



**INAOE**

**Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y  
Electrónica.**

Reporte Técnico No. 679

Coordinación de Óptica

Manual complementario de la evaporadora Balzers,  
Mod. BA510A, Cañón de electrones Mod. HVCEB-8 y  
procesos de fabricación de crisoles

Dr. Bartolome Reyes Ramírez

Tec. Claudia Carballo Manuel

Noviembre 2022

Luis Enrique Erro No. 1

Sta. María Tonanzintla

72840, Puebla, México

**©INAOE 2022**

Derechos Reservados

El autor otorga al INAOE el permiso de reproducir y  
distribuir copias de este reporte técnico en su totalidad  
o en partes mencionando la fuente.



## **Título**

Manual complementario de la evaporadora Balzers, Mod. BA510A, Cañón de electrones Mod. HVCEB-8 y procesos de fabricación de crisoles.

## **Objetivo:**

Conocer los conceptos básicos y procedimientos para operar la evaporadora Balzers BA510A, operar el cañón de electrones y procedimiento de fabricación de crisoles con diferentes tipos de materiales.

## **Resumen.**

En el ámbito de la óptica, el recubrimiento de superficies con películas delgadas consiste en cubrir la superficie de algún material óptico con algún material de recubrimiento específico, combinar diferentes materiales para producir uno nuevo y que esta nueva combinación pueda producir cambios al material modificando las propiedades ópticas y eléctricas del mismo. Esto se puede lograr alternando capas o mezclando materiales, con el fin de modificar las propiedades de dichos materiales usados como substrato o lente. Para esto, se tiene que controlar parámetros físicos y químicos como espesor, temperatura, nivel de vacío (presión atmosférica), entre otros factores que influyen para la fabricación de la película. Para lograr esto, se hace uso de una evaporadora la cual tiene los elementos adecuados para realizar dicha tarea. Por lo anterior, en este reporte técnico se describe el procedimiento de encendido, apagado y funcionamiento de los componentes de la evaporadora Balzers, modelo BA510A. También se describe el procedimiento de encendido, funcionamiento de los componentes y apagado del cañón de electrones, las ventajas y desventajas del uso de éste en el cañón. En seguida, se refieren los procedimientos para la fabricación de crisoles cuya función es principalmente calentar, fundir, quemar y calcinar sustancias. Finalmente se describe una breve conclusión de todos los procedimientos.

## TEMARIO.

1. Antecedentes.....	3
2. Marco teórico.....	4
2.1 Tecnología de película delgada y aplicaciones.....	4
2.2 Evaporadora de película delgada.....	6
2.3 Fuente térmica.....	7
2.4 Cañón de electrones.....	7
2.5 Deposición de película delgada.....	8
2.6 Vidrio óptico.....	8
3. Proceso de encendido, operación y apagado de la evaporadora Balzers BA510A.....	9
3.1 Procesos de encendido .....	9
3.2 Procesos de apagado.....	15
4. Operación de cañón de electrones .....	18
5. Operación del carrusel de crisoles (crucible indexer) .....	23
5.1 Configuración del controlador del crisol.....	24
6. Configuración del patrón del controlador de barrido.....	25
7. Fabricación de crisoles.....	27
7.1 Proceso de limpieza.....	28
7.2 Proceso de desgasificación.....	29
8. Conclusiones.....	45
9. Bibliografía.....	45

## **1. Antecedentes.**

La historia de máquinas y técnicas para recubrimientos de películas delgadas ha existido desde hace miles de años. Los egipcios ya aplicaban láminas muy finas de oro para adornar sarcófagos, santuarios y coronas. Actualmente, un artesano puede conseguir las láminas de oro alrededor de 0.05 $\mu$ m de espesor. En general, el recubrimiento de películas se usa para varias características que pueden ser desde el embellecimiento de los materiales, hasta la mejora en su rendimiento, esto va a depender de su aplicación.

En el ámbito de la óptica, el recubrimiento de películas delgadas consiste en recubrir algún material en específico, combinar materiales, ya sea en capas alternadas o con mezcla de materiales para producir nuevas propiedades ópticas y eléctricas, con el fin de modificar propiedades de dichos materiales usados como sustrato o lente. Para esto se tiene que controlar los parámetros como espesor, temperatura, nivel de vacío (presión atmosférica), entre otros factores para la fabricación de la película. Con lo mencionado, se pueden lograr excelentes porcentajes de reflectancia o transmitancia (que refleje o transmita el mayor porcentaje de luz), dependiendo de la necesidad. Para lograr una máxima transmitancia, reflectancia de un material, es importante partir de un diseño, esto se logra con software especializado en el área o con modelos matemáticos. Con el conocimiento y software adecuado, se puede lograr la combinación de materiales en capas alternadas o evaporadas simultáneamente sobre un sustrato, dando origen a nuevas propiedades ópticas y eléctricas de los materiales, permitiendo así el diseño de dispositivos ópticos o electroópticos.

Para llevar a cabo los recubrimientos, existen técnicas tradicionales que permiten el control de la evaporación de capas delgadas, como son: la evaporación térmica, el cañón de electrones, métodos de pulverización (catódica, radio frecuencia, reactiva, etc.), depósito de vapor químico, evaporación por pulsos láser. Recientemente se han desarrollado nuevas técnicas como: depósito de capas moleculares, asistencia de iones, evaporación por plasma, evaporación de capas atómicas, etc. Actualmente se ha llegado a la etapa de automatización total del proceso de fabricación de determinados dispositivos ópticos logrando un mejor control, teniendo resultados excelentes para cada necesidad. Por lo anterior, en este reporte técnico se describe el procedimiento de encendido, operación y apagado de la evaporadora Balzers, modelo BA510A dada la necesidad de realizar recubrimientos para diferentes aplicaciones. También se describe el procedimiento para encender, controlar y apagar el cañón de electrones. Además, se describen los procedimientos para la fabricación de los crisoles, las ventajas y desventajas del uso de éstos en el cañón de electrones.

## **2. Marco teórico**

### **2.1 Tecnología de película delgada y aplicaciones**

En general, las películas delgadas consisten en un material depositado sobre una superficie con un rango de fracciones de nanómetro hasta varios micrómetros de espesor. Este tipo de materiales se desarrollan para proporcionar propiedades especiales, como pueden ser eléctricas, ópticas, mecánicas, químicas, que satisfagan las necesidades de aplicaciones

específicas. Las propiedades deseadas están determinadas por la estructura de la película resultante, que depende en gran medida del método de deposición, el material de la película y el sustrato seleccionado. De acuerdo con la amplia gama de aplicaciones de las películas delgadas, se han mejorado una serie de métodos de deposición para optimizar las propiedades de la película. En términos generales, la producción de películas delgadas se puede realizar con base a dos grupos tecnológicos, a saber, métodos de deposición física y química.

Como se mencionó, las tecnologías de película delgada se dividen en PVD (deposición física de vapor) y CVD (procesos por deposición química de deposición de vapor) [1, 2].

Los procesos de PVD incluyen:

- Evaporación de alto vacío
- Pulverización catódica
- Recubrimiento de iones
- Implantación de iones
- Mezcla de haz de iones
- Métodos de difusión de plasma e implantación de pulsos.
- Pulverización de plasma.
- La evaporación de alto vacío se utiliza en cinco diferentes fuentes de evaporación:
  - Fuentes calentadas por resistencia (calentadas directamente o indirectamente)
  - Evaporadores de haz de electrones enfriado por agua, crisoles de Cu o crisoles revestidos y diferentes ángulos de desviación del haz de electrones
  - Evaporadores de arco anódico
  - Evaporadores de arco catódico
  - Evaporadores de inducción.

El proceso CVD es un método de deposición en el que se introduce un compuesto volátil de una sustancia preestablecida en un reactor, generalmente junto con un gas inerte, para inducir una reacción química que produce una película delgada sólida sobre un sustrato a una temperatura elevada. En esta técnica, a diferencia de PVD, la reacción no tiene que producirse en condiciones de vacío. Debido a su versatilidad para trabajar con una amplia gama de reactivos y precursores, esta técnica permite la deposición de una variedad de estructuras, incluidas aleaciones metálicas y semiconductores compuestos con un excelente control de pureza y dopaje (película estequiométrica) [5]. En comparación con PVD, esta técnica ofrece mayores tasas de deposición, mejor conformidad en sustratos rugosos, fácil deposición sobre superficies complejas y alto rendimiento. Sin embargo, algunas desventajas, como el uso de altas temperaturas del sustrato y la toxicidad e inflamabilidad de los gases reactivos, han impedido que se use en desarrollos de baja escala, pero está bien justificado en aplicaciones donde se requiere un alto rendimiento, es decir, semiconductor industrial. Los procesos de CVD se pueden clasificar según el tipo de fuente empleada para iniciar la reacción química, el rango de presión bajo el cual se lleva a cabo la deposición y el tipo de reactivo utilizado. El método CVD más establecido se describe a continuación [1, 2].

- El CVD térmico activado
- ECV mejorada con plasma (PECVD)
- CVD metalorgánico (MOCVD)

En general, la tecnología de película delgada ofrece una serie de beneficios para los fabricantes como la reducción de los costos de producción, productos terminados más pequeños y ligeros, y una mayor flexibilidad. Las películas delgadas se pueden hacer de una variedad de materiales incluyendo silicio y cerámica. Las empresas especializadas en el desarrollo y aplicación de películas delgadas se pueden encontrar en todo el mundo. Un ejemplo en el uso de la tecnología de película delgada es en la producción de semiconductores, incluyendo el desarrollo de nuevas células fotovoltaicas. El tamaño puede ser crítico con los semiconductores, especialmente en lo que los consumidores esperan que las computadoras portátiles más pequeños y delgados, teléfonos celulares y otros dispositivos electrónicos. La película delgada ofrece una superficie estable y un buen desempeño, sin la mayor parte de los revestimientos más tradicionales.

Para la óptica como lentes, ventanas especialmente tratadas y espejos, y así sucesivamente, la tecnología de película delgada ofrece un rendimiento mejorado. La capa delgada reduce las distorsiones, disminuye el peso, y lleva a cabo como capas más gruesas de materiales. Las películas delgadas pueden filtrar la luz, añadir aislamiento, o girar una lente en un espejo, en función de la necesidad. Al igual que con otros avances tecnológicos, hay espacio para la mejora constante, incluyendo la realización de películas más delgadas, la ampliación de las aplicaciones y el desarrollo de nuevos métodos para la fabricación de películas delgadas.

## **2.2 Evaporadora de película delgada**

Una maquina evaporadora de películas delgadas es aquella que tiene características específicas para crear películas finas. Esto es posible cuando el material pasa por tres procesos que son: solido, líquido y gaseoso, respectivamente. También hay materiales que pasa por el proceso de sublimación. Una evaporadora de películas delgadas puede depositar espesores desde 1 nm hasta cientos de nanómetros sobre un sustrato o algún material en específico. Para llevar a cabo el recubrimiento, se requiere una cámara de vacío, fuente de calentamiento, campana de portasustratos, sensor de cristal de cuarzo, sensor de temperatura, sistema de limpieza por plasma. Existen otras máquinas que llevan a cabo los recubrimientos por ataque termoquímico. Este método de deposición consiste en la introducción de un compuesto volátil de una sustancia preestablecida en un reactor, generalmente junto con un gas inerte, para inducir una reacción química que produce una película delgada sólida sobre un sustrato a una temperatura elevada.

Existen diferentes tipos de fuentes para la evaporación de materiales y formación de películas delgadas. Entre las más comunes son: la evaporación resistiva y la evaporación por haz de electrones. En ambas de estas técnicas, el material se calienta y llega a un punto de ebullición,

se evapora y gracias al sistema de vacío, viaja al sustrato o material objetivo. Ambas técnicas requieren que el blanco o material a evaporar sea 99.999% puro. Para evaporar algunos de los materiales, se requiere gas inerte, esto va a depender de la aplicación.

