

41126
50



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE
MEXICO**

**ESCUELA NACIONAL DE ESTUDIOS
PROFESIONALES
ARAGON**

**“INSTALACIÓN Y PUESTA EN OPERACIÓN DE UN
SISTEMA DE DEPÓSITO DE VAPORES QUÍMICOS
ASISTIDOS POR PLASMA”**

T E S I S P R O F E S I O N A L

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO MECÁNICO-ELECTRICISTA

P R E S E N T A:

CARLOS GUTIÉRREZ TINTOR.

E.N.E.P.



ARAGON

DIRECTOR DE TESIS: DR. JUAN CARLOS ALONSO HUITRÓN.

MÉXICO, D.F.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

2003.

1



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.

A mis padres por haberme regalado...
el privilegio más grande que se puede
recibir ...**la vida**...
siendo ellos lo más importante
del mundo para mí...
ya que soy una pequeña parte de ellos
y esperando seguir el buen ejemplo que me brindaron
con todo mi cariño para...

Susana Tintor Zarco y Roberto Gutiérrez Pérez
Mis Queridos Padres.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

2

AGRADECIMIENTOS

Doy gracias a mi familia, por su apoyo incondicional brindado:

Adriana, mi hermanita, a la cual siempre tengo en mis pensamientos debido a que llevamos una excelente relación además de su inagotable paciencia, y porque tenemos muchas cosas en común, me has ayudado en las buenas y las malas.

Zenia Ma., a mi otra hermanita, una persona de fuerte carácter pero fiable como pocas, siendo siempre un ejemplo y un reto a seguir.

E. Alejandro, a mi soñador hermano, el cual con su trato amable, siempre justo y recto, puede lograr todo lo que se proponga, recuerda siempre con los pies en la tierra.

Roberto, a mi compadre, quién siempre me presiona para mejorar en todos los aspectos de la vida, siendo, a su vez, el exigir lo mejor de los suyos, pero recuerda que se enseña con el ejemplo.

Rosa Ma., a mi hermana mayor, siendo la afortunada de abuelear completamente quien como la mayor, de alguna manera me ha animado a seguir adelante.

A la memoria de mi hermana Rocío Gutiérrez Tintor y de mis Abuelos Don Sotero Alejandro Tintor Mendez, Doña Jovita Zarco Poblano y Don Enrique Gutiérrez Flores, Doña Patrocinio Pérez Ornelas y mis tíos Doña Concha y Rafael.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a la **Universidad Nacional Autónoma de México**, nuestra Máxima Casa de Estudios, la oportunidad brindada por recibirme como uno más de entre sus hijos, así como de inculcar en mí, la guía del buen camino, por medio de sus catedráticos, alumnos y demás personal que aquí labora en todas sus instalaciones, siendo una responsabilidad nunca defraudar sus valores.

Al **Dr. Juan Carlos Alonso Huitrón**, por haberme guiado para la realización de este trabajo de Tesis, el cual siempre se mostró optimista y paciente, siendo un gran apoyo y una meta para la realización de este trabajo, gracias Juan Carlos por tu tiempo y gran comprensión.

Al **Dr. Javier Jiménez García**, por haberme revisado mi trabajo de tesis y hecho correcciones pertinentes para el mejoramiento de este trabajo, a pesar de sus cortos espacios libres.

Al **M. en C. Juan José Martínez Cosgalla**, por su revisión y su orientación acerca de su maestría en el campo de las películas delgadas; al **Ing. Alfredo Velasco Rodríguez**, por su apoyo y revisión de este trabajo; al **Ing. Alejandro Rodríguez Lorenzana**, por su revisión para la conclusión de este trabajo.

Al **M. en I. David Franco Martínez**, ya que gracias a él con su orientación y su pericia, se pudo superar algunas dificultades del orden gramatical y estructural durante la etapa más importante, la de plasmar las ideas en forma escrita y esperando que obtenga su grado de doctor muy pronto.

Al **Dr. Roberto escudero Derat** y al **Dr. Fracisco Morales Leal** por facilitarnos el equipo de detección de fugas y adiestrarnos en su manejo.

Al **Ing. Jesus Camacho Sabalza** por el apoyo brindado para la realización de los trabajos solicitados al taller mecánico.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

4

AGRADECIMIENTOS

Siendo este, un trabajo bastante agradable lo dedico, a él resto de mi familia, mis sobrinos y sobrinas como lo son, Carita un día de estos me sacarás canas verdes chamaca; Beto, él latoso de mi ahijado, tenemos mucho en común; Dany ah! ese Dany según él, se debe tomar a Zenia por la derecha por el Pum-Pum, Dany ¿te conoce verdad? recuerda los niños no mienten hermana; Tavo el mmmmmGuante pareja de muchos años; Ana la pequeña, otra niña, latosa como ella sola; mi Solecito, niña bien relax, aveces; ah y como olvidar ese niño tan latoso de mi Ale Piña, que niño y que color le gusta el "color Mami"; claro sin olvidar al consensuado de Leo ¿ Serás un Mini-Cooper ? o ¿?; a mi comadre Guada y mi cuñada Chayo (ya, el segundo (a), que no tienen T.V.), al tío Memo ¿ Héctor ?, a mi cuñado Pascual y pues en fin a mis primos Gamaliel, Víctor, Lety, Héctor y demás.

Siendo no menos importantes mis compañeros del **Instituto de Materiales**, como Ernesto, Mónica, Luis y Jesús; por otro lado y siendo motivos suficientes otras personas, como: **C.X.R.**; **N.A.T.**; **B.E.G.G.**; **M.M.A. de J.**; **M.M.M.C. Silvina**, y la vida continua.....

A mis grandes amigos, el Rulo, Luarita y los gemelos Jorge y Víctor, Abraham, Everardo, Rommel y J. Alvaro, no obstante, no debemos olvidar a toda la banda de los buenos "Chacales" empezando por los chacalillos José Peña ; no, por la pena ! ; mmmmm me enamoro ! y el Love Machine (Mauricio) eh!, Oye tú ¿Cómo te llamas, eh?; al más Arrugado (Manuel); a Mi-compañero (Lauren o ¿Laura?); al Gordito de la T.V. y esa terrible mano diestra suya (José Luis Calva²); al Coca-cola (José Luis); a José Luis Corona; al Oso (Javier) y al Apá (Rogelio) par de tibios; al buen Pavo, haber cuando le cortan la cabeza (Toño); al que las Pony's (José Luis); al Maestrín (Miguelon) y los Sores (Héctor, Salvador, Lalo y el Sor); al He (Elio Anibal); al Kritter (Julio); al de la Olla de Oro (el Gnomo) y su fiel guardián (el Souza); al Sayayin Vegeta (Eduardo) y como poder olvidar al del Lavado de Cazuela y su inseparable escudero él Búbú (Roberto y Julio); posiblemente, no sean todos los eran, pero si todos los que recuerdo ahorita, pero a todos los demás creanme que aunque no los nombre, si los llegaré a recordar.

TESS CON
FALLA DE ORIGEN

**INSTALACIÓN Y
PUESTA EN
OPERACIÓN DE
UN SISTEMA DE
DEPÓSITO DE
VAPORES
QUÍMICOS
ASISTIDOS POR
PLASMA**

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

6

ÍNDICE:

INTRODUCCIÓN.

I. OBJETIVOS.

I.1.	Objetivos generales.	1
I.2.	Objetivos específicos.	1

II. CONCEPTOS FUNDAMENTALES EN LAS TECNOLOGÍAS DE VACÍO Y DE CONTROL Y MANEJO DE GASES.

II.1.	Concepto de presión.	2
II.2.	Ley general del Gas Ideal.	2
II.3.	Concepto de vacío.	4
II.4.	Sistema de unidades.	4
II.5.	Camino libre medio.	7
II.6.	Tasa de incidencia molecular.	7
II.7.	Tiempo de formación de una monocapa.	8
II.8.	Regiones de vacío.	9
II.9.	Producción de vacío.	10
II.10.	Bombas de vacío y Velocidad de Bombeo.	12
II.11.	Concepto de gasto y unidades.	13
II.12.	Flujo de gas.	17
II.13.	Conductancia.	19
II.14.	Definición de plasma.	21

III. DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA TÉCNICA PECVD Y DE UN SISTEMA PECVD TÍPICO.

III.1.	Descripción de la Técnica PECVD.	23
III.2	Descripción de un equipo PECVD y su clasificación por zonas.	24
III.2.A.	Subsistema de suministro de gases.	26
III.2.B.	Subsistema de reacción de gases.	31
III.2.C.	Subsistema de extracción de gases.	40
III.2.D.	Subsistema de control de gases residuales.	43
III.2.E.	Equipo periférico para la generación del plasma (generador de RF).	44

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

IV. METODOLOGÍA.

IV.1. Metodología para el ensamble del equipo PECVD y procedimiento de introducción de muestras.	46
IV.2. Procedimiento de encendido del sistema PECVD.	48
IV.3. Procedimiento de encendido de la bomba turbo molecular.	49
IV.4. Procedimiento de encendido del sistema PECVD.	50
IV.5. Procedimiento para la detección de fugas.	51
IV.6. Limpieza de la cámara y preparación de los substratos para el depósito.	52
IV.7. Aplicación de condiciones para el depósito.	53

V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

V.1. Prueba y puesta en operación del sistema de vacío.	54
V.2. Depósito de películas de carburo de silicio.	60

VI. CONCLUSIONES.

VII. BIBLIOGRAFÍA.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

INTRODUCCIÓN:**Antecedentes**

En los últimos años ha aumentado el interés por la preparación y aplicación de materiales en película delgada, en diferentes ámbitos, tal como en la industria eléctrica-electrónica, mecánica, química, entre otras. La industria electrónica ha sido una de las más beneficiadas en el campo de películas delgadas, ya que estas han permitido el desarrollo de una gran diversidad de arreglos de multicapas compuestas de materiales semiconductores (principalmente silicio), aislantes y metálicos, tales como, diodos de unión NP, transistores PNP y NPN, transistores de efecto campo (fet's, del inglés field effect transistors), celdas solares, entre otros. Cabe señalar que no sólo esta industria se ha visto beneficiada, ya que existen avances importantes en la aplicación de películas delgadas como recubrimientos tribológicos en la industria mecánica, así como los recubrimientos duros o pasivadores químicos, entre muchas otras aplicaciones.

La mayor parte de las investigaciones en el campo de los semiconductores se ha dado en equipos con un alto nivel de limpieza y pulcritud, ya que es una exigencia actual en esta tecnología eliminar y/o controlar elementos contaminantes, además de agentes externos a nuestros requerimientos. Para tal propósito se han inventado, en tiempos recientes, una gran diversidad de equipos de vacío muy sofisticados que proporcionan un alto grado de limpieza; en los procesos de preparación de películas delgadas, dentro de los cuales encontramos los equipos de depósito de vapores físicos (PVD del inglés Physical Vapor Deposition), tales como evaporación térmica, erosión catódica (Sputtering) y los de depósito de vapores químicos (CVD del inglés Chemical Vapor Deposition), dentro de los cuales se pueden mencionar los asistidos térmicamente y los asistidos por plasma (PECVD del inglés Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition), entre otros.

TECS CCN
FALLA DE ORIGEN

Particularmente, los procesos PECVD han tenido un gran auge en la industria microelectrónica debido a que por sus características intrínsecas, son compatibles con muchos de los requerimientos estándares o normales en la preparación de dispositivos microelectrónicos y circuitos integrados, tales como, versatilidad para preparar una gran diversidad de materiales semiconductores y aislantes en película delgada sobre diversos sustratos, bajas temperaturas de depósito de las películas, uniformidad de los depósitos en áreas grandes y reproducibilidad de los depósitos.

A pesar del gran avance que se ha dado en el estudio y aplicación de una gran variedad de materiales semiconductores y aislantes, preparados por PECVD, entre los cuales destacan los materiales compuestos con base en el silicio, como por ejemplo el Silicio amorfo hidrogenado (a-Si:H); en el caso de otros materiales se requieren muchos más estudios y experimentos para alcanzar grados de avance similares.

Por ejemplo, en antecedentes ya preestablecidos se encuentra que las películas amorfas de Carburo de Silicio (SiC) por PECVD, tienen diversas aplicaciones como semiconductores de alta resistencia, en diodos de alta temperatura, en celdas solares combinadas con silicio amorfo, fototransistores, y en aleaciones de reciente aparición. Sin embargo, debido a que las películas de carburo de silicio preparadas por PECVD a partir de los gases: Silano (SiH_4) y metano (CH_4), generalmente contienen hidrógeno (en realidad son películas de SiC:H), en muchas de las aplicaciones de alta temperatura, presentan inestabilidad química y eléctrica por la pérdida de hidrógeno.

En algunos estudios se ha encontrado que el flúor puede reemplazar al hidrógeno durante el crecimiento de la película de carburo de silicio por PECVD, si se utiliza tetrafluoruro de silicio (SiF_4), en lugar de silano, mejorando las propiedades de las películas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Las películas de carburo de silicio fluoradas (SiC:F), en comparación con las películas que no poseen flúor, son de alta estabilidad térmica y eléctrica, además de que presentan una reducción de los esfuerzos sobre el sustrato.

Por otro lado, en el depósito de películas con el sustrato a alta temperatura (450°C) se obtienen películas densas, con buenas propiedades eléctricas y estabilidad química; sin embargo, las películas amorfas depositadas a bajas temperaturas (<300°C) muestran una estructura menos densa del tipo columnar y/o fibrosa. Como resultado de esta estructura y la presencia de poros, la película absorbe humedad del medio ambiente dando como consecuencia la pérdida de su estabilidad química y el deterioro de sus propiedades eléctricas.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

I. OBJETIVOS

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

I. OBJETIVOS:

Con relación a los antecedentes antes expuestos, en este trabajo, se planteo como un objetivo primario el depósito a bajas temperaturas de películas delgadas de carburo de silicio impurificadas con flúor, mediante un proceso PECVD. Dicho proceso basa su funcionamiento en la excitación por plasma de una mezcla de gases dentro de una cámara de vacío, con condiciones controladas de temperatura, potencia, flujos de gases, tiempo de depósito, entre otros factores, para generar un depósito de una película sólida sobre un sustrato inmerso en el plasma.

I.1. Objetivos generales:

Este trabajo de tesis tiene como objetivo principal la optimización en la instalación y el buen funcionamiento de un equipo de Depósito de Vapores Químicos Asistidos por Plasma (PECVD), con el material, accesorios y espacio disponible en el laboratorio L-1 del Instituto de Investigaciones en Materiales de la U.N.A.M.

I.2. Objetivos específicos:

- Armar un sistema PECVD con base en los accesorios existentes en el laboratorio.
- Optimizar el funcionamiento del equipo eliminando posibles fugas y errores en el armado del sistema.
- Demostrar la funcionalidad del Sistema para la obtención de películas delgadas de Carburo de Silicio, a partir de la mezcla de los gases: Tetrafluoruro de silicio (SiF_4), Metano (CH_4), Hidrógeno (H_2).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

PAGINACIÓN DISCONTINUA

II.
CONCEPTOS
FUNDAMENTALES EN LAS
TECNOLOGÍAS DE VACÍO Y
DE CONTROL Y MANEJO DE
GASES.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

1-0

II. 1. Concepto de presión.

La presión es un número escalar que se define como la magnitud de la fuerza por unidad de área que actúa perpendicularmente a una superficie. La expresión matemática para la presión es:

$$P = \frac{F}{A} \quad (1)$$

donde,

F = Fuerza perpendicular a la superficie

A = Área de aplicación de la fuerza sobre la superficie

II. 2. Ley general de Gas Ideal.

En la tecnología de vacío es fundamental la **ley del gas ideal** que se deriva de la teoría cinética de gases. Según esta teoría un gas ideal se compone de un número relativamente grande de partículas (átomos o moléculas) muy pequeñas, que se encuentran en constante y caótico movimiento, y que no se ejercen fuerzas entre sí, excepto durante colisiones elásticas (donde se conserva la energía cinética) entre ellas o con las paredes del recipiente que las contiene. La importancia de esta ley radica en parte, en que una gran cantidad de gases, incluyendo el aire de la atmósfera terrestre se comporta de manera aproximada como un gas ideal, siempre y cuando la distancia promedio de separación entre átomos o moléculas del gas sea muy grande en comparación con su tamaño. Esta condición se satisface generalmente para gases contenidos en recipientes a presiones menores o iguales que la atmosférica, y a temperatura cercana a la ambiente.

