

Automatización del control térmico de un sistema de evaporación de películas delgadas utilizando LabView

Balderas-Zapata, J.², Zapata-Torres, M.¹, Chalé-Lara, F¹ y Peraza-Vázquez, H¹

Fecha de recepción: 13 de septiembre de 2007 – Fecha de aceptación: 14 de abril de 2008

RESUMEN

En este trabajo se presenta la automatización, mediante LabView, de un sistema de evaporación para el crecimiento de películas delgadas semiconductoras por el método Transporte de Vapor en Espacio Reducido Combinada con Evaporación Libre (CSVT-FE, por sus siglas en inglés). Este sistema utiliza como calefactores tres bloques de grafito para la evaporación de los materiales fuente. La corriente eléctrica es suministrada a cada grafito mediante una fuente de poder programable. Las temperaturas de los bloques de grafito son monitoreadas utilizando termopares tipo K. El software fue desarrollado utilizando el lenguaje de instrumentación LabView 7.0, el cual permite controlar la corriente de cada fuente de poder que alimenta a los grafitos. Asimismo, se registran en tiempo real, la temperatura y la corriente suministradas a cada calefactor. El software desarrollado permite programar rampas e isotermas de temperaturas a tiempos determinados y despliega en tiempo real la gráfica del comportamiento de la temperatura de cada uno de los grafitos, almacenando en formato de hojas de cálculo, los datos de corriente suministrada y temperatura obtenidas. Con el sistema desarrollado se depositaron películas semiconductoras de $Cd_xZn_{1-x}Te$, las cuales fueron caracterizadas mediante análisis de dispersión de energía de rayos-x y transmisión óptica.

Palabras Clave: LabView, Control de Temperatura, Crecimiento de Semiconductores

Thermal control automation of a thin film evaporation system using LabView

ABSTRACT

In this paper the automation of an evaporation system used, to grow semiconductor thin films by Close Spaced Vapor Transport combined with Free Evaporation (CSVT-FE) method using LabView, is presented. The system uses three graphite blocks as heaters in order to evaporate the source materials. The electrical current is applied to every graphite block by means of a programmable power supply. The temperatures of the graphite blocks were monitored using type-K thermocouples. The software was developed using Labview 7.0, as a virtual instrumentation language of the programming focused on the automation, which allows manipulating the current of each of the power supplies applied to the graphite. Thus, during a run-time the temperature and the electrical current applied to each heater are obtained. The developed software allows to program ramps and isotherms of temperature with time; in addition, during the run-time, a plot of the temperature with time for each graphite block is displayed; meanwhile the electrical current and temperature are stored in a data file. This technique was applied for the growth of $Cd_xZn_{1-x}Te$ semiconductor films; moreover, characterization of these films by Energy Dispersive Analysis X-ray (EDAX) and optical transmission techniques was made.

Keywords: LabView, temperature control, semiconductor growth.

¹ Investigador. CICATA-IPN, Unidad Altamira. Altamira, Tamaulipas. E-mail: mzapatat@ipn.mx

² Investigador. Instituto Tecnológico de Ciudad Madero, Cd. Madero, Tamaulipas.

INTRODUCCIÓN

En los últimos años la tecnología de películas delgadas ha alcanzado un gran desarrollo debido a que tienen una gran variedad de aplicaciones, como pueden ser: dispositivos fotovoltaicos, filtros ópticos, películas semiconductoras o sensores para ambientes de contaminación radiactiva. Para el depósito de materiales en forma de película delgada existen diversas técnicas como son: sputtering, depósito por laser pulsado, evaporación libre, transporte de vapor en espacio reducido combinado con evaporación libre (CSVT-FE, por sus siglas en inglés), etc. La técnica CSVT-FE (Zapata-Torres et al., 2000), está basada en calentar a diferentes temperaturas: a) el material fuente a ser depositado; b) un material impurificante; y c) un sustrato) sobre el cual se depositará la película. Usualmente el agente transportador es un gas inerte a través del cual todos los átomos sublimados, tanto del semiconductor como del impurificante emigran hacia el sustrato donde se condensan y forman la película. En esta técnica, el control y monitoreo de la temperatura son críticos para el desarrollo del proceso de crecimiento del material, debido a que una variación significativa de la temperatura programada ocasiona razones de evaporación diferentes a las deseadas.

En la actualidad, la mayoría de los equipos para la preparación de materiales están integrados por diversos componentes electrónicos y mecánicos, la mayoría de éstos de marcas diferentes, lo que hace difícil encontrar en el mercado algún software que pueda manipular algún proceso particular y que permita hacer una integración de equipos diversos. Esto implica que es necesario desarrollar programas de cómputo en el mismo laboratorio. LabView (Chance Elliott et al., 2007) es uno de los lenguajes que se utilizan para la automatización de procesos, no sólo por su facilidad de programación, sino también porque presenta un ambiente similar a los dispositivos reales, pero que sólo están presentes dentro de un programa de cómputo.

