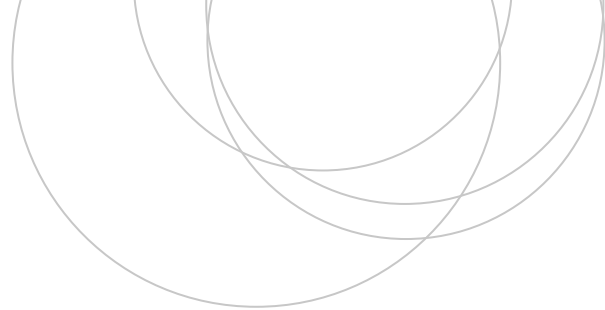




Universidad
del País Vasco

Euskal Herriko
Unibertsitatea

ZIENTZIA
ETA TEKNOLOGIA
FAKULTATEA
FACULTAD
DE CIENCIA
Y TECNOLOGÍA



Gradu Amaierako Lana / Trabajo Fin de Grado
Ingenieritza Elektronikoko Gradua / Grado en Ingeniería Electrónica

Automatización de un sistema de *sputtering* para la preparación de películas delgadas

Egilea/Autor/a:

Iker Camiruaga Yanguas

Zuzendaria/Director/a:

Alfredo Garcia Arribas

Eduardo Fernández Martín

Índice

1. Introducción y objetivos	2
2. Deposición de capas delgadas	3
2.1. Procesos básicos	3
2.2. Tecnología de vacío	4
2.2.1. Comportamiento de los gases a presión reducida	4
2.2.2. Componentes básicos y dinámica de un sistema de vacío	5
2.2.3. Bombas de vacío	6
2.3. El estado plasma	7
2.3.1. Descargas eléctricas en gases	7
2.4. Procesos de preparación de película delgada	9
2.5. Criterios de selección de las técnicas de deposición	11
2.6. Pulverización catódica - <i>Sputtering</i>	12
2.6.1. Mecanismos básicos de <i>sputtering</i>	12
2.6.2. <i>Sputtering</i> magnetrón	13
2.6.3. <i>Sputtering</i> en corriente alterna	17
3. Sistema de <i>sputtering</i> del Grupo de Magnetismo y Materiales Magnéticos	19
3.1. Descripción del sistema local	19
3.1.1. Cámara de vacío	20
3.1.2. Bombas de vacío	21
3.1.3. Control de presión	22
3.1.4. Motores del sustrato y <i>shutter</i>	25
3.1.5. Magnetrones y blancos	25
3.1.6. Fuentes de potencia	27
3.2. Proceso de <i>sputtering</i>	28
3.3. Elementos susceptibles de control	30
4. Control de la presión de trabajo	32
4.1. Comunicación con el sistema	32
4.2. Diseño del controlador	32
4.2.1. Conceptos básicos	32
4.2.2. Sintonía controlador PI	35
4.3. Implementación del controlador mediante <i>LabVIEW</i>	36
4.3.1. <i>Block Diagram</i>	36
4.3.2. <i>Front Panel</i>	39
5. Conclusiones	45
A. Apéndices	47
A.1. Diagrama de flujo: Control de presión y flujo de argón	47
A.2. Pasos a seguir para el control de la presión de argón	49
A.3. Diagrama de flujo del <i>Block diagram</i>	52
Bibliografía	53

1. Introducción y objetivos

La fabricación de dispositivos electrónicos requiere en alguna etapa de proceso la síntesis de capas de materiales sólidos de espesores inferiores a un micrómetro, los cuales reciben el nombre de películas delgadas o capas finas. Estas láminas delgadas, debido a su pequeño grosor y fragilidad no se emplean de una forma aislada, sino que se hallan soportadas sobre otros sólidos de mayor espesor y de distintas propiedades físicas o químicas, conocidos como sustratos. En términos generales, se podría decir que las películas delgadas pueden tener dos finalidades. Por una parte, sería optimizar alguna o varias propiedades de los sustratos a los que estas recubren o incluso dotarlos de propiedades nuevas, caso en el cual, se suele referir a las películas delgadas con el término “recubrimiento”. Otro propósito fundamental, sería la fabricación de dispositivos con propiedades fisicoquímicas específicas, completamente distintas a las propiedades iniciales del sustrato, el cual se comporta entonces, como un mero soporte físico.

En este trabajo, nos centraremos en uno de los métodos más utilizados en la deposición de películas delgadas, como es la deposición catódica. Este es un proceso no térmico de evaporación donde los átomos de la superficie de un material son expulsados físicamente por la transferencia de momento producida al hacer bombardear sobre un blanco los iones de un plasma. En la deposición por pulverización catódica, los átomos del blanco son re-condensados en la superficie del sustrato, formando así un recubrimiento.

El principal objetivo de este trabajo es automatizar uno de los posibles controles del sistema de *sputtering* del grupo de Magnetismo y Materiales Magnéticos de la Facultad de Ciencia y Tecnología de la UPV/EHU. Actualmente, el proceso realiza de manera manual, pero muchos de los pasos involucrados son susceptibles de automatizarse. Son muchos los distintos elementos o sistemas que se pueden controlar, como, por ejemplo, el movimiento de sustratos, el control de las fuentes de DC y RF, el control de temperatura, el control del flujo del argón etc. En la memoria se analizan los pasos a efectuar en un proceso de deposición, que podrían automatizarse. Este trabajo supone una primera aproximación al problema y se centra exclusivamente en la automatización de algunos de estos pasos, principalmente en el control automático de la presión de argón en la cámara de deposición.

Para ello, antes de centrarnos en el tema principal del trabajo, es conveniente introducir de forma general las láminas delgadas y el *sputtering* con todas las características que lo rodean. Para ello, comenzaremos con una introducción a la deposición de capas delgadas explicando los tres procesos básicos y comunes en todas las técnicas. Luego, daremos paso a dos aspectos fundamentales como son la tecnología de vacío y el estado de plasma. Estos serán dos factores de suma importancia en el desarrollo del *sputtering* mediante magnetrón. Una vez concluido con este apartado, comentaremos brevemente las distintas técnicas fase vapor, categoría donde se encuentra el *sputtering* y, al acabar esta sección nos centraremos exclusivamente en él. Aquí, describiremos el sistema que tenemos en el laboratorio y el funcionamiento y características de las partes que lo componen. Finalizaremos este apartado, mencionando los distintos elementos susceptibles de control en el sistema de *sputtering* local. Una vez entendido todo el proceso relacionado con el *sputtering*, nos centraremos en el control de la presión de trabajo. Para ello, se comentarán los aspectos básicos de un controlador PI y, se proporcionará una sintonía adecuada para el sistema local. El controlador se implementará mediante el entorno de desarrollo Labview el cual se divide en dos partes como veremos en el apartado correspondiente.

2. Deposición de capas delgadas

2.1. Procesos básicos

Aunque los distintos métodos de deposición de capas finas tienen características variadas, existen unos procesos básicos comunes a todas ellas que se suelen agrupar en torno a los conceptos de fuente, transporte y deposición [1]. Los materiales que serán depositados son proporcionados por una fuente de material. Mediante el transporte, los átomos son trasladados desde su origen hacia el sustrato sobre el que se realiza la deposición. Finalmente, tenemos la deposición propiamente dicha, es decir, la llegada del material al sustrato y su acomodación sobre él, produciendo la película delgada.

La **fuentes** del material que formará la película delgada, es la materia prima que se va a depositar en el sustrato. Puede encontrarse en estado sólido, líquido o gaseoso (o en estado de vapor). Los materiales en forma sólida necesitan ser vaporizados para poder ser transportados hacia el sustrato. Esto se consigue de diversas formas según el proceso de fabricación. En conjunto estas técnicas se agrupan bajo el nombre de *Physical Vapor Deposition*, *PVD*. Por otra parte, en los procesos de *Chemical Vapor Deposition*, *CVD*, el suministro de material se realiza generalmente a partir de gases o líquidos que pasan a fase vapor. Ambos procesos los veremos más detalladamente en futuros apartados por lo que teniendo en cuenta que esto es una breve introducción de los procesos básicos, no nos extenderemos más en este capítulo.

En el **transporte**, el factor más relevante es la uniformidad del ritmo de llegada del material a la zona de sustrato. En general, si el transporte tiene lugar en alto vacío, las moléculas se trasladan desde la fuente hasta el sustrato en línea recta, de manera que la uniformidad de la llegada depende fundamentalmente de la geometría del equipo de deposición. Por el contrario, si el medio en el que tiene lugar el transporte es un fluido (gas), durante el recorrido de las moléculas se producen múltiples colisiones, de manera que el ritmo de llegada depende, sobre todo, de la presión, del flujo de gases en la cámara de deposición y de la difusión de moléculas procedentes de la fuente entre el resto de moléculas presentes. Muchos procesos de deposición de película delgada se producen a través de un plasma. Un plasma es, básicamente, un gas parcialmente ionizado que, debido a su contenido energético, permite activar los procesos de deposición a bajas temperaturas.

La **deposición** propiamente dicha produce el crecimiento de las películas delgadas. Aunque el comportamiento de esta etapa depende de las anteriores (fuente de material y transporte), hay tres factores fundamentales que determinan las condiciones de la deposición: [2]

- Las propiedades y condiciones de la superficie sobre la que se realiza el depósito, incluyendo la rugosidad, el nivel de contaminación con impurezas, el grado de afinidad química con el material a depositar, etc.
- La reactividad del material que se deposita. Es decir, la probabilidad de que las moléculas que llegan al sustrato reaccionen con la superficie y queden incorporadas a la película delgada en crecimiento.
- El aporte de energía a la superficie de deposición, que puede provenir de diversas fuentes y que tiene gran influencia en el grado de reactividad del material y en la composición y estructura de la película que se forma. Además de la temperatura, la energía puede ser suministrada, por fotones (láser), bombardeo de iones (en los procesos con plasma), por reacciones químicas, etc.

Los procesos de crecimiento de películas delgadas son complejos, dependen de múltiples variables y tienen diferentes particularidades para los diferentes procesos de deposición. A pesar de ello, en términos generales, el proceso completo puede dividirse en cinco etapas: [1, 3]

1. Llegada y acomodación térmica de los átomos sobre la superficie.
2. Adsorción/Desorción de los átomos sobre la superficie.
3. Difusión superficial de los átomos absorbidos.
4. Nucleación, con formación de agregados atómicos.
5. Crecimiento de la película continua.

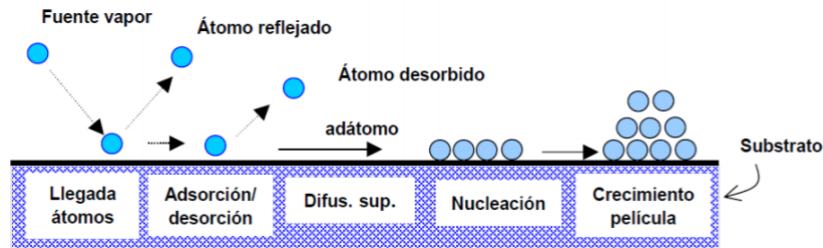


Figura 1: Representación esquemática del proceso de deposición [1]

La Figura 1 ilustra de manera esquemática los distintos procesos que proceden una vez que el material llega al sustrato. El estudio y caracterización de estos procesos es complejo y se escapa del objetivo de este trabajo.

2.2. Tecnología de vacío

La ciencia y tecnología de vacío contiene dos aspectos fundamentales. Por una parte, es una herramienta necesaria en una gran cantidad de procesos fisicoquímicos tales como la producción de láminas delgadas, el estudio de superficies, la física de partículas de alta energía, la fusión termonuclear, etc. Por otro lado, realiza la investigación destinada a la obtención de presiones cada vez más bajas, para satisfacer así la demanda requerida en los modernos procesos tecnológicos.

La importancia del control de la atmósfera en la mayoría de los procesos proviene del hecho de tener la superficie como primer elemento de interacción con el medio. Una superficie expuesta a la atmósfera está contaminada por una o varias capas de gas absorbido, entre ellas el vapor de agua de forma muy acusada, que impide la interacción de otros elementos con la superficie del sólido. De aquí, la importancia de disponer de superficies limpias, exentas de cualquier gas absorbido, y durante un tiempo suficiente para realizar distintos procesos como, por ejemplo, el recubrimiento de la superficie de un material en forma de capa delgada.

2.2.1. Comportamiento de los gases a presión reducida

El movimiento de las moléculas de un gas en un recipiente a presión reducida es rectilíneo y con dirección completamente aleatoria, en el que las moléculas chocan elásticamente entre ellas o con las paredes del recipiente que las contiene cambiando su dirección constantemente. El recorrido libre medio (λ), esto es, en promedio, la distancia que recorre una molécula entre colisiones, puede estimarse de la siguiente forma. Supongamos N moléculas, de masa m en un recipiente de volumen $V = L^3$. La sección eficaz de impacto de una molécula de diámetro d es πd^2 , por lo que

el volumen barrido por una molécula entre colisiones es $\lambda\pi d^2$. Si, como aproximación, asignamos a cada una de las N moléculas este volumen, se tiene:

$$V = N\lambda\pi d^2 \Rightarrow \lambda \approx \frac{V}{N\pi d^2} = \frac{1}{n\pi d^2} \quad \text{con } n = \frac{N}{V}$$

Con una deducción más cuidadosa se obtiene: [1]

$$\lambda = \frac{\sqrt{2}}{2n\pi d^2}$$

Por otra parte, el recorrido libre medio puede expresarse en función de la presión p y la temperatura T utilizando la ecuación de estado de los gases ideales

$$pV = Nk_B T \Rightarrow n = \frac{p}{k_B T}; \quad \lambda = \frac{\sqrt{2}}{2n\pi d^2} \Rightarrow \lambda = \frac{\sqrt{2}}{2\pi d^2} \frac{k_B T}{p}$$

donde k_B es la constante de Boltzmann cuyo valor es $1.380649 \times 10^{-23} J/K$. Excepto a temperaturas extremadamente altas, el recorrido libre medio es proporcional al inverso de la presión. $\lambda \approx 1/p$. Dependiendo de la presión del gas, se distinguen diferentes rangos de vacío que van desde la presión atmosférica hasta un nivel extremadamente bajo, con una concentración muy reducida de moléculas por unidad de volumen. La *Tabla I* resume los distintos vacíos utilizados en dicha tecnología, así como el número de moléculas por volumen, el recorrido libre medio y el tiempo necesario de formación de la monocapa. [2, 9]

Tabla I: Rangos de vacío y parámetros importantes. [1]

Clase de vacío	Presión (mbar)	n (molec/cm ³)	λ (cm)	Tiempo formación monocapa (s)
Bajo	$1 \cdot 10^3$	$2,46 \cdot 10^{19}$	$6,6 \cdot 10^{-6}$	$2,9 \cdot 10^{-9}$
	$1 \cdot 10^0$	$2,46 \cdot 10^{16}$	$6,6 \cdot 10^{-3}$	$2,9 \cdot 10^{-6}$
Medio	$1 \cdot 10^{-3}$	$2,46 \cdot 10^{13}$	$6,6 \cdot 10^0$	$2,9 \cdot 10^{-3}$
Alto	$1 \cdot 10^{-7}$	$2,46 \cdot 10^9$	$6,6 \cdot 10^4$	$2,9 \cdot 10^1$
Ultra-alto	$1 \cdot 10^{-12}$	$2,46 \cdot 10^4$	$6,6 \cdot 10^9$	$2,9 \cdot 10^6$

2.2.2. Componentes básicos y dinámica de un sistema de vacío

Los sistemas de vacío utilizados en el procesado de láminas delgadas dependen del nivel de vacío requerido en la cámara y de las aplicaciones a la que van dirigidas. Su función principal consiste en proveer una atmósfera inicial de gas, exenta de aire y otros contaminantes, en una concentración lo más baja posible de acuerdo con los requerimientos del proceso de deposición y, cuando sea necesario, suministrar el gas apropiado para el proceso. En estos sistemas, pueden distinguirse tres partes diferenciadas:

- Cámara o campana de vacío donde se lleva a cabo la preparación de la lámina delgada.
- Equipo de bombeo que produce la presión requerida por el proceso en la cámara de vacío.
- Línea de entrada de gases incluyendo la medida y control de flujo. Además, este sistema suele estar acompañado de una válvula para airear la cámara de vacío.

Los elementos que constituyen un sistema de vacío pueden variar según el proceso a realizar y el equipo de bombeo utilizado. Dependiendo del nivel de vacío (medio, alto y ultra-alto

vacío) el conjunto de componentes de un sistema completo adopta diferentes configuraciones en procesos tales como la deposición de capas delgadas. Además de ello, existe una gran variedad de componentes necesarios para el acoplamiento de los distintos subsistemas utilizados durante las distintas operaciones del proceso. En la Figura 2, se muestran tres configuraciones básicas de sistemas de vacío utilizados en diferentes aplicaciones. [1, 6]

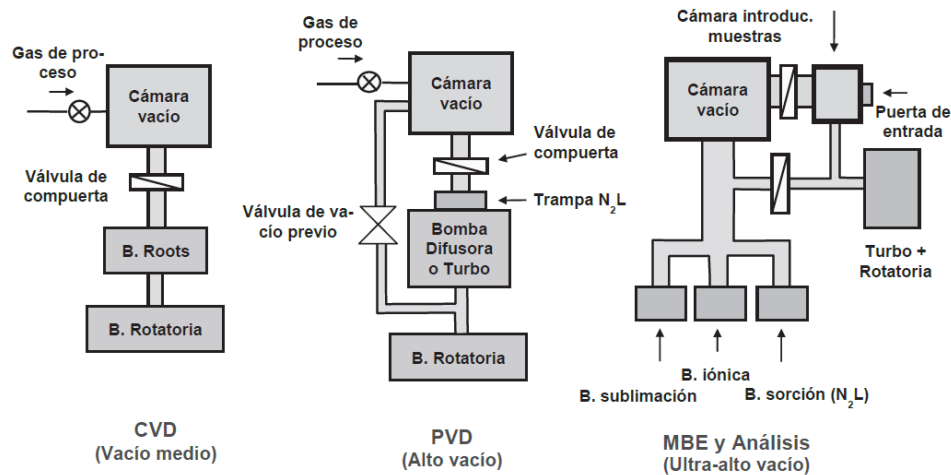


Figura 2: Ejemplo de configuraciones de sistemas de vacío, para distintos procesos de preparación y caracterización de superficies y capas delgadas. [2]

La primera de ellas, empleada en la deposición de capas mediante CVD, solo requiere un nivel de vacío medio, ya que el proceso suele llevarse a cabo a una presión entre 10^{-2} y 10^{-3} mbar. El equipo de evacuación está formado por una bomba rotatoria de apoyo y una bomba rotatoria seca conocida como bomba *roots*, de alta velocidad de bombeo para la extracción de los gases. Además, podemos observar que el conjunto también dispone de una válvula de aislamiento de la cámara.

Para las técnicas de PVD el vacío requerido es más elevado, entre 10^{-6} y 10^{-7} mbar ya que se tiene que evitar la reacción de los materiales depositados con los gases y vapores absorbidos en las paredes de la cámara. En estos casos, además de una bomba rotatoria de apoyo, la evacuación se realiza mediante una bomba de difusión o turbomolecular que permiten llegar a las presiones requeridas. Sin embargo, este tipo de bombas no puede evacuar los gases de un recinto cuando se encuentran a la presión atmosférica ni tampoco puede expulsar los gases evacuados directamente a la atmósfera. Por tanto, como podemos ver en la Figura 2, se debe incluir una derivación *by-pass* desde la rotatoria hacia la cámara para conseguir un vacío previo. [2]

En las técnicas donde el vacío necesario es del orden de 10^{-12} mbar, es decir, ultra-alto vacío, se exigen equipos de control y requerimientos de limpieza mucho más complejos. En la Figura 2, se observa una precámara para el intercambio de muestras sin romper el vacío. Sin estos sistemas habría que abrir la cámara e introducir las muestras antes de realizar el vacío y el tiempo de espera hasta obtener el vacío deseado aumentaría considerablemente.

2.2.3. Bombas de vacío

Los parámetros fundamentales que caracterizan las bombas de vacío son: la velocidad de bombeo, es decir, el flujo volumétrico de gas que evacua por unidad de tiempo, la carga de gas, es decir, el número de moléculas de gas que evacua por unidad de tiempo y, la diferencia entre el límite de presión más bajo y el más alto que puede evacuar la bomba. No existe ninguna bomba de vacío capaz de evacuar el sistema desde la presión atmosférica hasta la presión última requerida

cuando esta sea menor que 10^{-3} mbar. Por tanto, para conseguir la presión requerida en un determinado proceso, es imprescindible conectar equipos en cascada, usando diversas bombas diseñadas para trabajar en unos rangos de presión específicos.