De acuerdo con la teoría cinética de gases, debido a la energía cinética promedio de las partículas de un gas ideal, $\langle 1/2 mv^2 \rangle$, éste se encuentra a una cierta temperatura T , y ejerce una presión P sobre las paredes del recipiente que lo contiene, que se relacionan entre sí por las ecuaciones:

$$3/2 kT = \langle 1/2 mv^2 \rangle \quad (2)$$

$$P = 2/3 n \langle 1/2 mv^2 \rangle \quad (3)$$

En donde k es la constante de Boltzmann $= 1.38 \times 10^{-23} \text{ J } ^\circ\text{K}^{-1}$, y $n = N/V$, es la densidad de moléculas, es decir, el número de moléculas por unidad de volumen. Eliminando la energía cinética promedio de las fórmulas anteriores se obtiene la ley del gas ideal

$$P = nkT \quad (4)$$

o expresada de manera equivalente:

$$PV = NkT \quad (5)$$

$$P = \eta RT \quad (6)$$

En éstas ecuaciones, N es el número total de moléculas contenidas en un recipiente de volumen V , η es el número de moles de gas contenidas en el recipiente, y $R = 8.3145 \text{ J } / ^\circ\text{K mol}$ es la constante universal de los gases. Para que sean válidas estas ecuaciones, tal como están expresadas, las unidades de los distintos parámetros en el sistema MKS, deben ser:

$$[P] = \text{Pascal} = 1 \text{ N/m}^2, [V] = \text{m}^3, [T] = ^\circ\text{K}.$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Dentro de la tecnología de vacío es más usual expresar: P en Torr, V en cm³, n en # de moléculas/cm³, y T en grados Kelvin. Usando estas unidades la ley del gas ideal se expresa como:

$$P = 1.035 \times 10^{-19} n T \quad (7)$$

En donde se ha usado el hecho de que $1 \text{ J} = 7.5 \times 10^3 \text{ Torr cm}^3$ y consecuentemente $k=1.035 \times 10^{-19} \text{ Torr cm}^3 \text{ }^\circ\text{K}^{-1}$.

II. 3. Concepto de vacío.

Aunque la palabra vacío proviene del latín *vacuum*, el significado de vacío está muy lejos de ser lo que se considera como el vacío ideal sin materia.

De acuerdo a la Sociedad Americana del Vacío "**AVS**" (de las siglas en inglés American Vacuum Society, 1958), el término de vacío se refiere a un espacio lleno de gas a una presión menor que la atmosférica a nivel del mar o estándar: $P_0 = 760 \text{ Torr}$. De manera equivalente, vacío se puede definir como una región del espacio en donde la densidad de moléculas es menor que 2.5×10^{19} moléculas/cm³.

Con base en esta definición, la tecnología de vacío se refiere entonces al estudio y medición de porciones del espacio que contienen un gas a baja presión, y de los métodos y desarrollos de sistemas de bombeo mediante los cuales se puede producir o generar vacío.

II. 4. Sistema de unidades.

En el sistema MKS, la unidad de fuerza es, $[F] = \text{Newton} = \text{Kg m/s}^2$, mientras que la unidad de área es, $[A] = \text{metro}^2 = \text{m}^2$, por lo tanto la unidad de presión es:

$$[P] = \frac{[F]}{[A]} = 1 \frac{N}{m^2} = 1 \text{ PASCAL} \quad (8)$$

En el sistema cgs la unidad de presión es: $1 \text{ dina/cm}^2 = 1 \mu\text{bar} = 1 \text{ microbar}$

En el sistema inglés la unidad de presión es: $1 \text{ Libra/Pulgada}^2 = 1 \text{ Lb/in}^2 = 1 \text{ Psi}$

En la tecnología del vacío, a estas unidades de presión con sus múltiplos y submúltiplos se les llama unidades coherentes. Sin embargo, además de estas unidades se usan también otras unidades, llamadas no coherentes porque no se definen de manera tan directa como las anteriores, pero que histórica y prácticamente han sido muy utilizadas en la tecnología del vacío. Algunas de estas unidades son: el Torricelli (Torr), que equivale a la presión hidrostática de un milímetro de mercurio (mmHg), la Atmósfera estándar, etc. A continuación se definen y se dan algunas relaciones entre estas unidades.

La Atmósfera estándar se define como la presión atmosférica a nivel del mar, es decir:

$$1 \text{ Atmósfera estándar} = 760 \text{ mm Hg} = 760 \text{ Torr}$$

A partir de esta relación se pueden encontrar las relaciones entre el Torr y cualquiera de las unidades coherentes. Para esto se utiliza la fórmula para la presión hidrostática en la base de una columna de mercurio de altura $h = 760 \text{ mm}$, dada por:

$$P = \rho gh \quad (9)$$

En donde ρ es la densidad del mercurio en condiciones estándares y g es la aceleración de la gravedad en la superficie terrestre. Así, por ejemplo para obtener la relación entre el Torr y el Pascal, se sustituyen en la fórmula anterior los parámetros en el sistema MKS, es decir $\rho = 13.6 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$, $g = 9.81 \text{ m/s}^2$ y $h = 760 \times 10^{-3} \text{ m}$. Haciendo la sustitución y las operaciones se obtiene que:

$$760 \text{ mmHg} = 760 \text{ Torr} = 101,396 \text{ Pascal}$$

De esta relación se obtiene que:

$$1 \text{ Torr} = 1 \text{ mmHg} = 133.33 \text{ Pascal}$$

o

$$1 \text{ Pascal} = 7.5 \times 10^{-3} \text{ Torr} = 7.5 \text{ mTorr}$$

en donde $1 \text{ mTorr} = 1 \times 10^{-3} \text{ Torr}$. De manera análoga se puede obtener la relación entre el Torr y el μbar o el Psi.

Así, resumiendo se tiene que dentro de la tecnología del vacío y sus diversas aplicaciones existen diferentes unidades para medir la presión:

Unidades coherentes.

En el sistema M.K.S. ó S.I. $1 \text{ Pascal} = 1 \text{ Pa} = 1 \text{ Newton} / 1 \text{ m}^2$

c.g.s. $1 \text{ microbar} = 1 \mu\text{bar} = 1 \text{ Dina} / 1 \text{ cm}^2$

$1 \text{ milibar} = 1 \text{ mbar} = 10^3 \text{ Dinas} / \text{cm}^2$

Sistema Inglés $1 \text{ Psi} = 1 \text{ Libra} / \text{Pulg}^2 = 1 \text{ Lb} / 1 \text{ in}^2$

$1 \text{ Psf} = 1 \text{ Lb fuerza} / \text{ft}^2$

Unidades no coherentes.

$1 \text{ Torr} = 1 \text{ mm de Hg} = 133.33 \text{ Pa} = 1.33 \text{ mbar} = 1.93 \times 10^{-2} \text{ Psi} = 2.78 \text{ Psf}$

$1 \text{ Atmósfera estándar} = 1 \text{ atm} = 760 \text{ Torr} = 14.7 \text{ Psi} = 1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$

Unidades técnicas

Atmósfera técnica $1 \text{ Kg fuerza} / 1 \text{ cm}^2 = 1 \text{ at} = 9.81 \times 10^4 \text{ Pa} = 735.6 \text{ Torr}$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

II. 5. Camino libre medio.

Por definición el camino libre medio (λ) en un gas es la distancia promedio recorrida por todas las moléculas entre colisiones sucesivas con otras moléculas, dicho de otra manera, es la distancia promedio recorrida entre colisiones sucesivas por una misma molécula, en un tiempo dado. El camino libre medio depende no solo de la presión y de la temperatura del gas, sino también de la forma y tamaño de las moléculas que componen el gas. Suponiendo moléculas esféricas de diámetro ξ de la teoría cinética de gases se obtiene que:

$$\lambda \text{ (cm)} = 2.33 \times 10^{-20} T / (\xi^2 P) \quad (10)$$

En donde P es en Torrs, T en °K, y ξ en cm.

Para aire a temperatura ambiente, se obtiene la fórmula simple siguiente:

$$\lambda \text{ (cm)} = 5 \times 10^{-3} / P \text{ (torr)} \quad (11)$$

II. 6. Tasa de incidencia molecular.

La tasa de incidencia molecular (ϕ) sobre una superficie expuesta a un gas dentro de una cámara de vacío se determina por el número de partículas que chocan con la superficie por unidad de tiempo por unidad de área. De acuerdo a la teoría cinética de los gases la tasa de incidencia molecular esta dada por,

$$\phi = \frac{n \langle v \rangle}{4} \quad (12)$$

Donde ϕ es la tasa de impactos, en # de impactos/(cm² s), $\langle v \rangle$ es el promedio de la velocidad, dado en cm/s, y n es la densidad, dada en # moléculas/cm³.

Debido a que la velocidad promedio $\langle v \rangle$ de las moléculas, depende de la presión y de la temperatura del gas, para un gas cuyo peso molecular es M, a una presión P y a una temperatura T, la tasa de impacto ϕ se puede expresar como:

$$\phi = 3.513 \times 10^{22} [P / (MT)^{1/2}] \text{ moléculas / (cm}^2 \text{ s)} \quad (13)$$

donde P es en Torrs, M en unidades de masa atómica (uma), T en °K

II. 7. Tiempo de formación de una monocapa.

El tiempo de formación de una monocapa se define como el tiempo necesario para cubrir completamente una superficie con una capa de moléculas. Si las moléculas tienen un diámetro d (en cm), el número de moléculas necesarias para cubrir completamente y en forma compacta un área de 1 cm^2 de una superficie es:

$$N_{mc} = 1 \text{ cm}^2 / d^2 \quad (14)$$

Por lo tanto, si la tasa de incidencia molecular sobre la superficie es ϕ y cada molécula que incide sobre ésta se queda adherida a ella, es decir, tiene un coeficiente de adherencia o pegado igual a 1, el tiempo de formación de una monocapa está dado por:

$$t_{mc} = N_{mc} / \phi = (1/d^2) / (3.513 \times 10^{22} [P / (MT)^{1/2}]) \text{ segundos} \quad (15 a)$$

ó

$$t_{mc} = [(MT)^{1/2} / (3.513 \times 10^{22} d^2)] (1/P) \text{ segundos} \quad (15 b)$$

De lo cual se ve claramente, que el tiempo de formación de una monocapa es inversamente proporcional a la presión. Por ejemplo, para nitrógeno (N_2), a temperatura ambiente 300 °K , que tiene un diámetro $d = 3.78 \times 10^{-8} \text{ cm}$, se obtiene que:

$$t_{mc} = 1.82 \times 10^{-6} / P \text{ segundos} \quad (16)$$

II. 8. Regiones de vacío.

Dentro de la tecnología de vacío se distinguen distintas regiones de vacío. La clasificación de las diferentes regiones de vacío proviene principalmente de la clasificación que se hace de los aparatos para producir vacío (bombas de vacío) en las cámaras de vacío y de los instrumentos de medición del vacío (presiones menores que la atmosférica). Sin embargo, la clasificación también tiene que ver con el comportamiento de los gases en las distintas regiones de presión. En general, las regiones de vacío y los límites de éstas regiones se definen de la manera siguiente.

Vacío bajo-medio, (del inglés low and medium Vacuum) también conocido como vacío burdo. Esta región se extiende desde la presión atmosférica ($P = 760$ Torr) hasta presiones alrededor de 10^{-3} Torr. En esta región el número de moléculas en la fase gaseosa es grande comparado con el número de moléculas que cubre la superficie de las paredes del interior de la cámara de vacío. Así, en este caso el bombeo de la cámara está dirigido a rarificar o reducir la densidad de moléculas del gas. Como se verá más adelante, a estas presiones las moléculas de gas son arrastradas en conjunto hacia la bomba de vacío, es decir mediante un flujo viscoso.

Vacío alto, (del inglés high vacuum). Esta región está localizada entre los niveles subsiguientes del vacío burdo y la región de ultra alto vacío, es decir se localiza entre 10^{-3} Torr y 10^{-7} Torr. En esta región la densidad de las moléculas en la fase gaseosa es muy baja comparada con las moléculas adsorbidas en las superficies interiores de la cámara de vacío. Por lo tanto, el bombeo en esta región consiste en evacuar o capturar las moléculas que salen de las superficies y alcanzan individualmente la bomba de vacío, en este caso, las moléculas salen del sistema de vacío sin colisionar unas con otras, es decir, como un flujo molecular.

Ultra alto vacío. Esta región se encuentra desde 10^{-7} Torr hasta los niveles de 10^{-16} Torr. En la naturaleza encontramos los niveles más bajos de esta región fuera de los límites de nuestro sistema solar, es decir que se encuentra solamente en el espacio interestelar. En la práctica, en los sistemas de vacío terrestres el límite inferior se ha alcanzado, y va disminuyendo con el progreso de la tecnología. Esta región es la más deseable o ideal en equipos industriales o de laboratorio, en donde es indispensable tener superficie 100% limpias. Esto es debido a que a presiones tan bajas, el tiempo para formar una monocapa con moléculas adsorbidas es mayor que el tiempo usado en el laboratorio para preparar y/o analizar superficies limpias, y determinar sus propiedades. Sin embargo, se debe señalar que lograr este tipo de vacío es demasiado costoso y muy lento.

II. 9. Producción de vacío.

De acuerdo con la definición de la AVS de vacío, se tiene vacío de manera natural, en cualquier región de la tierra que se encuentre a una altitud sobre el nivel del mar. Al nivel del mar la presión atmosférica, es la estándar, 760 Torr, debido a que la columna de aire ejerce una presión equivalente a la de una columna de mercurio de 760 mm. Al aumentar la altitud sobre el nivel del mar disminuye la longitud de esta columna de aire, y por lo tanto disminuye la presión. En la práctica, se tiene que la presión disminuye con la altitud por un factor de 10 por cada 15 Km. De esto resulta que a una altitud en la tierra de 90 Km la presión es del orden de 10^{-3} Torr, y a altitudes mayores existe alto vacío.

Otra forma natural de producción de vacío se da en el cuerpo humano, en el proceso de la respiración. En el proceso de inhalación nuestros pulmones (por medio del diafragma) se expanden, generando una reducción en la presión interna. La diferencia de esta presión respecto a la del ambiente ($P = 1$ Atm) provoca que el aire del exterior fluya directamente al interior de los pulmones, para

después exhalarlo mediante la contracción de los pulmones (el diafragma). Los mosquitos utilizan un mecanismo similar de producción de vacío natural para la extracción de sangre, y los pulpos por su parte, en sus tentáculos poseen unas ventosas para atrapar y sujetar a su presa mediante un mecanismo similar de vacío natural.

Todas estas formas de vacío natural son el más claro ejemplo del postulado de **Aristóteles (384-322 a.C.)** de que **"La naturaleza aborrece el vacío"**, el cual se entiende como el hecho de que la naturaleza tiende a igualar las presiones en regiones que tengan una diferencia de presión, o dicho de otra manera, que la naturaleza tenderá a llenar con algún fluido que esté a su alcance (gas o líquido) cualquier región del espacio en la que exista vacío. Este principio sirvió para explicar de manera simple el funcionamiento de sifones, fuelles, y sirve en la actualidad como un principio básico de la tecnología del vacío, para explicar en términos prácticos y sencillos, la manera de producir vacío, y el funcionamiento de algunas bombas de vacío. En la figura 1, se muestra esquemáticamente la manera de producir vacío en un recipiente con base en el principio de Aristóteles.

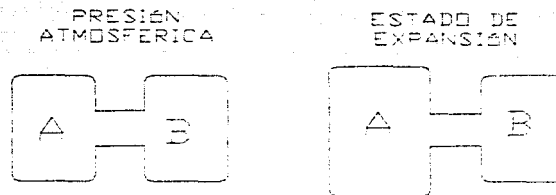


Figura 1. Diagrama clásico para la creación del vacío.