Existen diversos trabajos en donde reportan el uso del LabView para realizar la automatización y/o control de procesos entre los que podemos mencionar: Widmer et al. (2006) desarrollaron un sistema para controlar la temperatura en un acuario con agua recirculante, en él compara las temperaturas leídas por los termopares en los tanques del acuario y en base a esto calcula la cantidad de agua fría o caliente que necesita agregar al tanque para obtener la temperatura deseada; Salehi et al. (2006) implementaron un controlador PID en tiempo real para controlar la temperatura de polvos que eran irradiados con un laser Nd:YAG; Kis et al. (2004) reportaron la automatización de la medición de histéresis, utilizando Labview y tarjetas de adquisición de datos de la compañía National Instruments;

Economuo et al. (2002) realizaron el diseño, construcción, control y aplicación de un instrumento electro analítico virtual para realizar voltametría de onda cuadrada. Por otra parte, existe un trabajo previo en donde se desarrolló el control térmico para la técnica CSVT-FE (Castro-Rodríguez et al., 1995), el cual fue realizado utilizando una tarjeta de interface adaptada a la computadora tipo PC y un software que permite introducir los parámetros de control. Las fuentes de grafito, que contenían los materiales a evaporar, eran calentados utilizando transformadores; la potencia suministrada se controlaba por recorte de fase que empleaba un TRIAC para “dosificar” la potencia de línea del primario del transformador, cuyo secundario suministraba la potencia para calentar en forma controlada el grafito.

En este trabajo se presenta la automatización del proceso térmico de la técnica de crecimiento CSVT-FE, utilizando el lenguaje de programación LabView 7.0. Asimismo, como una aplicación del control desarrollado, se depositaron películas del compuesto ternario semiconductor $Cd_xZn_{1-x}Te$.

METODOLOGÍA

El sistema de crecimiento CSVT-FE está constituido de tres bloques de grafito, los cuales son calentados por efecto Joule. Estos bloques de grafito sirven para mantener a una temperatura determinada el sustrato, el material fuente y el material impurificante. Se emplean termopares tipo K para monitorear las temperaturas. El sistema de crecimiento está dentro de una campana de vidrio al vacío, la cual se encuentra montada sobre una base de acero inoxidable y que tiene conectada por medio de válvulas neumáticas, una bomba mecánica y una bomba turbomolecular. Estas bombas permiten alcanzar dentro de la campana presiones de vacío del orden de 5×10^{-6} Torr. En la Figura 1 se muestra el esquema del sistema de crecimiento.

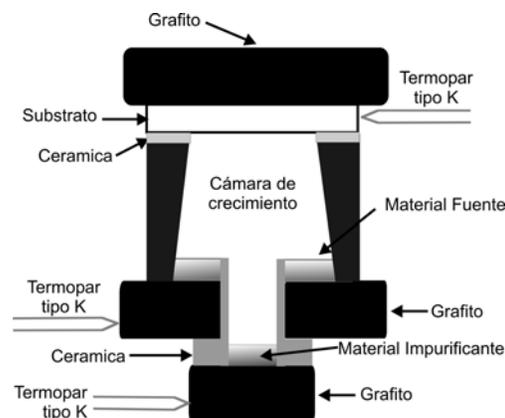


Figura 1. Esquema del sistema CSVT-FE.

El equipo necesario para la instrumentación del control térmico consta de: tres fuentes de poder, un módulo acondicionador de señales, un módulo de termopares, una computadora personal, una tarjeta de interface de propósito general (GPIB, por sus siglas en inglés), y una tarjeta de adquisición de datos NIDAQ. En la Figura 2 se pueden observar todos los elementos mencionados y el esquema de interconexión que presentan. Las tres fuentes de poder utilizadas son de la marca Xantrex modelo XKW 10-300 que manejan una corriente máxima de 300 A a 10 V, las cuales cuentan con interface GPIB; el módulo acondicionador de señales es de la marca National Instruments modelo SCXI1000 y tiene acoplado un módulo de termopares modelo 1112 del mismo fabricante. La computadora personal utilizada para el control térmico tiene colocada la tarjeta GPIB y la tarjeta NIDAQ para manipular las fuentes de poder y el módulo de termopares, respectivamente.

