor alcanzado en cada caso, mediante la técnica de retrodispersión de Rutherford (que se describe más adelante), para finalmente relacionar dicho espesor con el cambio de frecuencia medido. A continuación se describen tales evaluaciones con más detalle.

La fuente del material depositado fué oro laminado de 24 K, por la simple razón de que éste ya se encontraba en el equipo usado, el cual se muestra en la figura 3.2.



Figura 3.2.- Dispositivo usado para la elaboración de películas delgadas de oro

Dicho equipo consta entre otras cosas, del gas argón para la producción del plasma, una fuente de corriente variable, una de voltaje constante (Vcc); y la cámara de vacío mencionada anteriormente. Con la fuente de corriente se selecciona básicamente la intensidad de ionización del gas, habiendo otra perilla que gobierna el tiempo en que la muestra permanecerá expuesta al proceso de "sputtering" (cap. I. sec. 1.4.4).

#### 3.2.1.- Preparación de la cámara

Para el depósito de películas de oro, se utilizaron parámetros sugeridos por el fabricante, como lo son: presión de la cámara 150 mtorrs, un voltaje Vec = 1200 Volts, corriente de ionización = 18 mA, gas Argón y distancia entre el substrato y la fuente = 17 cm. Estos parámetros no son únicos, ya que pueden ser variados según se requiera, pero son los mínimos con los que el fabricante garantiza una elaboración de películas aceptable.

Antes de depositar dichas películas; fué necesaria la construcción de una mascarilla (figura 3.3a), para cubrir el cristal de euarzo. Evitando así, que la película se formara sobre toda la superficie de la muestra, según experiencias previas, lo que ocasiona un corto circuito entre los electrodos. Dada la forma geométrica del cristal (figura 3.3b), la mascarilla se diseñó de tal manera que el "sputtering" quedara direccionado sobre el centro del diseo que constituye el material de cuarzo.

Posteriormente se introdujo la mascarilla con el cristal dentro de la cámara, colocándolo en el centro de la superficie del ánodo, el cuál se colocó a una distancia de 17 centímetros del cátodo; guedando la superficie del cristal paralela al mismo.



Figura 3.3.- a) Base para la colocación del cristal, b) Cristal de cuarzo

Para obtener la presión de 150 mtorrs, se empleó solamente una bomba mecánica, la cual se activó por lo menos 30 minutos antes de hacer el primer depósito. Posteriormente se introdujo el gas a la cámara, controlando su flujo por medio de una llave de paso con cuerda milimétrica, cuidando alcanzar la presión deseada. Este procedimiento se hizo inicialmente para 10 muestras, las cuales se etiquetaron con números sucesivos del 1 al 10 para su identificación.

Debido a que la cámara empleada únicamente permite controlar el depósito del material en base a determinados tiempos de exposición, fué necesario seleccionar el intervalo muestral de los tiempos a los que se sometieron los cristales de cuarzo. Esto se hizo tomando en cuenta que en este trabajo se pretende medir películas con espesores mínimos de 100Å, para los cuales, los tiempos de exposición son del orden de minutos.

Antes de depositar la película de oro sobre cada una de las muestras, se midió la frecuencia natural de oscilación ( $F_i$ ) de los cristales empleados, -a presión ambiente, es decir, atmosférica-, por medio del oscilador mostrado en la figura 2.4. Una vez registradas las frecuencias se hicieron los depósitos a los tiempos de exposición de 2.5, 5, 7.5, 10, 11, 13, 15, 17, 18 y 19 minutos, para cada una de las muestras; es decir, a la muestra 1 se le depositó una película de oro durante un tiempo de 2.5 minutos, con la muestra 2 se emplearon 5 minutos, y así sucesivamente.

