

Un sistema *ad hoc* para la evaporación de metales

A. Juárez, M. Hernández, R. Hernández

Laboratorio de Ciencias Aplicadas, Facultad de Ciencias Físico Matemáticas – UAP
Av. San Claudio esquina Río Verde, Ciudad Universitaria, Col. San Manuel, Puebla, Pue.
ajuarez@fcfm.buap.mx

R. Puente

Taller mecánico del IF – UNAM
Circuito exterior, Ciudad Universitaria, 04510, México, D.F.

RESUMEN

Reportamos la construcción de un sistema de alto vacío que alcanza presiones del orden de 10^{-4} Pa. Para evaporar metales como oro, plata, aluminio y cobre, hemos diseñado y construido una evaporadora térmica en la que se hace pasar corriente eléctrica intensa a través de un filamento de tungsteno, donde se coloca la muestra que se desea evaporar. Hemos depositado estos metales en superficies como vidrio, plástico y cerámica. En este trabajo describimos el funcionamiento del sistema y las componentes que lo forman, reportando también un primer criterio para la caracterización de las películas crecidas, con base en su espesor.

ABSTRACT

The construction of a high vacuum system that reaches a base pressure of around 10^{-4} Pa is reported. In order to evaporate metals such as gold, silver, aluminum and copper, we have designed and constructed a thermal evaporator, where an intense electric current is driven through a tungsten filament containing the evaporating material. As substrates for the metal films, we used glass, plastic, and ceramic. In the present work the operation of the system and its components is described. A first characterization of the films is made by thickness measurements.

Palabras clave: Alto vacío, películas delgadas, bomba difusora, punto de fusión, metalización

1. INTRODUCCION

La tecnología del alto vacío ha permitido desarrollar la técnica de evaporación de metales en una atmósfera de muy baja presión. Las películas delgadas obtenidas mediante esta técnica, se pueden usar como materiales de recubrimiento y tienen múltiples usos en la industria, la investigación y la enseñanza [1-3].

Algunos ejemplos del uso de la técnica de evaporación de metales al alto vacío, se encuentran en el aluminizado de vidrios para espejos de telescopios, en recubrimientos para reducir la reflexión indeseable, filtros para radiación UV, películas conductoras, transductores piezoeléctricos y superficies plásticas con terminado reflejante para la industria automotriz. En la región de Puebla, evaporaciones de metales al alto vacío, son realizadas en la industria de la joyería de fantasía y la producción de esferas navideñas, entre otras aplicaciones[1-4].

La importancia de la tecnología del alto vacío y la posibilidad de contar con un sistema de laboratorio para conocer a fondo los procesos por los que se llegan a obtener bajas presiones en ambientes controlados y con posibilidades de desarrollos en la investigación, en la

enseñanza y con aplicaciones en la industria; nos motivó para construir un sistema de éste tipo en nuestros laboratorios.

Nuestro sistema de alto vacío se comporta de manera estable al alcanzar su mínima presión de 10^{-4} Pa en una cámara de acero inoxidable, con capacidad de 24 litros [5].

Tomando como base este sistema de alto vacío, hemos diseñado y construido una evaporadora de metales con un punto de fusión menor al del tungsteno. De esta forma estamos en posibilidad de evaporar metales como oro, plata, cobre y aluminio entre otros, sobre diferentes substratos entre los que se encuentran vidrios, plásticos y cerámicas.

En este artículo reportamos las características de los elementos mecánicos, eléctricos y electrónicos que nos permiten usar el sistema de alto vacío como una evaporadora de metales y que usamos para depositar capas metálicas delgadas en diferentes substratos. También presentamos resultados de una primera caracterización de las películas obtenidas en el proceso, tomando como criterio el grosor de la película crecida.

2. SISTEMA DE ALTO VACÍO

El sistema de alto vacío que construimos tiene entre sus principales características las siguientes [3, 6, 7]:

- A. Cámara de vacío con capacidad de 24 litros.
- B. Bomba mecánica rotatoria (SARGENT-WELCH), usada como precursora, que alcanza presiones de hasta 10^{-1} Pa.
- C. Bomba difusora de aceite (LEYBOLD), que alcanza presiones de hasta 10^{-4} Pa y con capacidad de 100 litros por segundo.
- D. Sistema de enfriamiento con base a circulación forzada de agua, aislado e independiente para la bomba difusora.
- E. Sensor Pirani para el bajo vacío y sensor de cátodo frío para el alto vacío; ambos marca LEYBOLD conectados a Medidores Thermovac TM20 y Penningvac PM31, respectivamente.