Según el modo de funcionamiento, las bombas de vacío se agrupan en dos grandes grupos: bombas de desplazamiento positivo y bombas de captura. Las primeras retiran físicamente las moléculas de la cámara de vacío, transfiriéndoles una cierta cantidad de movimiento hacia la boca de salida. Se emplean para ello, sistemas mecánicos en movimiento como membranas o pistones. En este grupo destacan las bombas rotatorias, de membrana y turbomoleculares. La evacuación también se puede producir por arrastre por medio de aceite como en el caso de las bombas difusoras. Por el contrario, mediante las bombas de captura, las moléculas se atrapan sobre una superficie activa. En este caso las moléculas del gas no son transferidas a la atmósfera, sino que son capturadas de alguna forma en el propio sistema de vacío, por lo que no pueden bombear grandes cargas de gas. [1, 9]

2.3. El estado plasma

Otro de los conceptos importantes en el proceso de *sputtering* es el estado de plasma. Se trata de un conjunto de cargas positivas (iones) y negativas (electrones) que se mueven aleatoriamente entre átomos o moléculas neutras de forma que todas estas partículas forman un medio eléctricamente neutro. Se puede decir que el plasma se presenta en cualquier estado de la materia que contenga suficientes partículas cargadas libres, de forma que su comportamiento colectivo esté dominado por fuerzas electromagnéticas dándole así propiedades de fluido y de conducción como la de los metales. Los plasmas se generan mediante procesos muy energéticos, como la descarga eléctrica en gases o el calentamiento de un gas a temperaturas muy elevadas. [2, 11]

2.3.1. Descargas eléctricas en gases

Los plasmas utilizados en el procesado de materiales pueden obtenerse a presiones reducidas utilizando plasmas fríos o a presiones cerca de la presión atmosférica, utilizando plasmas térmicos. A menudo, se utiliza la presión de trabajo como parámetro que delimita las condiciones térmicas y no térmicas. Al subir la presión de trabajo, el intercambio energético entre los electrones y las especies pesadas del plasma es mucho mayor y, por tanto, la energía media de los electrones y de las especies pesadas del plasma alcanzan valores parecidos, lo que se considera plasma en equilibrio térmico. En la Figura 3, podemos ver la temperatura de las diferentes especies del plasma en función de la presión.

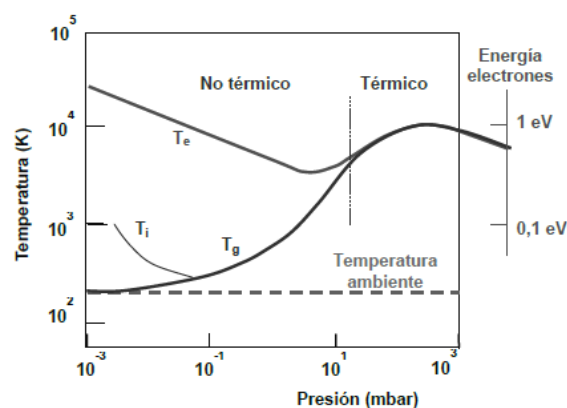
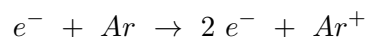


Figura 3: Variación de la temperatura de las diferentes especies del plasma en función de la presión. [2]

En el *sputtering*, al ser una técnica de deposición en vacío, se requieren por tanto plasmas fríos. Estos plasmas se encuentran muy alejados del equilibrio térmico, ya que la mayor parte de la energía eléctrica suministrada en la descarga de plasma se consume en los electrones que son acelerados a altas velocidades, mientras que el resto de las especies químicas se mantienen con su energía determinada por la temperatura del gas. [8]

El plasma puede generarse mediante descargas en corriente continua o en corriente alterna. También existen otras alternativas como las descargas mediante inducción o mediante el acoplamiento al plasma de ondas electromagnéticas en el rango de microondas. [2]

La descarga en corriente continua es independiente del tiempo, por lo que funciona en régimen estacionario, lo cual hace que sea más fácil que las descargas eléctricas producidas por campos alternos. Supongamos un condensador de dos placas paralelas separadas a una distancia d . Al aplicar un valor de voltaje V suficientemente elevado, el condensador se descarga ya que el medio se hace conductor. Este proceso de descarga ocurre cuando el campo eléctrico establecido entre las placas, $E=V/d$ es suficiente para ionizar el gas (medio contenido entre las placas). Mediante esta descarga, se generan los electrones primarios, que dan lugar a una corriente inicial pequeña. Estos electrones primarios son acelerados por el campo eléctrico hacia el ánodo, es decir, hacia el terminal positivo, alcanzando velocidades altas, suficientes para iniciar un proceso continuo de ionización por impacto en cada colisión con el gas neutro, de manera que se forma una oleada creciente de electrones en el ánodo y el mismo número de iones que viajan en sentido opuesto hacia el cátodo. En este caso, la energía transferida es superior a la energía de enlace del electrón colisionado, por lo que este abandona el átomo y, en consecuencia se crea un ion positivo. [1, 3] En el caso del argón, gas utilizando comúnmente en el *sputtering*, se obtiene:



Se generan por tanto dos electrones y un ion de argón en cada colisión. Estos son los iones que bombardean el blanco como se describirá después. A medida que se incrementa la corriente entre los electrodos se distinguen diferentes regímenes los cuales se muestran en la siguiente figura.

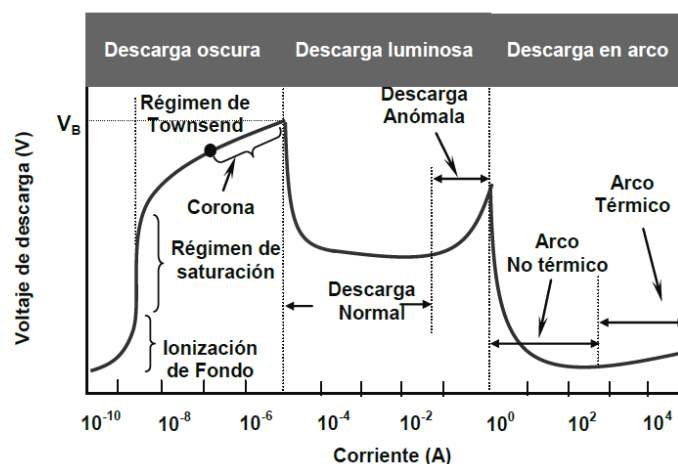


Figura 4: Régimen de descarga en CC en función del voltaje e intensidad. [1]

El régimen de la descarga luminosa se divide en dos regímenes secundarios. En el régimen de descarga normal la corriente es prácticamente independiente del voltaje, ya que está controlada por los procesos de ionización en avalancha descritos en el párrafo anterior. Se habla por lo tanto, de una descarga auto-mantenida, ya que la pérdida de electrones en el ánodo es compensada

por la producción de nuevos electrones a partir del bombardeo de iones positivos sobre regiones localizadas del cátodo. Sin embargo, el aumento del voltaje por encima de un cierto valor supone un incremento de electrones cerca del cátodo y esto provoca un aumento de la corriente. Esta región es la que se utiliza en los procesos de *sputtering*.

Las descargas en corriente alterna son mucho más eficientes en la ionización de los átomos y moléculas neutras que las descargas en corriente continua. Los electrones, al tener menos masa que los iones, siguen con más facilidad las oscilaciones del campo, por lo que aumenta la energía en el plasma incrementando así la probabilidad de colisión. Además, debido a estas oscilaciones de los electrones se reduce la probabilidad de que estos electrones impacten contra las paredes que confinan el plasma. Por este motivo, el uso de descargas en corriente alterna permite trabajar a presiones mucho más bajas que en corriente continua. [1]

2.4. Procesos de preparación de película delgada

La Figura 5 muestra una clasificación de las principales técnicas de preparación de películas delgadas. Las técnicas en disolución, parten de soluciones líquidas, que por reacción dan un precipitado sólido en forma de capa delgada. Las técnicas de tratamiento superficial más que un depósito, se obtiene una capa superficial del mismo sustrato con propiedades mejoradas. Finalmente, las técnicas más comunes, son las de fase vapor de las que forma parte el objetivo de este trabajo, específicamente el *sputtering* magnetrón.

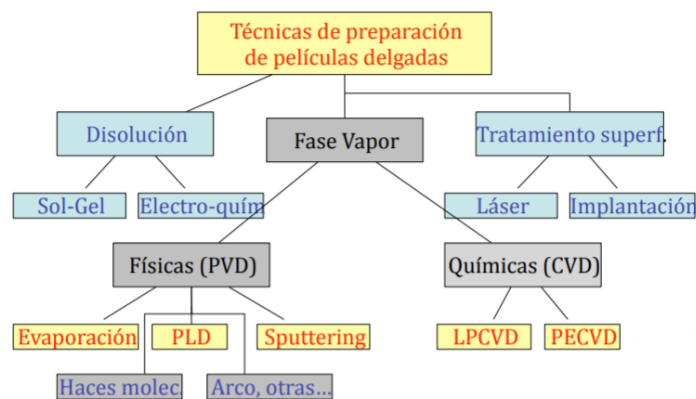


Figura 5: Clasificación de los procesos de preparación de película delgada. [1]

Las técnicas de fase vapor se han desarrollado enormemente en los últimos 30 años. Estas técnicas, están basadas en la formación de un vapor del material a depositar, con objeto de que se condense sobre la superficie del sustrato formando un depósito sólido, es decir, una película delgada. Como se ha mencionado en el apartado 2.1 la diferencia entre los procesos, se basa en la naturaleza de la fuente de vapor (sólido, líquido o gas) y en el método usado para producirlo. Se diferencian así dos grandes grupos: [1, 2]

- **Técnicas físicas**, *Physical Vapour Deposition o (PVD)*, en las que se parte de un material sólido que se convierte en vapor mediante calentamiento (evaporación) o bombardeo con partículas energéticas (iones, electrones o fotones).
- **Técnicas químicas**, *Chemical Vapour Deposition o (CVD)*, en la que se parte directamente de los gases o líquidos que pasan a vapor que mediante reacción química dan un producto nuevo que se condensa sobre el sustrato.

La evaporación consiste en el calentamiento hasta la sublimación del material que se pretende depositar. El vapor del material termina condensándose en forma de lámina delgada sobre la superficie del sustrato. Normalmente, la evaporación se hace a presiones reducidas, del orden de 10^{-6} o 10^{-5} mbar, con objeto de evitar la reacción del vapor con la atmósfera ambiente. A estas presiones bajas, el recorrido libre medio de los átomos de vapor es del orden de las dimensiones de la cámara de vacío, es decir, se encuentran en el régimen molecular por lo que estas partículas viajan en línea recta desde la fuente de evaporación hasta el sustrato. [6]

En la evaporación, el calentamiento del material se lleva a cabo mediante el paso de corriente eléctrica a través de un filamento o placa metálica sobre el cual se deposita el material. El material en forma de vapor, se condensa entonces sobre el sustrato. Los metales típicos usados como resistencia de calentamiento son: Tantalio (Ta), Molibdeno (Mo), Wolframio o Tungsteno (W). También existe la evaporación con haz de electrones en el que el material se coloca en un crisol enfriado con agua y se calienta directamente con un haz de electrones. [1]

En las técnicas de *Pulsed laser deposition*, (*PLD*), se aplican pulsos cortos de alta energía sobre un material de aporte, generalmente cerámico, encerrado en una cámara de alto vacío. La luz intensa de un láser pulsado (del orden de entre 10^8 Wcm^{-2} a 10^{10} Wcm^{-2}) al enfocarse sobre el blanco proporciona la energía para la ablación del material. Los procesos físico-químicos son complejos. Se produce un plasma que emite luz en muchas frecuencias. Los átomos, iones o moléculas eyectados se condensan sobre el sustrato depositando la película. El número de pulsos del láser se puede ajustar para conseguir distintos espesores de material. El láser es de longitud de onda corta, en el espectro ultravioleta y los pulsos de los láseres son de nanosegundos, picosegundos o bien femtosegundos. Es de gran interés especialmente en la fabricación de superconductores a alta temperatura y materiales magnéticos porque se pueden conseguir depósitos de gran cristalinidad. [1, 2]

La pulverización catódica o *sputtering*, es un proceso físico en el que se produce la vaporización de los átomos de un material sólido, denominado "blanco", mediante el bombardeo de iones energéticos acelerados desde un plasma, mientras que el material a ser pulverizado puede ser un elemento, una aleación, un material compuesto o una mezcla de varios elementos. Existen distintos tipos de *sputtering*: *sputtering* diodo, cuya configuración es la más simple, *bias sputtering*, *sputtering* por haz de iones (ion-beam), magnetrón *sputtering*, etc.

En la Figura 6 se muestran tanto la evaporación térmica, como la técnica de *PLD* descrita en el párrafo anterior.

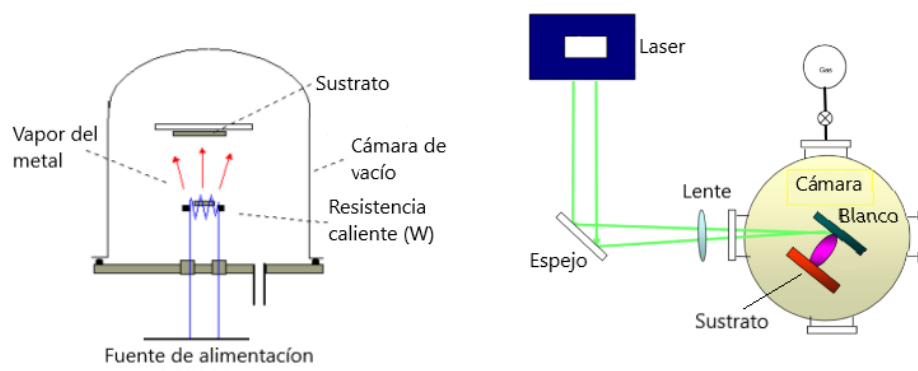


Figura 6: Izq: Evaporación. Dcha: PLD.

2.5. Criterios de selección de las técnicas de deposición

Como se observa en la Figura 5, el desarrollo de la tecnología de capas delgadas ha llevado a una especialización cada vez mayor de los distintos métodos, originando numerosas variantes dependiendo de la aplicación final en la que se desean utilizar. Por tanto, hay muchos factores que determinan la utilización de una técnica u otra. [2]

- **Material que ha de ser depositado:** Generalmente, los metales, aleaciones y otros compuestos metálicos son depositados mediante técnicas de PVD, mientras que en los compuestos más complejos se utilizan las técnicas de CVD o disolución.
- **Espesor, velocidad de deposición y homogeneidad del recubrimiento:** El espesor alcanzable con cada técnica está muy relacionado con la velocidad de deposición y con la direccionalidad de la técnica. Mediante las técnicas físicas, se obtiene un depósito inhomogeneo en espesor, mientras que con las químicas, se pueden producir muy homogéneos incluso en superficies de tridimensionales.
- **Temperatura del sustrato:** Es uno de los parámetros más importantes a la hora de decidirse por una técnica u otra. Existen técnicas que ocasionan un calentamiento alto del sustrato lo que puede generar un problema ya que se pueden modificar sus propiedades. Por este motivo, se tiende a utilizar técnicas donde la temperatura es la más baja posible. En la Figura 7, podemos ver el rango de temperatura para las distintas técnicas.

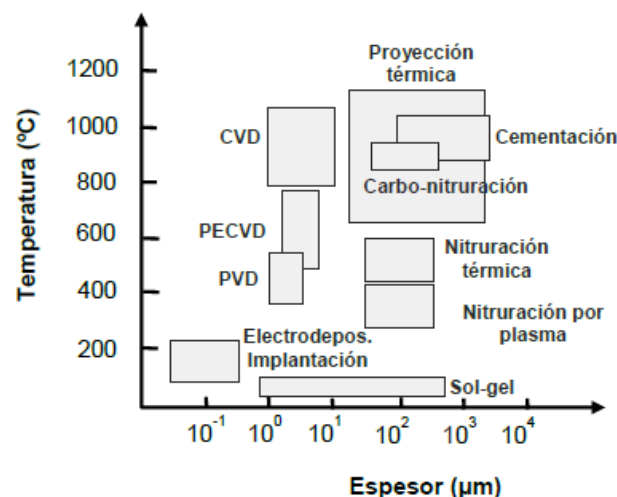


Figura 7: Rango típico de espesor y temperatura para diversas técnicas de preparación de película delgada. [1]

- **Densidad y adhesión del depósito al sustrato:** Ambas cualidades están determinadas por la energía de llegada de los átomos a la superficie del sustrato durante el proceso de deposición. Las técnicas basadas en plasma, en las que existe un bombardeo intenso de partículas cargadas sobre el sustrato, dan depósitos densos y adherentes. Por el contrario, con las técnicas químicas se obtienen depósitos menos densos.

También existen otros factores como pueden ser la pureza de los materiales de partida y del material depositado, o la disponibilidad y problemas de seguridad en el manejo de materias primas, pero estos aspectos por lo general no suelen ser una dificultad en la selección de la técnica.

2.6. Pulverización catódica - *Sputtering*

2.6.1. Mecanismos básicos de *sputtering*

El *sputtering* es el método más extendido para la deposición de láminas delgadas debido a su relativa sencillez, la versatilidad de la técnica y de la flexibilidad que ofrece. Su uso está ampliamente extendido industrialmente y en investigación. En sus diferentes variantes la técnica de *sputtering* resuelve varios de los problemas asociados a la evaporación térmica: [1, 3, 8]

- Aporta suficiente energía de llegada de los átomos evaporados, produciendo en consecuencia capas de mayor densidad y adherencia.
- Facilita la deposición de metales con elevada temperatura de evaporación.
- Posibilita la homogeneidad en la composición de compuestos y aleaciones, que en la evaporación está condicionada por la diferente presión de vapor de los componentes.
- Permite manipular la direccionalidad de la trayectoria de los átomos evaporados, evitando discontinuidades en los escalones e inhomogeneidades de espesor.
- Facilita el control de la velocidad del espesor del depósito, ya que en la evaporación depende de la presión de vapor del evaporante que depende exponencialmente de la temperatura.

El *sputtering* es un proceso de bombardeo iónico del material que se desea depositar, denominado blanco, mediante iones energéticos procedentes del plasma de un gas mantenido a baja presión en el interior de una cámara de vacío. Los iones que forman el plasma son excitados y acelerados hacia el blanco a través de un campo eléctrico.

El blanco constituye el electrodo negativo y atrae a los iones cargados positivamente. De este modo los iones del plasma colisionan con el blanco arrancando átomos y electrones secundarios. Estos electrones repelidos por el potencial negativo del cátodo, son también acelerados por el campo eléctrico y encuentran en su recorrido nuevos átomos a los que también ionizan repitiéndose de nuevo el proceso. Este proceso se denomina descarga. La descarga eléctrica es de tipo luminoso, en la que un aumento del voltaje implica un aumento de la corriente de descarga. Cuando los electrones secundarios se alejan del blanco son recogidos por el ánodo. La emisión de electrones secundarios contribuye a aumentar el grado de ionización del plasma y, por tanto, provoca que el bombardeo sea más intenso [8]. Finalmente, se alcanza un estado de equilibrio, estabilizándose el plasma por la compensación entre ionizaciones y neutralizaciones. Es decir, se consigue un equilibrio entre los átomos ionizados producidos por el impacto de los electrones y los que son neutralizados. De esta manera, se expulsan los átomos del blanco que se depositarán sobre el sustrato. [1, 4]

Únicamente los átomos que adquieren energía suficiente consiguen abandonar la superficie, alcanzar el sustrato y adherirse a él. La mayor parte de la energía proporcionada por el bombardeo de iones incidentes se transforma en calor, la cual, es disipada mediante un circuito de refrigeración que evita el sobrecalentamiento del cátodo.

Las etapas individuales del proceso son las siguientes:

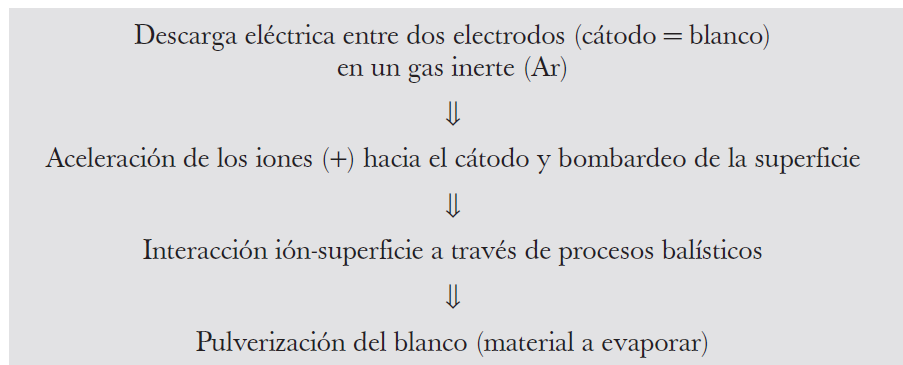


Figura 8: *Etapas básicas del proceso de sputtering [1]*

En un sistema básico de *sputtering*, el electrodo superior que está conectado al terminal negativo de la fuente de alimentación, actúa como cátodo de la descarga eléctrica y, está formado por el material a evaporar. A este cátodo también se le conoce como el blanco del *sputtering* y es sometido al bombardeo intenso de iones positivos de la descarga una vez que son acelerados desde el plasma como consecuencia de la diferencia de potencial. Esta configuración se denomina *sputtering* diodo y es la más sencilla de todas las existentes. [1, 4, 8]

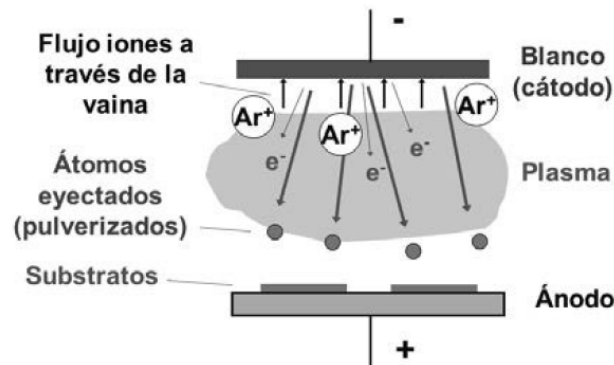


Figura 9: *Esquema de una descarga eléctrica para generar un plasma y el proceso de bombardeo sobre el cátodo de los iones acelerados en las proximidades del cátodo. [2]*

Como podemos ver en la Figura 9, el gas de la descarga suele ser un gas inerte de masa elevada con el objetivo de aumentar la transferencia de momento cinético a los átomos del blanco. En la mayoría de los casos, el gas utilizado es el argón. La configuración del sistema de *sputtering* puede ser tanto la mostrada en la Figura 9, como la inversa, siempre manteniendo el sustrato conectado al ánodo. Este electrodo correspondiente al ánodo, está formado por un material conductor, generalmente acero inoxidable, y suele estar conectado al potencial de tierra por razones de seguridad. Los potenciales aplicados son elevados, por encima de 1000V, para así, mantener la descarga con una presión del gas entre 10^{-2} y 10^{-3} mbar. [1]

2.6.2. *Sputtering* magnetrón

Como se ha comentado en la introducción de este apartado, la configuración más simple de un sistema de pulverización catódica se denomina *sputtering diodo* cuya configuración consiste principalmente en dos electrodos separados a una cierta distancia mostrado en la Figura 10. Bajo

esta configuración el mantenimiento de la descarga requiere la aplicación de una diferencia de potencial entre los electrodos relativamente alta, por lo que a menudo la necesidad de aplicar estos voltajes tan elevados plantea serios problemas de utilización.

