

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
Facultad de Ciencias y Humanidades
Departamento de Física

**DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN SISTEMA DE ALTO VACIO
ESTRUCTURACION DE UN EVAPORADOR PARA DEPOSITAR
PELICULAS DELGADAS**

Asesor M.S. Ethelvina Morillo de Escobar

**TRABAJO DE TESIS: REQUISITO ACADEMICO PARA LA
OBTENCION DEL GRADO DE LICENCIADO EN FISICA**

Por

RAFAEL ENRIQUE HERNANDEZ ROSALES

TE-AO 16



APROBADO POR

Ethelvina Morillo de Escobar

M.S. ETHELVINA MORILLO DE ESCOBAR
ASESOR

Jose Francisco Aguirre

ING. JOSE FRANCISCO AGUIRRE
JURADO

Napoleon Melara

M. S. NAPOLEON MELARA
JURADO

H. Nebel

DR. HENRY NEBEL
JURADO





C O N T E N I D O

UES BIBLIOTECA FAC
C.C. N.N. Y MM



INVENTARIO: 19200641

Tema	Página
Introducción - - - - -	III, IV, V
CAPITULO 1 - - - - -	I
Teoría básica de vacío	
Composición del aire - - - - -	1
Cálculo de la presión (Teoría cinética de los Gases) -	2
Variación de la presión con el tiempo - - - - -	2 - 6
CAPITULO 2 - - - - -	7
Características de Sistemas de Vacío	
- Líneas de Conducción - - - - -	8
- Definición de Impedancia, Velocidad de Bombeo y Conduc tancia - - - - -	9 - 11
- Cálculo de Velocidad de Bombeo - - - - -	11 - 13
CAPITULO 3 - - - - -	14
SISTEMAS DE BOMBEO	
<u>Bombas Mecánicas, función</u> - - - - -	14
Principio de Funcionamiento - - - - -	15
Característica de la bomba usada - - - - -	16
<u>Bombas de Difusión</u>	
Principio de Funcionamiento - - - - -	16 - 18
Características de bomba de Difusión usada - - - - -	18
CAPITULO 4 - - - - -	19
Aparatos de Medición en Sistemas de Alto Vacío	
Introducción - - - - -	19



Tema	Página
Vacuómetro de McLeod - - - - -	20 - 23
Medidor McLeod usado - - - - -	23 - 24
Vacuómetro de Pirani - - - - -	25 - 27
Medidor de Termocupla - - - - -	28 - 29
Vacuómetro de Ionización - - - - -	29 - 32
CAPITULO 5 - - - - -	33
<i>Películas delgadas y algunas formas de prepararlas - - -</i>	
Introducción - - - - -	33 - 35
Métodos de Preparación de Películas Delgadas - - - - -	35
- Combustión - - - - -	36 - 37
- Plateado Químico - - - - -	37 - 38
- Limpieza - - - - -	38 - 40
- Electrodeposición - - - - -	40 - 44
DEPOSICION EN VACIO - - - - -	44 - 45
- Evaporación (resumen) - - - - -	46 - 47
- SPUTTERING - - - - -	47 - 49
CAPITULO 6 - - - - -	50
<i>Evaporación</i>	
Introducción - - - - -	50 - 51
Recorrido Libre medio - - - - -	51 - 52
Método de Evaporación - - - - -	52 - 54
CONSTRUCCION DEL SISTEMA DE EVAPORACION - - - - -	54 - 61
INSTRUCCIONES PARA EL MANEJO DE LA EVAPORADORA - - - - -	62 - 64
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES - - - - -	64 - 65
<i>Detalles experimentales - - - - -</i>	<i>66 - 68</i>

Tema	Página
APENDICE	
Tablas - - - - -	69
Fórmulas, constantes y unidades - - - - -	70 - 71
BIBLIOGRAFIA - - - - -	72 - 73

INTRODUCCION.

Este trabajo es una actividad del Proyecto de Investigación de las Propiedades Físicas de los Materiales Semiconductores y sus Aplicaciones, parte del cual constituye el estudio de Películas Delgadas por su creciente importancia científica y tecnológica. La importancia en lo científico se deja ver claro por la oportunidad que presentan las películas delgadas para el estudio de física de superficies, superconductividad, distribución uniforme de superficies semiplateadas, etc. En lo tecnológico por su creciente aplicación en la formación de circuitos integrados, computadoras de alta velocidad, que hacen uso de películas magnetizables obtenidas por evaporación en alto vacío, pilas solares, etc.

El objetivo del presente trabajo ha sido la estructuración de un evaporador, junto con la explicación teórica de los fundamentos de sistemas de alto vacío usados en procesos de evaporación.

La explicación de los fundamentos de alto vacío es hecha partiendo del conocimiento de la teoría cinética de los gases ideales, que son aplicables con buenas aproximaciones a sistemas de alto vacío, como ha sido demostrado por gran número de investigadores, tales como John Strong, Frank Dushman, etc.

En el capítulo I se muestran las ecuaciones fundamentales para determi-

nar la presión en función de parámetros medibles en un sistema de vacío; - las deducciones son omitidas, pues sólo son de interés el resultado de su aplicación.

La necesidad de aplicar el resultado de las técnicas de vacío en la evaporación de materiales, que a temperatura ambiente es difícil o imposible - de evaporar, se hace evidente cuando se quiere evaporar metales sobre sus-tratos, con el objeto de obtener contactos óhmicos; que no modifiquen sustan-cialmente las propiedades de los objetos en que se ha depositado el mate-rial evaporado. Los materiales que se han depositado durante el presente - trabajo con esta técnica, son: oro, aluminio, indio y estaño; los sustratos en que se depositaron estos materiales son cristales iónicos, vidrio y cris-tales semiconductores.

En el capítulo 6 se hace una descripción de los principios físicos que rigen el proceso de evaporación y de las variables que influyen en la forma-ción de películas delgadas por este método.

En cuanto a los medidores usados más frecuentemente en sistemas de alto vacío, el capítulo 4 contiene la información necesaria sobre rangos de tra-bajo, principios físicos en que se basa su funcionamiento, calibración, cui-dados, etc. .

Se describen las técnicas para depositar películas que se basan en proce-

dimientos químicos, se hace énfasis en la dificultad y limitaciones para obtener con tales procedimientos películas de decenas de Armstrong de espesor, y finalmente, se comparan los procedimientos químicos con los que utilizan equipo de vacío.

Una descripción, cuidados y manejo de una evaporadora, construida como parte del presente trabajo y de las partes que la componen es dada al final.

CAPITULO I

TEORIA BASICA DE VACIO

Cuando se habla de vacío necesariamente hay que hacer referencia a un volumen determinado de aire, el cual en condiciones normales de presión y temperatura esta constituido por:

<u>Elemento</u>	<u>Símbolo</u>	<u>%</u>
Nitrógeno	N ₂	78.09
Oxígeno	O ₂	20.95
Argón	Ar	0.93
Dióxido de Carbono	CO ₂	0.03
Neón	Ne	1.8×10^{-3}
Helio	He	5.24×10^{-4}
Kriptón	Kr	1×10^{-4}
Hidrógeno	H ₂	5×10^{-5}
Xenón	Xe	8×10^{-6}

Para hacer el vacío dentro del recipiente, debe ser reducida la densidad del gas que existe dentro de él, a un valor menor que el existente en nuestro medio ambiente.

El comportamiento de dicho volumen de gas puede ser discutido satisfac-

toriamente asumiendo que los gases que conforman el aire, cumplen la ley de los gases ideales:

$$P V = N K T \quad (1)$$

V : Volumen del recipiente

P : Presión dentro del recipiente

N : Número de moléculas del gas a una temperatura T

K : Constante de Boltzmann

T : Temperatura absoluta.

Si se calcula mediante esta fórmula, el número de moléculas existentes en un volumen de un centímetro cúbico, a temperatura de 300°K y a una presión de 760 torr., se encuentra que existen 10^{19} moléculas dentro de ese volumen.

En la medida en que el número de moléculas sean reducidos dentro de un recipiente, así será el grado de vacío obtenido dentro de él.

Las ecuaciones de los gases ideales dicen además, que la presión puede ser calculada mediante la expresión:

$$P = 1/3 Nm \bar{v}^2 \quad (2)$$

donde:

$$\bar{v} = \left(\frac{3KT}{m} \right)^{\frac{1}{2}}$$

P = Presión en dinas/cm²

n = Número de moléculas por unidad de volumen

m = Masa de las moléculas en gramos

\bar{v}^2 = Velocidad cuadrática media en cm²/seg²

Si consideraciones termodinámicas son hechas dentro de un volumen específico, es posible determinar que el número de moléculas que chocan en una superficie A por unidad de tiempo, es M , que se expresa por la relación:

$$M = \frac{n\bar{v}A}{4} \quad (3)$$

donde:

$$n = \frac{M}{V} = \frac{P}{KT}$$

Véase deducción en Dushman J. Lafferty: "Scientific Foundation Of Techniques", John Wiley & Son, New York, 2a. Edición - 1962 -.

Considerese como varía la presión con el tiempo dentro de un volumen V , tomando en cuenta el decrecimiento del número de moléculas por unidad de tiempo, debido a una absorción de una bomba mecánica. Para ello se deriva la ecuación (1) respecto del tiempo.

$$\frac{dP}{dt} = - \frac{KT}{V} \frac{dM}{dt} \quad (4) \quad T \text{ y } V = \text{constantes}$$

El signo menos significa que hay un decrecimiento en la presión, cuando existe una absorción positiva por la acción del bombeo mecánico. Para cal-

cular el decrecimiento del número de moléculas por unidad de tiempo $\frac{dN}{dt}$, asumimos que de las $M = \frac{n\bar{v}A}{4}$ moléculas que chocan en un área imaginaria, son removidas

$$\frac{n\bar{v}A}{4} k' \quad \text{o sea} \quad \frac{dN}{dt} = \frac{n\bar{v}A}{4} k' \quad (5)$$

Siendo k' el coeficiente de captura, característico del mecanismo usado para la absorción de las moléculas.

Sustituyendo la ecuación (5) en la ecuación (4) se obtiene:

$$\frac{dP}{dt} = - \frac{kT}{V} \frac{n\bar{v}k'A}{4} \quad (6)$$

Así, sustituyendo el equivalente de n y simplificando se obtiene:

$$\begin{aligned} \frac{dP}{dt} &= - \frac{kT}{V} \frac{\bar{v}Ak'}{4} \frac{P}{kT} \\ \frac{dP}{dt} &= - \frac{\bar{v}Ak'}{4V} P \end{aligned} \quad (7)$$

La expresión $\frac{\bar{v}Ak'}{4}$ es conocida como "Velocidad de bombeo" (S), definida en esos términos. Más adelante se verá que esta misma velocidad puede ser definida con diferentes parámetros.

$$S = \frac{\bar{v}Ak'}{4}$$

Sustituyendo esta ecuación en (7) se obtiene la ecuación:

$$\frac{dP}{dt} = - \frac{S}{V} P \quad (8)$$

Que es conocida como ecuación de bombeo.

Si el recipiente por algún mecanismo, es capaz de admitir la entrada de moléculas a él, la variación que esto produce en la presión respecto del tiempo es:

$$\frac{dP}{dt} = \frac{L}{V}$$

donde L es la razón de entrada al sistema dado en micrón-litros/seg. ó torr-litros/seg.

Para sistemas donde la variación de la presión respecto del tiempo, es influida por el régimen de entrada y por acción de bombeo externo, tenemos:

$$\frac{dP}{dt} = - \frac{S}{V} P + \frac{L}{V} \quad (9)$$

Para muchos casos resulta conveniente definir la presión de equilibrio- P_q como; la presión resultante de la combinación entrada bombeo considerado en un tiempo muy largo.

Como:

$$P_q = \frac{L}{S}$$

Se puede entonces escribir la ecuación (9) así:

$$\frac{dP}{dt} = - \frac{S}{V} (P - P_q) \quad (9')$$

Si se integra la ecuación se obtiene que la presión final a que fue reducido el gas dentro del volumen es:

P_i : presión inicial

$$P = P_q + (P_i - P_q) \exp - \left(\frac{S}{V} t \right) \quad (10)$$

CAPITULO 2

CARACTERISTICAS DE SISTEMAS DE VACIO

William E. Bush en su publicación "ELEMENTS OF VACUUM SYSTEM" (1945) hace una interesante analogía de los circuitos de vacío, con los circuitos eléctricos.

Así, considérese un circuito cerrado ideal tal como se muestra, consistente en una fuente de fuerza electromotriz y una resistencia:

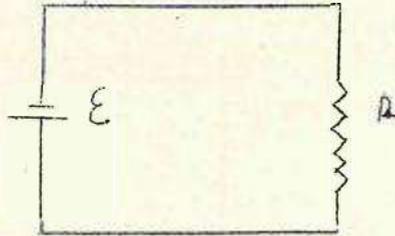


Fig. 2-1

Como se sabe de dicho circuito:

---- La corriente (la cual es solamente cargas en movimiento) no es --
creada ni destruida.

---- La caída de potencial es continua y de un solo valor.

Donde la resistencia de un elemento de circuito se define como la caída de potencial por unidad de corriente. Es un hecho experimental que la resistencia es independiente de la corriente que fluye a través de dicho ele-

mento para muchas sustancias (Ley de Ohm).

Para establecer la analogía mencionada, considérese ahora que tenemos un sistema de vacío, el cual consta de una bomba mecánica y las líneas que unen a un volumen determinado, al cual hay que hacerle vacío, como muestra la figura:

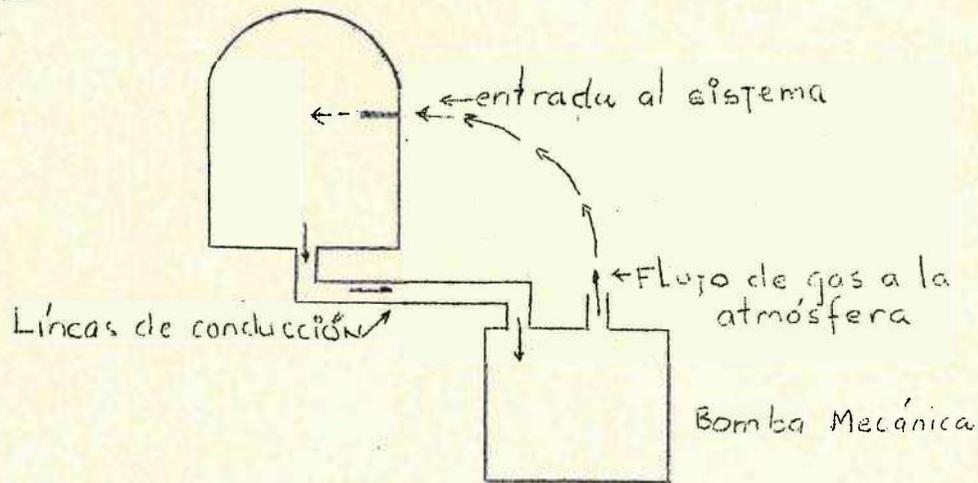


Fig. 2-2 Línea de flujo.

El aire que entra al tanque pasa a través de las líneas de conducción y es expulsado a la atmósfera por la acción de bombeo. Así un circuito cerrado es establecido en analogía con el circuito eléctrico.

