

**DISEÑO DEL SISTEMA DE CONTROL DE TEMPERATURA EMPLEADO EN UN  
PROCESO DE EVAPORACIÓN PARA FABRICAR CELDAS TIPO PELÍCULA  
DELGADA**

**JUAN WILFREDO PINTO URIBE  
NOÉ FERNANDO ANAYA RIAÑO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-MECÁNICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍAS ELÉCTRICA, ELECTRÓNICA Y DE  
TELECOMUNICACIONES  
BUCARAMANGA**

**2017**

**DISEÑO DEL SISTEMA DE CONTROL DE TEMPERATURA EMPLEADO EN UN  
PROCESO DE EVAPORACIÓN PARA FABRICAR CELDAS TIPO PELÍCULA  
DELGADA**

**JUAN WILFREDO PINTO URIBE  
NOÉ FERNANDO ANAYA RIAÑO**

**Trabajo de grado para optar al título de ingeniero electrónico**

**Directora**

**MÓNICA ANDREA BOTERO LONDOÑO**

**Doctora en ciencias-física**

**Codirectora**

**MARÍA ALEJANDRA MANTILLA VILLALOBOS**

**Doctora en ingeniería**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-MECÁNICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍAS ELÉCTRICA, ELECTRÓNICA Y DE  
TELECOMUNICACIONES  
BUCARAMANGA**

**2017**

## DEDICATORIA

*A mis padres por ser el pilar fundamental en todo lo que soy, en mi educación, tanto académica, como de la vida, por su incondicional apoyo perfectamente mantenido a través del tiempo.*

*Todo este trabajo ha sido posible gracias a ellos.*

*Juan Pinto.*

*A Dios.*

*Por haberme permitido llegar hasta este punto y haberme dado la salud, la vida y su infinito amor.*

*A mi madre Melva.*

*Por haberme apoyado en todo momento, por sus consejos, su paciencia y por ser esa persona que siempre me brinda su amor. Mamá gracias por darme una carrera para mi futuro, todo esto te lo dedico a ti hermosa mujer.*

*A mis familiares.*

*A mis hermanas, que fueron motor fundamental, en este proceso y siempre me daban ánimo para seguir adelante. A mi abuelo Bernabé, que me brinda su apoyo incondicional todo el tiempo.*

*A mis maestros.*

*A todos aquellos profesores que fueron fundamentales en este proceso, en el que cada día compartían tiempo de sus vidas, para ayudar a formarnos como profesionales. A las profesoras Mónica y Alejandra que nos guiaron y brindaron sus conocimientos y apoyo, para llevar a feliz término este proyecto de grado.*

*Noé Fernando Anaya*

## CONTENIDO

<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	<b>13</b>
<b>1. DESCRIPCIÓN DEL TRABAJO DE GRADO</b> .....	<b>15</b>
1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	15
1.2 OBJETIVOS .....	16
1.2.1 <i>Objetivo general.</i> .....	16
1.2.2 <i>Objetivos específicos.</i> .....	17
<b>2. ANTECEDENTES Y SITUACIÓN ACTUAL</b> .....	<b>18</b>
<b>3. MARCO TEÓRICO</b> .....	<b>20</b>
3.1 CRISOLES O CONTENEDORES DE LOS ELEMENTOS PRECURSORES ....	20
3.2 INSTRUMENTACIÓN PARA SENSADO DE TEMPERATURA .....	22
3.2.1 <i>Termopar</i> .....	23
3.3 ACONDICIONAMIENTO DE SEÑAL .....	26
3.4 SISTEMA DE POTENCIA .....	27
3.4.1 <i>Tiristores de tródo bidireccional (TRIAC, Triode For Alternating Current).</i> ...	27
3.4.2 <i>Detector de cruce por cero.</i> .....	28
3.4.3 <i>Transformadores:</i> .....	28
3.5 CONTROL DEL SISTEMA .....	29
3.5.1 <i>Función de transferencia.</i> .....	29
3.5.2 <i>Control Proporcional Integral</i> . .....	29
<b>4. DISEÑO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS</b> .....	<b>31</b>
4.1 EXTRACCIÓN DEL MODELO DE LA PLANTA.....	31
4.2 EVAPORADORES DE ELEMENTOS PRECURSORES (CRISOLES).....	37
4.4 ACONDICIONAMIENTO DE SEÑAL .....	45
4.5 DETECTOR DE CRUCE POR CERO .....	47
4.7 ESQUEMA GENERAL PARA LA FUENTE DISEÑADA .....	50
<b>5. CONCLUSIONES</b> .....	<b>53</b>
<b>6. RECOMENDACIONES</b> .....	<b>55</b>
<b>BIBLIOGRAFIA</b> .....	<b>56</b>

## LISTA DE TABLAS

TABLA 1 RESUMEN CARACTERÍSTICAS MATERIALES DE FABRICACIÓN DE CRISOLES .....	20
TABLA 2 TIPOS DE TERMOPARES .....	24
TABLA 3 VENTAJAS Y DESVENTAJAS DE LOS PRINCIPALES TRANSDUCTORES DE TEMPERATURA .....	26
TABLA 4 SENSORES Y ETAPAS DE ACONDICIONAMIENTO NECESARIAS .....	27
TABLA 5 ESPECIFICACIONES DE TEMPERATURA, PRESIÓN Y FUENTES PARA EVAPORACIÓN RECOMENDADAS .....	37
<i>TABLA 6 ESPECIFICACIONES DE NAVECILLA DE TUNGSTENO PARA EVAPORACIÓN DE CU Y SN (DIMENSIONES EN PULGADAS) .....</i>	<i>39</i>
TABLA 7 ESPECIFICACIONES PARA NAVECILLA DE TUNGSTENO UTILIZADA EN EVAPORACIÓN DE ZINC (DIMENSIONES EN PULGADAS).....	40
TABLA 8 CAJA Y CUBIERTA PERFORADA DE TANTALIO PARA EVAPORACIÓN DE AZUFRE (DIMENSIONES EN PULGADAS).....	41
TABLA 9 ELEMENTOS REQUERIDOS PARA ACTIVACIÓN DE TRIACS.....	50
TABLA 10 ESPECIFICACIONES DE LOS TRANSFORMADORES .....	52

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 ELEMENTOS PARA EVAPORAR PRECURSORES.....	22
FIGURA 2 ESQUEMA DE UN TERMOPAR.....	23
FIGURA 3 RELACIÓN TENSION VS TEMPERATURA PARA LOS TERMOPARES MÁS COMUNES.....	25
<i>FIGURA 4 CIRCUITO DE POTENCIA PARA CALENTAMIENTO DE LA NAVECILLA.....</i>	<i>31</i>
FIGURA 5 SEÑALES DE TEMPERATURA, TENSIÓN Y CORRIENTES DE SALIDA OBTENIDAS EN MATLAB PARA FUENTE QUE PERMITE EVAPORAR CU, EN Y CALENTAMIENTO SUSTRATO.....	33
FIGURA 6 SEÑALES DE TENSIÓN DE FUENTE Y CONTROL DEL SISTEMA OBTENIDAS CON EL ALGORITMO .....	34
FIGURA 7 SEÑALES DE TEMPERATURA, TENSIÓN Y CORRIENTES DE SALIDA OBTENIDAS EN MATLAB PARA FUENTE QUE PERMITE EVAPORAR ZN Y S. ....	35
<i>FIGURA 8 RESPUESTA AL IMPULSO DE LA PLANTA PARA EVAPORACIÓN.....</i>	<i>36</i>
<i>FIGURA 9 MONTAJE DE CRISOL CON FILAMENTO PARA SWEECIÓN Y CALENTAMIENTO.....</i>	<i>37</i>
FIGURA 10 CONEXIÓN BOTE O NAVECILLA DE EVAPORACIÓN CON EXTENSIONES DE POSICIONAMIENTO Y PASA MUROS .....	39
<i>FIGURA 11 NAVECILLA DE TUNGSTENO PARA EVAPORACIÓN DE COBRE Y ESTAÑO.....</i>	<i>40</i>
<i>FIGURA 12 CAJA DE TANTALIO PARA EVAPORACIÓN DE AZUFRE.....</i>	<i>41</i>
<i>FIGURA 13 CUBIERTA PERFORADA DE TANTALIO PARA EVAPORACIÓN DE AZUFRE .....</i>	<i>42</i>
<i>FIGURA 14 CÓDIGO DE COLORES PARA TERMOPARES TIPO K Y SU CABLE DE EXTENSIÓN.....</i>	<i>43</i>
<i>FIGURA 15 TERMOPAR TIPO K PARA SENSADO DE TEMPERATURA EN CRISOLES Y SUSTRATO...44</i>	<i>44</i>
FIGURA 16 VISTA SUPERIOR DISEÑO CONJUNTO PERFORACION TERMOPARES, CONDUCTORES PARA BOTES DE EVAPORACION.....	45
<i>FIGURA 17 CIRCUITO ACONDICIONAMIENTO DE SEÑAL DE LOS TERMOPARES.....</i>	<i>46</i>
FIGURA 18 ESQUEMÁTICO EN PROTEUS DEL DETECTOR DE PASO POR CERO.....	47
FIGURA 19 PULSOS DE SALIDA DEL DETECTOR DE PASO POR CERO.....	48
FIGURA 20 ESQUEMÁTICO UTILIZADO PARA LA ACTIVACIÓN DE LOS TRIAC .....	49
<i>FIGURA 21 SALIDA DE TENSIÓN EN LA NAVECILLA AL INGRESAR PULSOS DE DISPARO.....</i>	<i>50</i>
FIGURA 22 ESQUEMA GENERAL PARA UNA FUENTE DE EVAPORACIÓN .....	52

## LISTADO DE ECUACIONES

ECUACIÓN 1 RELACIÓN DE TRANSFORMACIÓN.....	28
ECUACIÓN 2 FUNCIÓN DE TRANSFERENCIA DE CONTROLADOR PI.....	30
ECUACIÓN 3 EFECTO JOULE.....	32
ECUACIÓN 4 RELACIÓN ENTRE CALOR ESPECIFICO Y TEMPERATURA.....	32
ECUACIÓN 5 RELACIÓN ENTRE TEMPERATURA Y RESISTENCIA.....	32
ECUACIÓN 6 FUNCIÓN DE TRANSFERENCIA PARA PLANTA QUE PERMITE EVAPORAR CU, SN Y CALENTAR EL SUSTRATO.....	35
ECUACIÓN 7 CONTROLADOR PI PARA FUENTE QUE PERMITE EVAPORAR CU, EN Y CALENTAR EL SUSTRATO.....	36
ECUACIÓN 8 FUNCIÓN DE TRANSFERENCIA PARA PLANTA QUE PERMITE EVAPORAR ZN Y S.....	36
ECUACIÓN 9 CONTROLADOR PI PARA FUENTE QUE PERMITE EVAPORAR ZN Y S.....	37
ECUACIÓN 10 GANANCIA AMPLIFICADOR INSTRUMENTACIÓN AD620.....	46