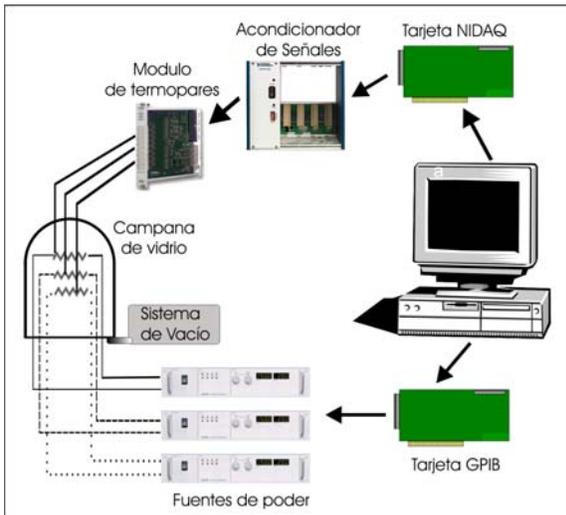


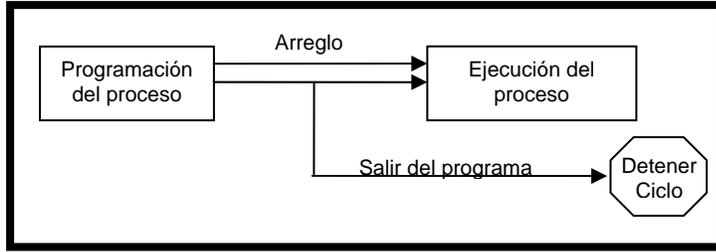
Figura 2. Elementos que integran el sistema de automatización implementado.

LabView es uno de los lenguajes de programación más utilizados para la automatización de instrumentos y equipos de la empresa National Instruments. Este es un software de programación gráfica para desarrollar aplicaciones para científicos e ingenieros, el cual tiene la capacidad de adquirir y enviar datos para controlar dispositivos vía IEEE-488, RS-232, así como también

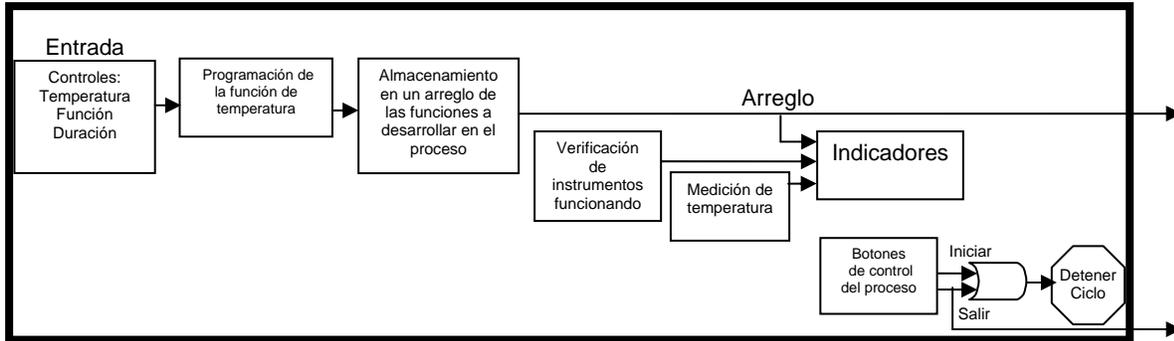
plug-in I/O boards. En la Figura 3(a) se observa un diagrama de bloques del programa desarrollado. Cada bloque, representa una función o subrutina que se ejecuta de izquierda a derecha. Los recuadros encierran las subrutinas o funciones que son ejecutadas por cada componente. Las flechas indican el flujo de señales y representan el intercambio de información entre cada bloque, el cual puede ser en una o en ambas direcciones.

El programa se divide en dos subrutinas principales: en la primera, el usuario diseña el proceso de calentamiento, y en la segunda, la computadora se encarga de llevarlo al cabo. En el diagrama de bloques de la Figura 3(b), se muestra cómo está constituida la subrutina de la programación del proceso de calentamiento. El usuario cuenta con tres grupos de controles que se muestran en el panel frontal del programa para poder programar una función de temperatura. Una vez que ésta ha sido seleccionada, así como su duración, se genera información que posteriormente se almacenará en un arreglo añadiendo una fila con las funciones a desarrollar. Este arreglo es mostrado en pantalla en forma de una tabla. En el diagrama de bloques de la Figura 3(c), se muestra como está constituida la subrutina de la ejecución del proceso. El funcionamiento se describe a continuación: se cuenta con un reloj interno el cual tiene la responsabilidad de sincronizar todas las subrutinas y de finalizar el proceso.