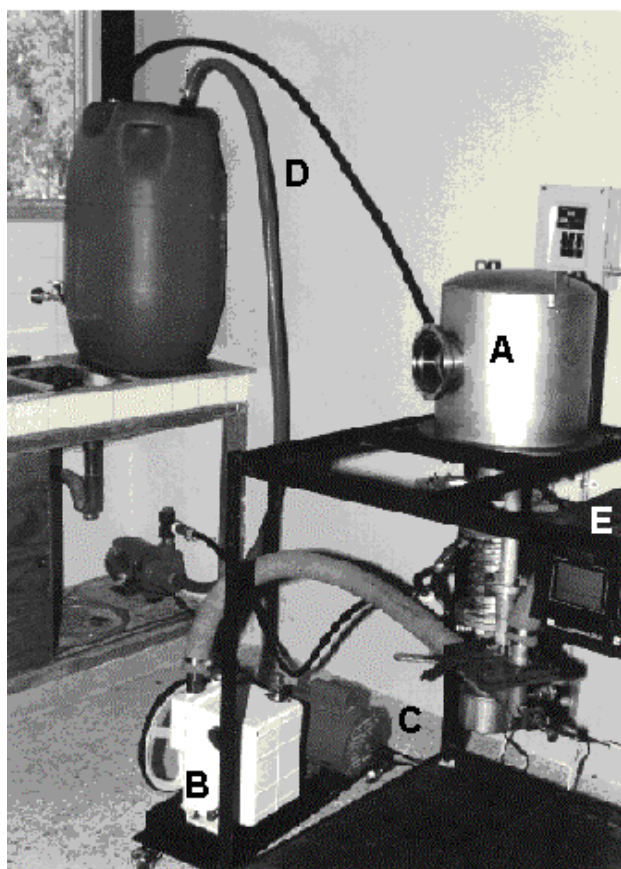


Figura 1. Sistema de alto vacío, construido y armado en nuestros laboratorios. Puede apreciarse la cámara de vacío (A), la bomba mecánica (B), la bomba difusora (C), el sistema de enfriamiento (D) y los medidores de vacío (E).

3. COMPONENTES DEL SISTEMA DE EVAPORACION

Los elementos con que cuenta nuestra evaporadora son los siguientes:

- a. Fuente de alto amperaje regulada, de 30 hasta 150 A.
- b. Control de la fuente de alto amperaje.
- c. Postes pasamuros que soportan los filamentos calefactores.
- d. Espira de tungsteno
- e. Platina



Figura 2. Evaporadora construida utilizando el sistema de alto vacío. Se aprecia en la imagen la fuente de alta corriente (a) con su control (b).

La descripción de los diferentes elementos se da a continuación.

FUENTE DE ALTO AMPERAJE.

Para elevar la temperatura del elemento calefactor, sin que este se funda en alguno de sus puntos, es necesario suministrar un amperaje variable. La fuente de alimentación de corriente construida ex profeso, cumple con esté requisito. Por métodos electrónicos permite regular el amperaje desde 30 A hasta 150 A, sin

transitorios ni saltos de falso disparo. Nuestra fuente utiliza un modo de control tiristórico por ángulo de fase, sincronizado con la frecuencia de la red de alimentación y en donde la señal de disparo se acopla por inducción magnética. Los tiristores alimentan al devanado primario de un transformador conectado a la red monofásica. En el lado secundario del transformador se obtiene baja tensión y alta corriente. En la salida se realiza finalmente una rectificación, para conectarse al filamento de la evaporadora.

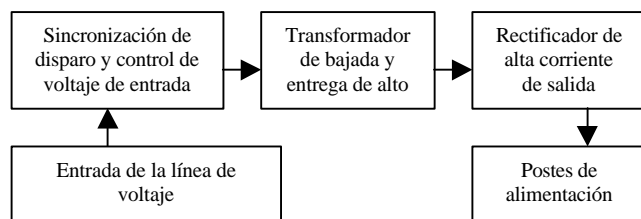


Figura 3. Diagrama esquemático de la fuente que suministra alta corriente a la espira de tungsteno.