## 3.2.2.- Depósito de las Películas

1

Habiendo efectuado los depósitos en las 10 muestras, con los tiempos ya mencionados, se volvió a medir la frecuencia  $(F_f)$  de cada uno de los cristales de cuarzo tratados; también a presión ambiente. Con los valores de las frecuencias sin depósito  $(F_i)$  y con depósito  $(F_f)$ , se calculó cada factor  $(F_i \cdot F_f)/F_i^2$ , que corresponde al cociente de  $df_0/f_Q^2$  involucrado en la ecuación (2.23) deducida en el capitulo anterior, del cual depende téoricamente el incremento de espesor en el cristal (película). Todos estos datos, así como la presión promedio usada en cada depósito, se muestran en la tabla l, a partir de la cual se elaboraron las gráficas 3.1 y 3.2, donde se ajustaron rectas por regresión lineal, por esperar ese tipo de comportamiento debido a que el fabricante de la cámara empleada asegura espesores linealmente crecientes con el tiempo hasta 30 minutos de exposición. El comportamiento de la presión en el tiempo debió, en el caso ideal, ser una constante; por lo que se ajustó una recta para observar la tendencia de su comportamiento.

MUESTRA	TIEMPO DE EXPOSICIÓN	F <sub>i</sub> (KHz)	F <sub>f</sub> (KHz)	(Fi-Ff)/Fi <sup>2</sup> (1/KHz)	PRESIÓN (mtorrs)
1	2,5	3579.802	3579.584	1.7011E-8	158
2	5	3579.669	3579.262	3.1762E-8	158
3	7.5	3579,723	3579.077	5.0412E-8	155
4	10	3579.695	3578,72	7.6087E-8	159
5	11	3579.687	3578.847	6.5552E-8	170
6	13	3579,747	3578.576	9.1380E-8	140
7	15	3579.771	3578,419	1.0550E-7	148
8	17	3579,759	3578,095	1.2981E-7	140
9	18	3579.760	3577,903	1.4491E-7	135
10	19	3579,762	3577.953	1.4117E-7	140

Tabla I.- Frecuencias de 10 muestras con tiempos de exposición diferentes



•

Gráfica 3.1.- Variaciones de frecuencia contra tiempo de depósito de películas de oro en cristales de cuarzo



ŧ.

Gráfica 3.2.- Comportamiento de la presión promedio en la cámara, para cada uno de los 10 depósitos de oro en los cristales de cuarzo

Si bien, se puede hacer una análisis de los datos expuestos en la tabla I, asi como de las gráficas mencionadas, cabe recordar que este estudio no es muy importante para los propósitos que se persiguen en este trabajo. Sin embargo ambas gráficas son relevantes para análisis posteriores, con referencia a los espesores obtenidos en el depósito de las películas. Se debe recordar que el interés prevalece en encontrar la relación que existe en el incremento de los espesores de las películas con los cambios de frecuencia, por tal motivo, las muestras depositadas con películas de oro fueron analizadas para la evaluación de sus espesores por la técnica RBS. Como se mencionó en el capítulo I, la espectroscopía de retrodispersión de Rutherford, consiste en el bombardeo de la nuestra con un haz de partículas monoenergéticas, con el fin de conocer de su espesor, composición, estructura etc. En este caso se utilizó el acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV del I.F.U.N.A.M., para bombardear cada uno de los 10 cristales de cuarzo con el depósito de la película de oro efectuado. La figura 3.4 muestra un espectro obtenido por dicha técnica en la evaluación de los espesores de las películas de oro depositadas. En tal figura se muestran dos tipos de clementos, la curva más ancha se identificó como el substrato (cuarzo) y la más delgada como la película de oro depositada.

En la interpretación de la figura 3.4, para la evaluación de los espesores, se usó hásicamente un programa de simulación conocido como RUMP, el cual identifica por medio de su energía de dispersión, el tipo de elemento o elementos que constituyen al espectro; posteriormente se sobreponen los espectros, tanto téorico (propio del programa de simulación) como experimental, esto último es posible proponiendo mediante dicho programa, el espesor y la estioquimetría que mejor se ajuste al espectro experimental.

Los espesores medidos por esta técnica se muestran en la tabla II, los cuales se gráficaron con respecto a  $(F_i \cdot F_f)/F_i^2$ , -por los mismos motivos anteriores-, así como con respecto al tiempo, con el fin de comparar estas gráficas con las obtenidas anteriormente.

MUESTRA	TIEMPO DE	ESPESORES	
	EXPOSICIÓN (min)	±5Å	
ł	2.5	70	
2	5.0	100	
3	7.5	105	
4	10	170	
5	11	120	
6	13	200	
7	15	220	
8	17	210	
9	18	300	
10	19	250	

Tabla II.- Espesores obtenidos por la técnica RBS



ţ



.

