

# **UNIVERSIDAD DE SONORA**

Facultad Interdisciplinaria de Ciencias Exactas y  
Naturales

Departamento de Investigación en Física

**“Sistema electrónico para el control del flujo másico  
aplicable en síntesis de semiconductores”**

**TESIS**

Que para obtener el título de:

**INGENIERO EN TECNOLOGIA ELECTRONICA**

**PRESENTA:**

**JOSE DAVID MARTINEZ GALICIA**

HERMOSILLO, SONORA.

NOVIEMBRE 2023.

# Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



**"El saber de mis hijos  
hará mi grandeza"**



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

## **RESUMEN**

El control preciso de valores de medición es de suma importancia en toda industria, puesto que un ligero error de calibración puede conllevar a errores importantes en diversos procesos. Sistemas tales como los de síntesis de películas delgadas en el área de desarrollo de dispositivos electrónicos son un gran ejemplo de ello. En estos sistemas se requiere de un control preciso de cada elemento que lo conforma, desde los controles de temperatura hasta la entrada regulada de gases para realizar un depósito de forma correcta. Los procesos de control se desarrollan a raíz de los requerimientos del sistema en relación a que elementos en específico se emplean y la cantidad de dispositivos a manejar. Hablando estrictamente de los gases precursores, se emplean caudalímetros másicos para controlar su flujo con la finalidad de conllevar un depósito sobre un sustrato de forma precisa. En este trabajo se desarrolló un sistema basado en una Raspberry Pi para el control preciso de dos caudalímetros másicos, el cual se conecta a un sistema de CVD para controlar los flujos de gases con precisión. Se presenta a lo largo de este escrito el desarrollo, implementación y resultados obtenidos en una prueba de síntesis de Nitruro de Galio.

## ***DEDICATORIA***

*Este trabajo de investigación se lo dedico a:*

*A mis abuelas que aún me bañan de amor cada día.*

*A mi abuelo que desde el cielo me animo a continuar aun en los peores momentos.*

*A mis tíos y tías que nunca dejaron de alentarme.*

*A mis amigos que me extendieron su mano y me apoyaron en grandes momentos.*

*A mi papá quien con sus consejos me ayudo a deslumbrar el camino.*

*A mi mama quien sin ella no hubiera podido lograr estar hoy donde estoy y quien no deja de apoyarme cada día sin importar lo difícil que fuera cada mañana.*

## **AGRADECIMIENTOS**

*A mis maestros quienes me impartieron lecciones personales y de formación académica que siempre llevare conmigo.*

*A María quien camino conmigo los tramos más difíciles.*

*Al Dr. Dainet Berman Mendoza por su apoyo y tiempo durante toda mi estancia en la carrera de ITE.*

*Al Dr. Gerardo Valenzuela por su tiempo, paciencia y asistencia en todo el periodo de realización de tesis.*

*Y agradezco eternamente a mi director de tesis el Dr. Antonio Ramos Carrasco por la confianza, comprensión y apoyo que me proporciono en la realización de este trabajo y a pesar de altas y bajas nunca dejar de creer en mí.*

# ÍNDICE

<b>CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN</b> .....	1
1.1 ANTECEDENTES .....	3
1.2 JUSTIFICACION.....	4
1.3 HIPOTESIS.....	4
1.4 OBJETIVOS .....	4
1.5 ESTRUCTURA DE LA TESIS .....	5
<b>CAPÍTULO 2 MARCO TEÓRICO</b> .....	6
2.1 SEMICONDUCTORES .....	6
2.2 SÍNTESIS DE SEMICONDUCTORES.....	6
2.2.1 DEPOSITO POR VAPOR QUÍMICO (CVD) .....	8
2.2.2 DEPOSITO POR CAPAZ ATÓMICAS (ALD) .....	9
2.2.3 PULVERIZACIÓN CATÓDICA (SPUTTERING) .....	11
2.3 EQUIPAMIENTO PARA LA SÍNTESIS DE SEMICONDUCTORES .....	13
2.3.1 SISTEMA DE CONTROL RASPBERRY PI .....	16
2.3.2 SISTEMA DE SUMINISTRO DE GAS POR CAUDALÍMETRO.....	17
<b>CAPÍTULO 3 METODOLOGÍA</b> .....	19
3.1 DESARROLLO DEL SISTEMA .....	19
3.2 DESARROLLO DE SOFTWARE .....	21
3.3 CONEXIONES .....	24
3.4 SISTEMA DE CONTROL PI-C .....	27
<b>CAPÍTULO 4 RESULTADOS</b> .....	29
4.1 CARACTERIZACION .....	29
4.2 ENSAMBLAJE Y MONTAJE.....	32
4.3 DESARROLLO DEL EXPERIMENTO.....	34
4.4 RESULTADOS DE LA SINTESIS .....	38
<b>CAPÍTULO 5 CONCLUSIONES</b> .....	40
<b>REFERENCIAS</b> .....	42

# LISTA DE ILUSTRACIONES

ILUSTRACIÓN 1) VISUALIZACIÓN DEL PROCESO DE DEPÓSITO DE UNA PELÍCULA DELGADA POR EVAPORACIÓN TÉRMICA.....	7
ILUSTRACIÓN 2) ESQUEMÁTICO DE LOS PASOS PRINCIPALES EN UN PROCESO CVD....	8
ILUSTRACIÓN 3) PASOS EN EL PROCESO ALD.....	10
ILUSTRACIÓN 4) PROCESO DE DEPOSICIÓN POR PULVERIZACIÓN CATÓDICA .....	12
ILUSTRACIÓN 5) ELEMENTOS QUE CONFORMAN UN SISTEMA CVD.....	14
ILUSTRACIÓN 6) RASPBERRY MODELO 3B+ .....	16
ILUSTRACIÓN 7) DIAGRAMA DESCRIPTIVO DEL SISTEMA.....	20
ILUSTRACIÓN 8) INTERFAZ GRÁFICA DEL SISTEMA.....	22
ILUSTRACIÓN 9) VISUALIZACIÓN DEL LOG DE DATOS.....	23
ILUSTRACIÓN 10) DIAGRAMA DE FLUJO DEL CÓDIGO .....	24
ILUSTRACIÓN 11) DIAGRAMA DE CONEXIONES DE TODOS LOS ELEMENTOS .....	25
ILUSTRACIÓN 12) CONFIGURACIÓN DE SEÑAL SPI ENTRE LOS POTENCIÓMETROS DIGITALES Y LA RASPBERRY PI .....	26
ILUSTRACIÓN 13) CONFIGURACIÓN RECOMENDADA PARA LA LECTURA DE LA ENTRADA ANÁLOGA DEL FMA-2600 <sup>a</sup> .....	26
ILUSTRACIÓN 14) MODELO 3D Y DISEÑO DE PLACA IMPRESA DESARROLLADA EN KICAD .....	27
ILUSTRACIÓN 15) DIAGRAMA DE CONEXIONES ENTRE SISTEMA PI-C Y SISTEMA CVD .....	28
ILUSTRACIÓN 16) ENSAMBLAJE DE CONEXIONES DE ELEMENTOS DEL SISTEMA PI-C .....	32
ILUSTRACIÓN 17) CONEXIONES DE CAUDALÍMETROS MÁSICOS.....	33
ILUSTRACIÓN 18) ELEMENTOS DE LOS SISTEMAS PI-C Y CVD CONECTADOS .....	34
ILUSTRACIÓN 19) HORNO EN PROCESO DE CALENTAMIENTO A 900°C.....	35

ILUSTRACIÓN 20) CAUDALÍMETRO DEL CANAL B EN 100 SCCM.....	36
ILUSTRACIÓN 21) BURBUJEO DE NITRÓGENO .....	36
ILUSTRACIÓN 22) CAUDALÍMETRO DEL CANAL A EN 400 SCCM.....	37
ILUSTRACIÓN 23) RESULTADO DEL PROCESO DE SÍNTESIS.....	38
ILUSTRACIÓN 24) COMPARATIVA ENTRE DIVERSOS EXPERIMENTOS.....	39
ILUSTRACIÓN 25) PROPUESTA DE MODELO 3D DEL SISTEMA PI-C .....	40

## **LISTA DE TABLAS**

TABLA 1) TIPOS DE TÉCNICAS DE SPUTTERING .....	13
TABLA 2) CLASIFICACIÓN DE CAUDALÍMETROS.....	18
TABLA 3) RELACIÓN DE VALORES DE PASO A SCCM DEL CAUDALÍMETRO A .....	30
TABLA 4) RELACIÓN DE VALORES DE PASO A SCCM DEL CAUDALÍMETRO B .....	31

# Capítulo 1

## Introducción

La tecnología actual gira en torno a los materiales que la naturaleza nos brinda. Los cuales se han aprendido a manejar y moldear para satisfacer nuestras necesidades en el ámbito de la electrónica. Los semiconductores son uno de los elementos fundamentales para brindar a la sociedad las herramientas necesarias para seguir avanzando.

Los semiconductores han evolucionado a lo largo del tiempo, desde su inicio con el trabajo de Braun en 1874, pasando por el año de 1947 con la creación del primer transistor por William Shockley, John Dardeen y Walter Brattain hasta los avances más modernos con la creación de los circuitos integrados en 1959 por Jack Kilby. La tecnología evoluciona a pasos apresurados y a pesar de las mejoras que se han presentado desde hace dos siglos, los mayores logros en el desarrollo de semiconductores podrían ser atribuidos a las últimas dos o tres décadas [1].

La creación de semiconductores parte por una oblea dopada uniformemente de silicio a la cual se le suman diferentes pasos hasta llegar a la fabricación de un circuito integrado. Los principales métodos actuales son litografía, grabado, depósito del semiconductor, planarización química mecánica, oxidación, implantación de Iones, difusión, etc.

El depósito de semiconductores particularmente ha visto un enorme desarrollo en los últimos años, colocándose como una de las principales tecnologías para la creación de dispositivos tales como computadoras. Esta etapa en el desarrollo de dispositivos se divide en diferentes clasificaciones dependiendo del método por el cual se fabrica la película delgada, entre los principales se encuentran: depósito por vapor químico (CVD), depósito por capas atómicas (ALD), pulverización catódica (Sputtering), entre otros.

Estas técnicas comparten varios elementos dentro de sus sistemas específicos. Cada dispositivo enfocado en la creación de semiconductores debe de regularse y ser controlado con precisión por su usuario. Un elemento esencial es la regularización del paso del gas precursor hacia la película delgada.

Los sistemas comerciales para el control de gases dirigidos al área de síntesis de películas delgadas tienden a ser muy costosos y específicos en sus aplicaciones. Este trabajo tiene la finalidad de crear un sistema que pueda ser fácilmente replicable, ajustable y funcionar como base para futuros trabajos donde se requiera un sistema de control de gases, con el beneficio agregado de ser más accesible económicamente.

En esta tesis se propone el control de un flujómetro digital mediante la elaboración de un sistema embebido, compuesto por un potenciómetro digital conectado a una tarjeta Raspberry Pi, la cual cuenta con una interfaz gráfica de interacción por el usuario para dosificar precursores en procesos de síntesis.

## **1.1 Antecedentes.**

El proceso que conocemos como medición y control también es conocido como control e instrumentación en tiempos modernos. Este proceso ha evolucionado desde una etapa donde todo rondaba alrededor de tecnología mecánica y manual, hasta tiempos modernos donde la incorporación de la electrónica y sistemas digitales ha abarcado todo el campo. El desarrollo hacia los sistemas digitales tuvo un rápido crecimiento a partir de la segunda guerra mundial.

Los sistemas de medición han estado presentes a lo largo de la historia, aunque se desconozca su origen exacto. Las tecnologías de la medición han visto aplicación desde los orígenes de la humanidad moderna en civilizaciones tales como los egipcios y romanos. Los avances documentados van desde el año 1600s con la creación del tubo de Pitot, la Gobernadora de “flyball” para máquinas de vapor en 1774 durante la revolución industrial, los termómetros de madera y barómetros de mercurio que se volvieron comerciales durante los años 1800s y durante los años 1900s se vieron diferentes sistemas de control de temperatura en el mercado.

Sucesos históricos como las trágicas dos guerras mundiales pasadas han impulsado un desarrollo tecnológico por necesidad que han llegado a generar herramientas de medición actuales tales como los analizadores, caudalímetros y potenciómetros electrónicos. Esta tecnología se vería impactada con el eventual desarrollo de las tecnologías digitales que harían pasar a herramientas antiguas a una nueva etapa de modernización.