Inicialmente se tiene un gas a una presión igual a la atmosférica, encerrado dentro de dos recipientes A y B comunicados entre sí. Si se expande el recipiente A, se reduce la densidad de moléculas en éste, o dicho en otros términos, se reduce la presión o se produce vacío en A. Según el principio de Aristóteles las moléculas de la región B fluyen hacia A para evitar este vacío, produciéndose entonces un efecto de vacío en la región B, hasta que las presiones en ambas regiones se igualen.

En el ejemplo anterior, se puede considerar que el recipiente A actúa como una bomba de vacío para evacuar el recipiente B que puede fungir como cámara de vacío. En este caso el mecanismo de bombeo corresponde al de una bomba de desplazamiento positivo, sin embargo, como se verá al final de este capítulo, en la actualidad existen bombas de vacío más sofisticadas que se basan en otros mecanismos.

II. 10. Bombas de vacío y velocidad de bombeo.

La presión de gas en una cámara a una temperatura dada, puede ser reducida permitiendo que éste fluya a través de un orificio hacia una bomba de vacío, o sistema de bombeo de dos o más bombas en serie; el cual desplaza y comprime al gas en su interior para descargarlo en la atmósfera, o lo atrapa al hacer que se condense sobre una superficie suficientemente fría, o lo hace reaccionar con una superficie químicamente activa expuesta dentro de la cámara o dentro de un accesorio de la cámara. El movimiento del gas a través de la bomba o de la superficie activa puede ser acelerado por calentamiento de las paredes de la cámara o por ionización del gas y aplicación de un campo eléctrico.

Como se ha visto, una diferencia de presión entre los lados opuestos de un conducto de un recipiente, resulta en un flujo neto de gas a través de este conducto. La función de una bomba de vacío es causar esta diferencia de presión para extraer o evacuar el gas de una cámara, que actúa como cámara de vacío. La tasa de flujo de gas evacuado por la bomba se expresa de dos maneras; como

gasto, denotado por Q , y como tasa de flujo volumétrico de gas o velocidad de bombeo S .

La velocidad de bombeo S mide el volumen de gas que pasa en un segundo por el conducto que conecta la cámara con la bomba de vacío, es decir, es **el volumen del gas ΔV (a cualquier presión) que es removido del sistema de vacío por la bomba por unidad de tiempo Δt :**

$$S = \frac{\Delta V}{\Delta t} \quad (17)$$

La velocidad de bombeo comúnmente se expresa en litros/segundo. Otras unidades comunes para esta velocidad son: pies cúbicos por segundo (pie^3/s), o metros cúbicos por hora (m^3/h).

La velocidad de bombeo no proporciona información sobre el número de moléculas que son removidas por la bomba de vacío, ya que este número dependerá de la presión del volumen del gas evacuado, debido a esto resulta más útil el concepto de gasto.

II. 11. Concepto de gasto y unidades.

El gasto, también conocido como tasa de flujo de masa, es una medida del número de moléculas de gas que atraviesa un plano dado transversal al flujo de gas por unidad de tiempo, y se define como el producto de la velocidad de bombeo S por la presión P , es decir:

$$Q = S \times P \quad (18)$$

y sus unidades más comunes son torr-litros/segundos.

Otra unidad comúnmente utilizada para el gasto o tasa de flujo, es el centímetro cúbico por minuto estándar (1 sccm), en donde el estándar se refiere a la temperatura estándar (0°C) y presión estándar (760 Torr), por lo que un 1 sccm es igual al número de moléculas que a presión y temperatura estándar se encuentran contenidas en un volumen de un centímetro cúbico, que fluyen y atraviesan en un minuto una sección transversal de la tubería de gas o de una línea de gas.

Utilizando la ley del Gas Ideal, se tiene que el volumen ocupado por un mol de gas a la presión y temperatura estándar definidas anteriormente, es:

$$V_{est} = N_A kT / P = 22.414 \times 10^3 \text{ (cm}^3\text{)} = 22.414 \text{ Litros} \quad (19)$$

Donde $N_A = 6.023 \times 10^{23}$ es el número de Avogadro, y $k = 1.035 \times 10^{-19} \text{ (Torr} \times \text{cm}^3 \text{ } ^\circ\text{K}^{-1}\text{)}$ es la constante de Boltzmann.

Dado que el número de moléculas contenida en el volumen estándar es igual al número de Avogadro, de esto se deriva que el número de moléculas N_1 contenidas en 1 cm^3 a 0°C y 760 Torr es:

$$N_1 = \frac{N_A}{V_{est}} \times 1 \text{ cm}^3 = \frac{6.023 \times 10^{23}}{22.414 \times 10^3} = 2.69 \times 10^{19} \text{ moléculas} \quad (20)$$

Por lo tanto que $1 \text{ sccm} = N_1 / \text{min}$
 $= 2.69 \times 10^{19} \text{ moléculas/minuto.}$

De la misma Ley del Gas Ideal se puede obtener la relación entre 1 sccm y la otra unidad de gasto mencionada anteriormente, igual a 1 Torr.litro / segundo, ya que el número de moléculas contenidas dentro de un volumen igual a un litro, y que fluyen en un segundo, cuando la presión es de 1 Torr, es:

$$N \text{ (1 Torr, } 10^3 \text{ cm}^3, 273 \text{ } ^\circ\text{K)} = (PV / kT) = [(1 \text{ Torr} \times 1000 \text{ cm}^3 / (1.0325 \times 10^{-19} \text{ Torr cm}^3 \text{ } ^\circ\text{K}^{-1} \times 273 \text{ } ^\circ\text{K)})] = 3.55 \times 10^{19} \text{ moléculas}$$

Por lo tanto:

$$1 \text{ (Torr} \times \text{litro)/seg} = 3.55 \times 10^{19} \text{ moléculas/seg}$$

o bien:

$$1 \text{ (Torr} \times \text{litro)/seg} = 2.13 \times 10^{21} \text{ moléculas/min}$$

De donde se obtiene la siguiente relación entre las unidades de gasto definidas anteriormente:

$$\begin{aligned} \text{Torr} \cdot \text{litro} / \text{seg} &= (2.13 \times 10^{21}) / (2.69 \times 10^{19}) \text{ sccm} \quad (21) \\ &= 79.05 \text{ sccm} \end{aligned}$$

Si se consideran unidades del S.I. para medir el gasto (Pa m³/s), siguiendo la secuencia,

$$1 \text{ Pascal} = 1 \text{ N/m}^2$$

$$1 \text{ J} = 1 \text{ N m}$$

$$1 \text{ J} \cdot \text{s}^{-1} = 1 \text{ W}$$

$$1 \text{ Pascal m}^3/\text{s} = 1 \frac{\text{N}}{\text{m}^2} \frac{\text{m}^3}{\text{s}} = 1 \text{ N m/s} = 1 \text{ J/s} = 1 \text{ Watt}$$

Se observa que las unidades de gasto son Watts, lo que implica que el gasto sea igual a la energía que cruza un plano por unidad de tiempo; no como energía cinética o potencial, sino dicho de otra forma, como la energía requerida para transportar las moléculas a través del sistema de vacío.

Generalmente en la evacuación de una cámara de vacío, la presión se va reduciendo desde la cámara hasta la entrada de la bomba de vacío, sin embargo, si la carga de gas en la cámara de vacío se mantiene constante, es posible mantener el gasto en un estado pseudo-estacionario, es decir, que sea también constante a lo largo del sistema de vacío. En la condición pseudo-estacionaria el producto de la presión por la velocidad de bombeo debe ser la misma en cualquier sección del sistema de vacío entre la cámara y la bomba de vacío, es decir:

$$Q = P_1 S_1 = P_2 S_2 = P_3 S_3 = \text{cte} \quad (22)$$

Por lo tanto si $P_1 > P_2 > P_3$ entonces $S_1 < S_2 < S_3$, es decir, en los lugares donde la presión es menor la velocidad de bombeo debe ser mayor.

Cabe señalar, que la carga de gas se refiere a las moléculas que se incorporan en fase gaseosa al volumen de la cámara de vacío. Esta carga se introduce de distintas maneras tales como: de manera deliberada y controlada mediante flujómetros, por fugas de gas accidentales, por desorción (salida de gas desde las paredes interiores de la cámara), por permeabilidad de gases a través de los empaques o de las paredes (como el hidrógeno), evaporación de materiales volátiles, y/o reflujo de gases o vapores de aceite desde la bomba de vacío.

Si la cámara de vacío es cerrada, despreciando fugas, gas desorbido de las paredes, etc., después de cierto tiempo de bombeo la carga inicial de gas en la cámara de vacío se debe agotar y por lo tanto la presión debe reducirse hasta un valor mínimo igual al de la presión última de la bomba de vacío. En este punto la presión se estabiliza y es prácticamente constante en todo el sistema de vacío.

Aunque el gasto y la carga de gas son a veces utilizadas indistintamente, es preferible reservar al gasto como una propiedad de la bomba y a la carga de gas como una propiedad de la cámara. Esto lleva al segundo gran principio de la tecnología del vacío –gas que entra es igual al gas que sale– el cual puede ser expresado de manera formal como: a una presión constante de una cámara, la carga del gas de la cámara iguala al gasto de la bomba.

Como se verá más adelante, la mayoría de las bombas de vacío tienen una velocidad de bombeo constante sobre un amplio rango de presión. Por lo tanto, cuando la presión a la entrada de la bomba disminuye, el gasto de la bomba necesariamente también disminuye.

Existe una gran diversidad de bombas de vacío que funcionan en las diferentes regiones de vacío. De acuerdo con esto, existen bombas llamadas de vacío burdo,

que caen dentro de la categoría de las llamadas bombas de desplazamiento positivo, porque arrastran todo un volumen de gas de una región a otra, tales como las bombas mecánicas de paletas rotatorias y de lóbulos, que operan desde presión atmosférica (760Torr) y permiten vacíos del orden de 10^{-4} Torr. Existen bombas de vacío alto que funcionan mediante un mecanismo de transferencia de momento, tales como las turbomoleculares y las de difusión (eyectores de vapor) que producen vacíos en el rango de 10^{-4} a 10^{-7} Torr. También existen bombas de vacío ultra alto que funcionan mediante un mecanismo llamado de captura, tales como las criogénicas, las de ionización y las de sublimación, que permiten reducir todavía más la presión hasta valores del orden de 10^{-10} Torr.

Todas estas bombas de vacío en conjunto además de utilizarse ampliamente en la industria microelectrónica y óptica para la preparación de películas delgadas de metales, semiconductores y aislantes mediante una gran variedad de técnicas, también se usan para obtener el alto vacío 10^{-6} – 10^{-10} Torr que se requiere en diversos instrumentos científicos e industriales, tales como, microscopios electrónicos, espectrómetros de masa, aceleradores de partículas cargadas, etc. Las bombas de vacío también son indispensables en muy diversas aplicaciones de la industria metalúrgica, química, farmacéutica, de producción de alimentos, etc.

II. 12. Flujo de gas.

El flujo de gas en las etapas iniciales de bombeo de un sistema de vacío puede considerarse como el movimiento de un fluido (en este caso gas) de una región a una presión igual que la atmosférica a otra de menor presión. Este movimiento o flujo de gas es sometido a todos los regímenes de flujo de gas que existen los cuales son:

1. Viscoso: a) Turbulento y b) Laminar
2. Intermedio

3. Molecular

Estos tres tipos de flujos se clasifican por medio de dos parámetros; el número de Knudsen (K_n), y el número de Reynolds.

El número de Knudsen K_n se encuentra determinado por la siguiente ecuación,

$$K_n = \lambda / d. \quad (23)$$

donde, λ = Camino libre medio de las moléculas

d = Longitud característica de la cámara o conducto de vacío

Si λ es mucho menor que d , el número de Knudsen es mucho menor a 1, el carácter de flujo queda determinado por las interacciones dipolares molécula-molécula, ó molécula-pared, y por lo tanto el flujo es viscoso.

Por otro lado cuando $\lambda > d$ prácticamente no hay interacción molécula-molécula, ni siquiera a través de colisiones. En este caso el flujo de gas es molecular.

En términos prácticos y más específicos se tiene los siguientes criterios para determinar los distintos tipos de flujo, con relación al número de Knudsen.

1. Flujo viscoso, si $K_n < 0.01$
2. Flujo intermedio, $0.01 < K_n < 1$
3. Flujo molecular, si $K_n > 1.0$

Para flujos viscosos el número de Reynolds (R_e) se define mediante la siguiente fórmula:

$$R_e = \frac{\rho \langle v \rangle d}{\eta} \quad (24)$$

Donde δ = Densidad de masa del gas

$\langle v \rangle$ = Velocidad promedio

η = Viscosidad del gas

d = Longitud y características de la cámara o ducto

En términos de este número, el flujo viscoso es:

Turbulento, si $Re > 2100$

Laminar, si $Re < 1100$

II. 13. Conductancia.

De manera informal, la conductancia de un tubo es su capacidad de permitir a un volumen de gas (a cualquier presión) pasar de un extremo a otro por unidad de tiempo. Para entender claramente la conductancia en el vacío, se puede recurrir al modelo de la conductancia eléctrica, de la ley de Ohm, ejemplo.

$$I = \frac{\Delta V}{R} \quad (\text{Ley de Ohm}) \quad (25)$$

donde ΔV = diferencial de potencial

I = corriente eléctrica

R = resistencia eléctrica

Definiendo $G = I / R$ = conductancia, ley de Ohm se puede expresar como

$$I = G \Delta V \quad (26)$$

En el caso de un conducto de vacío, se tiene que el gasto es proporcional a la diferencia de presión, es decir,

$$Q \propto \Delta P$$

Donde $\Delta P = P_1 - P_2$. Haciendo la analogía con el caso eléctrico se tiene que

$$Q = \frac{\Delta P}{Z} \quad (27)$$

Donde Z es la impedancia ó la resistencia que opone el conducto al flujo de gas. Definiendo en este caso la conductancia como el inverso de la impedancia

$$C = \frac{1}{Z} \quad (28)$$

Resulta que $Q = C\Delta P$. Por lo tanto, la definición más formal de conductancia puede tomarse como, la razón del gasto, bajo condiciones de conservación del estado estacionario, a la diferencia de presión entre dos secciones transversales isobáricas específicas dentro del sistema de bombeo, es decir

$$C = \frac{Q}{\Delta P} \quad (29)$$

La conductancia C, es una característica o parámetro que depende de la forma, geométrica y tamaño del conducto o cámara de vacío por donde fluye el gas.

Cabe señalar que las unidades de la conductancia son:

$$[C] = \frac{\text{litros}}{\text{segundos}}$$

Es decir, la conductancia tiene la misma relación y las mismas unidades de volumen por unidad de tiempo que la velocidad de bombeo. A pesar de estas

semejanzas, los términos de conductancia y de velocidad de bombeo no son intercambiables ya que la conductancia se refiere a un componente pasivo (el conducto o línea de vacío) y por lo tanto es constante, mientras que la velocidad de bombeo varía a lo largo de un conducto de vacío ya que se refiere a el efecto de un componente activo (de bombeo). Estos conceptos son relevantes al examinar como el rango de velocidad de bombeo para una bomba se ve afectado con la adición de dispositivos pasivos, tales como orificios, conductos y trampas entre la bomba y la cámara de vacío.

II. 14. Definición de plasma.

Un plasma se considera como el cuarto estado de la materia, ya que consiste de un gas ionizado. El estado de plasma se puede obtener calentando un gas a temperaturas muy elevadas (del orden de 5,000 °K o mayores); ya que a estas temperaturas la energía cinética de los átomos y/o moléculas que forman el gas aumenta lo suficiente como para que al vibrar y chocar entre sí, las moléculas se disocian en sus átomos constituyentes, y estos pierdan algunos de sus electrones, convirtiéndose en una mezcla de iones positivos y electrones, es decir en un gas altamente ionizado. Los pares ion-electrón son continuamente creados por ionización y destruidos por recombinación, y gracias a que estos procesos son siempre por pares, cualquier región del plasma es eléctricamente neutra ($Q_{total}=0$). El proceso de impacto de los electrones que resultan de la ionización es también el que produce la excitación y la subsecuente relajación del átomo provocando la emisión de fotones, que produce la luz característica de cada tipo de plasma.