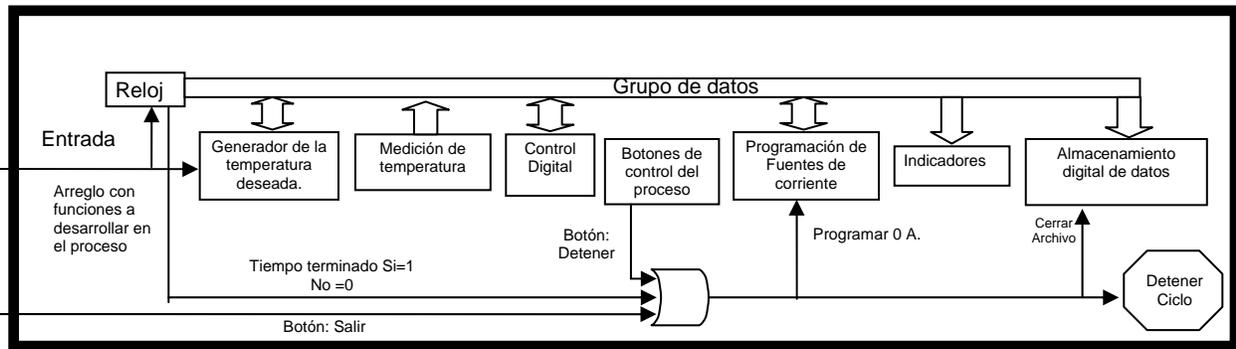
Durante la ejecución, primero se genera una temperatura deseada para el instante de tiempo que el reloj indica y se anexa al grupo de datos, después la computadora toma una muestra de la temperatura real con el sistema de medición o de adquisición de datos y se agrega al mismo grupo. La subrutina de control digital lee y compara la temperatura real con la deseada, determina el error y los valores de corriente que deberán ser programados en las fuentes para eliminarlo, para lo cual se implementó un algoritmo de control PID. Los elementos del grupo de datos son mostrados en pantalla con indicadores digitales que muestran el valor instantáneo. También se muestran gráficos en donde se describe la historia de las magnitudes que éstas han tenido. Dichas magnitudes son almacenadas en un archivo de texto y pueden ser abiertos por aplicaciones que manejen hojas de cálculo, para su posterior análisis.



(a)



(b)



(c)

Figura 3. Diagrama de bloques de: (a) software, (b) subrutina “programación del proceso”, (c) subrutina “ejecución del proceso”.

En la Figura 4 se puede observar el panel principal del programa, el cual se diseñó para ser operado por el usuario de una manera sencilla, con indicadores luminosos ubicados en la parte media del lado derecho de la pantalla, para cada uno de los instrumentos que se encuentran conectados, encendidos y funcionando adecuadamente; asimismo, se tiene un contenedor superior del lado izquierdo del panel con campos numéricos para la introducción del valor de las

temperaturas y duración que se desea obtener en cada bloque de grafito; los cuales se almacenan en una tabla para posteriormente ejecutarse. En la parte inferior del lado izquierdo del panel se aprecia una gráfica de las temperaturas que se adquieren durante un proceso de calentamiento; dicha gráfica incluye indicadores digitales a un costado de sus leyendas; asimismo, se cuenta con tres botones ubicados en la parte inferior derecha del panel para el control del proceso.

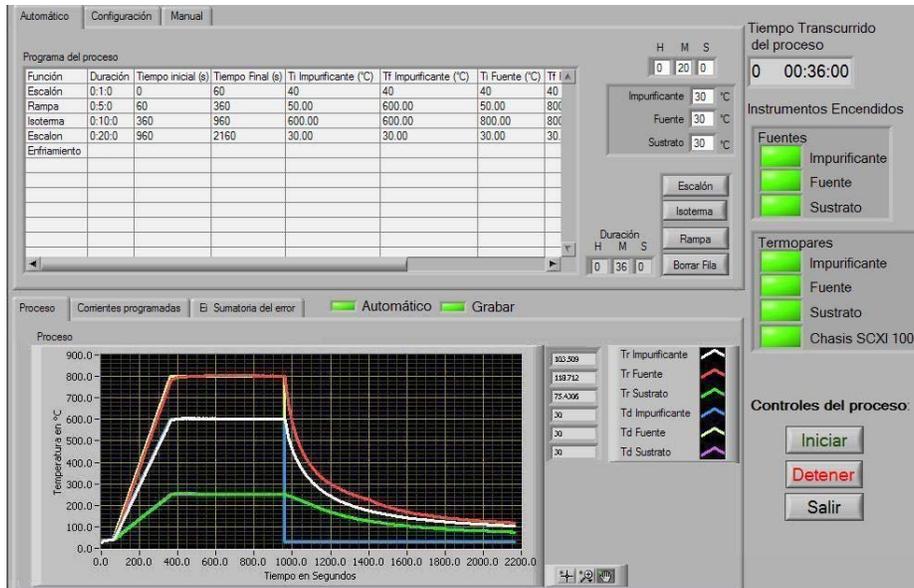


Figura 4. Panel principal del programa.

RESULTADOS

Para seleccionar los mejores valores para el controlador, se programó un escalón de temperatura en repetidas ocasiones con distintas ganancias en el control proporcional (K_p) e integral (K_i) para cada bloque de grafito. Obteniéndose la respuesta mostrada en la Figura 5. En esta figura se puede observar que: (1) una ganancia alta en el controlador proporcional ocasiona una rápida respuesta del controlador acompañado de un

gran error en la temperatura obtenida; y (2) una ganancia alta en el control integral puede ocasionar que el sistema oscile un poco, así mismo, una ganancia baja provoca que el sistema se vuelva muy lento. En las pruebas realizadas se decidió eliminar la acción diferencial debido a que el controlador PI ofrecía una buena respuesta, y que la acción diferencial no era muy notoria debido a que es insensible a señales de error constantes o que varían con lentitud.