La tecnología de la medición de flujos ha evolucionado hasta el punto de que ya existen en el mercado dispositivos muy precisos y fiables. Además, se están introduciendo nuevos principios de medición, y los principios existentes se mejoran continuamente. Como punto de partida, cabe mencionar que ningún caudalímetro puede cubrir todas las aplicaciones de medición de caudal. Por ello se definen en diferentes tipos: caudalímetros volumétricos, de velocidad, inferenciales y de masa [2].

## **1.2 Justificación.**

En el mercado existen dispositivos que cumplen con la función de controlar caudalímetros máscicos como lo es un “DynaMass”. Estos dispositivos son requeridos en sistemas de depósitos de película de capa delgada y son de carácter esencial. Este tipo de sistemas están precargados con un software específico y conexiones para conectarse a un caudalímetro para brindar un control preciso de estos al usuario por medio de una interfaz. Todas las funcionalidades de estos dispositivos pueden ser replicadas empleando un ordenador de placa reducida con sus debidos complementos, ofreciendo una reducción en su precio llegando este a poder ser un tercio del precio de las ofertas actualmente en el mercado.

El propósito de este trabajo es el de desarrollar un sistema de control en base de una Raspberry Pi completamente personalizado y que pueda cumplir con los requerimientos que un dispositivo comercial ofrecería, con el agregado de reducir el gasto económico en más de la mitad. También se prevé dejar una base en caso de tener que replicar este sistema, construir mejoras o desarrollar actualizaciones en base a este mismo conforme sea requerido.

## **1.3 Hipótesis.**

Mediante el empleo de una Raspberry Pi y un par de caudalímetros máscicos desarrollar un sistema de control de flujo máscico con la finalidad de ser acoplado a un sistema CVD y controlar su entrada de gases.

## **1.4 Objetivos.**

### **Objetivo General.**

Desarrollar un sistema electrónico con la capacidad de regular el flujo máscico en dos canales específicos dedicados al control de caudalímetros de 0 a 200 sccm y de 0 a 1000 sccm respectivamente.

### **Objetivos Específicos.**

- Diseñar un circuito para el control de dos caudalímetros máscicos.
- Fabricar una tarjeta PCB para ensamblar los circuitos de control de dos canales para la regulación de gases.

- Caracterizar el sistema utilizando un gas inerte.
- Ensamblar las tarjetas y los caudalímetros para compactar el sistema y darle portabilidad
- Probar el proyecto en un sistema de síntesis en base a precursores gaseosos.

## **1.5 Estructura de la tesis.**

En este trabajo de tesis se presentan cinco capítulos:

En el primer capítulo se presenta una introducción al trabajo, antecedentes de los sistemas de control, justificación del proyecto, hipótesis y los objetivos.

En el segundo capítulo se presenta el marco teórico con la información relacionada a los semiconductores y sus correspondientes técnicas de síntesis. Se revisan los elementos que conforman a un sistema de síntesis de semiconductores y se revisa lo que es una Raspberry Pi como elemento de control.

Para el tercer capítulo se muestra la metodología y desarrollo del trabajo de investigación. Se detalla el proceso por el cual se rige el sistema desarrollado, además de explicar la parte de software digital y de construcción física del hardware. Al final se explica la secuencia de la ejecución de los elementos trabajando en conjunto.

En el cuarto capítulo se presentan los resultados obtenidos. Esta información está dividida en un par de tablas de información en la relación de los sccm de salida para cada caudalímetro, el armado del sistema, el montaje del sistema y los resultados de experimentación de una síntesis.

En el capítulo quinto y final, se mencionan conclusiones sobre el sistema, trabajo futuro y se anexa una propuesta en 3D de un prototipo físico para el trabajo.

## **Capítulo 2.**

### **Marco Teórico.**

#### **2.1 Semiconductores**

Los semiconductores como su nombre lo indica, son materiales los cuales permiten el flujo de corriente, pero de manera limitada. Su funcionamiento se encuentra en un punto entre un aislante y un conductor. Son descritos como un material cuya banda prohibida oscila entre los 0 y 4 electrón volts (eV). A estos materiales también se les describe como aquellos que poseen una resistencia eléctrica en un rango entre  $10^{-2} - 10^9 \Omega \text{ cm}$ .

El semiconductor más conocido es el Silicio (Si) seguido por el Germanio (Ge). Sin embargo, existen una gran cantidad de semiconductores fuera de los previamente mencionados. Los semiconductores ocurren en diferentes tipos de composiciones químicas con una gran variedad de estructuras cristalinas. Estos pueden ser semiconductores elementales tales como el Silicio, Carbón en la forma de  $C_{60}$  o compuestos binarios tales como el arsenuro de nitruro de galio, óxido de zinc y sulfuro de cadmio [3].

#### **2.2 Síntesis de semiconductores.**

Dispositivos tales como las computadoras y una extensa cantidad de aparatos electrónicos son creados a partir de dispositivos electrónicos los cuales están basados en estructuras de materiales creadas por deposición de películas de capa delgada. Debido a lo anterior mencionado, la tecnología de deposición de películas de capa delgada es crucial en la creación de dispositivos semiconductores [4].

Una película delgada es un material de baja dimensión que se crea al condensar, de una en una, especies atómicas/moleculares/iónicas de la materia. Estos elementos se fabrican mediante la deposición de átomos de un material sobre un sustrato, con un grosor regularmente menor al de varias micras. Las películas delgadas se depositan normalmente mediante la evaporación térmica de materiales en un ambiente de vacío como se muestra en la ilustración 1 [5].

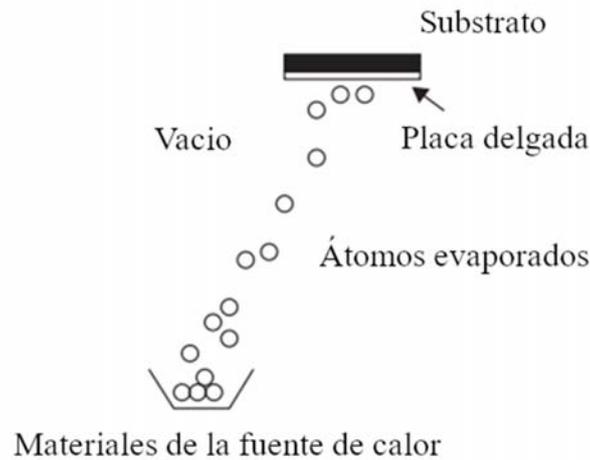


Ilustración 1) Visualización del proceso de depósito de una película delgada por evaporación térmica [3].

Estos elementos siguen un proceso donde su parte como películas epitaxiales de semiconductores, quienes suelen crecer a partir de su fase gaseosa. Sobre ellas, el proceso de fabricación continua con la construcción de estructuras eléctricas que requieren la deposición de una capa aislante o dieléctrica, tal es el caso de óxidos, vidrios o nitruros mediante una de las diversas técnicas de deposición.

En adición a las técnicas de deposición térmicas, existen otros tipos de tecnologías de deposición para la formación de materiales semiconductores. La principal característica deseada en las placas delgadas radica en controlar el grosor del depósito dentro del rango de los nanómetros hasta aproximadamente los 10 micrómetros. Debido a esto, existe una limitante en las técnicas que pueden emplearse en el uso de la creación de semiconductores.

Las tecnologías de deposición de películas delgadas pueden ser puramente físicas, como son los métodos evaporativos o, por el contrario, meramente químicas, como los procesos químicos en fase líquida y gaseosa. Existen ciertas técnicas que combinan efectos físicos y químicos basados en descargas luminosas y sputtering reactivo, los cuales se clasifican como métodos físico-químicos [4].

### 2.2.1 Deposito por vapor químico (CVD).

La tecnología de deposición química de vapor (CVD) es un proceso de deposición en el que los precursores de vapor son sometidos a una serie de reacciones químicas para formar un producto solido estable dentro de un entorno activado como puede ser calor, plasma, luz, etc. Las películas delgadas se formarán si la reacción fue de forma homogénea, es decir, que se produjo durante su fase gaseosa, en cambio, si la reacción se realizó en o cerca de un sustrato calentado esto terminaría por producir una película densa. Una combinación de ambos tipos de reacción resultaría en una película porosa.

El equipamiento de un sistema CVD comienza por un sistema de suministro de precursores de vapores químicos que se emplea para generar precursores de vapor que serán depositados en un reactor. El reactor a su vez cumple con la función de calentar el sustrato o el ambiente a su alrededor hasta la temperatura requerida para realizar la deposición. El reactor consta de otros elementos en adición a su sistema de control de temperatura, estos son un canal para el transporte y colocación del sustrato y un espacio para sostener el sustrato. Finalmente es necesario un sistema de tratamiento de gases residuales y la generación de un vacío para proveer la presión requerida en el proceso de CVD. La ilustración 2 muestra un esquema del proceso de CVD.

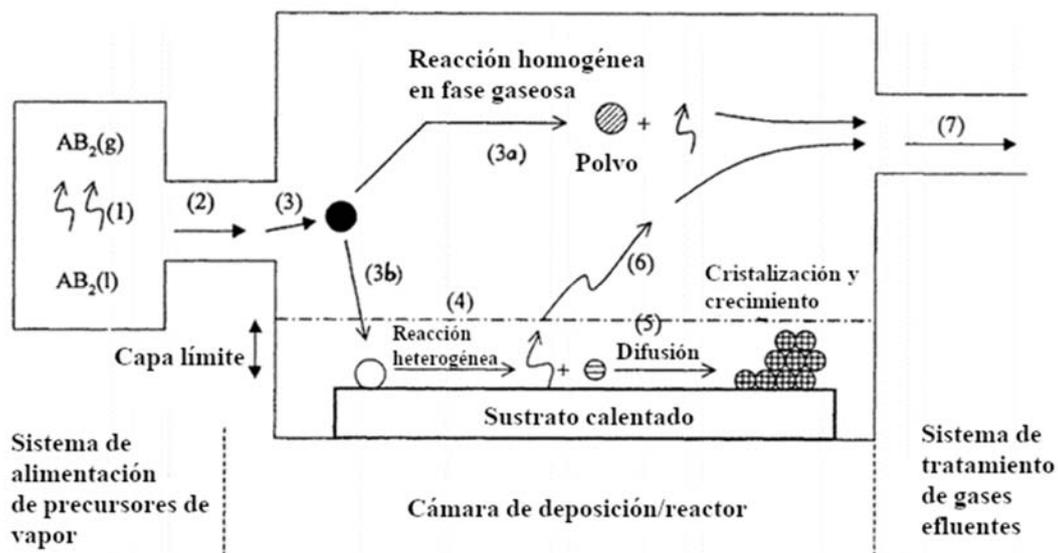


Ilustración 2) Esquemático de los pasos principales en un proceso CVD [5].

Considerando como partida la ilustración 2 se puede explicar el proceso de CVD paso a paso.

1. Generación de precursores gaseosos por medio de evaporación o sublimación.
2. Transporte de los precursores reactivos al área del reactor.
3. Reacciones en fase gaseosa de los precursores dentro del área de reacción generando dos casos:
  - a. A una temperatura lo suficientemente alta en su fase gaseosa, los precursores intermedios producen una reacción homogénea y generan polvos finos estables y subproductos gaseosos.
  - b. A una temperatura inferior a la requerida, se produce la difusión de los materiales a través de la capa límite y son sometidos posteriormente a los pasos 4 – 7.
4. Sobre la superficie del sustrato calentado se absorben los reactivos y se generan reacciones químicas heterogéneas en la interfaz gas-sólido. Esta reacción conduce a la formación de depósitos y subproductos.
5. La difusión superficial de los depósitos a lo largo de los sustratos calentados para formar los centros de nucleación, cristalización y el crecimiento de la película mediante otras reacciones químicas superficiales.
6. Mediante difusión y convección son eliminados los subproductos gaseosos de la capa límite.
7. Desorción y transporte de masa del subproducto y de los fragmentos residuales del material fuera del área del reactor.

El proceso de CVD ha evolucionado con el tiempo, por esta razón, diferentes variantes de este mismo han surgido tales como PACVD, MOCVD, MBE, etc. Sin embargo, los pasos fundamentales se mantienen sin grandes diferencias [6].

### **2.2.2 Depósito por capas atómicas (ALD).**

La deposición por capas atómicas (ALD) es una tecnología de deposición donde dos precursores químicos en fase gaseosa se aplican sobre una película delgada. Su diferencia respecto a otras técnicas de deposición química de vapor se debe a la diferencia en la fuente de los vapores que se introducen de forma alternada, es decir, que se aplican de uno en uno, teniendo tiempos de purga o evacuación. Cada paso de este proceso satura a la película

delgada con una capa mono molecular del precursor químico, esto genera como resultado un mecanismo único de crecimiento de película delgada que se autolimita.