## **LISTA DE ANEXOS**

**Los anexos se presentan en una carpeta adjunta en el CD**

## RESUMEN

**TÍTULO:** Diseño del sistema de control de temperatura empleado en un proceso de evaporación para fabricar celdas tipo película delgada.\*

**AUTORES:** Juan Wilfredo Pinto Uribe, Noé Fernando Riaño Anaya.\*\*

**PALABRAS CLAVE:** evaporación, vacío, control, temperatura, navicilla, termopar.

### DESCRIPCIÓN:

En este trabajo se realizó el diseño del sistema, control e instrumentación de temperatura necesarios para llevar a cabo la evaporación de precursores en la fabricación de películas delgadas tipo kesterita. Inicialmente se realizó la documentación y selección de crisoles y navicillas empleados para evaporar los elementos precursores, en este caso Cu, Zn, Sn y S; en una segunda fase se realizó un estudio sobre la instrumentación que puede ser usada en el sensado de temperatura de navicillas de evaporación y del sustrato en el que se depositará la película delgada. Posteriormente, se diseñó un algoritmo en Matlab que emula el comportamiento físico del sistema y a partir de éste se obtuvieron las características de temperatura, corriente y tensión en el tiempo; así como la función de transferencia del sistema con el fin de encontrar un controlador, en este caso Proporcional Integral (PI). Una vez obtenidos estos resultados se diseñó la etapa de potencia haciendo uso de transformadores reductores y TRIACs que permiten limitar el flujo de corriente en la carga. Finalmente, se elaboró un diseño de circuitos que detectan el cruce por cero de una señal para controlar la potencia a suministrar a las navicillas y se elaboró otro diseño para el control de disparo de los TRIAC; los cuales permiten la comunicación entre una tarjeta de desarrollo y la etapa de potencia, permitiendo así el flujo de corriente a las navicillas de evaporación para alcanzar la temperatura requerida para cada elemento que forma parte de la película delgada.

---

\* Trabajo de grado

\*\* Facultad de ingenierías fisicomecánicas. Escuela de ingenierías eléctrica, electrónica y de telecomunicaciones.  
Directora: Mónica Andrea Botero Londoño. Codirectora: María Alejandra Mantilla Villalobos.

## ABSTRACT

**TITLE:** Design of the temperature control system used in an evaporation process to make thin film cells.\*

**AUTHORS:** Juan Wilfredo Pinto Uribe, Noé Fernando Riaño Anaya.\*\*

**KEYWORDS:** Evaporation, vacuum, control, temperature, boat, thermocouple.

### DESCRIPTION:

In this work we develop the design of the system, control and instrumentation of the temperature necessary to carry out the evaporation of precursors in the manufacture of thin films type kesterite. Originally, the documentation and selection of crucibles and vessels used to evaporate the precursor elements, in this case Cu, Zn, Sn and S; in a second stage, we do a study about of the instrumentation that can be used in the temperature sensing of evaporation vessels and the substrate in which the thin film will be deposited. Later, an algorithm was designed in Matlab that emulates the physical behavior of the system and from it, we have the characteristics of temperature, current and voltage in time were obtained; as well as the transfer function of the system in order to find a controller, in this case Integral Proportional (PI). Once these results were obtained, the power stage was designed making use of reducing transformers and TRIACs that allow limiting the flow of current in the load. Finally, a circuit design was developed that detected the crossing by zero of a signal to control the power to be supplied to the vessels and another design for the TRIAC trip control was elaborated; which allow the communication between a development card and the power stage, thus allowing the flow of current to the evaporation vessels to reach the required temperature for each element that is part of the thin film.

---

\* Degree work

\*\* Physical-Mechanical Engineering Faculty Electrical, Electronics and Telecommunications (E<sup>3</sup>T) Engineering School, Director Mónica Andrea Botero Londoño, Codirector María Alejandra Mantilla Villalobos.

## INTRODUCCIÓN

Las celdas fotovoltaicas permiten aprovechar el uso de una fuente limpia e inagotable de energía, sin embargo, el uso de estas no se ha globalizado; ya que los costos para implementar un sistema fotovoltaico que pueda remplazar las fuentes de energía que hacen uso de combustibles fósiles son elevados, pues en la fabricación de dichas celdas se utilizan materiales con alta pureza y toxicidad, lo que genera un impacto desfavorable al medio ambiente. Por tal motivo se hace necesario disminuir costos de producción para poder reducir los costos de venta al consumidor, además de hacer uso de materiales más amigables con el medio ambiente y que se encuentren en gran abundancia en la corteza terrestre <sup>1,2</sup>.

La fabricación de la película delgada por medio de la técnica de evaporación es un proceso más económico comparado con las demás técnicas de fabricación de la heterojuntura de películas delgadas (pulverización catódica, electrodeposición, deposición química de vapores, entre otras) y se obtienen características físicas, químicas y ópticas, similares a las obtenidas por procesos más costosos, y complejos que resultan en muchas ocasiones ser contaminantes del medio ambiente <sup>3</sup>.

Para la fabricación de películas delgadas tipo kesterita se hace necesario el diseño de un sistema de evaporación térmica, el diseño que se propone abarca la instrumentación y control de temperatura requeridos en la evaporación de los elementos precursores. La instrumentación requerida en el sensado de temperatura del sistema se hará con

---

<sup>1</sup> J. Ignacio and O. Rojas, "Síntesis y Estudio de Propiedades de Películas Delgadas de Cu<sub>2</sub>ZnSnS<sub>4</sub>," UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA, 2012.

<sup>2</sup> M.-F. Hurtado-Morales, "SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DEL SEMICONDUCTOR Cu<sub>2</sub>ZnSnS<sub>4</sub> Y SU USO COMO CAPA ABSORBENTE EN CELDAS SOLARES," UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA, 2014

<sup>3</sup> A. Rockett, *The materials science of semiconductors*. 2008.

termopares tipo K que cumplen con características específicas en la evaporación de los elementos tales como temperatura, presión y ambientes oxidantes. Para la evaporación de los precursores se requiere de barcos o navcillas de evaporación que son fabricadas con materiales (tungsteno, molibdeno, tantalio, entre otros) que soportan temperaturas elevadas y tienen una baja resistividad eléctrica.

# 1. DESCRIPCIÓN DEL TRABAJO DE GRADO

## 1.1 Planteamiento del problema

La energía solar fotovoltaica registró incrementos record en comparación con otras energías renovables, representando alrededor del 47% de la nueva capacidad instalada de las energías renovables en 2016. El aumento en el 2015 fue de 51 GW mientras que para el 2016 llegó a los 75 GW acumulando un total mundial de 303 GW lo que es equivalente a la instalación de 31000 paneles solares cada hora. La capacidad extra estuvo básicamente dada por China Estados Unidos, Japón, India y el Reino Unido quienes representaron el 85% de las adiciones totales <sup>4</sup>; el aumento de la generación de energía solar en Colombia para el año 2015 estuvo en 0.6% lo que es un nivel bajo teniendo en cuenta el enorme potencial solar que existe en este país, la generación fotovoltaica es una excelente alternativa que Colombia tiene para sumarle a la generación convencional. Por lo tanto, el país debe estar en la capacidad de afrontar la situación y comenzar a adquirir experiencia con ingeniería colombiana <sup>5</sup>.

Los módulos fotovoltaicos se pueden fabricar mediante celdas solares basadas en silicio mono y poli cristalino, tecnologías de película delgada y nuevos conceptos. La tecnología de película delgada permitió fabricar módulos basados en CdTe y compuestos tipo calcopirita de  $\text{Cu}(\text{In,Ga})\text{Se}_2$  a menor costo que los fabricados con tecnología de silicio; sin embargo este tipo de módulos incluye elementos tóxicos y

---

<sup>4</sup> Renewables 2017 Global Status Report, *REN21*, p. 28, 2017.

<sup>5</sup> Renewables 2016 global status report," *REN21*, pp. 60–67, 2016.

poco abundantes en la naturaleza, lo cual limita el crecimiento de la producción industrial de módulos a gran escala y da lugar a un impacto ambiental negativo .

En los últimos años surgieron nuevos materiales fotovoltaicos denominados emergentes con los cuales se aspira a dar solución a estas dos limitaciones, entre estos se encuentran las kesteritas, las cuales en el corto plazo podrían comenzar a aportar al mercado mundial de módulos.

El grupo de investigación GISEL de la universidad industrial de Santander, pretende ahondar su investigación sobre celdas de tipo película delgada con estructura cristalina de tipo kesterita, ya que estas se caracterizan por tener densidades de corriente mayores a las películas delgadas basadas en CdTe y Si, además de ser amigables con el medio ambiente, por los precursores que se utilizan en la fabricación de la heterojuntura.

Se propone diseñar un sistema con el cual se pueda hacer uso del proceso de evaporación para crear la heterojuntura de una celda fotovoltaica empleando materiales precursores de menor costo, abundantes en la corteza terrestre y además que sean más amigables con el medio ambiente que los empleados actualmente a nivel comercial, con el fin de disminuir los costos en la tecnología fotovoltaica logrando aumentar el abastecimiento energético que puede aportar esta y aprovechar el potencial energético que genera el sol.

## **1.2 Objetivos**

**1.2.1 Objetivo general.** Diseñar un sistema de control de temperatura empleado en la técnica de evaporación para sintetizar heterojunturas en celdas tipo película delgada basadas en kesteritas en un proceso in situ.

### **1.2.2 Objetivos específicos**

1. Seleccionar el tamaño, el material y el número de crisoles requeridos para fabricar la heterojuntura en un proceso in-situ.
2. Diseñar el sistema eléctrico para el calentamiento del sustrato y la evaporación de los elementos precursores (Cu, Zn, Sn, S).
3. Diseñar el control de temperatura requerido en la técnica de evaporación para sintetizar películas delgadas.
4. Seleccionar los sensores necesarios para el control de temperatura.

