



CCADET

CENTRO DE CIENCIAS APLICADAS Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

Proceso para la obtención de vacío del sistema de erosión catódica

Alejandro Esparza García

Martín Briseño García

Agosto 2013

Proyecto interno

Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico

Proceso para la obtención de vacío del sistema de erosión catódica

Alejandro Esparza García, Martín Briseño García

Resumen

En este manual se presenta una breve descripción del equipo de erosión catódica utilizado para el depósito de películas delgadas, el cual se encuentra ubicado en el laboratorio P-118 del edificio principal del CCADET, y que pertenece al grupo de Fotofísica y Películas Delgadas; además se señala el procedimiento mediante el cual se lleva a cabo la obtención de vacío. La importancia de este equipo yace en su capacidad de satisfacer en buena medida las necesidades – en cuanto a síntesis de películas delgadas se refiere- de diferentes laboratorios, no solo del CCADET, sino de otras dependencias e instituciones externas. Como ya se mencionó inicialmente, se presenta una descripción del sistema con el objetivo de que el lector se familiarice con los elementos que componen el sistema de erosión catódica. En seguida se muestra también, el procedimiento para la obtención de vacío con el fin de lograr las condiciones requeridas para llevar a cabo el proceso de erosión catódica. Finalmente se presenta el procedimiento de apagado.

Índice

Glosario de Términos.....	3
1 Capítulo I. Fundamentos básicos.....	4
1.1 Liberación de gas de los sólidos.....	4
1.1.1 Vaporización.....	5
1.1.2 Desorción térmica.....	5
1.1.3 Difusión.....	5
1.1.4 Permeación.....	5
1.1.5 Reflujo.....	5
1.1.6 Fugas.....	5
1.2 Descripción del sistema.....	5
2 Capítulo 2. Descripción del sistema de erosión catódica.....	5
3 Capítulo 3. Procedimiento para la obtención de vacío.....	6
3.1 Antes de encender.....	6
3.2 Encendido.....	7
3.2.1 Caso I.....	7
3.2.2 Caso II.....	11
3.2.3 Caso III.....	12
3.2.4 Caso IV.....	12
Anexo.....	14
Agradecimientos.....	15

Glosario de Términos

<i>Símbolo (orden alfabético)</i>	<i>Significado</i>
<i>Degasificación</i>	<i>Liberación de gas de las paredes o componentes de un sistema de vacío.</i>
<i>Depósito Epitaxial</i>	<i>Se refiere al depósito de una capa superficial sobre un sustrato cristalino, donde la capa depositada tiene la misma estructura cristalina que el sustrato.</i>
<i>Plasma</i>	<i>Estado fluido similar al estado gaseoso, pero el cual cuenta con un determinado número de partículas cargadas eléctricamente.</i>

1 Fundamentos básicos

Introducción

El vacío es un espacio que ha sido evacuado de aire o de algún gas. A presión atmosférica las superficies son constantemente bombardeadas por moléculas; estas moléculas pueden tanto rebotar en la superficie, adherirse a la superficie o quizás sufrir una reacción química con la superficie. La cantidad de gas que requiere ser removido depende de la aplicación que vaya a llevarse a cabo. Podemos dividir la escala de presión en varios rangos para relacionarlos con diferentes fenómenos y procesos. El crecimiento epitaxial de películas semiconductoras y el ataque por láser de metales se lleva a cabo en un rango de vacío bajo. El proceso de depósito por erosión catódica, el ataque por plasma, el depósito químico en fase vapor se llevan a cabo en el rango de vacío medio.

En el anexo A, se muestra un diagrama donde se presentan los principales elementos que componen el sistema de erosión catódica. Debido a que éste manual está dirigido específicamente al proceso para la obtención de vacío, nos enfocaremos principalmente en señalar y describir aquellos elementos que componen el sistema de vacío, ya que posteriormente y en otro reporte se abordará las características de los elementos eléctricos que permiten llevar a cabo el proceso de erosión catódica.

1.1 Liberación de gas de los sólidos

Un sistema de vacío es una combinación de bombas, válvulas y tubos, que crean una región de presión baja y debido a que el aire se encuentra prácticamente en todos los sistemas, este es el gas que mayormente es evacuado, y está constituido al menos por una docena de elementos.