Así pues, se llama plasma a este tipo de mezcla de átomos y fragmentos de átomos; De manera análoga podría describirse un plasma como un gas conductor ionizado a alta temperatura y que tiene una carga eléctricamente neutra.

A los plasmas producidos de la manera anteriormente descrita se les denomina "plasmas calientes", y es el material del cual están constituidas las estrellas, las cuales poseen temperaturas promedio de 10,000 °K.

Por otro lado se llaman "plasmas fríos" a los que se producen a bajas temperaturas (cerca de la temperatura ambiente, alrededor de 300 °K), mediante la aplicación de campos eléctricos y magnéticos intensos a un gas a baja presión. En este caso, los pocos electrones que se encuentran inicialmente en el gas, debido a la aceleración producida por los campos eléctricos, adquieren energía cinética suficiente y al chocar con las moléculas del gas, las disocian, las excitan y les arrancan sus electrones produciendo una mezcla de iones positivos, electrones, y átomos neutros, que constituyen el estado de un plasma débilmente ionizado, en el que solo una parte de los átomos del gas son ionizados.

A este tipo de plasma se le llama plasma frío porque en estos, debido a la diferencia de masa entre los iones y electrones, sólo los electrones alcanzan una temperatura elevada (del orden de 5 000 °K), mientras que los iones y las moléculas neutras permanecen de manera global a una temperatura baja. Este tipo de plasmas, es de manera intrínseca un plasma fuera de equilibrio por las diferentes temperaturas de sus partículas constituyentes.

Cabe señalar que este tipo de plasma frío es el que se produce y se utiliza en el proceso PECVD para la preparación de películas delgadas a partir de un gas.

III.

DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA TÉCNICA PECVD Y DE UN SISTEMA PECVD TÍPICO.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

22-A

III.1. Descripción de la técnica PECVD.

En este capítulo se describe la técnica PECVD y se explican los componentes y el funcionamiento del sistema PECVD que fue armado e instalado en uno de los laboratorios del IIM, con base en los principios básicos de la tecnología de vacío y en la selección de los componentes disponibles y fundamentales para su buena operación.

En un proceso PECVD se utiliza un plasma para disociar y activar ciertos gases precursores por impacto de electrones, y crear radicales que al reaccionar y condensar sobre un sustrato formen una película delgada sólida.

A grandes rasgos, el procedimiento para el depósito de una película delgada mediante la técnica PECVD es el siguiente:

1. Se introduce un sustrato en la cámara de vacío y se evacúa esta hasta obtener un vacío alto, al mismo tiempo que se calienta el sustrato. El propósito de esto es que el sustrato este libre de adsorbatos y en un ambiente lo más limpio posible.
2. Se hace fluir, a una presión constante, la mezcla adecuada de gases precursores dentro de la cámara de vacío en donde se encuentra el sustrato a cierta temperatura.
3. Se aplica un voltaje alterno, que generalmente es de radiofrecuencias para generar un plasma.
4. Una vez generado el plasma se inicia el depósito con la descomposición de las moléculas y la reacción química de las especies generadas por esta excitación. El espesor de la película depositada dependerá del tiempo que permanezca el sustrato inmerso en el plasma bajo condiciones establecidas.

Las variables más importantes que influyen sobre la rapidez de depósito y las propiedades de las películas delgadas depositadas son:

1. La composición de la mezcla de los gases, la cual depende del flujo relativo de cada uno de ellos.
2. La presión total de los gases dentro de la cámara, que depende de los flujos de gases y de la velocidad de bombeo de éstos.
3. La potencia eléctrica suministrada al plasma, la cual depende de las características de la mezcla de los gases, de la presión, y del buen acoplamiento de la impedancia de la fuente de la radiofrecuencia con la impedancia de la cámara de reacción y del propio plasma.
4. La temperatura del sustrato.
5. La geometría de la cámara de reacción y
6. El patrón del flujo de gases.

III.2. Descripción de un equipo PECVD y su clasificación por zonas.

A grandes rasgos, un sistema de depósito de vapores químicos asistido por plasma (PECVD) consta de cinco secciones o subsistemas (ver figura 2), los cuales reciben su nombre por su función y su ubicación dentro del sistema, y/o la presión de trabajo a la que se encuentran sometidos, los cuales son los siguientes:

III.2.A. Subsistema de suministro de gases.

III.2.B. Subsistema de reacción de gases.

III.2.C. Subsistema de extracción de gases.

III.2.D. Subsistema de control de gases residuales.

III.2.E. Equipo periférico para la generación del plasma (generador de RF)

Para ubicarnos fácilmente dentro del mismo y para evitar cometer errores, durante el armado y operación de un sistema PECVD, es importante conocer las características de cada uno de estos subsistemas.

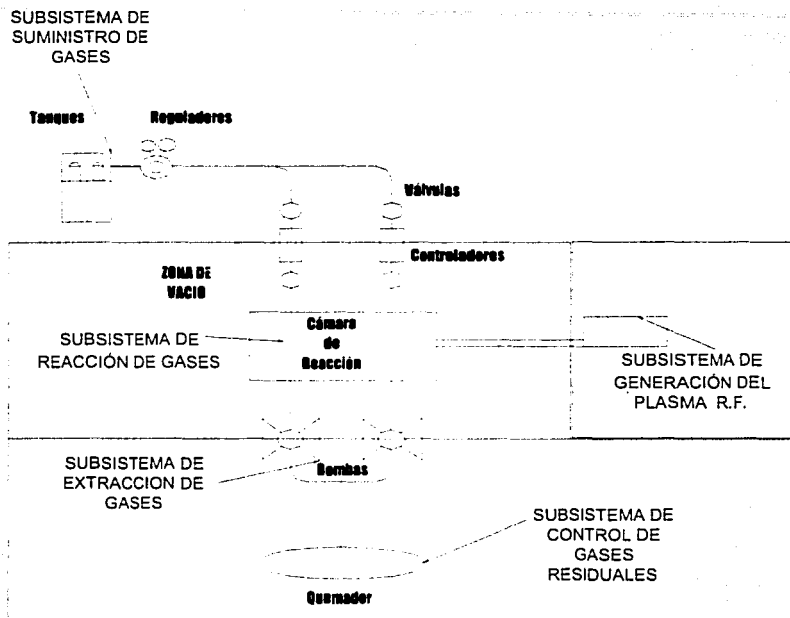


Figura 2. Diagrama básico para la construcción de un equipo PECVD.

III.2.A. Subsistema de suministro de gases.

Este subsistema esta constituido por los tanques ó cilindros en los que se encuentran los gases fuente a altas presiones, los reguladores de presión de salida de los gases, las líneas, válvulas y controladores de flujo necesarios para la conducción y suministro de los gases a la cámara de vacío.

Tanques.

Los gases fuente que se utilizan para el deposito de películas delgadas por PECVD, generalmente son de ultra alta pureza (99.999%, ó 5.0 N), y para su abasto en cantidades suficientes, se suministran en tanques a muy alta presión (en rangos de 2 000- 4 000 Psi, ó 136 – 272 Atm), con una capacidad que va desde 0.5 m³ hasta los 8.5 m³. Con el fin de soportar las altas presiones de trabajo, cada cilindro o tanque, es fabricado por norma con paredes gruesas de acero o aluminio, y debe poseer características especiales en su diseño, fabricación, transporte, y mantenimiento. Cada tanque debe contar con una válvula de seguridad, que permita aliviar de manera gradual un posible exceso de presión debido a alguna contingencia en la que se puedan ver envueltos, como alta temperatura, caída, mezclas no deseadas en el interior del cilindro, entre otras. Por seguridad, los tanques se sujetan por medio de cinturones metálicos y cadenas, dentro de una caseta rígida, la cual tiene extracción permanente de aire en la parte superior y un sistema de detección de fugas (sensores de gas) calibrado para ciertos gases peligrosos o tóxicos. Este sistema de detección se encuentra calibrado en p.p.m.(unidades de partes por millón), dicho arreglo posee una alarma auditiva (sirena) y una visual (luz intermitente).

Reguladores.

La zona de alta presión tiene como límite el regulador de presión que se encuentra a la salida de cada tanque. Los gases provenientes de los tanques a alta presión deben ser sometidos a una reducción de presión debido a que los controladores de flujo de gas trabajan en el rango de presión de 15-20 Psi. Cada regulador contiene mecanismos como un cono reductor y una zona con un laberinto el cual reduce drásticamente la presión del gas a la salida del regulador, el cual por su parte se encuentra sellado por una junta de un compuesto de elastómero; esto produce una reducción en la velocidad y la presión del gas, la cual se vuelve más manejable e idónea para la entrada del flujómetro (20 Psi), pero puede variar conforme se requiera.

Líneas, conectores y válvulas.

Para la conducción de los gases desde la salida de los reguladores hasta la cámara de vacío, se tiende una red de líneas y válvulas que permita de manera flexible el acceso y suministro controlado de cualquiera de los gases disponibles. Para evitar los riesgos de fugas de gases y/o la contaminación de estos, es de suma importancia que la tubería seleccionada tenga un bajo coeficiente de porosidad o baja permeabilidad, alta durabilidad y gran resistencia al ataque químico.

La tubería (figura 3) de 0.250"(1/4") de acero inoxidable sin costura satisface muy bien la mayoría de estas necesidades ya que este material presenta excelentes propiedades en contra del ataque químico, baja permeabilidad, bajo coeficiente de porosidad, etc. La conexión de la tubería desde los reguladores hasta los controladores de flujo, incluyendo las conexiones con las válvulas se hace mediante conectores tipo **Swagelock™** para tubería de 0.250"(1/4"), que sellan las uniones mediante un sistema de férulas cónicas, cóncava-convexa, o hembra y macho. Las conexiones de la tubería de acero inoxidable, entre la salida de los

controladores de flujo y la cámara de vacío se hacen mediante conectores tipo **VCR** o **Cajon™** (figura 4) para tubería de 0.250" (1/4"), que son especiales para mantener un alto vacío dentro las líneas. Cabe señalar que en los conectores VCR el sello es de tipo metálico, es decir, las superficies de unión de los conectores hembra y macho tienen un borde o protuberancia piramidal que al unirse entre sí se encajan en una arandela metálica (generalmente de níquel o de aluminio) que se interpone entre éstas.

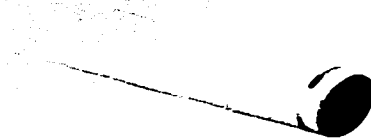


Figura 3. Tubería utilizada para las líneas de admisión de los gases fuente.

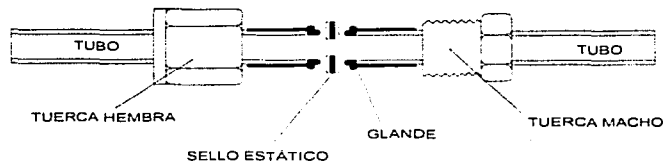


Figura 4. Conexión esquemática tipo VCR para tubería de 0.250\"

Según el rango de presión en donde se localicen y/o la función que cumplan a lo largo de todo el subsistema de suministro de gases se colocan válvulas de distintos tipos. Todas estas válvulas son también de acero, por las propiedades antes mencionadas de este material, y se fabrican de manera especial para que sean compatibles con el vacío. De acuerdo a la función que cumplen, se tienen tres tipos de válvulas; de paso, de aguja y electroneumáticas, las cuales se describen a continuación.

Válvulas de paso. Este tipo de válvula, se encuentran en diferentes tamaños, marcas y diseños (ya sea rectangulares/figura 5, de esfera o cuadradas). En este caso las más utilizadas fueron las marca **nupro™** (cuadradas) y Balzers (esféricas), siendo esta de un tamaño aproximado de 1.0" con una altura también de 1.0" y una sección transversal de 1.0", y que se conectan a la tubería de gas mediante conectores **Swagelock™** o **VCR**, dependiendo de si se ubican en la sección de alta presión, o de vacío, respectivamente.

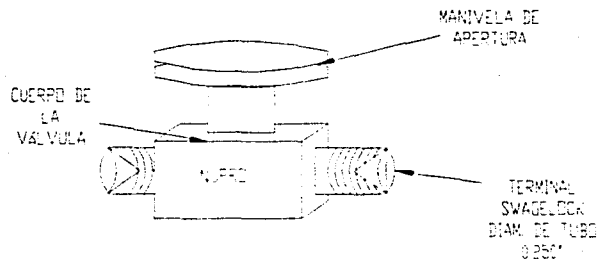


Figura 5. Diagrama general de una válvula de paso rectangular.

Válvulas de aguja. Este tipo de válvula, funciona como una válvula de paso, pero además tiene una función semejante a los controladores de flujo, ya que, como su nombre lo indica, mediante una aguja dentro de un conducto cónico por el que fluye el gas, permite controlar de manera fina el flujo de gas. Para calibrar y controlar este flujo de gas la válvula tiene en la perilla una escala muy similar en uso y lectura a un micrómetro de exteriores.

Válvulas electroneumáticas. Este tipo de válvula (figura 6), se coloca a la salida de los controladores de flujo (flujómetros), y funcionan como válvulas de seguridad, ya que se activan de manera súbita entre sus dos posibles estados; abierto ó cerrado, mediante un mecanismo electroneumático. Para su operación se les aplica de manera permanente una presión positiva de aire, de alrededor de 40 Psi. Sin la aplicación de energía eléctrica la válvula se encuentra normalmente cerrada, y se abre mediante un actuador que libera la presión de aire comprimido cuando se energiza eléctricamente la válvula desde un panel de control. Si durante un proceso de depósito existe una falla en el suministro de energía eléctrica que inhiba el funcionamiento del sistema de bombeo de gases, las válvulas electroneumáticas se cierran automáticamente evitando de esta manera que haya una acumulación excesiva de gas en la cámara de reacción.

Controladores de flujo de masa de gas. (figura 6), son dispositivos electrónicos, que permiten controlar de manera altamente eficiente y con un bajo factor de error, el acceso de flujos muy pequeños de gas a la cámara de reacción. Dichos aparatos se operan desde un panel de control y trabajan en rangos de 0 a 10, 20, 50, y hasta 100 SCCM, dependiendo de la cantidad de gas que se desea reaccionar en el plasma.

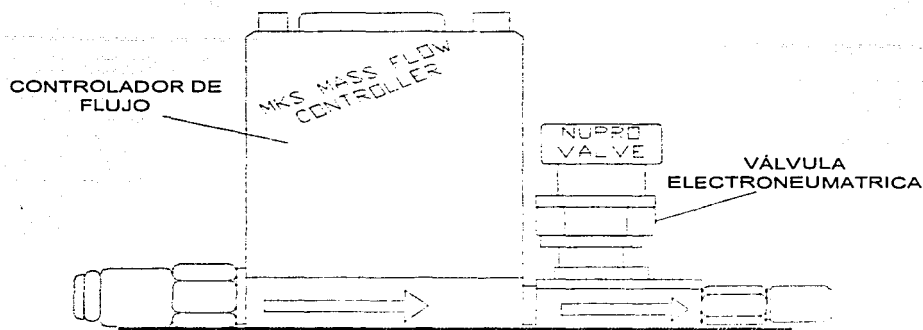


Figura 6. Esquema de conexión típica de un controlador de flujo y su válvula electro neumática.

III.2.B. Subsistema de reacción de gases.

Este subsistema consiste principalmente en la cámara de reacción con todos los aditamentos necesarios para generar el plasma, para controlar y medir la presión de los gases de reacción, y para calentar y sensar la temperatura del sustrato, y se puede considerar que termina en la entrada de la bomba primaria.

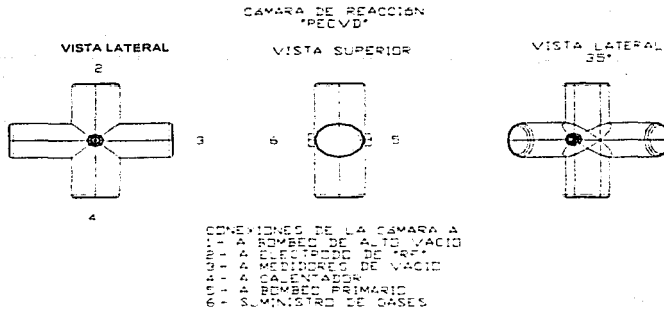


Figura 7. Vista general de una Cámara de Reacción.