Para continuar con la analogía, supóngase que el sistema de vacío está en equilibrio y a una temperatura (T) constante.

Se define para tal fin la cantidad de gas que fluye por las tuberías como $Q = PV'$, donde V' es el volumen de gas fluyendo a través de algún pla-

no del sistema por unidad de tiempo y P es la presión en el plano. Así - considerando la ley de los gases ideales se tiene que:

$$Q = PV' = k N' T$$

donde: N' = número de moléculas cruzando el plano en la unidad de tiempo.

Q = representa la corriente de gas que fluye por el plano debido al movimiento de las moléculas, las cuales no son creadas ni destruidas en analogía con los circuitos de corriente eléctrica.

Definición de Impedancia, Conductancia y Velocidad de Bombeo, en un circuito de Vacío

IMPEDANCIA: Se define la impedancia " Z " - Resistencia (1)-en un circuito de vacío, como la caída de presión por unidad de corriente de gas que fluye.

$$Z = \frac{P_1 - P_2}{Q}$$

P_1 = Presión en el extremo donde la presión es mayor

P_2 = Presión en el otro extremo de la región en consideración.

La conductancia " C " se define como el inverso de la impedancia

(1) Los términos impedancia y resistencia son usados indistintamente con el mismo significado en sistemas de vacío.

$$C = \frac{1}{Z} \quad \delta \quad C = \frac{Q}{P_1 - P_2}$$

Los hechos experimentales demostraron que la analogía entre circuitos eléctricos y de vacío también es válida cuando tenemos líneas de conducción conectadas en serie y paralelo, calculándose sus valores como sigue:

$$Z_{\text{serie}} = \sum_i Z_i \qquad \frac{1}{Z_{\text{paralelo}}} = \sum_i \frac{1}{Z_i}$$

$$\frac{1}{C_{\text{serie}}} = \sum_i \frac{1}{C_i} \qquad C_{\text{paralelo}} = \sum_i C_i$$

Definición de Velocidad de Bombeo.

Previamente diremos que una bomba de vacío es un equipo que usa una -- fuerza externa para hacer fluir el gas a través del sistema. Así la velocidad S_b de una bomba a una presión P_b , es el volumen de gas removido del sistema por unidad de tiempo, medido a la presión donde $S_b = V'$ es decir -- el volumen de gas que fluye por el área de la garganta de la bomba.

$$\text{De } Q = PV' \text{ se observa que } V' = S_b = \frac{Q}{P_b}$$

Hay que hacer una distinción entre V' y S_b . El símbolo V' debe ser usado cuando se refiere a un volumen fluyendo en el sistema y S_b cuando -- se refiera a la acción de bombeo. Donde el flujo Q puede ser medido en -- cualquier plano del sistema, pero la presión P_b es medida en la entrada de

la bomba.

Esta ecuación $S = \frac{Q}{P}$ puede ser usada para bombas mecánicas, trampas de vapores condensables, para conectores que comunican a una presión menor, o para bombas de difusión.

V' : es dado en litros por segunda

P : en micrones de mercurio

Z : en segundos por litro

S : en litros por segundo

La velocidad de bombeo puede ser aplicada a cualquier plano en el sistema, que pueda razonablemente ser considerado como un bombeo para la parte del sistema que le precede. Así, la velocidad de bombeo puede ser vista como la habilidad del sistema para remover el gas que hay dentro de él.

Veamos como es posible calcular la velocidad de bombeo efectiva de un sistema, con una bomba de velocidad S_b ; y la influencia que las líneas de conducción tienen en la obtención de una velocidad efectiva adecuada.

Considérese una impedancia Z , conectada a un tanque a una presión P , con una bomba de velocidad S_b , a una presión a la entrada de la bomba P_b , como se muestra en la figura:

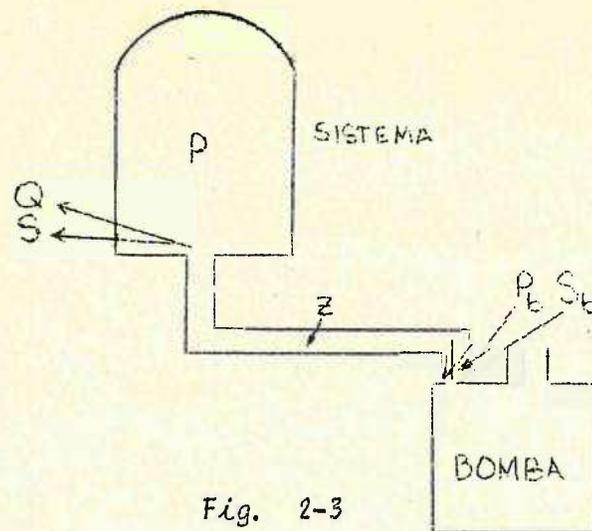


Fig. 2-3

Tómese S_s como la velocidad de bombeo del sistema a la entrada de la impedancia. De la definición de impedancia:

$$Z = \frac{P - P_b}{Q}$$

$$ZQ = P - P_b$$

$$P = ZQ + P_b$$

Así, la velocidad del sistema puede escribirse como:

$$\frac{1}{S} = \frac{ZQ + P_b}{Q}$$

$$\text{pero } \frac{1}{S_b} = \frac{P_b}{Q}$$

Luego se tiene que la velocidad efectiva puede ser escrita en términos de la impedancia y de la velocidad de la bomba, de la manera siguiente:

$$\frac{1}{S} = Z + \frac{1}{S_b}$$

donde se observa que la velocidad de bombeo del sistema es directamente -
proporcional a la velocidad de la bomba e inversamente proporcional a la -
impedancia de las líneas de conducción, dentro de los límites expresados a
continuación.

La ecuación anterior puede ser escrita además como:

$$\frac{1}{S} = \frac{1}{C} + \frac{1}{S_b}$$

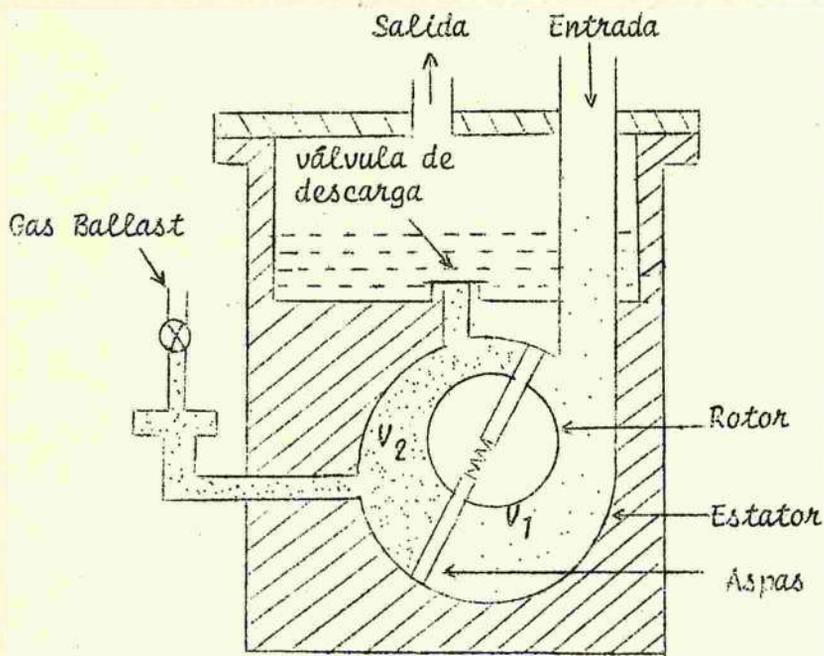
Se puede ver que si, $S_b \gg C$ entonces $S = C$ y la velocidad del sistema
esta limitado por la impedancia de las líneas; más si $C \gg S_b$ entonces $S =$
 S_b y la velocidad del sistema en el mejor de los casos puede ser igual a
la velocidad de la bomba. En la práctica "C" está entre esos límites.

La impedancia "Z" esta definida también en función de las dimensiones-
de las líneas de conducción por la ecuación semi-empírica derivada por --
Knudsen. (Ver apéndice)

CAPITULO 3

SISTEMAS DE BOMBEO

BOMBAS MECANICAS ROTATIVAS



Bomba Rotativa de Espas
con sello de Aceite

Fig. 3-1

Las bombas mecánicas - proveen el vacío preliminar para el funcionamiento de: las bombas de difusión y las trampas de aire líquido. Usualmente el valor de presión obtenido es de 10^{-1} a 10^{-3} torr, dependiendo de los detalles de construcción.

Bombas de pistón rotativo, de sello por espas son las que en la actualidad son construidas.

El principio de funcionamiento de las bombas mecánicas no difiere mucho,

así que se muestra el funcionamiento de las bombas rotativas por aspas, que es de las que dispone el laboratorio.

Principio de funcionamiento.

Un volumen V_1 de gas es encerrado en el espacio rodeado por el estator, el rotor y las dos aspas; y es transportado por la rotación del rotor de la entrada a la salida, tal como se indica en la fig. 3-1. Como el gas es comprimido, la presión en el volumen V_2 aumenta y la válvula de descarga es abierta, escapando el gas hacia la atmósfera. Si dos mecanismos, como el descrito con conectados en serie, es posible obtener rangos de presión de aproximadamente 10^{-3} torr.

Si condensación de vapores - en particular de vapor de agua - en el mecanismo interno ocurre, esto puede con facilidad dañar la bomba o afectar - el aceite que sirve como sello entre las aspas y el estator. Con el objeto de prevenir este deterioro es colocada una válvula que permite la entrada - de aire (gas ballast), a fin de reducir la razón de compresión de los vapores; con el objeto de evitar la condensación de los vapores.

Las bombas mecánicas con que se contó para este trabajo fueron: la "Cenco" Hyvac 2 y "Cenco" Hyvac 4, cuyas especificaciones se dan a continuación:

	Hyvac 2	Hyvac 4
Velocidad de Bombeo R.P.M.	580	325
Capacidad a 760 mm de Hg. en litros/min.	25	48
Vacío que puede alcanzar en torr	0.1	0.05
Gas ballast	NO	SI
Voltaje de entrada	110 Volts	110 Volts

BOMBAS DE DIFUSION

Principio de funcionamiento.

El sistema junto con la bomba de difusión deberá ser inicialmente evacuado por una bomba mecánica a una presión de cerca de 0.1 torr o menos.

La figura muestra una bomba de difusión típica de aceite:

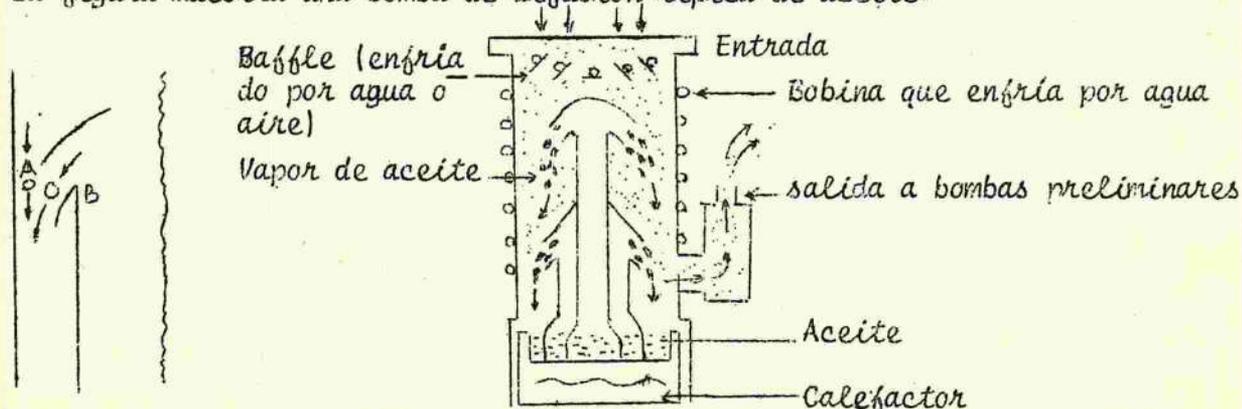


Fig. 3-2

- A: moléculas que llegan a la cámara
B: vapores de aceite que salen de las cámaras internas

BOMBA DE DIFUSION DE ACEITE

Donde el fluido de la bomba es calentado por medio de un calefactor eléctrico externo; que calienta una caldera generando un aumento de presión en la caldera, de cerca de 3 torr dentro del surtidor. Rayos de vapor de alta velocidad emergen por el chorro de eyección con una densidad fija dado por el diseño de la bomba. Debido a la baja densidad en la entrada y el enfriamiento hecho con agua en las paredes de la bomba, hacen que el chorro de aceite se condense y retorne por gravedad a la caldera; así, bajo condiciones normales de operación una porción de cualquier gas que llegue por la entrada de la bomba es atrapado, comprimido y transferido a la sección de salida de la bomba. Se observará que debido a la diferencia de presiones entre los dos estados algunas moléculas del aceite pueden escapar hacia el sistema; por lo que es recomendable usar trampas de nitrógeno líquido, para que esto no ocurra, además vapores de aceite desprendido de las bombas rotativas preliminares pueden contaminar el aceite de las bombas de difusión aumentando su tensión de vapor con la subsecuente disminución en la calidad del vacío final.

Muchos investigadores recomiendan el uso de difusoras en serie para prevenir este tipo de problemas, especialmente cuando no se dispone de un aceite adecuado.

Observaciones en el sistema de evaporación construido deberán de tener muy en cuenta; como es el de que se carece de confiabilidad casi completa de las bombas difusoras antes mencionadas, pues su historia no ha sido muy estimulante y dado de que son completamente herméticas no ha podido verifi-

carse su estado, lo que da como resultado que se tenga que gastar mucho tiempo en búsqueda de fugas, las cuales pueden ser de naturaleza virtual, debido a la descomposición y contaminación del aceite de la bomba.

La bomba de difusión usada en el montaje del sistema de vacío fue: la VMF-10 de aceite, serie C/C-6130-H, cuyas velocidades de bombeo a la entrada de la bomba es de 11 litros/seg. a 10^{-4} torr. Deberá de contener 55ml. de aceite de difusión y debe ser enfriada por un caudal de agua de 0.04 gal/min entre 15° y 20° C. de temperatura. El régimen mínimo que puede alcanzarse, en sistemas totalmente limpios y desgasificados es de 10^{-6} mm.de Hg. Su calefactor es alimentado por un voltaje de 110 volts; consumiendo 135 watts.

CAPITULO 4

APARATOS DE MEDICION EN SISTEMAS DE ALTO VACIO

Introducción.

Al diseñar, construir o usar un sistema de vacío es necesario conocer el grado de vacío obtenido en cada una de las etapas que conforman el sistema.

En el sistema construido, la necesidad de detectar fugas, saber cuando se alcanza el vacío preliminar, determinar el vacío necesario para perfundir una muestra (como se verá mas adelante), encender las bombas de difusión etc. ; condiciona al uso de medidores tales como McLeod, termocupla, descarga, etc. ; dadas sus características de rangos de trabajo, sensibilidad, uso continuo, poco mantenimiento, pueden ser operados a presión atmosférica y otra serie de razones de caracter técnico que deciden para su uso.