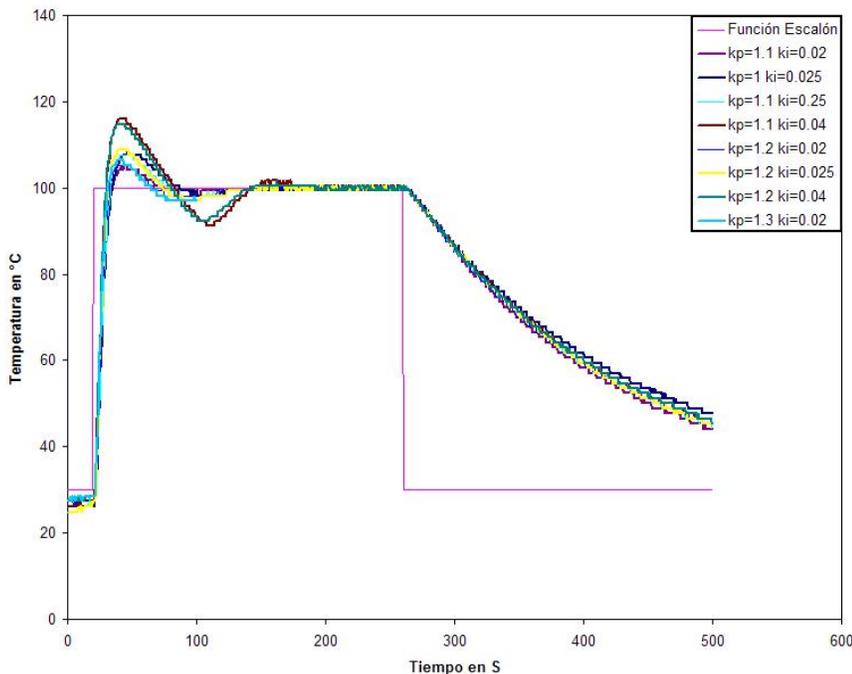


Figura 5. Respuesta del sistema a un escalón de temperatura.

Para realizar las pruebas al sistema se utilizaron dos tipos de funciones para cada bloque de grafito, para observar la precisión, y la estabilidad que se tiene. Estas fueron las funciones de escalón y de rampa.

La función escalón sirve para llegar lo más pronto posible a la temperatura deseada. En la figura 6 se observa un proceso típico de calentamiento para el crecimiento de películas semiconductoras en donde se aprecia que la temperatura real del bloque de grafito de material fuente se eleva demasiado, ocasionado por la

mala sintonización del controlador, aunque esto se puede remediar limitando la corriente de la fuente en la configuración. Las ventajas que presenta este tipo de función son que se llega más pronto a la temperatura deseada y que la duración de los procesos son más cortos; mientras que su desventaja es que si el controlador no está sintonizado adecuadamente, se puede cometer un error de sobrecalentamiento grande, y generar una temperatura lejos de la deseada durante un largo tiempo debido a que el sistema carece de un sistema de enfriamiento.

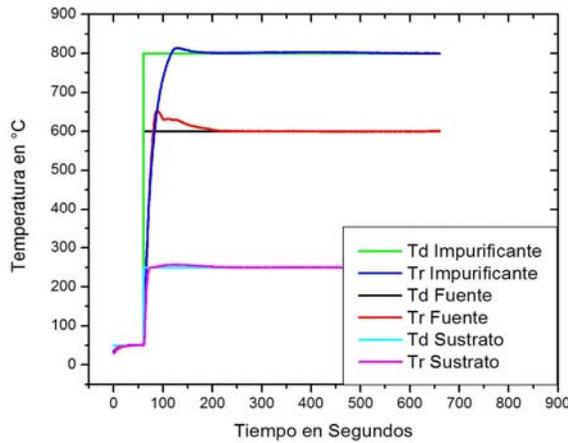


Figura 6. Función escalón a temperaturas típicas de calentamiento. T_d es la temperatura deseada y T_r es la temperatura real.

La función rampa sirve para llegar a la temperatura deseada de una forma gradual. En la Figura 7 se muestra una función rampa de calentamiento con las mismas ganancias que se emplearon en el proceso de calentamiento mostrado en la Figura 6, en la cual se puede observar el error en la temperatura es mínimo, de

8°C, 6°C y 6°C para el los bloques de grafito impurificante, fuente y sustrato, respectivamente, al momento de llegar a la isoterma, y de $\pm 1^\circ\text{C}$ en régimen permanente.