Cámara de reacción.

La cámara de vacío que constituye la cámara de reacción (figura 7), tiene la configuración de una cruz generada a partir de la unión de un cuerpo de acero inoxidable 316 unido con soldadura de argón a cuatro tramos de tubo, también de acero inoxidable. Dichos tubos son de fundición y su superficie interna tiene un acabado de pulido fino. Al final de cada tubo se encuentra una brida unión (figura 8) soldada solidariamente al tubo, que permite, mediante un arosello (con número de pieza 361 **parker**TM, de 6.000" de diámetro interior y con un diámetro exterior de 6.375" con una sección transversal de 0.187") y un centrador metálico, sellar con la superficie de la brida de la tapa correspondiente, cuando estas se unen mediante mordazas tipo uña de instalación rápida (ver figura 9).

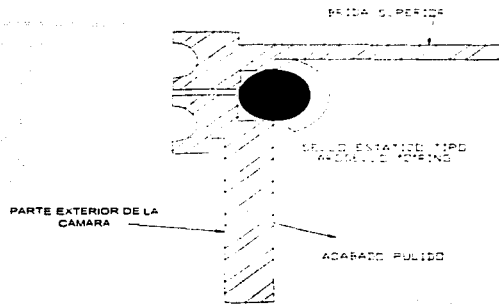


Figura 8. Esquema básico de brida soldada.

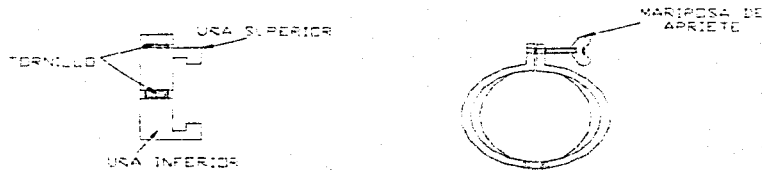


Figura 9. Esquema básico de mordazas de instalación rápida de uña y redonda.

La tapa o brida donde se conectan los medidores de vacíos (tapa 3, figura 7) es una placa circular plana de acero inoxidable 316, que posee tres entradas o ventanas, que consisten en tubos de acero soldados a los barrenos de la placa que tienen una brida de dos pulgadas de diámetro en su otro extremo. La cabeza de cada uno de los medidores de presión tiene una brida equivalente y se conecta a las bridas de la tapa mediante mordazas circulares de instalación rápida (ver figura 9), interponiendo un arosello entre las superficies internas de las bridas

Medidores de vacío (vacuum gauges). Debido a que no existe un medidor de vacío que pueda medir presiones en rangos desde presión atmosférica ($P = 760$ Torr) hasta las presiones correspondientes al alto vacío necesario para un sistema PECVD ($P \approx 10^{-7}$ Torr), se utilizaron dos tipos de medidores. Para sensar la presión de aire remanente en la cámara de reacción durante el bombeo primario, así como la presión total de los gases de reacción durante los depósitos, se utilizó un medidor de diafragma; el cual sensa desde una presión de 10 Torrs hasta cerca de 1×10^{-4} Torr. Por otro lado para sensar la presión cuando se hace el vacío de limpieza previo al depósito, y éste ha alcanzado niveles superiores a 1×10^{-4} Torr hasta niveles de 1×10^{-7} Torr, se utiliza un medidor de tipo *cátodo frío* (cold catode). La cabeza de ambos sensores se coloca en la cámara de vacío, y la presión se registra en el módulo con pantalla al cual están conectados dichos sensores.

La tapa o brida superior (tapa 2, figura 7) tiene en su parte exterior un tubo en forma de L invertida, dentro del cual hay un atravesador especial para vacío que tiene un conector eléctrico que permite aplicar la señal eléctrica proveniente de la fuente de radiofrecuencia, al electrodo circular que se encuentra unido por medio de postes aislantes, al otro lado de la tapa (ver figura 10). La longitud de los postes debe ser la adecuada para que una vez conectada y sellada la brida, éste electrodo (electrodo vivo) quede en la parte central del interior de la cámara de reacción.

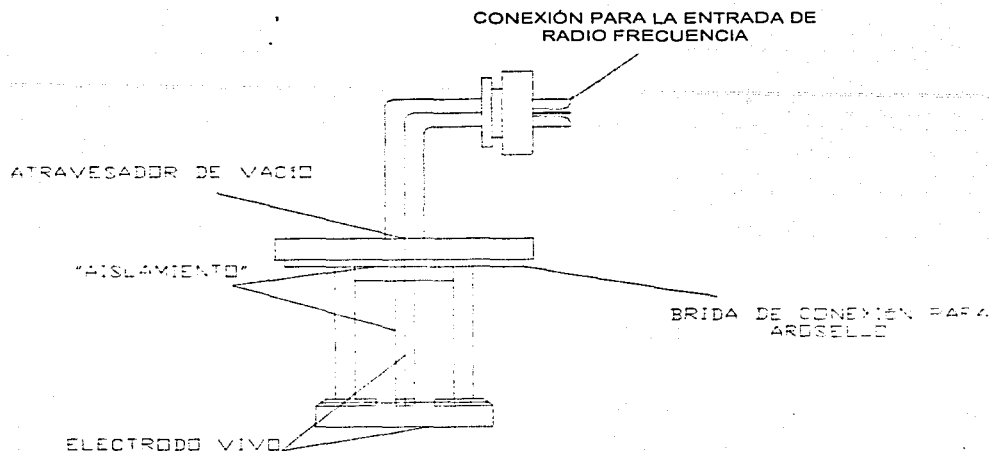


Figura 10. Tapa o brida superior (electrodo vivo).

La *tapa o brida inferior* (tapa 4, figura 11) tiene soldada una olla cilíndrica invertida de acero inoxidable 316 con un diámetro ligeramente menor que el diámetro interior del tubo de la cámara de reacción, lo suficientemente larga como para que una vez conectada y sellada la tapa, su base quede a escasos centímetros del electrodo vivo anteriormente descrito. Cabe señalar que sobre la base de esta olla, que constituye el electrodo aterrizado, se coloca normalmente el sustrato. Para el calentamiento controlado del sustrato se pone un calentador eléctrico de dona y un sensor de temperatura de termopar, en contacto con la superficie exterior de la base de la olla.

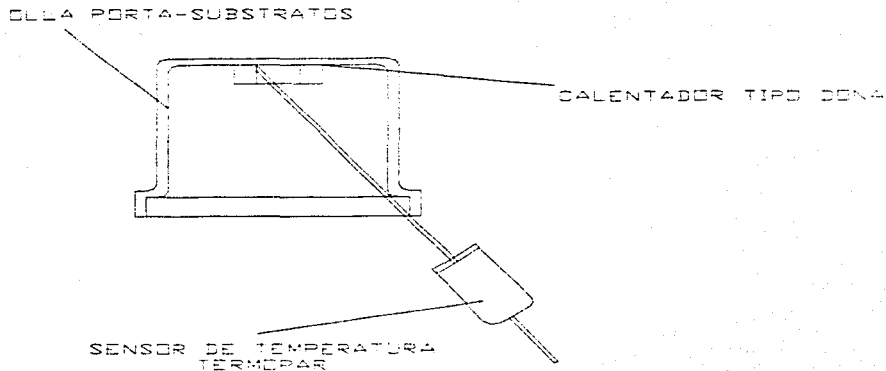


Figura 11. Tapa o brida inferior (electrodo aterrizado).

El *brazo abierto* de la cruz de la cámara de reacción (lado 1, figura 7) se conecta al sistema de bombeo de alto vacío, mediante una válvula de compuerta. En este caso tanto la brida del brazo como la brida de la válvula de compuerta tienen un borde tipo navaja, de manera que el sello se hace al unirse (mediante tornillos) y encajarse los bordes de las bridas en una arandela de cobre que se interpone entre éstas. A este tipo de sello se le llama sello metálico tipo Conflat o conexión de alto vacío (ver figura 12).

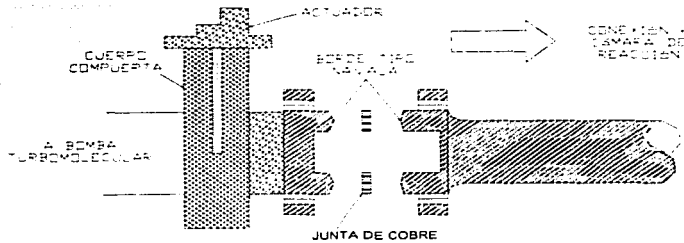


Figura 12. Sello metálico tipo Conflat o conexión de alto vacío.

Válvula de compuerta (figura 13). El propósito de esta válvula es dual. Cuando está abierta proporciona una alta conductancia de gas entre la bomba de alto vacío y la cámara de reacción durante el bombeo de limpieza previo al depósito. Cuando está cerrada funciona como brida ciega para aislar la cámara de reacción del sistema de alto vacío y permitir el bombeo alterno de los gases de reacción con el sistema de bombeo burdo. Como se mencionó este tipo de válvula posee una alta conductancia, por su diseño compacto y sobre todo que tiene una operación libre de impacto, lo que le proporciona una larga vida (100,000 ciclos antes de que requiera mantenimiento), gracias a su mínimo coeficiente de vibración. Dicha válvula está provista de un actuador electroneumático, lo cual es una gran ventaja, ya que solo así se garantiza que la válvula permanezca cerrada con una pérdida de presión en las líneas de aire a presión, además de contar con un control eléctrico (115Vac), el cual facilita el trabajo, ya que con activar un solo botón se abre o se cierra.



Figura 13. Imagen general de una válvula de compuerta.

Ventanas de entrada y salida de gases, hacia y desde la cámara de reacción. Perpendicularmente a la cruz que forma la cámara de reacción y por cada uno de dos lados opuestos se tiene una abertura circular soldada a un tubo de acero inoxidable de 2" de diámetro que tiene una brida en su otro extremo. Uno de estos tubos se usa para la admisión de los gases de reacción. Para esto, dicho tubo se conecta, mediante una brida ciega con dos tubos de acero inoxidable de 1/4 pasados y soldados, a las líneas de suministro de gases provenientes de los controladores de flujo de gas. El tubo del lado opuesto sirve de salida de los gases de reacción, ya que va conectado al sistema de bombeo primario.

Válvula de papalote, de mariposa (butterfly valve) o de garganta (throttle valve). Este tipo de válvula se coloca entre la salida de la cámara de reacción y el sistema de bombeo primario, y sirve para regular la presión de los gases de reacción dentro de la cámara durante un depósito. Esta válvula regula la presión de manera indirecta, ya que más bien regula la velocidad de bombeo efectivo de la cámara o el flujo de salida de los gases residuales. Como su nombre, lo indica, la válvula de papalote o garganta consiste en un conducto cilíndrico dentro del cual hay un

papalote o diafragma circular que al girar sobre un eje fijo, abre o cierra, parcial o totalmente, la abertura del conducto, con lo cual cambia la conductancia y por lo tanto la velocidad de bombeo. La válvula es activada desde un panel de control que recibe la información sobre la presión instantánea dentro de la cámara que registra el medidor de presión. La presión en la cámara es fijada y regulada mediante un programa que hace una comparación diferencial entre la presión instantánea y la presión previamente programada, que normalmente se fija alrededor de 500 mtorr. Así, estas válvulas se utilizan para regular los flujos de salida de vapores y son capaces de mantener una presión deseada dentro de la cámara de reacción, lo cual se refleja directamente en las propiedades de la película depositada, así como en la intensidad del plasma. Cabe mencionar que existe un rango de presiones, alrededor de los 500 mtorr, en el cual se facilita la generación del plasma y éste tiene un brillo más intenso.

Válvula de fuelle metálico. Este tipo de válvula se coloca entre la salida de válvula de papalote y la entrada de las bombas de vacío primario, y se utiliza principalmente para aislar la cámara de reacción, antes o después de un depósito, y permitir el bombeo de la bomba turbomolecular para producir alto vacío. Este tipo de válvulas, fabricadas también en acero inoxidable (316 s.s. A.N.S.I.), son las idóneas para este trabajo ya que se pueden mantener cerradas soportando diferencias de presión considerables, protegiendo de esta manera de que no suban gases o vapores de aceite de las bombas mecánicas a la cámara de reacción.

Tubería flexible de acero inoxidable. Esta tubería se utilizó para la unión entre la válvula de fuelle metálico y la entrada de las bombas y posee un diámetro de 2.0" con una longitud de 15.0", ya que es suficientemente flexible como para permitir cómodamente las conexiones requeridas, y a la vez suficientemente rígida diametralmente como para soportar las diferencias de presión a la que se encuentran sometidas.

III.2.C. Subsistema de extracción de gases.

El subsistema de extracción de gases se localiza a la salida del subsistema de reacción de gases, y es el encargado de extraer los gases residuales resultantes de las reacciones en el plasma y de mantener una presión constante dentro de la cámara de reacción, aplicando el principio; "cantidad de gas entrante igual a la cantidad de gas saliente" que hace posible la renovación pseudo-estacionaria de los gases de reacción requerida para el proceso PECVD. También con este sistema se hace el alto vacío de limpieza previo al depósito. Este subsistema consiste fundamentalmente de los equipos de bombeo, es decir de las bombas de vacío, las cuales se clasifican de acuerdo a sus características, su funcionamiento y capacidad de bombeo (rango de presiones de operación). De acuerdo al rango de presiones en que operan las bombas de vacío de utilización más frecuente en los sistemas PECVD, se dividen en; bombas de vacío burdo, bombas de vacío medio y bombas de alto vacío. Entre las bombas de vacío burdo se encuentran las bombas llamadas de desplazamiento positivo, tales como las bombas mecánicas de paletas rotatorias y las bombas de lóbulos o tipo ventilador (en inglés llamadas Roots blower). Dentro de las bombas de alto vacío más utilizadas se encuentran las bombas de transferencia de momento, tales como las bombas turbomoleculares. A continuación se describen con más detalle estos tipos de bombas.

Bombas mecánicas de vacío burdo y vacío medio.

Generalmente este tipo de bombas cae dentro de la categoría de bombas de desplazamiento positivo, ya que funcionan mediante el movimiento o desplazamiento de un volumen de gas desde la cámara de vacío hacia una región de mayor o igual presión que la encontrada en la entrada de la bomba. Con este tipo de bombas se logra un vacío desde una presión ligeramente menor que la atmosférica hasta rangos cercanos a 10^{-4} Torr limitada por la presión última**. Las características de los dos tipos de bombas de desplazamiento positivo que se

utilizaron en el sistema PECVD se describen a continuación con un poco más de detalle.

Bomba mecánica de paletas rotatorias.

- a) Mecanismo de operación: Desplazamiento de un gas por medio de paletas fijas a un rotor que rotan dentro de una cámara cilíndrica fija (estator) inmersa en aceite.
- b) Utiliza un fluido (aceite de baja presión de vapor) para la lubricación de las superficies en fricción y como parte del mecanismo de bombeo.
- c) Opera desde una presión atmosférica (760 Torr) y puede lograr una **presión última*** de hasta 1×10^{-4} Torr, para bombas de dos etapas. Debido a esto se considera que son bombas de vacío burdo.
- d) Este tipo de bomba no es selectiva, bombea cualquier tipo de gas.
- e) La velocidad de bombeo depende del producto de la velocidad de rotación de las paletas, que puede ser en el rango de 200 a 1800 r.p.m, por el volumen de desplazamiento en un ciclo.
- f) Son bombas de uso rudo, las cuales desplazan grandes cantidades de gas.
- g) Para lograr buenos niveles de vacío con este tipo de bombas, se debe evitar el reflujo de gases de aceite por las líneas principales (este efecto es muy común en las bombas de vacío). Para evitar esto, se debe instalar un filtro o trampa de aceite a la entrada de la bomba, y se debe renovar el aceite de estas bombas una vez que se advierte que ha sufrido degradación por el contacto con los gases residuales.

** Factores que limitan la presión última: Presión de saturación del aceite; aceites usados; productos diluidos en el aceite tales como: O₂, N₂, H₂, Ar, CO₂, etc.; volumen muerto de la bomba; condensación de gases como el H₂O, metanol, etanol.