El aire o gas existente en algún volumen se absorbe en las superficies de las paredes sólidas de la cámara e incluso se disuelve en ellas. Por esta razón la evacuación de un volumen de gas se lleva a cabo de forma lenta.

La liberación de gas de las paredes, conocida como degasificación, es resultado de varios procesos. En la figura 1 se pueden ver todas las posibles fuentes de gas, además del que se localiza en el volumen de la cámara. Los gases y los vapores liberados de la superficie son resultado de la vaporización, desorción térmica, difusión, filtración y desorción estimulada. En seguida se describen los de mayor relevancia.



Figura 1. Fuentes potenciales de gases y vapores en el sistema de vacío.

1.1.1 Vaporización

Debido a que el vapor es un gas que se encuentra cercano a su temperatura de condensación, podemos definir la vaporización como la transformación de moléculas estimuladas térmicamente a fase vapor.

1.1.2 Desorción térmica

Comencemos por definir la diferencia que existe entre la absorción y la adsorción. Mientras que la absorción es el proceso en el cual un fluido es disuelto por un líquido o un sólido (absorbente), la adsorción es el proceso en el cual los átomos, iones o moléculas de una sustancia (llámese líquido, gas o algún disolvente) se adhieren a la superficie de un adsorbente.

La desorción térmica es la liberación estimulada por calor de gases o vapores previamente adsorbidos en la superficie interna de las paredes del sistema, los cuales pudieron haberse adsorbido mientras la cámara fue expuesta a la atmósfera, por lo que son lentamente liberados conforme la bomba remueve el gas de la cámara.

1.1.3 Difusión

La difusión es el transporte de un material a través de otro. La difusión de gas al interior de las paredes del sistema de vacío seguido por la desorción hacia el interior de la cámara contribuye a la degasificación del sistema.

1.1.4 Permeación

La permeación es un proceso de tres pasos. Primero el gas se adsorbe en la superficie exterior de la pared de la cámara de vacío, luego se difunde por la pared, y finalmente se desorbe de la superficie interior de la cámara.

1.1.5 Reflujo

Se define como el transporte de fluido del sistema de bombeo o de moléculas de éste hacia la cámara.

1.1.6 Fugas

Las fugas reales se presentan por un deficiente sellado en las uniones de las diferentes piezas que componen la cámara, mientras que las fugas internas son aquellas producidas por los volúmenes adicionales que están unidos mediante una pequeña conexión en la cámara principal.

2 Descripción del sistema de erosión catódica

En el apéndice A, se muestra un diagrama donde se representan los principales elementos que componen el sistema de erosión catódica. Debido a que éste manual está dirigido específicamente al proceso para la obtención de vacío, nos enfocaremos principalmente en señalar y describir aquellos elementos que componen el sistema de vacío, ya que posteriormente y en otro reporte se abordará las características de los elementos que permiten llevar a cabo el proceso de erosión catódica.

Un sistema de vacío está constituido por la conjunción de varios elementos tales como metales, vidrios, cerámicos, algunos hules y plásticos. Estos materiales deben caracterizarse por tener una resistencia mecánica suficientemente alta para soportar altas presiones, además de ser lo suficientemente impermeables a los gases y tener presiones de vaporización bajas. Estos materiales constituyen los diferentes componentes del sistema y tienen formas diversas con el fin de dar la posibilidad de cambiar partes o de abrir y cerrar la cámara. Los componentes del sistema son unidos usando sellos de diferentes materiales, los cuales deben prevenir la generación de fugas a través de dichas uniones. Este sellado puede llevarse a cabo a través de uniones permanentes (soldadura) y de empaques metálicos o de hule

(o-rings)*, siendo éstos últimos los que requieren revisiones más frecuentes debido a que al estar constituidos de hule o plástico, presentan mayor afectación a la exposición de altas presiones y cambios de temperatura. De ahí la importancia de su buen estado para la prevención de fugas.

Otro material a considerar por su importancia en la efectividad del proceso de vacío es la grasa de silicón especial para vacío, la cual es colocada en pequeñas cantidades alrededor del sello de hule. Incluso, podemos recomendar que si se tienen indicios de una fuga en el sistema, se empiece por revisar que los sellos de hule estén en buen estado (deformación o desgaste) y que tengan suficiente grasa de vacío.