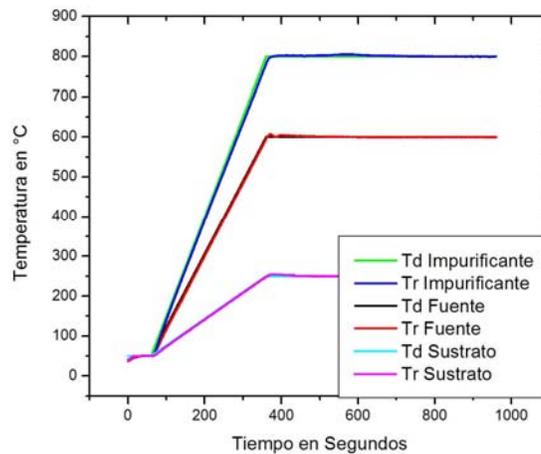


Figura 7. Función rampa a temperaturas típicas de calentamiento (fuente 800 °C, impurificante 600 °C y sustrato 250 °C). T_d es la temperatura deseada y T_r es la temperatura real.

La ventaja que presenta esta función es que el error al momento de cambiar a la función de temperatura isoterma, es mínimo. Los errores obtenidos a las principales temperaturas de calentamiento son las que se

muestran en la tabla 1; su desventaja es que los procesos requieren de un mayor tiempo de duración, los cuales están en función de los límites físicos del sistema.

Tabla 1 Errores generados a las principales temperaturas de calentamiento

Temperatura	Error al momento de cambio de función a isoterma	Error en estado permanente
800 °C	± 6°C	± 1°C
600 °C	±6°C	± 1°C
250 °C	±6°C	±1°C

Para ver la reproducibilidad de nuestro sistema de control, se realizó un proceso de calentamiento para la evaporación de un material, el cual va a ser utilizado frecuentemente para el crecimiento de películas semiconductoras. El proceso se repitió en 2 ocasiones,

con las mismas condiciones tanto de vacío como de ganancias en el controlador. En la figura 8 se muestran las gráficas de los procesos, en la cual podemos observar que en la mayor parte del tiempo, ambos procesos poseen un gran parecido al programado.

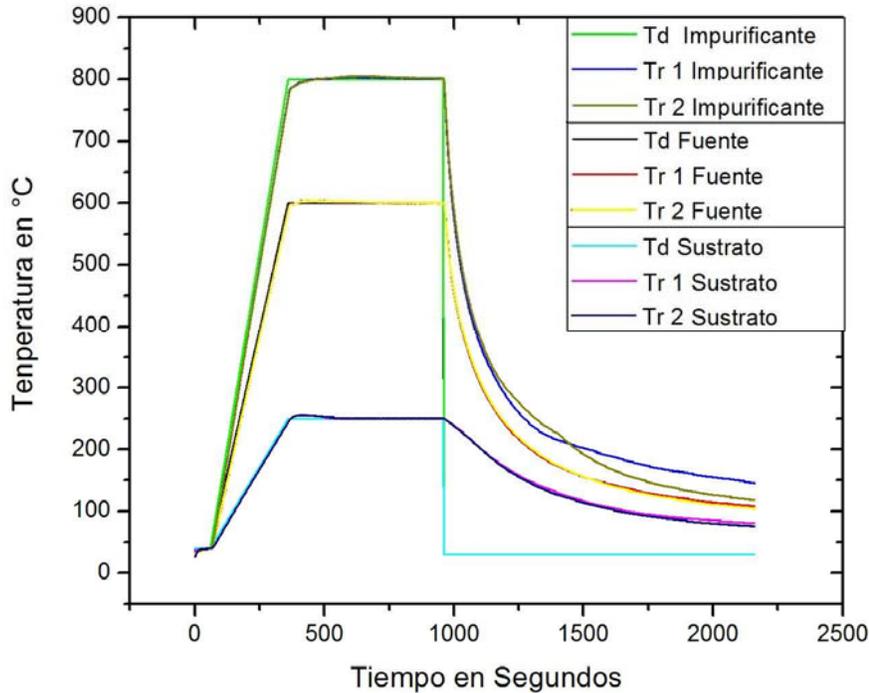


Figura 8. Proceso de calentamiento de los bloques de grafito repetido en 2 ocasiones en las mismas condiciones de operación. T_d es la temperatura deseada y T_r es la temperatura real.