## 2. ANTECEDENTES Y SITUACIÓN ACTUAL

En 1839 Alexandre Edmund Becquerel descubre el efecto fotovoltaico, al hacer un experimento con una pila electrolítica que al ser sumergida en una sustancia con las mismas propiedades y exponerla a la luz pudo notar que se generaban pequeñas cantidades de corriente y así descubrió dicho efecto. En 1920 Albert Einstein explica el efecto fotoeléctrico, hablando de electrones que absorben fotones de forma linealmente proporcional a la frecuencia de la luz incidente con lo cual ganó el premio nobel de física en 1921. En 1954 Los investigadores D.M.Chaplin, C.S. Fuller y G.L.Pearson de los Laboratorios Bell en Murray Hill, New Jersey, producen la primera celda de silicio con una eficiencia del 6%, y publican el artículo “A New Silicon p-n junction Photocell for converting Solar Radiation into Electrical Power”<sup>6</sup>.

La producción de módulos solares para la generación de energía eléctrica se lleva a cabo con distintas tecnologías; la primera en aparecer fue la silicio mono- y policristalino (primera generación). Posteriormente llega la segunda generación que ubica a la energía solar como una de las de mayor importancia a futuro dentro de las Energías Renovables (ER) [2][1], empleando la película delgada para disminuir los costes de producción fotovoltaica de energía eléctrica en la fabricación de celdas con materiales más económicos que el silicio, buscando un bajo impacto ambiental y empleando elementos abundantes en la corteza terrestre.

El mercado a nivel global es dominado por la primera generación (silicio) sin embargo, la tecnología de película delgada en la actualidad está creciendo de forma acelerada debido a su bajo costo en comparación con la primera generación. Uno de los

---

<sup>6</sup> M. A. Martínez Bohórquez, “Aportaciones a la instrumentación electrónica en la optimización de sistemas basados en energía solar,” Huelva, 2009.

compuestos destacados para la fabricación de película delgada es la familia de la kesterita, los materiales más investigados son el  $\text{Cu}_2\text{ZnSnSe}_4$  (CZTSe) y el  $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$  (CZTS).

Una de las técnicas de evaporación más usadas en la fabricación de módulos fotovoltaicos es la evaporación multietapa ya que permite obtener con facilidad y precisión estructuras de sistemas ternarios, cuaternarios (kesteritas) o de cinco y seis elementos.

### 3. MARCO TEÓRICO

En este capítulo se detallan los conceptos que contienen la teoría necesaria para la comprensión del sistema de evaporación y diseñar sus componentes. En la primera parte, se detallan los diferentes materiales con que se elaboran los crisoles o contenedores de elementos precursores a evaporar para la síntesis de películas delgadas. Seguido a esto, se define la instrumentación con la que se realizarán las medidas de temperatura del sistema cuando se están evaporando los precursores, con el fin de hacer el control de la misma. Posteriormente se presentará la información que se empleó para realizar el diseño del control del sistema de calentamiento con el fin de obtener la temperatura adecuada para la evaporación de los elementos precursores.

#### 3.1 CRISOLES O CONTENEDORES DE LOS ELEMENTOS PRECURSORES

Los contenedores en los que se depositaran los precursores deben soportar temperaturas altas sin llegar a emanar vapores que afecten al compuesto que se esté creando; además dependiendo del tipo de precursor, el material del crisol será diferente; es importante destacar que según los requerimientos se puede hacer uso de barcos de evaporación con y sin tapa, filamentos o celdas de efusión

En la Tabla 1 se muestran los principales materiales empleados en la elaboración de crisoles, su conductividad térmica, su resistividad eléctrica, temperatura máxima de operación y los elementos o compuestos con los que se recomienda (compatibles) o no (incompatibles) su uso.

*Tabla 1 Resumen características materiales de fabricación de crisoles*

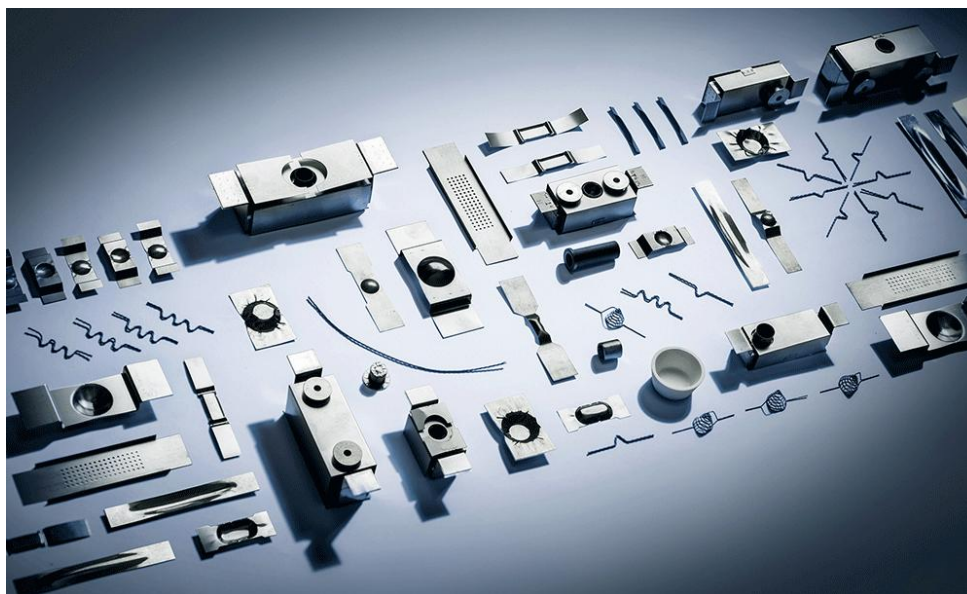
<b>Crisol</b>	<b>Tmax [°C]</b>	<b>Conducción térmica</b>	<b>Resistividad eléctrica a</b>	<b>Compatibles</b>	<b>Incompatibles</b>
---------------	----------------------	-------------------------------	-------------------------------------	--------------------	----------------------

		[W/m*K]	20°C [ $\mu\Omega$ *cm]		
<b>Molibdeno</b>	2100	138	5.7	B, C, P, S, Si, Cl, Br, Cu, Zn, Sn, HF, HNO <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , Au, Li, Mg, Al, Ag, Ni, C O <sub>2</sub> , CO, Be, Pb	Ni, Sc, U, Be, F NaOH, KOH, HNO <sub>3</sub>
<b>Tantalio</b>	2800	57.5	13.5	Pb, Cd, Cs, Cu, Li, Mg, Na, Hg, Ag, Zn, Sn, C, Br, S, P, B, CH <sub>3</sub> COOH, C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>6</sub> , H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .	Be, Fe, Co, Ni, F, Al, HF.
<b>Tungsteno</b>	2400	173	5.4	B, C, P, S, Si, Cl, Br, Cu, Zn, Sn, HF, HNO <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , Au, Li, Mg, Al, Ag	F, Fe, Ni, NaOH
<b>Alúmina</b>	1700	30	$10^{14} \Omega$ *cm	Acidos concentrados, ácidos diluidos, álcalis, metales, halógenos	Acido sulfúrico, crómico, oxálico
<b>Cuarzo</b>	1150	1.46	$10^{18} \Omega$ *cm	Carbonatos, hidroxidos, peróxidos, boratos, nitratos, cloruros, fluoruros	Acido fluorhídrico
<b>Zirconio</b>	2000	22.7	44	Metales preciosos y aleaciones de metal	Acido crómico

Tanto los filamentos como las navcillas suelen ser recubiertos con alúmina y todos los materiales poseen características específicas tales como la alta resistencia a la

corrosión y a temperaturas elevadas. El tipo de material con el que están hechos es el mismo que se mencionó para cada uno de los crisoles, en la Figura 1 se muestran ejemplos de elementos que se usan en la evaporación de precursores.

*Figura 1 Elementos para evaporar precursores.*



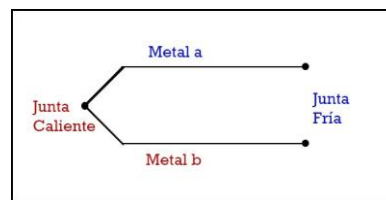
Tomada de Tesbourne, "Vacuum Evaporation Sources - Testbourne Ltd." [En línea]. (Recuperado en 01-Jun-2017). Disponible en <http://www.testbourne.com/vacuum-evaporation-sources>.

### **3.2 INSTRUMENTACIÓN PARA SENSADO DE TEMPERATURA**

La temperatura es la medida de la energía térmica presente en un cuerpo, es decir, la relación entre calor o frío, a medida que se aumenta el calor aumenta la temperatura. A continuación, se presentan las características de los dispositivos que se podrían usar en aplicaciones de alta temperatura y vacío, condiciones necesarias en un sistema de evaporación.

**3.2.1 Termopar:** es uno de los sensores más sencillos y usados en la industria para determinar la temperatura, básicamente está constituido por dos metales unidos como el hierro y el constantán tal como se presenta en la Figura 2 En 1821 T.J Seebeck descubrió que cuando se aplica calor a dos metales diferentes (conductores), cuando están unidos, se genera una fuerza electromotriz (fem), la cual puede ser medida en el otro extremo de la unión. La junta de medición o caliente será la expuesta al medio en que se va a tomar la medida y en la junta fría se conecta el instrumento de medición<sup>7</sup>.

*Figura 2 Esquema de un termopar*



*Tomada de E. G. A. Amaya, instrumentación industrial, Primera ed. Maracaibo, Venezuela, 1997.*

Los metales conductores con los que está fabricado el termopar forman un circuito eléctrico por el cual fluye una corriente como resultado de la fem que se ha generado, esta fem es proporcional a la diferencia de temperaturas entre las uniones de los conductores. Para entender bien el funcionamiento de un termopar es necesario

---

<sup>7</sup> E. G. A. Amaya, *instrumentación industrial*, Primera ed. Maracaibo, Venezuela, 1997.

conocer algunos fenómenos especiales que gobiernan a estos sensores como: ley de las temperaturas intermedias, ley de los metales intermedios.

En la Tabla 2 se muestra el material de fabricación del termopar, la temperatura de operación y su precisión.