Gráfica 3.3.- Espesores contra variaciones de Frecuencia, en 10 cristales diferentes



ţ


De observar las gráficas obtenidas hasta ahora, es notable la dispersión de los puntos medidos con respecto a las rectas esperadas. Aún cuando las rectas ajustadas pueden considerarse aceptables por los coeficientes de correlación (R) y parámetros de desviación (SD) obtenidos, dicha dispersión debe justificarse. La suposición más directa al respecto, es que los cambios de presión, durante el depósito de las 10 muestras ocasionarun tal alinealidad en el espesor alcanzado en función del tiempo de exposición; es decir, se puede atribuir el comportamiento de la gráfica 3.1 debido a lo graficado en 3.2. Esto, en consecuencia, también explica la dispersión de puntos con respecto a la recta ajustada en la gráfica 3.4 de espesores alcanzados contra tiempo; pero NO justifica en forma evidente las desviaciones en la gráfica 3.3 de espesores contra cambios de frecuencia, ya que la relación de estos parámetros entre sí, debería ser independiente del método de depósito empleado, según la teoría al respecto, que involucra constantes tanto del material depositado como del cristal de cuarzo usado como substrato (ec 2.23). Esto condujo a suponer incertidumbre alta (poco probable) en los valores de los espesores obtenidos por la técnica RBS, o bien adjudicar tales desviaciones a la incertidumbre involucrada en dichas constantes de la ecuación (2.23). De hecho ésto último según se analiza a continuación, fué la causa más probable de tales desviaciones.

## 3.2.3.- Análisis de resultados

En lo referente al material depositado, se descarta la posibilidad de variación ya que éste fué el mismo para todos los casos. Para los cristales de cuarzo, aún cuando todos fueron adquiridos a la frecuencia nominal de oscilación de 3,579,545 Hz, de hecho las frecuencias inicialmente medidas presentaron la diferencia máxima de 133 Hz además de la incertidumbre en la medida de la misma ( $\pm$  10Hz).

Aún cuando en la gráfica 3.3 de espesores contra el cociente de  $(F_i - F_f)/F_i^2$ , se utilizó el valor de  $F_i$  de cada cristal para obtener cada punto; el usar el promedio de las frecuencias iniciales como único valor de  $F_i$ , no altera apreciablemente los resultados de los espesores, según se muestra en la gráfica 3.5; sin embargo, al propagar la incertidumbre debida sólo a  $F_i$ , se obtienen incertidumbres considerables en dichos espesores; a saber, reescribiendo la ecuación (2.23) en la forma

$$h = \frac{c^{2}}{2} \left( \frac{F_{i} - F_{f}}{F_{i}^{2}} \right)$$
(3.1)

(con h el espesor de la película)

Aplicando la derivada parcial con respecto a Fi se obtiene

$$\frac{\partial h}{\partial F_i} = c^i \left( \frac{1}{2F_i} - \frac{F_i - F_j}{F_i^2} \right) \frac{1}{F_i}$$
(3.2)

lo cual reescrito en términos de h queda como:

۱

$$\frac{\partial h}{\partial F_i} = \left(\frac{c'}{2F_i} - 2h\right) \frac{1}{F_i} \tag{3.3}$$

1

de donde si se desea propagar sólo la incertidumbre debido  $F_i$ , la derivada parcial puede tomarse como total y operarse como cociente de diferenciales, para encontrar la incertidumbre relativa en h, o sea:

$$\frac{dh}{h} = \left(\frac{c'}{2F_i h} - 2\right) \frac{dF_i}{F_i}$$
(3.4)