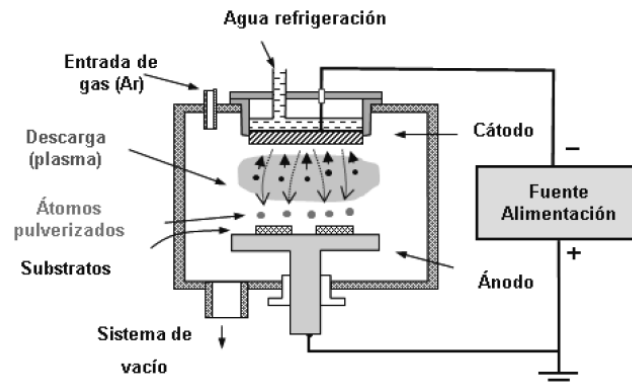


Figura 10: Esquema de un sistema de sputtering diodo [8]

En las condiciones típicas de la configuración de *sputtering* diodo, cuya presión sería de 10^{-1} mbar y con una separación entre los electrodos de 4 cm para obtener una velocidad de deposición del orden de 40 nm/s se necesita una corriente de 1 mA/cm². Teniendo estos datos en cuenta la diferencia de potencial necesaria para mantener esa corriente sería de ~ 3000 V. El uso de voltajes tan elevados puede generar daños en la estructura de la capa depositada debido a la radiación de alta energía producida por la descarga. [2]

La baja tasa de deposición y la alta presión del gas de trabajo, hacen que la configuración de *sputtering* diodo se haya abandonado en favor de nuevas soluciones. Para aumentar la emisión de electrones al plasma y así poder disminuir el voltaje se han propuesto diversas alternativas, como, por ejemplo, la introducción de un filamento incandescente lo que supuso la configuración denominada *sputtering* triodo. A pesar de ello, la solución más conveniente consiste en la aplicación de un campo magnético alrededor del blanco, de manera que, los electrones de plasma se ven forzados a realizar trayectorias helicoidales alrededor de las líneas de campo, aumentando la longitud de sus trayectorias y el número de colisiones con los átomos de argón. Esta configuración se conoce como *sputtering* magnetrón. Por otro lado, cuanto más baja sea la presión de gas en la cámara, mayor será el recorrido libre medio (λ) de los átomos. Por lo tanto, sería bueno tener un sistema que pudiese trabajar con presiones suficientemente bajas como para que los átomos evaporados llegaran sin choques con el gas hasta el sustrato. [1, 4]

En 1935 Frans Michel Penning fue el primero en estudiar el *sputtering* a baja presión con un campo magnético transversal superpuesto a una descarga DC. El sistema experimental, consistía en dos electrodos cilíndricos coaxiales con un campo magnético axial, logrado gracias a un solenoide que rodeaba el electrodo exterior. Encontró que al poner un campo magnético de unos 300 G disminuía la presión mínima para tener un plasma de un factor 10 veces más grande que en el *sputtering* diodo tradicional. Además, se incrementaba el ritmo de deposición considerablemente. Sin embargo, este sistema no llegó a usarse en la práctica. [5]

A principios de los 60 el sistema fue reconsiderado. Katharine Way estudió las descargas en presencia de un campo magnético en relación con la deposición de películas delgadas. Propuso un sistema de magnetrón con el cual la presión de gas llegaba a bajar hasta 6.66×10^{-5} , lo cual era de dos órdenes de magnitud menos que la lograda con cualquier otro sistema de *sputtering*. [5]

Hayakawa y Wasa también estudiaron este tipo de descargas en relación con la inestabilidad del plasma y el *sputtering* en el cátodo. Inventaron el primer sistema con magnetrón planar, el cual usaba un solenoide para crear el campo magnético. A pesar de ello, este sistema tampoco fue usado en la práctica. [5]

En los 70, el *sputtering* con magnetrones utilizando imanes permanentes se generalizó ampliamente, debido a sus potenciales aplicaciones en el crecimiento de láminas sobre silicio para la creación de circuitos integrados. Hoy en día su uso está extendido a un sin fin de aplicaciones que van desde la microelectrónica hasta el vidrio arquitectónico. [5]

Hay principalmente dos sistemas de *sputtering* con magnetrones que se usan en la práctica: Planar y cilíndrico. Como ya hemos comentado en el párrafo anterior en ambas configuraciones, en las proximidades a la superficie del blanco, se superpone al campo eléctrico un campo magnético perpendicular al campo eléctrico. De este modo, los electrones del plasma, describen así trayectorias helicoidales alrededor de las líneas de campo magnético, concentrando un gran número de electrones en la superficie del blanco y aumentando las posibilidades de ionizar átomos del argón. Estos electrones son tanto electrones secundarios procedentes de la colisión con el blanco, como electrones procedentes de la ionización del gas inerte. Ambos tipos de electrones están sometidos a la fuerza de Lorentz ejercida por el campo eléctrico entre los electrodos y los imanes permanentes. Cuando los electrones secundarios tienen una trayectoria radial hacia el exterior, pueden rebasar el perímetro del blanco. Por ello, para evitar que alcancen el sustrato, los electrones son recogidos por el ánodo, situado al rededor el blanco, como se observa en la Figura 12. [1]

La eficiencia de la ionización de los electrones secundarios emitidos se incrementa como consecuencia de alargar sus trayectorias antes de terminar en el ánodo. El efecto final es un aumento de la eficiencia de ionización y una mayor corriente de la descarga del plasma. Todo ello hace posible obtener velocidades de deposición más altas ($1-3\text{nm s}^{-1}$) y alcanzar los espesores de recubrimientos requeridos en tiempos de proceso inferiores a una hora.

En la Figura 11 podemos ver la comparación de la corriente de descarga obtenida tanto en el tradicional *sputtering* diodo como en las configuraciones planar y cilíndrica de *sputtering* magnetrón.

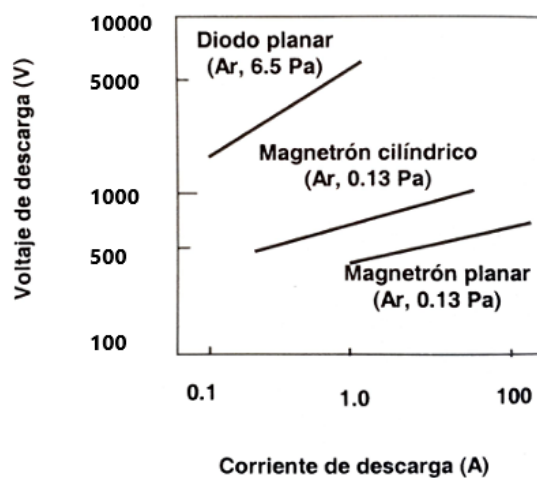


Figura 11: Comparación de las distintas configuraciones para un blanco de aluminio. [1]

Como podemos observar, por ejemplo, para una corriente de 1 A, el potencial necesario disminuye considerablemente de (5000 V a 500 V aproximadamente) incluso permite trabajar con presiones mucho más reducidas, pasando de alrededor de 10^{-2} mbar en el *sputtering* diodo a presiones del orden de 10^{-3} mbar. Este hecho demuestra que la aplicación de un campo magnético de intensidad adecuada permite sostener la descarga con un potencial mucho más accesible, alrededor de 600-800 V. Además, al poder trabajar con presiones más reducidas, la trayectoria de los átomos pulverizados es más direccional y, por ello, alcanzan la superficie del sustrato con mayor energía. Otra ventaja considerable de la aplicación de un campo magnético, es la posibilidad de confinar el plasma en la región próxima al cátodo evitando de esa manera la radiación del plasma con el sustrato.

El conocimiento de los efectos de la interacción de campos magnéticos sobre plasmas ha permitido diseñar y desarrollar diversas técnicas de *sputtering* magnetrón con objeto de optimizar el proceso de deposición y obtener unas mejores características en las capas depositadas. Estas técnicas difieren en la geometría de los electrodos (ánodo y cátodo) y, en la disposición del campo magnético.

En la Figura 12, se muestra un esquema de la configuración de ánodo y cátodo, así como la disposición de los imanes en un magnetrón planar. En esta geometría el cátodo está formado por un disco circular apoyado sobre una placa mediante un soporte aislante. Por debajo de la placa están situados una serie de imanes dispuestos de forma que las líneas de campo magnético corran paralelas a la superficie del cátodo desde la periferia, cerrándose sobre el centro. Para ello, los imanes de los extremos comparten la misma orientación, mientras que el central está girado 180° con respecto a los de los extremos. Por otra parte, el ánodo está formado por la propia carcasa del conjunto, rodeando la parte superior del cátodo y conectado al potencial de tierra. Las líneas del campo magnético paralelas a la superficie del cátodo hacen que los electrones secundarios emitidos por el cátodo describan trayectorias helicoidales, aumentando la densidad del plasma alrededor del cátodo y confinándolo así en esta región.

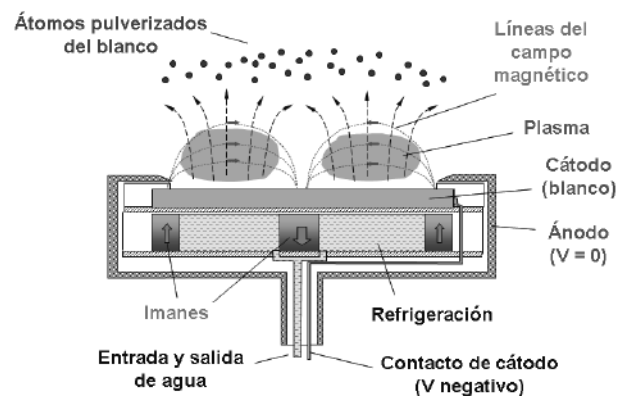


Figura 12: Esquema magnetrón planar [1]

Uno de los aspectos desfavorables, es que la erosión del *sputtering* magnetrón material no es uniforme y hay un cierto desaprovechamiento del material. El plasma es confinado en una región concreta del espacio debido a la interacción entre los campos magnéticos y eléctricos, lo cual provoca un ataque desigual en el blanco. Esto es debido a que el *sputtering* es más intenso donde las líneas de campo magnético son paralelas a la superficie del cátodo. El resultado visible es que el blanco se erosiona en forma de V. Este efecto se muestra en la Figura 13. Típicamente, en un magnetrón convencional, se estima que sólo se ataca entre un 25 % y un 30 % del total del blanco. [4, 8]

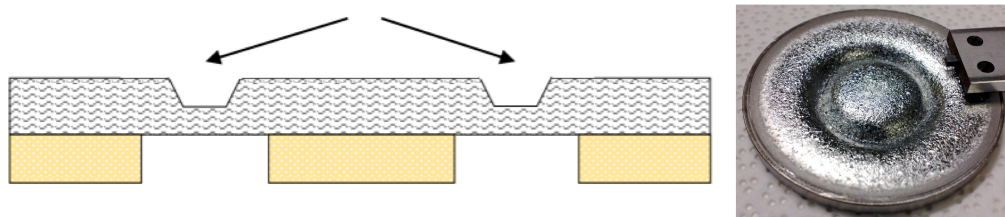


Figura 13: Zona de desgaste del blanco en el sputtering asistido por campo magnético. [13]

2.6.3. Sputtering en corriente alterna

El bombardeo de un blanco no conductor con iones positivos puede dar lugar a una acumulación de carga en la superficie, y, en consecuencia, a un apantallamiento del campo eléctrico. De este modo, la corriente eléctrica cesaría. Por eso, el *sputtering DC* está restringido a materiales conductores, como metales o semiconductores dopados. Este problema puede ser solventado utilizando una fuente de corriente alterna, en donde la carga positiva acumulada en el blanco se compensa al invertir la polaridad en cada semiperiodo. Generalmente, se utilizan fuentes de alta frecuencia (MHz) en el rango de radiofrecuencia (RF). En estas condiciones, aumenta la probabilidad de ionización por impacto de los electrones sobre los iones, aumentando así la densidad del plasma. Esta configuración, recibe el nombre de *sputtering RF* y es ampliamente extendida en la pulverización de materiales no solo aislantes, sino también, conductores o semiconductores. [1]

El funcionamiento se basa en la distinta respuesta de los iones y los electrones del campo cuando se someten a campos eléctricos de alta frecuencia. Cuando la frecuencia es suficientemente alta (MHz), la mayor movilidad de los electrones permite que estos sigan las oscilaciones del campo eléctrico, mientras que los iones se mantienen en una situación efectiva de reposo. En cualquier caso, la polaridad de los electrodos de la descarga, se alterna siguiendo las oscilaciones del campo eléctrico. A pesar de ello, mediante una configuración adecuada de la geometría de los electrodos y, un circuito eléctrico apropiado, es posible conseguir un efecto de autopolarización, permitiendo un bombardeo intenso sobre el electrodo que actúa como cátodo. Esta potencial de autopolarización es aproximadamente igual al valor de pico a pico del potencial aplicado entre los dos electrodos y por tanto puede ser suficiente para ocasionar el *sputtering* del material. La frecuencia típica de las fuentes de *sputtering RF* es de 13,56 MHz, ya que este valor ha sido asignado para aplicaciones industriales y científicas. [2, 8]

En la Figura 14, se muestra una configuración típica de un circuito de alimentación RF de un sistema de *sputtering* diodo.

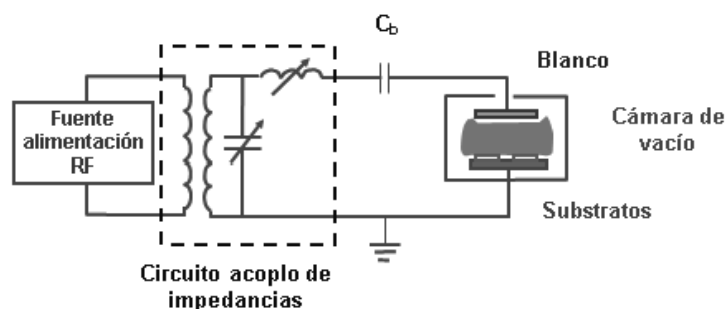


Figura 14: Esquema de un sistema de alimentación del sputtering RF. [1]

En esta configuración, se utiliza un condensador de alta capacidad C_b que está conectado al electrodo que actúa como blanco. Además, la superficie de este electrodo debe ser notablemente inferior a la del electrodo que actúa como ánodo de la descarga. Esta configuración, se conoce como configuración asimétrica y es el principal responsable de la autopolarización. Por otra parte, la alimentación del circuito se realiza a través de una fuente de alimentación RF y un circuito y una adaptación de impedancias. De este modo, la transferencia de potencia de la fuente a la descarga es máxima y se evitan así, daños por calentamiento de ella.

3. Sistema de *sputtering* del Grupo de Magnetismo y Materiales Magnéticos

A continuación, se describe el sistema de *sputtering* del Grupo de Magnetismo y Materiales Magnéticos de la Facultad de Ciencia y Tecnología de la Universidad del País Vasco en el que se ha desarrollado el trabajo. En este apartado, se describen tanto el sistema con sus diferentes características como el propio proceso de *sputtering* y los posibles elementos a controlar de forma automática.

3.1. Descripción del sistema local

Se llevará a cabo una descripción detallada de los componentes del sistema que tenemos en nuestro laboratorio. Se trata del sistema *High Vacuum Coating System CLASSIC 500* del proveedor alemán *Pfeiffer*.

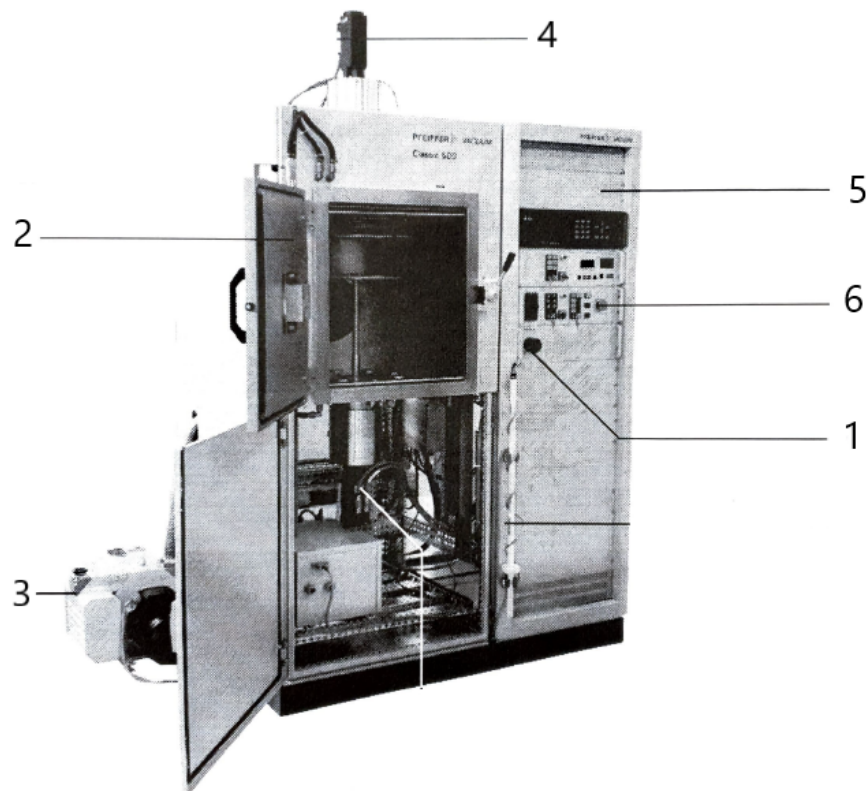


Figura 15: *High Vacuum Coating System CLASSIC 500*.

1 → Válvula de ventilación, 2 → Cámara de vacío, 3 → Bomba rotatoria, 4 → Motor, 5-6 → Controladores,

Según el fabricante, las características de este sistema son las siguientes:

- Dimensiones:
 - Totales del sistema: 1400 × 1000 × 1900 mm
 - Espacio utilizable dentro de la cámara: 500 × 500 × 575 mm
- Peso: 400 kg
- Conexiones eléctricas:
 - Potencia: 3.5-10 KVA
 - Voltaje: 3 × 230-400 V
 - Frecuencia: 50-60 Hz

Los elementos más relevantes del sistema son: la válvula de ventilación (1 de la Figura 15), la cámara de vacío (2), las bombas de vacío (3) y, los controladores (5,6). Los generadores de plasma tanto de DC como de RF y, los magnetrones, que están situados dentro de la cámara de vacío. A continuación, explicaremos cada elemento de manera más detallada.

En la Figura 16, se muestra una visión más detallada del panel con los distintos controladores:



Figura 16: *Panel de control del sistema*

Como se puede observar en la Figura 16, empezando desde la parte superior de la figura se muestran los siguientes controladores: controlador de vacío, controlador de flujo, controlador de temperatura y control de agua y, finalmente, en la parte inferior de la figura se muestran tanto el controlador de los motores del sustrato como del *shutter*.

3.1.1. Cámara de vacío

En la Figura 17 y Figura 18, se muestra la cámara de vacío tanto por su exterior como por su interior.