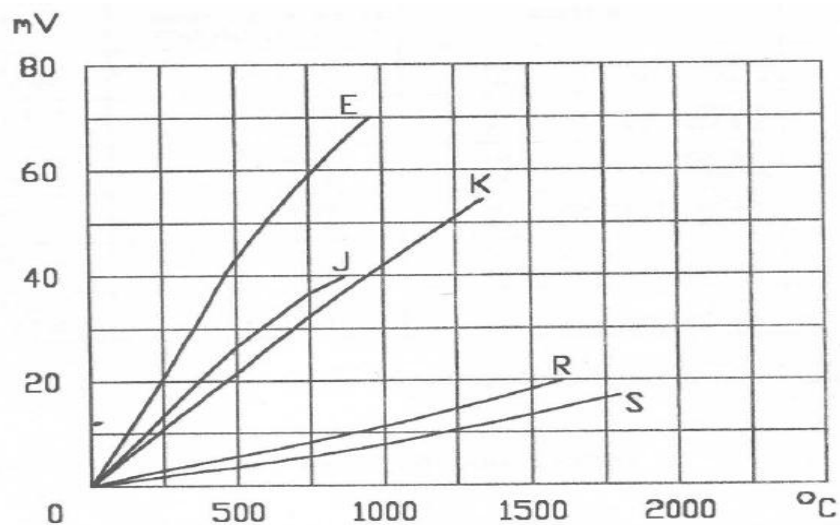
*Tabla 2 Tipos de termopares*

<b>Tipo</b>	<b>Material</b>	<b>Margen[°C]</b>	<b>Precisión[°C]</b>
K	Cromel – Alumel	-270 a 1270	+/- 2.2
T	Cobre – Constantán	-270 a 370	+/- 1
J	Hierro – Constantán	-210 a 760	+/- 2.2
N	Nicrosil – Nisil	-270 a 1260	+/- 2.2
E	Cromel – Constantán	-270 a 870	+/- 1.7
S	Platino-Rodio 10% - Platino	-50 a 1480	+/- 1.5
R	Platino-Rodio 13% - Platino	-50 a 1480	+/- 1.5
B	Platino-Rodio 30% - Platino rodio 6%	0 a 1800	+/- 1
C	Tungsteno-renio – Tungsteno Renio	0 a 2315	+/- 1

Por último, se debe tener en cuenta que la relación que existe entre temperatura y tensión en un termopar no es lineal, la Figura 3 evidencia esta relación para los termopares más comunes. Adicionalmente, la tensión que se genera en el termopar no se puede medir directamente con un voltímetro, ya que la conexión entre termopar y cables del voltímetro crea un nuevo termopar, por tanto si se tiene un termopar como el de la

Figura 2 del que se quiere conocer su tensión de junta ( $V_1$ ) y uno de los conectores del instrumento de medición es del mismo material al del termopar, no hay problema pues no se genera una nueva fem ( $V_3=0$ ) por ejemplo una conexión cobre-cobre, pero si se hace una conexión entre diferentes materiales por ejemplo cobre – constantán en esta junta se creará una nueva fem ( $V_2$ ), por lo tanto no se conocerá la lectura de tensión ( $V_1$ ) hasta que no se conozca la temperatura en la nueva unión ( $V_2$ ). Una posible solución es llevar a  $0^\circ\text{C}$  la nueva junta, permitiendo conocer la tensión ( $V_2$ ) por medio de tablas y así sumando dicho valor a la salida del multímetro, se conoce el valor real de  $V_1$ .

Figura 3 Relación tensión vs temperatura para los termopares más comunes



Tomada de E. G. A. Amaya, *instrumentación industrial*, Primera ed. Maracaibo, Venezuela, 1997.

En la Tabla 3 se muestran las principales características y el comportamiento de transductores que se pueden utilizar en la evaporación de películas delgadas.

*Tabla 3 Ventajas y desventajas de los principales transductores de temperatura*

<b>Transductor</b>	<b>Ventajas</b>	<b>Desventajas</b>
<b>Termopar</b>	Autoalimentado Simple, rugoso, versátil Bajo costo Variedad de formas Amplio rango de temperatura	No lineal Baja tensión Inestable Baja sensibilidad
<b>RTD</b>	Estable Preciso Mas lineal que el termopar	Alto costo Lento Requiere fuente de corriente Poco cambio de resistencia
<b>Termistor</b>	Alta salida Rápido El más sensible	No lineal Frágil Requiere fuente de corriente Rango de temperatura limitado

### **3.3 ACONDICIONAMIENTO DE SEÑAL**

La mayoría de las señales resultantes de un proceso de sensado, requieren una preparación antes de ser digitalizadas. En la medición de temperatura se hace uso de sensores y estos requieren del acondicionamiento de las señales antes de que un dispositivo de adquisición de datos pueda medir con eficacia la señal. La necesidad de acondicionamiento varía dependiendo del tipo de sensor que se esté utilizando, por ejemplo, en los termopares se producen señales de muy baja tensión por lo que se requieren etapas de linealización, amplificación y filtrado. Otros sensores como las RTD

y termistores requieren excitación para poder funcionar (ver Tabla 3 y Tabla 4). En la medida de temperatura se requiere amplificación, filtrado, excitación, linealización y compensación de unión fría.

*Tabla 4 Sensores y etapas de acondicionamiento necesarias*

Elemento	Amplificación	Filtrado	Excitación	Linealización	Compensación
Termopar	Si	Si	No	Si	Si
RTD	Si	Si	Si	Si	No
Termistor	Si	Si	Si	Si	No

### 3.4 SISTEMA DE POTENCIA

**3.4.1 Tiristor (SCR, *Silicon Controlled Rectifier*):** este dispositivo semiconductor de potencia opera en dos estados, conducción y no conducción. Consta de tres terminales, ánodo (A), cátodo (K) y puerta (G). Cuando la polarización entre ánodo – cátodo es directa y por puerta pasa una corriente mayor a la corriente de enganche (IGT), el tiristor comienza a conducir; se mantendrá en conducción hasta que la corriente que pasa por el tiristor sea mayor a la corriente de mantenimiento (IH). Cuando la polarización del tiristor se encuentra en inversa, solo hay una forma de que llegue a conducir y es cuando se supere la tensión de ruptura.

**3.4.1 Tiristores de tríodo bidireccional (TRIAC, *Triode For Alternating Current*):** este dispositivo se puede considerar como si se tuvieran dos SCR conectados en antiparalelo, con una conexión de puerta común lo que permite la conducción en ambas direcciones. El TRIAC puede ser bloqueado por inversión de la tensión o disminución de la corriente por debajo del valor de mantenimiento. Puede ser activado mediante una corriente de puerta.

**3.4.2 Detector de cruce por cero:** cuando se trabaja con la red de distribución en muchas ocasiones es útil detectar el instante en que la tensión cruza por cero, cada que la señal sinusoidal pasa por cero en la salida del detector se tendrá un pulso. En el caso de la frecuencia de red de 60 Hz aparecerá un pulso cada 8.33 ms. En la mayoría de los detectores de paso por cero se utilizan optoacopladores los cuales son dispositivos que emplean la luz para conectar dos circuitos manteniendo un aislamiento galvánico entre ellos; es este aislamiento el que protege de daños como sobre tensiones, ruido, armónicos, corrientes inducidas a la electrónica de control.

**3.4.3 Transformadores:** un transformador es un dispositivo que permite aumentar o disminuir la tensión o la intensidad de una corriente alterna manteniendo la potencia constante (transformador ideal), mediante la acción del campo magnético. Estos dispositivos constan de dos o más bobinas de alambre conductor enrolladas alrededor de un núcleo ferromagnético, estas bobinas no están conectadas entre sí de forma directa sino a través del flujo magnético común que se encuentra dentro del núcleo. Uno de los devanados se conecta a una fuente de energía eléctrica alterna este se denomina devanado primario y su número de espiras o vueltas se denomina  $N_p$ , y el segundo devanado será el encargado de suministrar energía eléctrica a las cargas este se denomina devanado secundario el número de vueltas de este se denomina  $N_s$ .

La relación de transformación (**a**) estará dada por la relación que haya entre el número de vueltas del devanado primario y secundario, ver Ecuación 1.

Ecuación 1 Relación de transformación

$$a = N_p/N_s \quad (1)$$

## 3.5 CONTROL DEL SISTEMA

**3.5.1 Función de transferencia:** para realizar el control sobre una planta, es recomendable conocer la función que relaciona la salida y la entrada de la planta, para luego proceder a diseñar el controlador que mejor se ajuste a las necesidades requeridas. Para obtener la función de transferencia, se pueden emplear dos posibles opciones, la primera de ellas consiste en hacer uso de ecuaciones que modelen el comportamiento físico del sistema, para luego hacer uso de la transformada de Laplace, con la que se encuentra una relación del comportamiento de la salida con respecto a una entrada. La segunda opción consiste en tomar medidas experimentales a la salida de la planta en cuestión, bajo una entrada conocida y con un muestreo específico; también se pueden crear modelos de simulación en los que el comportamiento de la planta se pueda apreciar y de donde se puedan extraer las respuestas a entradas experimentales simuladas.

Una forma de extraer el modelo de la planta es haciendo uso de Matlab y su herramienta *System Identification Toolbox*. Esta herramienta permite obtener los modelos dinámicos de un sistema a partir de datos medidos de entrada y salida, teniendo en cuenta el tiempo de muestreo con el que se tomaron los datos. Se puede ver el comportamiento de los datos en el tiempo, procesar los datos y estimar el modelo de la planta de acuerdo a los parámetros que el usuario o la planta requieran, por ejemplo, el número de polos y ceros, retardos, entre otros. Una vez se haya identificado el modelo de la planta se puede observar el ajuste del modelo en porcentaje, además permite validar la función de transferencia que se ha identificado cambiando los valores de entrada y salida.

**3.5.2 Control Proporcional Integral (PI):** este tipo de control es el más usual en los controladores ya que la acción integral es la forma más simple de eliminar el error en

régimen permanente, es conveniente usarlo en aquellos sistemas que tienen niveles de ruido elevado. La función de transferencia que lo caracteriza se muestra en la Ecuación 2.