Por tener una estimación numérica, en la expresión anterior, a la incertidumbre relativa en  $F_i$ , se le puede asignar el valor de  $dF_i/F_i = 0.143 / 3579.545 = 39.95 \times 10^{-6}$  por lo que el término  $2dF_i/F_i$  de la ecuación (3.4) adquiere el valor de 79.90 x  $10^{-6}$ , que resulta ser despreciable en comparación con ( $c'/2F_ih$ )  $dF_i/F_i$ , el cual para espesores de 70 y 250 Å (puntos extremos de la gráfica 3.3) toma los valores de:

$$\frac{dh}{h}\Big|_{\pi_0} \approx \left(\frac{1583.648 \times 10^6 \text{ KHz \AA}}{(3579 \text{ KHz})(70 \text{ \AA})}\right)^{39.95 \times 10^{-6}} = 0.252 = 25.2\%$$

$$\left.\frac{dh}{h}\right|_{250\frac{3}{4}} \approx \left(\frac{1583.648 \times 10^6 \, KHz \,\mathring{A}}{(3579 \, KHz)(250 \,\mathring{A})}\right) 39.95 \times 10^{-6} = 0.070 = 7.0\%$$

habiendo usado como c'/2 al valor de la pendiente de la gráfica 3.3 y como  $F_i$  el valor nominal de la frecuencia de los cristales.

La ecuación de incertidumbres (3.4), que para espesores entre 100 y 10,000Å (0.01, 1 micras), puede ser aproximada a:

$$\frac{dh}{h} = \left(\frac{c'}{2F_i h}\right) \frac{dF_i}{F_i}$$
(3.5)

lo que permite asegurar que la regresión lineal efectuada en la gráfica 3.3, no es la mejor forma de relacionar los espesores de las películas depositadas con los cambios de frecuencia medidos, debido a las diferencias en las frecuencias iniciales de oscilación en la muestra de cristales supuestamente iguales; lo cual de acuerdo con la ecuación (3.5), involucra mayor error a



Gráfica 3.5.- Espesores contra Frecuencia, en 10 cristales diferentes. (prom Fi)<sup>2</sup> indica el promedio al cuadrado de las frecuencias iniciales de los 10 cristales

espesores más pequeños. Esto también explica la existencia de la ordenada al origen de 39.31 Å en dicha gráfica, que debería ser nula.

## Ya con base en esta experiencia se optó por lo siguiente:

.

1.-) Aceptar que la ecuación (3.1) predice completamente el comportamiento de espesores contra los cambios de frecuencia y calcular cada coeficiente c<sup>1</sup>/2 para cada cristal mediante sus respectivos parámetros h,  $F_i$  y  $F_f$ ; y obtener un promedio de los mismos desechando el espesor mínimo de 70 Å, por estar fuera del intervalo de medición pretendido

2.-) Hacer un segundo depósito a un solo cristal, con mejor control de los parámetros asociados a la misma, midiendo los cambios de frecuencia dentro de la cámara de vacío para varios tiempos de exposición, -sin abrir la cámara-; para finalmente evaluar el espesor final alcanzado.

Con respecto al primer punto, en la tabla III se presentan los coeficientes mencionados, cuyo promedio resulto ser c<sup>1</sup>/2 = 2,11427E9 Å-KHz. A manera de comparación, también se muestran los espesores calculados ( $h_c$ ) mediante el producto del coeficiente promedio con cada uno de los factores ( $F_i$ - $F_f$ )/ $F_i^2$  medidos. Se presenta también la gráfica 3.6 de  $h_c$  contra el tiempo de exposición, para contrastar con la gráfica 3.4 antes obtenida.

Гіетро	Espesores(h)	$(F_{i}-F_{f})/F_{i}^{2}$	c'/2	h <sub>e</sub>
(min)	(Å)	(1/KHz)	(Å-KHz.)	(Å)
5	100	3.1762x10 <sup>-8</sup>	3.1484x10 <sup>9</sup>	67.1
7.5	105	5.0412x10 <sup>-8</sup>	2.0828x10 <sup>9</sup>	106.5
10	170	7.6087x10 <sup>-8</sup>	2.2343x10 <sup>9</sup>	160.8
11	120	6.5552x10 <sup>-8</sup>	1.8306x10 <sup>9</sup>	138.6
13	200	9.1380x10 <sup>-8</sup>	2.1887x10 <sup>9</sup>	193.2
15	220	1.0550x10 <sup>-7</sup>	2.0852x10 <sup>9</sup>	223.0
17	210	1.2985x10 <sup>-7</sup>	1.6172x10 <sup>9</sup>	274.5
18	300	1.4491x10 <sup>-7</sup>	2.0702x10 <sup>9</sup>	306.3
19	250	$1.4117 \times 10^{-7}$	1 7710x10 <sup>9</sup>	298.4

 Tabla III.- Coeficientes de proporcionalidad entre variaciones de frecuencia y espesores.