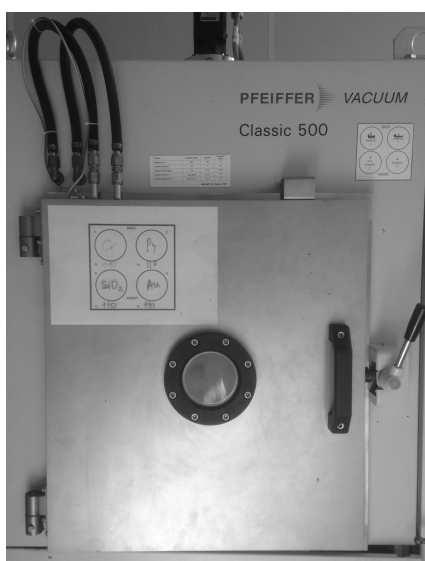


Figura 17: *Exterior de la cámara*

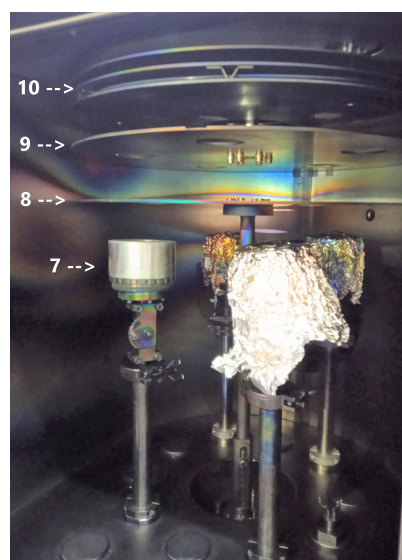


Figura 18: *Interior de la cámara*

La cámara es donde tiene lugar el proceso de *sputtering* (3.2). En su interior, están situados los cuatro magnetrones en la posición (7 de la Figura 18). Encima de ellos, se encuentra el *shutter* (8) y, por encima de él, una base giratoria con espacio para colocar cinco sustratos (9). Más arriba todavía, se encuentra el calentador de los sustratos (10). La cámara está cerrada con una puerta hermética que contiene una ventana desde la que se puede observar el proceso. La presión en la cámara de vacío durante el proceso puede seguirse a través del correspondiente panel de control, pero como hemos mencionado en la introducción, el objetivo es poder controlarlo de manera automática.

3.1.2. Bombas de vacío

Para generar vacío en el interior de la cámara se dispone de una bomba de apoyo o auxiliar, rotatoria marca *Peiffer*, modelo *DUO 35* y una bomba turbomolecular de la misma marca, modelo *TPH 2101*.

La bomba rotatoria es una bomba de desplazamiento positivo más popular y ampliamente utilizada. Bombea desde la presión atmosférica hasta el vacío medio y, se utiliza como bomba primaria dando apoyo a la bomba turbomolecular que describiremos posteriormente. El funcionamiento de esta bomba es muy simple. El rotor de la bomba gira en un estator fijo y esta provisto de paletas que, mediante muelles, están forzadas a estar en contacto permanente con las paredes de estator. Durante el giro, el gas encerrado por las paletas se va comprimiendo progresivamente hasta que alcanza la válvula de salida y es expulsado al exterior. En la Figuras 19 y 20 se muestran el aspecto exterior de la bomba y el funcionamiento explicado en este párrafo.



Figura 19: Bomba de apoyo DUO 35 [15]

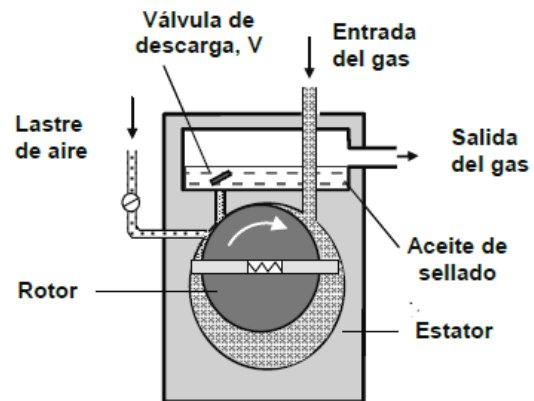


Figura 20: Funcionamiento [1]

Según el fabricante, las características son las siguientes: [15]

- Presión final: 3×10^{-3} mbar
- Velocidad de rotación: 1500 rpm
- Velocidad de bombeo a 50 Hz: 533.33 l/min
- Voltaje: 230-400 V
- Potencia: 1.1 kW
- Dimensiones: 694 × 240 × 340 mm
- Sistema de refrigeración: Standard (aire)

En la Figura 21, podemos ver la bomba turbomolecular acoplada a la cámara de vacío. La bomba turbomolecular es la bomba de alto vacío más utilizada actualmente. Está formada por

un conjunto de pares *rotor/estator* en cascada similar al de las turbinas de vapor. El rotor se compone de una serie de aspas colocadas con un cierto ángulo respecto al eje, decreciente al pasar de un nivel a otro. A su vez, entre cada nivel se intercala el estator construido de forma similar, pero con las aspas estáticas. De esta manera, una molécula que penetra desde la entrada en el espacio cualquiera de los niveles consecutivos del rotor es impulsada hacia la salida por los choques contra dichas aspas.

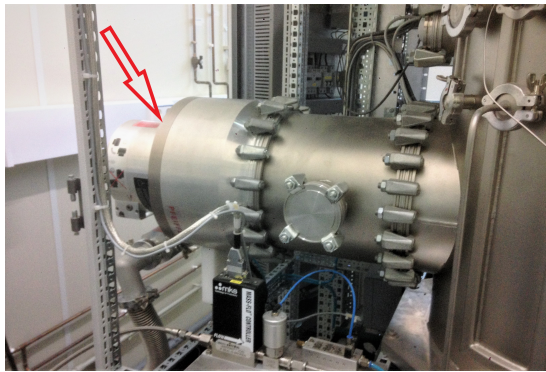


Figura 21: Bomba turbomolecular TPH 2101

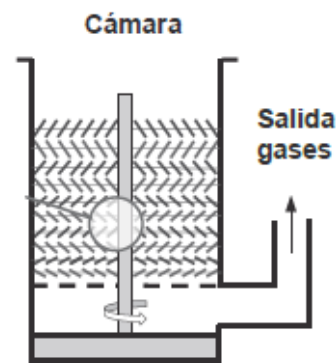


Figura 22: Funcionamiento [1]

Las características de la bomba turbomolecular *TPH 2101* son las siguientes: [14]

- Presión de vacío máxima: $\leq 10^{-7}$ mbar
- Presión de vacío mínima: $\leq 10^{-2}$ mbar
- Velocidad de rotación
 - Nominal: 31500 rpm
 - En *Standby*: 21000 rpm
- Tiempo para alcanzar 90 % de la velocidad nominal (*start-up time*): 8 min
- Conexiones.
 - Voltaje: 140 ± 5 %
 - Corriente: 5,4 A
 - Potencia: 750 W
- Nivel de ruido: 47 dB
- Máxima temperatura permitida en el rotor: 120 °C
- Máxima potencia de radiación de calor permitida: 80 W

3.1.3. Control de presión

El sistema de control de presión consta, por una parte, de un sensor de vacío y, por otra parte, de un medidor y controlador de flujo. El sensor de vacío, es el encargado de medir la presión dentro de la cámara. El sistema utiliza un sensor *Peiffer*, modelo *PKR 251* [17]. Por otro lado, el controlador de flujo del que se dispone es del proveedor *MKS* perteneciente al tipo *2179A* [16]. Mediante este, se puede medir y controlar de una manera precisa la cantidad de argón que se introduce en la cámara de vacío. Las unidades utilizadas en esta tecnología son centímetros cúbicos por minuto estándar (sccm). Para tener una idea de estas unidades, 1 sccm equivale a 10^{-3} l/min.

► Sensor de vacío

El sistema dispone del sensor *Compact FullRange Gauge* del proveedor *Peiffer*, modelo *PKR 251* [17]. Para medir la presión dentro de la cámara de vacío, en la Figura 23 se muestra tanto el propio sensor como la unidad de control y un ejemplo del valor medido por el sensor en la pantalla.



Figura 23: Parte frontal de la unidad de control (*Single Gauge TPG 261*). [1]

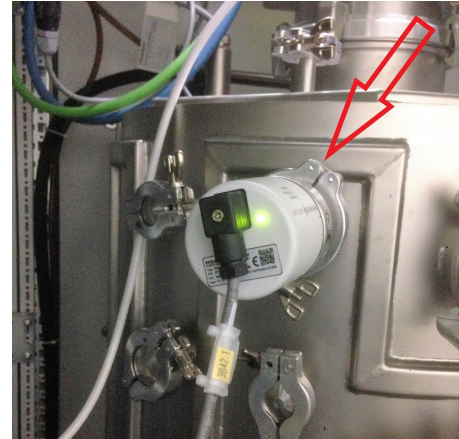


Figura 24: Aspecto del sensor de vacío en la parte trasera

El sensor *PKR 251* consta de dos sistemas de medición independientes. Por una parte, contiene un sensor Pirani basado en el autocalentamiento de una resistencia de platino y, por otro lado, un sensor de magnetrón de cátodo frío de tipo Penning. Este último, se basa en la medida de una corriente iónica producida por una descarga de alta tensión de acuerdo con el magnetrón e indirectamente mide la presión absoluta. Ellos están combinados de tal manera que para el usuario se comportan como un único sistema de medición. El rango de medida del sensor de vacío va desde 5×10^{-9} mbar hasta 1000 mbar. Es decir, desde el ultra-alto vacío, hasta la presión atmosférica. En la Figura 25, se muestra el rango de funcionamiento de cada sistema de medición. [17]

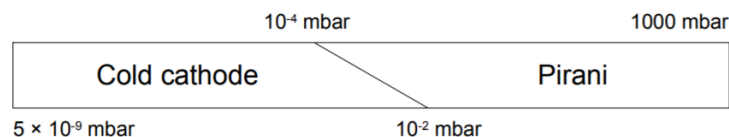


Figura 25: Rango de funcionamiento del sensor de vacío. [17]

► Medidor y controlador de flujo

El medidor de flujo es del fabricante *MKS*, modelo *PR400*. El controlador de flujo (*Mass Flow Controller*) es del tipo *2179A* del proveedor *MKS Instruments*. Mediante ambos, se mide el flujo de masa y se controla el caudal de flujo dependiendo del valor de *set point* que se desea establecer.

En las Figuras 26 y 27, se observa tanto el panel de control como el propio controlador de flujo. Como podemos ver, en el instante de la foto el sistema estaba trabajando a 10 sccm, manteniéndose siempre dentro del rango de la escala completa.



Figura 26: Parte frontal de la unidad de control de flujo de Ar

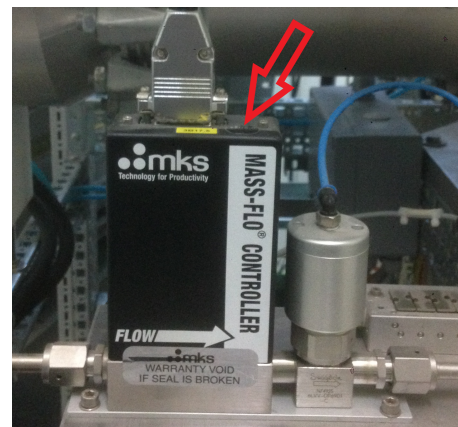


Figura 27: Aspecto del MKS controler en la parte trasera

La precisión del controlador de flujo es de $\pm 1\%$ y el tiempo de asentamiento del controlador es inferior a 2 segundos con un margen de un 2% dentro del *set point* establecido. El rango de escala completa varía desde los 10 sccm hasta los 30000 sccm dependiendo del *type number* que se dispone. Concretamente el código del modelo que tenemos viene identificado por los siguientes números. [16]

2179A X12C R 1 B V SPC1

Los cuatro primeros dígitos nos indica el tipo de modelo que disponemos (conocido como (*Type number*)). Los siguientes 3 nos indican el rango de escala completa en sccm. Teniendo en cuenta la codificación empleada en el manual 12C equivale 110 sccm. Otro de los aspectos importantes viene reflejado con la letra B. Esto especifica el tipo de conector utilizado. En este caso, la letra B hace referencia a un conector de 15 pines de tipo D. [16]

Por otra parte, es importante entender el controlador de una manera más detallada ya que es lo que vamos a intentar automatizar. Una vez que el gas ingresa al controlador de flujo, dicha corriente de gas pasa primero a través de la sección de medición del instrumento para medir así su flujo másico. Después, el gas pasa a través de la válvula de control, para así poder regular y establecer el flujo de gas al valor de consigna previamente establecido. La medición del caudal se basa en la transferencia de calor diferencial entre los elementos calefactores de detección de temperatura que están fijados simétricamente al tubo sensor. Esto detecta el movimiento de la masa térmica que se convierte en flujo de masa a través del calor específico, C_p , del gas. En nuestro caso, el gas empleado es el argón por lo que su capacidad calorífica es $C_p = 0,1244 \text{ cal/g } ^\circ\text{C}$. Después, la señal resultante se amplifica para proporcionar una salida de 0 a 5 VDC que es proporcional al flujo de masa.

El controlador emplea la técnica de medición descrita en el párrafo anterior y utiliza un circuito de control que proporciona una corriente de accionamiento para la válvula de control. El regulador de caudal acepta una señal de consigna de 0 a 5 VDC, la compara con su propia señal de caudal y genera una tensión de error. Esta señal de error es condicionada por un algoritmo PI y amplificada para que pueda reposicionar la válvula de control. De esta manera, se reduce el error del controlador estableciéndose siempre dentro de la resolución del instrumento.

3.1.4. Motores del sustrato y shutter

Son los encargados de rotar tanto el porta-sustratos como el *shutter*. Ambos, están situados en una base giratoria por lo que el movimiento rotativo consiste en la rotación alrededor de un eje fijo, colocado en el centro de la cámara como se muestra en la Figura 18. Actualmente, es un proceso manual y se controla mediante los botones mostrados en la Figura 28.

El *shutter*, (1) de la Figura 18, es una placa situada entre los cuatro magnetrones y el porta-sustratos. Este es el encargado de dar paso al material que se ha de depositar en el sustrato, pero a su vez, también es el encargado de evitar que el material procedente de un cierto blanco alcance el sustrato cuando se desea realizar una deposición de otro material procedente de otro magnetrón o en el proceso de *pre-sputtering*. Tiene por tanto, una doble funcionalidad. Dejar pasar el material o actuar de barrera contra él.

En el motor para controlar la posición del sustrato, (2) de la Figura 18, el funcionamiento es igual al del *shutter*. El objetivo de este es alinear el magnetrón del blanco que se desea depositar, con el correspondiente sustrato para depositar la película delgada. Como la colocación de las muestras se realiza antes de producir el vacío y teniendo en cuenta que hoy en día el uso de estos motores no está automatizado, es conveniente anotar en una hoja tanto la configuración de cada blanco, es decir, la configuración del material a bombardear en cada magnetrón como la posición de cada futura película delgada en el porta-sustratos ya que una vez iniciado el proceso la puerta de la cámara permanece cerrada hasta finalizar.

En la Figura 28, se muestran ambos controladores.



Figura 28: Controlador de motores del sustrato y shutter

3.1.5. Magnetrones y blancos

Hay cuatro magnetrones que son los elementos fundamentales del sistema de *sputtering*. Los dos delanteros son para blancos no magnéticos mientras que los dos traseros se destinan a blancos magnéticos y tienen imanes más potentes. Básicamente, el magnetrón está compuesto por un ánodo (fuente de electrones) y un cátodo (colector de electrones). El funcionamiento del magnetrón está basado en el movimiento de los electrones bajo la influencia de ambos campos, desde el cátodo hasta el ánodo. Son dos las leyes fundamentales que gobiernan su trayectoria.

- La fuerza ejercida por un campo eléctrico sobre un electrón es proporcional a la fuerza del campo. Los electrones tienden a moverse desde un punto de potencial negativo hacia un potencial positivo.
- La fuerza ejercida sobre un electrón en un campo magnético hace que este último tome una trayectoria curva.

En la Figura 29, se muestra una visión global del magnetrón.

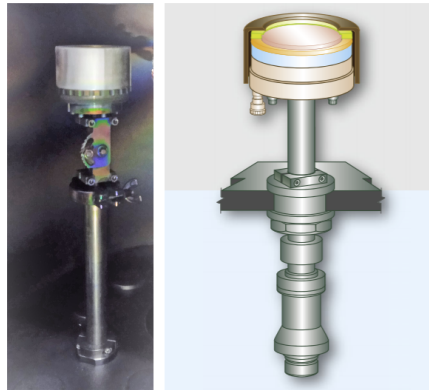


Figura 29: *Magnetron planar IONX-2*

Los magnetrones del sistema son planares, del proveedor alemán *Thin film consulting*, modelo *planar IONX-2*. Según el proveedor, las características de los magnetrones son las siguientes.

- Target
 - Forma: planar/circular
 - Diámetro del blanco: 2"
 - Espesor
 - Standard target: 2-6 mm
 - Magnetic target: Fe 1mm, Ni 2-3 mm
- Magnetrones
 - Diámetro: 81 mm
 - Altura: 51 mm
 - Peso: 2 kg
- Presión de trabajo
 - Materiales no magnéticos: 3×10^{-3} mbar \rightarrow 1×10^{-1} mbar
 - Mejor rendimiento: 5×10^{-3} mbar \rightarrow 5×10^{-2} mbar
- Especificaciones eléctricas
 - Máxima potencia de trabajo DC: 600 W
 - Máxima potencia de trabajo RF: 400 W
 - Máximo voltaje DC: 1000 V
 - Máxima corriente DC: 1 A
- Distancia típica blanco - fuente: 10 cm
- Materiales Standard: Imanes de NdFeB
- Materiales magnéticos (Fe, Co, Ni, ...): Imanes de NdFeB reforzados

Además, los magnetrones también ofrecen la posibilidad de orientarlos en distintos ángulos. Esta posibilidad es de gran interés en el *co-sputtering*, donde se utilizan blancos de distintos elementos y se depositan al mismo tiempo para depositar un compuesto o aleación de estos elementos.

Los blancos son los elementos que proporcionan el material a depositar. Se sitúan en la parte inferior del magnetrón y son los que se bombardean con los iones de argón. Aquí se coloca el material que se desea depositar en el sustrato. Los blancos en este sistema tienen un diámetro de 2

pulgadas (5.08 cm). Por otro lado, dependiendo del material del blanco el grosor y la composición es diferente. En cuanto a los blancos metálicos, el grosor es de 3 mm. En los magnéticos, por el contrario, se utilizan blancos de espesores de 2 mm, para así disminuir el apantallamiento magnético. Por último, en los blancos aislantes el propio material que es bombardeado como puede ser el SiO₂, AlO₃ o Ge suele ir adherido a una base generalmente de cobre el cual le proporciona un buen contacto térmico con el magnetrón. Actualmente están colocados blancos de SiO₂, Au, Cr, Py (permalloy constituido por un 20 % de hierro y 80 % de níquel) pero son muchos los materiales que se pueden utilizar de blanco.

3.1.6. Fuentes de potencia

Las fuentes de corriente, tanto alterna como continua, son las encargadas de transmitir la potencia necesaria a los magnetrones.

► Fuentes de corriente continua

Se dispone de fuentes de corriente continua de dos proveedores distintos. Por una parte, tenemos la fuente marrón mostrada en la Figura 30 del proveedor americano *ADL Embedded Solutions*, modelo *GS15/800*, cuyas características son las siguientes:

- Potencia de salida: 1500 W
- Tensión de salida: 800 V
- Corriente de salida: 3 A
- Método de refrigeración: Por aire
- Alimentación: 3 x 400 V / 50-60 Hz / 1.8 KVA
- Máxima temperatura ambiente: 40 °C
- Peso: 12 Kg

Por otra parte, se dispone de la fuente de alimentación *PFC 1500 DC* del proveedor alemán *Huttinger*. Estas son las características de dicha fuente:

- Potencia de salida: 0-1500 W
- Tensión de salida: 500 V o 1000 V
- Corriente de salida: 3.75 A o 1.87 A
- Método de refrigeración: Por aire
- Alimentación: 3 x 400 V / 50 Hz / 1.8 KVA
- Dimensiones: Rack 19" / 3 unidades de altura / 4.445 cm
- Peso: 14 Kg

► Fuente de corriente alterna

Las fuentes de corriente alterna son también de *Huttinger*, modelo *PF3 300 RF*, cuyas características son las siguientes:

- Potencia de salida: 0-1500 W / 13.56 MHz
- Método de refrigeración: Por aire
- Alimentación: 230 V ±10% / 50 Hz / 850 VA (Potencia aparente)
- Dimensiones: Rack 19" / 3 unidades de altura / 4.445 cm
- Peso: 13 Kg

Las fuentes RF disponen de un adaptador automático de impedancia, marca *Huttinger*, modelo *PFM 1500A*. Los acoples de impedancia son necesarios en el diseño de circuitos RF para poder proporcionar la máxima transferencia de potencia entre la fuente y la carga. Además, puede disminuir la señal de ruido, errores de amplitud y fase etc, posibilitando así, ser más eficientes en el proceso que se debe realizar. La máxima transferencia de potencia, se logra si la impedancia de la fuente es igual a la impedancia compleja conjugada de la carga, es decir, si estas tienen resistencia igual o parte real igual y reactancias opuestas. En el caso de nuestro adaptador de impedancias, haciendo referencia a la Figura 14 es importante mencionar que el auto-inductor es parcialmente variable. Es decir, una vez fijado no se puede cambiar el valor durante la ejecución del proceso. Por otro lado, el condensador si es variable por lo que esto permite cambiar la capacidad y ajustarla en cada momento. El ajuste se realiza automáticamente moviendo el condensador variable para minimizar la potencia reflejada. En la Figura 30, se muestran tanto las fuentes de corriente continua como de corriente alterna.