*Ecuación 2 función de transferencia de controlador PI*

$$G(S) = KP\left(\frac{1}{TI \cdot S} + 1\right) \quad (2)$$

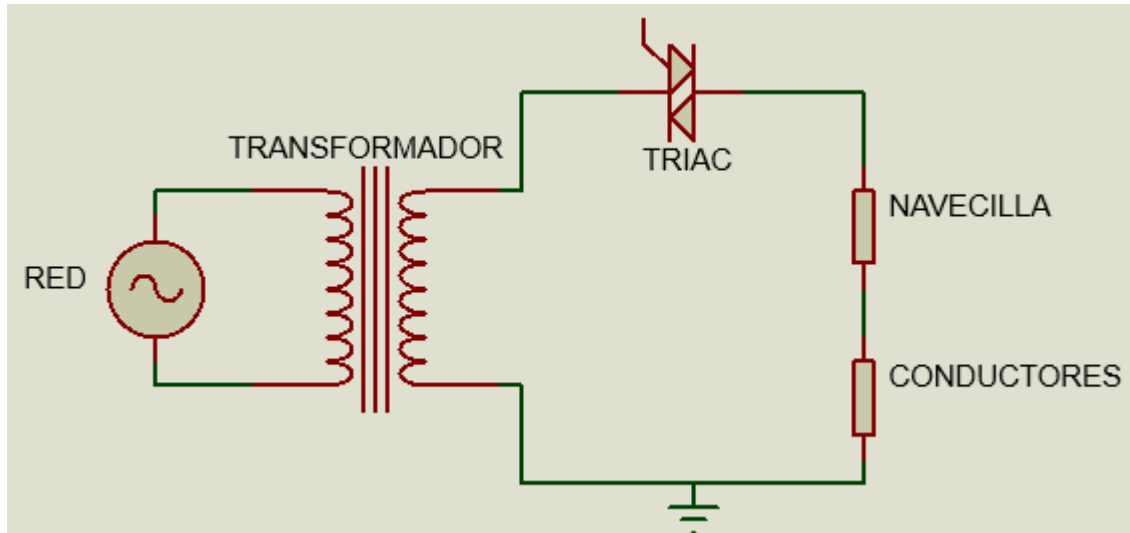
Donde KP y TI son los parámetros que se pueden modificar de acuerdo a las necesidades del sistema que se desea controlar.

## 4. DISEÑO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS

### 4.1 EXTRACCIÓN DEL MODELO DE LA PLANTA.

Para el desarrollo de este proyecto se parte de la presión de vacío inicial, es decir con la que se va a comenzar a sintetizar la película delgada, en este caso será del orden de  $1.33 \times 10^{-4}$  mbar. Para la evaporación de los precursores es necesario diseñar un sistema de calentamiento, al cual se le pueda integrar un circuito de control de potencia, haciendo uso de una tarjeta de desarrollo, en este caso Arduino mega. El circuito propuesto se puede ver en la *Figura 4*, este permite hacer control de la potencia que se disipará en forma de calor en la navecilla.

*Figura 4 Circuito de potencia para calentamiento de la navecilla.*



*Fuente Autores*

Partiendo del circuito mostrado en la *Figura 4* se crea una representación del sistema en Matlab (ver anexo A) que describe el comportamiento dinámico del sistema por medio de ecuaciones. Haciendo uso de la ley de Ohm se puede conocer cuanta

potencia se disipara en la navecilla; teniendo en cuenta que el efecto Joule relaciona la potencia con la cantidad de calor (Q) que una resistencia eléctrica llega a disipar, ver Ecuación 3 .

Ecuación 3 Efecto Joule

$$Q = potencia * tiempo \quad [Joules] \quad (3)$$

Luego se determina una nueva relación del cambio de temperatura en la navecilla, la cual parte de una temperatura ambiente ( $T_0$ ), hasta llegar a una temperatura final (T) y produce una cantidad de calor (Q), sabiendo que la navecilla se comportara como una resistencia, de la que se conoce el calor específico ( $Ce_1$ ) y la masa ( $m_1$ ); se debe tener en cuenta que la cantidad de precursor que se evapora también interviene en la cantidad de calor emitido de la que igualmente se conoce su masa ( $m_2$ ) y su calor específico ( $Ce_2$ ) ver Ecuación 4.

*Ecuación 4 Relación entre calor específico y temperatura*

$$T = \frac{Q}{m * Ce_1 + m_2 * Ce_2} + T_0 \quad (4)$$

Por último, se calcula el cambio que va a experimentar la resistencia frente a una temperatura, ver Ecuación 5.

*Ecuación 5 Relación entre temperatura y resistencia*

$$R = R_0(1 + \alpha(T - T_0)) \quad (5)$$

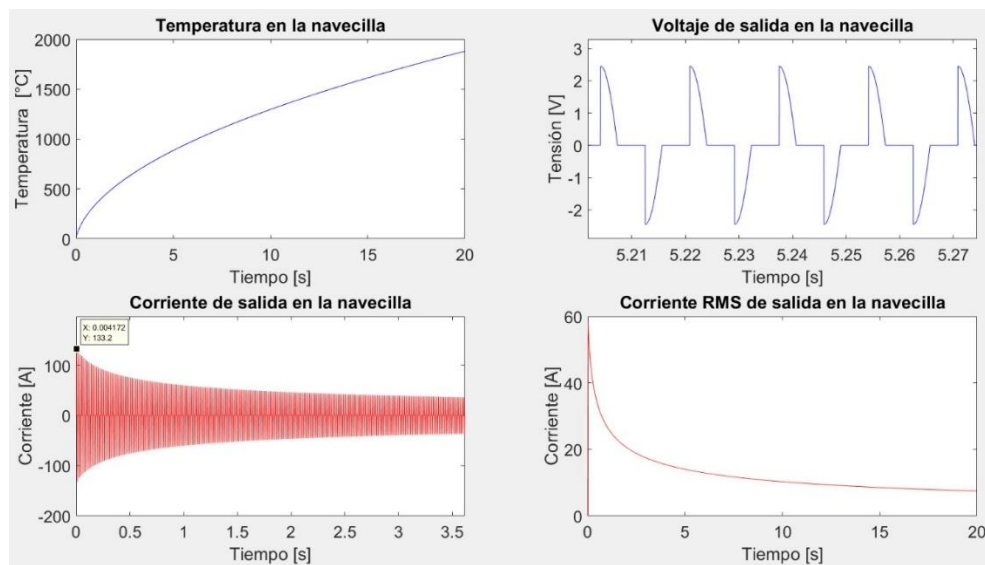
Donde la temperatura  $T_0$  será la temperatura ambiente y  $R_0$  resistencia inicial de la navecilla se calcula teniendo en cuenta la resistividad del material y sus dimensiones.

Teniendo en cuenta estas ecuaciones se realiza un ciclo iterativo que permite obtener el comportamiento de la temperatura de la navecilla para el circuito de la *Figura 4* considerando un ángulo de disparo del TRIAC de  $\pi/2$  [rad].

Para la fuente que permite evaporar el cobre, estaño y el calentamiento del sustrato se muestra el comportamiento de la temperatura en el tiempo en la *Figura 5* de igual

manera la corriente y tensión de salida de acuerdo a la *Figura 5*, la corriente y la tensión de salida pico necesarias serían del orden de 133.2 A y 2.5 V respectivamente. Las curvas de comportamiento de las tensiones del TRIAC y de la navecilla se presentan en la *Figura 6*.

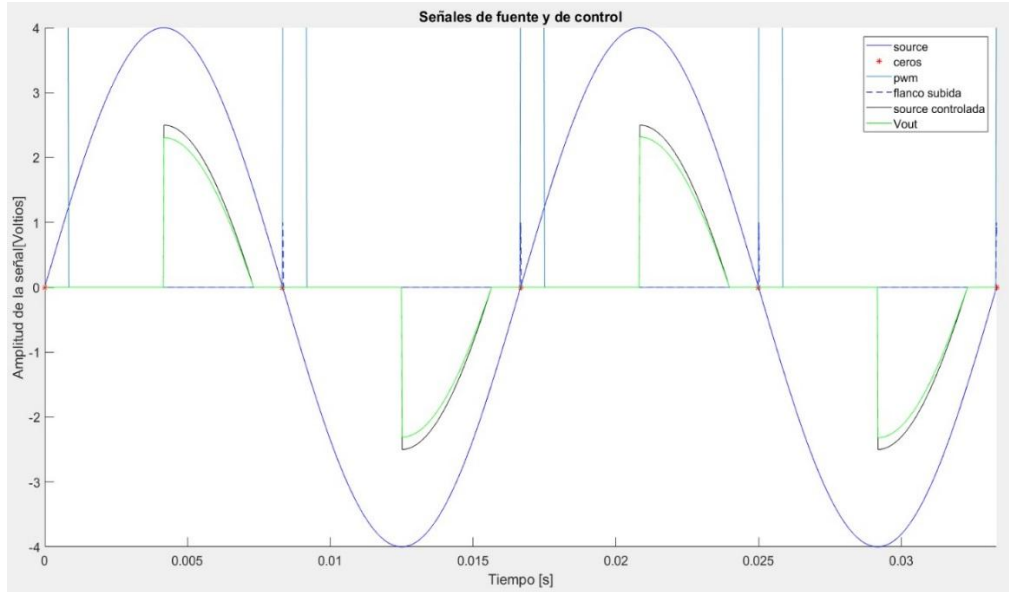
*Figura 5* Señales de temperatura, tensión y corrientes de salida obtenidas en Matlab para fuente que permite evaporar Cu, Sn y calentamiento sustrato.



#### *Fuente Autores*

Este mismo proceso se hace para la fuente que permite la evaporación del azufre y del zinc. Se observa en la *Figura 7* que para este caso es necesaria una corriente y una tensión de salida pico del orden de 55.93 A y 1 V respectivamente.

Figura 6 Señales de tensión de fuente y control del sistema obtenidas con el algoritmo