### **2.3 Fuente térmica**

Para evaporar un material con fuente térmica, se utiliza un bote de retención de carga o bote resistivo en donde se pasa una corriente eléctrica, esto calienta el bote y el blanco causando que se genere la sublimación o evaporación. La potencia es variable dependiendo del material a evaporar dado que cada uno de ellos tienen diferentes puntos de fusión. Para obtener los altos puntos de fusión necesarios para los metales, la bobina/bote resistivo se expone a una gran corriente continua (CC), donde el alto vacío (por debajo de  $10^{-5}$  Torr) favorece la evaporación del metal y lo transporta al sustrato. Esta técnica es especialmente aplicable para materiales con puntos de fusión bajos. En el proceso de evaporación térmica, si las moléculas evaporadas del material objetivo en su camino hacia el sustrato chocan con las moléculas de los gases en la cámara o contaminantes, sufrirán cambios no deseados en su camino y esto afectará negativamente la calidad del recubrimiento sobre la muestra. Por ello, la importancia de alto vacío para garantizar buena calidad del recubrimiento [3].

### **2.4 Cañón de electrones**

Algunos materiales no son adecuados para la evaporación por bote resistivo debido a que pueden eliminar grandes secciones de materia sólida durante el proceso. Si estos sólidos chocan con la película delgada que se forma sobre el sustrato, lo pueden arruinar. Otras de las limitaciones de la evaporación por fuente resistiva es la evaporación de algunos materiales como el Molibdeno, tungsteno por mencionar algunos. Estos materiales requieren el punto de fusión muy alto ( $>2500^{\circ}\text{C}$ ). Por todo lo mencionado se utiliza el cañón de electrones. Un cañón de electrones (también llamado emisor de electrones) es una técnica alternativa sencilla para evaporar materiales, al vacío y controladas con oxígeno, argón o nitrógeno. Para una mejor calidad de depósito de película, la cámara de deposición debe evacuarse a una presión de al menos  $7,5 \times 10^{-5}$  Torr ( $10^{-2}$  Pa) para permitir el paso de electrones desde el cañón de electrones hasta el material de evaporación, que puede tener forma de granos, lingote o varilla [3, 4]. Alternativamente, algunos sistemas de cañón de electrones modernos utilizan un sistema de supresión de arco y se pueden operar a niveles de vacío tan bajos como  $5.0 \times 10^{-3}$  Torr, para situaciones como el uso paralelo con pulverización catódica de magnetron [2, 5]. Se pueden evaporar varios tipos de materiales en una sola corrida cuando se cuenta con varios crisoles en un carrete. Para evaporar cada material, se requiere potencias desde decenas a cientos de kilovatios. Los haces de electrones pueden generarse mediante emisión termoiónica, emisión de electrones de campo o el método del arco anódico. El haz de electrones generado se acelera a una energía cinética alta y se dirige hacia el material de evaporación. Al chocar con el material de evaporación, los electrones perderán su energía muy rápidamente. La energía cinética de los electrones se convierte en otras formas de

energía a través de interacciones con el material de evaporación. La energía térmica que se produce calienta el material de evaporación y hace que se funda o se sublime. Una vez que la temperatura y el nivel de vacío sean lo suficientemente altos, se producirá vapor del fundido o sólido. El vapor resultante se puede usar para recubrir superficies del sustrato o material objetivo [2, 5].

## **2.5 Deposición de película delgada**

La deposición de películas delgadas es una técnica utilizada en la industria y la academia para aplicar un revestimiento de película a un sustrato, lente, vidrio, o material objetivo. Los recubrimientos de películas delgadas se aplican para cambiar propiedades ópticas de material objetivo, las propiedades corrosivas de los metales y propiedades eléctricas de los semiconductores. Para lograr esto, se utilizan diferentes técnicas, como las que se mencionaron arriba. Para llevar a cabo la deposición de películas delgadas, existen una amplia gama de materiales. Cada material tiene una respuesta diferente, dependiendo de la necesidad del usuario.

El recubrimiento de películas delgadas tiene diversas aplicaciones, por mencionar algunos, el recubrimiento de lentes y vidrios pueden generar mejoras en las propiedades de reflexión, refracción, transmisión, filtros divisores de haz, gafas graduadas entre otros. Para el recubrimiento y generación de semiconductores resulta una mejor conductancia o aislamiento utilizando obleas de silicio. Los recubrimientos en cerámicas resultan anticorrosivos, duras y como aislantes, también frágiles a bajas temperaturas. Sin embargo, se han utilizado con éxito en sensores, circuitos integrados y diseños más complejos.

## **2.6 Vidrio óptico**

Un vidrio óptico es aquella que pasa por una serie de materiales vítreos que por sus especiales características relativas a su índice de refracción y a su número de Abbe, reúnen las propiedades necesarias para ser utilizados en la fabricación de dispositivos ópticos, tales como lentes, espejos, y prismas. Por ejemplo, los fosfatos de alta pureza garantizan una imagen clara, ya que el vidrio óptico adquiere sus propiedades de alta refracción entre otros, por la adición de bismuto, molibdeno o niobio. Para la corrección de errores cromáticos se emplean vidrios a base de flúor. Para la fabricación de vidrios ópticos se tienen que considerar varios factores dado que las más mínimas impurezas, por ejemplo, las de metales como el hierro, provocan pérdidas de transmisión y hasta errores cromáticos. En adición, para un vidrio óptico, se agrega recubrimientos de películas delgadas para cambiar la naturaleza de la luz que pasa a través de la lente por refracción, reflexión a ciertas longitudes de onda. El recubrimiento en una lente puede ser diseñada para interferir de manera constructiva o destructiva ciertas longitudes de onda de la luz. Muchos dispositivos ópticos utilizan más de una capa de película delgada a la vez para cambiar las propiedades de su naturaleza. Cuando nos referimos a instrumentos ópticos como cámaras, binoculares, o video



proyector para la transmisión de un partido de fútbol sobre una gran pantalla, lo importante es la nitidez y para lograrlo, se tiene que usar lentes ópticos de primera calidad para tener una mejor reproducción de imagen, especialmente en el caso de los aparatos compactos modernos más pequeños.

### **3. PROCESO DE ENCENDIDO, OPERACIÓN Y APAGADO DE LA EVAPORADORA BALZERS BA510A**

A continuación, se describe el proceso de encendido y apagado de la evaporadora Balzers BA510A dado que no se encontró algún manual donde explique estos procesos.

#### **3.1 PROCESOS DE ENCENDIDO**

1.- Encender o revisar que el flujo de la presión del aire se encuentre entre 80 a 100 psi como se muestra en la figura 1. Si la presión es más baja de lo mencionado, es probable que el sistema de aire tenga fugas o se requiera dar mantenimiento. Revisar que los filtros no tengan aceite, de lo contrario, darle mantenimiento de limpieza o cambio.



Figura 1. Barómetro del flujo de aire de la evaporadora.

2.- Como se muestra en la figura 2, se enciende el interruptor del distribuidor general de voltaje que se encuentra en la parte inferior de la evaporadora como se muestra en la foto, el POWER DISTRIBUTOR BNV. Se gira el interruptor en la dirección de las manecillas del reloj un nivel (girar de AUS a EIN).



Figura 2. Interruptor para el encendido de la evaporadora.

3.- Abrir la llave de paso de la tubería del agua y encender el BREAKE de la Bomba de agua (Figura 3-a), revisar que el flujo de la presión del agua se encuentre entre 80 a 100 psi como se muestra en la figura 3-b. Si la presión es más baja de lo mencionado, es probable que el sistema de bombeo tiene fugas o se requiere dar mantenimiento al motor. Si el sistema cuenta con el enfriador (chiller), revisar que la temperatura del agua se encuentre entre 15 a 18 grados.



a)



b)

Figura 3. a) Interruptor de corriente y llave de paso del agua (amarillo), b) barómetro que mide la presión del agua

4.- Encender el controlador lector del sensor de pirani del vacío primario, ver figura 3-(1) y el sensor secundario o cátodo en frío, figura 3-(2) como se muestra en la foto. Este controlador muestra la lectura de tres sensores que son el sensor que está conectado a la difusora, dos que están conectados en la cámara de vacío, respectivamente figura 3-(3).



Figura 3. Controlador de sensores primario (pirani) y sensor de cátodo en frio

5.- Se enciende la bomba mecánica (Rotary Pump, ver figura 4-(1)). Posteriormente, esperar 1 minuto para activar la válvula de Roug Valve (ver figura 4-(2)). Al activar la última válvula mencionada, el sistema empieza a hacer vacío en la cámara (vacío primario). Como condicionante es que la bomba mecánica debe de alcanzar el vacío mínimo de  $2.5 \times 10^{-2}$  torr.

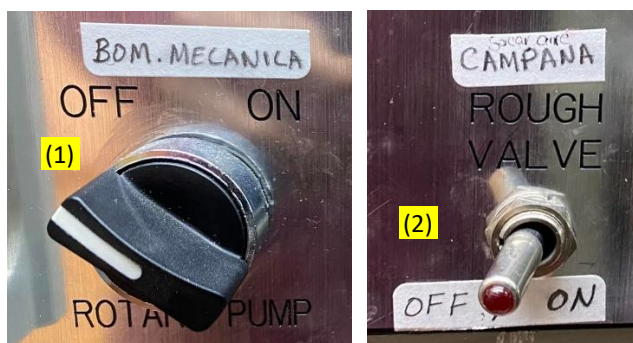


Figura 4. Interruptor de encendido de bomba mecánica (1) e interruptor de la válvula de vacío primario (2)

6.- Se enciende la Bomba Difusora (Diffusion Pump) como se muestra en la figura 5. Posteriormente, esperar alrededor de 40 minutos para que se caliente el aceite de la bomba a la temperatura de 300 grados como se muestra en la figura.



Figura 5. Controlador temperatura de la bomba de difusión

7.- En seguida, desactivar o apagar el interruptor Rough valve (ver figura 6-(1)) una vez que se alcance el vacío de  $2.5 \times 10^{-2}$  torr, activar las válvulas Vacuum valve (ver figura 6-(2)), plate valve (ver figura 6-(3)), respectivamente. Al activar las válvulas mencionadas, el sistema empieza a hacer el alto vacío en la cámara (vacío secundario). VACUUM VALVE

se refiere al interruptor que se utiliza para sacar todo el contaminante que se queda dentro de la difusora, PLATE VALVE es el interruptor que abre y cierra la tapa de la difusora para realizar el alto vacío.

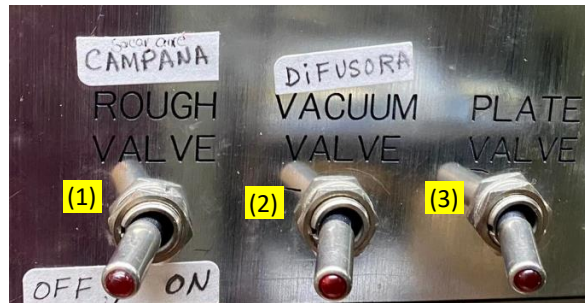


Figura 6. Interruptores de encendido y apagado de válvulas de bomba mecánica (1), encendido y apagado de vacuum valve (2), y plate valve (3).

8.- Se enciende (ver figura 7-(2)) el sensor de Cátodo en Frio con el botón C.C. ON para que comience a medir el parámetro del Alto Vacío. Los valores para un vacío de aceptable a optimo van de  $1.1 \times 10^{-5}$  a  $10^{-7}$  torr.



Figura 7. Interruptor de encendido (2) y apagado (1) del sensor de cátodo frio etc.