Bomba de lóbulos o de ventilador (Roots Blower).

- a) Mecanismo: Desplazamiento de un gas por medio de un ventilador que consiste de dos lóbulos separados por una distancia muy pequeña, los cuales rotan sincronizadamente en direcciones opuestas.
- b) No utiliza aceite como parte del mecanismo de bombeo, sino sólo para lubricar los rodamientos.
- c) Requiere de una bomba mecánica de apoyo tal como la mencionada anteriormente.
- d) La presión última esta limitada por la bomba de apoyo.
- e) No es una bomba selectiva
- f) La velocidad de bombeo depende fundamentalmente de la velocidad de rotación de los lóbulos, que generalmente está establecida en el rango de 1500 y 3,500 r.p.m.
- g) Son bombas de uso rudo, las cuales se utilizan para bombear o desplazar grandes cantidades de gas, con una alta velocidad de bombeo.

Bombas de alto vacío.

Las bombas que producen alto vacío comúnmente son bombas clasificadas como bombas de transferencia de momento, cuyo funcionamiento se basa en la transferencia de momento, ya sea por alguna parte mecánica de la misma bomba (aletas mecánicas) o por las moléculas de un aceite especial impulsado por toberas, hacia las moléculas del gas a evacuar, que les da un impulso en una dirección preferente. Aunque en ambos casos el proceso es molecular, es decir las moléculas se extraen una por una, en el primer caso se le llama bomba turbomolecular, y en el segundo bomba difusora. Este tipo de bombas normalmente requiere de una bomba mecánica de apoyo y funcionan a partir de una presión menor que la atmosférica, es decir se debe hacer un vacío previo de

la cámara a evacuar por este tipo de bombas. Las características de una bomba turbomolecular, como la utilizada en el sistema PECVD implementado se describen a continuación.

Bomba turbomolecular.

- a) Mecanismo de bombeo: Su funcionamiento es directamente por la transferencia de momentum desde las aspas o alabes de los ventiladores que rotan a muy alta velocidad (desde 20,000 hasta 60,000 r.p.m), hacia las moléculas del gas.
- b) Partes principales: Rotor y estator en varias etapas o niveles alternados, con las aspas dispuestas en ángulos y direcciones opuestas.
- c) Este tipo de bombas no utiliza aceite para el bombeo, sólo para la lubricación de los baleros del rotor, pero es una lubricación externa, o simplemente puede tener baleros levitados magnéticamente.
- d) Requiere de una bomba mecánica de apoyo.
- f) Rango de funcionamiento desde 1×10^{-2} Torr hasta 1×10^{-9} Torr.
- g) No es una bomba selectiva, a excepción del hidrogeno y del helio.
- h) La velocidad de bombeo y razón de compresión depende del diseño que tengan las aspas, el número de aspas que posea, el área de entrada de la bomba, así como la velocidad de trabajo; la velocidad de bombeo puede ser variable.
- i) Utilizan uniones con bridas de alto vacío con juntas de cobre (figura IV.10)
- j) Ya que la velocidad de trabajo del rotor de esta bomba es muy alta, y que sus alabes son muy frágiles, y el sistema de baleros es muy sensible a inestabilidades, para su protección, se deben tener un cuidado especial en evitar los cambios bruscos de presión durante su operación.

III.2.D. Subsistema de control de gases residuales.

Muchos de los gases que se utilizan dentro de los sistemas PECVD, suelen ser tóxicos o en ocasiones flamables, por lo que es necesario contar con un equipo

que neutralice los gases residuales y/o los devuelva en forma más estable a la atmósfera ambiente. Para los gases resultantes de los depósitos se tiene un sistema de extracción de gases residuales, localizado a la salida de la tubería de las bombas mecánicas, sumado a los extractores del laboratorio, los cuales poseen en el techo del laboratorio (en la intemperie), un quemador de gas licuado a presión (G.L.P.), el cual se debe activar durante cada proceso de depósito.

La activación del *quemador* parte de un piloto automático, el cual permanece siempre encendido, dicho piloto posee un capuchón que lo protege de las inclemencias de las lluvias, del viento y del medio ambiente.

La flama del quemador, neutraliza los reactivos cambiándolos por distintas formas ya sea cenizas o cristales como el cuarzo, posteriormente a la cristalización estos reactivos dejan de ser corrosivos e incluso tóxicos, dichos cristales son más fáciles de manejar en comparación a su estado anterior.

III.2.F. Equipo periférico para la generación del plasma (generador de RF).

Esta sección esta destinada a los instrumentos y equipos para la generación del plasma, para lo cual se requiere de una fuente de radio frecuencia, un acoplador de impedancias y un medidor o indicador de potencia incidente y reflejada, que se conectan en serie para eliminar pérdidas de la potencia (potencia reflejada) y medir la potencia real suministrada al plasma.

Redes de acoplamiento.

Redes de acoplamiento, es común utilizar una red igualadora entre el generador de la radiofrecuencia y la descarga, su propósito es incrementar la disipación del poder en la descarga y proteger el generador. Para disipar la potencia máxima en una carga conectada a una fuente de poder, se debe igualar la impedancia de la carga con la impedancia de la fuente de suministro de la radiofrecuencia. En la

practica, para evitar grandes corrientes de radio frecuencia fluyendo a través de un circuito, estos generadores están diseñados para tener terminales de salida puramente resistivas con un valor usualmente de 50 ohms. Una descarga de radiofrecuencia normalmente tiene una impedancia más grande y parcialmente capacitiva, que no se puede ajustar sin comprometer el proceso de descarga. Por lo tanto, se simula una carga igual a la impedancia de salida del generador, esto se logra por combinación de la descarga con la carga variable de red igualadora.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

**IV.
METODOLOGÍA PARA EL
ENSAMBLE DE UN EQUIPO
PECVD Y PRECEDIMIENTO
DE INTRODUCCIÓN DE
SUBSTRATOS.**

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

IV.1 METODOLOGÍA PARA EL ENSAMBLE DEL EQUIPO PECVD Y PROCEDIMIENTO DE INTRODUCCIÓN DE SUBSTRATOS.

En este capítulo se da a conocer el procedimiento que se siguió para el armado del equipo, basándose en los requerimientos que se mencionan a continuación:

Por limitaciones de espacio y con la finalidad de economizar tanto en tiempo como en el uso de materiales y equipos, el proyecto inicial se basó en fijar los tanques de los gases de reacción formando dos filas (frontal y posterior) dentro de una caseta rígida o contenedor hecho con un armazón metálico que se encontraba ya empotrada al piso del laboratorio, debajo de una campana de extracción de gases con varios sensores de gas en la parte superior, conectados a una central de alarma en una zona visible fuera del laboratorio, cuya función es dar aviso por medio de una chicharra y una luz de emergencia, de posibles fugas de gases que ponen en riesgo la seguridad del laboratorio y de sus operarios.

Otro parámetro que se consideró importante fijar desde el inicio fue la ubicación de la cámara de reacción y del sistema de extracción de gases (Bombas de vacío). Para economizar en lo que se refiere a la tubería de acero inoxidable para la conducción de los gases y por cuestiones de seguridad en caso de fugas en las líneas se determinó conveniente ubicar la cámara de reacción lo más cerca posible de los tanques de gas y de la campana de extracción. Bajo este criterio, la cámara de reacción se instaló a poco más de medio metro de separación de la fila frontal de los tanques de gas, fijándola sobre un armazón metálico anclado al piso.

Cabe señalar que esto implicó algunas restricciones de espacio y generó cierta incomodidad durante la maniobra de instalación de las líneas, tanto de gas, como de aire, de agua, y eléctricas.

TRABAJANDO CON
FALLA DE ORIGEN

Posteriormente se procedió a hacer un diagrama del tendido de líneas y su distribución óptima para llevar cada uno de los gases precursores hacia la cámara de reacción a través de las válvulas o controladores de flujo adecuados.

Una vez hecho esto se hizo el ensamble completo del equipo como se describe a continuación.

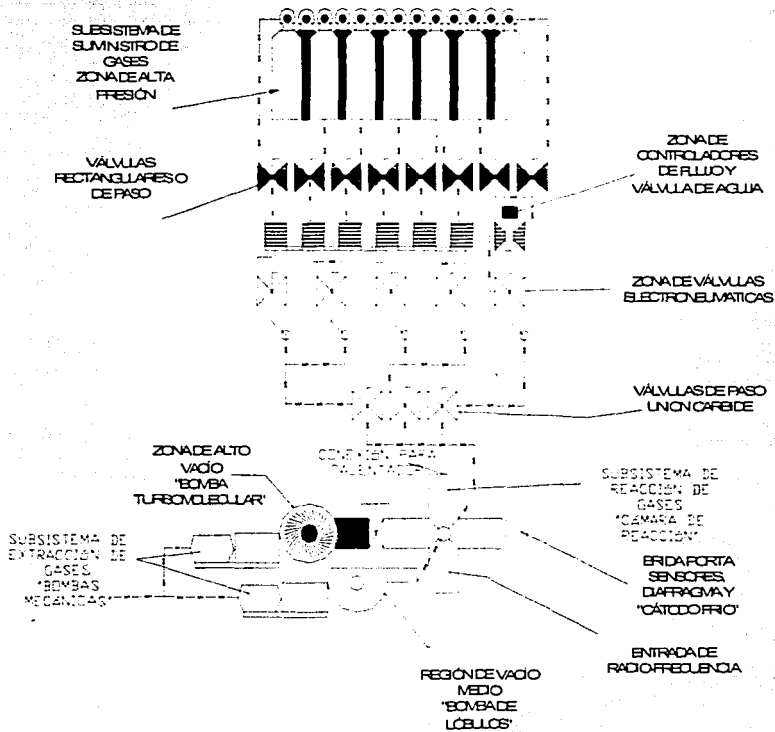


Figura 14. Proyecto de arreglo final de equipo PECVD.

IV. 2. Procedimiento de ensamble del equipo PECVD.

1. Búsqueda y concentración en la mesa de trabajo, de los accesorios necesarios para el ensamble del equipo, tales como tubería, válvulas, conectores, controladores, mangueras, etc.
2. Manipulación (cortes y dobleces) de la tubería de acero inoxidable ya existente con el fin de utilizar gran parte de ésta, probando antes su buen estado.
3. Presentación y tendido de las líneas de gas desde la cámara de reacción hacia todos los tanques de gas, incluyendo la conexión provisional de válvulas, controladores de flujo, etc., necesarios. Cabe Señalar que se dio prioridad a la instalación de los gases de hidrógeno, metano y tetrafluoruro de silicio, debido a que en estos gases se basó el deposito de las películas delgadas de carburo de silicio.
4. Montaje de válvulas y controladores. Dada la manipulación constante a la que están sometidas las válvulas de paso y electroneumáticas, éstas se fijaron sobre una solera metálica mediante tornillos que se pasaron por dos agujeros coincidentes con los barrenos con cuerda que tienen las válvulas en su parte inferior. Los controladores de flujo de masa se fijaron de manera similar a las válvulas.
5. Una vez fijas las válvulas y controladores, se acoplaron y se apretaron todas las conexiones entre éstos elementos y la tubería, desde la salida de los reguladores de los tanques hasta la cámara de reacción.
6. Conexión de bombas de vacío y accesorios de las mismas, tales como válvulas y mangueras. La bomba Roots junto con su bomba mecánica de apoyo se montaron en un solo armazón metálico, quedando la primera encima de la

segunda, con lo cual se economizó espacio. La entrada de la bomba Roots se conectó a la cámara de reacción mediante el uso de mangueras flexibles de acero inoxidable, interponiendo la válvula de garganta para el control de la presión, y una válvula de paso de tipo fuelle.

7. Conexión de equipo periférico, incluyendo el generador de señal de radiofrecuencia, calentador, termopar, cables de alimentación de energía eléctrica, mangueras para enfriamiento por agua de las bombas de vacío, manguera para enfriamiento por aire del sustrato, etc.

Una vez armado el sistema, se procedió a hacer las primeras pruebas del funcionamiento del equipo en general y de fugas de gas y del sistema de vacío. Dado los cuidados que se requieren para el buen manejo y operación de la bomba molecular de alto vacío, se redactó el breve manual de operación que se expone a continuación.

IV.3. Procedimiento de encendido de la bomba turbo molecular.

1. Cerciorarse minuciosamente que todas las válvulas se encuentren en la posición de cerrado, principalmente la válvula del tipo compuerta que comunica a la cámara de vacío. Esto, para evitar cualquier anomalía o mal funcionamiento de la bomba turbomolecular, es decir, que las bombas se encuentren aisladas, con el fin de proteger al máximo la bomba turbomolecular, ya que pueden subir vapores de aceite o simplemente pueda existir una diferencia de presiones lo que ocasionaría una avería inmediata.
2. Abrir el sistema de enfriamiento de la bomba turbomolecular que permite un adecuado enfriamiento de los rodamientos de esta bomba y la mantiene a una

FALLA DE ORIGEN

temperatura de trabajo constante y estable en todo momento sin que ésta se sobrecaliente.

3. Mantener un cuidado especial en el cerrado de la válvula electroneumática de compuerta, la cual debe permanecer sin presión de aire mientras no se utilice, ya que se corre el riesgo de que se active y se abra por accidente o equivocación.
4. Proceder al centro de mando de la bomba turbomolecular, en donde se activa dicha bomba con el botón de encendido; por su parte, este mismo control activa automáticamente la bomba mecánica con la finalidad de comenzar a bombear y llegar al vacío requerido por la bomba turbomolecular.
5. Apertura de la válvula de conexión entre las bombas cuando se tenga la velocidad promedio de trabajo de la bomba turbomolecular

IV.4. Procedimiento de encendido del sistema PECVD.

Para arrancar el equipo de PECVD, se debe recordar que todas las válvulas entre la cámara y los tanques deberán permanecer cerradas, así como someter siempre al sistema a un vacío posterior a cualquier depósito, por otro lado los instrumentos deberán estar siempre encendidos; se debe seguir los siguientes pasos para erradicar cualquier falla posible:

1. Al comenzar se debe revisar que se encuentre cerrada la válvula de fuelle localizada entre la bomba de lóbulos y la válvula mariposa y posteriormente arrancar la bomba mecánica para comenzar a generar algo de vacío en la tubería, inmediatamente cerciorarse que se encuentren cerrados todos los tanques de gas.
2. Se abre la válvula de fuelle para comenzar a evacuar aun más la cámara, una vez rebasado el nivel mínimo de trabajo de la bomba de lóbulos se arranca para generar un mejor vacío en el menor tiempo posible.

TRABAJAR CON
FALLA DE ORIGEN

3. Se debe calentar la cámara con una pistola de aire caliente por un tiempo mayor a 45 minutos para asistir la desorción de las moléculas de las paredes frías de la cámara.
4. Se arranca el sistema que controla la bomba turbomolecular y se hace fluir agua hacia los rodamientos de dicha bomba.
5. Se enciende el generador del plasma para que se encuentre listo para trabajar cuando sea requerido.

IV.5. Procedimiento para la detección de fugas.

La detección de fugas se hizo por medio de un instrumento para detectar helio, y fue de gran ayuda para nuestro proyecto.

1. Conectar el equipo de detección de fugas a la cámara de reacción.
2. Encendido del equipo de detección de fugas, de los instrumentos además del llenado de un depósito de nitrógeno líquido para la trampa de la bomba difusora.
3. Dejar que el equipo de detección genere un vacío considerable y así poder dispararle helio en las conexiones, una a una, procurando dar tiempo a que el helio sea succionado por la bomba difusora.
4. Esperar que el detector de helio sense la entrada de helio en el sistema y active un zumbador.
5. Una vez que se active el zumbador repetir la prueba en la zona donde se disparó helio, para cerciorarse que es la zona de la fuga.

SE CON
FALLA DE ORIGEN

6. Proceder al reapriete en la zona de la fuga.

IV.6. Limpieza de la cámara y preparación de los sustratos para el depósito.

Este aspecto es determinante para lograr un buen depósito de películas delgadas en los sustratos de silicio y de cuarzo, cuidando sus propiedades como lo presenta su cara pulida en acabado espejo.