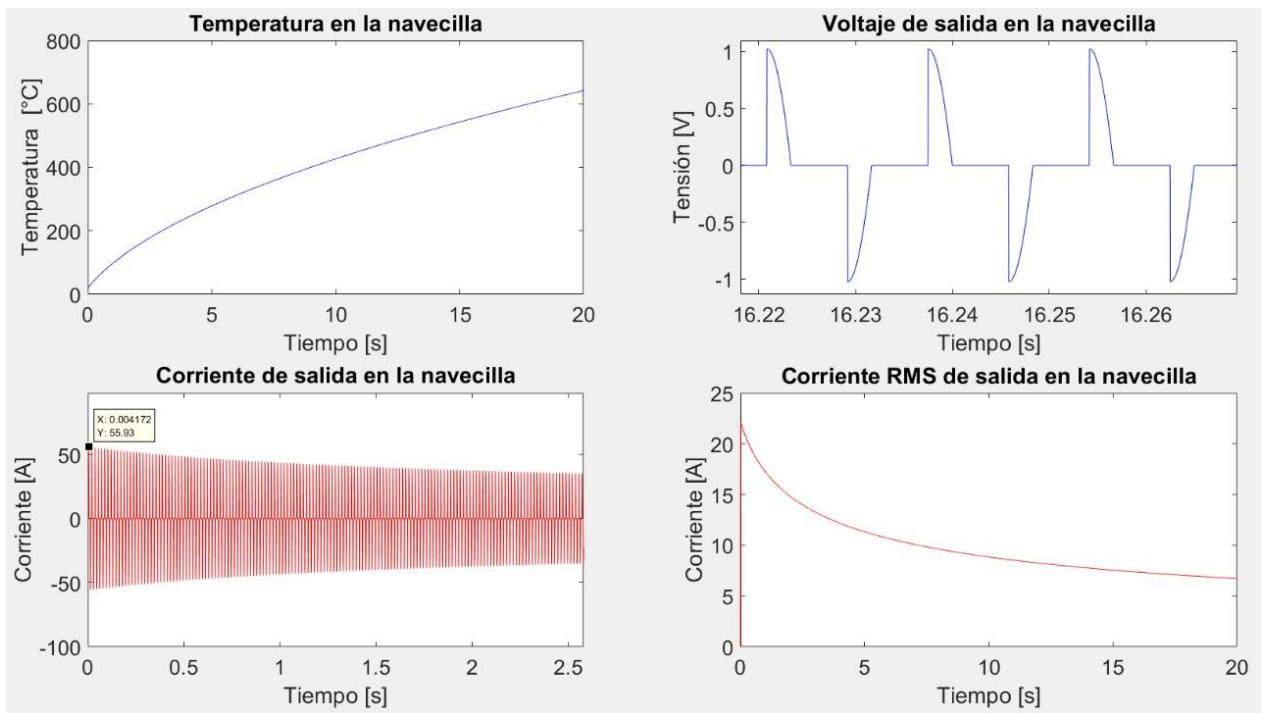
*Fuente Autores*

Se hace el mismo proceso para la fuente que permite la evaporación del azufre y del zinc. Se observa en la Figura 7 que para este caso es necesaria una corriente pico de 55.93 A y una tensión de salida pico de 1 V.

Para la extracción de la función de transferencia se considera la planta como la resistencia de los conductores y los crisoles, las cuales cambian con la temperatura, por tal motivo la planta se considera como un sistema no lineal y variante en el tiempo. Con el algoritmo implementado se emula el comportamiento real de la planta, donde se puede conocer la temperatura de salida considerando un ángulo de disparo de  $\pi/2$  [rad] para el TRIAC. Para determinar el modelo se consideró la tensión rms en la entrada de la planta, y se obtiene una señal de temperatura en la salida. Haciendo uso de *System Identification Toolbox* de Matlab se ingresa la señal de entrada y salida con un muestreo de  $0.11 \mu\text{s}$ . En el anexo B se muestra la curva de modelos para distintas funciones de transferencia obtenidas, estas describen la planta con un índice de error que será mejor cuanto mayor sea su valor. Una prueba de validación del modelo

consiste en aplicar datos diferentes de entrada al modelo y observar que el índice de error no se aleje demasiado del ya obtenido. Este proceso se realiza para obtener las funciones de transferencia de las dos plantas que permiten evaporar los precursores y calentar el sustrato. Las funciones de transferencia obtenidas se observan en la Ecuación 6 y Ecuación 8

*Figura 7 Señales de temperatura, tensión y corrientes de salida obtenidas en Matlab para fuente que permite evaporar Zn y S.*



*Fuente Autores*

Función de transferencia de orden superior para el sistema que permite evaporar cobre (Cu), estaño (Sn) y el calentamiento del sustrato:

*Ecuación 6 Función de transferencia para planta que permite evaporar Cu, Sn y calentar el sustrato*

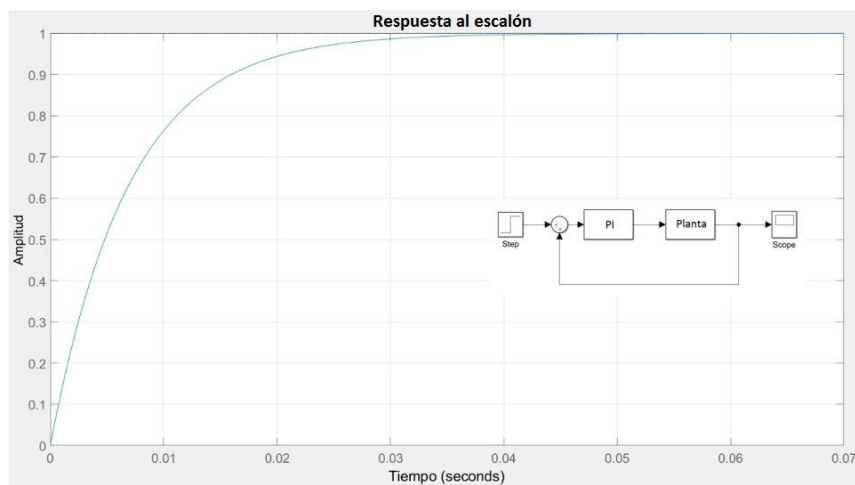
$$FT1 = \frac{5.685e07 * S^2 + 6.776e07 * S + 5.757e06}{S^4 + 2885 * S^3 + 1.988e05 * S^2 + 71900 * S + 1383} \quad (6)$$

Haciendo uso de la herramienta *PID tuner* de Matlab se obtiene el controlador PI (ver Ecuación 7) que permite reducir el error en estado estable. En la *Figura 8* se puede ver la respuesta de la planta y del controlador al impulso en la cual se puede ver que el tiempo de establecimiento es aproximadamente 50 ms, no tiene sobre pico lo que es conveniente en sistemas térmicos.

*Ecuación 7 Controlador PI para fuente que permite evaporar Cu, En y calentar el sustrato*

$$PI1 = \frac{0.00523 * S + 0.334}{S} \quad (7)$$

*Figura 8 Respuesta al impulso de la planta para evaporación.*



*Fuente Autores*

Función de transferencia para sistema que permite evaporar zinc (Zn), azufre (S) y su controlador PI ver Ecuación 8 y Ecuación 9

*Ecuación 8 Función de transferencia para planta que permite evaporar Zn y S*

$$FT2 = \exp(-0.000147 * S) \frac{78.16}{S+0.0148} \quad (8)$$

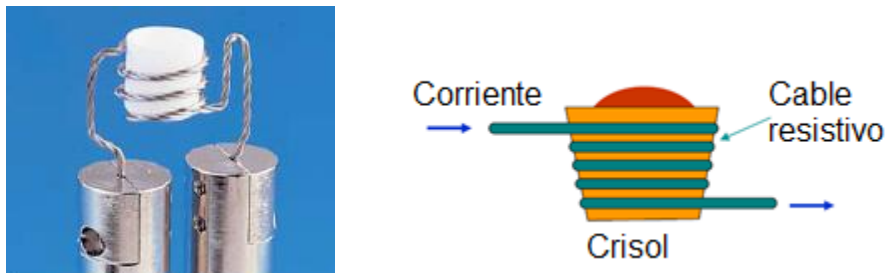
Ecuación 9 Controlador PI para fuente que permite evaporar Zn y S

$$PI2 = \frac{0.818 * S + 0.922}{s} \quad (9)$$

## 4.2 EVAPORADORES DE ELEMENTOS PRECURSORES (CRISOLES)

Como se mencionó en el marco teórico, para la evaporación de los elementos precursores hay distintos elementos que permiten llevar a cabo la tarea. Entre estos están los crisoles ver *Figura 9* y las navecillas ver *Figura 10*.

*Figura 9* Montaje de crisol con filamento para sujeción y calentamiento.



Tomado de M. engineered process Solutions, "Thin Film Products." p. 36, 2012.

En el proceso de fabricación de películas delgadas y específicamente en las kesteritas ( $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$ ) se tiene cobre, azufre, estaño y zinc; para cada uno de estos elementos se debe elegir el crisol o navecilla que presente mejor resultado en la evaporación, en la Tabla 5 se muestran los tipos de crisol y navecilla recomendados en la evaporación de precursores.

Tabla 5 Especificaciones de temperatura, presión y fuentes para evaporación recomendadas

<b>Presión inicial [mbar]</b>	<b>Temperatura para presión de vapor [°C]</b>	<b>Elemento</b>	<b>Crisol</b>	<b>Navecilla</b>
1.33x10 <sup>-4</sup>	1017	cobre	Alúmina, molibdeno, tantalio	Molibdeno, tungsteno
1.33x10 <sup>-4</sup>	250	zinc	Alúmina	Molibdeno, tantalio, tungsteno
1.33x10 <sup>-4</sup>	997	estaño	Alúmina	Molibdeno, tungsteno
1.33x10 <sup>-4</sup>	150	azufre	Tantalio, tungsteno	Tantalio, tungsteno

La cantidad de material que se evapora para la obtención de las películas delgadas es pequeña y se quiere evitar pérdidas de calentamiento por contacto, resulta más adecuado usar navecillas o barcos de evaporación. En la Figura 10 se observa la conexión de una navecilla y los electrodos requeridos; de igual manera los pasa muros que en este caso son los contactos con las fuentes de alimentación.

*Figura 10 Conexión bote o navecilla de evaporación con extensiones de*



*posicionamiento y pasa muros*

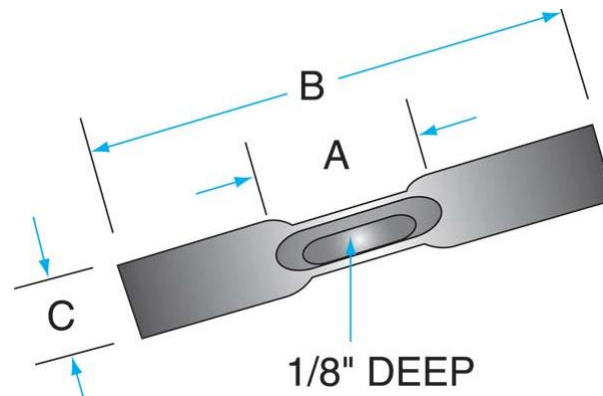
*Tomado de M. engineered process Solutions, "Thin Film Products." p. 36, 2012.*

Teniendo en cuenta la tabla 6, para la evaporación del cobre (Cu) y el estaño (Sn) se puede hacer uso de la navecilla de tungsteno que se muestra en la Figura 11, las características de esta se presentan en la *Tabla 6*

*Tabla 6 Especificaciones de navecilla de tungsteno para evaporación de Cu y Sn (dimensiones en pulgadas).*

<b>Material</b>	<b>Espesor</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>Tensión [V]</b>	<b>Corriente [A]</b>	<b>Temperatura [°C]</b>	<b>Costo [US]</b>
Tungsteno	0.01	1-1/2	4	1/2	2.90	196	1800°C	\$43

Figura 11 Navecilla de tungsteno para evaporación de cobre y estaño.