Finalmente otro tipo de sellos utilizados en el sistema de vacío son anillos de cobre, los cuales se localizan en uniones que son removidas con menos frecuencia.

3 Procedimiento para la obtención de vacío

A continuación se presentan las diferentes formas de llevar a cabo la obtención de vacío, dependiendo de las condiciones iniciales del sistema. Es importante señalar que si el equipo no se ha puesto a funcionar por un intervalo considerable de tiempo (varios meses) o si el lector va a usar este equipo por primera vez, se recomienda leer con anterioridad todas y cada una de las secciones previas a éste capítulo. Elija el caso que describa su situación apoyándose en la figura 2 y proceda a llevar a cabo la obtención de vacío.

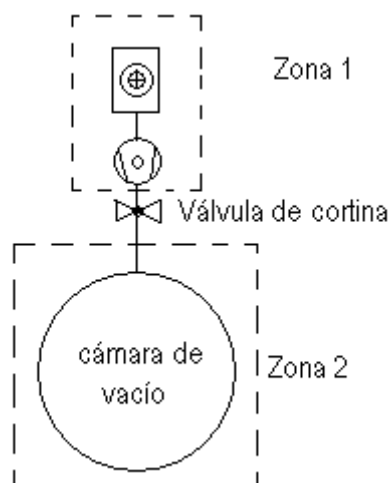


Figura 2. Zonas principales que componen el sistema de vacío separadas por la válvula de compuerta. La zona I consiste en el sistema de bombeo y la zona II en la cámara de vacío.

3.1 Antes de encender

Antes de llevar a cabo el encendido del sistema de vacío es necesario que se cuente con los siguientes elementos:

- 1) Aire comprimido ya sea de compresor o de tanque que permita la activación del mecanismo abrir/cerrar de la válvula de compuerta (figura 3). Siga la manguera naranja y verifique.

* Un o-ring es un toroide o anillo con forma de dona, moldeado de un elastómero o de un metal

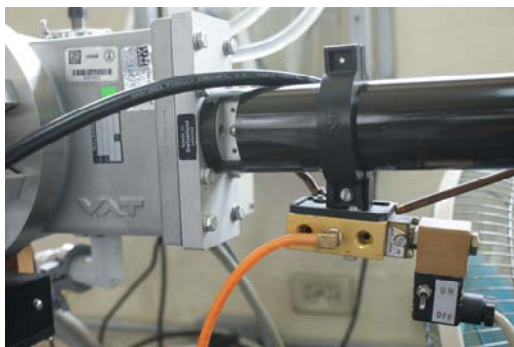


Figura 3. Entrada de aire comprimido a la válvula de compuerta a través de la manguera naranja.

- 2) Alimentación de 220VAC, que permita el funcionamiento del sistema de bombeo y la actuación de la válvula de compuerta.

3.2 Encendido

3.2.1 Caso I. (Sistema de Bombeo apagado, zona I y zona II en presión atmosférica)

- 1) Abra la válvula principal de entrada del aire comprimido o en su caso la válvula principal del tanque.



Figura 4. Válvulas principales de entrada de aire comprimido para suministro de presión de la válvula de compuerta.

- 2) Abra la válvula de paso del aire comprimido.



Figura 5. Válvula o llave de paso

- 3) Coloque el interruptor principal de alimentación 220VAC en la posición normal.

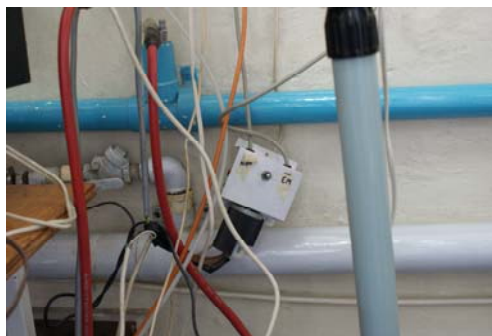


Figura 6. Selector de alimentación de 220VAC: i) alimentación normal, ii) alimentación de emergencia, iii) apagado o neutro en la posición central.

- 4) Abra la válvula de compuerta, para esto coloque el interruptor de la válvula en la posición ON.