Para probar el funcionamiento del sistema de control desarrollado se depositaron una serie de películas delgadas de $Cd_{1-x}Zn_xTe$, para $0 < x < 1$, utilizando la técnica CSVTE, usando como parámetros de crecimiento las temperaturas de las fuentes de los materiales co-evaporados. Los materiales utilizados en la co-evaporación fueron CdTe polvo 99.99 % at. y ZnTe 99.999 % at. de pureza Marca Balzers. Como

substratos fueron utilizados substratos de vidrio Corning 7059, los cuales están libres de sodio. La fuente del CdTe fue mantenida a 500°C durante el proceso de crecimiento, mientras la fuente de ZnTe fue variada entre 500°C y 700°C, en incrementos de 50°C, con el objetivo de tener diferentes concentraciones de Zn. Adicionalmente se creció una película de CdTe y una de ZnTe. Para todas las composiciones se mantuvo la

temperatura del sustrato fija a 400°C y el tiempo de crecimiento en 10 minutos. El espesor promedio de las películas fue medido con un micrómetro Mitutoyo, el cual posee una resolución de 1 µm; realizándose 25 mediciones en diferentes puntos de la misma. Las concentraciones de los elementos fueron determinadas utilizando análisis de dispersión de energía de rayos-X (EDAX, por sus siglas en inglés), usando un microscopio electrónico de barrido JEOL 6300. Las mediciones de transmisión fueron realizadas en un espectrofotómetro marca Perkin Elmer modelo Lambda 40.

Las películas que se obtuvieron fueron policristalinas, con espesor uniforme de $25 \pm 3 \mu\text{m}$ y una fuerte adherencia al sustrato. Las concentraciones de Zn en las muestras incrementaron de acuerdo con el incremento de la temperatura de la fuente de ZnTe. La

muestras CdTe y ZnTe, corresponden a las películas de CdTe y ZnTe binarias, respectivamente. Las muestras M500, M550, M600, M650 y M700, corresponden a muestras crecidas con las temperaturas de la fuente de ZnTe de 500 °C, 550 °C, 600 °C, 650 °C y 700 °C, respectivamente. En la Figura 9 se observa cómo varían las concentraciones de los elementos con respecto a la temperatura de fuente de ZnTe, el error experimental fue el promedio de las mediciones realizadas en tres puntos diferentes de las muestras, sin tomar en cuenta la incertidumbre de la técnica de medición. Las barras de incertidumbre están del orden de los símbolos utilizados en la figuras. Al ir incrementando la temperatura de esta fuente, aumenta la concentración de Zn, disminuye la de Cd, mientras que la concentración de Te se mantiene constante, alrededor de un 50 % at. Este comportamiento sugiere que el Zn está sustituyendo al Cd, formándose la solución sólida $\text{Cd}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Te}$.

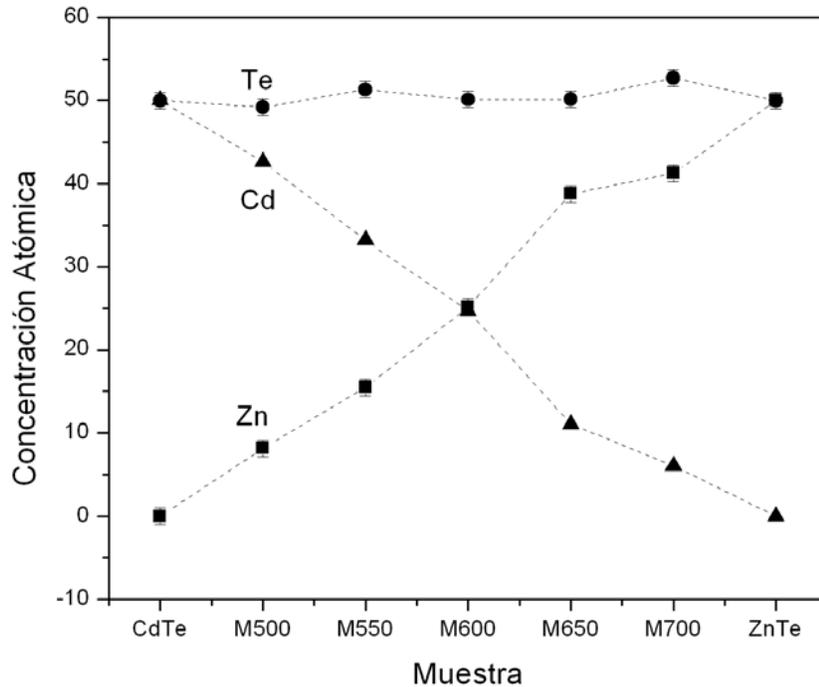


Figura 9. Variación de la concentración de Cd, Zn y Te con respecto a la temperatura de la fuente de ZnTe

En la Figura 10 se muestra la variación del valor de la energía de banda prohibida (E_g) como función de la concentración de Zn. Podemos ver cómo aumenta de 1.5 eV, ancho de energía prohibida (E_g) correspondiente al CdTe puro, hasta 2.3 eV, correspondiente al ZnTe. La variación de la energía de banda prohibida con respecto a la fracción molar x de

Zn, fue ajustada utilizando el método de mínimos cuadrados, a una ecuación cuadrática en x , obteniéndose la siguiente expresión: $E_g = 1.489 + 0.299x + 0.525x^2$, la cual es ligeramente diferente a la reportada por Bouarissa (2007), $E_g = 1.5045 + 0.6285x + 0.13x^2$, la cual fue calculada teóricamente utilizando el formalismo del pseudopotencial.