Tomado de Lesker j. Kurt, "Narrowed Trough Boat." [En línea]. (Recuperado en 13-Aug-2017). Disponible en [http://www.lesker.com/newweb/evaporation\\_sources/thermal\\_boat\\_pan.cfm?pgid=2](http://www.lesker.com/newweb/evaporation_sources/thermal_boat_pan.cfm?pgid=2).

Para el Zinc (Z) de acuerdo a las especificaciones de la Tabla 5, se puede hacer uso de la navecilla de tungsteno que se observa en la Figura 11 y en la Tabla 7 se muestran las características de la navecilla.

Tabla 7 Especificaciones para navecilla de tungsteno utilizada en evaporación de Zinc (dimensiones en pulgadas).

Material	Espesor	A	B	C	Tensión [V]	Corriente [A]	Temperatura [°C]	Costo [US]
Tungsteno	0.005"	1-1/2	4	1/2	3.95	140	1800°C	\$33

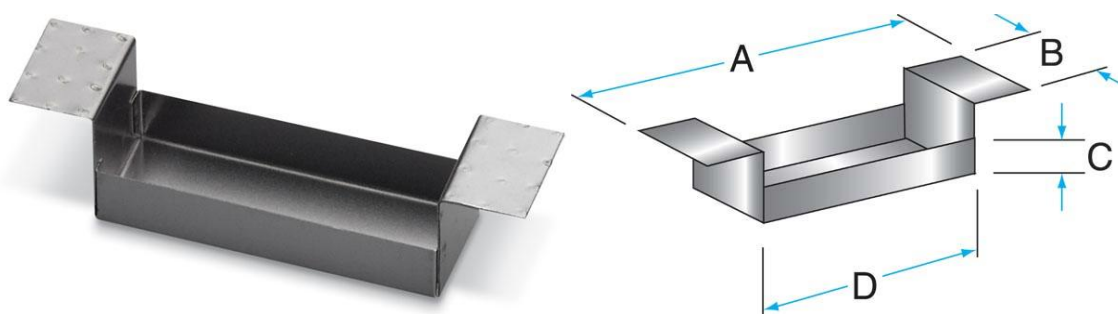
Finalmente, para el Azufre se debe tener en cuenta que se requiere de una navecilla que tenga direccionamiento del material evaporado para evitar la crepitación de gránulos del material, puesto que no se quiere contaminar el sustrato ni la cámara de vacío con este material ya que este puede afectar a otros componentes como los

sensores. Teniendo en cuenta esto y con las características mostradas en la tabla 6 se pueden utilizar los elementos que se muestran en la *Figura 12* y *Figura 13*, los cuales corresponden a una caja de evaporación con cubierta perforada de tantalio, las características mostradas en la Tabla 8 corresponden a la caja de evaporación, las dimensiones mostradas están dadas en pulgadas.

*Tabla 8 Caja y cubierta perforada de tantalio para evaporación de Azufre (dimensiones en pulgadas).*

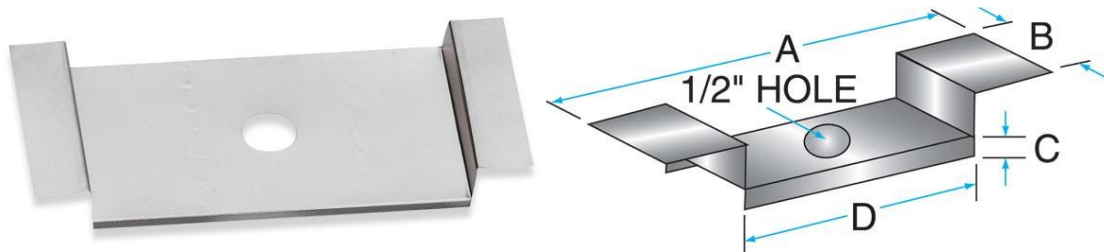
Elemento	A	B	C	D	Tensión[v]	Corriente [a]	Temp [°c]	Valor \$ us
<i>Figura 13</i> Cubierta perforada	4-1 / 16	3/4	No	No	2,91	398	1600	\$ 49.00
<i>Figura 12</i> Caja de tantalio	4-1 / 16	3/4	3/8	3	3,70	388	1600	\$ 135.0

*Figura 12 Caja de tantalio para evaporación de azufre*



Tomado de K. J. LESKER, "Tantalum Baffled Boxes." [En línea]. (Recuperado en 29-Jul-2017) Disponible en [http://www.lesker.com/newweb/evaporation\\_sources/thermal\\_tantalumbox.cfm?pgid=0](http://www.lesker.com/newweb/evaporation_sources/thermal_tantalumbox.cfm?pgid=0).

Figura 13 Cubierta perforada de tantalio para evaporación de azufre



Tomado de K. J. LESKER, "Tantalum Baffled Boxes." [En línea]. (Recuperado en 29-Jul-2017). Disponible en

[http://www.lesker.com/newweb/evaporation\\_sources/thermal\\_tantalumbox.cfm?pgid=0](http://www.lesker.com/newweb/evaporation_sources/thermal_tantalumbox.cfm?pgid=0).

Para el calentamiento del sustrato en el que se depositara la película delgada, se requieren temperaturas de 600 °C aproximadamente. Por tal motivo el sustrato estará en contacto con una lámina rectangular de Tungsteno, ya que esta permite un calentamiento homogéneo a través de toda su superficie.

### 4.3 TEMPERATURA

En cuanto a la forma de censar la temperatura a la que se encuentran los crisoles se hace uso de un sensor específico y su uso dependerá de las condiciones que se presenten en el proceso de evaporación de los elementos precursores. Para la fabricación de las kesteritas tipo película delgada se requiere evaporar cobre, estaño, zinc y azufre por lo que dependiendo de la temperatura que se alcance se seleccionaran los sensores adecuados en este caso los más eficientes serían los termopares o los RTD.

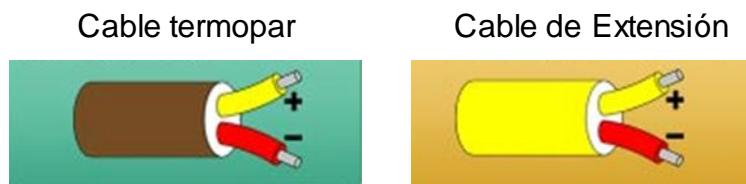
Lo primero que se considera a la hora de hacer una elección entre termopar o RTD es el rango de temperatura en el que estos operan correctamente. Los termopares realizan una buena medida en temperaturas elevadas, funcionan muy bien con temperaturas superiores a los 600 °C, mientras que las RTD funcionan hasta una temperatura

máxima de 850 °C. Conociendo esto y teniendo en cuenta las características mostradas en la tabla 6 se puede hacer la medida de temperatura con termopares.

Posteriormente se deben ver las condiciones en las que se van a utilizar los elementos de sensado, para el sistema de evaporación se debe tener en cuenta que se someterá a alto vacío, elevadas temperaturas y evaporación de elementos oxidantes con lo que se puede hacer una selección más efectiva. A partir de la tabla 1 los termopares que mejor se adaptan a los requisitos de temperatura son tipo K y tipo N, los dos tipos presentan problemas con atmosferas sulfurosas, por lo que no se puede dejar expuesto el termopar, para ello se hace uso de termopozos, por las condiciones de operación se recomienda usar de platino o cerámicos.

En los termopares tipo K NiCr (polo +) – NiAl (polo -), el conductor positivo es de color amarillo y el conductor negativo de color rojo (*Figura 14*). Los termopares tipo K producen una fem entre -4.345 mV y 53.405 mV cuentan con una sensibilidad de 41.276  $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ . En el anexo C se muestra el código de colores y algunas características importantes de los termopares.

*Figura 14 Código de colores para termopares tipo K y su cable de extensión.*



Tomada de OMEGA, “ANSI and IEC color codes for Thermocouple, wire and connectors,” pp. 1–7.

Para la elección final del termopar se tuvo en cuenta todas las condiciones que ya se mencionaron llegando finalmente a elegir termopares tipo K industriales **TJ36-CAXL-316U-6-CC-XSIB** (ver *Figura 15*) sonda de unión TJ36 con cable de Inconel ® 600 con cable de aislamiento cerámico, terminación de plomo desprendido; sonda súper

OMEGACLAD ® XL; unión sin conexión a tierra; Diámetro de la sonda de 4,5 mm (3/16 pulg.), longitud de la sonda 150 mm (6 pulgadas), en el anexo D.

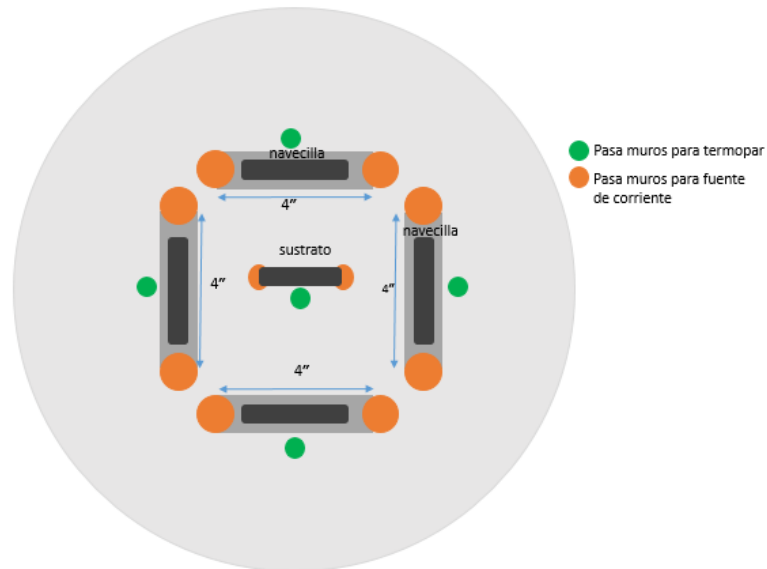
*Figura 15 Termopar tipo K para sensado de temperatura en crisoles y sustrato*



Tomada de OMEGA, “High Temperature Lead Wire (Inconel® 600 Braid over Silica Ceramic Insulation)Rugged Transition Joint.” [En línea]. (Recuperado en20-Sep-2017). Disponible en [https://www.omega.com/pptst/TJ36-XSiB\\_chb.html](https://www.omega.com/pptst/TJ36-XSiB_chb.html).