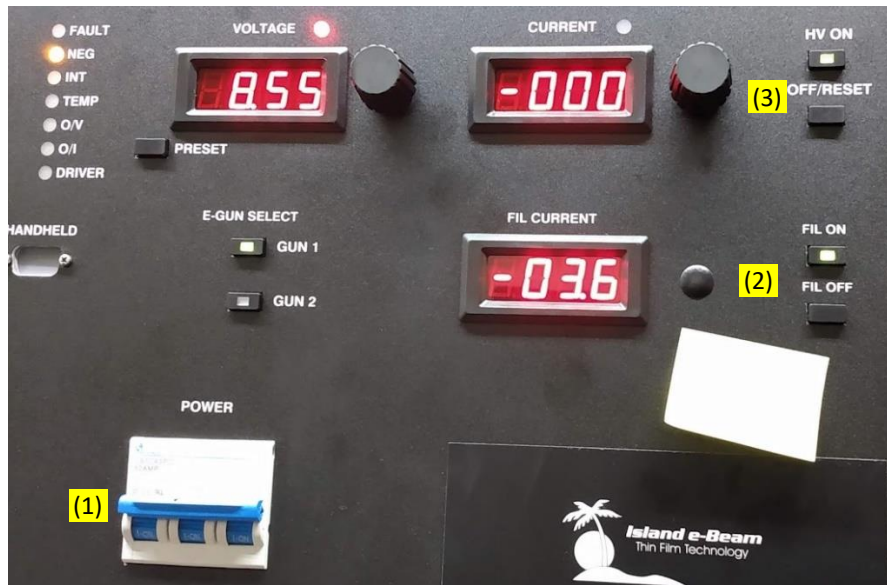
9.- Una vez que se activen las válvulas de alto vacío, esperar alrededor de 2 horas para que alcance de  $1 \times 10^{-5}$  torr a  $8 \times 10^{-6}$  torr. Cada componente que está activado, se enciende los leds en el diagrama como se muestra en la figura 8.



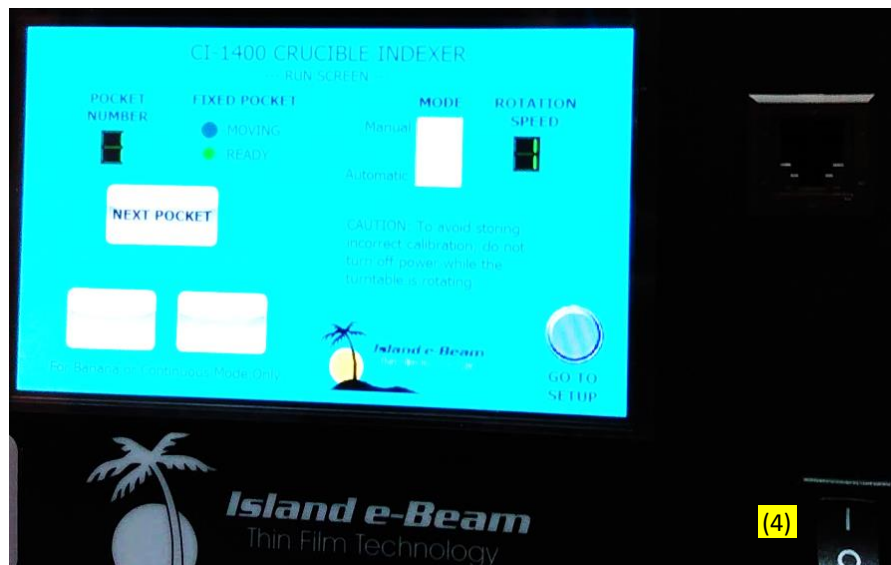


Figura 8. Panel de control de evaporación, se muestran los leds de encendido cuando la evaporadora se encuentra en alto vacío.

10.- Se enciende el cañón de electrones (ver figura 9-a-(1)), controlador de los crisoles (ver figura 9-b-(4)), controlador del patrón de barrido (ver figura 9-c-(5)), respectivamente. Esperar unos 5 minutos y encender el filamento de emisor de electrones (FIL ON, figura 9-a-(2)), dos minutos después, encender el emisor de corriente (HV ON, ver figura 9-a-(3)). **Es muy importante tener el voltaje inicial del cañón de electrones mayor o igual que 7 kV para evitar que se queme el filamento durante el encendido o apagado.**



a)



b)



c)

Figura 9. Panel de control de encendido del a) cañón de electrones (1), b) del carrusel de crisoles (4), c) del patrón de barrido (5), respectivamente.

Con este proceso ya está listo el sistema para realizar la evaporación. Monitorear constantemente el funcionamiento de los sistemas como son: cañón de electrones, la bomba difusora para que se mantenga el vacío, el flujo constante de agua, revisar las tuberías para evitar fugas de agua.

11.- Para ventilar la campana de la evapora o romper el vacío se tiene que activar el botón Venting valve (ON, ver figura 10). Esperar hasta que termine de ventilar y llegar alrededor de  $4.2 \times 10^{-2}$  torr.



Figura 10. Interruptor de inyector de aire de campana

12.- Para abrir o subir la campana de la evaporadora, se tiene que dejar presionado el botón BELL en contra de las manecillas del reloj (UP, ver figura 11) hasta que suba la campana al nivel que el usuario desea. Una vez colocado las muestras o lentes, se limpia la óptica por última vez utilizando el soplador manual. Para cerrar la campana, se gira el botón bell en la dirección de manecillas del reloj (Down). Una vez cerrado, se procede a hacer vacío en la

campana repitiendo el procedimiento del punto 5. Con esto, ya está lista la máquina para realizar recubrimientos.



Figura 11. Interruptor para abrir o cerrar la campana de la evaporadora.

### 3.2 PROCESOS DE APAGADO

1.- Cerrar la campana, se tiene que dejar presionado el botón BELL a favor de las manecillas del reloj (DOWN, ver figura 12) hasta que haga contacto con el O-ring.



Figura 12. Interruptor para abrir o cerrar la campana de la evaporadora

2.- Para ejecutar el proceso de vacío en la campana de la evapora se tiene que revisar que el botón Venting valve esté cerrado (OFF, ver figura 13-(1)). Encender el motor primario poniéndolo en ON (ver figura 13-(2)), en seguida, activar el botón de Rough valve en ON (ver figura 13-(3)).

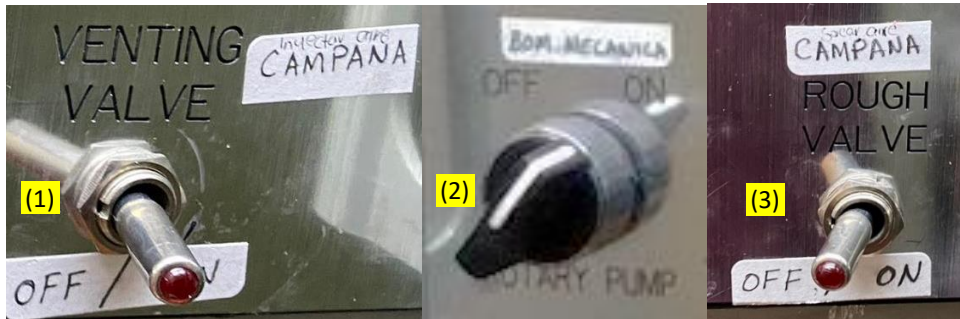


Figura 13. Interruptor para abrir o cerrar la campana de la evaporadora

- 3.- Ejecutar el proceso de vacío en la campana de la evapora alrededor de 20 minutos hasta que llegue  $4 \times 10^{-2}$  torr.
4. Una vez que la bomba mecánica haya alcanzado el vacío requerido, en paralelo apagar la fuente eléctrica que calienta el aceite de la difusora como se muestra en la figura 14.



Figura 14. Interruptor de encendido y apagado de la bomba difusora.

- 5.- Mantener encendido el motor primario (Rotary Pump, ver figura 15-(1)) y activado la válvula Vacuum valve (ver figura 15-(2)). Esperar hasta que el aceite de la bomba difusora baje a una temperatura de 40 a 50 grados o a temperatura ambiente. Mantener activo en todo momento el flujo del agua.

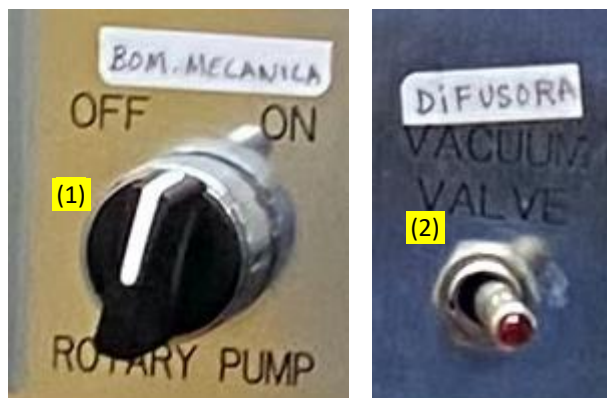


Figura 15. Interruptor de la bomba mecánica (1), de VACUUM VALVE de la difusora (2), respectivamente.



6.- Cuando el enfriamiento del aceite de la bomba difusora alcance entre 40 a 50 grados, se procede a desactivar o cerrar la válvula “Vacuum valve” (ver figura 16-(1)) y apagar el motor primario “Rotary pump” (ver figura 16-(2)).



Figura 16. Interruptores de la difusora (1) y la bomba mecánica (2), respectivamente.

7.- Se procede a apagar el medidor de sistema de vacío como se muestra en la figura 17-(1).



Figura 17. Interruptor de encendido y apagado (1) del controlador de medidor de vacío.

8.- Se apaga el interruptor de la bomba de agua como se muestra en la figura 18.



Figura 18. Interruptor de la bomba de agua.

9.- Se cierra la llave de paso del agua (color amarillo), ver figura 19.



Figura 19. llave de paso del agua (amarillo)

10.- Se apaga el distribuidor principal de corriente (Power Distributor BNV) de la evaporadora como se muestra en la figura 20.



Figura 20. Interruptor principal de la evaporadora.

#### 4. OPERACIÓN DE CAÑÓN DE ELECTRONES

A continuación, se describe el funcionamiento del cañón de electrones de la marca Island Ebeam, modelo: HVCEB-3 3000 Watt (HVCEB-8). Para operar el cañón de electrones de esta marca o de cualquier otra marca, se tiene que poner especial cuidado lo siguiente:

A. **Ubicación de la fuente de alimentación:** Esta fuente de alimentación debe tener un rack cerrado o similar montando lejos de las personas que pueden pasar por su área, también debe de haber suficiente flujo de aire para la fuente de alimentación.

B. **Conexión a tierra:** Conectar a la tierra del edificio usando el perno de tierra principal en la parte trasera del chasis. Es muy importante revisar que la conexión a tierra cumpla con los parámetros requeridos dado que se manejan muy altos voltajes y cualquier mala operación puede causar heridas muy graves o incluso la muerte. Para ello, es muy importante revisar el manual del fabricante para las condiciones de conexión a tierra.

C. **Conexión de alto voltaje:** Se tiene que conectar los dos cables de alto voltaje al tubo con hardware proporcionado. Asegurarse de que todas las conexiones sean mecánicamente sólidas y suficiente espacio alrededor de la conexión.

D. **Conexión de alimentación de entrada:** esta debe ser la última conexión realizada y la primera desconexión cuando se tiene que manipular el equipo para una máxima seguridad. Dado que no depende de ninguna electrónica de protección. Quitar la línea de alimentación es la única manera de estar seguro.

Una vez que se verificaron los puntos mencionados, se procede a operar el cañón de electrones.

Cuando la evaporadora se encuentra en condiciones de evaporación, con el vacío mínimo requerido ( $1 \times 10^{-5}$  torr) del sistema secundario, se procede a encender el Cañón de Electrones.

1.- Se enciende el Cañón de Electrones subiendo el interruptor POWER, ver figura 21,



Figura 21. Interruptor de encendido y apagado del cañón de electrones.