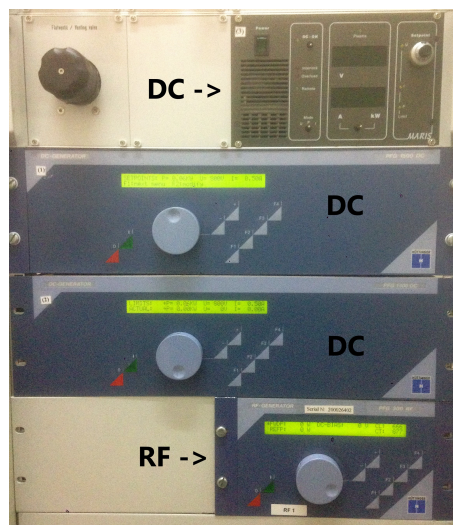


Figura 30: Las tres primeras son fuentes de DC mientras que la última es una fuente de RF

3.2. Proceso de *sputtering*

El proceso completo de preparación de muestras por *sputtering* se puede dividir en tres etapas.

► Carga de muestras

En esta primera etapa se realizan distintos procesos. Primero, las bases con los sustratos sobre las que crecerá la película se colocan en cada uno de los huecos dispuestos dentro de la cámara. Después, se dispone el *shutter* de manera que el blanco quede tapado con respecto al sustrato. Esta será la posición de limpieza del blanco, es decir, el *pre-sputter* que se realiza antes de cualquier deposición. Tras memorizar esta posición en el control de motores, se buscan las posiciones en las que el *shutter* esté abierto, es decir, deje el paso entre el blanco y cada uno de los sustratos. Cuando todas las posiciones están memorizadas, se cierra la cámara y se prepara para hacer vacío.

► Proceso propio de *sputtering*

Esta es la etapa fundamental del proceso. En ella se prepara la atmósfera adecuada para la deposición y después se realiza dicha deposición para la obtención de la película delgada. Este proceso debe estar bien estructurado y debe seguir unas pautas bien marcadas.

Primero debemos asegurarnos de que la puerta hermética de la Figura 50 esté cerrada. A su vez, también hay que verificar que la válvula de ventilación de la Figura 51 esté cerrada. Una vez realizados estos primeros dos pasos el siguiente paso es comenzar a retirar aire de la cámara. Para ello, utilizaremos la bomba rotatoria, mediante la cual, se generará el vacío previo. Por tanto, el siguiente paso es asegurarse de que la bomba turbomolecular esté apagada. Se comprueba en el panel de vacío mostrado en la Figura 52 que la opción TMP 023 se encuentra en *off*. En la bomba rotatoria, se debe colocar el *ballast*, válvula amarilla de la Figura 53, en la posición 1 y a continuación encender el controlador de vacío, pulsando sobre el botón de arranque situado debajo del piloto verde en el panel de vacío mostrado en la Figura 54. Una vez realizada dicha acción, se deberá esperar alrededor de 5 minutos antes de volver a colocar el *ballast* en la posición 0 mostrado en la Figura 55. Este proceso, se realiza con el objetivo de que se elimine el vapor de agua de la cámara y no se condense en el interior de la bomba. Por tanto, si la cámara previamente ha estado cerrada, no hace falta esperar 5 minutos y con 2 minutos será suficiente ya que el vapor de agua en el interior será nulo.

Con la ayuda de la bomba rotatoria, (Figura 19), la presión comenzará a disminuir. Esta bomba, es la encargada de realizar el vacío previo por lo que cuando el valor de la presión sea inferior a 4×10^{-2} mbar, (Figura 56) se podrá encender la turbomolecular. Para ello, en primer lugar, se deberá abrir la llave de agua fría (Figura 57) y, verificar en el sensor el caudal de agua es adecuado. Después se pulsará el botón de *water-cool* mostrado en la Figura 57 y, se debe comprobar que el botón de *water ok* se enciende. Tras verificar esto, se debe volver a pulsar el botón de *water-cool*. Una vez realizadas estas operaciones, se procederá a encender la bomba turbomolecular. Para ello, se deberá pulsar al mismo tiempo las dos flechas indicadas en la Figura 23, a continuación, pulsar sobre la flecha de la derecha y posteriormente se deberá pulsar otra vez al mismo tiempo las dos flechas. Una vez que la turbo esté en marcha la presión empezará a bajar y se deberá esperar hasta alcanzar alrededor de 10^{-6} mbar, es decir, el valor establecido de presión base.

Una vez alcanzada la presión base, proceso que puede durar entre 2 y 8 horas dependiendo de la presión final deseada, el siguiente paso es preparar la cámara con la presión de argón deseada. Para ello, se deberá abrir la botella de argón, mostrada en la Figura 60 y, posteriormente se debe encender el controlador de flujo másico *MKS*, moviendo el botón de *power* a *on*. Este botón, se muestra en la Figura 26. Una vez que el controlador de flujo está en marcha, se establece un flujo predeterminado de argón. Este será el valor por defecto al inicializarse el sistema. Después, se procederá a pulsar el botón del *throttle* para activarlo, mostrado en la Figura 59. El *throttle*, es un tipo de válvula de presión ubicada entre la bomba turbomolecular y la cámara de vacío que al cerrarse limita el poder de succión de la turbo y la presión de la cámara aumenta. La presión final en la cámara, será controlada con la ayuda del controlador diseñado, mediante el control de flujo de Ar, con el objetivo de obtener el valor de consigna definido para el proceso de deposición.

Una vez que la presión es la adecuada para el *sputtering*, dependiendo del blanco a depositar se establece la potencia de las fuentes y un límite máximo tanto de voltaje como de tensión cuyos valores suelen ser, 800 V y 0.5 A respectivamente.

Antes de comenzar con la deposición se debe realizar un *pre-sputtering* para asegurarse de que el blanco queda limpio. Mediante este *pre-sputter*, se evitan las impurezas y, se elimina la posible capa de óxido que pueda haber sobre el blanco. Normalmente, este proceso de *pre-sputtering* suele durar de 2 a 5 minutos, dependiendo de la última vez que ese mismo blanco fue bombardeado. Durante este proceso, el *shutter*, (1) de la Figura 18, tiene que estar cerra-

do, de tal manera que el material oxidado y con impurezas extraído del blanco no llega al sustrato.

Tras realizar el *pre-sputtering* empieza la deposición propiamente dicha. En este paso, se debe elegir actualmente de forma manual, las posiciones tanto del *shutter* como del sustrato guardadas previamente, para así, realizar la deposición del blanco en el sustrato correspondiente. Para las condiciones de cada determinado proceso, el tiempo de funcionamiento de las fuentes está preestablecido en función del espesor de la película delgada que se desea obtener. Una vez realizada la deposición se apagarán las fuentes de potencia y, se parará el flujo entrante de argón pulsando sobre el botón gris de *off* mostrado en la Figura 26. Una vez que el flujo de entrada a la cámara es nulo, se debe apagar el controlador moviendo el botón de *power* a la posición de *off* mostrado en la Figura 26 y cerrar la botella de argón como se muestra en la Figura 60. El siguiente paso, es desactivar el *throttle* señalado en la Figura 59 de manera que la presión empieza a subir. Luego, se debe apagar la turbo y aproximadamente una hora después la turbo se parará por completo. Es entonces cuando se deberá apagar la bomba rotatoria y cerrar el agua mostrado en la Figura 57. Finalmente, se abrirá la válvula de ventilación, (Figura 51), girándola hacia la derecha y al cabo de unos segundos la presión dentro de la cámara y fuera será la misma por lo que se podrá abrir la cámara fácilmente.

► **Descarga de muestras** Una vez que se abre la puerta hermética de la cámara se podrá extraer las muestras. Al igual que la carga de muestras este es un proceso manual el cual no se puede automatizar.

3.3. Elementos susceptibles de control

La preparación de muestras con el sistema de *sputtering* local es un proceso complejo donde hoy en día los distintos sistemas se controlan de forma manual. Entre las variables de los que depende el proceso están: La potencia de las fuentes y el tiempo de deposición, el control de los motores para las posiciones del *shutter* y sustrato, la presión de la cámara, el ángulo de depósito, etc.

- **Potencia y tiempo de funcionamiento de las fuentes:** La velocidad de pulverización del blanco es directamente proporcional a la potencia. Al doblar la potencia se dobla aproximadamente la velocidad de pulverización. Al aumentar el valor tanto de la potencia como del tiempo de deposición, se aumenta por lo tanto el grosor de la capa delgada. La potencia aplicada depende del blanco a depositar y se establece de forma manual antes de iniciar la deposición. Tanto el tiempo de encendido como la potencia son dos variables a controlar en una posible automatización del sistema.
- **Posición del sustrato y *shutter*:** Como se ha mencionado en el apartado (3.1.4) la selección de la posición tanto del sustrato como del *shutter* se realiza de forma manual, usando unos controladores que sirven de *front-end* de los drivers que controlan el movimiento de los motores. La posición del sustrato, se controla mediante el controlador situado en la izquierda de la Figura 28, mientras que para controlar la posición del *shutter* se utiliza el controlador de la derecha. Ambas posiciones, se establecen y memorizan con la cámara abierta y se verifica que al accionar la rotación de las posiciones se obtienen las posiciones previamente elegidas. Como se puede observar, actualmente es un proceso manual, en el sentido que se han de accionar los botones para la rotación de las distintas bases giratorias. El protocolo de los drivers de comunicación que controlan el motor es complejo, lo que dificulta su automatización.
- **Presión en la cámara de vacío:** Hay dos tipos de presiones que hay que tener en cuenta en un proceso de *sputtering*: La presión base, y la presión de trabajo. La presión base, es la

presión a la cual se evacuan los gases del sistema antes de iniciar el proceso de recubrimiento. Esta presión, se monitoriza mediante el panel mostrado en la Figura 23 y es del orden de 10^{-6} - 10^{-7} mbar lo que garantiza una reducida cantidad de moléculas en la cámara. La presión de trabajo, por el contrario, es la presión final del proceso de *sputtering* después de haber adicionado el gas de proceso, en nuestro caso el argón. El orden de la presión de trabajo es de 10^{-3} - 10^{-4} mbar. Cuanto más elevada sea la presión de trabajo, mayor será la densidad atómica y con ello el número de colisiones aumentara disminuyendo la energía de llegada de los átomos a la superficie. Además, habrá un mayor número de iones bombardeando el cátodo y, por tanto, una mayor tasa de pulverización. Aquí también es necesario encontrar un valor óptimo de presión de trabajo. El objetivo de este trabajo será automatizar este sistema. [13]

A pesar de que el uso de ellos no se puede automatizar, otras variables importantes son la distancia entre el blanco y el sustrato y, el ángulo de deposición.

- **Distancia entre el blanco y el sustrato:** A mayor distancia, aumenta la probabilidad de colisión entre las moléculas, pero por el contrario disminuye la energía de llegada de estas a la superficie. Cuantas más colisiones se produzcan, menor será la tasa de depósito en el sustrato. [13] En el sistema de *sputtering* local, la distancia entre el blanco y el porta-sustratos se mantiene fijada desde un inicio y generalmente es de 110 mm. Esta distancia se apreciar ver en la Figura 18.
- **Ángulo de depósito:** Generalmente, sustrato y blanco están dispuestos de forma paralela. Aun así, una variación en el ángulo de deposición (*co-sputtering*) puede conseguirse inclinando el sustrato o el blanco según el depósito. De esta forma, se marca una nueva dirección preferente en el crecimiento de la película, y se pueden producir potencialmente anisótropos, es decir sus propiedades varían en las diferentes direcciones del espacio. Además, inclinando los magnetrones hacia un sustrato determinado se puede conseguir el *co-sputtering*, en el que el depósito está compuesto por una mezcla de los materiales de los blancos. [7]

4. Control de la presión de trabajo

Como se ha comentado en el apartado anterior (3.3) son varios los elementos que se pueden controlar de manera remota en el *sputtering*. En este trabajo, nos centramos en el control de la presión de trabajo. La presión del gas en la cámara es uno de los factores más a tener en cuenta ya que determina el camino libre medio y la densidad del plasma y, por tanto, esto afecta de forma directa a la tasa de deposición. Actualmente, la presión de argón se controla manualmente mediante el panel de control situado en la parte derecha del sistema.

El objetivo como se ha comentado en la introducción, es, por tanto, controlar la presión de trabajo de Ar que se desea tener durante el proceso de *sputtering*. Durante el proceso, la bomba torbomolecular está funcionando por lo que esta sigue extrayendo moléculas del interior de la cámara, aunque a un ritmo disminuido por encontrarse la válvula del *throttle* cerrada. Por tanto, se debe mantener un flujo de Ar adecuado para mantener la presión base en un valor de consigna adecuado durante todo el proceso de deposición. Para cumplir dicho objetivo, se implementará un controlador mediante el entorno de desarrollo *LabVIEW*.

4.1. Comunicación con el sistema

Para poder controlar de manera automática el flujo de argón y, por tanto, la presión en la cámara de vacío se requiere previamente la conexión de varios elementos del sistema a un ordenador. En este caso, el dato que debemos extraer es el valor de la presión que el sensor de vacío mide constantemente, mostrado en la Figura 23. Por otro lado, dependiendo del valor de la presión el controlador determinará un valor de argón. Para comunicarse con el controlador de flujo y realizar el control de forma remota, se requiere una comunicación serie RS-232. Ambas unidades de control, disponen de un puerto en la parte trasera. La parte trasera de la unidad de control del sistema de vacío, se muestra en la Figura 31. La otra salida del cable con conexión USB la hemos conectado a un concentrador USB para finalmente conectar un único USB a nuestro ordenador.

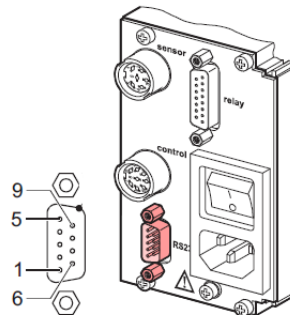


Figura 31: Parte trasera unidades de control (Single Gauge TPG 261) [18]

4.2. Diseño del controlador

4.2.1. Conceptos básicos

Un sistema de control es un conjunto de elementos interrelacionados capaces de realizar una operación dada. En el ámbito del control, estos sistemas son generalmente representados en forma de diagrama de bloques, en los que se ofrece una expresión visual y simplificada de las relaciones entre la entrada y la salida de un sistema físico. En este sistema de bloques, cada componente del sistema de control se conoce como elemento y, se representa por medio de un rectángulo. Por otro lado, la interacción entre los bloques se representa mediante flechas que indican el sentido del

flujo de la información. Para realizar las operaciones necesarias de adición y sustracción, se representa un pequeño círculo en el que la salida es la suma algebraica de las entradas con sus signos. [20]

Cabe mencionar que los sistemas de regulación pueden dividirse en dos grupos. Por una parte, están los sistemas de lazo abierto. Reciben este nombre aquellos en los que la señal de salida no influye sobre la señal de entrada, es decir, la acción de control es independiente de la salida. Por otra parte, están los sistemas de lazo cerrado. Si en un sistema de lazo abierto existen perturbaciones, no se obtiene siempre la variable de salida deseada, por lo que se utiliza un sistema en el que haya una relación entre la entrada y la salida. Dicho de otro modo, un sistema de lazo cerrado, es aquel en el cual la acción de control depende de la salida. Para eso, es necesario que la entrada sea modificada en cada instante en función de la salida. Esto se consigue por medio de lo que llamamos realimentación (*feedback*). [20]

Teniendo en cuenta las consideraciones previas, en nuestro caso nos encontramos por tanto ante un sistema de lazo cerrado. En la Figura 32 se muestra el diagrama de bloques.



Figura 32: Diagrama de bloques del sistema. [20]

El actuador es el dispositivo que realiza la acción de control sobre la planta. En nuestro caso, el encargado de realizar dicha acción es el controlador de flujo, mostrado en la Figura 26. Este recibe la información del controlador y dependiendo de la variable de salida regulada $y(t)$, es decir, dependiendo del valor de la presión, proporcionará más o menos flujo de argón a la planta o lo que es lo mismo a la cámara de vacío.

La salida del sistema de regulación se realimenta mediante un captador. En este caso, el sensor (*Compact FuLLRange Gauge-PKR 251*) presente en la Figura 23, sería el captador, ya que mediante este, medimos la presión en cada instante. Esta presión se compara con la señal de referencia, es decir, con la presión de salida deseada, con lo que se genera una señal de error dada por la siguiente ecuación,

$$e(t) = r(t) - b(t)$$

donde $e(t)$ es la señal de error, $r(t)$ la señal de referencia y $b(t)$ la variable realimentada. Pueden suceder dos cosas.

1. Que la señal de error sea nula. En este caso, la salida tendrá exactamente el valor previsto. Es decir, la presión deseada y la presión de salida obtenida son iguales.
2. Que la señal de error no sea nula. Esta señal de error actúa sobre el controlador que a su salida proporciona una señal que, a través del elemento accionador influye en el proceso para que la salida alcance el valor deseado y de esta manera la señal de error se anule.

El objetivo del diseño es que las variables controladas, representadas por el vector de salida $c(t)$ se comporten de la manera deseada. El controlador o regulador es el cerebro del sistema de control y es el elemento que determina el comportamiento del bucle, por lo que debe ser un componente diseñado con gran precisión. Mientras que la variable controlada, se mantenga con

el valor previsto, el controlador no actuara sobre el elemento actuador, pero si el valor de la variable se aleja del establecido, el regulador modifica su señal, ordenando al accionador que actúe sobre el proceso corrigiendo así dicho alejamiento. Algunas de estas acciones se conocen como acciones básicas de control, mientras que otras se pueden presentar como combinaciones de las acciones básicas. En la *Tabla II*, se muestra tanto las acciones básicas como las posibles combinaciones utilizando dichas acciones.

Tabla II: *Combinaciones de acciones básicas de control.* [22]

Acciones Básicas	Combinación de acciones básicas
Proporcional (P)	Proporcional - Integrador (PI)
Derivador (D)	Proporcional - Derivador (PD)
Integrador (I)	Proporcional - Integrador - Derivador (PID)

El siguiente paso es determinar el tipo de controlador. En nuestro caso el controlador empleado ha sido un PI, es decir, solo se han empleado el control proporcional y el integral. Se puede demostrar que un control PI es adecuado para todos los procesos donde la dinámica es esencialmente de primer orden. A continuación, describiremos cada apartado del controlador. [20]

Controlador proporcional (P): En este regulador, la señal de accionamiento es proporcional a la señal de error del sistema. Si la señal de error es grande, el valor de la variable regulada es grande y viceversa. Es el más simple de todos los tipos de control y consiste simplemente en amplificar la señal de error antes de aplicarla al actuador que este a su vez incidirá en el proceso. La función de transferencia de este tipo de control se reduce a una variable real, denominada K_p que determina el nivel de amplificación del elemento de control.

Si volvemos a la Figura 32, en un control proporcional tendremos: $K_p = \frac{y(t)}{e(t)}$. Si la ganancia proporcional es demasiado elevada el controlador provoca grandes cambios en el elemento actuador frente a ligeras desviaciones de la variable regulada. Si la ganancia proporcional es demasiado pequeña, la respuesta del controlador será demasiado débil y produciría una regulación no satisfactoria.

Controlador de acción proporcional e integral (PI): En la práctica el control proporcional es a menudo aplicado conjuntamente con el control integral, formando así un PI, para encontrar un compromiso entre el transitorio y el permanente de la de la respuesta temporal. La salida del bloque de control PI responde a la siguiente ecuación:

$$y(t) = K_p e(t) + \frac{K_p}{T_i} \int_0^t e(t) dt$$

donde K_p y T_i son los parámetros ajustables del sistema. A T_i se le denomina tiempo integral y controla la acción integral del sistema. El tiempo integral da idea del tiempo que tarda la respuesta temporal en alcanzar el permanente. Si T_i es muy grande, la pendiente de la rampa correspondiente al efecto integral será pequeña y, por tanto, el efecto de esta acción será suave y, viceversa. Analizando el sistema en el dominio de Laplace ¹, obtenemos

$$Y(s) = K_p E(s) \left(1 + \frac{1}{T_i s} \right) \Rightarrow \frac{Y(s)}{E(s)} = K_p \left(1 + \frac{1}{T_i s} \right)$$

¹Donde $Y(s)$ y $E(s)$ es la transformada de Laplace de $y(t)$ y $e(t)$, que convierte una función de variable real t a una función de variable compleja s .

la cual representa la función de transferencia correspondiente al controlador PI.

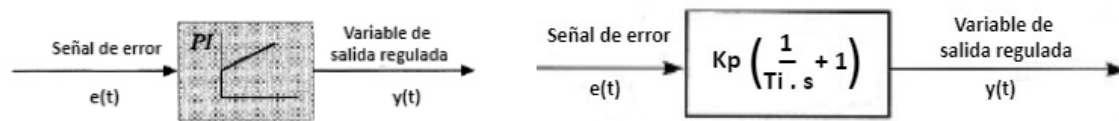


Figura 33: En la figura de la izquierda podemos ver la pendiente que genera el PI y en la derecha observamos la función de transferencia. [20]

Como se observa en la Figura 33, la respuesta del controlador PI es la suma de las respuestas de un controlador proporcional y uno integral lo que proporciona una respuesta instantánea al producirse la correspondiente señal de error provocada por el control proporcional que se encargara de extinguir totalmente la señal de error. [20] [21]

4.2.2. Sintonía controlador PI

Para sintonizar el controlador se han utilizado dos métodos de ajuste de los parámetros del PI. Por una parte, se ha utilizado el el método de Ziegler y Nichols y, por otra parte, se ha empleado el método de prueba-error, muy utilizado por su sencillez y basado en experiencia del sintonizador.