Las ventajas que ofrece este tipo de depósito son variadas. Entre ellas se encuentran una excelente conformidad y uniformidad en las capas, además de proveer una forma sencilla y precisa para mantener el control del grosor de la película delgada.

El proceso de crecimiento de la película se realiza en forma de un sencillo ciclo. Primero la exposición del primer precursor químico, seguido se realiza la evacuación o purga de la cámara de reacción, acto siguiente se conlleva otra exposición del segundo precursor químico y finalmente se vuelve a realizar una evacuación o purga de la cámara de reacción. Este ciclo se repite la cantidad de veces que sea necesaria para la obtención del grosor deseado de la película delgada. Las reacciones reales que tienen lugar en cada paso de la exposición dependen en gran medida de la presencia o ausencia de grupos funcionales reactivos en la superficie de la película en crecimiento [7].

En la ilustración 3 se aprecia el proceso de ALD en detalle. Como se mencionó, consta de un ciclo de pulsos alternativos en secuencia de precursores gaseosos que reaccionan con el sustrato. Cada uno de estos pulsos es llamado una “media-reacción” y adecuadamente constituye solo una parte de la síntesis de los materiales.

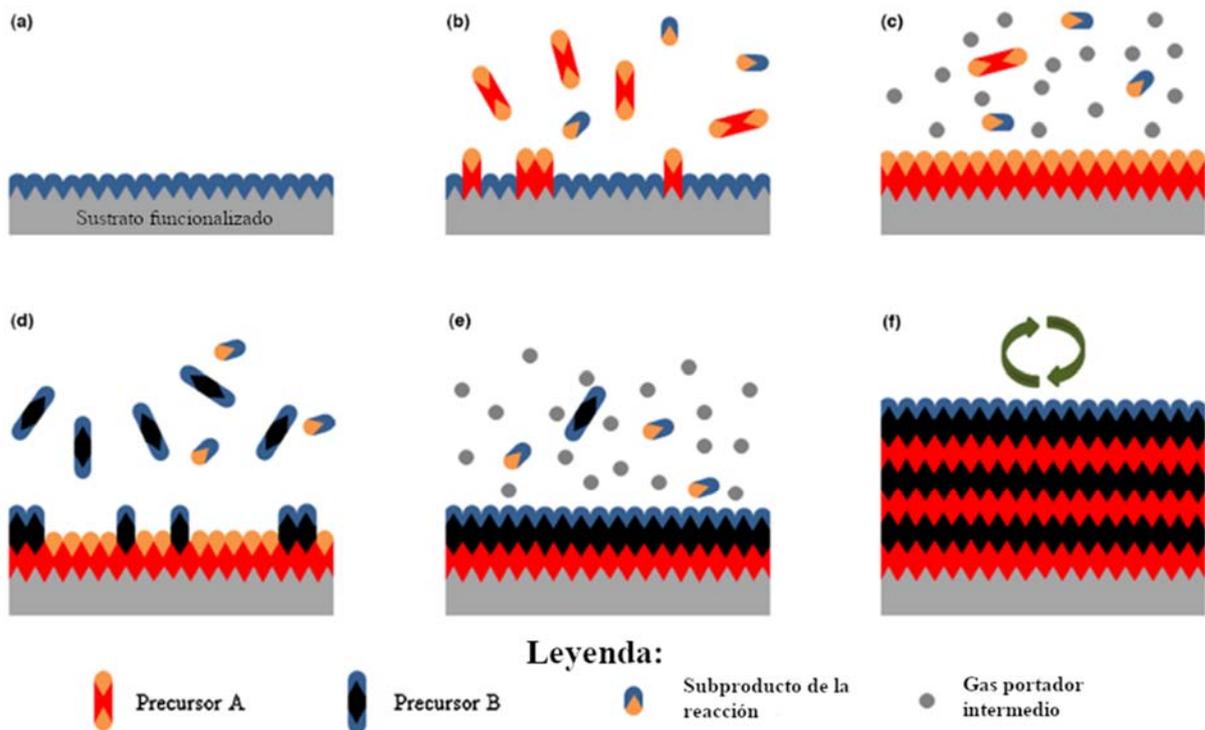


Ilustración 3) Pasos en el proceso ALD [8].

Tomando como partida la ilustración 3 se puede explicar el proceso de ALD paso a paso.

- La superficie del sustrato tiene una funcionalización natural.
- El precursor A es expuesto al sustrato y reacciona con este.
- El exceso del precursor y subproductos de la reacción son purgados por medio de un gas inerte.
- El precursor B es expuesto al sustrato y reacciona con este.
- El exceso del precursor y subproductos de la reacción son purgados por medio de un gas inerte.
- El ciclo se repite hasta alcanzar el grosor requerido.

El rango de temperatura en el que se satura el crecimiento depende específicamente de que proceso ALD se esté trabajando, a esta variación de la temperatura se le conoce como “ventana de temperatura ALD”. Las temperaturas de los procesos regularmente son  $< 350^{\circ}\text{C}$ , siendo un rango modesto en comparación a otras técnicas de deposición. Las temperaturas que se encuentren fuera de la venta de temperatura ALD terminan por generar una deposición

no ALD debido a efectos como la cinética de la reacción lenta o la condensación del precursor.

Las ventajas del empleo de ALD son propias de su control secuencial auto saturado, de la reacción gas-superficie del proceso de deposición. La generación de estructuras en tres dimensiones es posible gracias a su característica de auto limitación. Empleando de forma adecuada los tiempos entre los ciclos, la generación de estructuras uniformes a lo largo de la superficie del sustrato. La manera de depósito de las películas delgadas por capas es un factor crítico por el cual se emplea ALD en ciertas áreas donde otras técnicas como CVD no pueden competir [8].

### **2.2.3 Pulverización catódica. (Sputtering)**

La deposición de por pulverización catódica (sputtering) es una tecnología de deposición donde una superficie sólida es bombardeada con iones energizados, causando que cierta cantidad de átomos que se encuentran en la zona de colisión con el sólido sean disparados hacia atrás al contacto con dichos iones energizados. Cuando esta técnica se aplica a una película delgada algunos de los átomos dispersados se transmiten sobre la superficie de ella misma. Su uso principal radica en el depósito de metales, sin embargo, también se utilizan en semiconductores y aislantes [5].

De manera más detallada, el proceso de sputtering consta de pulverizar la superficie de un material sólido, consecuencia de la transferencia de momento entre una partícula energética y la superficie, donde normalmente las partículas son iones. El bombardeo de la superficie se obtiene por descargas de gas dentro de un espacio confinado entre dos electrodos, donde el electrodo negativo es quien recibe el bombardeo de iones positivos generados en el plasma. El gas utilizado por lo general es el argón, por lo que los iones de argón son la especie más común que incide en la superficie.

El proceso de sputtering para la formación de una capa delgada se presentan a partir desde que un sustrato será bombardeado por un material que buscará depositarse sobre la superficie de este. Con el tiempo los átomos que logaron quedarse sobre el sustrato se combinan formando pares con una menor probabilidad de moverse. Estos pares de átomos eventualmente se combinarán con otros, los que iniciara la etapa de nucleación. Este proceso

formará islas cuasi estables que contienen decenas o cientos de átomos, las islas pueden ser amorfas, policristalinas, o monocristalinas. A continuación, las islas comenzaran a crecer en tamaño hasta comenzar a unirse en un proceso conocido como coalescencia. Este proceso se repetirá hasta lograr formar una película delgada con el grosor requerido, regularmente dentro de un rango de 10 nanómetros [9]. El proceso es mostrado en la ilustración 4.

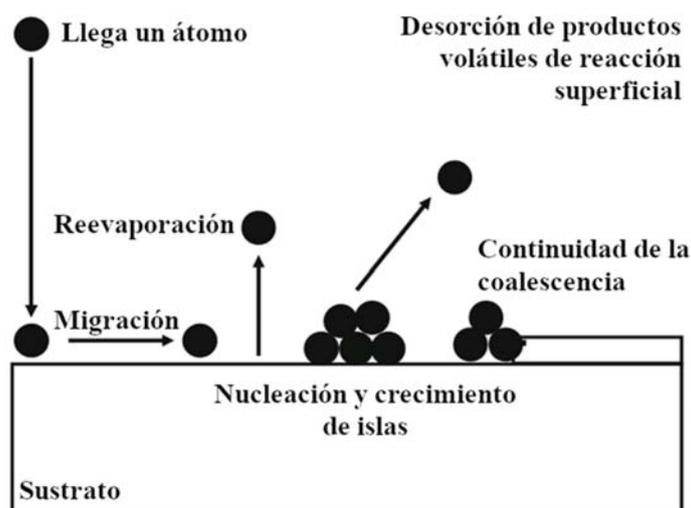


Ilustración 4) Proceso de deposición por pulverización catódica [9].

El termino sputtering se ha convertido en un término genérico para referirse a diferentes técnicas con las mismas bases [3]. Algunas de las más conocidas se presentan en la tabla 1.

Tabla 1) Tipos de técnicas de Sputtering [4].

***Tipos de técnicas de Sputtering.***

<i>Sputtering por Diodos.</i>	Esta técnica se realiza empleando una placa del material a depositar como un electrodo catódico en una descarga luminosa. Con ello el material puede ser transportado desde el objetivo al sustrato para formar una película delgada.
<i>Sputtering Reactivo.</i>	Esta técnica realiza bombardeos de objetivos elementales o de aleación en gases reactivos; alternativamente, pueden depositarse directamente a partir de objetivos compuestos.
<i>Sputtering de Polarización.</i>	Similar a la variante por diodo con la diferencia que los sustratos son bombardeados con iones durante la deposición y antes de la deposición de la película para limpiarlos. Esto conlleva diferentes efectos deseables como la repulverización del material poco unido en la película, la implantación de iones de baja energía, la modificación de un gran número de propiedades de la película, etc.
<i>Sputtering con Magnetron.</i>	El sistema está compuesto por un par de electrodos planos. Uno de estos electrodos es un ánodo mientras que el otro es un cátodo frío. La

*Sputtering con Haz de Iones.*

superficie del cátodo está cubierta por los materiales que se van a depositar mientras que los sustratos se colocan sobre el ánodo. La cámara de pulverización catódica se llena del gas pulverizador. La descarga luminiscente se mantiene activa mediante la aplicación de un voltaje CD entre los electrodos. Los iones que generan por esa acción son acelerados en la caída del cátodo y chisporrotean al objetivo sobre el cátodo, lo cual resulta en el depósito de la película delgada en los sustratos.

En esta técnica se emplean haces de iones, producidos y extraídos de descargas de incandescencia en un sistema de bombeo diferencial.

### 2.3 Equipamiento para la síntesis de semiconductores.

En el desarrollo de un sistema para depósito de capas delgadas se requieren diferentes elementos para su formación. Regularmente los sistemas de depósito por capas son construcciones personalizadas ajustadas a los requerimientos específicos del laboratorio donde se empleará.

En un sistema de CVD se debe de cumplir con los siguientes requisitos básicos: un suministro de los reactivos en fase gaseosa de manera controlable, una cámara de reacción sellada, control del suministro de gases por medio de válvulas, caudalímetros y control de la presión dentro de las diferentes etapas del sistema. La ilustración 1.5 muestra esquema con los componentes mencionados de un sistema CVD.

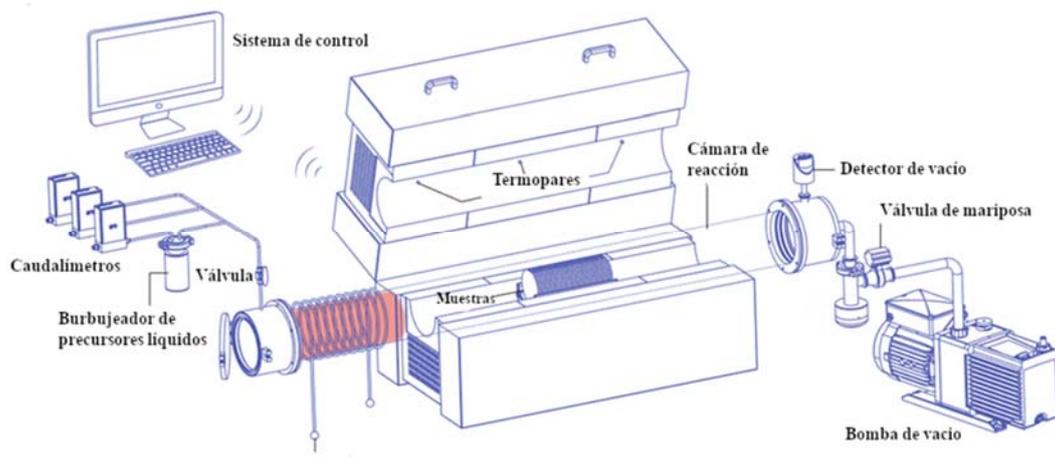


Ilustración 5) Elementos que conforman un sistema CVD [10].

Los componentes de un sistema de depósito para películas delgadas se pueden dividir por grupos de elementos para realizar un proceso o medición en específico. Estos grupos son el

sistema de control, el sistema de suministro de gas, la cámara de reacción, el sistema de vacío, el sistema de control térmico y el sistema de tratado de gases de escape.

El sistema de control está diseñado en base a un ordenador cargado con software diseñado específicamente para las condiciones de cada sistema. Un amplio rango de ordenadores puede ser empleado siempre y cuando se cumplan los mínimos requisitos de cómputo requeridos por sistema.

El proceso de suministro de flujos regula gases a altas presiones, altamente tóxicos, inflamable y explosivos, por lo que un alto grado de control de seguridad es requerido. La secuencia de conexión de los gases comienza desde las salidas de gases, estos están confeccionados con reguladores mecánicos para controlar desvaríos en la presión. Se emplean conectores de junta metálica y válvulas para garantizar el sellado. Los caudalímetros son un elemento esencial para controlar el flujo de gas acorde con el sistema de control, esto con la finalidad de enviar un flujo uniforme de gas.

Las cámaras de reacción pueden ser en formato vertical o horizontal como en la ilustración 5. Dentro de la cámara de reacción se manejan temperaturas extremadamente altas por lo que se requiere de materiales que puedan tolerar ese intervalo de temperaturas, usualmente se emplean tubos de cuarzo debido a la capacidad de soportar dichas temperaturas. Dentro de la zona de reacción se debe de colocar un sostenedor para el sustrato, este regularmente es igual de cuarzo por su resistencia a altas temperaturas o en ciertos casos de grafito gracias a su estabilidad química. Las características específicas de deposición, temperatura, presión y demás parámetros se ajustan por medio de pruebas puntuales y especificaciones de las películas a crear en su respectivo laboratorio.

El sistema de vacío se encarga de purgar el interior de la cámara y controlar la presión para comenzar con el proceso de deposición. El transporte correcto de los reactantes depende de la medida y control preciso del vacío. Para medir la presión, se alternan diferentes válvulas: válvula de Bourdon, sensor piezoeléctrico, manómetro de capacidad y manómetro de membrana. Para su control, se implementan válvulas de mariposa o válvulas de aguja, y el caudal de flujo descendente se puede controlar ajustando el grado de apertura de la compuerta. Las bombas proporcionan la fuerza motriz para el vacío y el transporte de masas dentro del sistema.

El sistema de control térmico regula el calor de la cámara, siendo esta una variable muy importante a considerar durante el proceso de síntesis. Los termopares son la herramienta más común para la medición de la temperatura, los cuáles se colocan entre el tubo de cuarzo y los componentes que se calientan. Los reactores de pared fría suelen utilizar un calentador de grafito que introduce una corriente eléctrica en la cámara, y se suele emplear un pirómetro para medir la temperatura.

El sistema de tratado de gases de escape maneja a los subproductos y sustancias químicas sin reaccionar. Estos elementos son extremadamente tóxicos y dañinos para los componentes del sistema por lo que deben de ser tratados y extraídos. Esto se logra con el empleo de trampas frías, trampas químicas, trampas de partículas, depuradores húmedos y respiraderos [10].

### **2.3.1 Sistema de control Raspberry Pi.**

De acuerdo a lo mencionado anteriormente, para el diseño de un sistema para depósito de capa delgada, los dos sistemas iniciales corresponden al; sistema de control y el sistema de suministro de gas, los cuales requieren de ciertos elementos esenciales para realizar su función.

En el sistema de control se requiere de un ordenador con las capacidades necesarias para realizar tomas de datos, procesamiento de información, comunicación efectiva con el usuario y un tamaño adecuado para ser acoplado a un sistema, siendo el ordenador de placa reducida comúnmente conocido como Raspberry Pi, un elemento que cumple con todas estas especificaciones. Las Raspberry Pi presentan distintos modelos, la versión 3B+ se puede apreciar en la ilustración 6.



Ilustración 6) Raspberry Modelo 3B+ [10].

La familia de ordenadores de placa reducida Raspberry Pi son una herramienta fabricada con la idea de combinar software de alto nivel con electrónica de bajo nivel con la finalidad de ser integradas a diferentes tipos de proyectos. Estos ordenadores emplean el sistema operativo Linux por lo que tienen acceso a una gran cantidad de librerías de software y herramientas propias del sistema. El empleo de Linux ofrece la ventaja de emplear un sistema operativo más robusto en comparación a otros ordenadores de placa reducida.

Estos ordenadores poseen las siguientes características generales.

- Procesadores ARM Cortex-A53 a 1.2Ghz que pueden ejecutar hasta más de 700 millones de instrucciones whetstone.
- Uso de poder aproximado de 0.5W a 5.5W dependiendo del modelo.
- Diferentes aditamentos de hardware para expandir sus funciones y realizar tareas más específicas.
- Una librería de software enorme creada por la comunidad.

La implementación general de estos dispositivos es dirigirlos para el control y automatización de tareas. Regularmente son usados en ambientes laborales u hogareños donde se requiere un centro de comunicación entre varios dispositivos. Estas comunicaciones son posibles gracias a los puertos GPIOs (entradas/salidas de uso general), los buses SPI, I<sup>2</sup>C, puertos USB y conexiones por medio de internet.

Los pines GPIO permiten a la Raspberry Pi controlar y monitorizar el mundo exterior al estar conectada a circuitos electrónicos. El ordenador es capaz de controlar los LEDs,

encendiéndolos o apagándolos, hacer funcionar motores, detectar si se ha pulsado un interruptor, la temperatura y la luz [11].

### **2.3.2 Sistema de suministro de gas por caudalímetro.**

Un caudalímetro es un dispositivo que mide la velocidad de flujo o cantidad de un fluido en movimiento a través de un conducto abierto o cerrado. Estos generalmente se componen de dos dispositivos, uno primario y uno secundario. El dispositivo primario se monta de forma interna o externa y se encarga de determinar el flujo del fluido en concordancia con características propias del elemento y leyes de la física relacionadas a este. El dispositivo secundario se encarga de transformar la información recolectada por el dispositivo primario y transfórmala a una señal de salida para poder visualizar el caudal de flujo o su cantidad [12].

Los caudalímetros pueden ser clasificados dependiendo de su principio de medida, los cuales son enlistados a continuación.

- Caudalímetro con partes mojadas en movimiento, como lo son los de desplazamiento positivo, turbina y área variable.
- Caudalímetro con partes mojadas sin movimiento, como lo son los de vórtice, presiones diferenciales, objetivo y térmicos.
- Caudalímetros sin obstrucción, como lo son los de Coriolis y magnéticos.
- Caudalímetros con sensores montados en el exterior, como lo son los ultrasónicos con lámpara y mediciones de flujo de la presa.

En adición a estas clasificaciones también se les divide en cuatro tipos. Estos tipos se pueden apreciar en la tabla 2.

Tabla 2) Clasificación de Caudalímetros [2].

***Clasificación de Caudalímetros***

<i>Volumétricos</i>	Se determina el flujo mediante una medición directa del volumen
<i>Velocidad</i>	Se determina el flujo total multiplicando su velocidad por el área por donde fluye
<i>Inferenciales</i>	Se determina empleando otra propiedad física de medición y se correlaciona con el flujo
<i>Másicos</i>	Se determina midiendo la masa directamente

## **Capítulo 3.**

### **Metodología**

#### **3.1 Desarrollo del sistema.**

En la siguiente sección se desplegará el desarrollo de un sistema electrónico para el control preciso de dos flujos máxicos por medio de un par de caudalímetros controlados mediante un sistema digital. Este sistema es el enlace entre tres dispositivos principales, una Raspberry Pi 3B+ como el sistema de control, un par de potenciómetros digitales y un par de caudalímetros máxicos OMEGA 2600-FMA.

El sistema se divide en dos secciones principales, un dispositivo físico y un sistema digital. La secuencia del sistema comienza por su parte digital desde la Raspberry Pi, este dispositivo esta precargado con una aplicación codificada en Python 3 quien controla la captación de información y comunicaciones digitales del sistema.

El programa captura cambios de las variables para ajustar los valores de los potenciómetros digitales por medio de una interfaz gráfica. Los cambios en las variables deben de estar dentro de un rango predeterminado para poder ser aceptadas como un cambio valido, de ser ese el caso, la información del cambio de variable será transmitida a su potenciómetro correspondiente por medio del estándar de comunicación SPI (Interfaz de periféricos en serie) desde la Raspberry Pi. La variación del valor en las variables se traduce a un cambio en el paso de los potenciómetros digitales, lo que a su vez representa un reajuste en el valor de la resistencia de estos. Lo anterior produce la modificación en el valor del voltaje de entrada en el caudalímetro y por ende modifica el flujo de la salida de gas. Este último paso representa una conversión digital a analoga y viceversa. En la ilustración 7 se aprecia un esquema con el proceso general por el cual se rige el sistema.

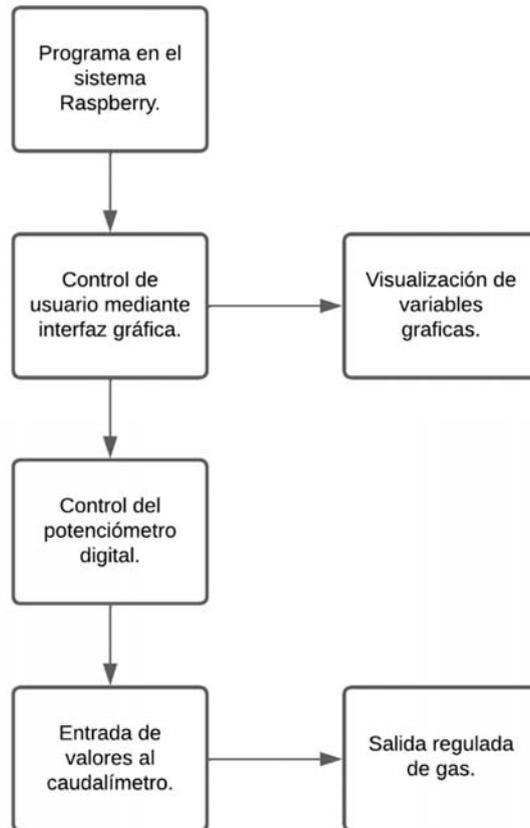


Ilustración 7) Diagrama descriptivo del sistema.

En el dispositivo físico existe un sistema de comunicaciones entre los cinco elementos principales. Esta comunicación se realiza mediante un conjunto de conexiones que incluye los pines de salida de la Raspberry Pi, las entradas por pines y terminal block de cada placa de circuito impreso y el conector Mini-DIN de 8 pines de cada caudalímetro. La lectura del cambio en valor de entrada de los caudalímetros se da por medio de sus entradas análogas, las cuales se encuentran constantemente monitoreando el valor del voltaje entre su correspondiente potenciómetro digital y su propia salida de voltaje.

Durante el diseño del sistema se consideran diferentes elementos para su desarrollo. La siguiente lista señala todo el conjunto de materiales implementados:

Raspberry Pi 3 B+

- Potenciómetro Digital MCP4131 (2 unidades)

- Caudalímetro FMA-2600/FVL-2600 S (2 unidades de 200 y 1000 sccm respectivamente)
- Capacitor SMT (2 unidades)

### **3.2 Desarrollo de Software**

Como se mencionó con anterioridad, la aplicación del sistema está programada en Python 3. Se emplean librerías endémicas de la versión base en su mayoría, siendo la única excepción la librería externa “SpiDev”. Esta última tiene la función de emplear los puertos SPI de la Raspberry Pi para enviar una señal de información en ese protocolo a un elemento receptor; cabe destacar que los puertos SPI de la Raspberry Pi no se encuentran habilitados por defecto y deben de ser configurados como tal. Estos puertos poseen pines predefinidos al revisar la asignación de pines oficial de la Raspberry Pi modelo 3B+, pero de ser necesario, es posible configurar pines extra para comunicar más dispositivos, usualmente definidos en los pines 19,21,23,24 y 26 que corresponden para dos dispositivos diferentes.

El apartado visual consta de una interfaz de usuario utilizando una combinación de lienzos de color, imágenes, texto y botones, esta se puede visualizar en la ilustración 8. Los canales de cada caudalímetro se distinguen mediante el color de fondo de sus respectivos espacios, el cual se traslada al fondo de las entradas manuales para poder distinguir a que cambio de entrada representan.

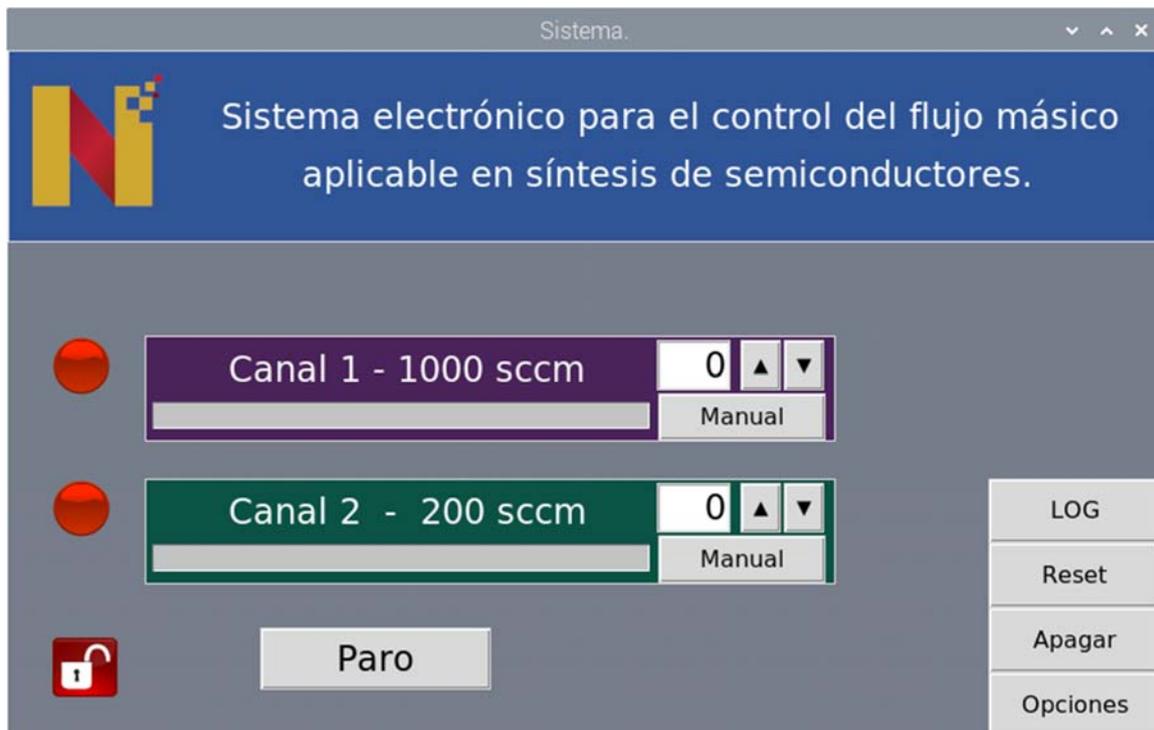


Ilustración 8) Interfaz gráfica del sistema.

La secuencia de ejecución del programa se exhibe en la ilustración 9. Cuando la Raspberry Pi es encendida y termina de cargar su secuencia de inicio, el programa se carga de forma automática. En el momento de iniciar la interfaz gráfica, se envía una orden a los potenciómetros para ajustarlos a un valor cero por prevención, al igual que la entrada de los caudalímetros. Una vez iniciada la interfaz gráfica, es posible introducir cambios en las variables. El ajuste del parámetro se realiza en incrementos individuales utilizando las flechas indicadas, o por medio de la opción del botón manual usando un teclado numérico para definir un valor exacto. Los valores de las variables deben permanecer en los límites del intervalo preestablecido, de 0 a 128 unidades. En caso de que se introduzca un valor fuera del rango por medio de la entrada manual este no será capturado y el usuario deberá de reintroducir un valor o cerrar el teclado numérico. Esto se debe al funcionamiento del potenciómetro digital, el modelo MCP4131 específicamente.

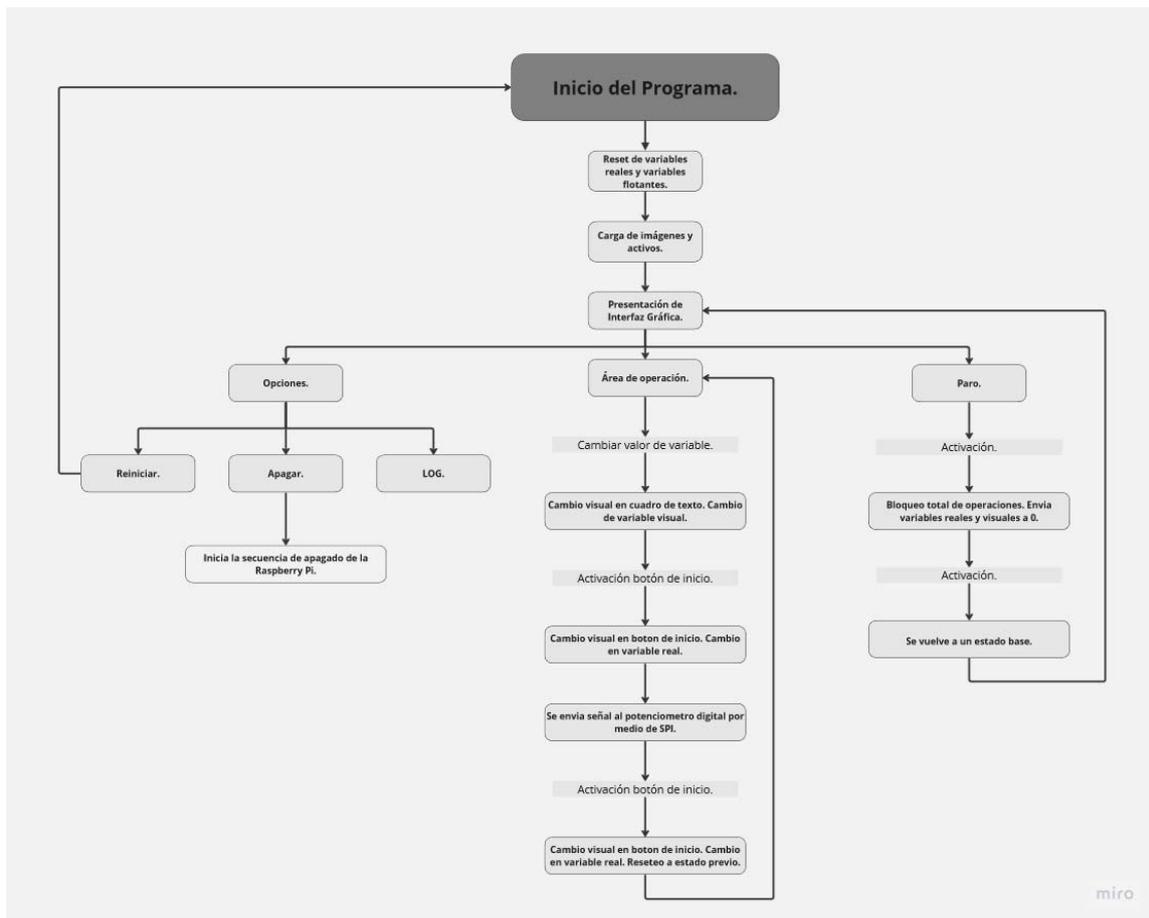


Ilustración 9) Diagrama de flujo del código.

Un potenciómetro digital cumple la misma función que un potenciómetro análogo, pero en su lugar, utiliza señales e interruptores digitales. Para ello se emplea una escalera de resistencias en serie. Cada paso de la escalera posee un interruptor electrónico, donde solo uno puede estar cerrado a la vez. El interruptor cerrado determina la posición del "wiper" y la relación de resistencia. La cantidad de pasos en la escalera determina la resolución del potenciómetro digital. En el caso del modelo MCP4131 su resolución es de 129 pasos y posee un valor de 50kΩ.

Una vez introducido el dato, se podrá presionar el botón de color rojo a la izquierda del nombre correspondiente al canal a utilizar. El botón cambiará a color verde e inmediatamente procederá a enviar la señal por medio de las salidas de la configuración SPI directamente al potenciómetro digital. De ser presionado nuevamente cambiará el valor de la variable correspondiente a 0 y volverá a cambiar a color rojo.

El botón de “Paro” cuenta con la habilidad de enviar directamente las dos variables a 0 de forma inmediata, enviar el correspondiente cambio a los potenciómetros y evitar que cualquier otra acción de cambio se pueda ejecutar mientras este se encuentre en su estado activo y de color rojo. Al presionar de nueva cuenta el botón se podrá reanudar de forma normal las funciones del programa.

El apartado de “Opciones” cuenta con comandos especiales relacionados a funciones propias del sistema operativo de la Raspberry Pi (Raspbian) y un LOG de datos. Con la opción de “Apagado” se puede cerrar el programa en caso de tener que usar otra función de la Raspberry Pi. La opción de “Reinicio”, reinicia totalmente el equipo, cargando todo nuevamente. Ambas opciones mandan las variables a 0 y el cambio a los potenciómetros antes de ejecutarse. La herramienta de “LOG” guarda un registro de los cambios de ambos potenciómetros. Se registra el cambio hecho, el potenciómetro empleado, el tiempo y la fecha. Se puede apreciar un ejemplo de la ventana de log en la ilustración 10.

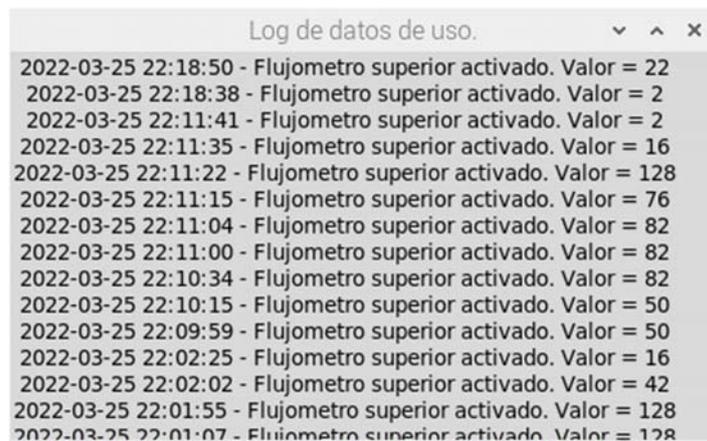


Ilustración 10) Visualización del LOG de datos.

### 3.3 Conexiones

Cuando la variable es capturada, validada y enviada al potenciómetro, el resto del sistema continua en su etapa física. En la ilustración 11 se muestran las conexiones realizadas entre todos los dispositivos.

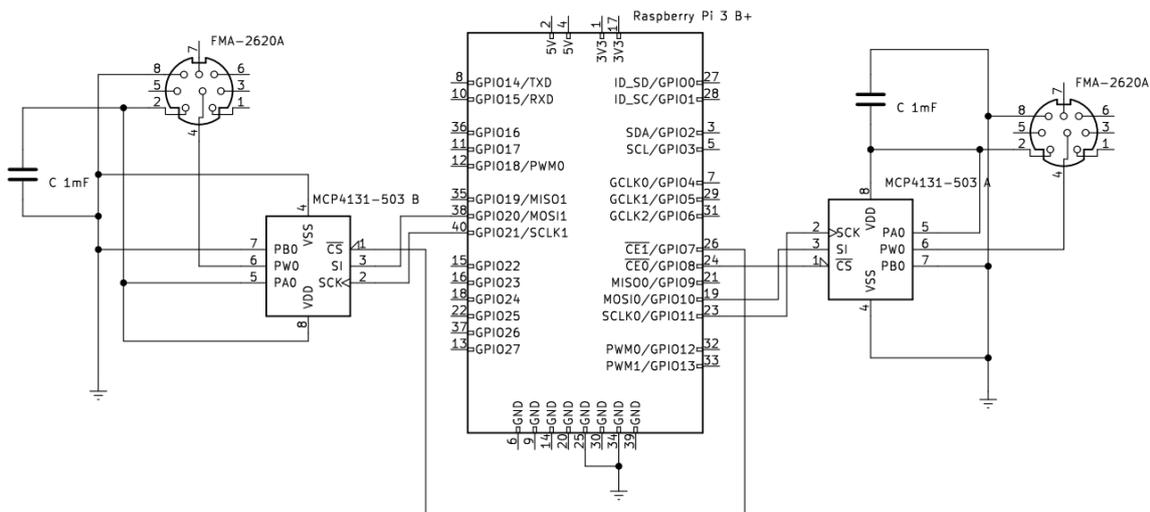


Ilustración 11) Diagrama de conexiones de todos los elementos.

Para la conexión entre los cinco elementos se optó por diseñar un par de circuitos impresos donde se montó un potenciómetro digital, un conector de bloque y una serie de pines en cada uno. El conector de bloque es de tres espacios y corresponde a tres terminales del conector mini-DIN del caudalímetro. La serie de pines corresponden a las salidas de la Raspberry Pi, estos están conectados por medio de cables puente hembra-hembra. Es posible montar todos los elementos en una sola placa, pero se tomó en consideración posibles modificaciones del gabinete y como tener estas conexiones por separado ayudaría a un mejor manejo de espacio.

Retomando la explicación del diagrama de la ilustración 11, las salidas asignadas para la comunicación SPI de la Raspberry se encuentran en los pines 19,23 y 24 para las conexiones del potenciómetro digital A (derecha), y 26,38 y 40 para las conexiones del potenciómetro digital B (izquierda). PIN 19 y PIN 38 se encargan de enviar la señal de maestro-esclavo para cargar la orden del cambio de variable, PIN 23 y PIN 40 es la señal de reloj que sincroniza a ambos dispositivos, PIN 24 y 26 indican al dispositivo correspondiente que esta activado para comunicación. En la ilustración 12 podemos ver como interactúan las conexiones entre los pines de la Raspberry Pi y las terminales de los potenciómetros digitales.

La configuración de ambos potenciómetros digitales es idéntica, en la cual se ignora la conexión de esclavo-maestro, puesto que el potenciómetro no cuenta con la forma de mandar información de regreso.

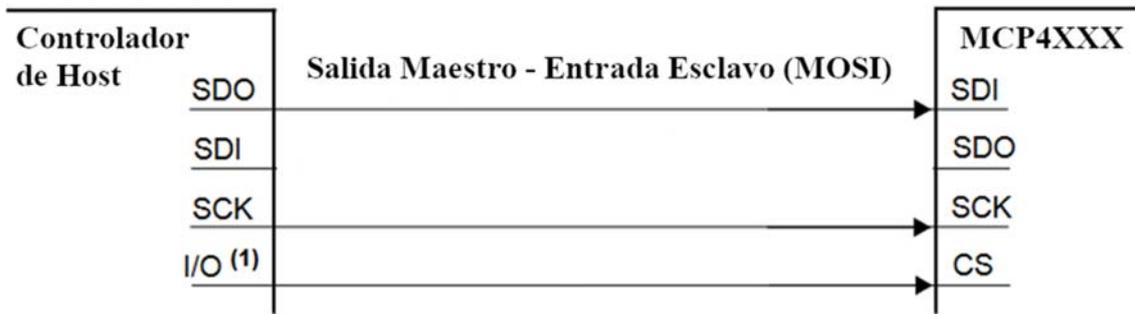


Ilustración 12) Configuración de señal SPI entre los potenciómetros digitales y la Raspberry Pi.

La conexión del caudalímetro se realizó en consideración del manual de usuario proporcionado por Omega Engineering Inc. En el manual se sugiere utilizar su salida de 5.12v, un potenciómetro de 50kOhm y el conector mini-DIN de 8 pines para controlarlo de forma análoga. La conexión se realizó como se presenta en el manual con la sustitución de un potenciómetro digital. Este esquema es el presentado en la ilustración 13.

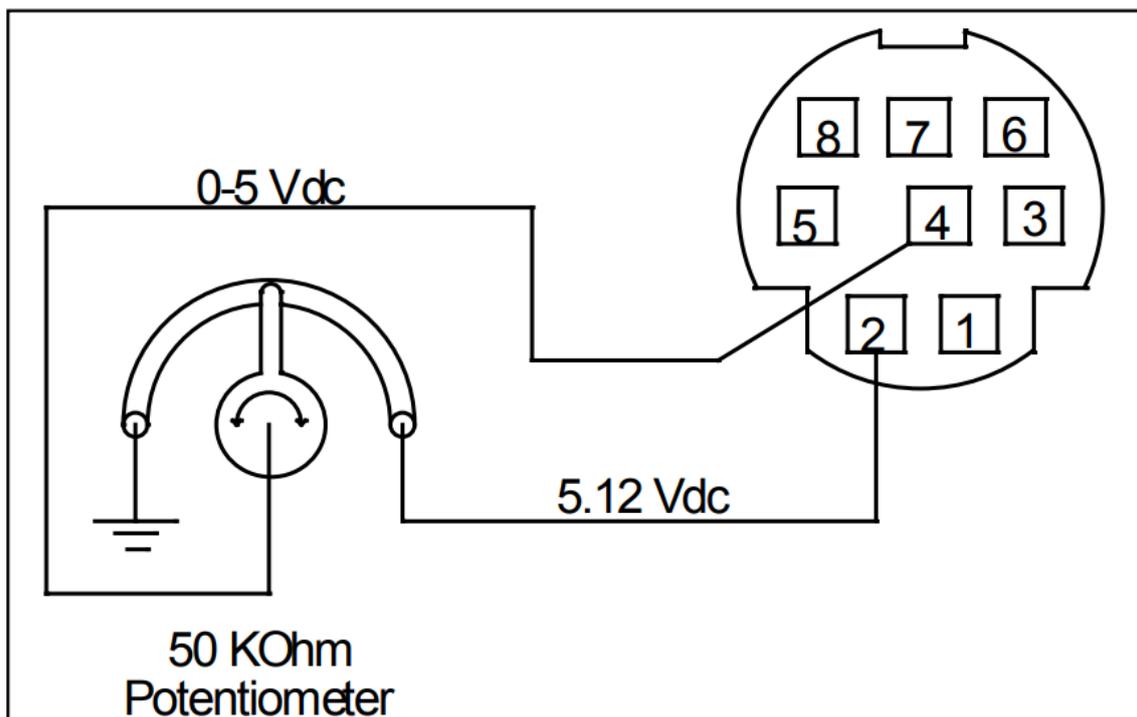


Ilustración 13) Configuración recomendada para la lectura de la entrada análoga del FMA-2600A.

La conexión se realiza empleando la salida 2 de 5.12v del caudalímetro en conjunto con la salida 8 del mismo, correspondiente a tierra. La salida de voltaje se conecta al pin 5 del

potenciómetro digital, mientras que la tierra se conecta al pin 7. Finalmente, la salida cuatro se conecta al pin 6 donde el voltaje de salida del potenciómetro varía conforme a su valor.

Esta conexión se realiza mediante la placa de circuito impreso, la cual cuenta con un espacio para colocar el potenciómetro digital, un espacio especial para el capacitor SMT (tecnología de montaje en superficie), la secuencia de pines y las respectivas entradas y salidas con terminal blocks. El capacitor se aplica como desacoplador, y con ello, ayuda a producir una señal sin ruidos debido a que una ligera variación en la salida del capacitor es suficiente para producir un cambio significativo en la salida de gas. Un modelo 3D y una visualización de las pistas del circuito impreso se puede observar en la ilustración 14.

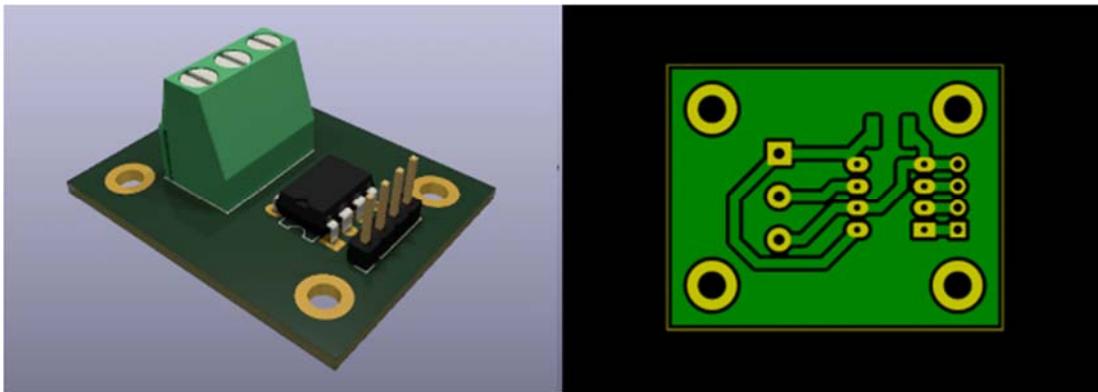


Ilustración 14) Modelo 3D y diseño de placa impresa desarrollada en KiCad.

### 3.4 Sistema de control PI-C

El ensamble de los elementos físicos en conjunto con la programación de software resulta en el sistema llamado “Sistema de control PI-C”. El sistema PI-C fue conectado a un sistema CVD donde se implementó para controlar la entrada de gases en un experimento para la deposición de nitruro de galio. El montaje de ambos sistemas se describe a detalle en el capítulo 4.2.

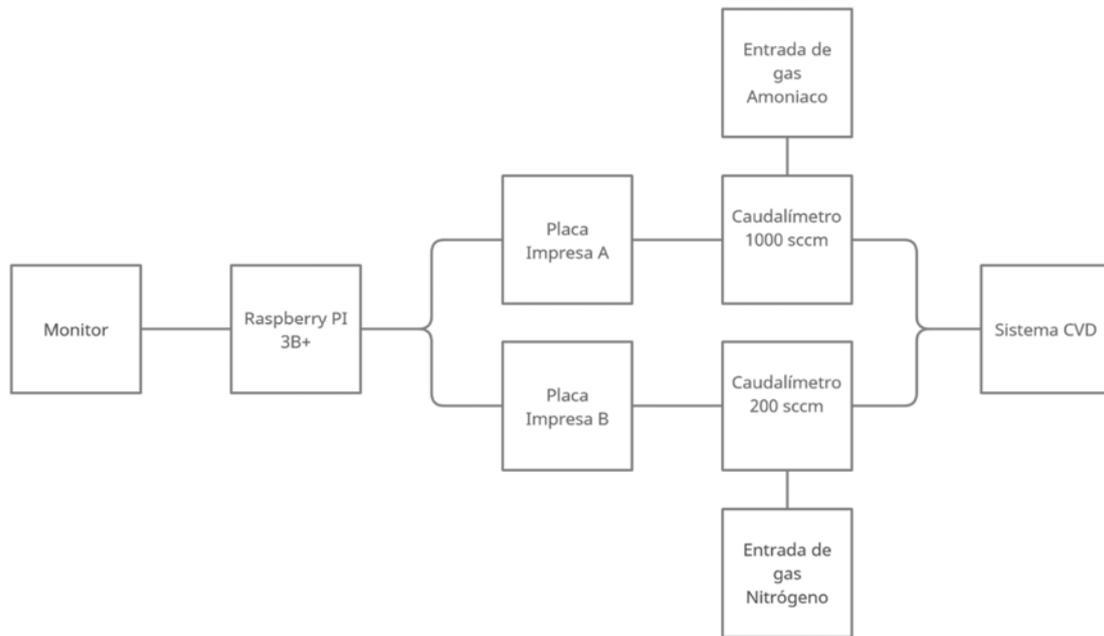


Ilustración 15) Diagrama de conexiones entre sistema PI-C y sistema CVD.

El diagrama de la ilustración 15 describe los elementos del sistema PI-C y como interactúan con los elementos de conexión del sistema CVD. Los gases se conectan en relación con la cantidad de flujo másico requerido en el experimento. Las entradas a los tubos de acceso de gases del sistema CVD esta conformadas por racores de acero inoxidable.

## **Capítulo 4.**

### **Resultados.**

#### **4.1 Caracterización**

La primera prueba del sistema fue realizada entre los potenciómetros digitales y los caudalímetros, con el objetivo de determinar la relación entre los pasos individuales de cada potenciómetro y los sccm reportados por cada caudalímetro. Esta interacción varía dependiendo del caudalímetro empleado, ya que ambos corresponden a diferentes intervalos de sccm. Adicionalmente, dentro de las configuraciones de los caudalímetros se da la opción de seleccionar el tipo de gas a usar. Para el caso particular de esta prueba se realizaron las tablas 3 y 4, donde se presenta la relación conforme a los gases de acetileno para el caudalímetro de 1000 sccm y de nitrógeno para el caudalímetro de 200 sccm.

Debido que el potenciómetro no responde de manera lineal, la proporción de flujo también exhibe el mismo comportamiento. Esto conlleva al requerimiento de la tabla de relación de valores para tener la certeza de los valores exactos que cada paso del potenciómetro representa en los caudalímetros. A raíz de la relación se puede determinar el valor aproximado más apropiado para el flujo de gas.

Los resultados obtenidos se muestran en las siguientes tablas 3 y 4 donde se muestran las relaciones de los valores. Es de notar que el paso 1 corresponde al valor 0 dentro del programa.

Tabla 3) Relación de valores de paso a sccm del caudalímetro A.

Relación Caudalímetro A – 1000 sccm							
Paso	SCCM	Paso	SCCM	Paso	SCCM	Paso	SCCM
1	0	34	246.4	67	451.4	100	693.1
2	10.7	35	252.8	68	457.8	101	702.3
3	19.7	36	259	69	464.4	102	711.2
4	28.4	37	265.5	70	470.9	103	720.3
5	37.4	38	271.8	71	477.3	104	729.5
6	45.9	39	278	72	483.9	105	738.4
7	54.3	40	284.2	73	490.6	106	747.9
8	62.5	41	290.7	74	497.2	107	757.5
9	70.8	42	296.9	75	503.8	108	767.3
10	78.8	43	303	76	510.5	109	777.2
11	86.7	44	309.1	77	517.5	110	787.4
12	94.4	45	315.2	78	524.3	111	797.7
13	102.2	46	321.3	79	531.1	112	808.1
14	109.8	47	327.4	80	538.1	113	818.7
15	117.3	48	333.5	81	545.2	114	829.5
16	124.7	49	339.7	82	552.3	115	840.5
17	132	50	345.8	83	559.4	116	851.8
18	139.2	51	351.9	84	566.5	117	863.4
19	146.3	52	358	85	573.8	118	875.1
20	153.4	53	364.1	86	581.1	119	887
21	160.4	54	370.2	87	588.5	120	899.2
22	167.3	55	376.3	88	596	121	911.5
23	174.2	56	382.5	89	603.7	122	924.2
24	181	57	388.8	90	611.3	123	937.1
25	187.8	58	394.9	91	619	124	950.3
26	194.5	59	401.1	92	626.9	125	964.2
27	201.1	60	407.2	93	635.2	126	978
28	207.7	61	413.5	94	643.2	127	992.1
29	214.3	62	419.7	95	651.3	128	1006.6
30	220.8	63	425.9	96	659.6	129	1021.3
31	227.3	64	432.2	97	667.5		
32	233.7	65	438.8	98	676		
33	240.1	66	445.1	99	684.5		

Tabla 4) Relación de valores de paso a sccm del caudalímetro B.

Relación Caudalímetro B – 200 sccm							
Paso	SCCM	Paso	SCCM	Paso	SCCM	Paso	SCCM
1	0	34	49.32	67	90.32	100	138.67
2	2.16	35	50.58	68	91.59	101	140.5
3	3.95	36	51.84	69	92.91	102	142.28
4	5.71	37	53.14	70	94.2	103	144.09
5	7.5	38	54.38	71	95.5	104	145.93
6	9.21	39	55.63	72	96.81	105	147.73
7	10.88	40	56.87	73	98.14	106	149.62
8	12.53	41	58.17	74	99.47	107	151.54
9	14.17	42	59.41	75	100.8	108	153.51
10	15.78	43	60.63	76	102.14	109	155.5
11	17.36	44	61.86	77	103.53	110	157.51
12	18.91	45	63.07	78	104.89	111	159.57
13	20.47	46	64.29	79	106.26	112	161.67
14	21.99	47	65.51	80	107.65	113	163.78
15	23.49	48	66.73	81	109.07	114	165.95
16	24.97	49	67.97	82	110.48	115	168.16
17	26.42	50	69.19	83	111.91	116	170.41
18	27.86	51	70.4	84	113.35	117	172.73
19	29.29	52	71.63	85	114.79	118	175.07
20	30.71	53	72.85	86	116.26	119	177.45
21	32.1	54	74.08	87	117.74	120	179.88
22	33.49	55	75.3	88	119.23	121	182.36
23	34.86	56	76.52	89	120.78	122	184.89
24	36.23	57	77.79	90	122.31	123	187.48
25	37.58	58	79.01	91	123.85	124	190.12
26	38.92	59	80.24	92	125.41	125	192.89
27	40.25	60	81.48	93	127.08	126	195.65
28	41.57	61	82.72	94	128.68	127	198.48
29	42.88	62	83.97	95	130.3	128	201.37
30	44.18	63	85.21	96	131.95	129	204.32
31	45.48	64	86.47	97	133.54		
32	46.77	65	87.78	98	135.23		
33	48.04	66	89.04	99	136.93		

## 4.2 Ensamblaje y montaje

Los elementos que conformar el prototipo del sistema son los siguientes: dos placas de circuito impreso, una base de plástico, dos caudalímetros másicos OMEGA 2600-FMA de 200 y 1000 sccm respectivamente, una Raspberry PI modelo 3B+, conectores y un par de cables miniDIN de 8 pines. Además, se utiliza un monitor la visualización y manipulación del programa.

La organización de los elementos se llevó a cabo en un área ordenada sobre una base fabricada en una impresora 3D, la cual se diseñó en forma de semicírculo con una extensión cuadrada donde se inserta un acrílico con ambos circuitos impresos montados sobre separadores de base. El resto de los elementos se conectan a las salidas y entradas de los circuitos impresos por medio de 8 conectores, en el caso de la Raspberry Pi, y por tres cables de las salidas de cada cable miniDIN de 8 pines correspondiente a cada uno de los caudalímetros. En la ilustración 16 se puede apreciar este ensamble.

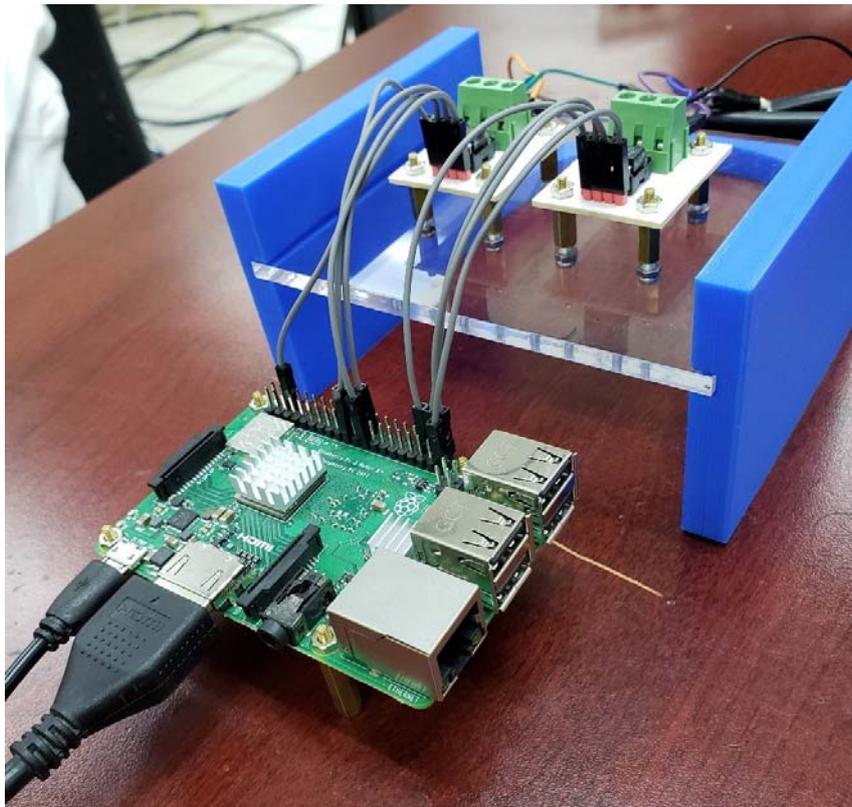


Ilustración 16) Ensamblaje de conexiones de elementos del sistema PI-C.

El sistema PI-C se acopló al sistema de CVD mediante conexiones de racores de acero inoxidable con los caudalímetros que el sistema CVD empleaba previamente. Esta conexión se realizó con el propósito de verificar que los sccm mostrados por los nuevos caudalímetros correspondieran a las medidas previas. En la ilustración 17 se muestran a los cuatro caudalímetros conectados.

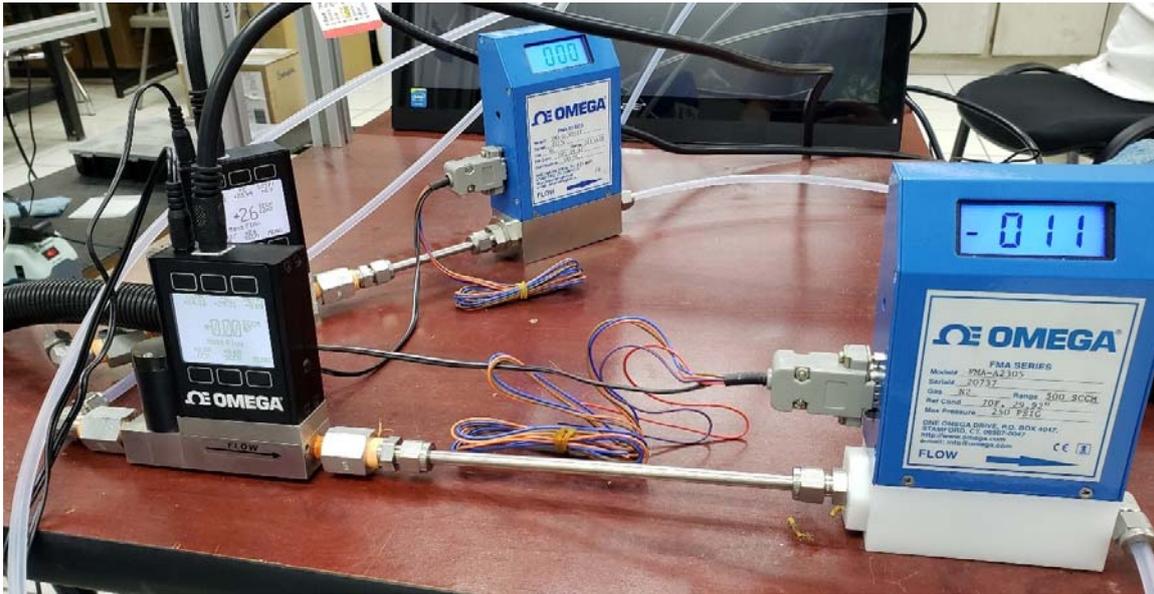


Ilustración 17) Conexiones de caudalímetros máxicos

La conexión de nitrógeno fue asignada al caudalímetro B de 200 sccm de resolución y la conexión de amoniaco hacia el caudalímetro A de 1000 sccm. Esta asignación es en base a los requerimientos de flujo de cada gas, siendo que el nitrógeno requiere una resolución de 100 sccm como máximo y el amoniaco de 400 sccm.

El resto del sistema de CVD está conformado por: Caudalímetro FMA-A2305, Caudalímetro FMA-A2305-SS los cuales se aprecian en la ilustración 17, tubo de cinco octavos y de 2 pulgadas, brida de entrada y salida, sistema calefactor para descomponer el cloruro de amonio, fuente principal de calor mostrado en la ilustración 19, cámara de reacción, mangueras de salida del sistema de desfogue y medición de presión, barómetro, sensor de presión digital, burbujeadores mostrados en la ilustración 21, válvulas de salidas y bomba de vacío. En la ilustración 18 se muestra el sistema en su totalidad con la mayoría de los elementos previamente mencionados.



Ilustración 18) Elementos de los sistemas PI-C y CVD conectados.

### 4.3 Desarrollo del experimento

Todas las conexiones del sistema CVD se prueban para garantizar que no existan fugas y que los cambios de sccm en vacío se realicen antes de comenzar con el experimento. Una vez que las pruebas de seguridad y que los nuevos elementos trabajan correctamente se procede a realizar una síntesis.

El primero paso conlleva la purga mediante vacío al sistema. Este paso se requiere para extraer cualesquiera remanentes gaseosos que cuente dentro de la cámara. El vacío se genera por el trabajo de una bomba mecánica y se realiza hasta alcanzar 50 mili-torr.

Con el nivel de vacío requerido se inicia la rampa de temperatura hasta llegar a los 900°C, proceso que conlleva aproximadamente una hora y media. Al alcanzar la temperatura requerida, la muestra se expone a tratamiento térmico durante 1 h, con el objetivo de formar centros de nucleación sobre el sustrato. El horno al finalizar su tratamiento químico se presenta en la ilustración 19.



Ilustración 19) Horno en proceso de calentamiento a 900°C.

Pasado el tiempo del tratamiento térmico, se procede con la inyección de gases. Para esto se hace empleo del sistema PI-C. El nitrógeno es el primer gas requerido y este se administra de forma escalonada hasta llegar a los 100 sccm por medio del canal B, esto se puede visualizar en la ilustración 20. Es necesario que el proceso se realice de forma escalonada para evitar una inyección de masa de manera abrupta que podría causar diversos problemas en el proceso.



Ilustración 20) Caudalímetro del canal B en 100 sccm

Mediante la inyección de nitrógeno, la presión del sistema es incrementada hasta alcanzar presión atmosférica. Esto se comprueba por medio del barómetro que debe de marcar 0 y el indicador digital marca 730 torr. En este momento es cuando se abren los burbujeadores, lo cual comprueba la inyección constante de nitrógeno en el sistema. En la ilustración 21 se aprecian los burbujeadores.



Ilustración 21) Burbujeo de nitrógeno.

Acto seguido se emplea el canal A del sistema PI-C para introducir el amoniaco al sistema. Al igual que en proceso del nitrógeno, este se lleva a cabo de manera escalonada hasta alcanzar los 400 sccm, como se muestra en la ilustración 22. Con el nitrógeno burbujeando y la aplicación de amoniaco, los gases comienzan a mezclar para dar paso al inicio de la síntesis. Se aplica calor al cloruro de amonio, el cual produce especies volátiles dando inicio al proceso de depósito. Cabe mencionar, que el presente procedimiento experimental, ha sido aplicado previamente en el crecimiento del semiconductor utilizando un sistema manual para regular los flujos de gases [13].



Ilustración 22) Caudalímetro del canal A en 400 sccm

El tiempo del experimento se determina por el consumo de cloruro de amonio, y generalmente dura una hora aproximadamente. Cumplido el tiempo de depósito de la muestra; la temperatura comienza a reducir de forma escalonada con el propósito de llegar a temperatura ambiente. Los gases se mantienen constantes hasta que la temperatura llega aproximadamente a 600°C, en ese punto se corta el flujo de amoniaco debido a su baja

reactividad, producto del decremento en la temperatura. Por otro lado, el nitrógeno continúa fluyendo para evitar que la presión se eleve por el calor. Al llegar a 100°C, se cierra el canal del nitrógeno para extraer la muestra del experimento. La muestra obtenida de este experimento se muestra a continuación en la ilustración 23.

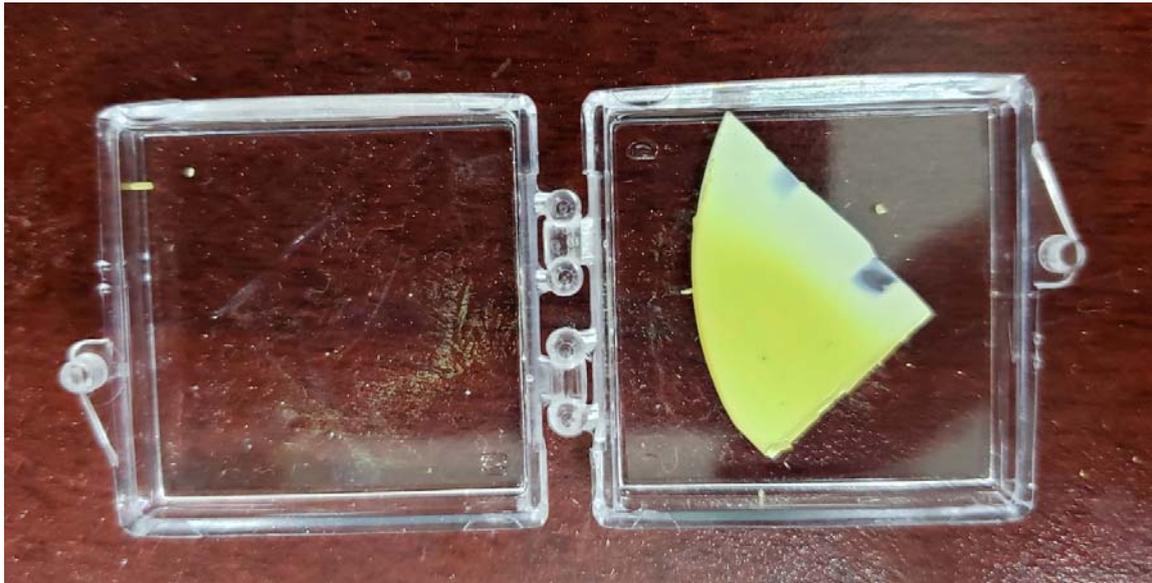


Ilustración 23) Resultado del proceso de síntesis.

#### 4.4 Resultados de la síntesis

El material depositado utilizando el sistema propuesto en esta tesis, es conocido como nitruro de galio (GaN) e idealmente es visiblemente transparente al ojo humano. Sin embargo, el GaN cuando desarrolla ciertos defectos estructurales, puede presentar una apariencia de color amarillo, la cual se relaciona con la emisión de la banda YL [14]. La ilustración 24 muestra una comparativa con otras pruebas realizadas en el mismo sistema CVD. Al revisar y comparar la muestra con otras previamente depositadas, es posible observar como el depósito resultante obtenido presenta el mismo pigmento característico del nitruro de galio, indicando un crecimiento exitoso del semiconductor [15]. Este resultado demuestra la capacidad del sistema de flujo másico presentado en este proyecto, como un sistema que tiene aplicación escalonada de los gases, con un constante flujo preciso y los cierres de corte de flujo, que aportaron los parámetros necesarios para desarrollar la síntesis del sistema CVD para el GaN.



Ilustración 24) Comparativa entre diversos experimentos.

El GaN es un semiconductor que tiene importantes aplicaciones en la región del UV y que, al incorporarle indio, es posible formar un semiconductor ternario InGaN, que puede cambiar sus propiedades optoelectrónicas en el rango del espectro electromagnético desde el ultravioleta, visible al infrarrojo. Como propuesta de trabajo futuro, se propone realizar un diseño de experimentos considerando el siguiente diseño de experimentos:

Experimento	Flujo N <sub>2</sub> (sccm)	Flujo NH <sub>3</sub> (sccm)	Temperatura (°C)
1	100	200	700
2	100	200	900
3	100	400	700
4	100	400	900
5	200	200	700
6	200	200	900
7	200	400	700
8	200	400	900

Esta propuesta surge con la idea de explorar el desempeño del sistema de flujo másico ya en un diseño de experimentos, en particular el tipo factorial.

## Capítulo 5.

### Conclusiones

Primero se desarrolló un sistema de control para manejar ambos caudalímetros por medio de un par de potenciómetros digitales, esto se cumplió con éxito al poder modificar de forma inmediata y precisa los valores de los caudalímetros. La interfaz gráfica y funciones del software son fáciles de interpretar y manejar, por lo que el usuario que maneje el sistema puede modificar en tiempo real con precisión los cambios de sccm en relación a las tablas de valores registradas.

Durante la prueba en conjunto del sistema CVD se logró un resultado similar a experimentos anteriores. La mejora apreciable fue el manejo más sencillo en el control de las entradas de gases. Al tener una interfaz sencilla y de rápida respuesta, el control de los flujos de gas se puede manejar a distancia y sin tener que manipular directamente los caudalímetros de forma manual durante el proceso de experimentación.

Una propuesta de mejora para el sistema es la creación de un gabinete donde pueda ser almacenado y transportado. Para el diseño se consideró la pantalla oficial de la Raspberry Pi que permite montar a este propio dispositivo sobre sí misma y ahorrar espacio. Una propuesta en 3D se puede observar en la ilustración 25.

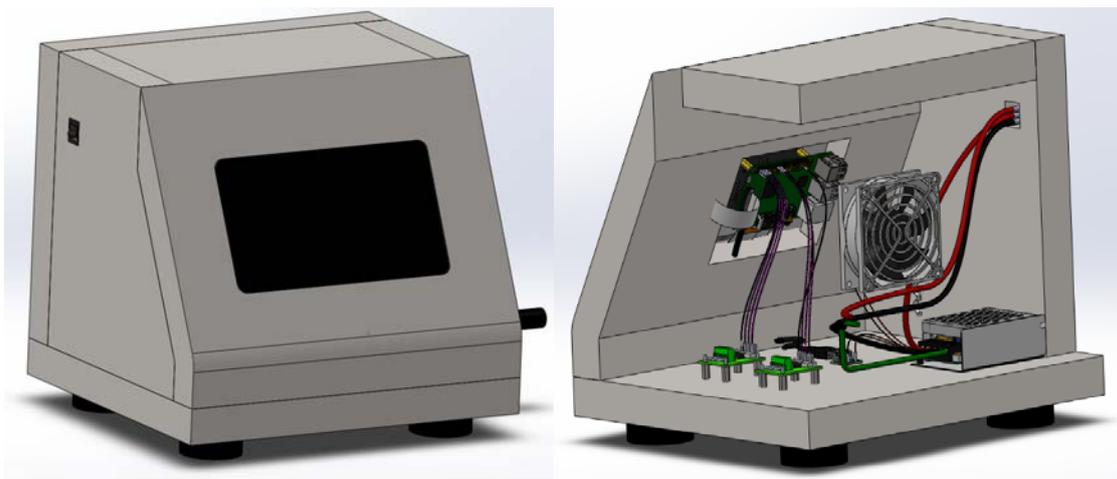


Ilustración 25) Propuesta de modelo 3D del sistema PI-C.

En esta propuesta se emplean una pantalla oficial de Raspberry Pi, la cual ya se encuentra preprogramada en el software del sistema, una fuente conmutada de 5v a 4A, un abanico de 5v y un adaptador USB para alimentar la pantalla y la Raspberry Pi, un switch y un conector de corriente.

En esta propuesta se mejoró el control del sistema al permitirse una configuración específica para cada usuario en el control por paso o de valor directo de los caudalímetros. La información que puede mostrarse en pantalla es altamente configurable y pueden ser agregadas una gran gama de diferentes variables en relación a lo que el usuario requiera. La lectura de la información es de forma inmediata y en conjunto con las variables de seguridad presentes dentro del mismo código del programa genera un sistema con una alta prevención de errores.

El sistema presenta una excelente base sobre la cual pueden crearse una alta gama de configuración de personalización relacionadas a los requerimientos específicos de sus usuarios. Pueden ser agregadas funcionalidades de seguridad, almacenamiento de datos o configuración sobre el código base que generan un prototipo adaptable a todo factible comprador que desde su forma base ya ofrece lo que otros sistemas en el mercado.

## Referencias

- [1] Donald A. Neamen, “Semiconductor physics and devices basic principles, 4<sup>th</sup> Edition,” 2012.
- [2] N. E. Battikha, “The Condensed Handbook of Measurement and Control, 3rd Edition,” 2007.
- [3] Peter Y. Yu, Manuel Cardona, “Fundamentals of Semiconductors: Physics and Materials Properties, 4th Edition,” 2010.
- [4] Krishna Seshan. “Handbook of Thin-Film Deposition Processes and Techniques Principles, Methods, Equipment and Applications, 2nd Edition,” 2002.
- [5] Wasa K., Kanno I., Kotera H., “Handbook of Sputter Deposition Technology. Fundamentals and Applications for Functional Thin Films, Nano-Materials and MEMS, 2nd Edition,” 2012.
- [6] Kwang-Leong Choy, “Chemical Vapour Deposition (CVD) Advances, Technology and Applications,” 2019.
- [7] Hari Singh Nalwa, “Handbook of Thin Film Materials. Volume 1: Deposition and Processing of Thin Films,” 2002.
- [8] Richard W. Johnson, Adam Hultqvist, Stacey F. Bent, “A brief review of atomic layer deposition: from fundamentals to applications,” *materialstoday*, vol. 17, no. 5, pp. 236–246, 2014.
- [9] Q. Jane Wang, Yip-Wah Chung, “Encyclopedia of Tribology,” 2013.
- [10] Luzhao Sun, Guowen Yuan, Libo Gao, Jieun Yang, Manish Chhowalla, Meysam Heydari Gharahcheshmeh, Karen K. Gleason, Yong Seok Choi, Byung Hee Hong & Zhongfan Liu, “Chemical vapour deposition,” *Nature Reviews Methods Primers*, vol. 1, no. 5, pp 1–20, 2021.
- [11] Derek Molloy, “Exploring Raspberry PI. Interfacing to the real world with embedded Linux,” 2016.
- [12] Richard Miller, “Flow Measurement Engineering Handbook,” 1996.

- [13] G. Valenzuela-Hernandez, D. Berman-Mendoza, R. Rangel, J. Vazquez, C. Bohorquez, O.E. Contreras, R. Carrillo, R. García-Gutierrez, A. Ramos-Carrasco, “Ammonia thermally treated gallium nitride deposited on gold-nucleation sites”, *Chemical papers*, 77 pp. 825–836 (2023).
- [14] M.A. Reshchikov, H. Morkoc, Luminescence properties of defects in GaN, *Phys.* 97 (2005) 061301.
- [15] Ramos-Carrasco A., García R., Barboza-Flores M., Rangel R.,  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  fibres grown on Au/SiO by chemical vapour deposition, *Bull. Mater Sci* 37:1597–1602, (2014).