

Diseño y fabricación de un aparato para el depósito de películas delgadas por el método de rotación

Iliana Ernestina Medina Ramírez ¹, Luis Enrique Arámbula Miranda ²
Felipe Rizo Díaz ², Alejandro Román Loera ²

RESUMEN

La técnica de rotación se emplea ampliamente para el depósito de películas delgadas de diversos materiales. Se diseñó y construyó un aparato doméstico para el depósito de películas delgadas basado en el método de rotación. El equipo es compacto y ofrece un control digital, amplio rango de velocidades (desde 1 hasta 7500 rpm), estabilidad, etc. Para la primera fase del depósito, el aparato está programado para acelerar uniformemente de cero a 400 rpm en 30 segundos y permanecer en esta velocidad durante un minuto. En la segunda fase, el usuario puede elegir las condiciones de operación; es decir, velocidad y el tiempo.

ABSTRACT

Spin-coating technique is a widely used coating method to produce thin films of numerous materials. A *spin-coater* apparatus was designed and built. The system offers digital control, wide speed range (from 1 to 7500 rpm), spin speed stability and compact size. The plate is spun in at least

Palabras clave: Depósito, películas delgadas, construcción, método de rotación, semiconductores.

Key words: *Deposition, thin films, spin coater, construction, spin coating, semiconductors.*

Recibido: 11 de marzo de 2009, aceptado: 4 de agosto de 2009

¹ Departamento de Química, Centro de Ciencias Básicas, Universidad Autónoma de Aguascalientes, iemedina@correo.uaa.mx.

² Departamento de Sistemas Electrónicos, Centro de Ciencias Básicas, Universidad Autónoma de Aguascalientes, arambula@correo.uaa.mx, frizo_uaa@yahoo.com.mx, aroman@correo.uaa.mx

two stages which may be programmed. During the first stage, the plate is spun uniformly from zero to 400 rpm, and rotates at 400 rpm for one minute. During the second stage, the operation conditions (speed and time) can be determined by the operator.

INTRODUCCIÓN

Desde su creación, uno de los principales objetivos de la química es el descubrimiento y desarrollo de nuevas sustancias. Los químicos han implementado nuevas maneras de manipular la materia a fin de producir materiales con propiedades únicas, (por ejemplo, los plásticos anteriormente clasificados como aislantes, hoy día son capaces de conducir electricidad) (Miller, J.S., 1983). En las últimas décadas, numerosas investigaciones han sido enfocadas al desarrollo y optimización de nuevos materiales; con esto se ha logrado la creación de dispositivos electrónicos (fotovoltaicos, emisores de luz, transistores, etc.) a partir de polímeros conductores (Mc Cullough, R.D., 2005).

El continuo desarrollo social depende del descubrimiento e implementación de nuevos materiales funcionales. Un material funcional es aquel cuya utilidad reside, no tanto en sus propiedades mecánicas, sino en sus propiedades químicas, térmicas, ópticas y/o eléctricas, (Wang, Z.L., 1998). Actualmente existen numerosos ejemplos de estos materiales como los magnéticos, semiconductores, piezoeléctricos, emisores de luz, etc. La producción de películas delgadas de diferentes materiales representa, en la actualidad, uno de los campos tecnológicos con mayores aplicaciones (Ohring, M., 2002).

Las películas delgadas son una clase de nanomateriales en los cuales dos de sus dimensiones caen dentro de la escala nanométrica ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$). Para ser consideradas dentro de esta categoría, deben de presentar un espesor en el rango de 1 a 100 nm. Estos materiales han sido utilizados en la fabricación de numerosos dispositivos con diversas funciones (celdas solares, transistores, foto-catalizadores, etc.). El óptimo funcionamiento de estos dispositivos depende, en gran medida, de las propiedades de las películas (estructura, tamaño, morfología, composición, nivel de defectos, etc.), las cuales están directamente relacionadas con el método empleado para su depósito. (Serp, P., 2002).

Las metodologías empleadas para la fabricación de películas delgadas han evolucionado ampliamente, permitiendo un depósito controlado de numerosos materiales. Existen diferentes criterios para clasificar las técnicas de depósito: **depósito a partir de vapores** (depósito físico de vapores, depósito químico de vapores), **depósito mediado por láseres** y **depósito a partir de solución** (depósito por el método de rotación, *dip-coating*, etc.) (O'Neil, S.A., 2003).