► Metodo de Ziegler Nichols

En este método el ajuste debe realizarse con el sistema en lazo cerrado donde inicialmente colocaremos el tiempo integral en cero y únicamente comenzaremos a aumentar experimentalmente la ganancia proporcional hasta conseguir en la salida, es decir, en la presión, una respuesta oscilatoria con una amplitud constante.

En la Figura 34, se muestran las oscilaciones de la presión y el valor correspondiente de la ganancia.

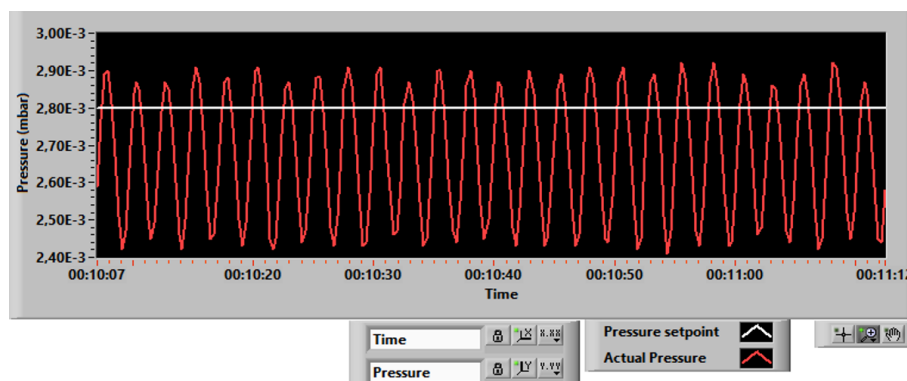


Figura 34: Oscilaciones para $K_u=60000$

La ganancia que consigue la respuesta oscilatoria con una amplitud constante, nos indica que dicha respuesta será nuestra ganancia límite o ganancia crítica: K_u . A partir de la respuesta, se calcula el periodo crítico: T_u . Con estos dos parámetros procedemos a encontrar las constantes de nuestro controlador siguiendo el siguiente ajuste PI mostrado en la Tabla III.

$$K_u = 60000 \quad T_u = 65/25 = 2,5 \text{ s}$$

Tabla III: *Calculo de parámetros en lazo cerrado 2.método Ziegler y Nichols [22]*

	K	T_i	T_d
P	$0.5K_u$		
PI	$0.4K_u$	$0.8T_u$	
PID	$0.6K_u$	$0.5T_u$	$0.125T_u$

Está claro que este tipo de sintonía tiene su mayor ventaja principalmente cuando no conocemos el modelo matemático de la planta que deseamos controlar y, por eso, simplemente incrementando la ganancia podremos encontrar la ganancia y periodo críticos.

Cuando el sistema llega a la ganancia crítica o ganancia límite, indica que está al borde de la inestabilidad. Gráficamente en el diagrama de polos y ceros, nos indica que los polos del sistema de lazo cerrado se encuentran sobre el eje imaginario, y un pequeño incremento en la ganancia provocará la inestabilidad. Hay que tener en cuenta que para que el sistema oscile, deberá tener un orden igual o superior a 3, o por lo menos deberá tener un retardo de tiempo, que hará que los polos crucen por el eje imaginario. Los valores finalmente establecidos son por tanto los siguientes:

$$K_p = 24000 \quad T_i = 0,033 \text{ min}$$

► Método de prueba-error

En este otro método, se parte de un control proporcional K_p bajo y el valor de este se aumenta hasta el punto de que el error estacionario sea el mínimo posible, evitando las oscilaciones y considerando una velocidad de respuesta aceptable. El aumento del control proporcional hace que la velocidad de respuesta sea mayor pero un valor excesivo del control proporcional proporciona unas oscilaciones no deseadas. Por tanto, una vez establecido el valor del control proporcional adecuado, se ha ido incrementado el tiempo integral T_i poco a poco para así, ir reduciendo el error estacionario. El incremento tiempo integral además de reducir el error estacionario, también aumenta la velocidad de respuesta del sistema. Los valores establecidos son los siguientes:

$$K_p = 5000 \quad T_i = 0,095 \text{ min}$$

4.3. Implementación del controlador mediante *LabVIEW*

Para el diseño del controlador de la presión se ha empleado el lenguaje de programación *LabVIEW*. *LabVIEW* es una plataforma y entorno de desarrollo para diseñar sistemas, con un lenguaje de programación visual gráfico pensado para sistemas hardware y software de pruebas, control y diseño.

En este apartado describiremos tanto la propia programación en el *Block Diagram* como los resultados en el *Front Panel*. Los apéndices A.1 y A.2 proporcionan información detallada sobre el flujo del código desarrollado en *LabVIEW*.

4.3.1. *Block Diagram*

El propio código está en el *Block Diagram* y aquí el programa entero está diseñado dentro de una estructura llamada *Flat Sequence Structure*, la cual se ha dividido en tres bloques. Estos tres bloques, se muestran en la Figura 35. Además, también se puede observar en el apéndice A.3, una visión global del código mediante un diagrama de flujo.

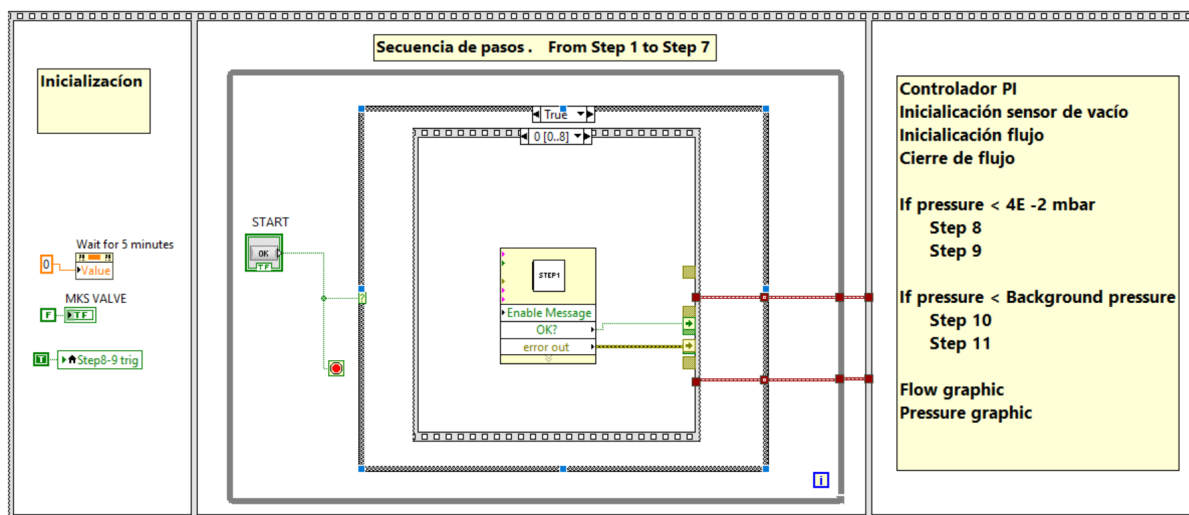


Figura 35: *Vision global del programa*

En la etapa de inicialización se pueden observar tres elementos. Por una parte, tenemos la inicialización del cronometro de 5 minutos presente en el *step 6*, mostrado en la Figura 55. Este cronometro marca el tiempo de espera desde que se enciende la bomba rotatoria, (Figura 54), hasta volver a colocar el *ballast* en la posición 0. Por otro lado, las otras dos son inicializaciones de tipo booleano y corresponden a las dos estructuras de comparación presentes en la tercera etapa del *Flat Sequence Structure*.

La segunda etapa corresponde a la secuencia de pasos entre el *step 1*, mostrado en la Figura 50 del apéndice A.2 y, el *step 7*, mostrado en la Figura 56 del mismo apéndice. Esta etapa comienza con el inicio del programa, pulsando el botón *start*. De esta forma, los pasos irán apareciendo de forma secuencial tal y como se muestra en la Figura 61. Una vez realizados los siete pasos pasamos a la tercera etapa que es el corazón del programa. Esta etapa está formada por las estructuras mencionadas en el tercer bloque de la Figura 35. A continuación, analizaremos las estructuras detalladamente. Por una parte, tenemos el propio controlador PI. Este se muestra en la Figura 36.

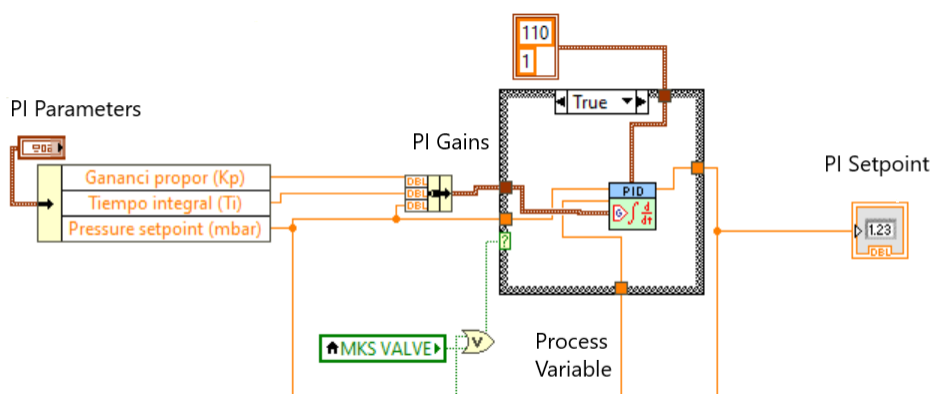


Figura 36: *Implementación del PI mediante LabVIEW*

Observando la Figura 36, se pueden ver distintas partes. A la izquierda de dicha figura, están los parámetros del PI, es decir, la ganancia proporcional (K_p) y el tiempo integral (T_i). Además, también se puede ver el *pressure setpoint*, en definitiva, el valor de la presión de trabajo que se

desea ajustar. Este valor proveniente del *pressure setpoint* será ingresado en la Figura 39 tal y como se muestra en la misma con el objetivo de representarlo gráficamente. Estos tres elementos se unifican mediante un *bundle* y suponen la entrada del *PI gains* de nuestro controlador PI. Las tres entradas del PI son, por tanto: el *PI gains*, el *pressure setpoint* y la presión que mide el sensor de vacío, conocida como *process variable*. Este último parámetro se toma directamente del sensor de vacío. La salida del PI, por el contrario, proporciona el flujo de argón necesario para obtener la presión deseada, el cual varía entre 1 sccm y 110 sccm. Este *PI setpoint* irá destinado por una parte al controlador de flujo y, por otra parte, a la entrada para la adquisición de la gráfica del flujo presente en la Figura 39.

Por otro lado, están los condicionales mostrados en las Figuras 37 y 38, respectivamente. Estos bloques dan paso a los *step 8-9-10-11* mostrados entre la Figura 57 y la Figura 60 en el apéndice A.2.

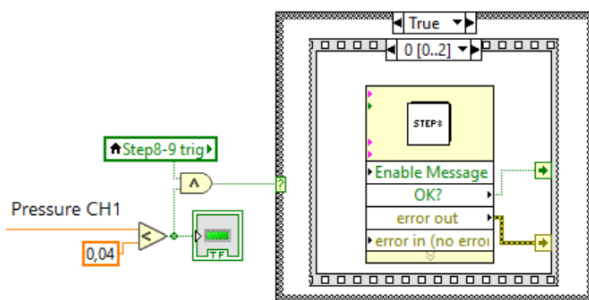


Figura 37: Condición para step 8-9

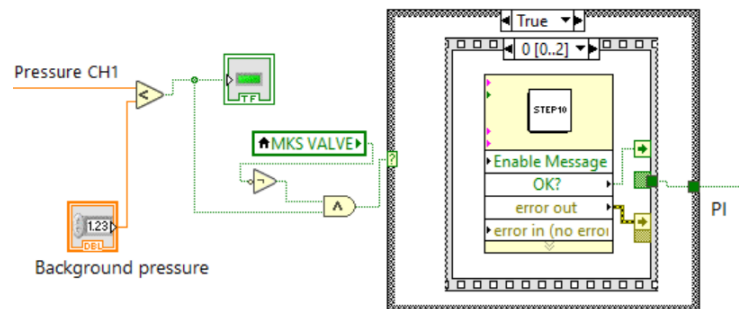


Figura 38: Condición para step 10-11

Ambas estructuras de bloques tienen un objetivo parecido. La finalidad es que los pasos solo se muestren una vez se cumplan las especificaciones, por lo que cuando el nivel de vacío medido por el sensor (*Pressure CH1*) de la Figura 39 sea inferior a $4 \cdot 10^{-2}$ mbar se deberá de proceder a encender la bomba turbomolecular presente en la Figura 57, y así completar los *step 8* y *9*. Por otra parte, en el bloque de la Figura 38 se vuelve a comparar la presión medida por el sensor de vacío (3.1.3) con la presión establecida como presión base. Cuando la primera sea inferior a esta última, se mostrarán los *step 10* y *11*.

En cuanto a las representaciones gráficas tanto de la presión como del flujo se han obtenido mediante la estructura presente en la Figura 39.

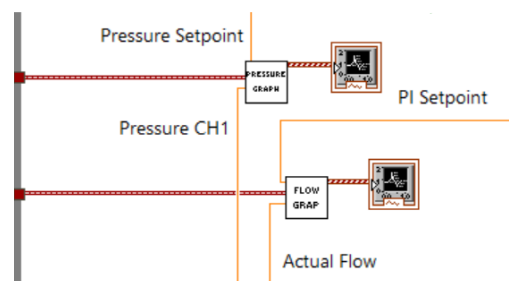


Figura 39: Implementación de las gráficas de presión y flujo

Como se puede observar en cada una de las gráficas se representan dos datos. Por una parte, en la gráfica de la presión se muestran tanto la presión medida por el sensor de vacío *pressure*

CH1 como el *pressure setpoint*, presión establecida como presión de trabajo. Por otra parte, en la otra gráfica se muestran tanto el *actual flow*, es decir, el flujo entrante en la cámara, como el *PI setpoint*, el valor del flujo obtenido mediante el PI presente en la figura 36.

4.3.2. Front Panel

Los resultados se muestran en el llamado *Front Panel*. En todas las gráficas presentes en las distintas figuras, la representación tanto de cada gráfica como de los colores es la siguiente: La gráfica superior corresponde al flujo, en la que la línea azul corresponde a la salida del PI, es decir, al *PI setpoint*. La línea roja indica el *actual flow*, esto es, el flujo entrante a la cámara en cada instante de tiempo. La gráfica inferior representa la presión que es lo que se desea controlar. En color blanco se muestra el valor de consigna de la presión, es decir, el *pressure setpoint* y en color rojo la presión medida por el sensor de vacío, es decir, el *actual pressure*, también llamado *process variable* en la Figura 36 o *pressure CH1* en la Figura 39.

En la Figura 40 se muestra la apariencia del *Front panel* una vez dentro del programa diseñado.

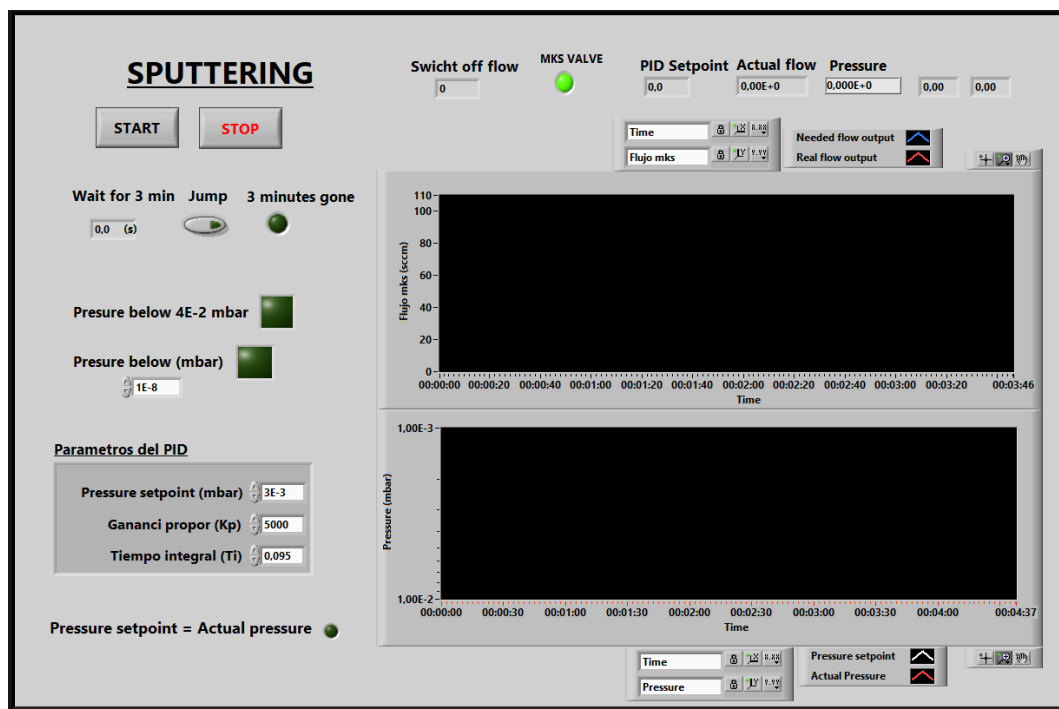


Figura 40: Aspecto del Front panel una vez abierto el programa

► Comparación de ambos métodos de sintonía

En las Figuras 41 y 42 se muestra el resultado del control de la presión para ambos métodos descritos en el apartado (4.2.2). Para ello, se ha establecido el rango típico de presión de trabajo cuyos valores varían desde 3×10^{-3} mbar hasta 4×10^{-3} mbar y se ha observado la respuesta del controlador tanto al incrementar como al disminuir la presión. A lo largo de todo el proceso, la bomba turbomolecular opera en régimen estacionario a una velocidad de 525 Hz.

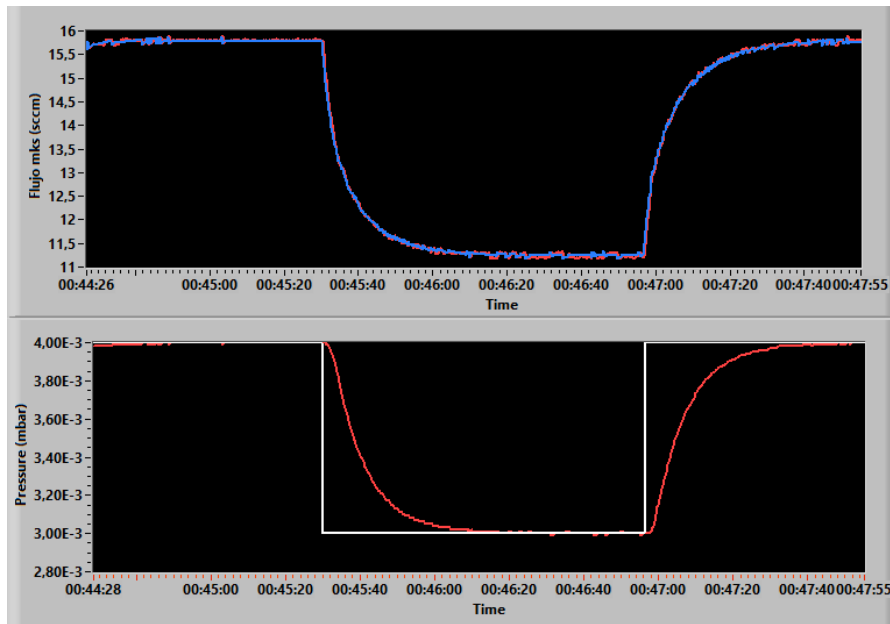


Figura 41: *Sintonía mediante el método prueba-error*

Observando la gráfica del flujo en la Figura 41, se puede ver que la respuesta tiene una forma logarítmica donde el *actual flow* sigue perfectamente al *PI setpoint*. Los valores del flujo para la obtención de la presión deseada se pueden ver que varían aproximadamente entre 11 y 16 sccm. Tanto el aumento como la disminución de los valores de presión establecidos, se obtienen en aproximadamente unos 50 s. Teniendo en cuenta que el hecho de trabajar con presiones tan reducidas hace que el propio sistema sea un sistema lento, el controlador diseñado es, por tanto, un diseño muy aceptable, ya que el tiempo necesario para obtener el valor de consigna es razonable.