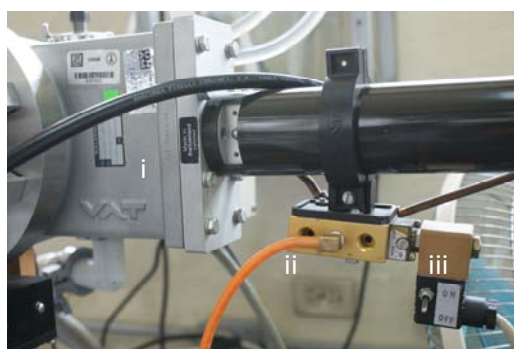


Figura 7. i) Válvula de compuerta ii) entrada de aire comprimido (manguera naranja) y iii) interruptor (esquina inferior derecha).

- 5) Encienda la fuente MKS 247C de los controladores de flujo.

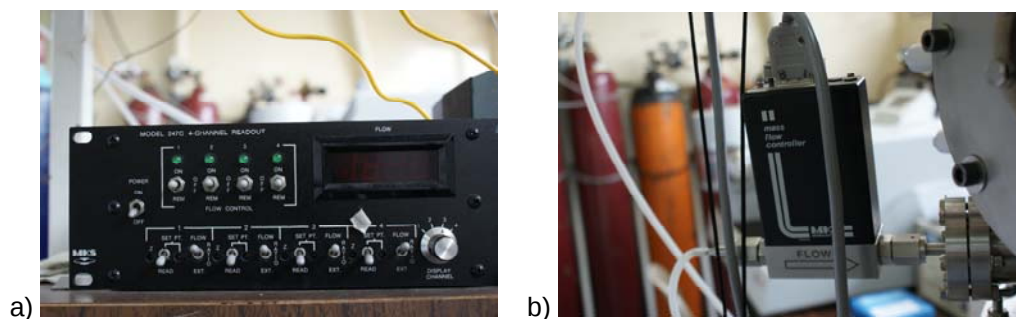


Figura 8. a) Fuente MKS 247C y b) Controlador de flujo.

- 6) Encienda el controlador de presión MKS600 (figura 9a). Este alimenta al medidor de presión (figura 9b) y a la válvula rotatoria (figura 9c). Verifique en la pantalla que la válvula rotatoria tenga una apertura de 50%. En caso de que no sea así, utilice los botones stop, open y close con la llave en posición local para corregirlo.



Figura 9. a) Controlador de presión MKS 651C, b) medidor de presión MKS Baratrón 122A y c) válvula rotatoria.

- 7) Verifique que las válvulas de venteo se encuentren cerradas.

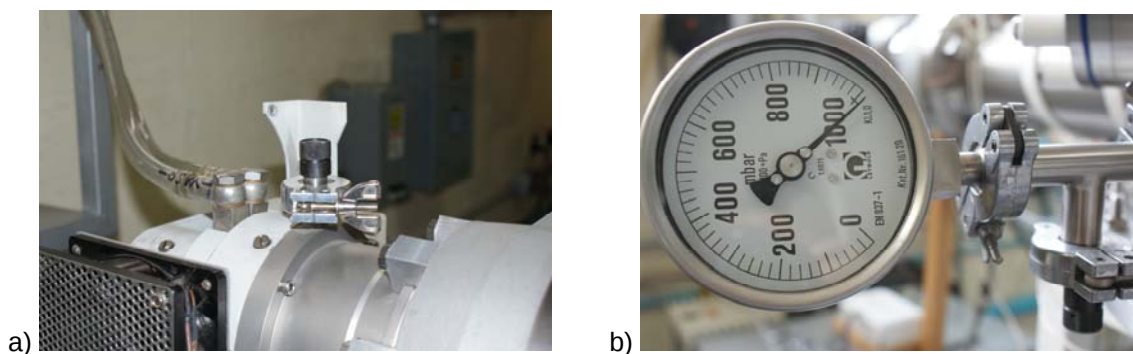


Figura 10. a) Válvula de venteo de la bomba turbomolecular, b) medidor de presión analógico y válvula de venteo de la cámara de vacío.

- 8) Oprima el botón de encendido ubicado en la unidad de control. Esto activará el sistema de bombeo.