A pesar de las numerosas estrategias diseñadas para el depósito de películas delgadas, muchas de ellas requieren de equipo especializado costoso, hecho que limita su uso como herramienta experimental en laboratorios académicos. La técnica de rotación ha sido ampliamente utilizada para el depósito de materiales semiconductores, empleando un aparato simple conocido como *spin-coater* y una solución del material a depositar. Esta técnica consiste en depositar un exceso del material de interés sobre el sustrato; posteriormente, éste se hace girar a altas velocidades, para lograr la distribución uniforme del material sobre el mismo, gracias a la acción de la fuerza centrífuga. El método de rotación se ilustra en la figura 1. Dicho procedimiento involucra cuatro pasos, de los cuales, los tres primeros (depósito, *spin up* y *spin off*) ocurren en orden secuencial, mientras que el cuarto (evaporación) ocurre durante todo el proceso de preparación y es el principal mecanismo de adelgazamiento de la película al final del proceso (Kamalanathan, M.N., 1996).

El método de rotación inicia al colocar un exceso del material a depositar sobre el sustrato. El sustrato puede estar en reposo o girando a baja velocidad (menor a 500 rpm). El material se coloca en el centro del sustrato de manera manual o automática (dependiendo de las características del *spin-coater*). Se utiliza un exceso de material para asegurar la uniformidad de la película y evitar problemas de evaporación antes de alcanzar el espesor deseado. Posteriormente, el sustrato gira (*spin up*) de una manera uniformemente acelerada hasta alcanzar la velocidad deseada. Es en esta fase del proceso en la que el sustrato queda totalmente cubierto por el material a depositar. La velocidad de rotación propicia que el exceso de material se desplace a las orillas del sustrato; dicho exceso será posteriormente eliminado por la fuerza centrífuga.

La fase de *spin-off* inicia una vez que la velocidad de rotación deseada ha sido alcanzada. El aparato gira a dicha velocidad por un tiempo determinado (el cual es programado por el operador), logrando con esto el adelgazamiento y uniformidad de la película. El tiempo de rotación puede variar dependiendo de la densidad del material empleado y del espesor deseado de la película. El depósito por rotación finaliza con la evaporación del solvente. Como se mencionó anteriormente, el proceso de evaporación ocurre durante todo el proceso de formación de la película, debido a la evaporación del solvente ocasionada por las altas velocidades de rotación del *spin-coater*. No obstante, la evapora-

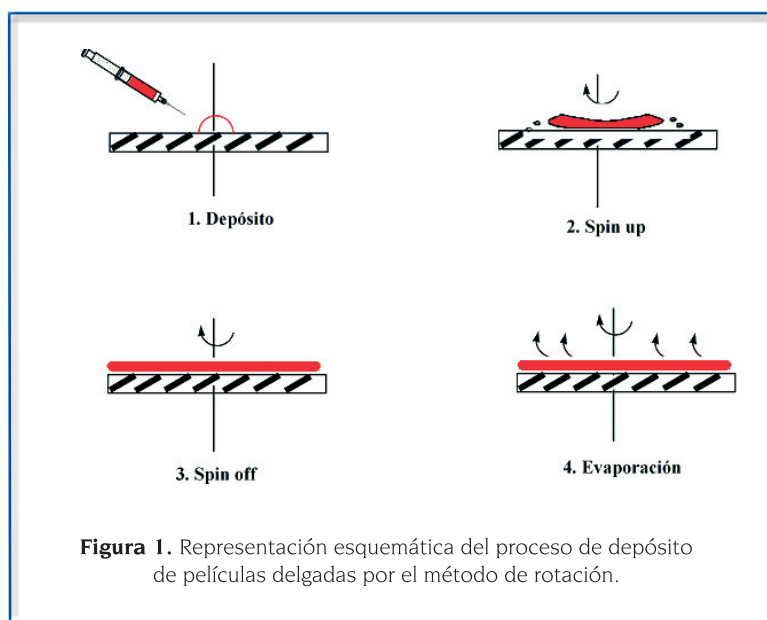


Figura 1. Representación esquemática del proceso de depósito de películas delgadas por el método de rotación.

ción final de la película generalmente se lleva a cabo mediante tratamiento térmico. La película se puede calentar en una mufla o en el mismo aparato, dependiendo de las características del mismo. El objetivo principal de la evaporación es retirar el exceso de solvente.