2.- Se enciende el Filamento en FIL CURRENT oprimiendo el botón FIL ON (ver figura 22-(1)), el valor de FIL CURRENT comienza a partir de 20mA (ver figura 22-(2)). Con el botón Control de Filamento ON /OFF se controla el circuito del filamento (ver figura 22-(1)). Cuando se pulsa el botón, el LED del botón se encenderá y el medidor de filamento leerá la corriente de espera. Cuando se aplica HV ON (ver figura 22-(3)) el filamento pasara al modo de regulación de corriente de emisión automáticamente. El filamento debe estar encendido antes de poder encender el HV. Cuando el filamento este encendido, el operador puede observar la función del filamento en la cámara antes de que inicie el HV ON. La fuente de alimentación suministrara una pequeña corriente de 18 a 20 miliamperios para que el operador pueda ver el estado físico del filamento y determinar su posible sustitución.

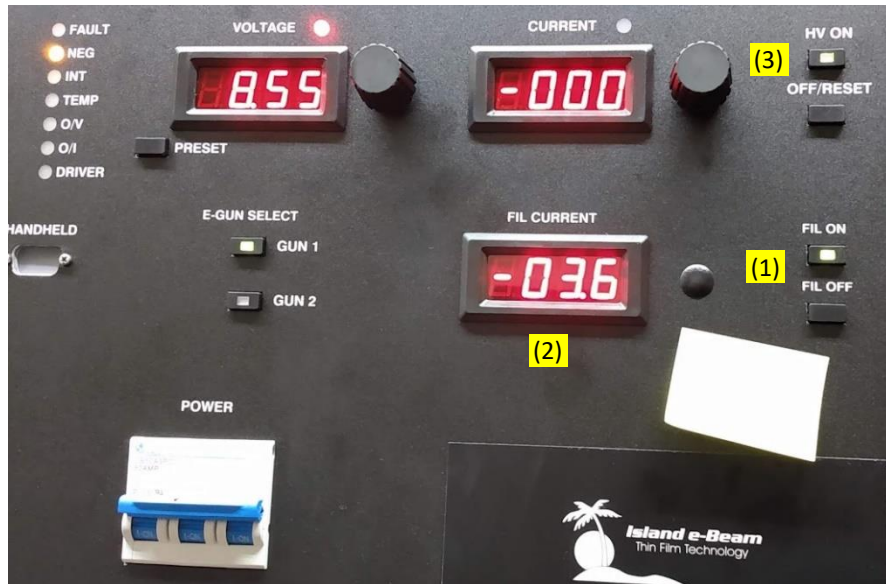


Figura 22. Controlador de la fuente de cañón de electrones.

3.- Después de que se enciende el FIL CURRENT (ver figura 23-(1)) deben pasar 90 segundos a 5 minutos aproximadamente antes de que se pueda aplicar el HV (ver figura 23-(2)) para cargar los componentes internos, el HV ON estará bloqueado hasta entonces. Como se mencionó arriba, nunca encender el HV ON con menos de 7 kV o el filamento se quemará, cuando se presiona este botón la salida de alto voltaje se activará siempre que el filamento este encendido y la referencia de la corriente no sea menor a 5mA, el LED rojo se encenderá cuando la condición HV ON esté presente (ver figura 23-(3)). Este LED se apagará cuando se pulse OFF/RESET (ver figura 23-(4)) o se produzca algún fallo. Cuando el sistema se encuentra en el proceso de evaporación, con el potenciómetro que está en la parte intermedia de CURREN y HV ON (ver figura 23-(5)) se incrementa la corriente, las unidades de la corriente está en miliamperios. El ajuste de la corriente se puede controlar de 1 a 1.000mA (ver figura 23-(6)) a plena potencia. Los 1.000mA solo pueden alcanzarse entre 7.5 kV a 10 kV (ver figura 23-(7)). La unidad puede apagarse si se intenta extraer 1.000mA a cualquier voltaje inferior y el filamento puede quemarse.

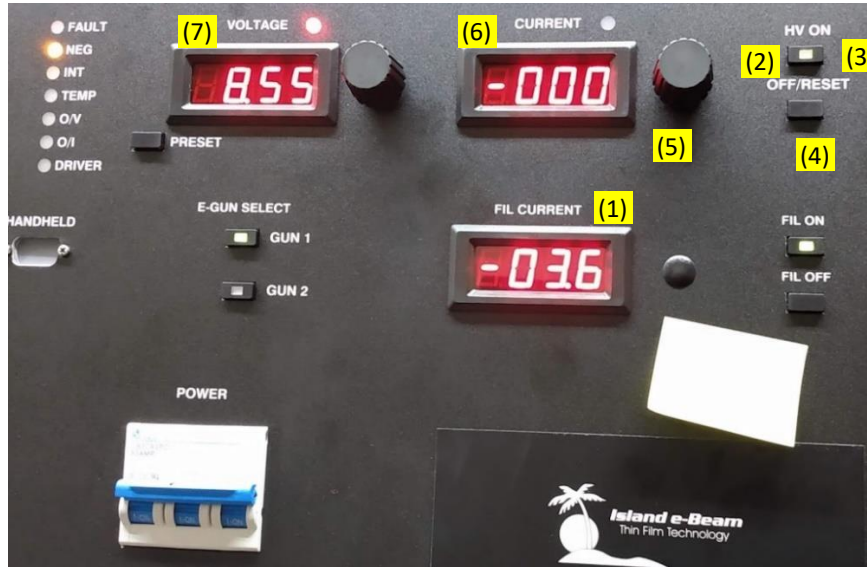


Figura 23. Panel de control del cañón de electrones.

4.- El LED NEG (ver figura 24-(1)) que se encuentra en el lado izquierdo de la fuente de alimentación siempre debe estar encendido. Este LED está relacionado con los fallos de la fuente de alimentación, es un LED de Polaridad Negativa, si la fuente de alimentación es de polaridad negativa, se verá iluminado el LED junto al NEG. Las unidades de polaridad positiva no encienden el LED.



Figura 24. LED que indica el tipo de cañón de electrones, cuando se enciende el led, quiere decir que es negativo.

5.- El botón GUN 1 (ver figura 25-(1)) se enciende cuando activamos el botón PRESET (ver figura 25-(2)).



Figura 25. Botones del cañón de electrones para determinar el voltaje y corriente inicial.



Las funciones que se mencionaron en los puntos 1 al 5 se muestran en el siguiente diagrama.

### Descripción de la función del panel frontal del E-Beam.

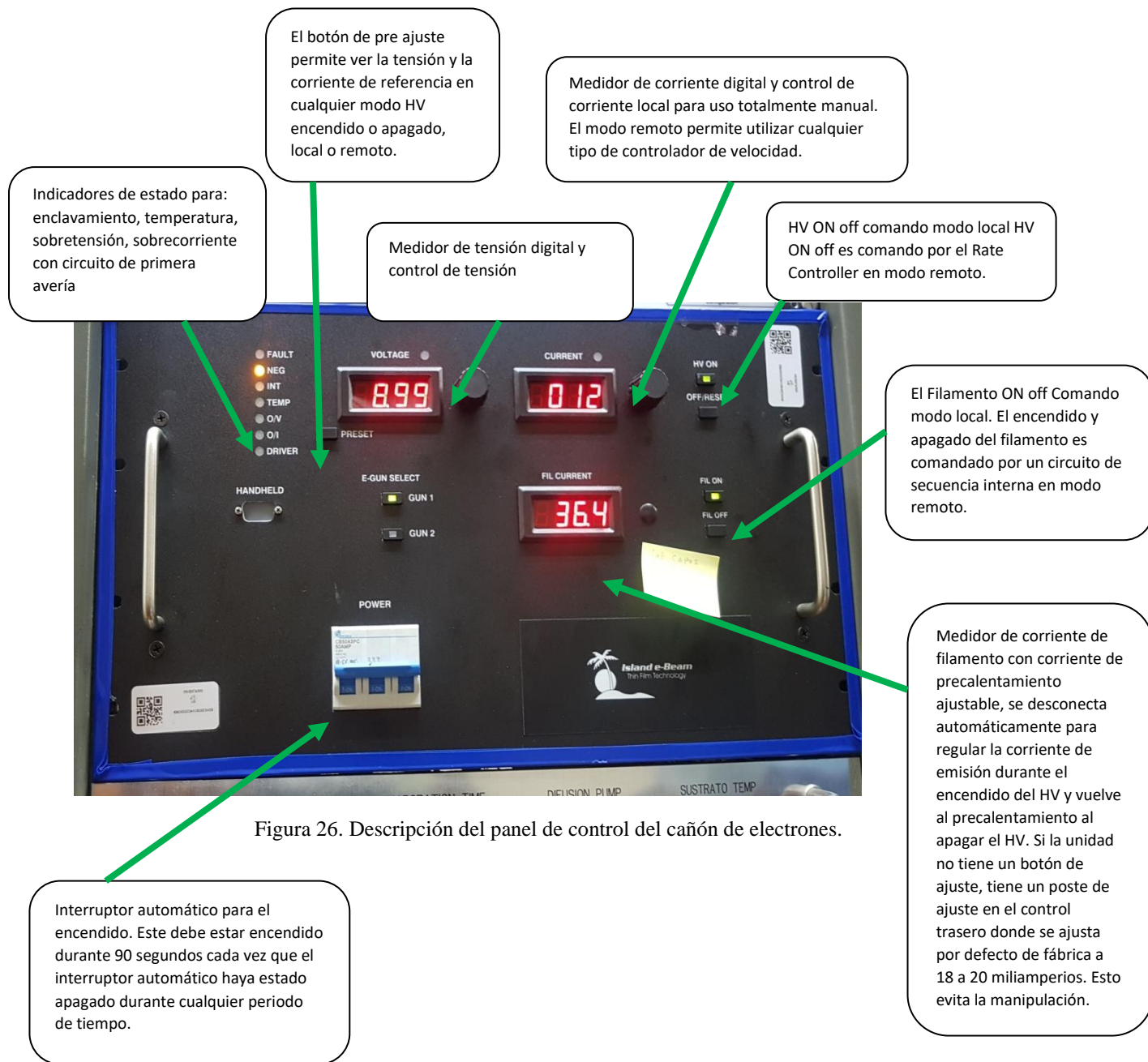


Figura 26. Descripción del panel de control del cañón de electrones.

El Cañón de Electrones funciona en conjunto con el controlador del carrusel del Crisol y el controlador de barrido para realizar el proceso de evaporación. La forma de operar estos controladores se describe a continuación.

## 5. OPERACIÓN DEL CARRUSEL DE CRISOLES (CRUCIBLE INDEXER)

A continuación, se describe la operación del carrusel de crisoles. Antes que todo, el encendido es de manera manual con el switch que esta junto al indexador como se muestra en la siguiente figura 27.