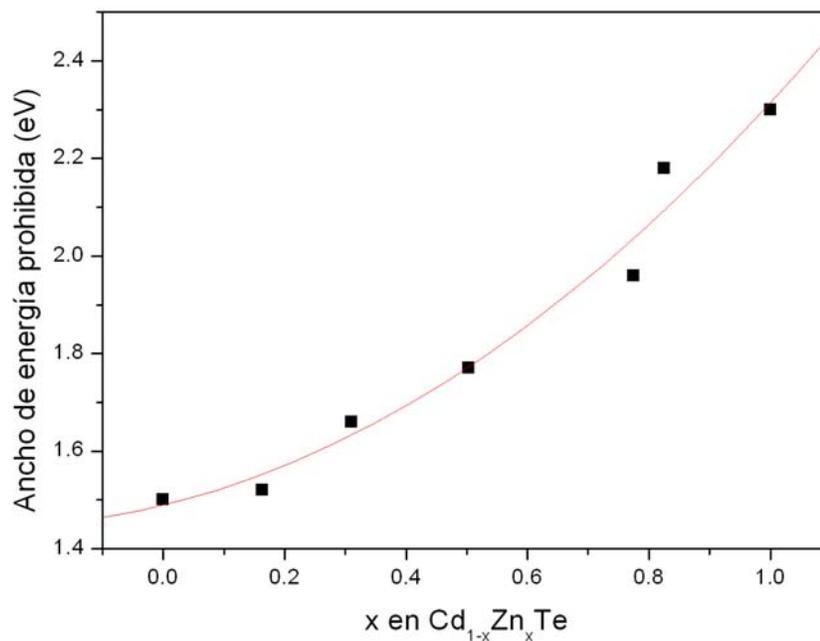


Figura 10. Variación del ancho de energía prohibida con respecto a la concentración de Zn en las muestras.

CONCLUSIONES

Utilizando el software desarrollado en LabView 7.0 fue posible la automatización del control térmico de un sistema de evaporación de películas delgadas. Se logró un control adecuado de las temperaturas de crecimiento utilizando la función de calentamiento por rampa. Se pudo obtener mediante la variación de un parámetro simple, tal como una temperatura de evaporación, un compuesto ternario semiconductor, con un comportamiento monótono con respecto a las

concentraciones obtenidas y la variación de la energía de banda prohibida. Este trabajo puede ser utilizado para controlar dos o más temperaturas simultáneas, pudiendo ser escalado hasta ocho elementos calefactores, limitado por el módulo de termopares.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos a Marcela Guerrero y Javier Zapata por su asistencia técnica. Este trabajo fue financiado por SIP-IPN y CONACYT.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Bouarissa Nadir (2007). Pseudopotential calculations of Cd_{1-x}Zn_xTe: Energy gaps and dielectric constants. *Physica B* 399, 126-131.
- Castro-Rodríguez R., Rejón V., Zapata-Torres M., Zapata-Navarro A, Peña. J.L. (1995). Control del proceso térmico para la obtención de películas semiconductoras usando el método de transporte de vapor en espacio reducido. *Revista Mexicana de Física*.41(4), 572-578.
- Chance Elliott, Vipin Vijayakumar, Wesley Zink and Richard Hansen (2007), National Instruments LabView: A Programming Environment for Laboratory Automation and Measurement. *Journal of Association for Laboratory Automation* 12, 17-24.
- Economou A., Bolis S.D., Efstathiou E. C., Volikakis J. G (2002). A “virtual” electroanalytical instrument for square wave voltammetry. *Analytica Chimica Acta* 467(1-2) 179-188.
- Kis Péter, Kuczmann Miklós, Füzi János, Iványi Amália (2004). Hysteresis measurement in LabView. *Physica B: Condensed Matter* 343(1-4), 357-363.

Salehi D., Brandt M. (2006). Melt pool temperature control using Labview in Nd:YAG laser blown powder cladding process. *Int. J. Adv. Manuf Technol* 29, 273-278.

Widmer M. Ann, Carveth J. Corissa, Keffler W. John, Bonar A. Scott (2006). Design of a computerized, temperature-controlled recirculating aquaria system. *Aquacultural Engineering* 35, 152-160.

Zapata-Torres M., Castro-Rodríguez R., Meléndez-Lira M., Jiménez-Sandoval S, Zapata-Navarro A. and. Peña J. L. (2000). Structural transition from CdTe to CdIn₂Te₄ in films grown by close spaced vapor transport combined with free evaporation. *Thin Solid Films*. 358, 12-15.

Este documento se debe citar como:

Balderas-Zapata, J., Zapata-Torres, M., Chalé-Lara, F. y Peraza-Vázquez, H. (2008). **Automatización del control térmico de un sistema de evaporación de películas delgadas utilizando LabView**. *Ingeniería, Revista Académica de la FI-UADY*, 12-1, pp. 41-50, ISSN: 1665-529x