Un gran número de materiales han sido depositados empleando el método de rotación. El grosor de la película es fácilmente manipulado ya que éste es inversamente proporcional a la raíz cuadrada de la velocidad de giro. El grosor de la película también se puede ajustar mediante repetidas aplicaciones del material en el sustrato. Una de las principales ventajas del depósito por rotación es la sencillez del proceso, costo y manipulación del aparato. Las principales desventajas inherentes a esta técnica son el uso ineficiente de material a depositar y tamaño del sustrato (actualmente, sólo se pueden depositar películas de tamaño pequeño; tanto nuestro equipo como equipos comerciales, emplean sustratos de forma rectangular y dimensiones de 25.4 x 76.2 mm). Durante el proceso del depósito por el método de rotación, solamente una pequeña porción (del 2 al 5%) del material colocado sobre el sustrato es requerido para la fabricación de la película, el resto del material es eliminado al girar el sustrato. Este problema se agudiza si el costo y toxicidad del material es elevado (Schubert, D. W., 2003). Recientemente se ha explorado una nueva técnica basada en el método de rotación, conocida como extrusión *coating*, la cual permite optimizar el uso del material de recubrimiento. Esta técnica requiere de un accesorio adicional, el cual de manera automática coloca pequeñas cantidades de material a lo largo del sustrato, contribuyendo con esto a la optimización del proceso (Han, S., 2001).

El objetivo principal de este trabajo fue el diseño y construcción de un aparato doméstico para el depósito de películas delgadas por el método de rotación, el cual será posteriormente utilizado para el depósito de películas delgadas de materiales semiconductores (dióxido de titanio, calcogenuros de zinc).

MATERIALES Y MÉTODOS

El presente proyecto consiste en el diseño y construcción de un prototipo para depositar películas delgadas mediante la fuerza centrífuga. El diseño y construcción del equipo se descompone en dos etapas: **Módulo mecánico** y **módulo electró-**

nico. El módulo mecánico incluye el motor, el sistema de poleas, la superficie giratoria y una bandeja para evitar derrames. El módulo electrónico consta de la fuente de poder, un microcontrolador, manejadores de potencia para el motor, un exhibidor de cuarzo y botones para la interfase con el usuario. Para diseñar el equipo se propusieron las siguientes especificaciones:

1. Que la máquina gire a más de 6,000 rpm.
2. Que tenga una interfase de usuario para elegir las revoluciones y el tiempo que girará la máquina.
3. Que acelere de 0 a 400 rpm en 30 segundos y permanezca en esta velocidad durante un minuto
4. Que tenga rampas de aceleración y desaceleración controladas.
5. Que vibre lo menos posible.

Construcción:

A) Módulo de mecánica

Está formado por un motor y un rotor montado en baleros. Ambos son conectados usando una banda y poleas de nylamid con relación 1:6. La cuantificación de las vibraciones del prototipo implica un sistema especializado para la medición de vibraciones. No se cuenta con el equipo necesario para realizar un análisis de vibración, sin embargo, se ha tratado de minimizar las vibraciones mecánicas mediante un balanceo del disco principal y la implementación de soportes de goma que amortiguan dichas vibraciones. Además, el prototipo cuenta con una base de acero que le proporciona el peso necesario para evitar vibraciones excesivas. El motor es de marca *Buhler* de corriente directa de 24 volts, 50 watts y 1800 rpm. El rotor posee la polea en un extremo, y en otro, la plataforma donde se colocará el vidrio que gira hasta 10800 rpm, debido a que acopla con una polea seis veces menor en su diámetro que la polea directamente acoplada a la flecha. (Ver figura 2).