ELEMENTOS DE CONDUCCION, SOPORTE Y CALEFACTOR

En la figura 4 se muestran los dos postes pasamuros que atraviesan la platina del sistema de vacío y que se usan como soporte del elemento calefactor. Estos se construyeron de cobre, por su alto factor de conducción de corriente, aunque lo ideal es que se construyan en acero inoxidable por su bajo nivel de desgasificación. Estos son los encargados de conducir el alto amperaje, además de servir de soporte a la espira de tungsteno. Aunque su diámetro no es crítico, para evitar calentamiento se construyeron en calibre de ½ pulgada. Estos postes son asegurados por anillos de teflón a la platina. Los anillos, además de ser aislantes, sirven como un sello para evitar la pérdida de vacío.

Para evaporar el metal usado como material de aporte, una vez obtenida la mínima presión en la cámara, calentamos la espira de tungsteno haciendo pasar alta corriente a través de ella. La espira cuenta con tres hilos trenzados calibre 14. Usamos tungsteno por su baja resistencia eléctrica específica ($5.55 \times 10^{-6} \Omega$) y su alto punto de fusión (3410°C). Inicialmente por la espira se hace circular una corriente de 30 A para no fundir la espira, obteniéndose inicialmente una temperatura aproximada de 500°C . Progresivamente se incrementa la corriente hasta 100 o 150 A (dependiendo del material a evaporar), y alcanzar la temperatura de evaporación del material de aporte. Con este tipo de espira se han logrado temperaturas de más de 2000°C .

Temperaturas mayores se pueden alcanzar usando otro tipo de espiras. Estas espiras nos permitirían realizar evaporaciones de metales con un punto de fusión mayor que los que hemos usado hasta ahora [2, 9].

Los substratos que hemos usado son vidrio, acrílico y plásticos con fibra de carbón. En algunos casos los materiales de soporte han sido vidrios terminados de telescopios. A estos se les ha dado un aluminizado para dar el terminado de espejo. Además se han usado materiales acrílicos para crecimientos multicapas. Los materiales con base en fibra de carbón han sido usados para lograr superficies reflectoras para la industria automotriz. A futuro pretendemos probar algunos otros materiales como cerámicas y algunos metales [7, 8]. Los materiales de aporte que hemos usado, han sido oro, plata, cobre, aluminio, antimonio y níquel.

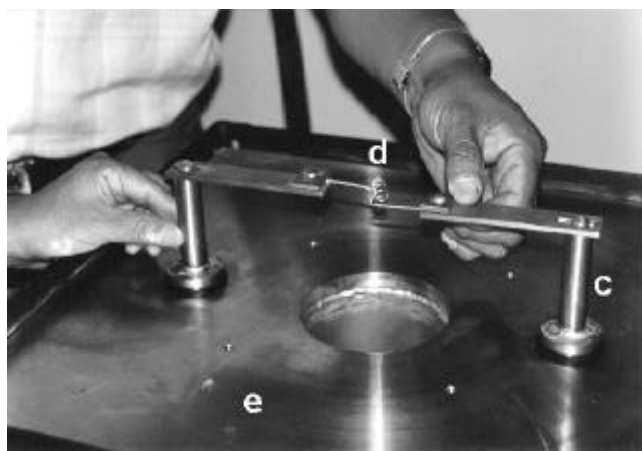


Figura 4. Componentes de la evaporadora: Postes pasamuros (c), espira de tungsteno (d), sobre la platina (e). A través del filamento se hace pasar una alta corriente (mayor a 100 A). La muestra la depositamos en forma laminada dentro de la espira.

4. RESULTADOS

Como un primer criterio de caracterización de las películas crecidas en nuestro sistema, medimos los grosores. Estos grosores varían desde 20 nm hasta 615 nm. El grosor de las capas puede ser controlado por alguno de los siguientes parámetros: Cantidad de material de aporte, distancia de separación entre el elemento calefactor y el substrato, velocidad de evaporación y suministro de la cantidad de corriente que se aplica al material de aporte [5].

Para los crecimientos que hemos realizado, mantenemos como parámetros fijos, la cantidad de material de aporte y la distancia de separación entre elementos. Controlamos el grosor mediante el suministro de corriente.