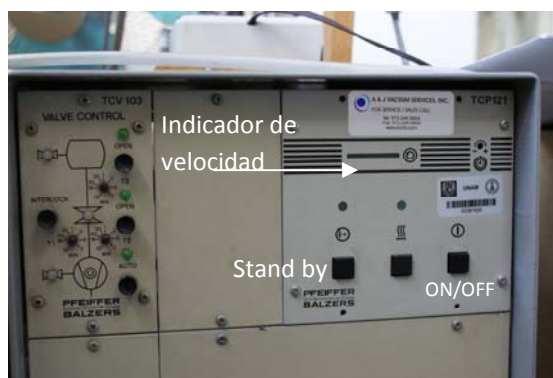


Figura 11. Unidad de control del sistema de bombeo.

- 9) Verifique en la unidad de control, el incremento en la velocidad de la turbo, la cual deberá alcanzar su máxima velocidad en un tiempo no mayor a 5 minutos. En caso contrario deberá verificar cuál o cuáles de las siguientes opciones describe su situación:

- i) La bomba mecánica está apagada o no está funcionando correctamente.

- ii) Puede ser que el botón de standby de la unidad de control se encuentre activado.
 - iii) Puede ser que la válvula de cortina no esté completamente abierta. Cheque que le llegue suficiente presión.
 - iv) Puede ser que la cámara presente fuga en alguna parte del sistema. Si la fuga es grande es probable que el aire al ingresar produzca ruido por lo que podrá ser de fácil localización. Si la fuga es pequeña deberá utilizarse un detector de fugas para ubicarla[†].
 - v) Si no es ninguna de las anteriores, entonces es muy probable que la bomba turbomolecular se encuentre averiada.
- 10) Encienda el ventilador del pedestal. Es muy recomendable enfriar externamente la bomba mecánica con el fin de no permitir su sobrecalentamiento.

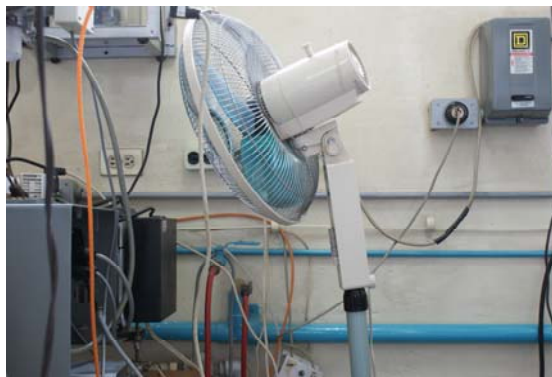


Figura 12. Ventilador de Pedestal. Es recomendable que la bomba mecánica se enfríe de alguna manera, con el fin de impedir su sobrecalentamiento.

- 11) Encienda el sistema de enfriamiento de la bomba turbomolecular, esto se puede llevar a cabo de tres diferentes maneras: mediante la utilización del ventilador que se encuentra integrado a la bomba, mediante circulación de agua, o ambos.

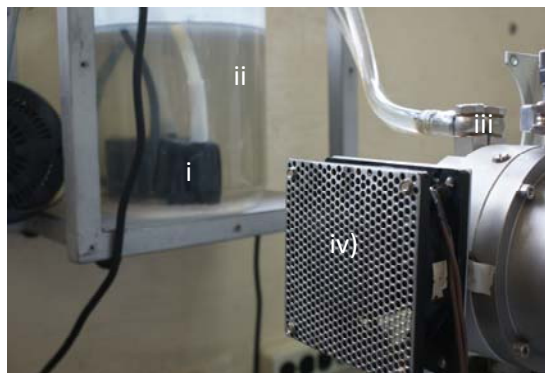


Figura 13. Sistema de enfriamiento de la bomba turbomolecular. i) bomba de agua sumergible, ii) recipiente de agua, iii) mangueras de entrada y salida para recirculación de agua, iv) ventilador.

[†] Se requiere de un tanque de helio y un detector de helio o un espectrómetro de masas.

- 12) Una vez que la bomba turbomolecular haya alcanzado su valor máximo de velocidad, se recomienda mantener el sistema funcionando por al menos 3 horas, con el fin de asegurar que los niveles de concentración de los gases residuales oxidantes dentro de la cámara sean lo suficientemente bajos (oxígeno y nitrógeno), de manera que afecten lo menos posible nuestro proceso.