B) Módulo de control e interfase con el usuario

Consta de un microcontrolador ATmega8535 de la compañía *Atmel*, un exhibidor de cuarzo líquido de 20 x 2 caracteres, tres pulsadores y un manejador de potencia para el motor. En la figura 3 se muestra un diagrama de bloque del microcontrolador, mismo que es el corazón de este

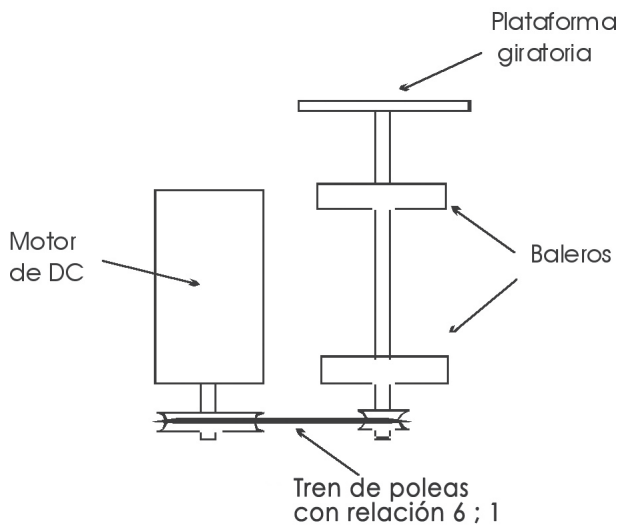


Figura 2. Diagrama del módulo mecánico.

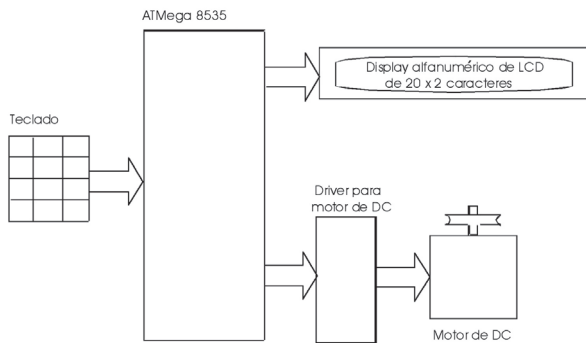


Figura 3. Diagrama de bloques del módulo de control e interfase con usuario.

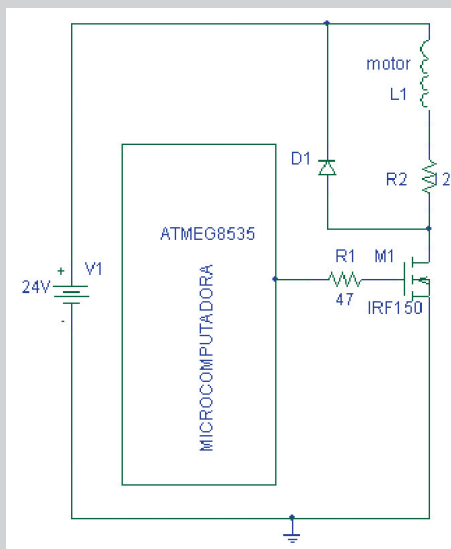


Figura 4. Diagrama esquemático del sistema de potencia.

módulo. Produce las rampas de ascenso y descenso, mantiene la velocidad constante y hace la interfase con el usuario. Dicha interfase permite conocer el estado del prototipo y ajustar la velocidad y el tiempo en que se desea gire la plataforma. Los mensajes que se despliegan son:

1. Spinner listo
2. Velocidad
3. Tiempo
4. Proceso finalizado

Finalmente, se diseñó el sistema de potencia para variar la velocidad del motor. Dicho sistema consiste en un transistor que impulsa eléctricamente al motor y usa una técnica de PWM (*Pulse Wide Modulation*) para variar la velocidad del motor y evitar restarle torque. El circuito para activar el motor de DC utiliza un transistor MOSFET de potencia IRF150, el cual se ilustra en la Figura 4.

RESULTADOS

Se logró obtener un prototipo que cumple los requisitos mencionados. En pruebas del laboratorio se decidió cambiar la velocidad final a 7,500 rpm, ya que dicha velocidad es suficiente para los requerimientos del usuario final. En la figura 5 se muestra el acomodo interno del prototipo visto sin una tapa lateral. La figura 6 muestra la tarjeta electrónica con el microcontrolador y LCD.

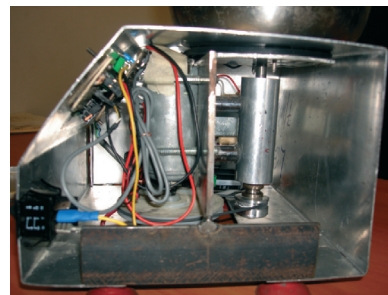


Figura 5. Vista interna del prototipo.