 Espesores calculados mediante el coeficiente promedio.

## 3.2.4.- Proceso de Medición en el Depósito de Películas

Para confirmar las hipótesis de la sección anterior, se llevó a cabo otro proceso de depósito de película de oro, siguiendo el método de preparación tanto del equipo como de las muestras reportadas; pero ahora con las variantes siguientes.

a) La bomba de vacío se arrancó 3 horas antes de efectuar el depósito a fin de usar una presión más estable.

b) Se preparó un sólo cristal cuya frecuencia de oscilación inicial ( $F_i$ ) se midió tanto a presión ambiente como dentro de la cámara a 170 intorrs, -antes de iniciar el "sputtering"-, para detectar posibles cambios en dicha frecuencia. No hubo variaciones notables, habiéndose registrado el valor de  $F_i = 3579$ . 406 ± 0.01 KHz.

c) El cristal fué previamente conectado al circuito oscilador descrito en la sección 2.3.3. (fig. 2.4), habiendo introducido ambos en la cámara de vacío, usando los atravesadores de la misma para conectar el frecuencímetro (ubicado en el exterior) a fin de registrar la señal de oscilación de interés antes del depósito, durante el mismo y al concluirlo. De hecho, esta forma de operación del cristal es la originalmente contemplada (sección 2.1) como transductor de espesores durante el proceso de depósito de la película.

De acuerdo a lo anterior, se activó el "sputtering" durante 3 minutos, al cabo de los cuales se registró la nueva frecuencia de oscilación; para después volver activar el depósito durante otros 3 minutos y tener nuevamente dicha frecuencia. Este proceso se repitió con los mismos intervalos de tiempo hasta completar 21 minutos de depósito efectivo.

Cabe mencionar que durante eada depósito, el frecuencímetro no registraba la lectura correcta, indicando a lo más 0.5 KHz con inestabilidad obvia. Al concluir el "sputtering", éste recuperaba la lectura en 8 dígitos que se mantenía estable hasta reiniciar el depósito siguiente. Esto es adjudicable a señales de interferencia inducidas en el circuito oscilador, debido a que en la formación del plasma se utiliza un voltaje de ionización muy elevado en comparación con los de operación de dicho oscilador.

En la tabla IV se presentan los datos de frecuencias y presiónes medidas para cada intervalo de tiempo. Para la elaboración de las gráficas análogas a los de las muestras anteriores, también se tabulan los cocientes  $(F_i-F_f)/F_i^2$  (con  $F_i = 3579..406 \pm 0.01$  KHz única durante todo el proceso); además de los valores esperados del espesor de la película  $(h_c)$ después de cada intervalo de tiempo; los cuales fueron calculados mediante el producto de cada uno de dichos cocientes, con la constante de proporcionalidad promedlo c'/2 = 2.11427x10<sup>9</sup>Å-KHz, obtenida en la sección anterior.



Ĭ.

Гiempo (min)	Ff (KHz)	Fi-Ff (1/KHz)	$(F_i-F_f)/F_i^2$ (1/KHz)	Presión (mtorrs)	h <sub>c</sub> (Å)
3	3579.256	0.150	1.1708x10 <sup>-8</sup>	170	24.75
6	3579,069	0.337	2,6303x10 <sup>-8</sup>	160	55.613
9	3578.829	0.577	4,5035x10 <sup>-8</sup>	165	95.21
12	3578.563	0.843	6.5797x10-8	165	139.11
15	3578,279	1.127	8,7963x10-8	170	185.98
18	3577,985	1.421	1.1091x10 <sup>-7</sup>	170	234.50
21	3577,669	1.737	1.3557x10-7	165	286,60

 Tabla IV.- Cambios de la frecuencia con respecto a tiempos de depósito sucesivos de películas de oro sobre un único cristal de cuarzo

Tales gráficas, de la 3.7 a la 3.9, muestran respectivamente los comportamientos de variaciones de frecuencia contra tiempo, estabilidad de la presión durante todo el proceso y evolución esperada del espesor de la película en el tiempo.