En las gráficas que se dan a continuación se muestra la caracterización de dos de las películas crecidas en el sistema que hemos construido. Estas gráficas muestran el grosor y la uniformidad de las superficies metálicas. Las películas obtenidas presentan las

características de semiespejos y espejos, obteniendo, por lo general, uniformidad en el grosor. Las mediciones se realizaron con un aparato Talystep marca Sloan Dektak II, por barrido de aguja con desplazamiento bidimensional. En el caso de la película de plata, el barrido horizontal fue de 3 milímetros. La parte izquierda de la gráfica muestra el escaneado sobre el vidrio hasta poco más de 1.6 milímetros. Para medir el grosor de la película de aluminio se utilizó el mismo aparato. La parte izquierda de la gráfica muestra el barrido sobre el vidrio hasta 1.5 milímetros.

promedio 44.9 nm. Las fluctuaciones máximas alcanzan los 53.6 nm.

Resulta claro para nosotros, que necesitamos contar con un método que permita medir directamente los grosores de las películas crecidas. Al respecto vemos un futuro promisorio en la interferometría.

5. DISCUSION Y CONCLUSIONES

Además de la aplicación que como evaporadora hemos dado a nuestro sistema de alto vacío, éste nos ha permitido realizar el diseño, construcción y prueba de nuevos elementos. Así estamos en posibilidad, entre otras actividades, de capacitar y asesorar al personal que la industria requiere para el óptimo funcionamiento y mantenimiento de sus equipos de vacío y utilizar nuestro sistema para tareas de enseñanza e investigación.

Dentro de los objetivos inmediatos y futuros del sistema de evaporación, se encuentran los siguientes:

- Realizar evaporaciones de metales de un mayor punto de fusión.
- Enseñar la tecnología del alto vacío y evaporación, para la formación de recursos humanos [6-8].
- Aplicaciones específicas requeridas por la industria.

De estos objetivos, a los que más énfasis se le ha puesto es a la enseñanza de la tecnología del alto vacío y a la evaporación de metales. Por esta razón, el diseño que hicimos es simple y tiene las características requeridas para su aplicación en el trabajo de investigación. La simplicidad del diseño, permite que el sistema sea totalmente desarmable, logrando con esto que los estudiantes aprecien la estructura de los componentes del sistema y su función dentro de él.

En la evaporación, el uso de crisoles de grafito o de molibdeno, nos permitiría evaporar otros metales de mayor punto de fusión. El objetivo será obtener recubrimientos con capas ultraduras.

Sabemos que en las aplicaciones industriales y médicas, algunas de las metalizaciones son importantes, como el recubrimiento de piezas móviles con características que las hacen ideales en casos como: Resistencia a la corrosión y dureza, recubrimiento en prótesis para implante, etc.

Para capacitación de recursos humanos en el uso de la tecnología del alto vacío y evaporación, hemos desarrollado el siguiente programa en el que se utiliza nuestro sistema:

- Familiarización con las diferentes unidades para medir presión y su conversión.
- Familiarización con el esquema básico de un sistema de vacío.
- Tipos de O' rings y material de construcción.
- Medidores de vacío.
- Herramientas usadas en el ensamblado y desensamblado del sistema.

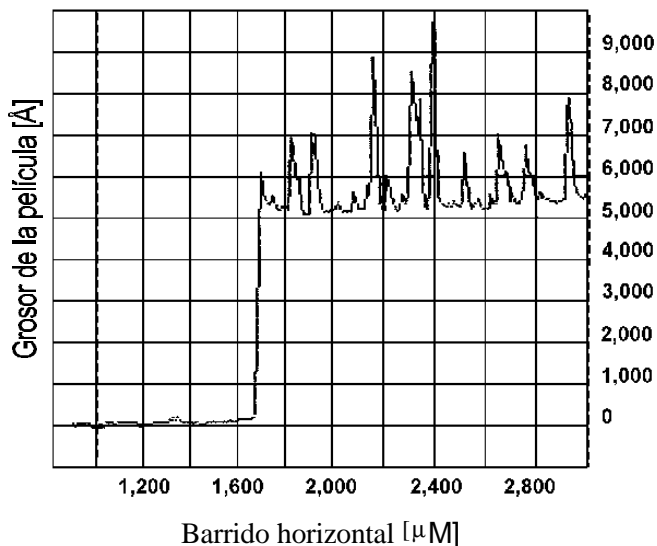


Figura 5. Resultados de la medición del grosor de una película de aluminio crecida sobre vidrio. El grosor de la película es en promedio 624.8 nm. Con respecto al grosor medio, existen pozos de 9.3 nm. Las fluctuaciones máximas alcanzan los 958.9 nm.