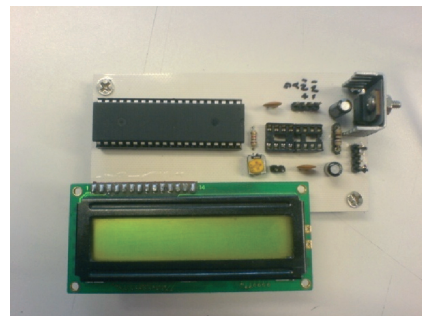


Figura 6. Tarjeta electrónica del prototipo.



Figura 7. Vista frontal del instrumento.

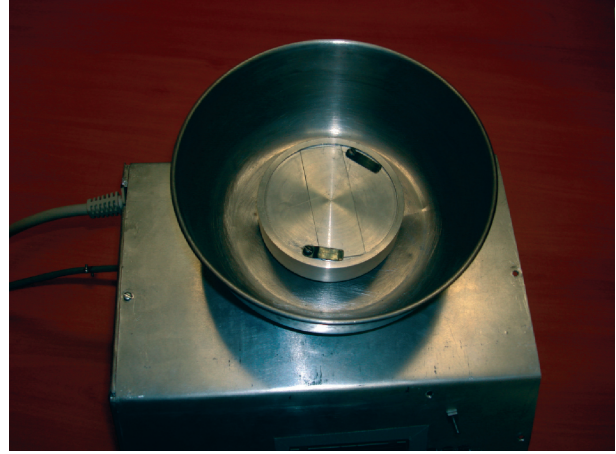


Figura 8. Vista superior. Se observa la platina de vidrio y los seguros para sujetarla.

Las figuras 7 y 8 muestran la parte exterior del instrumento. Observe que la platina de vidrio se encuentra rodeada de una vasija para evitar derrames.

Se realizaron varias pruebas para optimizar las diferentes variables de funcionamiento del equipo. Se estandarizaron las rampas de aceleración y desaceleración. Se realizaron pruebas para asegurar la estabilidad en la velocidad de funcionamiento. Se empleó un tacómetro B&K para evaluar la respuesta tiempo vs velocidad. Estas lecturas se validaron empleando un osciloscopio tecktronics. La siguiente gráfica muestra las rampas de aceleración y estabilidad en la velocidad programada, para una corrida a 6000 rpm por 120 segundos.

DISCUSIÓN

Se diseñó y construyó un aparato para el depósito

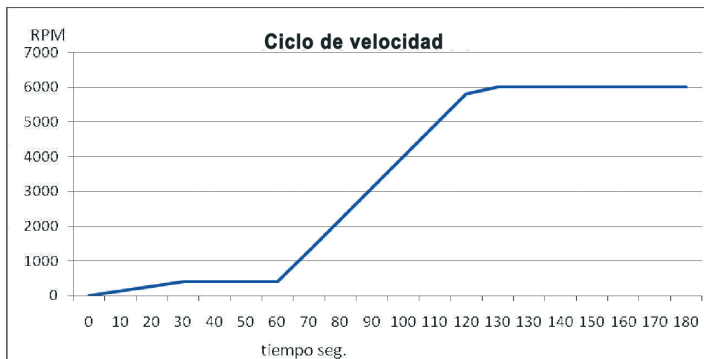


Figura 9. Respuesta tiempo vs velocidad para una corrida a 6000 rpm por 120 segundos.

de películas delgadas por el método de rotación. El funcionamiento del dispositivo fue evaluado y se encontró que éste permite un control preciso de la velocidad, la cual se mantiene estable durante el tiempo programado por el operador, tal como se ilustra en la figura 9. El proceso giratorio de dos etapas permite depositar a bajas velocidades (400 rpm x 1 min.) y homogeneizar el recubrimiento a alta velocidad (velocidad y tiempo programados por el operador).

Se propuso usar el microcontrolador ATmega8535 (Atmel 2004) por su gran facilidad de uso y porque su módulo PWM es de 16 bits y nos permite tener un alto porcentaje de precisión al calcular la velocidad deseada ya que se utilizó un control proporcional (Hongfu Zhou 2008) en lazo abierto sin retroalimentación y se ajustó la velocidad del motor a un modelo lineal de la respuesta de éste, usando una tabla de respuestas previamente guardada en la memoria del microcontrolador, utilizando el método de coeficientes indeterminados para obtener la función de respuesta voltaje vs velocidad.