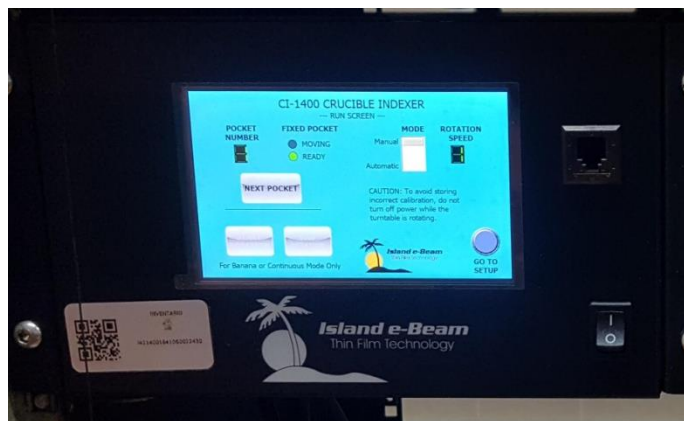


Figura 27. Panel de control del carrusel de crisoles

El carrusel de crisoles cuenta con 6 posiciones para evaporar diferentes tipos de materiales. Hasta el momento, se opera de forma manual, no obstante, en un futuro se puede automatizar el proceso. Para operar este componente de forma manual, se tiene que llevar una bitácora para anotar los materiales que contiene cada crisol y con esto saber la configuración del controlador de espesores dado que sin ello no se garantiza ningún recubrimiento, además de dañar el crisol si no se conoce los parámetros de cada material. Este componente también va concatenado con el patrón de barrido para tener el control del barrido. Para ello, se ha usado el **POCKET NUMBER 1** donde se configuró para el material **Fluoruro de Magnesio** (se guardó como PATTERN 1 en el patrón de Barrido) y el **POCKET NUMBER 4** que corresponde al **Aluminio** como material de evaporación (se guardó como **PATTERN 7** en el patrón de Barrido) de manera temporal. En cualquier momento se puede cambiar la configuración de las posiciones mencionadas para otro tipo de material, para ello se tiene que fijar los parámetros de cada material siempre llevando el control en la bitácora.

Para movernos de una posición del crisol a otro, pulsamos con el lápiz óptico el comando **NEXT POCKET** (Ver figura 28) hasta llegar al Pocket que requerimos y que hemos configurado para algún material de evaporación.

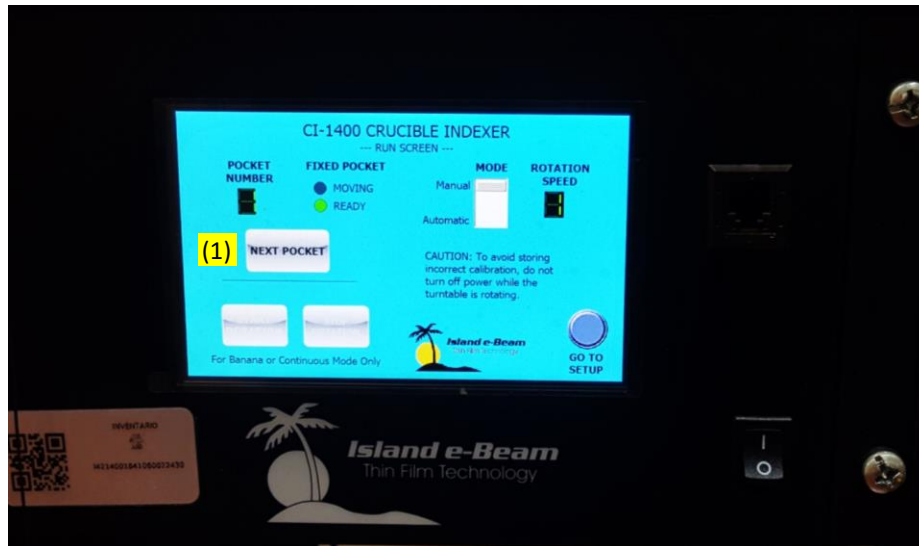


Figura 28. Comando “NEXT POCKET” (1) para mover el carrusel al siguiente crisol.

## 5.1 CONFIGURACIÓN DEL CONTROLADOR DEL CRISOL.

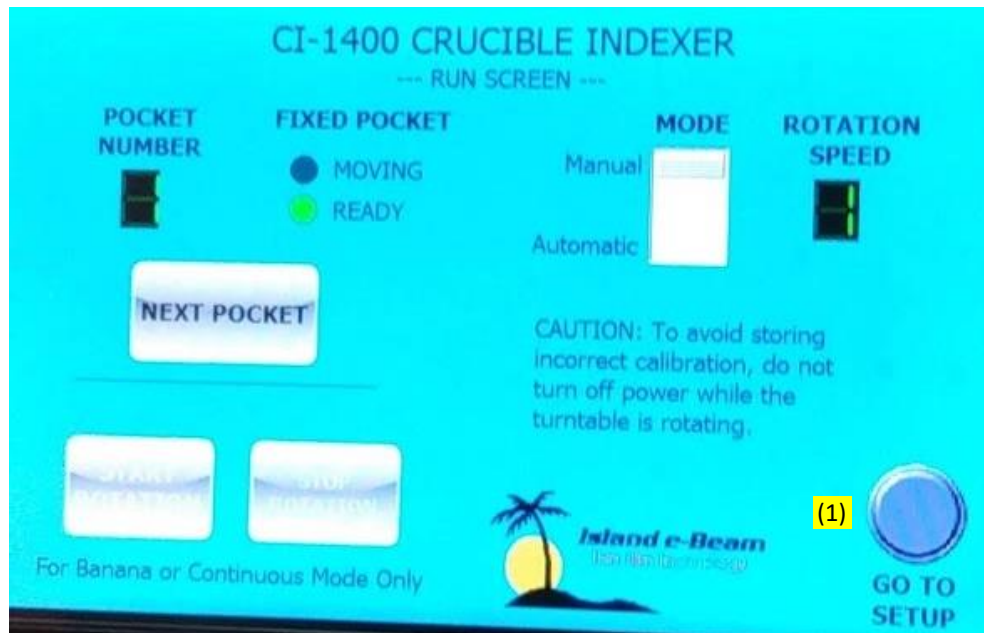
Para configurar el controlador del carrusel de crisoles, se describe los pasos a seguir y con el apoyo de la figura 29.

1. – pulsar GO TO SET UP (ver figura 29-a-(1)), de la pantalla principal del controlador.
- 2.- En el Number POCKET (ver figura 29-b-(2)) con el lápiz óptico indicar el número 6 y guardar el cambio con SAVE.
- 3.- Se pulsa START CALIBRATION (ver figura 29-b-(3))
- 4.- fijar, si en POCKET NUMBER está en el número 1, pulsamos JOG (cada pulso por muy pequeño que sea representa un avance en el giro o rotación del Crisol, ver figura 29-b-(4)), hasta alinear el crisol #1, debemos guardar esos cambios con SAVE-GO TO NEXT (para que se active este botón lo debemos dejar presionado con el lápiz unos segundos hasta que las letras “hold until green” se pongan en color verde, ver figura 29-b-(5))
- 5.- Se pulsa el botón OK DONE (se posiciona al Crisol #2).
- 6.- Repetir los pasos anteriores hasta alinear y llegar al Crisol #6.
- 7.- una vez que se termine de configurar hasta el Crisol #6, activamos el botón o comando RETURN TO RUN (ver figura 29-b-(6)).

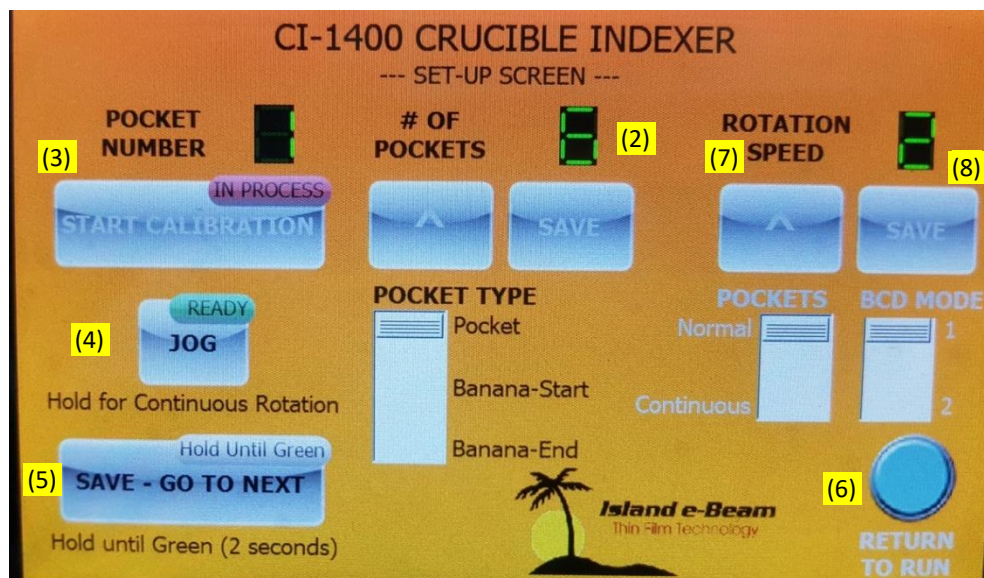
NOTA: del Menú principal el comando GO TO SET UP para que cambie a la otra pantalla, en la opción ROTATION SPEED se define la velocidad de giro del carrusel del Crisol y es con la siguiente flecha  $\Delta$  (ver figura 29-b-(7)), ejemplo de 2 a 11 puede ser la velocidad de giro y fijar los cambios presionamos SAVE (ver figura 29-b-(8)).



Con RETURN TO RUN (ver figura 29-b-(6)) regresamos al Menú Principal o pantalla Principal.



a)



b)

Figura 29. Panel para configurar la posición de los crisoles desde el pocket 1 al pocket 6 del Indexador

## 6. CONFIGURACIÓN DEL PATRON DEL CONTROLADOR DE BARRIDO

El controlador de barrido es un componente que sirve para direccionar el haz de electrones para calentar, fundir y evaporar el material a depositar. Para ello, se puede crear diferentes

patrones para fundir el material. Por lo mencionado, con el controlador de barrido, podemos direccionar el desplazamiento en X y Y de la fuente de electrones, dándole velocidad, amplitud de desplazamiento, el tipo de patrón en para fundir el material, el tipo de fase que puede ser rápido, medio, lento o ninguno.

Todos los cambios de cada patrón se pueden ir guardando y volverlos a usar cuando se vaya a evaporar el mismo material que corresponde a ese patrón.

En las figuras 30 y 31 se muestran los comandos del controlador de barrido y los dos patrones guardados que se han configurado para evaporar Aluminio y Fluoruro de Magnesio, respectivamente.