3.2.2 Caso II. (Sistema de bombeo apagado, zona I en presión atmosférica, zona II en vacío, válvula rotatoria en OFF).

- 1) Cierre válvula de venteo de la bomba turbomolecular (figura 10).
- 2) Abra la válvula principal de entrada del aire comprimido (figura 4).
- 3) Abra la válvula de paso (figura 5).
- 4) Coloque el interruptor principal de alimentación 220VAC en la posición normal (figura 6).
- 5) Encienda la fuente MKS 247C de los controladores de flujo (figura 8).
- 6) Encienda el controlador de presión MKS 600 (figura 9a). Este alimenta al medidor de presión (figura 9b) y a la válvula rotatoria (figura 9c). Verifique en la pantalla que la válvula rotatoria tenga una apertura de 50%. En caso de que no sea así, utilice los botones stop, open y close con la llave en posición local para corregirlo.
- 7) Verifique que las válvulas de venteo se encuentren cerradas (figura 10).
- 8) Oprima el botón de encendido, ubicado en la unidad de control (figura 11), esto activará el sistema de bombeo.
- 9) Verifique en la unidad de control el incremento de la velocidad de la turbo, la cuál deberá alcanzar su máxima velocidad en un tiempo no mayor a 5 minutos. En caso contrario deberá verificar cuál o cuáles de las siguientes opciones es la que describe su situación:
 - i) La bomba mecánica está apagada o no está funcionando correctamente.
 - ii) Puede ser que el botón de standby de la unidad de control se encuentre activado.
 - iii) Puede ser que haya fuga en alguna parte del sistema. Si la fuga es grande, es probable que el aire al ingresar produzca ruido, por lo que podrá ser de fácil localización. Si la fuga es pequeña, deberá utilizarse un detector de fugas para localizarla.
 - iv) Si no es ninguna de las anteriores, entonces es muy probable que la bomba turbomolecular se encuentre averiada.
- 10) Una vez que el indicador de la velocidad de la bomba turbomolecular marque al menos 4 LEDs encendidos, abra la válvula de compuerta colocando el interruptor en la posición ON (figura 7).
- 11) Encienda el ventilador de pedestal. Es muy recomendable enfriar externamente la bomba mecánica con el fin de no permitir su sobrecalentamiento.
- 12) Encienda el sistema de enfriamiento de la bomba turbomolecular (figura 13), esto se puede llevar a cabo de tres maneras: mediante la utilización del ventilador que se encuentra integrado a la bomba, mediante la circulación de agua, o ambos.

- 13) Una vez que la bomba turbomolecular haya alcanzado su valor máximo de velocidad, se recomienda mantener el sistema funcionando por al menos 3 horas, con el fin de asegurar que los niveles de concentración de los gases residuales oxidantes dentro de la cámara sean lo suficientemente bajos (oxígeno y nitrógeno), de manera que afecten lo menos posible nuestro proceso.

3.2.3 Caso III. (Ingreso de muestras cuando el equipo se encuentra encendido). Apagado → ingreso de muestra → encendido.

- 1) Oprima el botón de stand by de la unidad de control para activarlo (figura 11).
- 2) Verifique en la pantalla del controlador de presión MKS 600 (figura 9), que la válvula rotatoria tenga una apertura de 50%. En caso de que no sea así, utilice los botones stop, open y close con la llave en posición local para corregirlo.
- 3) Cierre la válvula de compuerta colocando el interruptor en la posición OFF (figura 7).
- 4) Ayúdese de la figura 10b para localizar la válvula de venteo de la cámara de vacío, ábrala y permita el ingreso de aire hasta que el medidor de presión analógico marque que se ha alcanzado la presión atmosférica (1013 mBar). Este es el momento en que usted puede abrir la ventana 17 indicada en el diagrama del apéndice A, y realizar la operación deseada dentro de la cámara. Una vez que se ha concluido cierre la ventana.
- 5) Verifique que el indicador de la turbo marque solo 4 LEDs encendidos y apague el sistema de bombeo oprimiendo el botón de encendido de la unidad de control (figura 11), inmediatamente después abra lentamente la válvula de venteo de la bomba turbomolecular, hasta que cese el ingreso de aire (figura 10a).
- 6) Abra la válvula de compuerta colocando el interruptor en ON (figura 7).
- 7) Cierre la válvula de venteo de la cámara de vacío (figura 10b).
- 8) Cierre la válvula de venteo de la bomba turbomolecular (figura 10a).
- 9) Encienda el sistema de bombeo oprimiendo el botón de encendido de la unidad de control (figura 11).
- 10) Oprima el botón de stand by de la unidad de control para desactivarlo (figura 11), y espere a que la bomba turbomolecular alcance su velocidad máxima.