Este procedimiento nos permite tener un sistema con respuesta muy parecida al de un sistema proporcional de lazo cerrado. La velocidad de operación presenta un error menor al 5% de la velocidad calculada que es suficiente para las aplicaciones que tendrá el equipo. En general se puede mejorar la precisión de la velocidad implementando un controlador PI (*Proportional integral*) con un lazo de retroalimentación óptico.

Con respecto a la fuente, se ha diseñado para suministrar la suficiente potencia al motor para mantener su torque a cualquier velocidad. La fuente es una Buck DC-DC (Mohan, 1995) la cual nos permite tener un voltaje de salida proporcional al ciclo de trabajo de la señal PWM (Hongfu, Z., 2008).

El voltaje promedio de salida en las terminales del motor es:

$V_o = \frac{\tau}{T} V$, donde V_o es el voltaje de salida y V es el voltaje fijo de entrada, la velocidad del motor es directamente proporcional al voltaje en las terminales del motor.

A diferencia de los equipos comerciales, éste se puede adecuar en un futuro para tener rampas de aceleración y desaceleración variables, implementación de sensores de presión y de temperatura para, de esta manera, tener un mayor control en el depósito de la película. Las características de este equipo son similares a las del equipo comercial *Chemat precisión spin-coater*. A diferencia de éste, tanto el costo [*Chemat*, \$81,000.00 pesos, equipo casero, \$5,000.00] como la posibilidad de adaptar otras funciones

en el mismo, hacen esta opción una alternativa más atractiva dentro de un laboratorio de investigación.

Se depositaron películas delgadas de dióxido de titanio. Los materiales obtenidos muestran buena adherencia al sustrato y uniformidad. Las propiedades de las películas fueron analizadas por espectroscopía Raman y se encontró que son apropiadas. El proceso de depósito es altamente reproducible.

CONCLUSIONES

A pesar de que en la actualidad existe una gran variedad de equipos comerciales de tipo "spin coater", su costo y mantenimiento son elevados. Con este proyecto se logró construir un equipo doméstico que reúne características similares a las de los equipos comerciales. Debido a su construcción en casa, el mantenimiento y costo del equipo son bajos, además de que existe la posibilidad de ampliar las capacidades del mismo, dependiendo de las necesidades del usuario. Las principales ventajas de este dispositivo son su costo, facilidad de operación, diseño robusto, sin vibraciones y portátil.

REFERENCIAS

- ATMEL 8 bit AVR Microcontroller ATMEGA8535, ATMEL Corporation, 1-4, 2004.
- HAN, Sangjun. Analysis of Extrusion-Spin coating: An Efficient and deterministic photoresist coating method in microlithography. Tesis doctoral, 35-39, 2001.
- HONGFU, Zhou, DC Servo Motor PID Control in Mobile Robots with Embedded DSP, *International Conference on Intelligent Computation Technology and Automation*, 332-336, 2008.
- KAMALASANAN, M, CHANDRA, Subhas, Sol-gel synthesis of ZnO thin films, *Thin Solid Films*. 288, 112-113, 1996.
- MILLER, J.S., Surface modification of conducting particles. A new approach to conducting plastics, *Chem. Mater.* 22, 3681-3682, 1983.
- MOHAN, Undeland, *Power Electronics converters. Applications and Design*, 162-168, 1995.
- OHRING, M., *Materials Science of Thin Films. Deposition and Structure*. USA: Academic Press, 1-10, 2002.
- O'NEIL, Shane, *et al.*, Atmospheric pressure chemical vapour deposition of titanium dioxide coatings on glass, *J. Mater. Chem.* 13, 56-58, 2003.
- SCHUBERT, Dirk, DUNKEL, Thomas, Spin coating from a molecular point of view: its concentration regimes, influence of molar mass and distribution, *Materials Research Innovations*. 7, 314, 2003.
- SERP, Philippe, KALCK, Philippe, Chemical Vapor Deposition Methods for the Controlled preparation of Supported Catalytic Materials, *Chem. Rev.* 102, 3085-3088, 2002.
- SHEINA, E. *et al.*, Highly conductive, regioregular alkoxy-functionalized polythiophenes: A new class of stable low band gap materials. *Chem. Mater.*, 17(13), 3317-3319, 2005.
- WANG, Zhong, KANG, Zhang., *Functional and Smart Materials Structural Evolution and Structure Analysis*. Estados Unidos: Plenum Press, 514 pp., 1998.