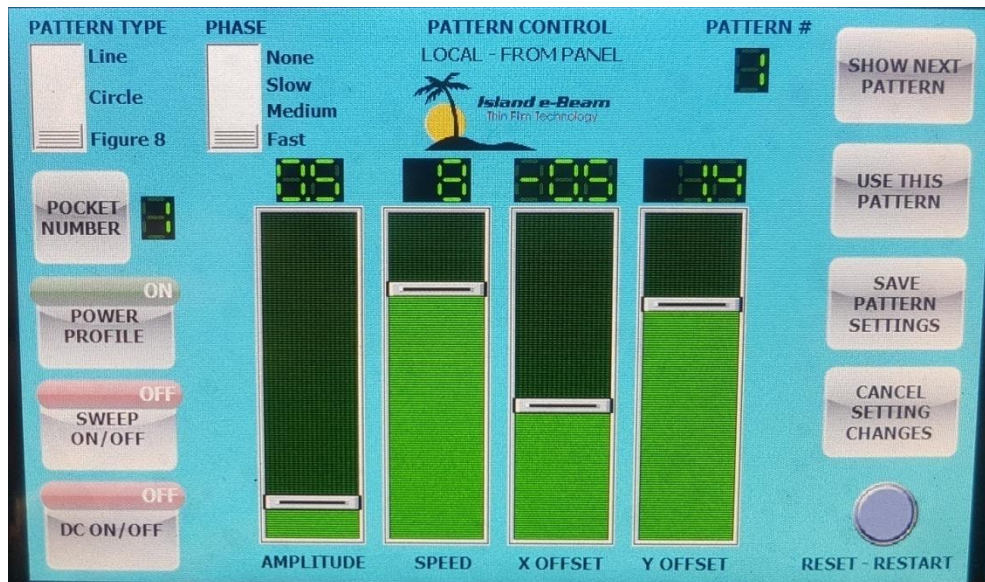


Figura 30 Patrón de barrido para evaporar Fluoruro de Magnesio

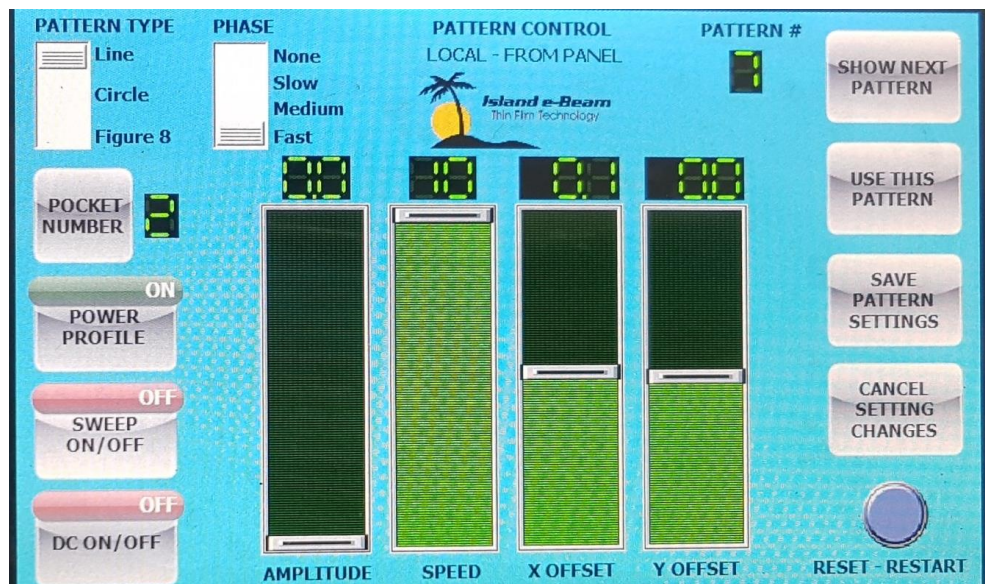


Figura 31 Patrón de Barrido para evaporar Aluminio

## 7. FABRICACIÓN DE CRISOLES

Para avanzar con algunas pruebas que se tenía pendiente y para ajustar parámetros del cañón de electrones, se fabricaron crisoles de diferentes materiales. Esto se logró gracias al apoyo de diferentes áreas del Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica. Otra de las razones de fabricar estos crisoles es para ahorrar dinero dado que los crisoles de alta pureza no se fabrican en el país y por ende se tiene que importar aumentando significativamente los costos. No obstante, estos crisoles nos servirán para calibrar y realizar evaporaciones en el cañón de electrones para necesidades básicas, que no implique trabajos de ultra alta calidad. De lo contrario, se tienen que usar crisoles de ultra alta pureza de grafito, cobre, tantalio, tungsteno entre otros para cubrir necesidades que requieren recubrimientos de alta calidad y eficiencia.

Para la fabricación de los crisoles, se tomaron las medidas en uno de los crisoles del carrusel y con esto se dibujó las medidas como se muestra en la figura 32.

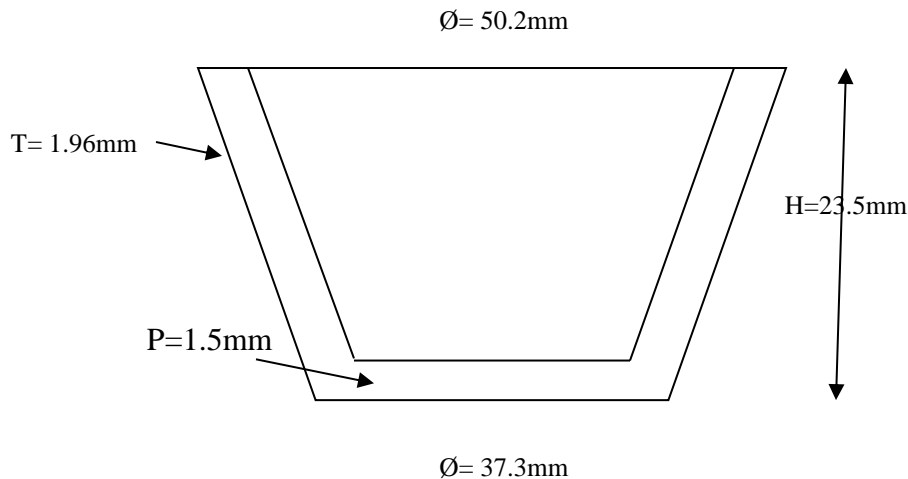


Figura 32. Diagrama de dimensiones de crisol

Consecuentemente, se mandaron a fabricar 2 crisoles, de material de grafito y de material aluminio, respectivamente.

Como resultado, se obtuvieron los crisoles como se muestran en la figura 33.



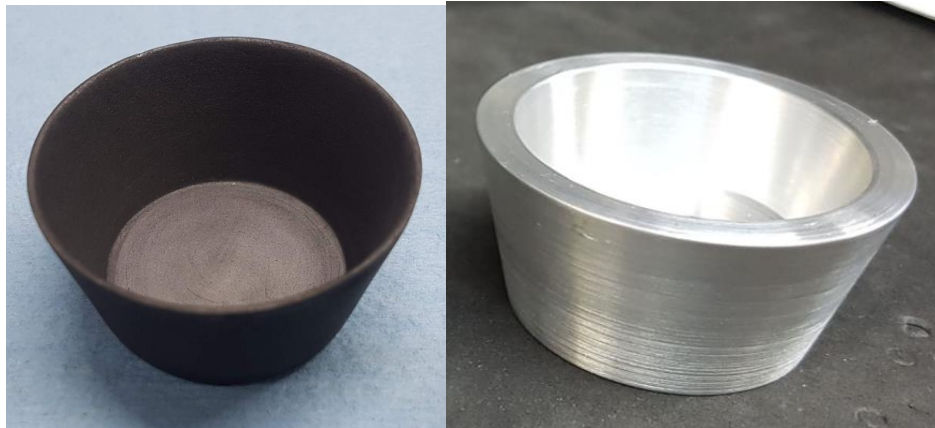


Figura 33. Crisol de grafito y aluminio

### 7.1 Proceso de Limpieza.

1. Una vez que el mecánico ha fabricado las piezas con las medidas que se requieren, ahora se procede con la limpieza de estos crisoles, utilizando agua y jabón. Con el agua y jabón se elimina la grasa superficial que se queda en el material a la hora de ser maquinadas, también se usa una lija de 300 en tamaño de grano para limar las piezas y así eliminar residuos y rebabas que se hayan quedado sobre la superficie.

2.- Enseguida de haber lavado y limado los crisoles, se aplica alcohol con ayuda de un kleenex y limpiamos perfectamente toda la pieza, durante todo este proceso de limpieza se debe usar guantes de Látex para evitar volver a contaminar el material con la grasa corporal, cuando se termina de limpiar los crisoles, se mete en un tubo de metal (Aluminio), el tubo sirve como apoyo para evitar que las piezas tengan contacto directo con la parte interna del horno. Se sella las entradas del tubo con papel Aluminio, se mete el tubo en una bolsa y se sella para posteriormente trasladarlo al Laboratorio de Microelectrónica que es el lugar donde se encuentra el horno para el proceso de desgasificación.

3.- Desgasificación de las piezas Crisoles: la desgasificación es un proceso que sirve para eliminar impurezas que se quedan en la superficie de las piezas a la hora de su fabricación, el proceso de Desgasificado consiste en introducir las piezas a un horno, en este caso como fue el primer proceso que se realizó, se manejó una temperatura de  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  por un tiempo aproximado de 2 horas para garantizar que dichas impurezas se quemen y no contaminen al material que se va evaporar. El horno que se utilizo es el de TIPO- 51449, serie: 01103, que alcanza  $1110\text{ }^{\circ}\text{C}$  de calentamiento. En la siguiente figura se muestra el horno.



Figura 34. El horno, TIPO- 51449, serie: 01103, que alcanza 1110 grados °C de calentamiento.

## 7.2 Proceso de Desgasificación

- Primero se realiza limpieza y aspirado del horno. Para ello, se utiliza una aspiradora y con eso se extrae todo el polvo que se encontraba en la parte interna y externa del horno. Enseguida se muestra en la figura 35 la limpieza del horno y la colocación de los crisoles en la parte interna del tubo de apoyo. Este tubo de apoyo es importante dado que el horno contiene material cerámico que suelta polvo al momento de calentarse.



a)



b)

Figura 35. a) Limpieza del Horno y b) crisoles en tubo de aluminio

Cuando el horno está listo, se coloca el tubo adentro junto con las piezas a desgasificar y antes de cerrar el horno se verifica que las piezas estén colocadas correctamente dentro del tubo como se observa en la imagen anterior, se sella el tubo con papel aluminio y se cierra el horno.



Figura 36. Sellado del tubo de apoyo

4.- Se pone en funcionamiento el horno, este consiste en encenderlo y ponerlo a calentar partiendo de una temperatura ambiente de  $23^{\circ}\text{C}$  y programarla para  $700^{\circ}\text{C}$ , el tiempo que transcurrió desde que se puso en función partiendo de  $23^{\circ}\text{C}$  hasta que alcanza los  $700^{\circ}\text{C}$  fue de 95 minutos, posterior a este tiempo se dejó trabajar por 2 horas aproximadamente. Durante todo el tiempo que el horno estuvo en función, se debe colocar una nota para que con esto evitar algún accidente con las personas que se encuentran trabajando dentro del mismo Laboratorio.

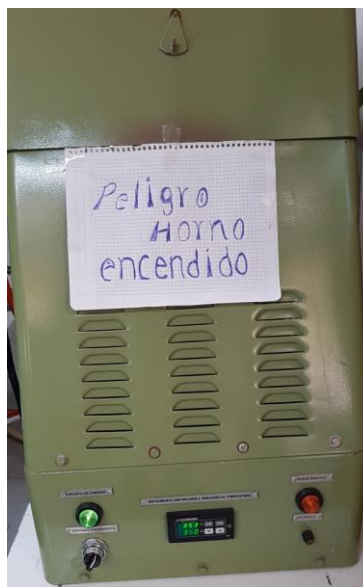


Figura 37. Horno en función

- Por último, después de haber dejado trabajar el horno por un tiempo de 2 horas, se vuelve a programar la temperatura para llegar nuevamente a la temperatura ambiente, se deja enfriar el horno por una hora y después se lleva acabo el apagado total del Horno. Las piezas se dejan enfriar dentro del horno para sacarlas hasta el día siguiente cuando estén completamente frías. Los tiempos del proceso de desgasificación se registran en la siguiente tabla 1.

Tabla 1. Tiempos del proceso de desgasificación

	Hora inicial	Temperatura inicial	Hora final	Temperatura final	Tiempo
Inicio de precalentamiento	11: 20 am	25°C	12: 55 pm	700°C	95 minutos
Desgasificación	12: 55	700°C	14:55pm	700 °C	2 horas
Programación de temperatura de enfriamiento	14:55 pm	700°C	15:00pm	23°c	5 minutos
Enfriamiento del horno	15:00pm	700°C	16: 00pm	350°C	1 hora
Apagado del horno	16:00pm	350°C	9:00 am	23°C	Hasta Enfriado total

5.- Las piezas se sacaron del horno hasta el siguiente día por la mañana para que durante la noche enfriaran completamente, pero como resultado de este primer proceso de desgasificación, al día siguiente que se recogieron las piezas, se observó que se fundió todo el material de aluminio incluyendo el Crisol y el tubo de apoyo, únicamente se rescató el crisol de grafito, el error que se cometió en este proceso fue considerar solo la temperatura que soporta el grafito y olvidar el grado de fundición del aluminio y como la temperatura que se manejó en el horno fue de 700 °C y el punto de fusión del Aluminio es de 660.3 °C es por esta razón que se fundió todo el material. En la figura 38 se muestra como quedo el tubo de Aluminio junto con el crisol del mismo material en donde solo se rescató el crisol de grafito.