3.2.4 Caso IV. (Zona I y II en vacío). Apagado.[‡]

- 1) Verifique en la pantalla del controlador de presión MKS 600 (figura 9) que la válvula rotatoria tenga una apertura de 50%. En caso de que no sea así, utilice los botones stop, open y close con la llave en posición local para corregirlo.
- 2) Cierre la válvula de compuerta bajando el interruptor a la posición OFF (figura 7).

[‡] En caso de que se quiera apagar el equipo dejando la cámara en vacío (zona II), omitir el paso 5.

- 3) Oprima el botón de stand by de la unidad de control para activarlo (figura 11), y espere a que la velocidad de la bomba turbomolecular baje. De preferencia espere a que el indicador de velocidad presente solo 4 LEDs encendidos.
- 4) Apague el sistema de bombeo oprimiendo el interruptor de encendido de la unidad de control (figura 11).
- 5) Abra lentamente la válvula de venteo de la bomba turbomolecular (figura 10a), para permitir el ingreso controlado de aire con el fin de no dañar la bomba turbomolecular. Permita el ingreso de aire hasta que cese de entrar.
- 6) Abra la válvula de venteo de la cámara de vacío (figura 10b) y permita el ingreso de aire hasta que el medidor analógico marque que se ha alcanzado la presión atmosférica (1013 mBar).
- 7) Apague el sistema de enfriamiento de las bombas de vacío (figura 13)
- 8) Cierre la llave de paso y la válvula principal del aire comprimido (figuras 4 y 5).