1. Los sustratos son pequeñas secciones cortadas de una oblea circular de silicio puro, las cuales ocupan una cuarta parte de la oblea original, la cual debe ser cortada con suma delicadeza utilizando un cortador de diamante y colocando al sustrato sobre unas almohadillas para evitar fracturas no deseadas en la oblea y evitar principalmente que se raye y se contamine la superficie a trabajar ya que se encuentra en un acabado espejo. Se debe evitar el contacto del sustrato con agentes contaminantes tales como polvo, grasa y algunos metales.
2. Se extraen de su contenedor con unas pinzas de acero inoxidable recubiertas de teflón, para inmediatamente sumergirlas durante un minuto y medio en una solución de ácido fluorhídrico HF al 5%, dicho baño con HF es utilizado para eliminar una capa de óxido nativo de pésima calidad que se forma a la oblea al entrar en contacto con el medio ambiente después de su fabricación, posteriormente se enjuagan con agua deionizada, una vez lavada se seca con un flujo directo a presión de N_2 gas puro y seco.
3. Inmediatamente se introduce el sustrato a la cámara de depósito, para poder realizar una limpieza con un plasma de argón y a una temperatura constante de $250^{\circ}C$, por un tiempo no menor a los cuarenta minutos, dicho plasma es para asegurarnos que la superficie del sustrato esté limpia de impurezas adsorbidas.

IV.7. Aplicación de condiciones para el depósito.

Para realizar los depósitos es necesario tener en cuenta que las características de las películas deben ser muy específicas y se les debe dar un seguimiento muy riguroso. Con el fin de obtener películas con propiedades reproducibles se deben repetir los experimentos de depósito, bajo cada conjunto de condiciones previamente definidas, las veces que sea necesario hasta homogenizar los resultados.

En la tabla 1 se muestran los parámetros más importantes y las condiciones generales usadas para el depósito de las películas delgadas de SiC.

Para aplicar de las condiciones de depósito de las películas, es necesario que los instrumentos ya se encuentren calibrados, para controlar las tasas de flujo de masa, temperatura, y mantener una presión de 500 mtorr en la válvula de mariposa o papalote. Cabe señalar que si se pueden manipular todos los instrumentos pero debemos calibrarlos conforme a tablas y así obtener un mejor resultado. Por otro lado se tiene que estar revisando la fuente de radiofrecuencia para evitar que se apague el plasma, por el efecto de la potencia reflejada.

Temperatura indicada:	250°C
Potencia:	200 Watt
Presión:	500 mtorr
Flujo de metano (CH ₄)	10 sccm
Flujo de tetrafluoruro de silicio (SiF ₄)	10 sccm
Flujo de hidrogeno (H ₂)	10 sccm
Posición para el electrodo	Abajo
Posición para el calentador	Arriba

TABLA 1. Condiciones generales para el depósito de películas delgadas de SiC.

V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

53-A

V.1. Prueba y puesta en operación del sistema de vacío.

Una vez armado el sistema, se procedió a determinar si el estado de éste era el conveniente para su utilización en el depósito de películas delgadas. Para esto se revisaron los niveles de aceite de las bombas de vacío, y las conexiones eléctricas (fases) para que su funcionamiento (sentido de giro) fuera el correcto. Posteriormente se realizaron una serie de pruebas que se resumen en la tabla 2. Como se puede observar en esta tabla, durante las pruebas que se realizaron en el equipo se comenzó obteniendo un vacío burdo, y paulatinamente se fue mejorando el vacío, hasta lograr el alto vacío requerido para el depósito de películas en un ambiente libre de contaminantes.

Serie de pruebas número 1. La etapa inicial de prueba del sistema de vacío, consistió en bombear con la bomba mecánica de paletas rotatorias y la bomba Roots, tanto la cámara de vacío como las líneas de gas hasta la salida de los tanques. En esta etapa, se esperaba obtener, en el caso de que no hubiera fugas, una presión en la cámara de vacío, del orden de la presión última de la bomba Roots ($\sim 10^{-4}$ Torr), para después aislarla y observar la evolución de la presión dentro de ella durante un tiempo determinado. Sin embargo se encontró que después de un bombeo por un tiempo aproximado de 15 minutos, el máximo nivel de vacío obtenido fue de 1×10^{-1} Torr, y que la causa de esto eran varias fugas en diversas secciones y conexiones de las líneas de gas. Algunas de estas fugas fueron localizadas de manera inmediata debido a que por su tamaño producían el sonido o silbido característico del paso de aire por un pequeño orificio. Como acciones que se tomaron para eliminar las fugas detectadas en esta etapa se cambiaron algunas secciones de la tubería que ya había sido usada anteriormente en otro sistema. El motivo de esto es que en estas secciones se encontró porosidad y otras alteraciones tales como la disminución del espesor de las paredes de la tubería, generadas posiblemente por ataque químico o corrosión de los gases de reacción utilizados en el antiguo sistema.

TÉRMINO CON
FALTA DE ORIGEN

En **la serie de pruebas número 2**, se observó que el vacío mejoró en un orden de magnitud en comparación a la primera serie de pruebas. Debido a esto se procedió a realizar pruebas de fugas con acetona (*llamada prueba estándar*), lo cual permitió detectar fugas más pequeñas que las encontradas en la etapa anterior. Se observó que la mayoría de estas fugas se encontraban en los sellos de los dos tipos de conectores, swagelock y VCR, utilizados para unir las secciones de la tubería. En el caso de las fugas en los conectores swagelock, la mayoría de estas se corrigieron con un simple apriete de la tuerca correspondiente, y en otras fue necesario cambiar la férula. En el caso de las fugas en los conectores VCR se consideró recomendable la sustitución de todos los sellos metálicos por unos nuevos, ya que en su mayoría eran usados y se pensó que ese era un foco de fugas por el simple hecho de ser reutilizados.

En la siguiente **serie de pruebas número 3** además de bombear la cámara de vacío y las líneas de gas, se optó por realizar paralelamente un calentamiento de éstas. Para dicho calentamiento se utilizó una pistola de aire caliente, lanzando un flujo de aire caliente directamente sobre la superficie exterior de estos componentes. El objetivo del calentamiento fue hacer un degasamiento, es decir, activar el desprendimiento de las moléculas (provenientes del aire y humedad ambiental) que fueron adheridas a las paredes interiores de la cámara de vacío y de la tubería durante el tiempo de armado del sistema. A pesar de que con este calentamiento se logró mejorar en un orden de magnitud el nivel de vacío alcanzado en el interior de la cámara de reacción, se observó que al aislarla del sistema de bombeo se perdía rápidamente el vacío. De esto, se concluyó que la causa del incremento de presión podía ser la existencia de otras fugas minúsculas que no pudieron ser detectadas con la prueba de acetona.

TR. CON
FALLA DE ORIGEN

PRUEBA	VACIO OBTENIDO (Torr)	TIEMPO DE BOMBEO (Minutos)	OBSERVACIONES	MODIFICACIONES
1ª SERIE DE PRUEBAS	$\sim 1 \times 10^{-1}$	15	Se detectaron fugas grandes mediante el sentido del oído.	se cambiaron algunos de los sellos y secciones de líneas usadas
2ª SERIE DE PRUEBAS	$\sim 1 \times 10^{-2}$	20	Se detectaron fugas con la prueba de acetona en las conexiones de la tubería de gas.	Apriete y cambio de sellos y férulas de las conexiones con fugas.
3ª SERIE DE PRUEBAS	$\sim 1 \times 10^{-3}$	20	Al calentar la cámara y las líneas con una pistola de aire caliente se observó una mejora en el vacío producido.	ninguna
4ª SERIE DE PRUEBAS	$\sim 1 \times 10^{-4}$	25	Se efectuaron pruebas con acetona y no se detectaron fugas. Al efectuar pruebas con el detector de helio en la cámara de vacío, se encontraron pequeñas fugas.	Se aplicó grasa para vacío en los arosellos de elastómeros donde se detectaron fugas con helio. Se cambió una mirilla donde había fuga.
5ª SERIE DE PRUEBAS	$\sim 1 \times 10^{-5}$	50	Se efectuaron pruebas en las conexiones de gas con el detector de helio y se encontraron fugas.	Se efectuó un reapriete de las conexiones swagelock y vcr de la tubería de gas.
6ª SERIE DE PRUEBAS	$\sim 1 \times 10^{-6}$	60	Al aislar la cámara de reacción y las líneas de vacío con un alto vacío en su interior y registrar la presión en su interior, se observó un aumento de ésta, pero no llegó a tener un valor igual al de la presión atmosférica. Con esto se demostró la ausencia de fugas.	Se hizo la primer limpieza in situ de la cámara de reacción con un plasma de argón.
7ª SERIE DE PRUEBAS	$\sim 1 \times 10^{-6}$	80	Al bombear por un tiempo prolongado no se observó una mejora significativa en el nivel de vacío último alcanzado. Sin embargo, se observó que en los siguientes procesos de evacuación de la cámara se alcanzaba la presión última en un tiempo menor.	Ninguna. Se prepararon substratos efectúan los primeros depósitos de películas delgadas
8ª SERIE DE PRUEBAS	$\sim 6 \times 10^{-7}$	45	Se depositó la primer película de carburo de silicio. Se observó que sí hubo depósito y que mejoró el vacío dentro de la cámara de reacción después del este primer depósito.	Se limpió con acetona y gasa el interior de la cámara de vacío para remover la capa depositada en las paredes e iniciar el depósito sistemático de películas delgadas

Tabla 2. Resultados obtenidos en las pruebas con vacío en el sistema PECVD.

SEIS CON
FALLA DE ORIGEN

Serie de pruebas número 4. Para comprobar lo concluido en la etapa anterior se aplicó nuevamente la prueba estándar de fugas con acetona. Se observó que efectivamente ya no era notorio la introducción de la acetona en las fugas, por ser demasiado pequeñas. Para la detección de las fugas pequeñas se recurrió a la utilización de un sistema de detección de helio. Este equipo está dotado de un sistema propio de alto vacío basado en una bomba difusora y un espectrómetro de masas calibrado para detectar helio que activa un zumbador cuando la presión parcial de helio está por encima de un valor umbral. El funcionamiento de este equipo para la detección de fugas es el siguiente. Se bombea la cámara de vacío y/o las líneas de gas con el sistema de bombeo propio del detector, hasta que éste marca un vacío a la entrada del espectrómetro de masas, lo suficientemente alto como para que la presión parcial de helio sea por debajo del valor umbral. Una vez que se logra esto, se dispara mediante una pistola con una boquilla muy fina, un flujo de helio gas sobre cada una de las conexiones donde se supone que hay fuga, y se espera un lapso de tiempo suficiente (alrededor de un minuto) para que en caso de que el helio pase por la fuga, éste recorra todo el sistema o sección del sistema hasta llegar al espectrómetro de masas que activa el zumbador si el flujo de helio fue por encima del umbral. Debido a que el helio es el átomo más pequeño, después del hidrógeno (que no se usa para estos fines por ser flamable) permite detectar fugas extremadamente pequeñas (microscópicas).

Las primeras pruebas de fugas con el detector de helio, se realizaron en la cámara de reacción, fundamentalmente en los sellos de las bridas y ventanas, y se encontraron algunas fugas en los arosellos de las bridas, y entre la unión metálica y el vidrio de una ventana o mirilla. Las fugas encontradas se corrigieron mediante la aplicación de grasa para vacío aprobada por la AVS, entre las secciones de las tapas y/o alojamientos para arosellos de la cámara de reacción. En el caso de la mirilla fue necesario sustituirla temporalmente por una brida ciega. Una vez realizada la corrección de fugas en la cámara de vacío, se bombeó ésta con el

sistema de bombeo turbomolecular y se logró reducir la presión en otro orden de magnitud ($\sim 10^{-4}$ Torr).

En **la serie de pruebas número 5** se extendió la detección de fugas con helio a cada una de las conexiones de las líneas de gas, comenzando desde las más cercanas al sistema de detección de helio hasta las más alejadas. Cabe señalar que para realizar adecuadamente esta prueba fue necesario aumentar el tiempo de espera para la detección del helio conforme se alejaba la zona analizada del sistema de detección. Se procedió al reapriete de todas aquellas conexiones en donde se detectaron fugas con el detector de helio. Después de esto se bombearon con la bomba turbomolecular las líneas a través de la cámara de vacío y se logró obtener una presión de $\sim 10^{-5}$ Torr.

Serie de pruebas número 6. En esta etapa se procedió a aislar la cámara y las líneas de gas con un nivel de vacío $\sim 10^{-5}$ Torr, y se dejaron en esta condición durante un día. Al día siguiente se registró la presión en la cámara de vacío y se encontró que ésta aumentó pero no alcanzó a igualarse con la presión atmosférica, sino que se estabilizó en un valor alrededor de 10^{-1} Torr. Este resultado permitió concluir que las fugas, incluyendo las de nivel microscópico habían sido eliminadas, lo cual se consideró un gran logro y un aliciente que nos indicó que las condiciones del sistema se encontraban ya muy cerca de las requeridas para el depósito de películas delgadas libres de agentes o contaminantes externos.

Debido al éxito obtenido con las pruebas anteriores, se decidió someter por primera vez al equipo a un plasma de 20 watts de gas argón, con el objetivo de limpiar las paredes interiores de la cámara. Cabe señalar que este plasma aplicado con el sistema de bombeo funcionando a la par, promueve la remoción de las moléculas que pudieran encontrarse adheridas al interior de las paredes de la cámara debido al impacto de los iones energéticos de Argón. Este plasma de limpieza, aunado al asentamiento de las bombas de vacío y al trabajo constante

de los instrumentos de medición, ayudo bastante ya que se logró mejorar los niveles de vacío hasta alcanzar una presión última de $\sim 1 \times 10^{-6}$ Torr.

Serie de pruebas número 7. Una vez alcanzados los niveles de vacío mencionados anteriormente, pretendimos mejorarlo mediante el bombeo de la cámara con la bomba turbomolecular durante un tiempo prolongado (80 min). Sin embargo, no se logró reducir la presión significativamente ya que nunca logramos obtener un valor menor que 1×10^{-6} Torr. Lo que sí se logró fue un efecto de reducción del tiempo para alcanzar el nivel de vacío de $\sim 1 \times 10^{-6}$ Torr. Específicamente, anteriormente se lograba este nivel de vacío en 60 minutos, y ahora se conseguía en 45 minutos.

Serie de pruebas número 8. Con el propósito de checar el buen funcionamiento del sistema PECVD en su conjunto, incluyendo el calentador y controlador de temperatura, controladores de flujo de gas, el indicador de la potencia del plasma etc., se procedió a hacer el primer depósito de una película de carburo de silicio SiC a partir de una mezcla de $\text{SiF}_4/\text{CH}_4/\text{H}_2$. Para observar el resultado del proceso de depósito se introdujo en la cámara de reacción un sustrato de silicio monocristalino, el cual se calentó a una temperatura de 250°C . Se observó el buen funcionamiento de todo el equipo. Al evacuar con la bomba turbomolecular la cámara de reacción después del proceso de depósito, durante el tiempo de enfriamiento del sustrato (~ 30 min) se observó una mejora en el vacío alcanzado ($\sim 6 \times 10^{-7}$ Torr). Por la coloración que adquirió el sustrato se dedujo que bajo las condiciones utilizadas se había logrado depositar la primer capa delgada. La presencia de la película depositada sobre el sustrato se demostró al analizar la superficie del sustrato con el elipsómetro. Sin embargo el primer resultado no fue satisfactorio ya que el índice de refracción que se obtuvo fue mucho más bajo que el esperado para una película de carburo de silicio.

Debido a lo anterior se procedió a modificar las condiciones de depósito y a hacer un estudio sistemático de las propiedades de las películas depositadas en función de las condiciones de preparación, el cual se describe en la siguiente sección.

TRABAJOS CON
FALLA DE ORIGEN

V.2. Depósito de películas de carburo de silicio.