El vacuómetro es un aparato que mide la presión interna de un recipiente usando alguna de las propiedades físicas de los gases residuales que quedan dentro de él. Propiedades físicas tales como la viscosidad, conductividad térmica, conductividad eléctrica, etc. son usados con el propósito de medición.

Se hace una breve descripción de algunos de los medidores usados en sistemas de vacío.

Vacuómetro de McLeod.

Rango de presiones que puede medir: 10 torr a 10^{-4} torr.

Consideraciones geométricas restringen el rango de presiones que este medidor es capaz de medir.

CARACTERISTICA: La presión total es independiente de la composición de los gases. (1)

PARAMETRO DE MEDIDA: La diferencia de niveles de columnas adyacentes de - mercurio; medidas en milímetros de mercurio, corresponde directamente a la presión en torr, debido a una compresión conocida de los gases permanentes-constituyentes del sistema

APLICACION: Como medidor absoluto usado en la verificación de la velocidad de bombeo de bombas mecánicas o difusoras, en sistemas de alto vacío; y en la calibración de medidores de vacío secundarios o más precisos.

CALIBRACION: La calibración de un medidor McLeod depende únicamente de la geometría del medidor o por la razón de compresión del gas.

(1) Cuando se tienen gases constituyentes del sistema, cuya condensación es rápida al aumentar la presión, afecta la precisión del aparato, pues - éstos pueden condensarse durante la compresión.

Razones de compresión práctica máxima de cerca de 5×10^5 son limitadas por consideraciones de manejo de grandes cantidades de mercurio y del diámetro del tubo capilar, para prevenir rompimientos de la columna de mercurio.

A bajas presiones el límite de medida del vacuómetro McLeod es de 10^{-6} torr. Este límite es puesto por: la razón de compresión, incertezas en la conformación geométrica, error en la lectura, suciedad del recipiente y el hecho de que el mercurio comienza a evaporarse cuando las presiones bajan después de 10^{-4} mm de Hg.

Dado que el principio de funcionamiento de los medidores McLeod es básicamente el mismo se hace una descripción de la manera como se calibra el medidor mostrado en la figura.

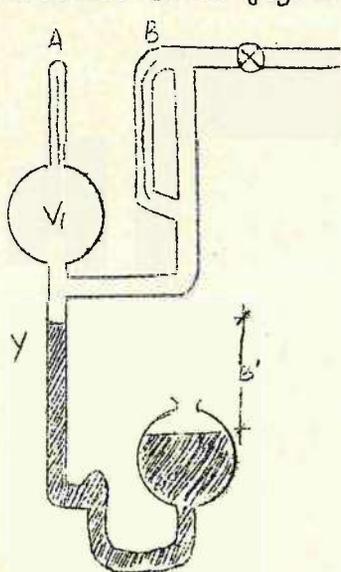


Fig. 4-1

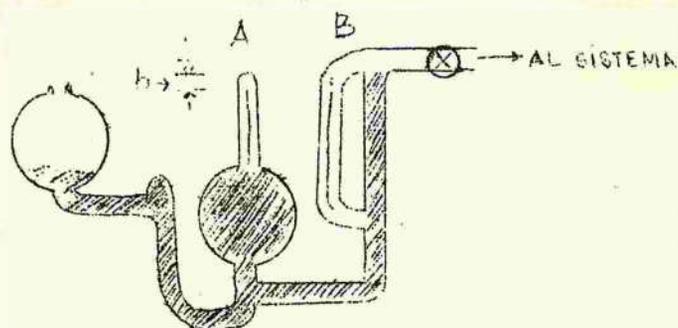
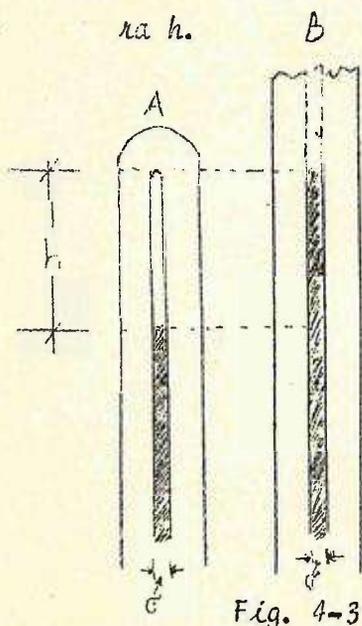


Fig. 4-2

FORMA DE TOMAR LECTURA EN MEDIDORES MCLEOD

El vacuómetro consta de un tubo delgado y un bulbo de volumen conocido V_1 , en comunicación con el recipiente que se desea medir, este bulbo está conectado en su parte inferior con un tubo alargado flexible que está unido a un recipiente el cual contiene mercurio.

La diferencia de niveles B' es aproximadamente igual a la presión atmosférica; cuando el depósito de mercurio es elevado, el nivel del mercurio sube por encima de la rama "y" aislando un volumen conocido V_1 ; quedando separado una parte del gas que tiene las características del volumen, al que se desea medir su presión desconocida P_1 . Si elevamos más el depósito, el gas es comprimido mucho más; originando un aumento de presión en el volumen comprimido, lo cual da como resultado una diferencia de niveles entre el capilar A y B, de donde se deduce que la diferencia de presiones es compensada por la fuerza por unidad de área que ejerce la columna de mercurio de altura h .



La forma de efectuar la lectura con fines de calibración es como sigue: - se eleva la columna de mercurio en el capilar B, hasta la altura del tope del capilar A; donde el volumen comprimido final V_2 es igual a σh ; σ es el área del capilar A y de acuerdo a la Ley de Boyle para temperaturas -

constantes $PV = cte$ se puede deducir entonces que:

$$P_1 V_1 = P_2 V_2$$

$$P_1 V_1 = h \times \sigma h$$

$$P_1 V_1 = \sigma h^2$$

Finalmente:

$$P_1 = \frac{\sigma h^2}{V_1}$$

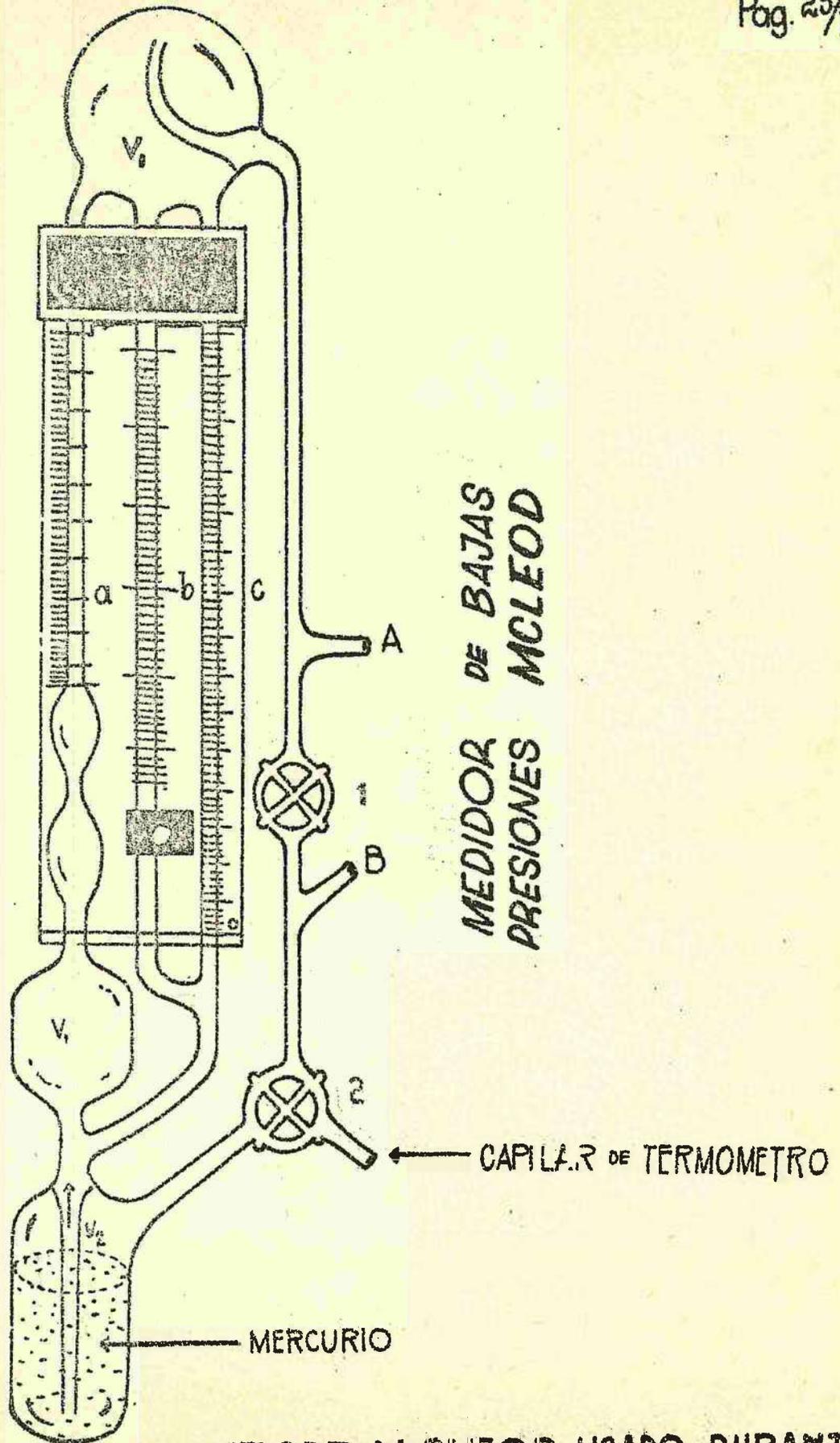
Observándose que solamente depende de la geometría del aparato.

Medidor McLeod usado.

Un medidor como el que muestra la figura 4-4, marca "Universal Vacuum - Gauge" Tood Scientific Co., ha sido usado en este trabajo como medidor de referencia, cuyo funcionamiento esencial se reduce a lo siguiente:

1 - Conectado el medidor al sistema por medio del conector A; siendo recomendable que se haga a través de una trampa de H_2 líquido para evitar que los vapores de mercurio se difundan hacia el sistema. El conector B se instala a través de una bomba mecánica de vacío rústico para establecer una diferencia de presiones entre el volumen V_1 y el aire que cubre el mercurio - del aparato, V_2 .

2 - Una vez disminuida la presión del volumen V_1 a la presión existente en el sistema que se desea medir; para lo cual la llave 1 debe de estar ce-



MEDIDOR M CLEOD USADO DURANTE
EL P RESENTETRABAJO

rrada y la llave 2 dejando establecer el vacío rústico al volumen V_2 .

3 - Se abre la llave 2, dejando establecer una corriente de aire a través del capilar de termómetro colocado en la llave 2 y el volumen V_2 , obteniendo así un aumento de la presión en V_2 ; dando lugar a que la diferencia de presiones entre V_1 y V_2 se aumente, lo que da como resultado que el mercurio de V_2 suba por los capilares a, b, c; cuyos diámetros capilares son conocidos y dependiendo de la altura que alcance en los capilares, respecto a los niveles de referencia, así será la presión existente en el sistema.

4 - Una vez efectuada la medición la llave 1 es abierta, permitiéndose así que las presiones en los volúmenes V_1 y V_2 se igualen, con lo que el mercurio desciende de los capilares, quedando el aparato listo para ser usado de nuevo.

5 - Dado que el medidor que ha sido usado es totalmente de vidrio; deberán tenerse cuidados muy especiales en su manejo, procurando usarlo solamente como medidor de referencia para calibración.

VACUOMETRO DE PIRANI

Rango de presión: 200 a 10^{-4} torr.

PARAMETRO DE MEDIDA: Variación de la resistencia eléctrica de un elemento, con la razón de disipación de energía térmica, a través de los gases residuales a los cuales se desea conocer su presión. Esta disipación es proporcional a la frecuencia de las colisiones moleculares con el elemento expuesto. La dependencia lineal de la conductividad de calor de un gas a bajas presiones con la presión, fue usado por Walburg, Leithauser y Johansen con fines de medición por primera vez.

APLICACION.

a) Continuo monitoreo de presiones de cerca de 10^{-3} torr; particularmente en líneas de conducción de sistemas.

b) Detector de fugas con una variedad de gas de prueba (Hidrógeno, helio, etc.). El vacuómetro de Pirani puede detectar fugas del orden de 5×10^{-3} torr x L/seg.

c) Como control de swicheo en unidades donde se desea mantener una presión baja constante.

LIMITACIONES

A bajas presiones el límite está colocado a 10^{-4} torr; donde el calor de transferencia por conducción es una fracción muy pequeña del calor por radiación, y a altas presiones el límite está en 10 torr donde el calor de transferencia por conducción es independiente de la presión. La razón de disipación es proporcional a la frecuencia de las colisiones moleculares con el filamento y a la naturaleza de las moléculas incidentes.

Circuito esencial usado en el Vacuómetro de Pirani.

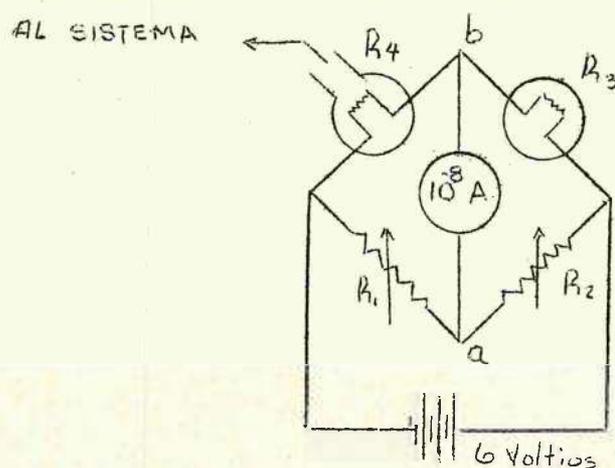


Fig. 4-5

El principio de puente de Wheatstone puede ser usado para detectar variaciones en la resistencia R_4 , expuesto a los gases residuales. Es recomendable que las resistencias R_4 y R_3 sean de tungsteno o tantalio, lo cual es posible obtener si se usan bombillos de alumbrado corriente de 20 a 40 watts. R_1 y R_2 son resistencias variables de precisión, cuyo objeto es equilibrar lo más exactamente posible la diferencia de potencial existente entre los puntos a y b . Variaciones en la resistencia R_4 , debido a la mayor o menor

disipación de energía de ésta con los gases residuales, produce una pequeña diferencia de potencial entre los terminales del medidor de corriente; lo cual origina pequeñas corrientes que son medidas con el picoamperímetro, es estableciéndose una dependencia casi lineal, entre la razón de disipación térmica con la corriente



Calibración.

Para calibrar el vacuómetro de Pirani puede usarse un medidor auxiliar tipo McLeod o tablas como la que a continuación se presentan.

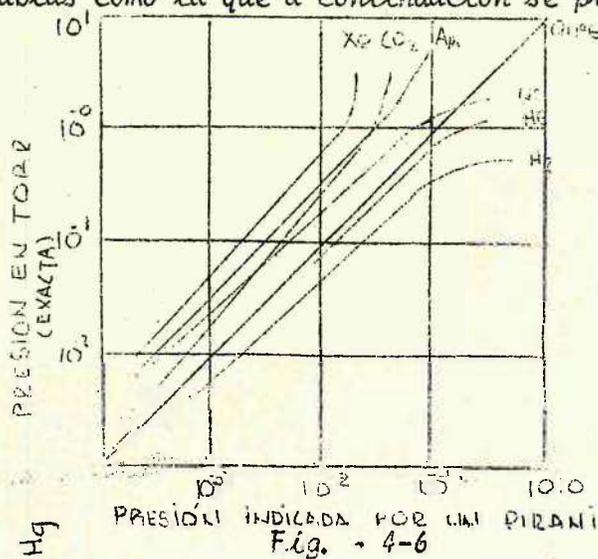


TABLA TOMADA DE
"DENNIS & HEPPELL"
"Vacuum System Design"

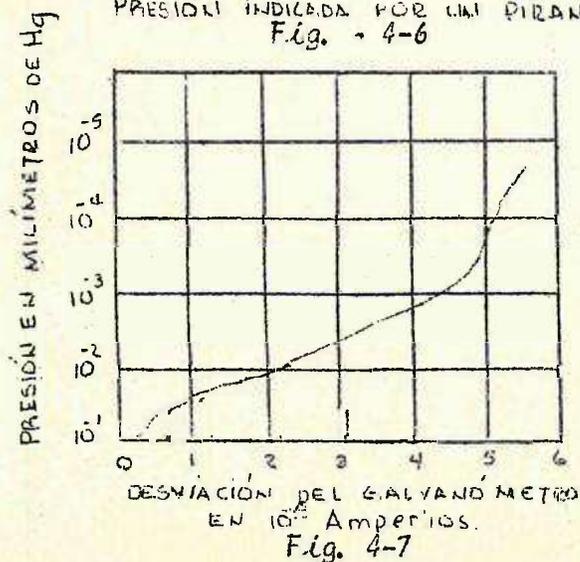


GRAFICO TOMADO DE
"STRONG 'TECNICAS
DE FISICA EXPERIMENTAL"

MEDIDOR DE TERMOCUPLA

Rango de presión que puede medir: ($10 - 10^{-4}$ torr). Más generalmente - solo obran hasta 10^{-3} torr.

Parámetro de medida:

Al igual que el vacuómetro de Pirani, ocupa la conductividad térmica característica de los gases residuales que quedan dentro del recipiente, los cuales provocan una diferencia de potencial dentro de la juntura de la termocupla que es proporcional a la temperatura de la misma; que disminuye o aumenta, dependiendo de la concentración molecular alrededor de ella.

Calibración:

Dado que su principio es el mismo que el de Pirani, los métodos usados para calibrar éste, son usados para el vacuómetro de termocupla.

Aplicación:

Como medidor de referencia, para hacer funcionar adecuadamente bombas difusoras; (debido a que su velocidad de respuestas es muy lenta no puede usarse para monitores de fugas en sistemas). Para control de interrupción - en sistemas donde se desea mantener abajo de una presión determinada.

Características:

Se puede usar a presión atmosférica; y dado que el cañón de termocupla - es de metal, resiste choques lo cual facilita su uso. Si se usa amplificadores de corriente se incrementa su sensibilidad.

Particulares:

Se usó durante la última etapa del proceso un medidor "CENTRO TH OCCU-
PLE", No. 94178, el cual es ajustado en la fábrica, más si necesita recalibración, el manual respectivo provee todas las disposiciones generales para hacerlo.

VACUOMETROS DE IONIZACION

Parámetro de Medida

La energía cinética que adquiere un electrón cuando pasa a través de una diferencia de potencial V , es de " eV ", donde e es la carga del electrón - $e = 1.602 \times 10^{-19}$ coul. Cuando la energía excede de un cierto valor límite, correspondiente a un potencial de ionización (V_i), existe una probabilidad definida (la cual varía con el potencial V y con la naturaleza del gas presente) de que la colisión entre los electrones y las moléculas del gas, dé como resultado la formación de iones positivos. Esto es debido a que: la alta energía de los electrones sacan un electrón o más de las moléculas, ioni

zándolas.

Los valores de V_i , para diferentes gases monoatómicos varía de 3.88 voltios para cesio a 24.58 voltios para helio, el cual tiene un alto potencial de ionización. Para oxígeno, nitrógeno, hidrógeno y otros gases diatómicos los valores de V_i están en un rango de aproximadamente 15 volts.

En un diodo termoiónico con un voltaje fijo de ánodo que excede de V_i , el número de iones producidos por los electrones deberá ser directamente proporcional a la presión del gas, se supone que la presión del gas es tan baja que un electrón no puede producir más que un ión por colisión durante su viaje.

Podemos esperar que para una presión constante el número de iones producidos es proporcional al número de electrones emitidos, si el efecto de las cargas espaciales es despreciable y no altera la distribución de potencial en el diodo.

Se necesita ahora medir la relación entre los iones producidos y los electrones emitidos y con este propósito se usa un tercer elemento (TRIODO), el cual es acompañado de un circuito como se muestra en la figura 4-8.

Un filamento térmico emite electrones los cuales son atraídos por la grilla que está a un potencial positivo; durante su viaje estos electrones ionizan el gas presente en el tubo de vidrio y son atraídos, los iones; por

la placa que está a un potencial negativo; esta corriente de iones es posible medirla con un instrumento muy sensible para lo cual se utiliza el galvanómetro, la corriente que produce la emisión de electrones es posible medirla mediante el miliamperímetro conectado a la grilla.

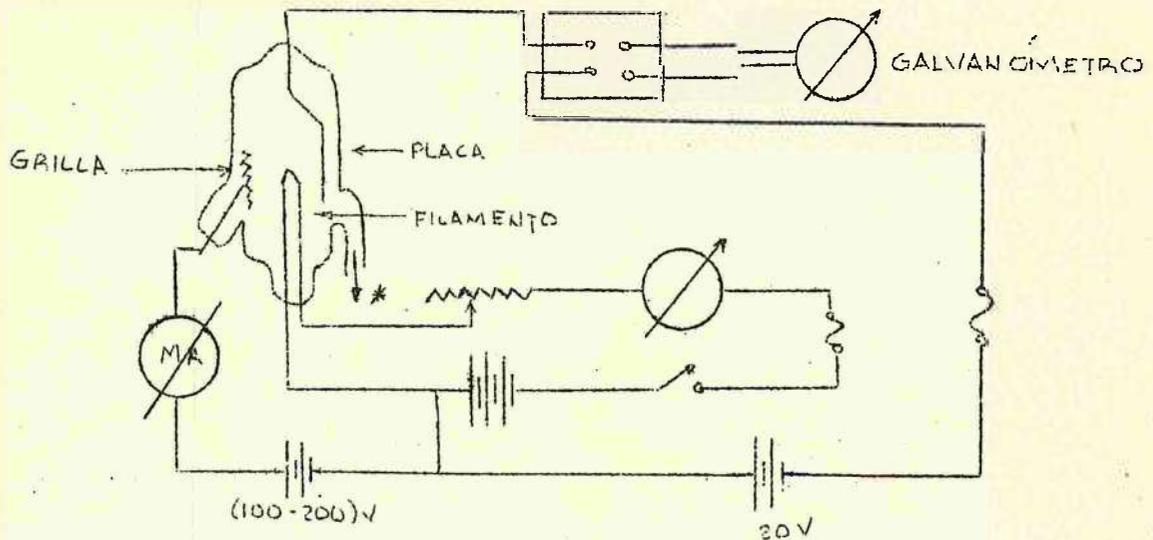


Fig. 4-8

* A LA BOMBA DE VACÍO

La relación entre la corriente de Iones⁺ (de placa) y la corriente de electrones es proporcional a la presión. Con presiones mayores de 10^{-4} mm Hg. es posible que un mismo electrón produzca más de un ión por colisión en su viaje hacia la grilla.

Así:

$$I_i = K I_e P$$

I_e = Corriente de electrones

I_i = Corriente de iones

P = Presión dentro del bulbo

K = Constante de proporcionalidad que -

viene dada por la sensibilidad del vacuómetro.

Si I_i e I_c están medidas en la misma unidad, las dimensiones de K son de inverso de presión.

Así, si $K = \text{mA } 10^{-3}$ por micrón, esto significa que la sensibilidad es (m)microamperes por miliamperes por micrón.

El vacuómetro de ionización descrito anteriormente no es más que uno de los primeros intentos que se hizo para medir presiones inferiores a 10^{-6} mm Hg. La necesidad de obtener mejores vacíos para uso de laboratorios e industrial, hizo que se desarrollaran nuevas técnicas y métodos de medición ocupando el mismo principio o parte de él sobre vacuómetros de ionización.

CAPITULO 5

PELICULAS DELGADAS
Y ALGUNAS FORMAS DE PREPARARLAS.

INTRODUCCION.

El término "Películas Delgadas", se usa frecuentemente para llamar a capas delgadas de material, usualmente de $1\mu\text{m}(10^{-6}\text{m})$ o de $1\text{nm}(10^{-9}\text{m})$; no hay que olvidar que un átomo simple tiene un diámetro de $0.5\text{nm}(10^{-9}\text{m})$, es decir, que las películas delgadas son de algunos espesores atómicos.

El interés que tienen para el investigador o para fines comerciales presenta mucha importancia. Veamos algunos casos de ellos: Consideremos, por ejemplo, el problema de hacer componentes eléctricos como resistores y capacitores. En el caso de la resistencia eléctrica de una pieza, ésta es inversamente proporcional al área de su sección transversal; hay así una --cierta ventaja de construir la resistencia tan delgada como sea posible, si son necesarias condiciones de espacio. Por ejemplo, un resistor consistente en 500cm. de alambre de diámetro de 0.01cm. , puede ser reemplazado por una película delgada del mismo material y el mismo ancho (0.01cm), cerca de 0.5cm. de longitud y 100nm de espesor. Similarmente la capacidad de un condensador de placas paralelas es inversamente proporcional a la distancia de separación entre sus placas; se ve entonces, el papel importantí-

síno que tienen las películas delgadas utilizadas como dieléctricos. En el campo de la óptica, película con espesores pequeños de cerca de la longitud de onda de la luz (10^{-7} m) son usadas para hacer equipos de conocida transmisión y reflexión; basándose en el principio de interferencia.

Otros usos son el de películas decorativas de metales preciosos en bases baratas; superconductores, microscopios, etc. Así sus ventajas económicas son obvias.

Se puede adelgazar una capa depositada por medio de ácidos, más no es muy recomendable, pues el ácido no ataca uniformemente el depósito y deja muchos huecos, los cuales son indeseables; se ha reservado exclusivamente el término "películas delgadas", a las que han sido hechas sobre el substrato molécula por molécula, como a los hechos por los métodos de evaporación y cátodo Sputtering.

MÉTODOS DE PREPARACION DE PELICULAS DELGADAS

Algunos materiales no metálicos pueden recubrirse en el laboratorio con delgadas películas de metal, especialmente, el vidrio y el cuarzo.

Los procesos mediante los cuales se realiza esta deposición, son:

- 1 - Combustión.
- 2 - Por deposición química.
- 3 - Por proyección catódica
- 4 - Por evaporación

Cada uno posee ciertas ventajas y desventajas o limitaciones.

Se hará una breve descripción de estos métodos.

METODO DE COMBUSTION

Este método está reservado casi exclusivamente a la deposición de metales nobles, pues éstos se reducen por calor.

El proceso que se sigue, es de la siguiente manera: Se cubre el vidrio que debe de revestirse con una capa de solución oleosa de una de las sales metálicas. Cuando se aplica calor, el aceite se quema y se reduce la sal, dejando un depósito metálico. Calentándolo hasta el punto de ablandamiento del vidrio, el depósito se transforma en una lámina compacta y adherente.

Ejemplo:

¿Como hacer un depósito de platino en vidrio usando el método de combustión?

Se evapora por combustión 100 cm^3 , en una solución al 10 por ciento, de $\text{H}_2 \text{PtCl}_6$, la cual luego se disuelve en una cantidad muy pequeña de alcohol absoluto, de tal manera que se pueda diluir luego. Esta solución alcohólica es agregada a 6 cm^3 de aceite de alhucema enfriando al hielo; por último se agrega algo de resina de Borgoña, esto se hace con el fin de que la mezcla sea consistente y así sea posible poderla depositar uniformemente cuando el vidrio se caliente.

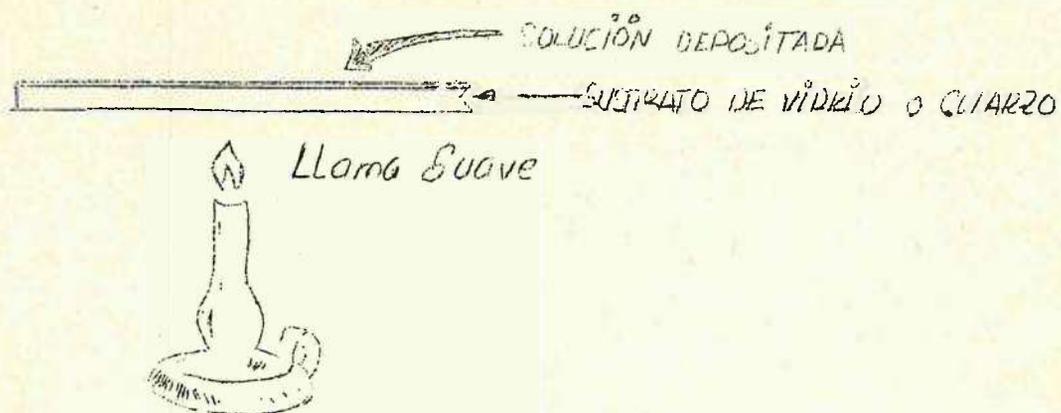


Fig. 5-1

Sistema de calefacción para depositar sales metálicas

Limitaciones: Su uso esta restringido a situaciones en las cuales sea posible calentar el vidrio.

-Es muy difícil obtener una película muy delgada y uniforme.

METODO DEL PLATEADO QUIMICO

Existen dos métodos de plateado químico, los cuales son usados dependiendo del uso que ha de darse a la película depositada. Estos son, el Proceso de Brashear y el Método de la Sal de Rochelle.

El primero o sea el de Brashear se utiliza, como el de combustión, para revestimiento grueso de espejos de los telescopios, los cuales hay que pulir con frecuencia; sin embargo, el método de la Sal de Rochelle, debido a que su acción es muy lenta, se recomienda para semiespejos, como las placas de

Los interferómetros, que requieren una delgada película uniforme con una relación determinada entre la reflexión y la transmisión de luz. Si se quiere información adicional sobre estos métodos, se puede consultar el libro "Técnicas de Física Experimental" de John Strong, pag. 146-149, tomo I, 9a. edición.

Debido a que la plata no se deposita muy bien en superficies sucias o grasosas, hay que efectuar una limpieza cuidadosa de los substratos. Se harán algunas consideraciones sobre la limpieza de las superficies a ser depositadas.

LIMPIEZA

Para lograr una película compacta y resistente, hay que recordar que es muy difícil mojar una superficie de vidrio grasosa; así, en una superficie limpia y húmeda, es difícil que se depositen en ella grasas y suciedades, por lo cual, una vez limpia la superficie, ha de mantenerse húmeda, sumergida en agua destilada, hasta que se haga el depósito.

Pasos a seguir para limpiar el vidrio previo a su depósito de plata

- 1 - Quitar todas las substancias de contaminación de la superficie posterior del espejo.

Se hace esto con una goma de borrar tinta o con vidrio molido, cuidando de no hacer esto sobre la superficie pulida, aunque sí sobre

los bordes.

- 2 - El espejo se lava con agua y jabón, utilizando agua lluvia o destilada. A veces, se hace necesario que exista una situación abrasiva suave sobre la cara del espejo, ----- se logra con un algodón humedecido al cual se le añade tiza precipitada, la cual debe mojar toda la cara del espejo. Puede ser necesario repetir varias veces este tratamiento.
- 3 - Luego se enjuaga con agua y se friega con ácido nítrico concentrado, el cual es un poderoso agente oxigenante que remueve toda materia orgánica absorbida por el vidrio. Esto debe hacerse con algodón hidrófilo dentro del recipiente en que ha de efectuarse el plateado, para evitar cualquier contaminación; hay que tener cuidado de no dañar la cara pulida del espejo.
- 4 - Este paso es opcional, aunque si importante, si se tiene como hacerlo, se usa una mezcla de ácido sulfúrico y ácido crómico; el vidrio se calienta suavemente en esta solución y se elimina la parafina y las sustancias orgánicas carbonizadas.
Luego se lava con agua corriente, poniendo el espejo en una solución de cloruro estañoso; y después de unos minutos se lava bien con agua destilada, aunque resulta conveniente lavarlo primero con agua corriente hasta quitar todos los iones de cloro que hallan quedado.

-
- 5 - El espejo debe de quedar en agua destilada cubriéndola todo, hasta que comience el platero.

METODO DE PREPARACION.

Electrodeposición.

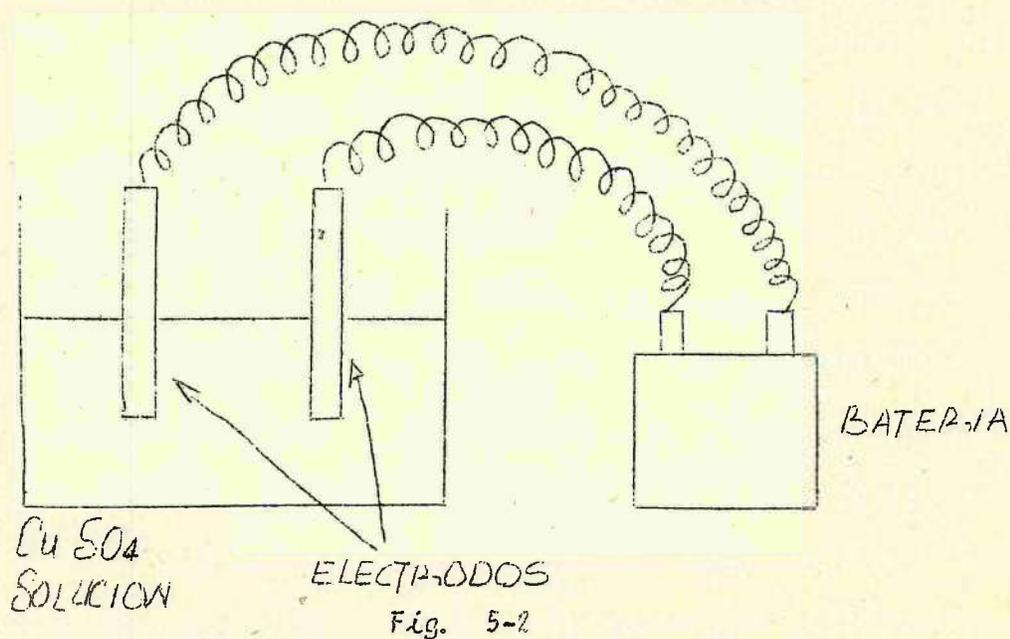
Esto es aparentemente un simple método de depositar películas delgadas y data desde los primeros días del siglo XIX. Cuando se notificó que corrientes eléctricas que pasan a través de ciertas soluciones de sales, causan liberación y absorción química en los electrodos, algunas veces, gases son incluidos en forma burbujas sobre los electrodos, (lo cual se parece a lo que ocurre cuando las baterías de los autos son recargadas). Algunas veces, los electrodos son consumidos muy despacio y otras veces, sólidos son depositados en los electrodos formando una delgada capa adherida.

Claramente, la superficie o sustrato en la cual la película se deposita, debe ser un conductor, debido a que el electrodo debe de llevar una cierta corriente; esto es lo que algunas veces es usado. Aproximadamente cerca de la mitad de los metales pueden ser electrodepositado, ya sea en forma de mezcla de metales o de aleaciones.

La solución en la cual los electrodos son sumergidos (el electrolito), es de una sal iónica. En solución, los constituyentes iónicos interactúan débilmente y hay suficientes cargas libres. Cuando una diferencia de poten-

ciales es aplicada entre los electrodos, los iones son entonces movidos - hacia los electrodos respectivos, creando algunos efectos que se describirán a continuación. Por ejemplo, uno de los cuales se encontrará en la electrodeposición electrolítica del cobre, la solución de sulfato de cobre.

El cobre es depositado en el cátodo. El aparato es muy simple y es como se ve en la figura.



Disposición general de los elementos para la electrodeposición.

Un interesante detalle aquí, es que el cobre depositado se observa de un color no usual (esto es aplicable a otros metales también). Esto es debido al característico color del cobre, el cual es depositado en forma -

-
- 5 - El espejo debe de quedar en agua destilada cubriéndolo todo, hasta que comience el platero.

METODO DE PREPARACION.

Electrodeposición.

Esto es aparentemente un simple método de depositar películas delgadas y data desde los primeros días del siglo XIX. Cuando se notificó que corrientes eléctricas que pasan a través de ciertas soluciones de sales, causan liberación y absorción química en los electrodos, algunas veces, gases son incluidos en forma burbujas sobre los electrodos (lo cual se parece a lo que ocurre cuando las baterías de los autos son recargadas). Algunas veces, los electrodos son consumidos muy despacio y otras veces, sólidos son depositados en los electrodos formando una delgada capa adherida.

Claramente, la superficie o sustrato en la cual la película se deposita, debe ser un conductor, debido a que el electrodo debe de llevar una cierta corriente; esto es lo que algunas veces es usado. Aproximadamente cerca de la mitad de los metales pueden ser electrodepositados, ya sea en forma de mezcla de metales o de aleaciones.

La solución en la cual los electrodos son sumergidos (el electrolito), es de una sal iónica. En solución, los constituyentes iónicos interactúan débilmente y hay suficientes cargas libres. Cuando una diferencia de poten-

bles

En los casos prácticos generales, hay usualmente otras reacciones ocurriendo simultáneamente, por ej., impurezas o adiciones en el electrolito.

Una expresión más general de las leyes de Faraday es la siguiente:

$$M = \frac{It\alpha}{q}$$

donde: α es conocido como eficiencia de la corriente, y es la fracción de la corriente total asociada con la deposición del material en cuestión.

La eficiencia de la corriente en el baño puede ser calculada, encontrando la masa depositada en un dado período de tiempo. La eficiencia de la corriente depende sobre la densidad de la corriente con la forma y separación de los electrodos. Conocida la densidad del depósito, el espesor puede ser calculado, pero esto será un valor medio, debido a que el espesor variará de un punto a otro, a menos que sean tomados cuidados especiales por arreglos geométricos, limpieza de los electrodos para que circule aproximadamente la misma cantidad de corriente en cada centímetro de superficie. Una forma simple es pensar en usar placas perfectamente paralelas delgadas o mejor aún, usando dos largos y concéntricos tubos como electrodos.

En el electroplateo comercial, algunos ingredientes químicos son agre

gados a la solución, por ej., para alcanzar brillantez o para producir capas uniformes en cuanto a su espesor. Pequeñas concentraciones de esos aditivos son agregados para que se incorporen en la capa delgada y, una de sus principales desventajas es que la película presenta impurezas, lo cual no es deseable, pues altera las propiedades de la película. Como resultado del método es usado más en la producción de capas decorativas o para protección. Un ejemplo de ello son las placas de cromo que son las más populares. Una ventaja del sistema es la velocidad de la electrodeposición, que es de 1 mm/s para una corriente de 100 A m^{-2}

DEPOSICION EN VACIO

Los métodos de la preparación de películas delgadas, arriba mencionados, son todos químicos en su naturaleza. Los métodos en vacío, son procedimientos que incluyen aspectos físicos. Se hará una revisión inicial de las necesidades de que las fuentes de deposición estén en vacío.

Si por alguna manera nosotros obtenemos metales o átomos metálicos quemados en la superficie bajo una presión atmosférica normal, solamente pequeñas fracciones de éstos átomos pueden alcanzar la superficie. Esto es, porque los átomos colisionan con las moléculas que hay en su alrededor y son deflecionadas. La probabilidad de tal colisión es proporcional a la densidad del gas; pero es la presión del gas la principal responsable de esto de acuerdo a la Ley de Boyle.

El libre camino medio de los átomos metálicos en el gas, da la medida de la distancia que el átomo puede viajar sin chocar; y esto es inversamente proporcional a la presión del gas. El libre camino medio de las partículas a presión atmosférica es aproximadamente, 5×10^{-6} cm, pero una reducción de la presión por un factor de 10^7 , el cual es fácilmente obtenible con equipos modernos de vacío, deberá de aumentar el libre recorrido medio de las partículas a 50 cm; colisiones pueden ser alcanzadas y se efectúa una reacción entre el gas y el metal, además el sustrato y la capa delgada crecida son bombardeados por los átomos de gas presente. Como también cualquier objeto que se encuentre dentro. Ambos efectos producirán una contaminación de la capa delgada, pero son reducidos por medio de una deposición en un vacío mejor. En general, un buen vacío permite niveles muy bajos de contaminación.

Una ventaja de utilizar este método de vacío es que por el hecho de viajar los átomos disparados en línea recta, que son los que se depositan en el sustrato, se puede seleccionar el ancho de la deposición, obstruyendo el paso de los átomos en aquellas regiones las cuales no queremos que sean modificadas. A esta técnica se le conoce como Técnica de Sombreo. En lo que sigue de este capítulo nos vamos a referir a las Técnicas de deposición de Metales; en efecto, hay un rango muy amplio de metales que pueden ser depositados en vacío. Para esto, es necesario crear una corriente (horno) de átomos y, esto puede hacerse de dos maneras: Calentando el sólido hasta su evaporación o sacando átomos de una superficie, que es la técnica llamada de Sputtering.

EVAPORACION

Si un sólido es calentado a una temperatura suficientemente alta en vacío, el sólido será evaporado y los átomos evaporados viajarán en línea-recta, hasta que ellos se condensen en un sustrato especialmente colocado sobre una placa. Un esquema del aparato es el siguiente:

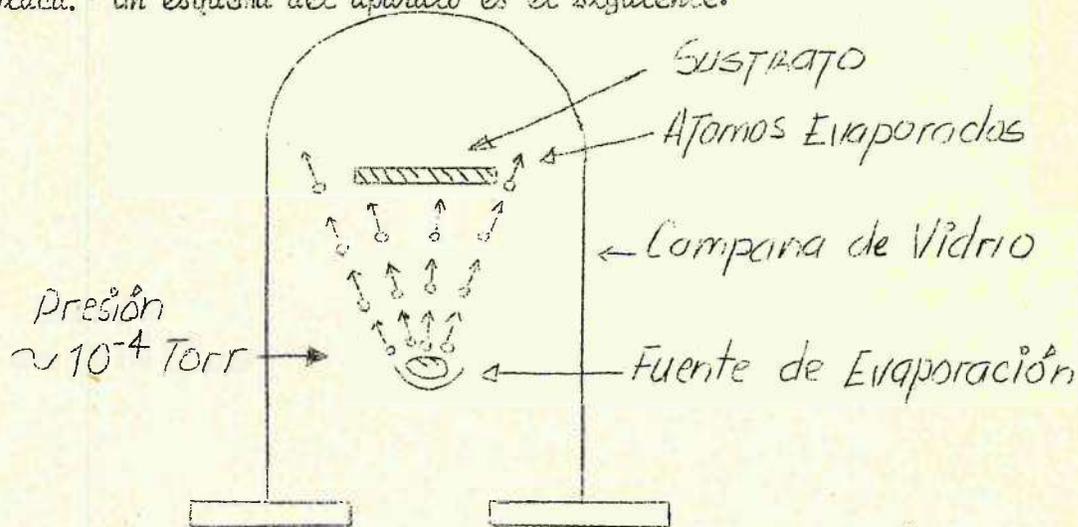


Fig. 5-3

Dado que este es el método que ha sido empleado en el presente trabajo, una ampliación es hecha en detalle al final.

Una campana de vidrio o metal es evacuada, usualmente por dos bombas mecánicas en serie; en el interior se coloca un crisol (tungsteno, molibdeno), el cual contiene el metal a ser evaporado. El crisol es un calefactor eléctrico. Presiones de 10^{-5} mm Hg (1.3×10^{-3} mm²) son fácilmente obtenibles; en la cual, el 99% del metal es evaporado de la fuente en dirección recta y alcanzaría al sustrato aproximadamente a 10 cm. de distancia -

con el cual chocará.

El sustrato puede ser calentado o enfriado a fin de obtener las propiedades particulares que se deseen, es decir, alguna estructura particular.

Este método es probablemente el más usado para preparar películas delgadas en las cuales la pureza es muy importante o donde la electrólisis no puede ser usada.

Esto es hecho tan rápidamente como la electrólisis, pero es difícil mantener la evaporación por largos períodos de tiempo, puesto que las cantidades grandes a ser evaporadas no son fácilmente calentadas, lo cual resulta en una dificultad adicional que no presenta la electrólisis.

SPUTTERING

Cuando una superficie es bombardeada por partículas pesadas y rápidas, átomos de la superficie son eyectados en todas direcciones. Este proceso, el cual es conocido como Sputtering, es básicamente una transferencia de cantidades de movimiento y es similar a la colisión de una bala con un objeto. Los átomos son dispersados en todas direcciones, incluyendo la dirección opuesta a la que llegó.

Los átomos dispersados pueden ser condensados en un sustrato en el

vacío como el caso de la evaporación.

Las partículas calentadas rápidamente requieren usualmente un gas - inerte; y producen en una cámara de vacío los iones que se necesitan para poder arrancar los átomos que queremos depositar. Un arreglo típico de Sputtering es como sigue:

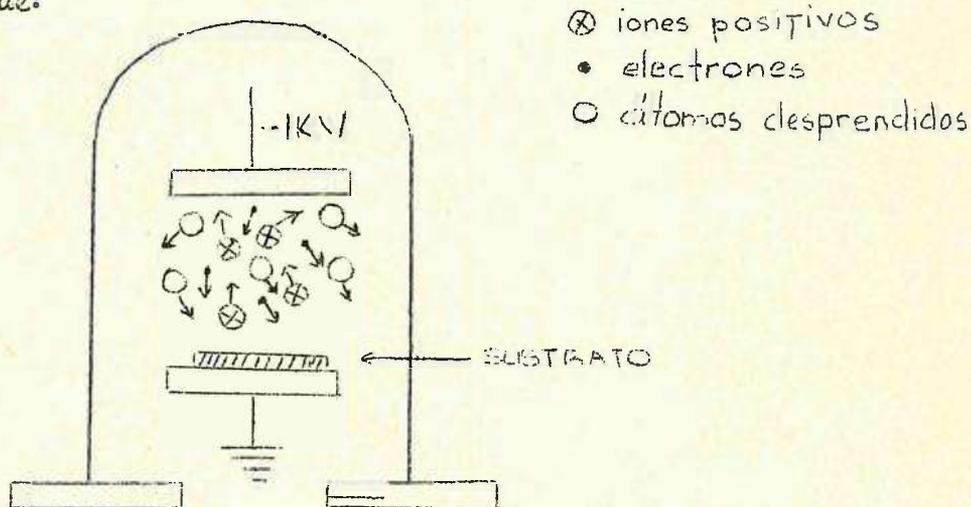


Fig. 5-4

Arreglo típico de Sputtering.

Como se puede ver, el cátodo es la fuente de átomos a ser arrancados; una conveniente colocación del sustrato en el ánodo es deseable. La campana de vidrio es evacuada a fin de remover impurezas gaseosas y entonces llenada posteriormente con argón puro u otro gas como nitrógeno, helio, etc.; hasta alcanzar aproximadamente el valor de 10^{-1} mm Hg (13.3 mm⁻²); una diferencia de potencial de algunos kilovoltios es aplicada - entre los electrodos, lo cual causa que el argón se ionice; los átomos de gas neutral entonces son separados en iones positivos y electrones. -

El resultado del gas altamente ionizado es conocido como plasma. Los iones positivos de argón son entonces acelerados por el intenso campo eléetrico que se ha formado, hasta que alcanzan al cátodo con energía cinética considerable y luego dispersan los átomos de la placa que sirve de blanco.

Un pequeño número de electrones secundarios es así producido en el cátodo y éstos son acelerados hacia el ánodo y sirven para mantener el plasma.

La principal ventaja del método Sputtering, es que casi cualquier material puede ser depositado. Aún materiales típicamente aisladores que pueden ser cargados por el método anteriormente descrito y ser tratados luego por una técnica especial de Sputtering, que consiste en enviar voltaje alterno a una frecuencia alta, como la de radio. Este proceso es conocido como Sputtering de Radio Frecuencia.

La razón de cantidad de material desprendido es proporcional a la corriente que fluye entre los electrodos, lo que da como resultado que el proceso es más fácilmente controlado que la evaporación, pero surge una disminución en la velocidad, la cual es del orden de 0.1 nm/seg, que es la razón típica de deposición.

CAPITULO 6

EVAPORACION

Introducción.

Algunas sustancias (metales nobles) puede ser evaporados y condensados a presión atmosférica, pero la pureza de los depósitos es muy deficiente, pues reacciones químicas entre el evaporante y el aire pueden ocurrir antes de que la película se condense. Esta contaminación puede ser prevenida haciendo que la evaporación ocurra en una atmósfera de gas inerte, mas, para metales y sustancias inorgánicas, la temperatura de evaporación puede ser muy alta para alcanzar una razonable deposición.

Faraday preparó películas delgadas de algunos metales por evaporación explosiva en una atmósfera inerte, pero esta técnica no permite la deposición de películas en vacío.

En 1912 Polh y Pringsheim mostraron que películas de algunos metales pueden ser depositados, de una caldería de calefacción no muy alta, en sustratos, todo esto hecho en vacío, dando lugar a que los parámetros que intervienen en la formación de la película deseada puedan ser controlados con cierta facilidad. Reduciendo la presión, disminuyen las reacciones químicas entre el gas residual y el evaporante.

El descubrimiento de la evaporación en vacío es atribuible a Edison. El observó la deposición de películas de carbón en el vidrio que encerraba su lámpara incandescente de carbón.

Recorrido libre medio.

Dado que uno de los factores determinantes en la pureza y espesor de una película evaporada sobre algún objeto, depende de la presión existente en el medio que lo rodea, veremos el aumento del recorrido libre de las moléculas, con la disminución del número de moléculas por unidad de volumen "n"; que es un índice de la presión existente dentro de un recipiente dado.

Se define el camino libre medio como la distancia media que recorren las moléculas entre dos choques sucesivos. La magnitud de este valor viene dado por:

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2} \pi \cdot n \sigma^2}$$

σ = Diámetro molecular

n = No. de moléculas por centímetro cúbico.

La influencia de la necesidad de un recorrido libre medio apreciable, se hace ver en la tabla siguiente:

Camino Libre Medio del Nitrógeno a 0° C.

tomando Diámetro Molecular como 3.1×10^{-8} cm.

Presión en milímetros de Mercurio.	Camino Libre Medio en cm.
760	8.5×10^{-6}
1	6.5×10^{-3}
10^{-3}	6.5×10^0
10^{-4}	6.5×10^1
10^{-5}	6.5×10^2
10^{-6}	6.5×10^3
10^{-9}	6.5×10^4

Tabla tomada de John Strong, "Técnicas Física Experimental"

Tomo I, pág. 88.

Usualmente las películas evaporadas son depositadas a presiones de 10^{-4} torr o menos, así, solamente un número muy reducido de colisiones - entre el gas y el vapor molecular puede ocurrir, dando como resultado el que los vapores pueden propagarse en línea recta.

EVAPORACION. (Método)

El método de evaporación para depositar películas delgadas sobre vidro, cuarzo, cristales iónicos, etc., consiste esencialmente en calentar una pequeña cantidad del metal (o no metal) en un alto vacío, usualmente de 10^{-3} torr o menos, hasta que se produzcan rayos moleculares en

todas direcciones.

Estos rayos moleculares rectos, son producidos por el aumento del recorrido libre medio de las moléculas, de tal manera que si éste es mayor que las dimensiones del recipiente que lo contiene, las moléculas no encuentran otro objeto con que colisionar, hasta que lo hacen finalmente con las paredes del recipiente, o con algún objeto colocado dentro de él. El sustrato en el cual se quiere hacer el depósito, es expuesto a los rayos moleculares que se condensan para formar la película desecada.

El que un material se adapte para producir películas delgadas por el método de evaporación depende de su estabilidad térmica y de la posibilidad de llevar a éste a la temperatura de evaporación.

En el apéndice se incluye un cuadro que indica las temperaturas de evaporación absoluta de algunos metales

Cuando son necesarias:

- a) Una estructura determinada
- b) Espesores específicos
- c) Pureza de la película
- d) Adherencia, etc.

Cuidados especiales deberán tenerse en cuenta, tales como:

- a) Distancias del sustrato a la fuente de evaporación

- b) Temperatura del sustrato
- c) Angulo de incidencia de los rayos moleculares
- d) Región de vacío en la que se efectúa la evaporación
- e) Composición de los gases residuales
- f) Limpieza y pureza del sustrato
- g) Naturaleza del calefactor
- h) Pureza del material a evaporarse
- i) Velocidad de evaporación, etc.

Puede observarse la cantidad de detalles y cuidados necesarios para la obtención de una película con características específicas.

La mayoría de detalles sobre el particular se encuentran en "PHYSICS OF THIN FILMS", que es una recopilación de varios autores sobre el tema. Editada por George Hass, Volumen 1, 2, 3, ACADEMIC PRESS, New York y Londres, 1963 - 1969.

CONSTRUCCION DEL SISTEMA DE EVAPORACION

El sistema de evaporación consta de 4 etapas, las cuales tienen características especiales que las diferencian.

El sistema de vacío, constituido por una bomba mecánica rotativa, una bomba de difusión de aceite, una trampa de nitrógeno líquido, 2 medidores permanentes (termocupla y de descarga), 4 llaves de vacío; 2 de la

ción con muelle metálico flexible, 1 de aluminio con cierre de neoprene y 1 de vidrio; cuya disposición se muestra en la Fig 7-1

La necesidad de utilizar electrodos de cobre para el paso de corriente de 30 a 50 amperios, impone cuidados especiales en su diseño y aislamiento de los rismos, las figuras 7-2, 7-3, 7-4, muestran la forma en que fueron construidos. Estos son alimentados por una fuente marca Electro-Modelo B que nos proporciona una corriente máxima de 30 amperios con un voltaje de 10 Volts, con voltaje de entrada de 110 Volts.

El porta sustrato, ha sido diseñado de tal manera que las mascarillas, las cuales nos dan la forma y tamaño (no espesor) de las películas, puedan ser colocadas sobre él, la fig. 7-5 muestra la disposición del portasustrato.

Para hacer el prefundido del evaporante, y lograr que no se contamine con sustancias extrañas la muestra; fue diseñado un obturador, el cual es operado desde fuera del sistema por un botón; con el propósito de que la hermeticidad del sistema sea mantenida. La figura 7-6 muestra su diseño y la forma de instalarlo.

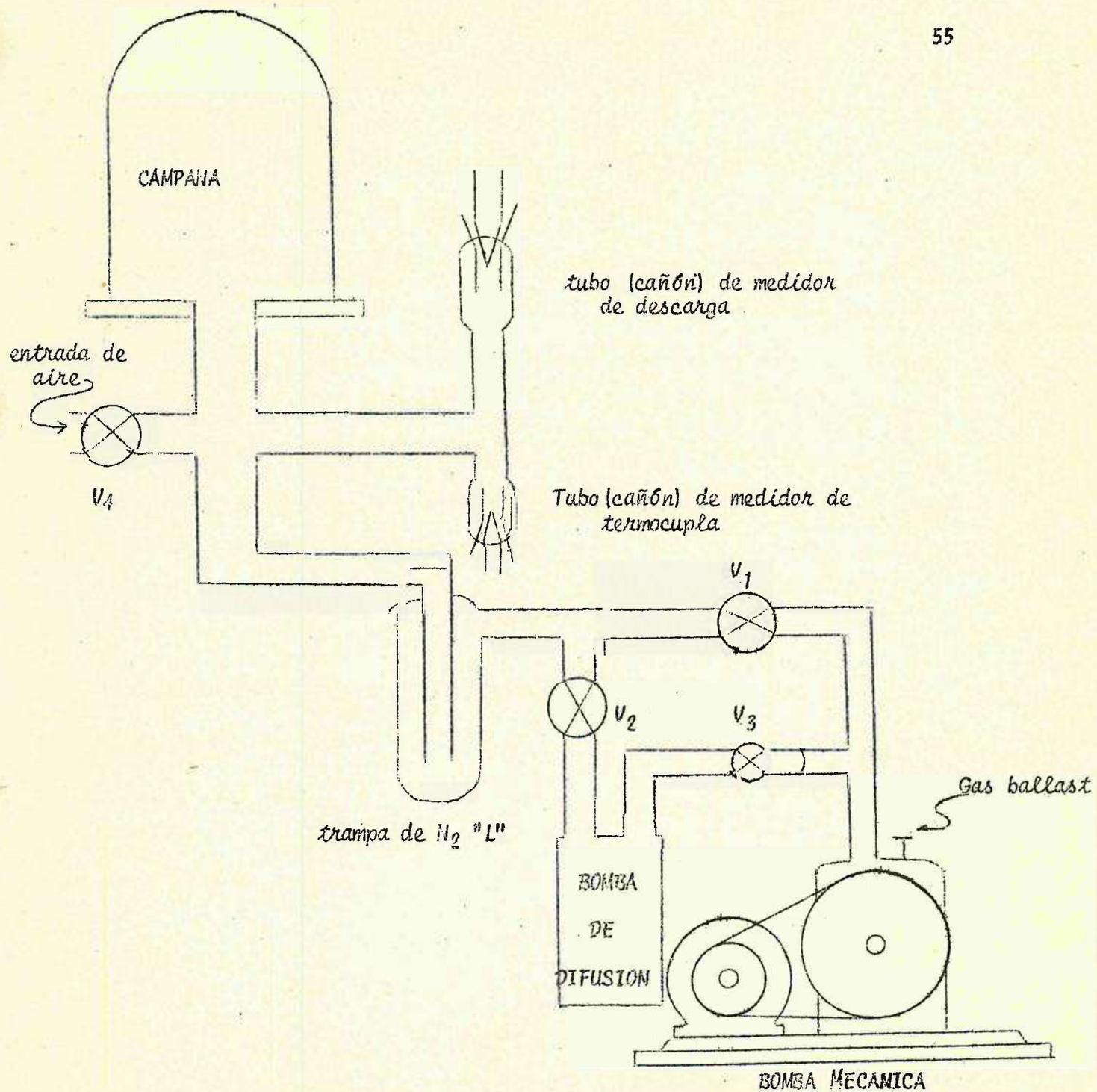
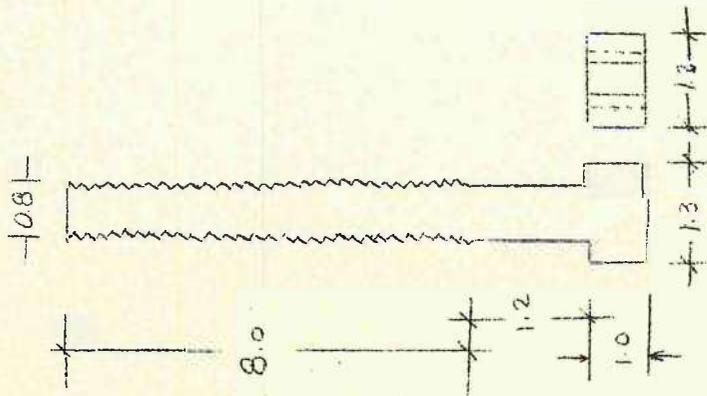


Fig. 7-1

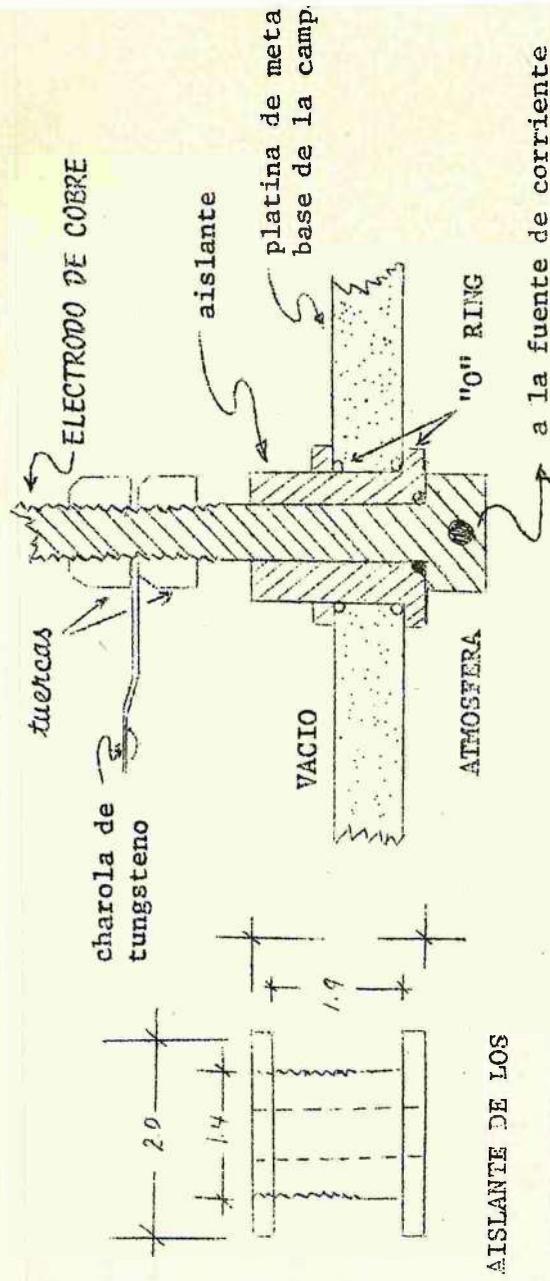
LINEA Y CONEXIONES DEL SISTEMA
DE VACIO DEL EVAPORADOR

DISEÑO DE LAS PIEZAS PARA LA EVAPORADORA



ELECTRODOS DE GRAN
CORRIENTE EMPLEADOS
COMO CONECTORES DEL
CALEFACTOR DE TUNGSTENO

Fig. 7-2

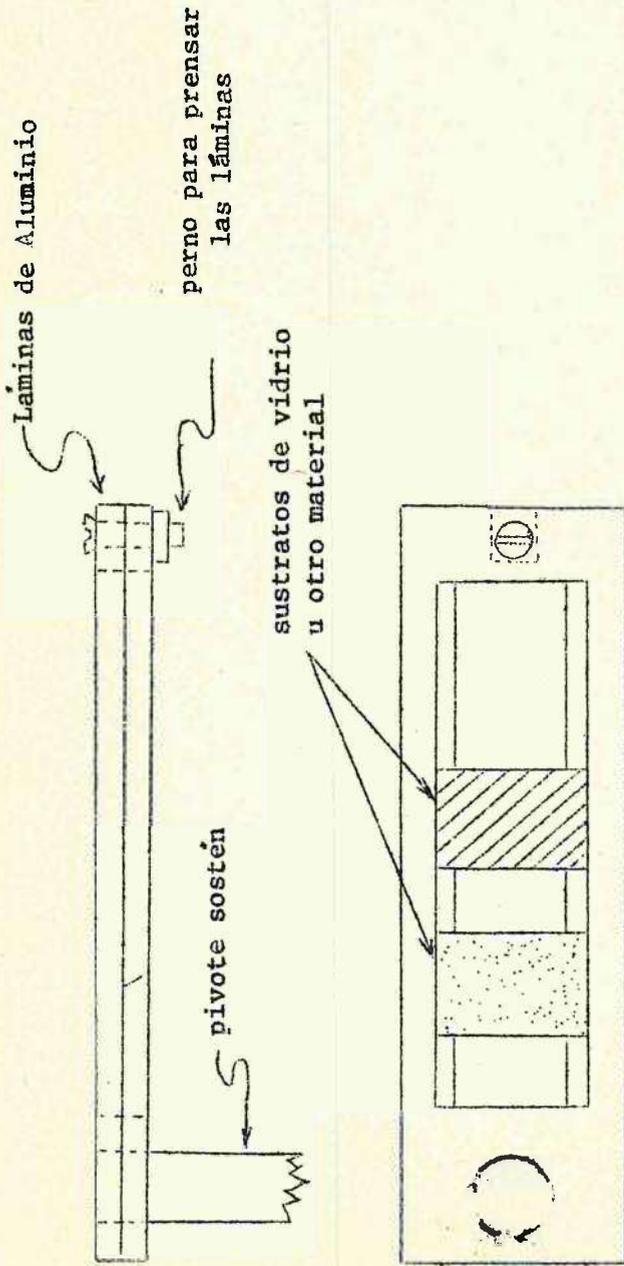


AISLANTE DE LOS
ELECTRODOS

Fig. 7-3

FORMA EN QUE ESTA CONECTADO EL
ELECTRODO Y LA MANERA DE AIS--
LAR EL SISTEMA

Fig. 7-4



El sistema de mascarilla empleado para dar la forma y dimensiones de las películas en los sustratos, es hecho a base de delgadas hojas de papel de aluminio que son colocadas convenientemente en el porta sustratos antes de colocar el sustrato en cima de la mascarilla.

FIG. 7-5 VISTA LATERAL Y FRONTAL DEL PORTA SUSTRATO USADO EN EL SISTEMA DE EVAPORACION

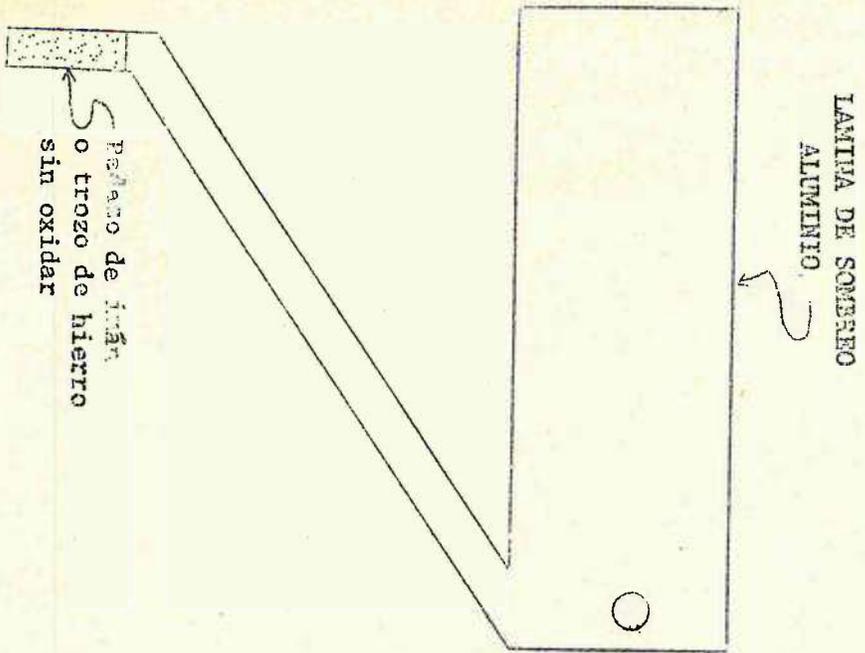


Fig. 7-4

VISTA FRONTAL DEL SHUTTER O SOMBRERADOR
CONSTRUIDO PARA EL SISTEMA
DE EVAPORACION

El sombrero para evitar la contaminación del sustrato cuando se efectúa el pre-fundido del material a evaporar, es provisto por una lámina de aluminio instalada de tal manera que, pueda girar alrededor al perno de sostén, a fin de poderlo mover desde fuera del sistema por un imán, sin alterar la hermeticidad del sistema.

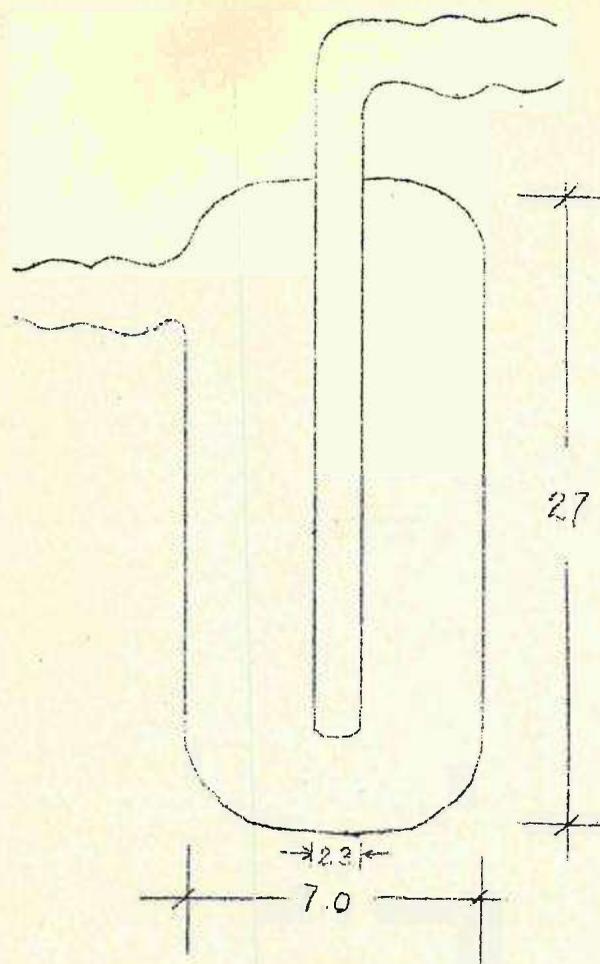


Fig. 7-7

* Medidos en Centímetros

TRAMPA DE VIDRIO PYREX

Trampa de vidrio enfriada con nitrógeno líquido, usada después de la bomba de difusión, con el objeto de evitar que partículas de aceite puedan contaminar el sistema, o que vapores condensables de agua u otra sustancia puedan contaminar el aceite de las bombas.

INSTRUCCIONES PARA EL MANEJO DE LA EVAPORADORA

ENCENDIDO

- 1) Asegurarse que la bomba mecánica tenga el nivel adecuado de aceite
 - 2) El medidor de descarga esté desconectado
 - 3) Que la campana haga cierre hermético con el "o"-ring circular plano que existe entre su base y el plato metálico
 - 4) Que la trampa de vidrio se encuentre aproximadamente a temperatura ambiente.
 - 5) La bomba difusora deberá estar desconectada eléctricamente
 - 6) Cierre las llaves V_3 , V_2 , V_4
 - 7) Abra la llave V_1
 - 8) Si el sistema ha estado expuesto durante mucho tiempo al medio ambiente, abra la llave del gas ballast de la bomba mecánica que se encuentra junto a la trampa de aspiración
 - 9) Conecte la bomba mecánica eléctricamente, dejándola funcionar durante una hora aproximadamente
 - 10) Cierre la llave de Gas ballast
 - 11) Deje que la bomba mecánica extraiga el gas, hasta que el medidor de termocupla indique 0.1 torr o menos
 - 12) Abra las llaves V_2 , V_3 y deje de nuevo que el medidor de termocupla indique 10^{-1} torr o menos
 - 13) Cierre V_2 y V_3 para poder hacer el profundido del material a evaporar, la presión existente debe de ser de 10^{-2} o menos
 - 14) Simultáneamente conecte la fuente de gran corriente y abra la llave del gas ballast, bástando de 5 a 15 seg para profundir; depen--
-

diendo de la naturaleza y cantidad del material a evaporar

- 15) Cierre la llave del gas ballast después de 3 min. de desconectada - la fuente de corriente.
- 16) Deje trabajar la bomba mecánica hasta que el vacío sea de 5×10^{-2} torr o menos
- 17) Cierre la válvula V_1
- 18) Conecte la bomba de difusión eléctricamente (asegúrese de que el agua este circulando por el sistema de enfriamiento de la bomba de difusión con el caudal adecuado)
- 19) Abra las válvulas V_2 y V_3
- 20) Después de aproximadamente 20 minutos, coloque nitrógeno líquido en el termo que cubre la trampa hasta llenarlo, hágalo despacio pues es peligroso. Cuidado de mantenerlo a su máximo nivel mientras se evapora
- 21) Cuando el medidor de termocupla indique 10^{-2} torr, conecte el medidor de descarga
- 22) Deje bombear el sistema durante aproximadamente 90 minutos, si el sistema no ha estado en uso, tiempo adicional será necesario para alcanzar el vacío no conductor necesario para la evaporación que es de 10^{-3} torr o menos.

APAGADO

- 1) Desconecte la bomba de difusión, sin suspender la corriente de enfriamiento. (caudal de agua)
- 2) Cierre las válvulas V_2 , V_3
- 3) Puede en este momento efectuar la evaporación, conectando la fuente

de corriente, luego que el material se ha evaporado desconecte la -
fuente. "ASEGURESE DE HACER ESTO"

- 4) Desconecte los medidores
- 5) Vacíe el termo de Nitrógeno líquido y espere durante 10 minutos apro-
ximadamente hasta que alcance la temperatura ambiente.
- 6) Abra la llave $\frac{1}{4}$ y deje entrar aire al sistema; puede entonces qui-
tar la cubierta de vidrio (campana) del sistema.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Cuando son usadas bombas rotativas, difusoras y trompas de poca velo-
cidad en comunicación con conectores de diámetro reducido y longitud lar-
ga; el tiempo para lograr un vacío adecuado para procesos de evaporación-
se hace largo y tedioso y no resulta muy económico.

El hecho de usar bombas rotativas y difusoras de gran velocidad en -
sistemas de vacío dinámico (que se exponen constantemente al medio ambien-
te) ayuda a agilizar los procesos de investigación en esta rama.

Cuando es necesario el uso de trampas de nitrógeno líquido, que son-
expuestas frecuentemente a presión atmosférica, es recomendable esperar -
que alcancen la temperatura ambiente, con el objeto de evitar condensa-
ción de gases, que aumentan considerablemente el tiempo de evacuación del
sistema.

La calidad de las películas depositado solo pudo ser observada en el uso como contactos óhmicos, lo que impide que se puedan agregar otro tipo de observaciones, y dado que son influenciados por el vacío residual (10^{-4} mm de Hg) su pureza no fue muy alta.

En el evaporador construido solo es posible evaporar un material cada vez. Siendo necesario la exposición de la muestra a la atmósfera antes de hacer otro depósito sobre ella.

Para poder evaporar más de un material, antes de exponer la muestra al medio ambiente, es necesario introducir un electrodo más, por cada material diferente a ser evaporado. Dado que la temperatura de evaporación es diferente para los materiales; una fuente de poder de 50-60 amperios se hace imprescindible.

Es recomendable instalar en el sistema una trampa de metal y una bomba de difusión de mayor velocidad de bombeo, conectado todo el sistema por tubería de acero inoxidable, por sus características de poca desgasificación (casi nula a 10^{-11}), facilidad de establecer conexiones herméticas y el hecho de que es fácilmente obtenible en plaza. Las uniones metálicas es recomendable que se hagan con soldadura de plata, pues las fugas que presenta este tipo de unión es casi nula.

DETALLES EXPERIMENTALES

a) Obtención del vacío.

El vacío obtenido a través del sistema mostrado en la figura 8 fué de $\approx 10^{-4}$ torr, pues no se contaba en ese momento con medidor capaz de detectar medidas abajo de esa región; usándose para sellar fugas en la región de los electrodos y en la parte metálica, pintura "GLYPTAL"

b) Sobre la evaporación:

Las películas fueron depositadas sobre sustratos de cristales de NaCl ; Ca^{++} ; sobre vidrio porta objetos de microscopio; sobre cristales de Germanio "tipo n y tipo p" por evaporación al vacío de materiales de pureza indefinida, salvo el oro que tenía, alta pureza. La fuente desde la cual se efectuó la evaporación consistía, en charolas de tungsteno especialmente diseñadas para este fin. En la figura* podemos ver el dispositivo usado para la preparación de las películas. Existiendo, cuando la fuente consume su máxima corriente, una diferencia de potencial de 5 Volt y ≈ 35 amperios entre los terminales del calefactor de tungsteno.

La distancia a que fue colocado el sustrato de la fuente de evaporación fue de 4 cm.

La resistencia Ohmica que se obtuvo usando oro en evaporaciones hechas

* Página 66.a

sobre sustratos de NaCl: Ca^{++} fue de $6 \Omega \times \text{cm.}$

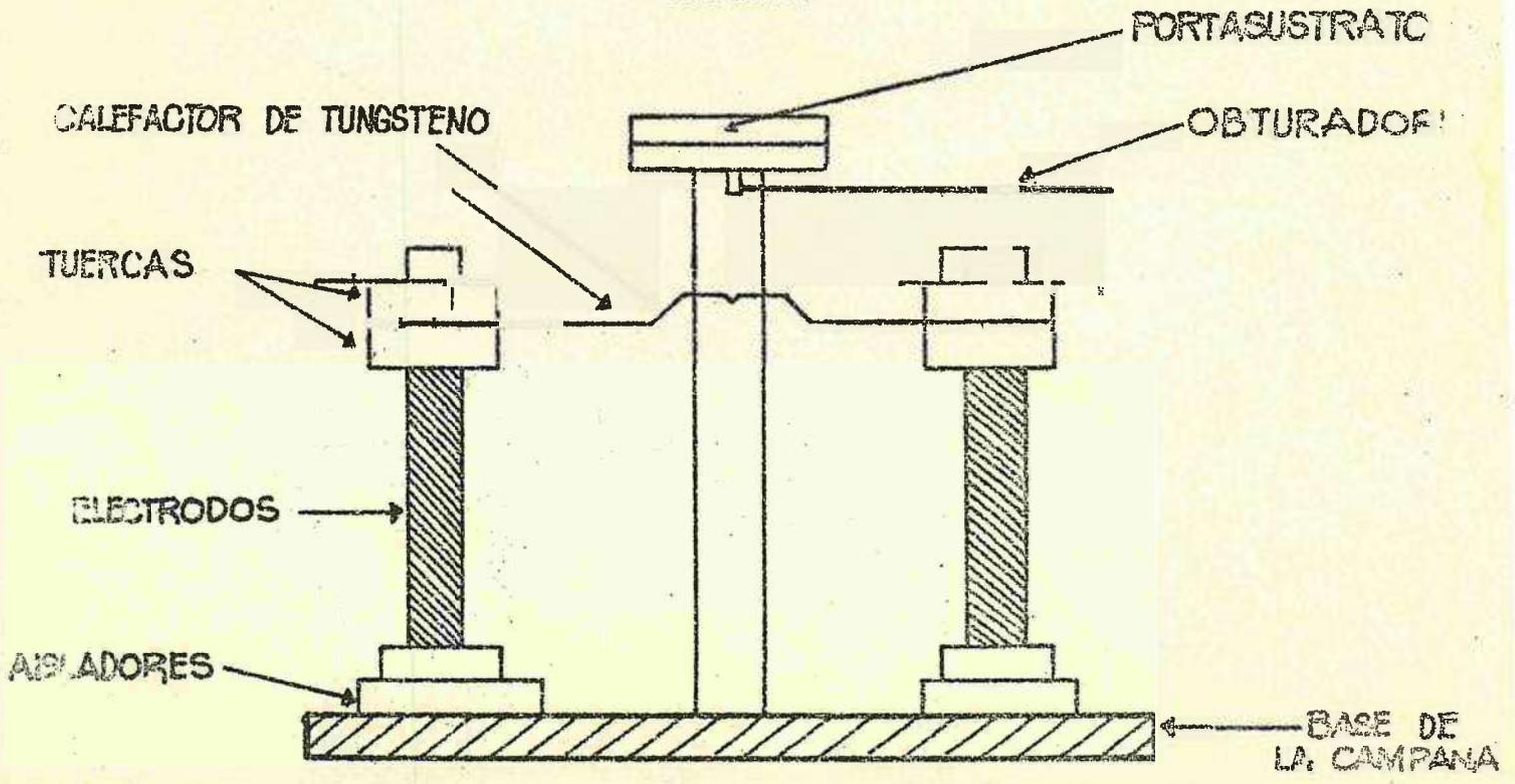
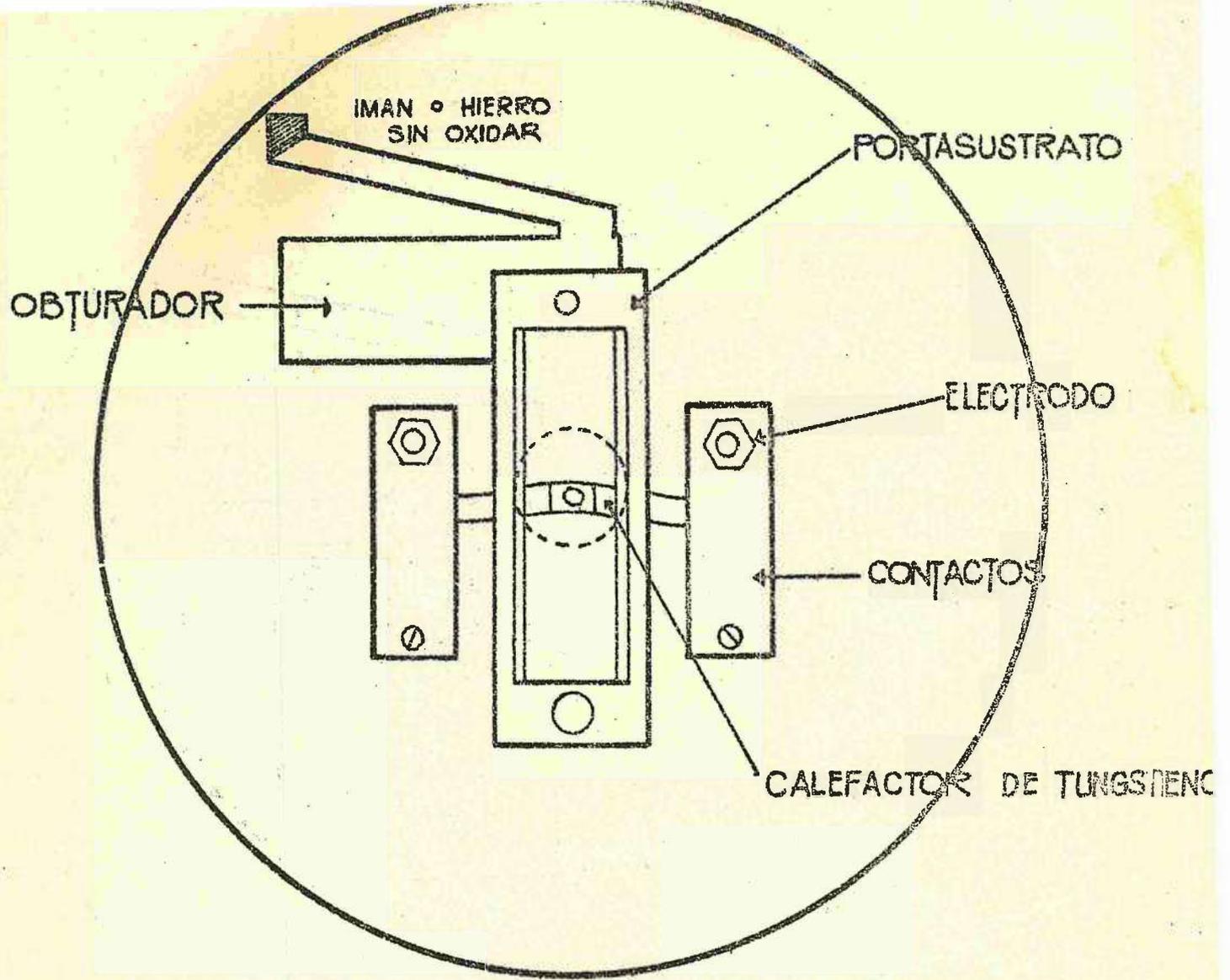
LOS VOLTAJES Y CORRIENTES USADOS

	Volt.	Amp.	tiempo	Pureza
Aluminio	6	35	3 min.	99%
Oro	4	25	1 min.	99.99%
Indio	2	20	40 seg	—
Estaño	2	20	30 seg	—

Comentarios

- El aluminio ataca los calefactores de tungsteno cuando su calentamiento se efectúa por contacto directo, esto reducía la cantidad de aluminio evaporado. Para fundir aluminio por este método hay que desgasificarlo y profundirlo aparte del calefactor, como indica JOHN STRONG en TECNICAS DE FISICA EXPERIMENTAL pag. 160 y siguientes. Tomo I. El calor del vapor de aluminio es de color azul-verdoso pálido
- El vapor de oro es de color atornazolado-violeta-blanco
- La temperatura del sustrato fue de $\approx 25^\circ\text{C}$
- La limpieza del sustrato se hizo mediante la técnica para depósitos químicos en vidrio, más no así, la efectuada sobre cristales iónicos pues estos se disuelven con facilidad.

-
- Se usó un variac de (0 - 140) Volts para regular el paso de corriente al calefactor.
 - Las evaporaciones hechas de oro fueron utilizadas solamente como contactos Ohmicos
 - Se notó la importancia que tiene la limpieza del sustrato sobre la calidad y adherencia de la película sobre el sustrato.
 - Dependiendo de la naturaleza del evaporante, así deberá de escogerse el tipo de calefactor pues algunos materiales reaccionan entre sí; la adherencia sobre cristales de Germanio fue muy pobre debido en parte a la poca limpieza que le fué suministrado.
-



ANEXOS

TABLAS:

VALORES DE CONSTANTES DE ALGUNOS GASES

Gas	Masa de una molé- cula en $9 \times 10^{-24}g$	Diámetro de una molécula en cm $\times 10^{-8}$	recorrido libre medio a 1 torr 0°C en cm \times 10^{-3}	Velocidad a 15°C cm/seg \times 10^5
H_2	3.35	2.7	8.8	1.74
H_e	6.64	2.2	13.0	1.23
H_2O	29.9	4.6	3.0	58
N_2	46.5	3.7	4.5	46
O_2	53.1	3.0	4.8	43
CO	46.5	3.8	4.5	46
CO_2	73.0	4.6	3.0	37
Hg	334	5.1	2.2	17

Tomada de *Fundamentals of vacuum science and
Technology* Gerhard, Lewin McGraw Hill Book Company 1965

TEMPERATURA DE EVAPORACION DE ALGUNOS

METALES

Material	temperatura de evaporación ab- soluta	Material	Temperatura de evapo- ración absoluta
Hg	320	Pb	1000
Cs	433	Sn	1148
Rb	450	Cr	1190

Material	temperatura de evaporación absoluta	Material	Temperatura de evaporación absoluta
K	480	Ag	1319
Cd	541	Au	1445
Na	565	AL	1461
Zn	623	Cu	1542
Mg	712	Fe	1694
Sr	811	Hg	1717
Li	821	Pt	2332
Ca	878	Mo	2755
Ba	905	C	2795
Bi	913	W	3505
Sb	973		

FORMULAS, constantes y unidades

Fórmula semiempírica derivada por Knudsen para el cálculo de impedancias de líneas de conducción de vacío

$$z = 1.59 \times 10^{-5} \sqrt{\frac{273M'}{T}} \left(\frac{l}{d^3} + \frac{4}{3d^2} \right) \text{ Seg/cm}^3$$

M' : peso molecular del gas a evacuar

T : temperatura en °K

l : longitud de la línea en milímetros

d : diámetro de la línea en milímetros

Esta fórmula es válida, cuando "d" es menor que el recorrido libre medio de las moléculas.

Tomado de John Strong y Colaboradores

"TECNICAS DE FISICA EXPERIMENTAL" Tomo I

"ELIPEGA" página 92

UNIDADES DE PRESION

Unidad de presión	Definición	Factor de conversión
1 atmósfera	1.013.250 dinas/cm ²	760 torr
1 torr	1/760 de la presión atmosférica	1 milímetro de mercurio (mm Hg)
1 micron	10 ⁻³ mm Hg	1 millitorr
1 Bar	10 ⁶ dinas/cm ²	750 torr

K : constante de Boltzman $K = 1.38 \times 10^{-16} \frac{\text{dina} \cdot \text{cm}}{^\circ\text{C}}$

m : masa molecular del aire $m = 4.811 \times 10^{-23}$ gramos

Fórmula para calcular el recorrido libre medio en función de T, P y σ

$$\lambda = \frac{KT}{\sqrt{2} \pi P \sigma^2}$$

$$\lambda_1 = \frac{494 \times 10^{-3}}{P} \quad \text{para aire a } 20^\circ \text{ centígrados}$$

$$\lambda_2 = \frac{3.24 \times 10^{-3}}{P} \quad \text{vapor para agua a } 20^\circ \text{ centígrados}$$

 Bibliografía:

Strong John y colaboradores "TECNICAS DE FISICA EXPERIMENTAL" Tomo I ELI-
PERA (1965)

Dushman J. Lafferty "SCIENTIFIC FOUNDATION OF VACUUM TECHNIQUE", Wiley
& son, New York 2a. edición 1962

Lewin - Gerhard "FUNDAMENTALS OF VACUUM SCIENCE AND TECHNOLOGY" McGraw-
Hill Book Company

Van Atta "VACUUM SCIENCE AND ENGINEERING" McGraw Hill Book Company

Francombe M. H. and Johnson J. E. "PHYSICS OF THIN FILMS" Editada por -
George Hass y Rudolf E. Thun Volumen 5 (1969)

Lichman David "BASIC PRINCIPLES OF VACUUM" The Physics Teacher, volumen
13 nº 3 marzo. 1975

Dennis, H.T.M. y Heppell T. A. "VACUUM SYSTEM DESIGN" High Vacuum series
"Chapman and Hall Ltd. 11 New Fetter Lane London Ec 4 (1968) Barnes & No-
ble INC (USA)

Leaver, K. J. & Chapman B.W "THIN FILMS" editada por Taylor & Francis
(1971) Springer - Verlag New York Inc.

Autores varios "VACUUM EVAPORATION" Casa Editora Chapman and Hall Ltd.
sexta edición (1970)

Segovia José L. "PRODUCCION Y MEDIDA DEL VACIO" *Electrónica y Física Apli-*
cad, Publicación del Centro de Investigaciones Físicas
 Leonardo Torres Quevedo Julio-Septiembre (1966) N° 35

Ritter E.

RECENT PROGRESS IN THE PREPARATION OF THIN FILMS

Electronica y física aplicada, publicación del centro de investigacio-
 nes Leonardo Torres Quevedo, Julio (1966) Pag 323 y siguientes

II Reunión del vacío y sus aplicaciones

Electrónica y Física Aplicada, publicación del centro de investiga-
 ciones Leonardo Torres Quevedo 1er trimestre de 1971

Bush William E. "Elements of the vacuum System" Cap. 2

Kennard E. H. "Kinetic theory of Gases" McGraw-Hill Book Company Inc. New-
 York (1938)

Steinherz H. A. Redhead P. A.

"ULTRAHIGH VACUUM" *Physics Today*

Murgatroyd P. N.

"SIMPLE MODELS OF INJECTING METAL - INSULATOR CONTACTS" *American -*
Journal of Physics Volume 42/8 agosto 1974.