Considerando los parámetros establecidos mediante el método de Zieger Nichols se ha obtenido la gráfica mostrada en la Figura 42

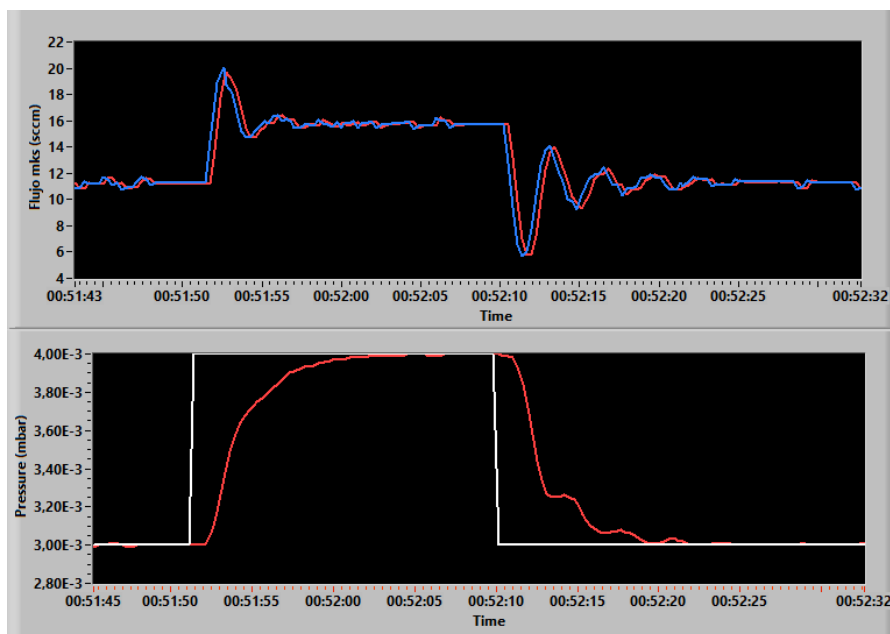


Figura 42: *Sintonía mediante el método Zieger y Nichols*

Se puede observar que este sistema es mucho más rápido que el anterior, cuyos valores de consigna se obtienen alrededor de 15 s. Por otra parte, podemos observar que al aumentar la presión de 4×10^{-3} mbar a 3×10^{-3} mbar se generan unos escalones. Esto es debido a la velocidad de sistema ya que la presión asciende en un intervalo de tiempo muy reducido. Otra diferencia considerable se observa en la gráfica del flujo de argón necesario para obtener la presión establecida. En este caso, dicha gráfica presenta algunas oscilaciones. A pesar de ello, teniendo en cuenta que el escalón principal está alejado del valor de consigna y, una vez alcanzado dicho valor la presión se estabiliza y viendo como a pesar de que el *PI setpoint* oscile el *actual flow* puede seguirle correctamente, se podría decir que este método también es satisfactorio.

Una vez valorados ambos métodos de sintonía, el método elegido para los futuros apartados ha sido el método de prueba-error ya que a pesar de no ser tan rápido la obtención de la presión base se consigue de una forma más progresiva y no escalonada.

► Obtención de la presión base

Para realizar un proceso de *sputtering* se requiere como ya se ha comentado en apartados anteriores de un vacío previo. Para ello, se ha establecido la llamada presión base o *background pressure* a 5×10^{-6} mbar y se ha observado la bajada de la presión y el tiempo para conseguir dicho valor marcado mediante la línea blanca en la Figura 43.

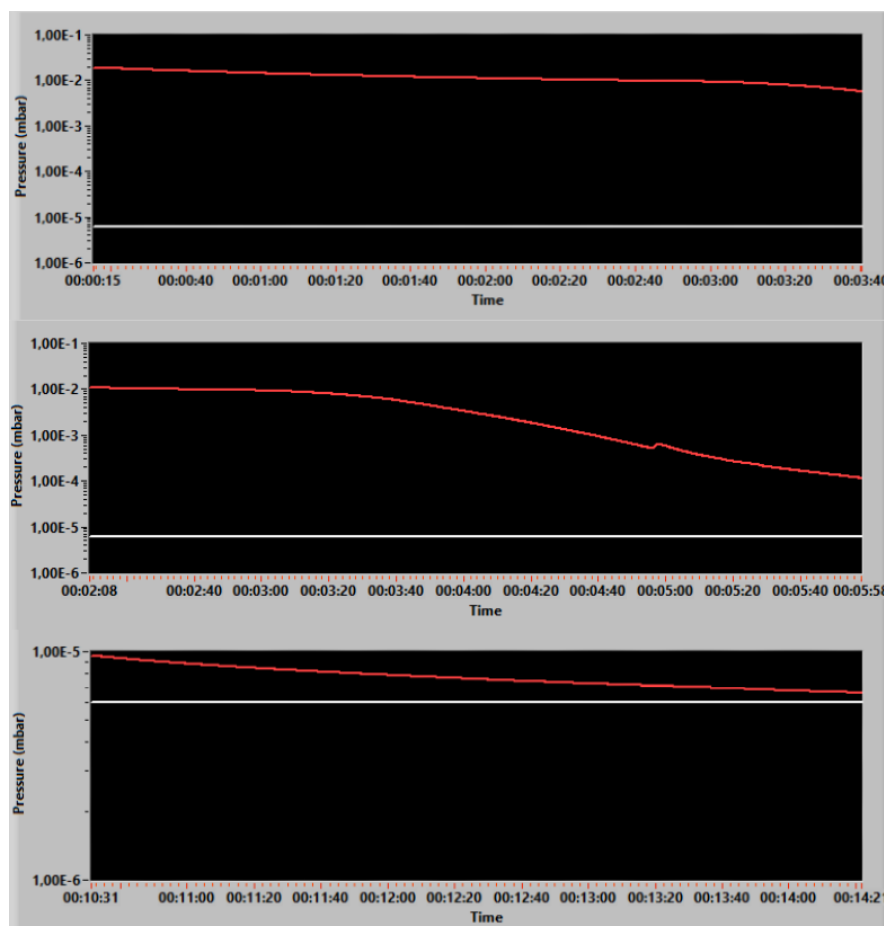


Figura 43: Bajada de la presión base

Como se muestra en la Figura 43 este proceso es un proceso lento y con la bomba turbomolecular

a una frecuencia máxima de 525 Hz el proceso dura alrededor de 15 minutos hasta que el valor del vacío medido por el sensor, es decir, el *pressure CH1* alcanza la presión de base establecida. En la segunda gráfica de la Figura 43 se puede observar una anomalía en la bajada de la presión la cual se comentará y razonará en los futuros apartados.

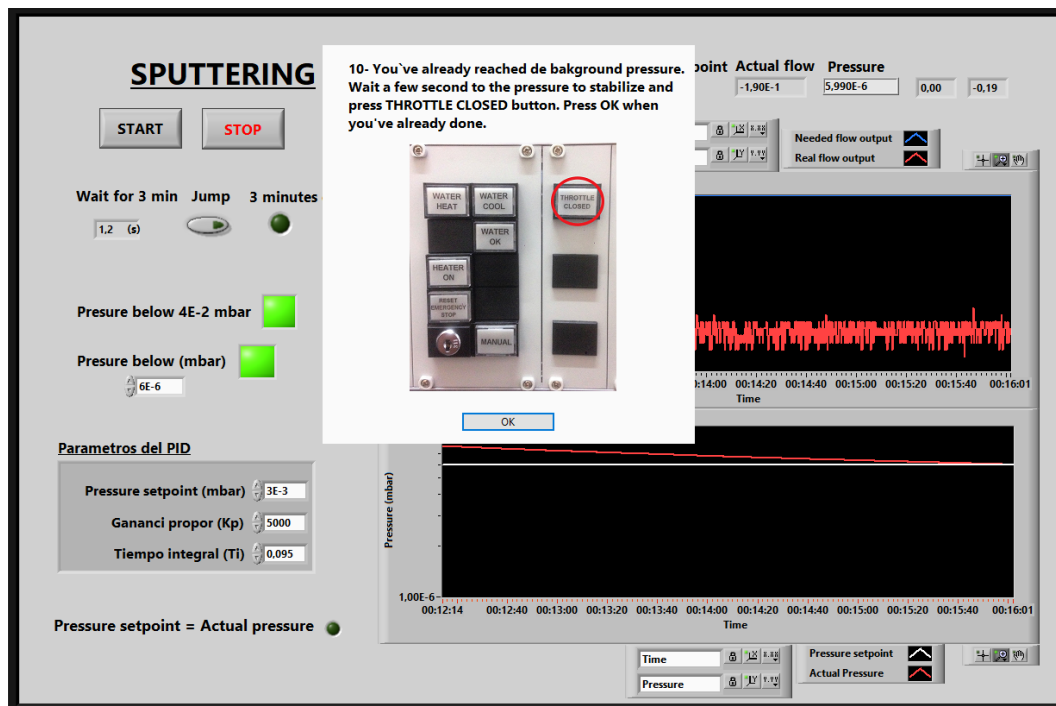


Figura 44: *Presión base alcanzada*

Como se puede observar en la Figura 44, una vez que la presión marcada como *pressure* alcanza el valor establecido en la casilla de *pressure below* 6×10^{-6} mbar este indicador se enciende de tal manera que el programa indica que la presión ha llegado a la presión base y, a continuación, se muestra el mensaje reflejado.

► Límite inferior y superior de la presión de trabajo

Otra de las tareas realizadas ha sido encontrar los límites de la presión de trabajo, tanto el límite inferior como el límite superior. Para caracterizar dichos límites se ha ido tanto incrementando como decrementando el valor de consigna de la presión realizando diversas pruebas y viendo la respuesta del controlador. Para la realización de estas pruebas, se ha de tener en cuenta que la bomba turbomolecular opera en régimen estacionario a una velocidad establecida de 525 Hz. Por otro lado, también es importante comentar que el *throttle* se ha mantenido cerrado.

En la Figura 45, se muestra una gráfica de los distintos valores de presión de trabajo establecidos. Como se puede observar, el límite inferior (marcado mediante una circunferencia) de la presión de trabajo del sistema teniendo en cuenta las consideraciones previas, es decir, la velocidad máxima de rotación de la turbo y el hecho de que el *throttle* permanece cerrado, se encuentra aproximadamente alrededor de 5×10^{-4} mbar puesto que el flujo de argón entrante en la cámara para esa presión es de 1 sccm.

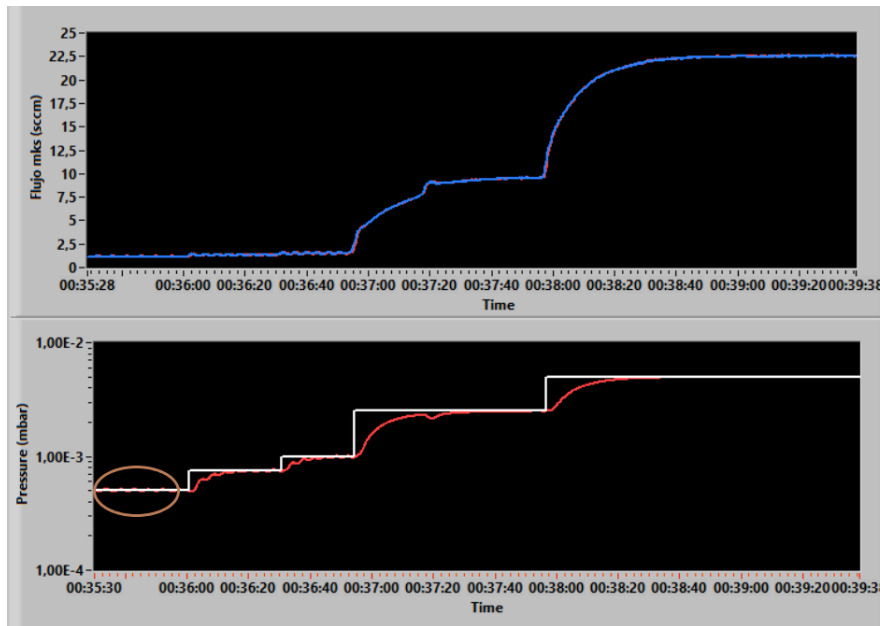


Figura 45: *Limite inferior de la presión base cuando la velocidad de la turbo es de 525Hz*

En la Figura 46, por el contrario, se muestran presiones de trabajo más elevadas hasta alcanzar el límite superior de presión de trabajo.

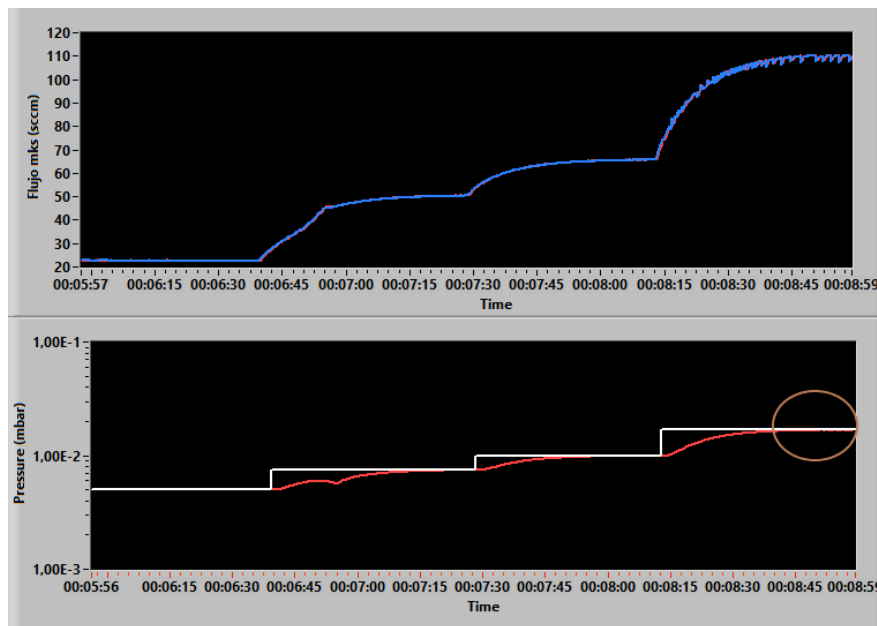


Figura 46: *Limite superior de la presión base cuando la velocidad de la turbo es de 525Hz*

Como se muestra en la Figura 46, el valor de consigna más alto logrado para una presión de trabajo estable y, por tanto, manteniendo el indicador de *pressure setpoint = actual pressure* mostrado en la Figura 44 encendido constantemente es aproximadamente 1.7×10^{-2} mbar. Para este valor de la presión, se puede observar que el flujo entrante tiene un valor máximo de 110 sccm por lo que el sistema no puede trabajar a presiones superiores siempre y cuando se mantenga la misma velocidad de la bomba.

► Anomalía en la gráfica de la presión

En la Figura 45m se aprecia una pequeña caída de la presión una vez que la presión alcanza alrededor de 5×10^{-3} mbar. Esto se puede observar en la Figura 47.

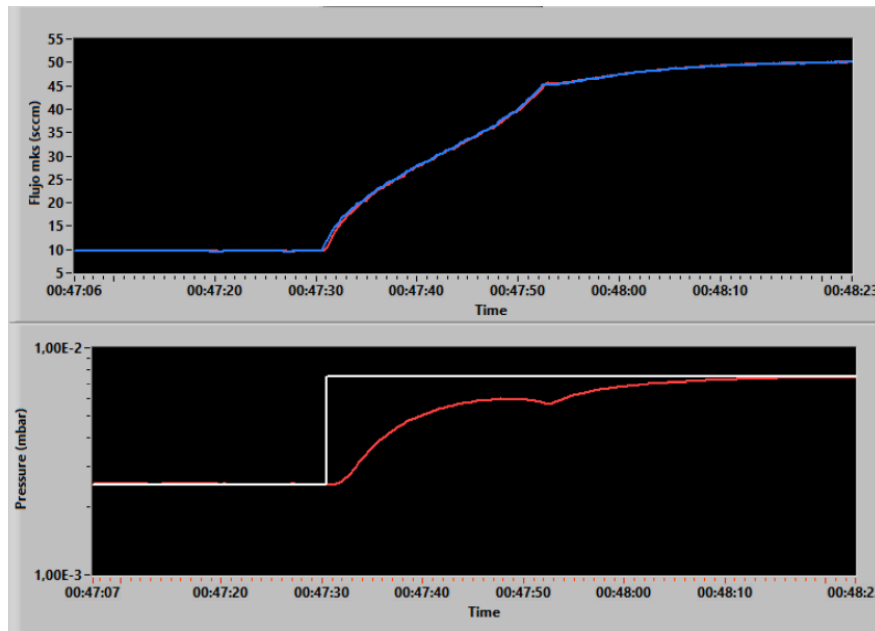


Figura 47: *Anomalía en el control de la presión*

Esta pequeña caída en la presión es debido a la transición entre los dos sensores presentes en el sensor de vacío PKR 251 descrito en el apartado (3.1.3). Como se muestra en la Figura 25 a esas presiones se activa el sensor de cátodo frío por lo que el sistema en esa transición entre los dos sensores de medición necesita un intervalo de tiempo hasta establecerse. Este efecto también se puede ver reflejado en la Figura 45 y Figura 43 siempre dentro del límite mostrado en la Figura 25.

5. Conclusiones

Este trabajo consiste principalmente en una primera aproximación a la automatización del sistema de *sputtering* del Grupo de Magnetismo y Materiales Magnéticos de la Facultad de Ciencia y Tecnología de la UPV/EHU. En el trabajo se ha estudiado el sistema de *sputtering* magnetrón y se ha diseñado un programa mediante el software LabVIEW con el objetivo de poder controlar la presión del proceso mediante la variación del flujo de argón en la cámara de vacío.

Para realizar dicho trabajo se ha requerido de un conocimiento previo del *sputtering*. El *sputtering* es una técnica relativamente sofisticada en la que intervienen numerosos elementos y parámetros. En cuanto al propio desarrollo del programa, a lo largo del proceso se han encontrado diferentes problemas a los cuales se le han ido dando soluciones poco a poco. A pesar de que aparentemente parezca sencillo, la comunicación de un ordenador con un periférico no siempre es sencilla. Por una parte, en este tipo de programas son varios los *drivers* y módulos que hay que descargar. Otro aspecto importante, es que la conexión de cada puerto USB es significativa ya que al conectar un periférico en un puerto no programado se pierde la conexión entre el ordenador y el periférico.

La parte implementada en este trabajo se integrará como un módulo en el sistema completo de control del sistema de *sputtering*. El programa desarrollado marca la secuenciación de pasos a seguir mostrado en el apéndice A.1. Por tanto, tras la realización de este trabajo es necesario seguir realizando nuevos avances que permitan el control de más sistemas de forma automática, y como se ha comentado en apartados anteriores uno de las futuras tareas de realizar serían tanto la automatización de los motores del porta-sustratos y del *shutther* como la potencia de las fuentes de descarga.

Adicionalmente, se considera que una posible mejora sería tener la posibilidad de que el propio programa del control de presión enviase un mensaje de notificación mediante email o programa de mensajería instantánea. Estos mensajes serían convenientes si se produce un problema en la maquina; cuando al iniciarse el proceso se establece la presión base una vez que la presión en el interior llega al valor establecido como *background pressure* ya que este es ser un proceso relativamente largo; y finalmente una vez realizado el proceso de deposición y apagada la bomba turbomolecular, cuando esta llega a pararse por completo ya que el tiempo de espera es de aproximadamente 1 hora. La manipulación de distintos elementos y sistemas de forma manual puede producir errores de graves consecuencias. Por ejemplo, en una de las practicas realizadas, al encender el sistema se abrió la llave de agua caliente en vez de la de agua fría. Esto, acompañado por el mal estado de un conducto y la mala fortuna produjo un reventón en la tubería y tanto el sistema como sus componentes electrónicos quedaron inundados, dejando inutilizado el sistema durante una parte del desarrollo de este trabajo, por lo que no se pudo avanzar más en este ámbito. En este sentido, el programa propuesto, si bien no elimina de momento muchas actuaciones manuales, sirve de guía al usuario para indicar el orden secuencial de las manipulaciones, lo que esperamos que ayude a reducir la probabilidad de que se produzcan incidentes.