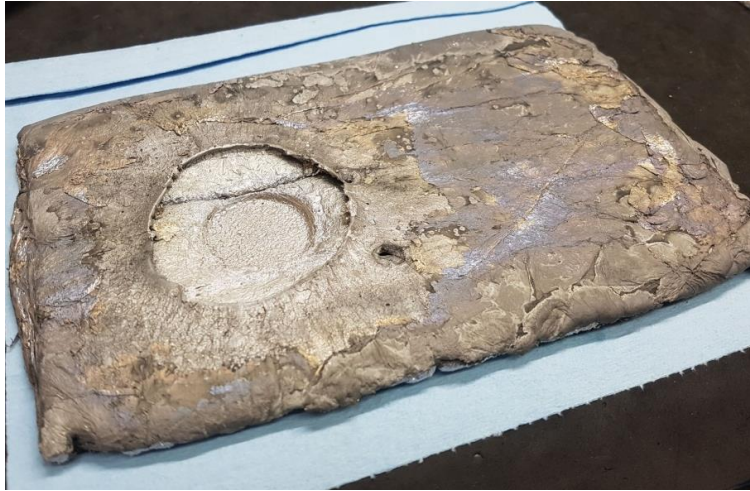


Figura 38. Tubo y Crisol de Aluminio fundido

Una vez que se detectó el error a la hora de desgasificar, se mandó a fabricar 2 Crisoles, uno de material de Grafito y el otro de Aluminio. Para estos crisoles se modificaron las medidas como se muestra en la figura 39.

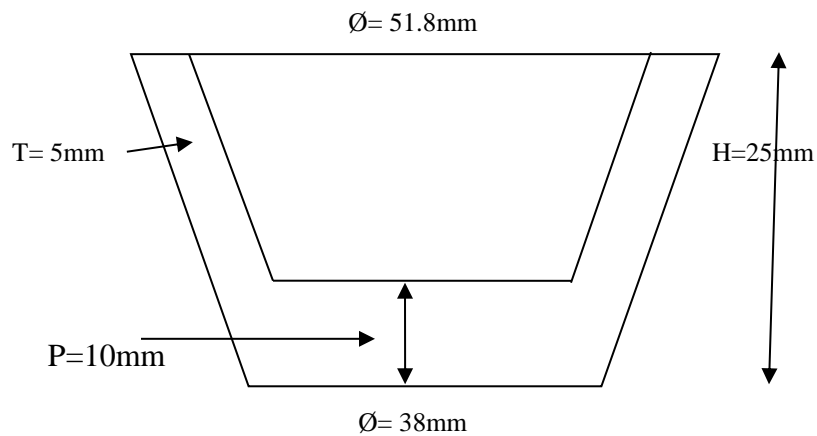


Figura 39. Diagrama con las medidas del crisol

Como resultado de la fabricación, se obtuvieron los crisoles como se muestra en la figura 40.



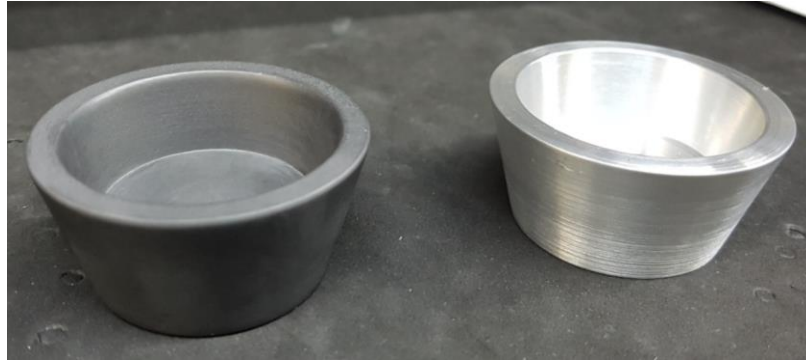


Figura 40. Crisoles de Grafito y Aluminio

- Se hizo limpieza y limado de los crisoles como ya se mencionó anteriormente. Se buscó otro tubo de apoyo para meter nuevamente los crisoles y volver hacer el proceso de desgasificación como se muestra en la figura 41.



Figura 41. Tubo de Aluminio

- Se realizó la limpieza y aspirado del horno para eliminar residuos que pudieron haber quedado del proceso anterior como se muestra en la figura 42.



Figura 42. Aspirado del horno

- Se colocó nuevamente los crisoles dentro del tubo de aluminio y se puso dentro del Horno como se muestra en la figura 43.



a)



b)

Figura 43. a) Crisoles dentro de tubo de aluminio y b) crisoles dentro del horno.

- Para este caso, como ya se había detectado cual fue el error en el proceso anterior, lo que se hizo fue manejar una temperatura menor para el proceso de desgasificación, entonces la temperatura se programó partiendo de una temperatura ambiente de 23°C hasta 350°C como se muestra en la figura 44.



Figura 45. Horno con temperatura programada para des gasificar

- En la siguiente tabla 2 se muestran los tiempos para el proceso de desgasificación

Tabla2

	Hora inicial	Temperatura inicial	Hora final	Temperatura final	Tiempo

Inicio de precalentamiento	1:55 pm	23°C	14:20pm	350°C	25 minutos
Desgasificación	14:20pm	350°C	16:20pm	350°C	120 minutos
Programación de temperatura de enfriamiento	16:20pm	350°C	16:25pm	23°C	5 minutos
Enfriamiento del horno	16:25pm	350°C	17:25pm	120 °C	60 minutos
Apagado del horno	17:25	120°C		23°C	Hasta que enfrié completamente

- Se mandó a fabricar otros 2 crisoles de Aluminio con un pedazo de tubo de Aluminio que nos proporcionó el Taller de Óptica, en este diseño se modificó la profundidad del Crisol, con esta modificación se pretende aumentar la cantidad de material que se va utilizar para la evaporación como se muestra en la figura 46.

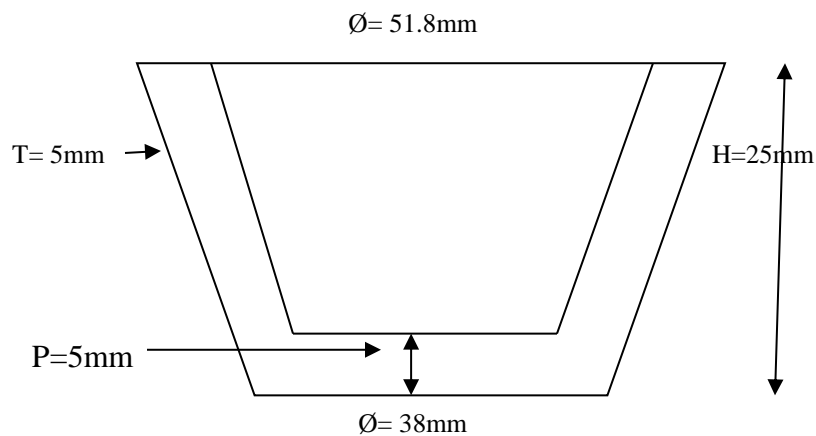


Figura 46. Diagrama con las medidas del crisol.

- Para continuar con el proceso de limpieza y desgasificación de los crisoles, se siguieron todos los pasos de limpieza y limado de los crisoles, limpieza y aspirado del horno, limpieza del tubo de Aluminio que sirve de apoyo para meter las piezas, habiendo cumplido con los procedimientos de limpieza, se colocaron los crisoles dentro del tubo de Aluminio y se introdujo al horno como se muestra en la figura 47.

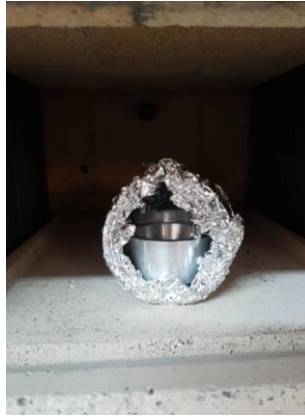


Figura 47. Crisoles dentro del Horno

- Los tiempos registrados para el proceso de desgasificación son los siguientes:

	Hora inicial	Temperatura inicial	Hora final	Temperatura final	Tiempo
Inicio de precalentamiento	10:00am	23°C	10:30am	350°C	30 minutos
Desgasificación	10:30 am	350°C	13:30 pm	350°C	180 minutos
Programación de temperatura de enfriamiento	13:30pm	350°C	13:35pm	23°C	5 minutos
Enfriamiento del horno	13:35pm	350°C	15:35pm	150 °C	60 minutos
Apagado del horno	15:35pm	120°C		23°C	Hasta que enfrié completamente

Como se puede observar en la tabla de arriba, para estas piezas, se aumentó 1 hora más para el des gasificado, dado que se está manejando una temperatura menor a la temperatura de fundición del Aluminio, con esto se mejora la calidad en la eliminación de impurezas del material.

Una vez que se tuvieron desgasificados los crisoles se procedió a realizar una prueba de evaporación con el Cañón de electrones. Como resultado de esa prueba de evaporación, el Crisol se fundió junto con el material de evaporación que en este caso también era aluminio dado que se suministró 500 miliampers de Corriente con el cañón de electrones. La razón es que desconocíamos la calidad del aluminio con el que se mandó hacer los crisoles, por ende, concluimos que era aluminio suave o de fundición y esto ocasiono que a la hora de someterlo a alta corriente no aguantó la temperatura y se fundió. En la figura 48 se muestra como quedo el crisol después de la prueba de evaporación.



a)



b)

Figura 48. a) Crisol puesto en el cañón de electrones y b) Crisol fundido.

Con el resultado que se obtuvo con la prueba de evaporación donde el Crisol se fundió junto con el material de evaporación, se mandó a fabricar nuevamente otros 2 Crisoles de Aluminio con las mismas medidas que los crisoles anteriores, pero con la diferencia de que ahora se consiguió una barra de Aluminio con mejor calidad o aluminio aleado. Esto con la finalidad de recuperar estos crisoles con las medidas específicas como se muestra en la figura 49.

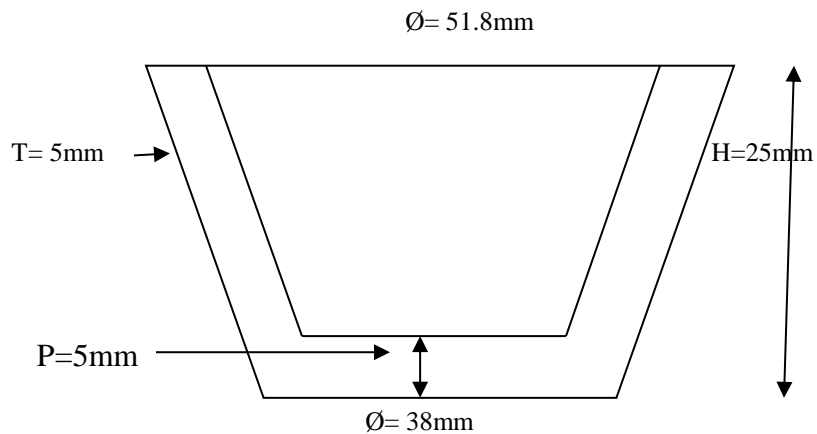


Figura 49. Diagrama de las medidas del crisol.

Como resultado de la fabricación, se muestra los crisoles de aluminio aleado como se muestra en la figura 50.



Figura 50. Crisoles de Aluminio aleado

Una vez fabricado los crisoles, se realizó el proceso de limpieza y se llevó a desgasificar los nuevos crisoles de Aluminio al horno para eliminar las impurezas del material como se muestra en la figura 51.



Figura 51. Colocación de crisoles en el tubo de aluminio

Se colocó el tubo junto con los dos crisoles dentro del horno para iniciar el proceso de desgasificación como se muestra en la figura 52.