La prueba decisiva para mostrar el buen funcionamiento de sistema PECVD fue su utilización para el depósito de películas delgadas de carburo de silicio. Las condiciones utilizadas para este propósito fueron las descritas en la última sección del capítulo anterior (tabla 1). Estas condiciones fueron escogidas con base en las condiciones utilizadas y reportadas en la literatura para el depósito de este tipo de películas en sistemas de depósito similares. La tabla 3, muestra las condiciones utilizadas en la etapa inicial de los depósitos, así como los resultados preliminares obtenidos, en lo que se refiere a; el índice de refracción (n), espesor (d), y tasa de depósito (R_d) de las películas, determinados por elipsometría, e información cualitativa sobre su composición, obtenida del análisis por espectroscopia infrarroja (IR) de los enlaces presentes en la película. Los parámetros de depósito utilizados se denotan en esta tabla de la siguiente manera: flujo de gas X ($F(x)$), temperatura de sustrato (T_s), potencia de la radiofrecuencia (W_{RF}) y el tiempo de depósito (t_d). Cabe señalar que la presión de depósito (P) fue la misma en todos los depósitos, con un valor, $P=500$ mTorr. La columna que dice electrodo indica si el sustrato se colocó en el electrodo aterrizado (tierra), o el electrodo energizado con la señal de radiofrecuencia (vivo).

Como muestra la tabla 3, la película denotada como muestra SiC₁, que fue depositada a muy baja potencia (20watts) y sin suministrar hidrógeno, sobre un sustrato colocado en el electrodo aterrizado, resultó ser más bien una película de SiO₂, ya que en los espectros de infrarrojo de esta muestra se observaron enlaces Si-O, y su índice de refracción fue $n=1.46$, que corresponde al valor del SiO₂. Además de esto, se encontró que esta película se depositó con una tasa de depósito muy baja. Cabe señalar que el índice de refracción esperado para las películas de carburo de silicio era en el rango de 1.9 – 2.5 (región de valores reportados en la literatura).

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

MUESTRA	SUSTRATO	ELECTRODO	F(CH ₄) (sccm)	F(SiF ₄) (sccm)	F(H ₂) (sccm)	W _{RF} (Watts)	T _s (°C)	t _d (min)	d (Å)	n	R _d (Å/min)	IR
SIC1	Silicio	Tierra	20	10	0	20	250	30		1.461		Si-O
SIC2	Silicio	Tierra	20	10	20	60	250	20	422	1.426	21.1	Si-O Si-F
SIC3	Silicio	Tierra	20	10	20	60	250	40	717	1.427	17.9	Si-O Si-F

SIC4	Silicio	Tierra	40	10	20	60	250	40	551	1.438	13.8	Si-O Si-F

SIC22hpi		Tierra	10	10	20	200	250	20				Si-O Si-F

SIC19hp		Vivo	10	10	20	200	250(150)	15	12463	1.949	830	Si-O Si-C Si-F
SIC26hp		Vivo	10	5	20	200	250(150)	1	840	2.027	840	Si-O Si-C Si-F
SIC28hp		Vivo	10	5	20	200	250(150)	1.15	961	2.004	835	Si-O Si-C Si-F

TABLA 3. Resultados de las películas depositadas en el sistema PECVD, donde
 F = flujo de gas, W = potencia de la radio frecuencia, T_s = temperatura de
 de sustrato, t_d = tiempo de deposito, d = espesor, n = índice de refracción,
 R_d = tasa de deposito, IR = infrarrojo.

Ante este resultado, se planteó de manera hipotética las diversas razones para explicar la presencia de enlaces Si-O en dicha película y la ausencia de enlaces Si-C. Las posibles razones de la ausencia de enlaces Si-C fueron las siguientes:

- a) a bajas potencias de plasma no se disocian las moléculas de metano (CH_4),
- b) si se disocia el CH_4 , pero los radicales de carbón (CH_x , $x < 4$) generados en el plasma no reaccionan con el SiF_4 porque éste no se disocia o se disocia muy poco.

Las posibles razones de la presencia de enlaces Si-O en la película fueron:

- a) Los pocos radicales de SiF_x que se forman reaccionan *in situ* con el oxígeno presente en la cámara, proveniente de las paredes del interior de la cámara (O_2 , o bien H_2O), o fugas en la cámara de reacción o en las líneas del sistema de alimentación de gases, y b) se forma una película de silicio con un alto contenido de flúor, que consecuentemente es muy hidrofílica (absorbe humedad) y por lo tanto al extraerla de la cámara de depósito y exponerla a la humedad del medio ambiente se oxida rápidamente.

Con el propósito de aumentar de disociación de las moléculas de CH_4 y/o de SiF_4 y al mismo tiempo extraer flúor de la cámara de reacción para evitar la incorporación del flúor en las películas, se decidió aumentar la potencia de la radiofrecuencia e introducir un flujo de hidrógeno. Estos cambios fueron propuestos bajo la premisa de que al aumentar la potencia del plasma, aumenta la energía de los electrones y por lo tanto su capacidad para disociar los gases y también bajo el supuesto de que el hidrógeno va a capturar y extraer flúor del proceso mediante la formación de HF volátil. Como se ve en la tabla 3, las siguientes películas, SiC_2 y SiC_3 se depositaron bajo las nuevas condiciones propuestas, usando una potencia de 60 watts, una tasa de flujo de hidrógeno de 20 sccm, y dejando las mismas tasas de flujo para los otros gases y la misma temperatura de sustrato de 250°C , teniendo como única variación entre ellas, el tiempo de depósito. Del análisis de éstas muestras se observó que al aumentar la potencia del plasma se aumentó la tasa de depósito. Por otro lado, el hecho de

que al duplicar el tiempo de depósito de 20 minutos a 40 minutos el espesor de la película aumentó de 422, a 717 Å, es decir, hubo un aumento lineal en el espesor, fue indicativo de que la tasa de depósito o crecimiento de las películas es constante. Sin embargo, no hubo un cambio apreciable en el índice de refracción, ni en la composición de las películas, ya que se volvieron a observar enlaces Si-O, en lugar de los enlaces Si-C esperados. La siguiente muestra, SiC₂, fue depositada bajo las mismas condiciones que las anteriores, con excepción del flujo de CH₄, que fue duplicado con el propósito de que se incorporara el carbón en dicha película. Sin embargo, tampoco se observaron cambios apreciables en las propiedades de esta película respecto a las de las anteriores. Dados los resultados anteriores, y la información posterior que se obtuvo sobre las energías de enlaces de Si-F y Si-C, se determinó que la molécula de CH₄ era más fácil de disociar que la de SiF₄, y que por lo tanto la falta de enlaces Si-C en las películas, no depende de manera importante del flujo de CH₄, sino más bien había que suministrar más potencia al plasma.

De acuerdo con las consideraciones anteriores se hicieron más depósitos aumentando la potencia del plasma, sin embargo no se observó la incorporación de enlaces Si-C, aún para la muestra en la cual se aumentó más drásticamente la potencia del plasma (hasta 200 watts).

De los resultados anteriores se concluyó que ninguna de las variables estudiadas era lo suficientemente importante para lograr una incorporación apreciable de enlaces Si-C. Debido a esto se procedió a hacer cambios en otros aspectos que también influyen en las propiedades de las películas depositadas por PECVD, tal como la ubicación del sustrato. Como se sabe del análisis del proceso PECVD, las películas depositadas bajo las mismas condiciones, pero sobre sustratos que se fijan en el electrodo aterrizado, tienen propiedades diferentes de aquellas que se fijan al electrodo vivo, debido a que el bombardeo iónico y electrónico es diferente. Normalmente, debido a la alta movilidad de los electrones, el electrodo vivo se polariza más negativamente que el electrodo aterrizado, y por lo tanto el bombardeo de iones positivos es mayor en el primero que en el segundo. Bajo

esta premisa el siguiente cambio que se hizo fue colocar el sustrato en el electrodo vivo. Como se observa en la tabla 3, las muestras depositadas a altas potencias (200 watts) bajo estas condiciones resultaron con una cantidad considerable de enlaces Si-C y con un índice de refracción alrededor de 2.0, dependiendo ligeramente del flujo de SiF_4 . Cabe señalar que estas películas tuvieron una tasa de depósito mucho mayor (40 veces mayor) que la tasa de depósito de las muestras depositadas sobre el electrodo aterrizado.

Hasta el momento, no es del todo claro el motivo por el cual todavía hubo incorporación de oxígeno en estas películas. Sin embargo, la admisión de un flujo no deseado de oxígeno proveniente del aire ambiental hacia la cámara de reacción durante el depósito, a través de algún orificio, o fuga en algún sello, se descarta como causa posible, ya que se realizaron de manera insistente chequeos del vacío y pruebas de detección de fugas, con las cuales se demostró la ausencia de este tipo de fallas. Con base en los principios que rigen el comportamiento de un sistema de vacío, consideramos que una causa más probable es que el oxígeno incorporado en las películas provenga de las paredes interiores de la cámara de reacción. Dado que para la introducción de muestras en el sistema que se armó, cada vez que se introduce un sustrato a la cámara de reacción para realizar un depósito, y cuando se extrae la película depositada, es necesario abrirla y exponerla a la atmósfera ambiente, una porción del oxígeno del aire y de humedad (vapor de agua) es adsorbida en sus paredes internas. Tomando en cuenta que el tiempo de formación de una monocapa de gas adsorbido en una superficie es inversamente proporcional a la presión del gas en contacto con ella, a presión atmosférica este tiempo es extremadamente corto ($< 10^{-6}$ seg), de manera que aun cuando se abra la cámara durante unos cuantos segundos, en ese tiempo se pueden adsorber una capa oxígeno y/o humedad de espesor considerable. Otra posible causa, que sale de la competencia de este trabajo, es que las películas tal y como son depositadas no contengan oxígeno, sino que lo adsorban y se oxiden al extraerlas de la cámara de reacción debido a que tienen un alto contenido de flúor.

VI. CONCLUSIONES.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

64-A

VI. CONCLUSIONES:

- En lo que se refiere a los objetivos propuestos para este trabajo, se puede concluir que se alcanzaron prácticamente en su totalidad, ya que dentro de las limitaciones económicas, de espacio, y de distribución de servicios, se logró el armado completo de un sistema de Depósito de Vapores Químicos Asistido por Plasma, que cumple con los requerimientos de seguridad y funcionalidad suficientes para ser utilizado en el depósito de películas delgadas.
- Del trabajo desarrollado para la instalación del equipo en su conjunto, y particularmente durante la puesta en operación y prueba del sistema de vacío y de alimentación de gas, se puede concluir que para su funcionamiento óptimo es de suma importancia la instalación correcta de las juntas y sellos para unir las distintas componentes metálicas, y que para garantizar esto es necesario hacer un chequeo minucioso, sistemático y fino de cada una de las uniones mediante la técnica de prueba de fugas con detección de helio. De manera implícita, con las actividades realizadas durante esta etapa se logró adquirir la experiencia práctica necesaria y suficiente para la aplicación de la técnica de detección de helio, así como para el buen manejo y operación del sistema en su totalidad. En esta etapa también se confirmó un hecho que es conocido en la tecnología del vacío, que consiste en que las bombas se asientan y mejoran su funcionamiento conforme aumenta su tiempo de uso, y que la cantidad de gas adsorbido en el interior de las paredes de la cámara de vacío, se reduce con el tiempo de bombeo, ya que después de un cierto tiempo de uso se logró mejorar cada vez más los niveles de vacío hasta alcanzar el nivel requerido para el depósito de películas con un buen control de su composición.
- Se demostró el buen funcionamiento del sistema de PECVD mediante la realización de depósitos de películas delgadas bajo las diferentes condiciones de trabajo que afectan de manera más significativa las propiedades de las

películas, tales como la temperatura del sustrato, los flujos de gases, la presión total, y la potencia del plasma. A este respecto, se encontró que para el tipo de películas que se depositaron; carburo de silicio, a partir de mezclas de SiF_4 , H_2 , y CH_4 , uno de los parámetros que influyó de manera más sobresaliente fue la potencia del plasma. Se encontró que el uso de bajas potencias (< 200 Watts) no es suficiente para descomponer de manera eficiente las moléculas de los gases precursores y obtener en un tiempo razonable (algunos minutos) películas suficientemente gruesas como para poder ser analizadas fácilmente con el equipo de caracterización disponible. Por otro lado, se encontró que aún para estas potencias, las películas depositadas sobre sustratos colocados en el electrodo aterrizado (que es la configuración más común) no cumplían con nuestras expectativas, ya que su composición y propiedades resultaron ser más cercanas a las del óxido de silicio que las del carburo de silicio. Este problema fue resuelto parcialmente, al colocar el sustrato en el electrodo vivo, ya que con esta modificación se lograron obtener películas de carburo de silicio con un bajo contenido de oxígeno y sin hidrógeno. Así, se puede concluir que se logró casi en un 100% el objetivo propuesto de obtener de manera reproducible, y en tiempos razonablemente cortos películas delgadas de carburo de silicio libres de hidrógeno.

- Finalmente, del trabajo realizado se puede también concluir que una limitante del sistema PECVD armado, que podría ser el origen del problema de la incorporación de oxígeno en las películas de carburo de silicio, es que no cuenta con una cámara de introducción de muestras. Sin embargo, se debe señalar que esta limitante fue por razones económicas más que de diseño, ya que de hecho el sistema está diseñado y armado de la manera adecuada para que posteriormente se le pueda acoplar dicha cámara de introducción de muestras.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

VII. BIBLIOGRAFÍA.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

66-A

VII. BIBLIOGRAFÍA.

1. Avallone, Eugene; Baumeister III, Theodore, "*Marks' Stándar Handbook for Mechanical Engineers*", ed. Mc. Graw Hill, International Editions, 1987, capítulo 6, páginas 172-176, capítulo 14, páginas 43-45, capítulo 16, páginas 8-10.
2. Bruno, Giovanni; Capezzuto, Pio; Madan, Arun, "*Plasma Deposition of Amorphous Silicon-Based Materials*", ed. Academic Press, 1995, páginas 140-156.
3. Chapman, Brian, "*Glow Discharge Processes*", ed. John Wiley and Sons, 1980, páginas, 1-21, 46, 77-82, 139-146, 297-299, 306-307.
4. J. Lesker, Kurt, "*Manual Vacuum Products*", ed. Lesker Company, 1996, páginas, 2-1,2-2,2-3,2-4, 24-1,24-2,24-3,24-4,24-5,24-6,24-7,24-8,24-9.
5. Pichardo, Pedrero Ernesto, "*Películas Delgadas de SiO₂ Impurificadas con Flúor Depositadas por Plasma para Aplicaciones en Microelectrónica*", ed. UNAM, Tesis de Maestría, 2001, capítulo 1, 2 y 3.
6. R. Askeland, Donald, "*La ciencia e Ingeniería de los Materiales*", Grupo Editorial Iberoamericana, 1990, pags, 342-352.
7. Roth, A, "*Vacuum Technology*", ed. North-Holland, 1982, páginas, 1-10, 33-44, 62-88, 109-114, 200-220, 280-289, 304-309, 321-322, 340-370, 395-428.
8. Tompkins, Harland G., "*Pump Used in Vacuum Technology*" ed. American Vacuum Society, 1991, todo.
9. Tompkins, Harland G. "*The Fundamentals of Vacuum Technology*", ed. American Vacuum Society, 1991, todo.

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

10. Li Gou*, Changsong Qi, Junguo Ran, Changqiong Zheng, "*SiC Film Deposition By Magnetron Sputtering*", Elsevier, 1999, capítulo 1.
11. D.S. Kim, Y. H. Lee, "*Enhanced Plasma Etching System for High Rate Anisotropic Etching of Silicon Carbide Wafers. Annealing Effect on a-SiC:H and a-SiC:H(F) Thin Films Deposited by PECVD at Room Temperature*", Elsevier, 1995, capítulo 1.

Páginas web consultadas.

Http://genesis.gsfc.nasa.gov/nnotes.htm.	septiembre del 2002.
Http://www.oxfordplasma.de/techols/dp.htm.	enero del 2003.
Http://www.oxfordplasma.de/technol/dp-fm.htm	enero del 2003.
Http://calima.univalle.edu.co/~cyted/resu4.htm/	marzo del 2003.
Http://www.cvd.com/products2.htm/	marzo del 2003.
Http://www.cvdequipment.com/cvd.s.htm.	marzo del 2003.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN