



GERENCIA DE FISICA-GAIyANN
DISPOSITIVOS Y SENSORES-MBE

INT-
INN_03DYS_MBE-
03

Informe Técnico

Página: 1 de 6

TÍTULO: DESGASE DE CELDAS Y CALIBRACIÓN DE FLUJOS EN SISTEMA MBE C21 RIBER

1. OBJETIVO

Durante la ultima etapa de la puesta en marcha del sistema de crecimiento MBE, se realizo un proceso denominado desgase de celdas. Para algunas de ellas mas específicamente para los elementos del grupo III, este procedimiento viene acompañado de una calibración del flujo de material que sale de la celda en función de la temperatura. El presente informe muestra los datos obtenidos de las celdas en esta etapa final de la puesta a punto.[1, 2]

2. SOLICITANTE

Hernán Pastoriza, investigador a cargo del equipamiento.

Preparó

Nombre y Apellido (Filiación)	Firma
LEONARDO SALAZAR A (CONICET-IB)	
MANUEL GONZALEZ (CONICET-IB)	

Aprobó

Nombre y Apellido	Fecha	Firma
HERNAN PASTORIZA (CNEA)	28/01/2017	

NOTA: Este documento es propiedad de CNEA y se reserva todos los derechos legales sobre él. No está permitida la explotación, transferencia o liberación de ninguna información en el contenido, ni hacer reproducciones y entregarlas a terceros sin un acuerdo previo y escrito de CNEA.

CNEA	DESGASE DE CELDAS Y CALIBRACIÓN DE FLUJOS EN SISTEMA MBE C21 RIBER	INT- INN_03DYS_MBE-03 Página: 2 de 6
-------------	---	--

ÍNDICE

1.	OBJETIVO	1
2.	SOLICITANTE	1
3.	DESARROLLO	3
3.1.	Desgase del manipulador	3
3.2.	Desgasado de celdas dopantes Si y Be	3
3.3.	Celdas del grupo III Ga, In, Al	3
3.4.	Desgase de la celda de Arsénico	4
3.5.	Desgase de filamentos secundarios	5
4.	REFERENCIAS	5
5.	INFORMACIÓN DE CONTACTO	6

3. DESARROLLO

3.1. Desgase del manipulador

Este proceso llevo a cabo en 2 etapas, la primera duro 24 h y se realizo suministrando 16 A de corriente eléctrica al calefactor del manipulador, usado el control de temperatura por potencia (84.2%). Durante esta etapa en el manipulador se coloco un platen o porta-muestras previamente desgasado. Durante este primer periodo la presión de la cámara alcanzo 7×10^{-8} Torr y una temperatura en el manipulador de aproximadamente 1228 °C.

La segunda etapa de desgase consistio en bajar la temperatura del manipulador a aproximadamente 300 °C, sacar el platen y posteriormente subir la corriente manualmente a 14 A (74 %) durante 15 h, como el contacto térmico de la termocupla se encuentra cercano al platen, sin este se registra una temperatura de 744 °C sin embargo con esta potencia y un platen colocado, usualmente la temperatura es de aproximadamente 1100 °C. finalizada esta etapa se retorna el manipulador a la temperatura de *stand-by* de 300 °C

3.2. Desgasado de celdas dopantes Si y Be

Para estas celdas el proceso consistió en calentar de manera lenta hasta alcanzar la temperatura deseada [3]. La celda de silicio desde su temperatura de *stand-by* de 600 °C hasta 1250 °C por un periodo de 4 h la presión en la cámara no se vio significativamente alterada, permaneciendo en le rango cercano a 6×10^{-10} Torr. para alcanzar dicha temperatura se aplicaron 12 A y 14.6 V.

La celda de berilio se hace de manera similar al silicio, sin embargo en este caso la temperatura final no puede superar 500 °C para evitar efectos de memoria y contaminación del equipo. El tiempo de desgase en esta celda particularmente es de tan solo 2 h. Terminado este periodo de tiempo la celda vuelve lentamente a la temperatura de *stand-by* de 200 °C . La presión en la cámara no superó 1.3×10^{-9} Torr.

3.3. Celdas del grupo III Ga, In, Al

Según el manual de usuario proporcionado por la empresa RIBER para estas celdas es necesario realizar una calibración del flujo a las temperaturas de operación. el desgase de las celdas se producirá entre 20 °C a 30 °C por encima de la temperatura típica de operación.

Tabla 1: temperaturas y flujos típicos de operación

Celda	Temperatura (°C)	Flujo (Torr)
Ga	970	1×10^{-6}
In	705	3×10^{-7}
Al	1090	2×10^{-7}

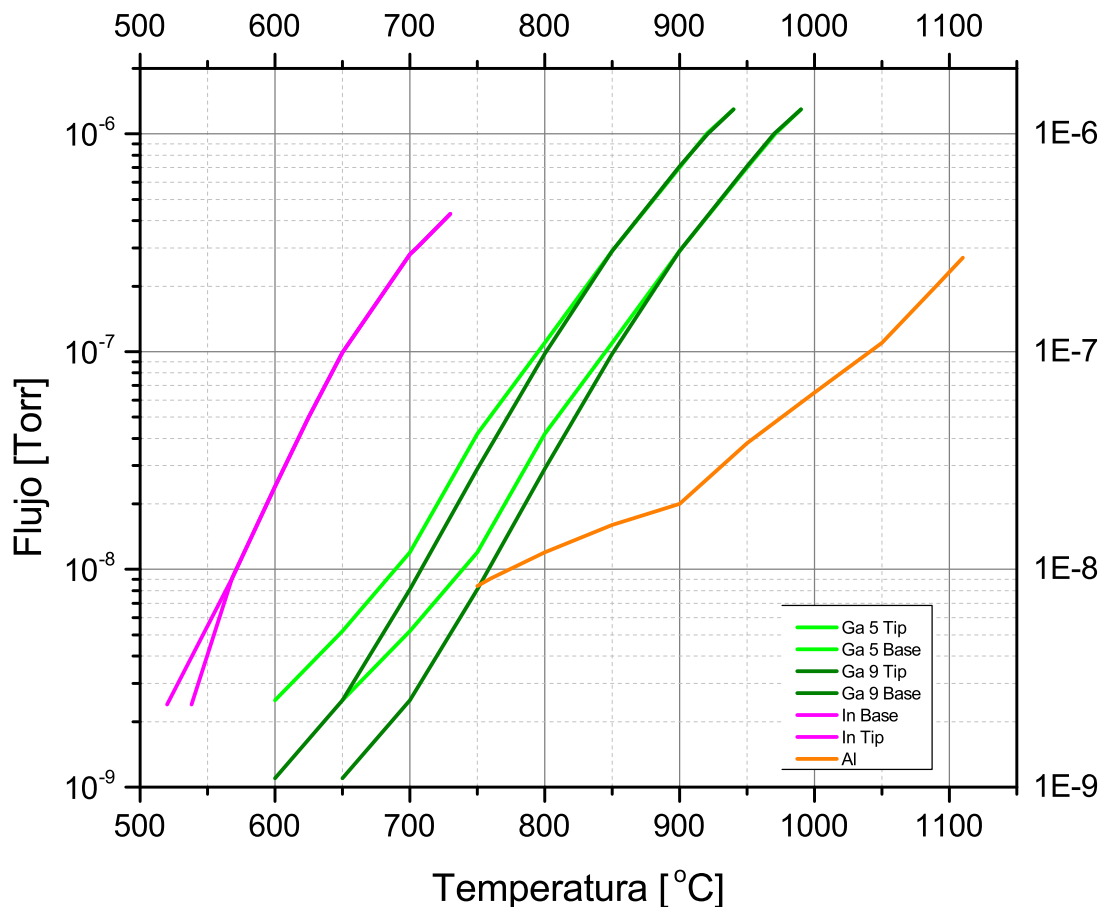


Figura 1: Flujos medidos en función de la temperatura para las diferentes celdas de efusión de elementos del grupo III (Ga, In, Al)

Las celdas fueron calentadas una a la vez por un periodo de 5 h de la siguiente manera: Se abre el *shutter* y se eleva la temperatura de la celda hasta alcanzar el valor de operación en un periodo no menor a 30 min, midiendo el flujo durante la rampa aplicada, se establece la temperatura de desgas y se monitorea el flujo. Posteriormente se retira el medidor de flujo y se mantiene la temperatura de desgas por 4 h. Finalmente se regresa la temperatura de la celda a su valor de *stand-by* en un tiempo no menor a 30 min.

En la figura 1 a continuación, se muestran las curvas de flujo en función de la temperatura para cada celda del grupo III, las celdas de galio e indio cuentan con doble calefactor independiente, por lo cual se discrimina la temperatura en cada parte de la celda. El sistema tiene 2 celdas de galio identificadas como Ga 5 y Ga 9.

3.4. Desgase de la celda de Arsénico

La celda evaporadora de arsénico tiene un procedimiento diferente a las demás, si bien esta celda posee hasta 3 calefactores como se mostró en el informe [4, INT-INN_03DYS_MBE-002] el control del flujo se realiza mediante la apertura de una válvula de aguja que libera el gas de arsénico contenido en el recipiente evaporador. Debido a que este contenedor tiene una inercia térmica muy

grande, los cambios de temperatura no pueden ser mayores a $1\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$. teniendo en cuenta que la temperatura de *stand-by* en esta celda es de tan solo $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ y la temperatura de operación ronda los $350\text{ }^{\circ}\text{C}$, toma mucho tiempo calentar por radiación el recipiente contenedor de arsénico para que exista la suficiente presión de vapor para obtener un flujo de condiciones de crecimiento.

El manual de usuario [5] no es muy específico en este tema, así que de manera resumida, lo que se hizo fue realizar aumentos de $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta llegar a una temperatura de $300\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dejando la válvula de control del gas completamente abierta y elevando la temperatura del *cracker* a $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Se espero por mas o menos 5 h y una vez se estabilizo la temperatura del evaporador y la presión en la cámara principal (3.6×10^{-7} Torr) se midió el flujo insertando el manómetro de flujo en la cámara (9.8×10^{-7} Torr). Según el manual el fabricante recomienda llegar a 1×10^{-6} Torr y mantener esta atmósfera de arsénico por 30 min. En nuestro caso esperamos en 9.8×10^{-7} Torr por un periodo cercano a 40 min, después se cerró la válvula de control del flujo y se coloco el *cracker* a su temperatura típica de $600\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Finalmente se elevo la temperatura lentamente hasta $3360\text{ }^{\circ}\text{C}$ y se espero por cerca de 12 h para realizar la nueva medición de flujo, la cual dio cerca de 3.5×10^{-5} Torr para una presión en la cámara de 1.4×10^{-5} Torr y la válvula de control de arsénico abierta un 40 %. Este valor de flujo esta ligeramente por encima de las condiciones típicas de operación [6] y por sugerencia de la empresa se cerro la válvula y se redujo la temperatura del evaporador a $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ y se da por finalizado el desgas de la celda de arsénico.

3.5. Desgase de filamentos secundarios

Una vez desgasadas todas las celdas de efusión, se realiza el desgas de filamentos en equipos restantes como el REED, RGA, manómetros y bombas de sublimación de titanio, para completar el proceso de puesta a punto del equipo de crecimiento.

Particularmente, el filamento del REED se coloco a 1 A por cerca de 3 h, acompañado durante este mismo periodo de tiempo por un análisis de gases residuales con el RGA.

Los filamentos de manómetros y bombas de sublimación se desgasan seleccionando la función *Degas* disponible en cada controlador de manómetro y bomba de sublimación.

4. REFERENCIAS

- [1] L. S. Alarcón, M. G., 2017. "Informe int-inn_03dys_mbe-001". *CNEA*.
- [2] L. S. Alarcón, M. G., 2017. "Procedimiento operativo po-inn_03dys_mbe-002". *CNEA*.
- [3] Riber, 2015. "Manual de usuario de software crystal de riber". *Riber*.
- [4] L. S. Alarcón, M. G., 2017. "Informe int-inn_03dys_mbe-002". *CNEA*.
- [5] Riber, 2015. "Manual de usuario de riber c21". *Riber*.
- [6] Riber, 2015. "Manual 608 354 42 n para celda de arsénico". *Riber*.

CNEA	DESGASE DE CELDAS Y CALIBRACIÓN DE FLUJOS EN SISTEMA MBE C21 RIBER	INT- INN_03DYS_MBE-03 Página: 6 de 6
-------------	---	--

5. INFORMACIÓN DE CONTACTO

- Leonardo Salazar A: leonardo.salazar.alarcon@cab.cnea.gov.ar mail alternativo ldsalazaralarcon@gmail.com
- Manuel Gonzalez: manuel.gonzalez@ib.edu.ar mail alternativo manue.gonzalez.brc@gmail.com
- Hernán Pastoriza: Investigador a Cargo del Equipo hpastoriza@gmail.com
- Servicio al Cliente Riber: Richard Roger: rroger@riber.fr
- Crecedor oficial de RIBER Lamis LOUAHADJ : llouahadj@riber.fr
- Técnico que instalo el equipo Sebastien Catala: scatala@riber.fr
- Personal técnico del edificio de Nanociencia Julián Azcarate: azcarate@cab.cnea.gov.ar