Figura 52. Crisoles dentro del horno

Se programó la temperatura de operación para el proceso de desgasificación como se muestra en la figura 53 y tabla de registros de tiempos.



Figura 53. Temperatura programada en el horno

Tiempos:

	Hora inicial	Temperatura inicial	Hora final	Temperatura final	Tiempo
Inicio de precalentamiento	9:51am	23°C	10:22am	350°C	31 minutos
Desgasificación	10:22 am	350°C	13:22 pm	350°C	180 minutos
Programación de temperatura de enfriamiento	13:22pm	350°C	13:27pm	23°C	5 minutos
Enfriamiento del horno	13:27pm	350°C	14:30pm	120 °C	63minutos
Apagado del horno	14:30pm	120°C		23°C	Hasta que enfrié completamente

Una vez que se tienen los crisoles limpios y desgasificados, se procedió a realizar varias pruebas de evaporación de material de aluminio de ultra alta pureza para determinar el rendimiento. Como resultado de es que se obtuvo buena calidad de evaporación sin fundirse estos crisoles. En la figura 54 se muestra el crisol con pellets de aluminio.



Figura 54. Crisol de aluminio con pellets de aluminio del ultra alta pureza en el pocket del cañón de electrones.

- Con la finalidad de tener opciones para evaporar diferentes tipos de materiales, se mandaron a fabricar otros 2 crisoles de Acero inoxidable. En la figura 55 y 56 se muestra el diseño y el acabado del crisol de acero, respectivamente.

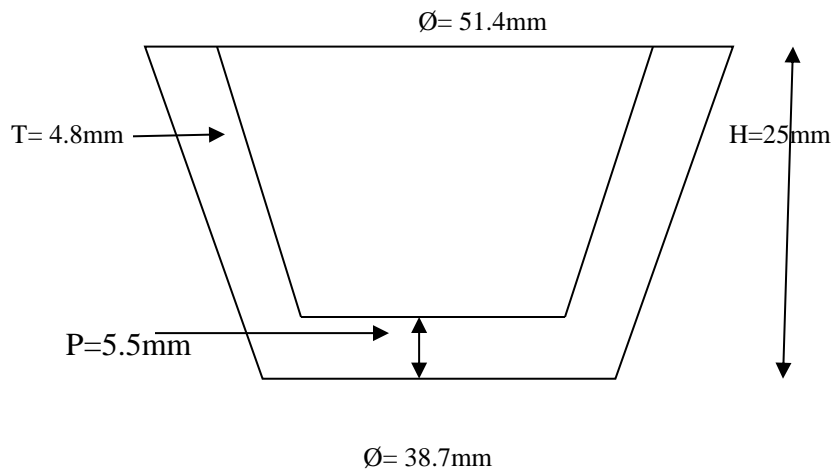


Figura 55. Diagrama con las medidas del crisol



Figura 56. Crisoles de Acero inoxidable



- Se procedió a realizar la limpieza y limado de estos dos crisoles, como es de un material muy duro, fue un poco difícil limarlas para eliminar rebabas e impurezas, pero se dejó lo más limpio que se pudo, para el limado se utilizó una lija de 200 en tamaño de grano. Después del limado se tallaron con una fibra aplicando agua y jabón. Por último, se aplicó alcohol y acetona para su limpieza final y sopleteamos con aire comprimido para un secado rápido.

Una vez que se terminó la limpieza de los crisoles, se colocan en el tubo de aluminio de apoyo (ver figura 57) para posteriormente iniciar el proceso de desgasificación después de haber hecho la limpieza y aspirado del horno.



Figura 57. Colocación de los crisoles dentro del horno

Para desgasificar cabe señalar que como es un material de mucha más dureza, se incrementó la temperatura a 400°C y se dejó 3 horas en el horno para el desgasificado.

En la figura 58 se observa la temperatura programada en el horno para el proceso de este material.

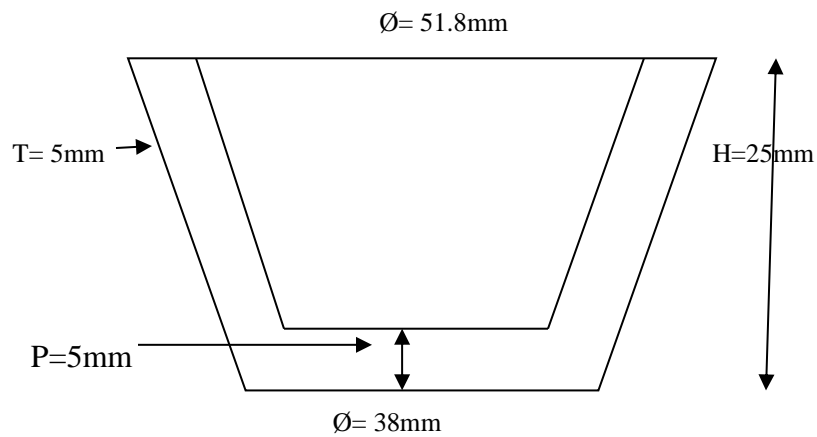


Figura 58. Temperatura programada en el horno

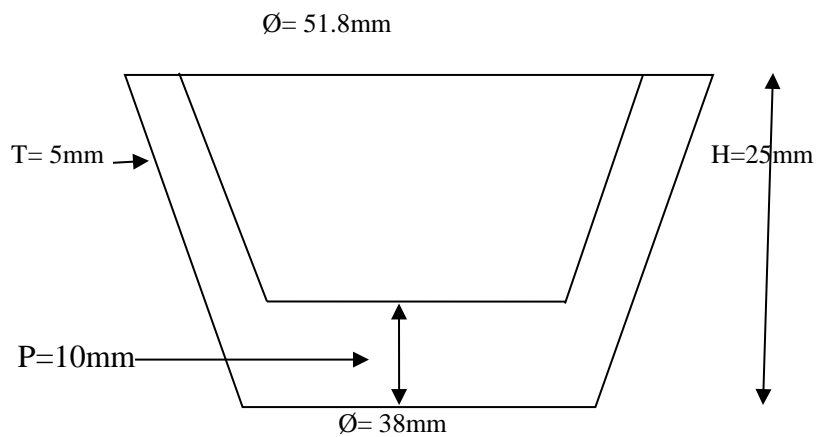
- En la siguiente tabla se encuentra el registro de los tiempos para el desgasificado de este material.

	Hora inicial	Temperatura inicial	Hora final	Temperatura final	Tiempo
Inicio de precalentamiento	10:13am	27°C	10:50am	400°C	37 minutos
Desgasificación	10:50am	400°C	13:50 pm	400°C	180 minutos
Programación de temperatura de enfriamiento	13:50pm	400°C	13:55pm	23°C	5 minutos
Enfriamiento del horno	13:55pm	400°C	15:00pm	200°C	65 minutos
Apagado del horno	15:00pm	200°C		23°C	Hasta que enfríe completamente

- Por último, como lo ideal es trabajar en procesos de evaporación con crisoles de cobre, una vez que se pudo adquirir una barra de cobre, se mandaron a fabricar 6 crisoles, 3 corresponden a diseño 1 y los otros 3 al diseño 2 como se muestra en el diagrama siguiente:



a)



b)

Figura 59. a) diseño 1 del crisol, b) diseño 2 del crisol.

En la figura 60 se muestra el resultado de la fabricación de los crisoles de cobre.



Figura 60. Crisoles de cobre

- Nuevamente después de que los crisoles fueron fabricados, se realizó el proceso de limado con lija de 220 de grano para eliminar rebabas, se tallo con fibra aplicando agua y jabón y por último de aplico alcohol y acetona para su limpieza final.
- Enseguida se hizo limpieza y aspirado del horno, en el tubo de apoyo se colocaron 2 crisoles y los 4 restantes se envolvieron en papel aluminio para meterlos dentro del horno y con ello evitar el contacto directo de las piezas con el material que está fabricada la parte interna del horno como se muestra en la figura 61.



Figura 61. Colocación de los 6 crisoles dentro del horno

Los tiempos para el proceso de desgasificación de estos 6 crisoles los podemos ver en la siguiente tabla:

	Hora inicial	Temperatura inicial	Hora final	Temperatura final	Tiempo
Inicio de precalentamiento	8:50am	23°C	9:20am	350°C	30 minutos
Desgasificación	9:20am	350°C	11:20 pm	350°C	120 minutos
Programación de temperatura de enfriamiento	11:20pm	350°C	11:25pm	23°C	5 minutos
Enfriamiento del horno	11:25pm	350°C	12:15pm	150°C	60 minutos
Apagado del horno	12:15pm	150°C		23°C	Hasta que enfríe completamente

Como resultado de la desgasificación, los crisoles cambiaron de color quedando de color oscuro, esto es debido a la cantidad de partículas presentes en el material antes de ser metidos al horno y que a la hora del desgasificado se quemaron dando esta tonalidad al material. En la figura 62 se puede observar el acabado final de los crisoles después de que fueron extraídos del horno.



Figura 62. Crisoles de cobre desgasificados

Una vez que se desgasifica los crisoles de cobre, se vuelve a lijar y limpiar con agua destilada, alcohol y acetona. Posteriormente se sopletea nuevamente con aire comprimido obteniendo crisoles como se muestra en la figura 63.



Figura 63. Crisoles de cobre limpiado y desgasificado.

Una vez fabricados, limpiados y desgasificados estos crisoles de diferentes materiales, se procederá a usarlos para recubrir diferentes materiales que pueden ser metales o dieléctricos.

## **8. Conclusiones.**

Como se pudo observar, las Películas delgadas abarcan un extenso campo de aplicación y uso, aunado a ello, es un proceso completo que conlleva una serie de pasos que por muy insignificantes que suelen parecer, resultan críticos si no se toman en cuenta. Todos los cuidados y parámetros de la evaporadora se tienen que considerar, el tipo de material base (vidrio, polímero, etc.) donde se va aplicar la película delgada, la pureza del material que se utiliza como recubrimiento, la preparación y limpieza de la cámara, el alto vacío que alcance todo el sistema de la evaporadora, el tipo del patrón de barrido que se usa para la evaporación del material, la velocidad de rotación del riel donde se encuentra el porta sustrato. Trabajar con películas delgadas es todo un arte y los buenos resultados dependerán de que tan bien se lleve a cabo cada uno de los procedimientos que involucra todo el proceso completo para un recubrimiento. Así también, el manejo adecuado de los componentes electrónicos es crucial para el buen resultado de los recubrimientos. El desconocimiento del funcionamiento de algún componente como, por ejemplo, el uso del cañón de electrones puede conllevar varios aspectos que pueden ser: daño de algún crisol o material de recubrimiento, daño en la óptica de recubrimiento, descarga eléctrica que puede causar daño físico a otros componentes o alguna persona que toque el componente sin el debido conocimiento y precaución. En general, considerar todos los parámetros y buenas prácticas conllevan a excelentes resultados del recubrimiento.

## **9. Bibliografía**

1. Hartmut Frey · Hamid R. Khan, Handbook of Thin-Film Technology, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2015.
2. S. Ghamaty, J. C. Bass and N. B. Elsner, In Proceedings ICT'03. 22nd International Conference on Thermoelectrics, IEEE Cat. No.03TH8726), 2003, pp. 563-566.
3. Almas Bashir, Tahir Iqbal Awan, Aqsa Tehseen, Muhammad Bilal Tahir, Mohsin Ijaz, Chapter 3 - Interfaces and surfaces, Chemistry of Nanomaterials, Fundamentals and Applications, 2020, Pages 51-87.
4. Harsha, K. S. S, Principles of Physical Vapor Deposition of Thin Films, Elsevier, Great Britain, 2006, p. 400
5. George, J., Preparation of thin films, Marcel Dekker, Inc., New York, 1992, p. 13–19.