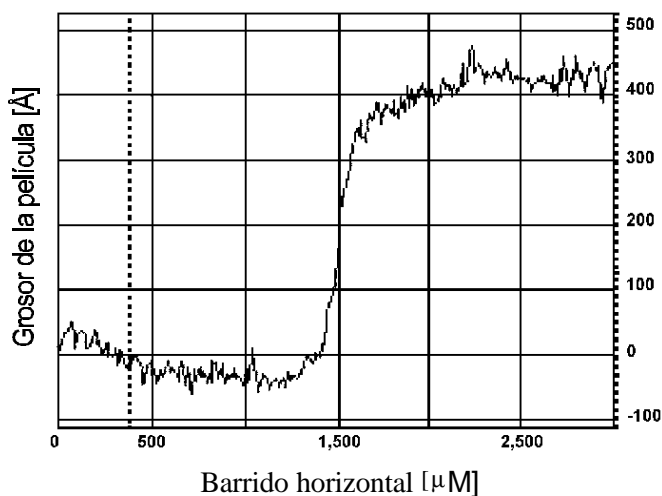


Figura 6. Resultados de la medición del grosor de una película de plata crecida sobre vidrio. El grosor de la película es en

- Tipo de aceite y cantidad usada en la bomba mecánica de bajo vacío.
- Tipo de aceite y cantidad usada en la bomba difusora.
- Materiales usados para darle limpieza al sistema.
- Materiales de aporte.
- Tipos de elementos calefactores.
- Uso y mantenimiento de la fuente de alta corriente.
- Limpieza y mantenimiento del sistema de evaporación.

Después de superar los innumerables obstáculos, propios de desarrollar una tecnología que no es de amplio dominio en nuestro país, contamos ya con un sistema de alto vacío y una evaporadora de metales. Nuestro sistema opera de forma confiable y eficiente. El sistema diseñado nos ha permitido hacer crecimiento de películas metálicas delgadas de diferentes materiales, sin embargo prevemos para el futuro crecer multicapas para la aplicación en la obtención de sensores, mediciones de reflectancia y otras propiedades físicas, así como crecimiento de capas duras sobre otros metales.

AGRADECIMIENTOS:

Este trabajo contó con el apoyo de la SESIC-SEP, bajo el proyecto 97-01-21-001-014. Las caracterizaciones de las películas metálicas evaporadas, fueron realizadas contando con la colaboración de: Manuel Rubín Falfán, del Posgrado en optoelectrónica de la UAP Y Miguel Angel Luna, de Ingeniería Eléctrica del CINVESTAV. Los autores

agradecen a E.A. Martínez Mirón su ayuda en el trabajo de cómputo.

REFERENCIAS

- [1] A. Zehe, *Tecnologías y sistemas en alto vacío*, Vol. 3, (TECNOPLUS, México-Alemania, 1996)
- [2] L. Talavera y M. Farías, *El vacío y sus aplicaciones*, (Fondo de Cultura Económica, México, 1995)
- [3] R. Hernández, *Diseño y construcción de un sistema de alto vacío*, (Tesis de licenciatura, FCFM, BUAP, 1999)
- [4] J. P. Holman, *Experimental Methods for Engineers*, (McGraw-Hill, New York, 1963)
- [5] M. Cruz-Jáuregui, J. M. Siqueiros, R. Machorro and S. Wang, *Rev. Superficies y Vacío*, **7**, 47-50 (1997)
- [6] J.F. O' Hanlon, *A User's Guide to Vacuum Technology*, 2nd ed. (John Wiley & Sons, New York, 1989)
- [7] H. Bollinger, W. Teubner, *Técnicas del vacío industrial*, (VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1980)
- [8] A. Roth, *Vacuum Technology*, (North-Holland Publishing Co. Amsterdam, 1976)
- [9] G.L. Weissler and R.W. Calson, *Methods of Experimental Physics*, **14**, (Academic Press, New York, 1979)