Anexo A. Diagrama del sistema de erosión catódica

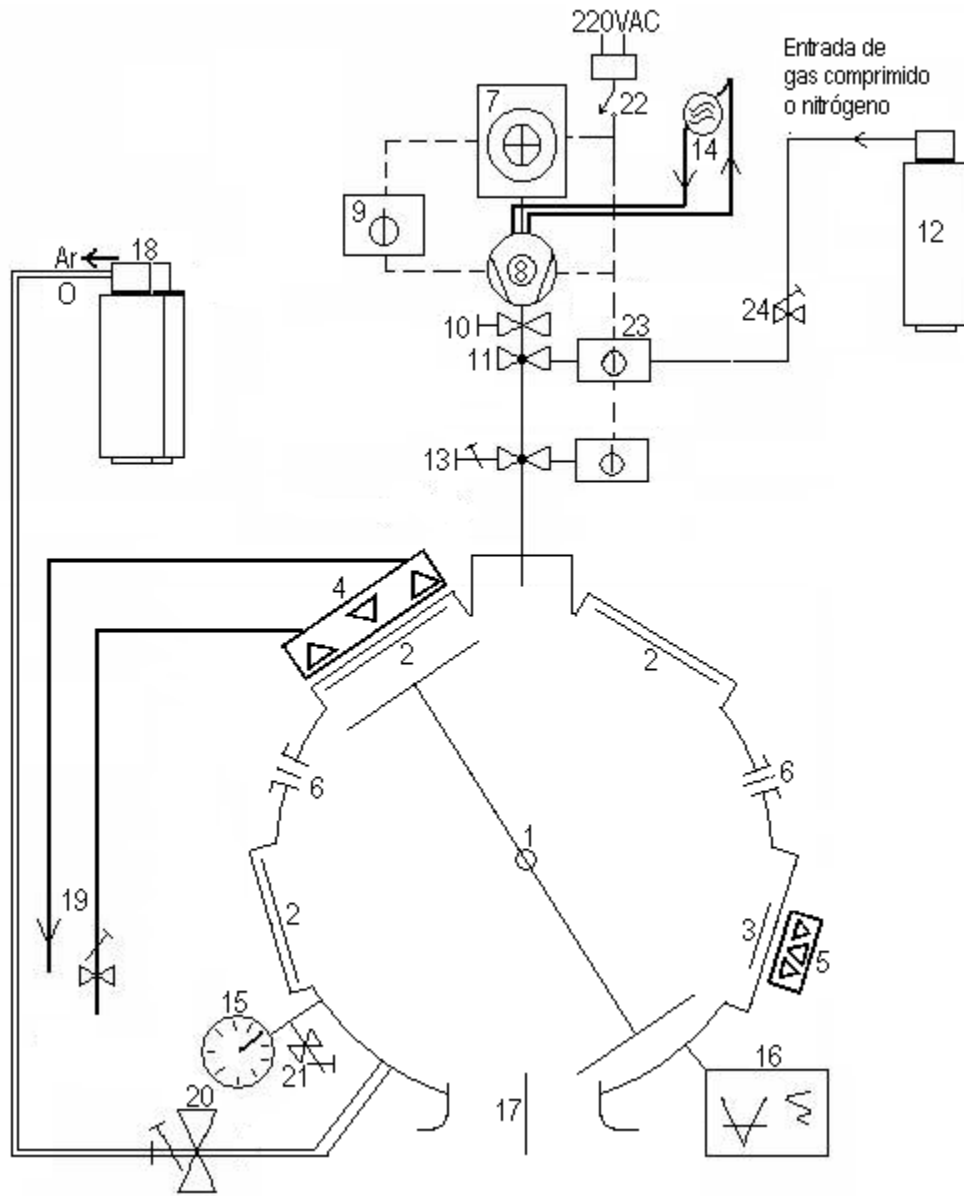


Figura A1. Configuración general del sistema de erosión catódica: 1) sistema giratorio para 2 porta substratos, 2) Tres posiciones para blancos redondos de tres pulgadas, 3) Un blanco redondo de una pulgada, 4) magnetrón de tres pulgadas, 5) magnetrón de una pulgada, 6) mirillas, 7) bomba mecánica, 8) bomba turbomolecular, 9) Unidad electrónica de control de las bombas de vacío, 10) válvula de venteo de la bomba turbomolecular, 11) válvula de compuerta (electroneumática), 12) tanque de nitrógeno o aire comprimido para presión de válvula de compuerta, 13) Válvula rotatoria, 14) sistema de enfriamiento de la bomba turbomolecular, 15) medidor de presión Bourdon Leybold (1mBar - 1020mBar), 16) medidor de presión MKS (0.9mBar - 1×10^{-5} mBar), 17) ventana para ingreso de muestra, 18) tanques de gas para operación del plasma, 19) sistema de enfriamiento del magnetrón, 20) controladores de flujo de gas, 21) válvula de venteo de la cámara de vacío, 22) alimentación de voltaje 220 VAC, 23) interruptor de la válvula de compuerta, 24) válvula manual de paso de aire comprimido.

Anexo B Equipo

- Bomba mecánica Pfeiffer-Balzers Duo 016 B Núm. Inv. 835535
- Bomba turbo molecular Pfeiffer-Balzers TPH 170 Núm. Inv. 835534
- Válvula de compuerta VAT Mod. F12 60037 Núm. Inv. 1517662
- Válvula rotatoria de control MKS Mod. 253A Núm. Inv. 1466347
- Controlador de presión MKS Mod. 651C Núm. Inv. 1466347
- Medidor de presión MKS Baratrón 122A Núm. Inv. 1466345
- Fuente de lectura 4 canales MKS 247C Núm. Inv. 1466346
- Controlador de flujo MKS 1159B Núm. Inv. 1466341
- Controlador de flujo MKS 1159B Núm. Inv. 1466342

Agradecimientos

Al físico Carlos Espejo Piedra por transmitirnos su interés y experiencia en las tecnologías de vacío y de depósito de películas delgadas, al Dr. José M. Saniger Blesa por su apoyo y contribución a la formación del sistema de erosión catódica, al maestro Valentín López Cabañas y al personal de taller mecánico del CCADET en general, al CCADET y a la Universidad Nacional Autónoma de México por el apoyo recibido.