En estos resultados son apreciables las mejoras obtenidas al tener una mayor estabilidad en la presión de la cámara de vacío, que se nota al comparar las gráficas 3.2 y 3.8, lo cual se refleja también entre las gráficas 3.1 y 3.7 además de la 3.9 con respecto a la 3.4 y 3.6.

Por otro lado, el haber anulado la mayor parte de la incertidumbre en la frecuencia de oscilación inicial del cristal, por haber usado el mismo durante todo el proceso de "sputtering", contribuyó notablemente a las linealidades obtenidas.

La exactitud de los espesores (calculados) durante el proceso de depósito, obviamente no pudieron ser confirmadas por la técnica RBS, ya que ello implicaba sacar el cristal de la cámara para su análisis y volverlo a regresar para continuar el proceso con parámetros (presión de la eámara, corriente de ionización, etc.) no fácilmente repetibles, dada la calidad del sistema usado.

Sin embargo, sí se pudo analizar (por la misma técnica RBS), el espesor final de oro depositado en el cristal a los 21 minutos acumulados de exposición; para los cuales la frecuencia final de oscilación se registró de 3577.669  $\pm 0.01$  KHz tanto a los 165 mtorrs de presión como en ambiente. Tal valor de espesor medido, es de 275 Å contra 286.6 Å esperados según el último valor de h<sub>c</sub> calculado en la tabla IV. La diferencia entre ambos es un error relativo de 4.2%, comparable al que involucrara la técnica RBS misma.







Gráfica 3.8.- Comportamiento de la presión promedio de la cámara, durante el proceso de depósito sucesivo sobre un cristal con F<sub>i</sub>=3579.406 KHz., a intervalos de 3 minutos



Gráfica 3.9.- Predicción de espesores contra tiempo de depósito de películas sucesivas, sobre un cristal con  $F_i$ =3579.406 KHz

## Conclusiones.-

l

Los objetivos planeados al inicio del presente trabajo, fueron:

1.- EL diseño y construcción de la instrumentación necesaria para la automatización, mediante una microcomputadora, del movimiento de una cortina limitadora para el proceso de "sputtering"

2.- Díseño, construcción y evaluación de un sistema para medir los espesores de películas delgadas.

Para el primer inciso, se realizó la instrumentación necesaria para controlar, mediante una computadora, la velocidad de la cortina limitadora. El motor paso a paso se evaluó mediante un freno de prony, para simular dicha cortina, observándose que en un intervalo de medida de 0.1 rpm a 68 rpm, el funcionamiento del dispositivo es altamente confiable. Para revoluciones mayores, existe un margen de error que aumenta con las mismas hasta el 16% antes de las 100 rpm.

La evaluación final del sistema para el dispositivo planteado, no pudo efectuarse por los motivos ya mencionados en el capítulo II, por lo que se decidió simular un dispositivo afin, resultando la evaluación sastisfactoria dentro de los margenes de error antes mencionados.

Respecto al dispositivo construido para la evaluación de los espesores de películas de oro depositadas en este trabajo, se encontró un margen de error, en el espesor, del 7% para espesores mayores a 200Å aumentando el porcentaje al 15% para espesores menores; estos porcentajes son calculados sin tomar en cuenta el error que proporciona la técnica empleada (RBS), para medir dichos espesores, y que es del 5%, con lo cual el intervalo de error se reduce entre 2% y 10%. Comparando estos últimos porcentajes con los que proporciona un dispositivo de patente de la industria Sycon Instruments modelo STM-100, se encontró en el manual de operación de dicho dispositivo, que el porcentaje de error, en la medida del espesor es del 10%, esto último sin considerar el factor de correción que emplea el fabricante.

Con lo anterior, se puede concluir que el dispositivo construído en este trabajo para medir espesores, puede competir con los de patente, con la ventaja de que su diseño y construcción es puramente nacional, lo que facilita su mantenimiento, además de su costo bajo (N\$ 2,500 aproximadamente) comparado con los de patente ( mayores a 4,000 U.S Dls).



••

,



I

Y CUANDO DESPERTE..... AUN ESTABA AHI iiiiiii

.

MAR