A. Apéndices

A.1. Diagrama de flujo: Control de presión y flujo de argón

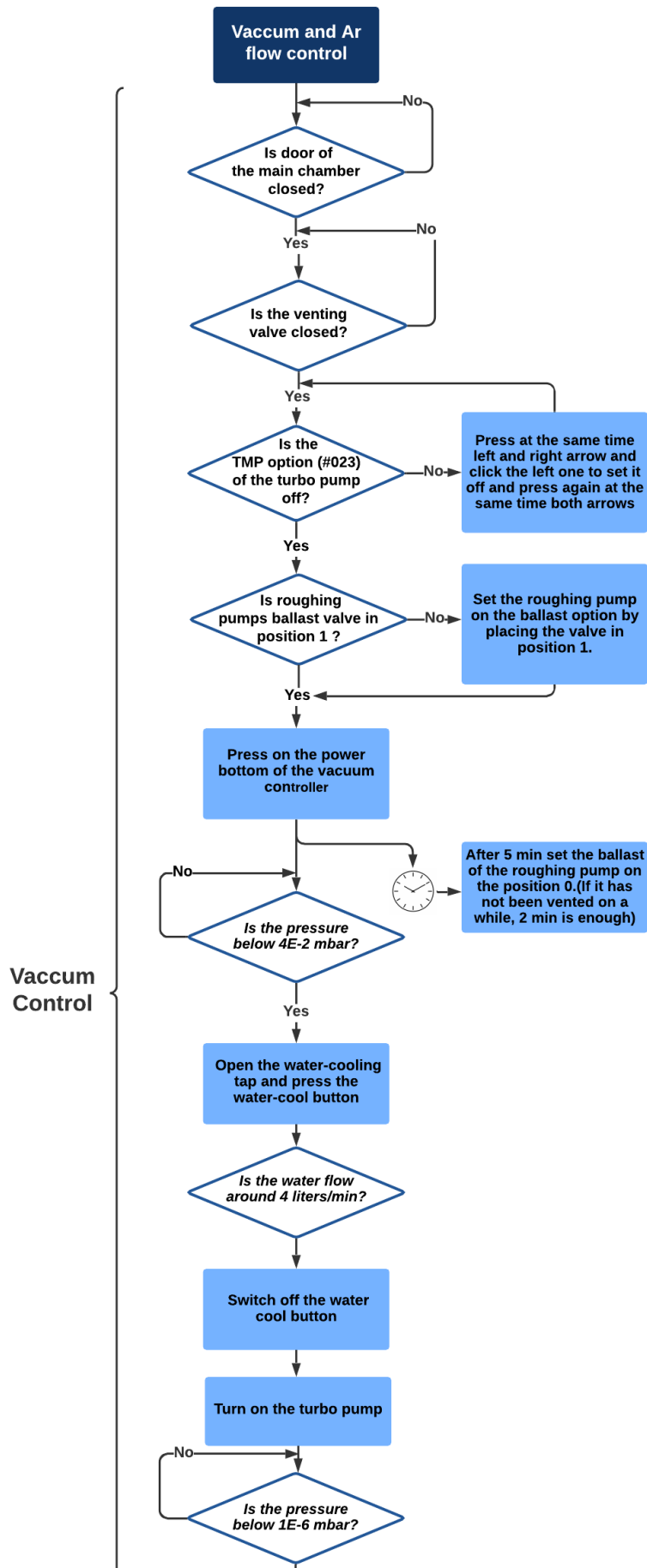


Figura 48: Diagrama de flujo del control de vacío del sistema de sputtering

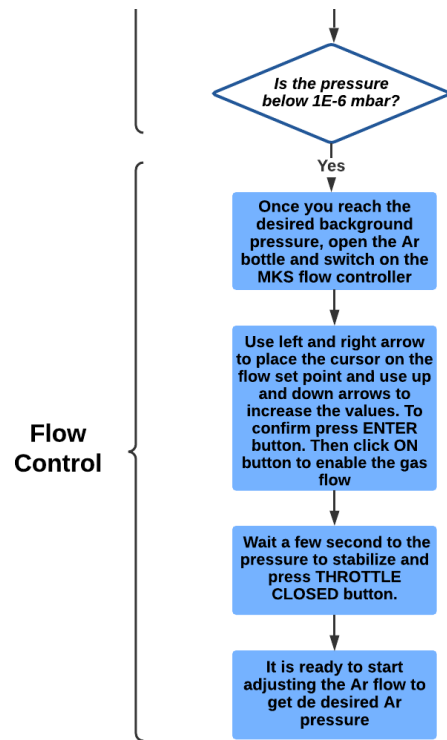


Figura 49: *Diagrama de flujo del control del flujo de argón del sistema de sputtering*

A.2. Pasos a seguir para el control de la presión de argón

En las siguientes figuras se muestran los pasos a seguir, tal y como aparecen en las ventanas emergentes en el programa diseñado.

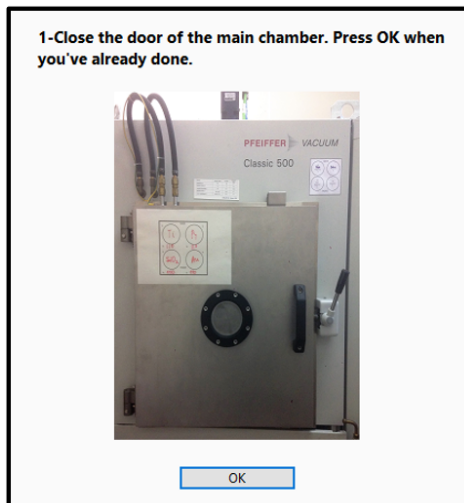


Figura 50: *Step 1*

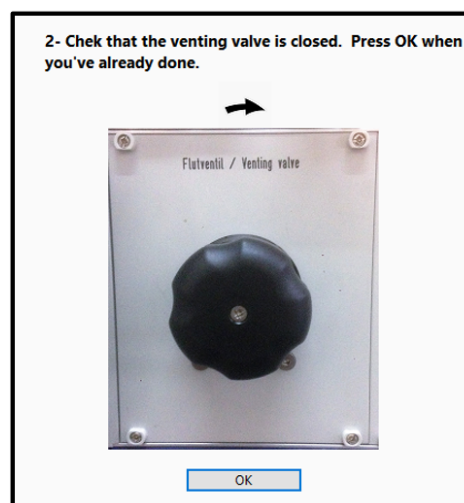


Figura 51: *Step 2*

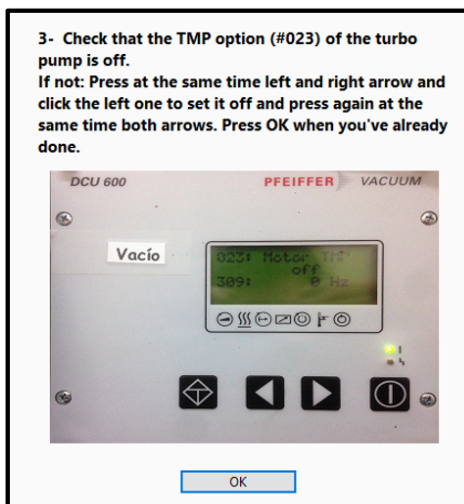


Figura 52: *Step 3*

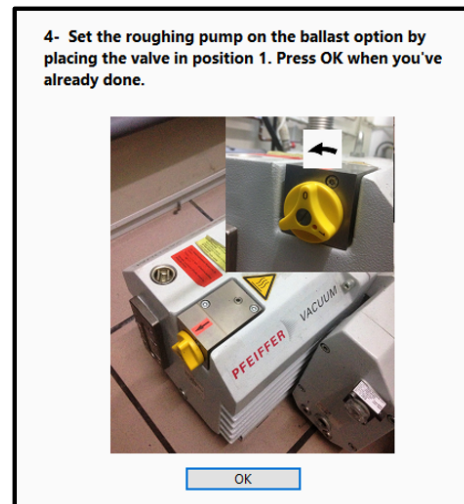


Figura 53: *Step 4*

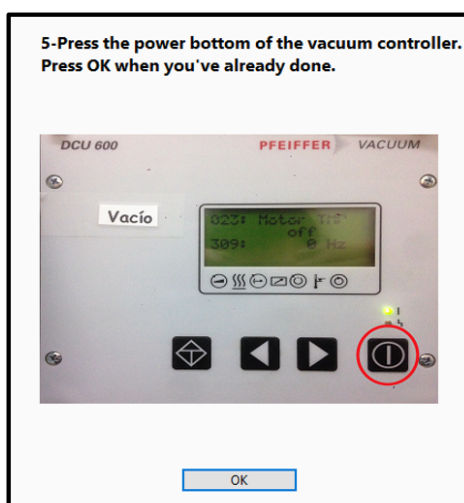


Figura 54: *Step 5*

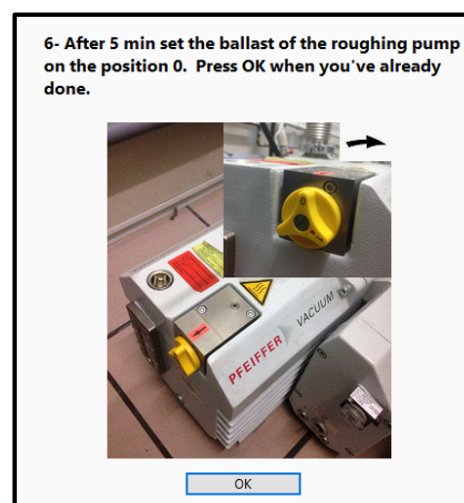


Figura 55: *Step 6*

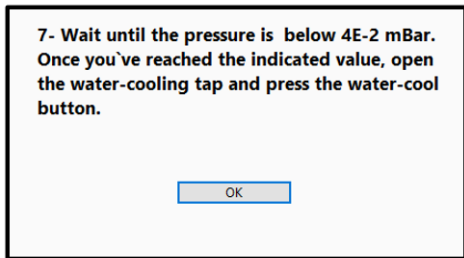


Figura 56: *Step 7*

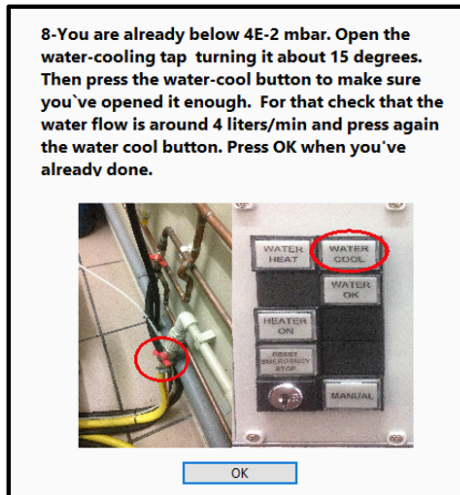


Figura 57: *Step 8*

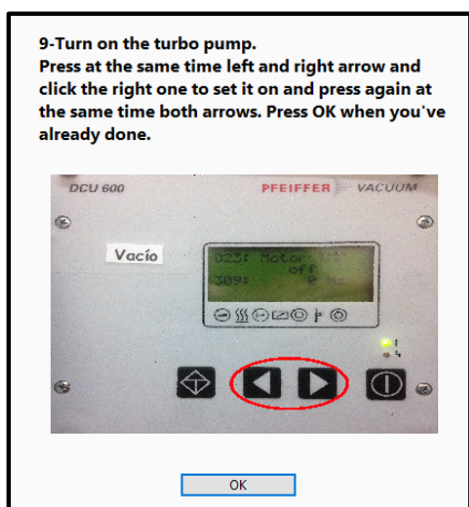


Figura 58: *Step 9*

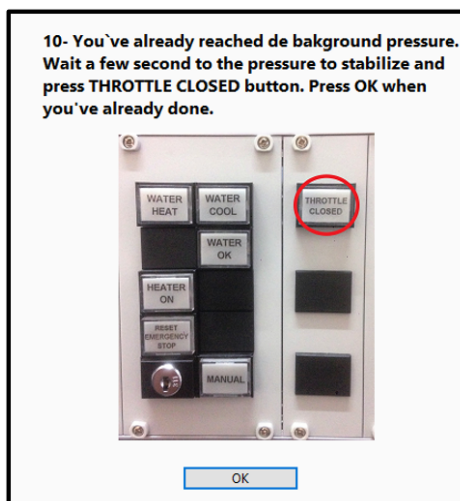


Figura 59: *Step 10*

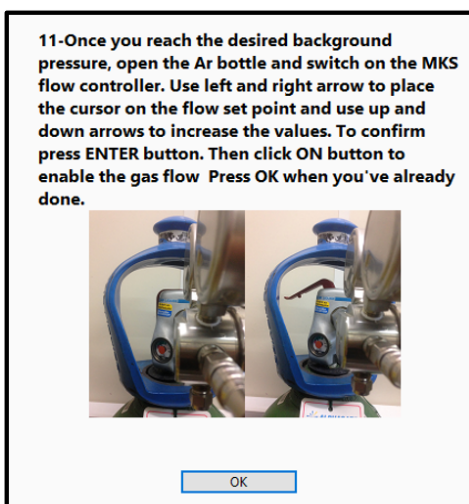


Figura 60: *Step 11*

Estos pasos se muestran en el *Front Panel* del programa de la siguiente forma:

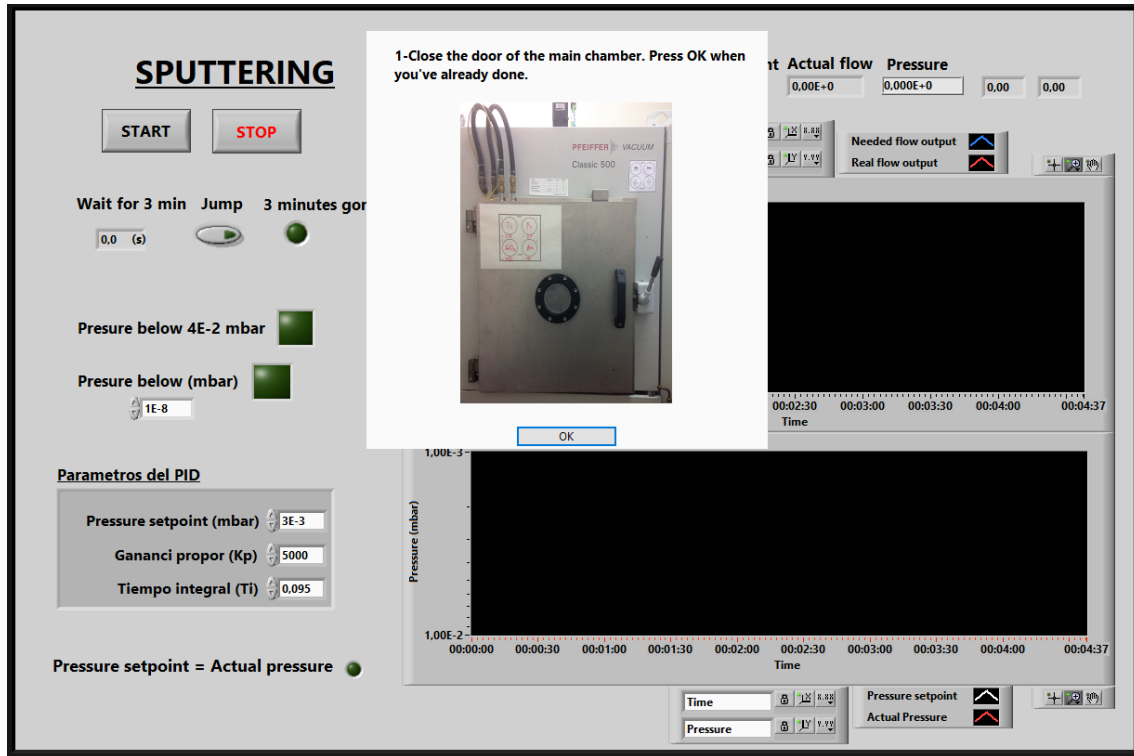


Figura 61: *Front Panel una vez iniciado el proceso dándole al botón de start*

A.3. Diagrama de flujo del *Block diagram*

A continuación se muestra mediante un diagrama de flujo los tres bloques mencionados en el apartado (4.3.1).

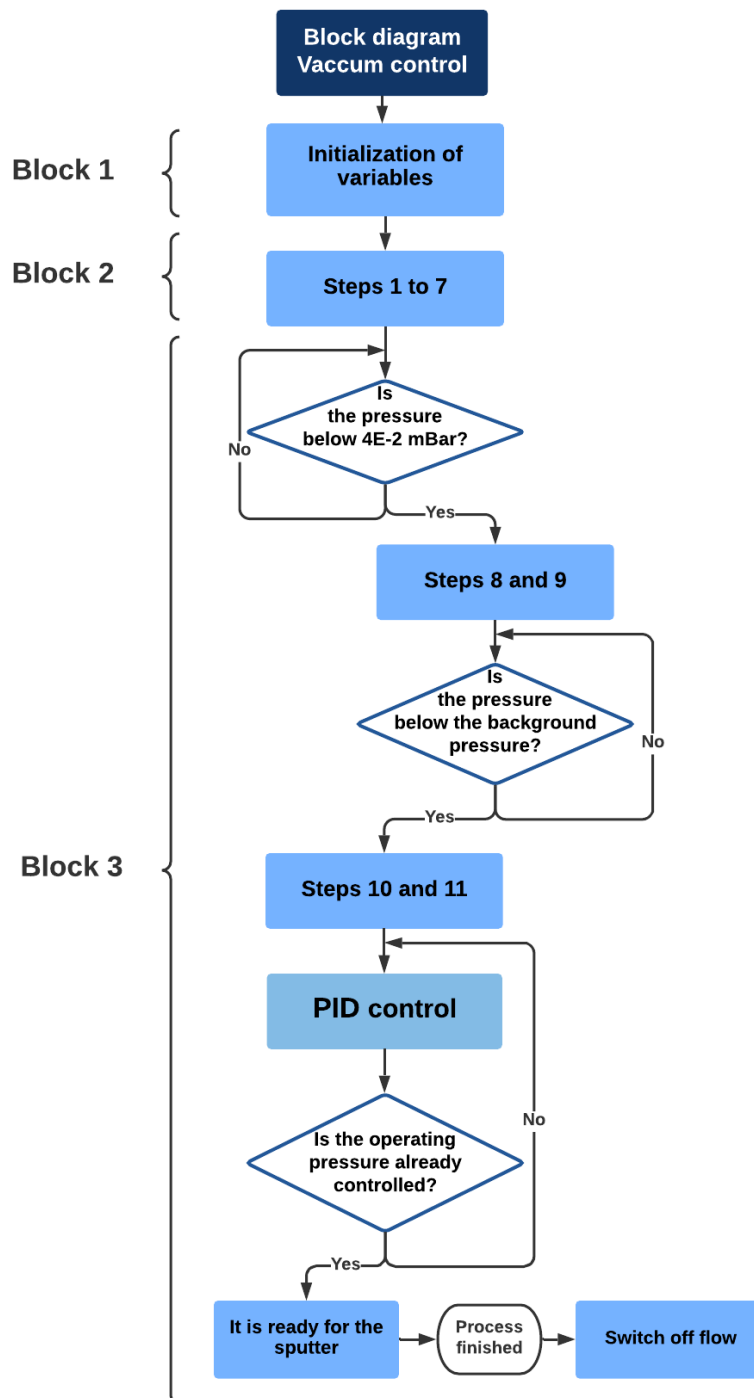


Figura 62: *Block Diagram* representado mediante un diagrama de flujo

Bibliografía

- [1] José M Albella. Capas delgadas y modificación superficial de materiales. Editorial: CSIC, (2018).
- [2] José M Albella. Láminas delgadas y recubrimientos: preparación, propiedades y aplicaciones. Editorial: CSIC, (2003).
- [3] Donald L. Smith. Thin-film deposition: principles and practice. Editorial: Electronics, (1996).
- [4] Daniel Lundin, Tiberiu Minea and Jon Tomas Gudmundsson. High Power Impulse Magnetron Sputtering: Fundamentals, Technologies, Challenges and Applications. Editorial: Elsevier, (2019).
- [5] Jon Tomas Gudmundsson. Physics and technology of magnetron sputtering discharges in Plasma Sources Science and Technology. **29**, (2020).
- [6] J. M. Albella, C. Gómez-Aleixandre, and F. Ojeda. Deposición de materiales electrocerámicos en capa delgada mediante técnicas de vacío in Boletín de la sociedad española de cerámica y vidrio. **34**, (1995).
- [7] T. Karabacak, G.-C. Wang, and T.-M. Lu. Quasi-periodic nanostructures grown by oblique angle deposition in Journal of applied physics **94**, Pages 7723-7728, (2003).
- [8] S Ismat Shah. Sputtering: Introduction and general discussion in Handbook of Thin Film Technology. Editores: Hartmut Frey, Hamid R Khan. Editorial: IOP Publishing, (1995).
- [9] Gerhard Lewin. Fundamentos de la Ciencia y Técnica del Vacío. Editorial: Aguilar, (1972).
- [10] Kiyotaka Wasa and Shigeru Hayakawa. Low pressure sputtering system of the magnetron type in Review of Scientific Instruments **40**, Pages 693-697, (1969).
- [11] V. Milantiev and S. Temko. Física del plasma. Editorial: Mir, (1987).
- [12] A. Matthews, K.S. Fancey, A.S. James and A. Leyland. Ionization in plasma-assisted physical vapour deposition systems, Surface and Coatings Technology, **61**, Pages 121-126, (1993).
- [13] L. G. Angarita Gutiérrez. Síntesis de películas delgadas por la técnica de magnetron Sputtering a partir de blancos de Renio y Boro (Doctoral dissertation, Universidad EAFIT). (2017).
- [14] Pfeiffer Vacuum TPH 2101 P PC Manual. https://www.ajvs.com/library/Pfeiffer_Vacuum_TPH_2101_P_PC_Manual.pdf (Consultado el 17/06/2021).
- [15] Pfeiffer Vacuum DUO 35 PC Manual. <https://www.pfeiffer-vacuum.com/productPdfs/PKD45028.en.pdf> (Consultado el 17/06/2021).
- [16] MKS flow controller. <https://www.idealvac.com/files/manuals/MKS-1179A-2179A-179Aman.pdf> (Consultado el 17/06/2021).
- [17] Pfeiffer Manual Full range PKR 251 - Sensor de vacío. <https://www.idealvac.com/files/manuals/PKR-251\Operating\Instructions.pdf> (Consultado el 17/06/2021).
- [18] Pfeiffer Single Gauge TPG261. https://www.idealvac.com/files/brochures/Pfeiffer_Single_Gauge_TPG261.pdf (Consultado el 17/06/2021).

- [19] Ionix magnetron sputtering technology. <http://www.thfc.de/images/Downloads/Rd/IONIX-2inch-specrefdwgs.pdf> (Consultado el 17/06/2021).
- [20] Benjamin C. Kuo. Sistemas de control automático. Editorial: Pearson Educación (1996).
- [21] Aidan O'Dwyer. Handbook of PI and PID controller tuning rules in World Scientific. Editorial: Imperial college press (2009).
- [22] Richard C Dorf, Robert H Bishopm, Sebastian Dormido Canto, Raquel Dormido Canto Sistemas de control moderno. Editorial: Pearson Educación. (2005).
- [23] National Instruments Corporation. NI USB-6008/6009 USER GUIDE. (2002).
- [24] National Instruments Corporation. LabVIEW User manual. (2003).