El sistema en conjunto de perforaciones para termopares, conectores de las fuentes y las dimensiones de las navcillas de evaporación se puede ver con la vista superior de la base sobre la que estará la campana de vidrio con la que se hace el vacío, se muestra en la Figura 16. Para obtener una medida de temperatura con margen de error mínimo, cada uno de los termopares debe ser ubicado en la menor distancia posible a las resistencias de calentamiento (navcillas) y la lámina que hará el calentamiento del sustrato, estos no deben permanecer en contacto directo ya que las corrientes que fluyen por las navcillas afectarían a el sistema de control generando errores en las mediciones y posibles daños al sistema.

Figura 16 Vista superior diseño conjunto perforacion termopares, conductores para botes de evaporacion.



Fuente Autores

#### 4.4 ACONDICIONAMIENTO DE SEÑAL

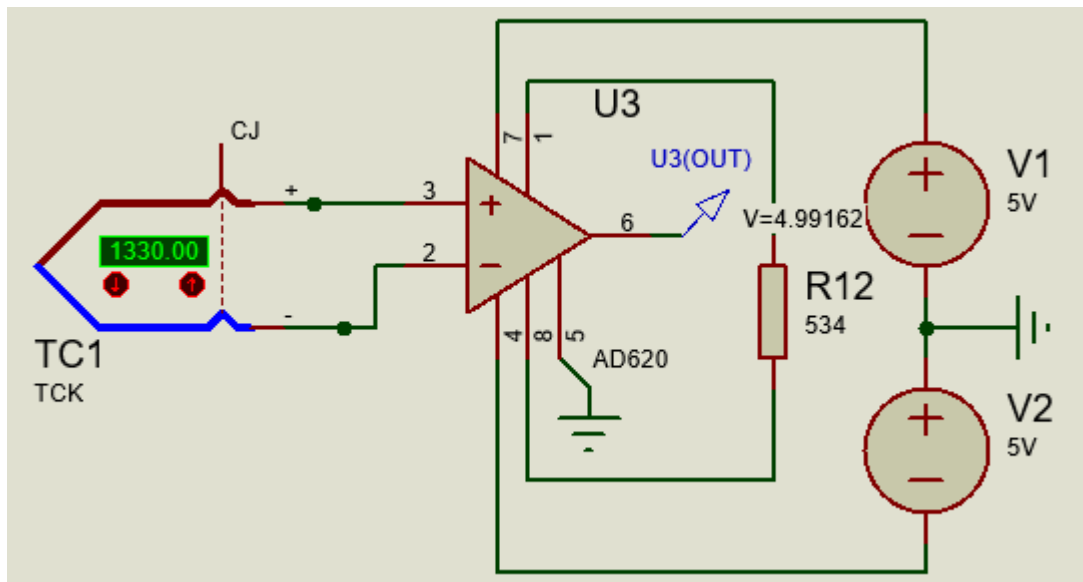
Para el acondicionamiento de la señal proveniente de los termopares se determinó hacer uso del circuito que se muestra en la *Figura 17*. Este consiste en tomar la tensión generada por el termopar y por medio de un amplificador de instrumentación (AD620) se obtiene la señal adecuada para su lectura por medio del puerto analógico del microcontrolador. Los datos de este amplificador se pueden encontrar en el anexo E. Teniendo en cuenta que la tensión que genera el termopar tipo K está entre  $-6.458$  mV hasta  $53.405$  mV, se le aplica una ganancia determinada por la Ecuación 10 para obtener una salida de 0 a 5 V en el pin 6 del amplificador, requeridos por un microcontrolador. A continuación, se muestran los cálculos necesarios para el cálculo de la resistencia R12.

$$G = \frac{5}{0.0534} = 93.6329 \quad R = \frac{49.4K\Omega}{91.0979 - 1} = 533.28$$

*Ecuación 10 Ganancia amplificador instrumentación AD620*

(a)  $G = \frac{V_0}{V_i}$       (b)  $R = \frac{49.4K\Omega}{G - 1}$       (10)

*Figura 17 Circuito acondicionamiento de señal de los termopares*



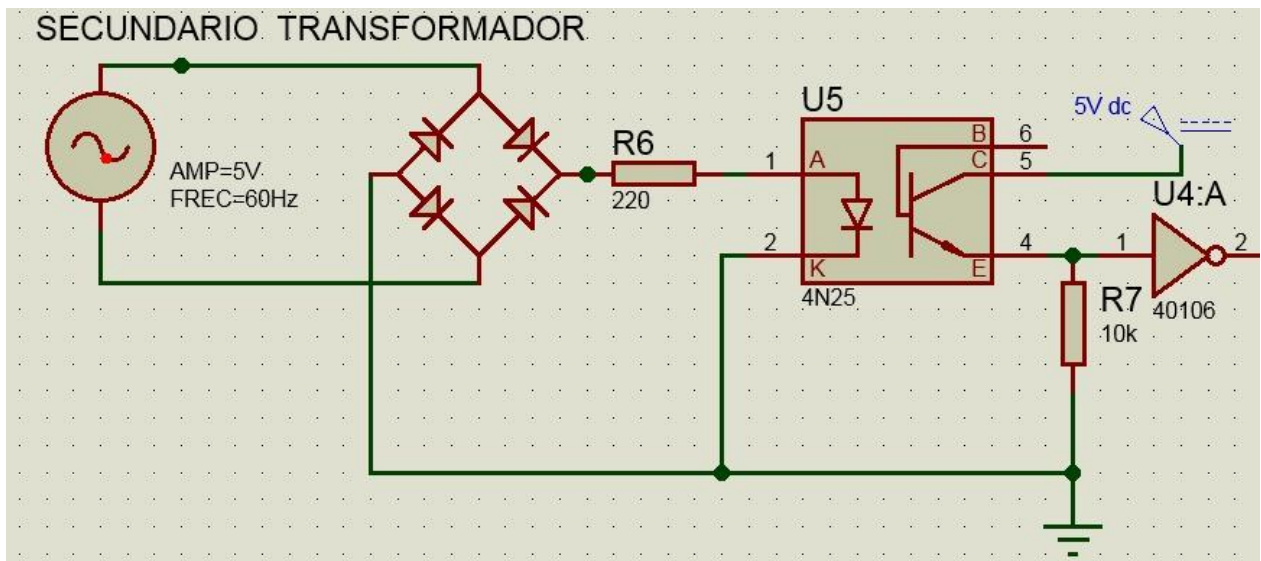
*Fuente Autores*

En el proceso de evaporación de los precursores, la mínima temperatura que se va a medir es la de ambiente, por lo tanto, no se hace necesario agregar una etapa para eliminar tensiones negativas a la salida que aparecen al medir temperaturas por debajo de 0 °C con el termopar.

## 4.5 DETECTOR DE CRUCE POR CERO

En este caso el circuito que se propone para detectar el paso por cero es el mostrado en la Figura 18. Se hace uso de un transformador para bajar la tensión de la red de 220 Vrms a 5 Vp (60 Hz), seguido de un puente rectificador y un optoacoplador (4N25) ver características en el anexo F. La resistencia R6 se utiliza con el fin de limitar la corriente que pasará por el led del optoacoplador. Suponiendo que la tensión pico máxima de salida del rectificador es de 5V, la corriente pico máxima de salida del rectificador es de  $I_{\text{max}}=5/220=22,7$  mA, obteniéndose una corriente pico por el secundario del transformador de 22,7 mA con una forma de onda aproximada a una sinusoidal. De esta manera se selecciona un transformador de capacidad 0.5 Arms en el secundario dado que es un valor comercial, suficiente para la fuente de detección del cruce por cero.

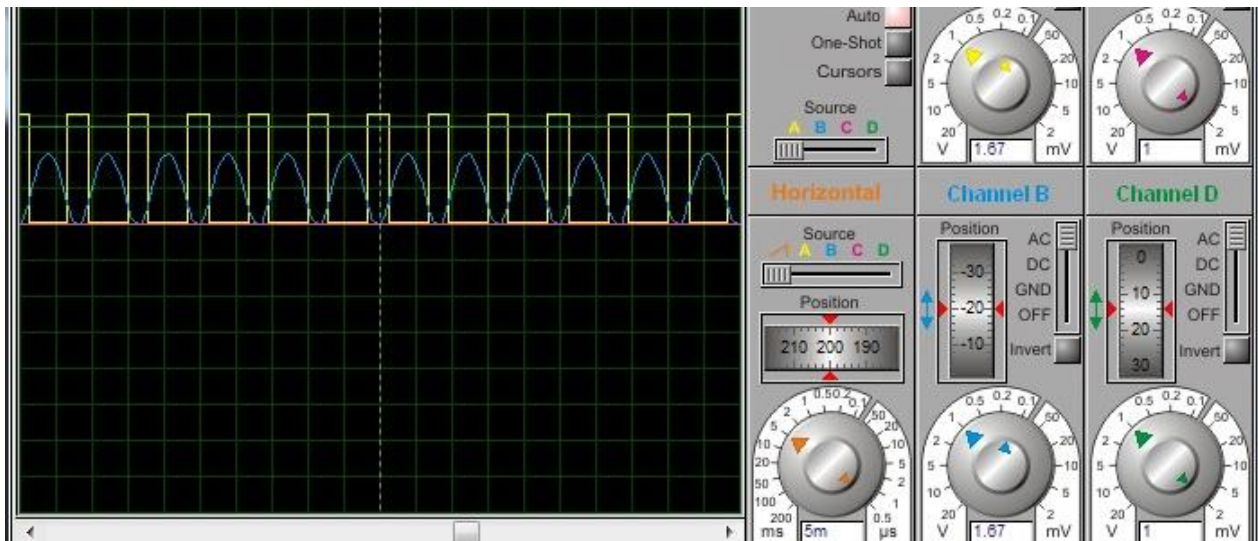
Figura 18 Esquemático en Proteus del detector de paso por cero



Fuente Autores

Cuando la tensión de entrada cae a 0 (ver Figura 18), el diodo en U5 se apaga y el transistor deja de conducir lo que lleva a 0 V el pin 4 del optoacoplador y en la salida se obtiene 5 V con el inversor 40106. Mientras el diodo permanezca encendido en el pin 4 se tienen 5 V y con el inversor en la salida se tienen 0 V, obteniendo los pulsos que se pueden ver en la Figura 19, éstos tienen una duración de aproximadamente 3 ms.

*Figura 19 Pulsos de salida del detector de paso por cero*



*Fuente Autores*

El detector de cruce por cero se utiliza para sincronizar la señal de disparo del TRIAC (enviada por el ARDUINO) con la salida del transformador que alimenta el convertidor AC-AC, evitando que éstos no se envíen en un tiempo diferente al que se desean aplicar, creando señales de salida no deseadas.

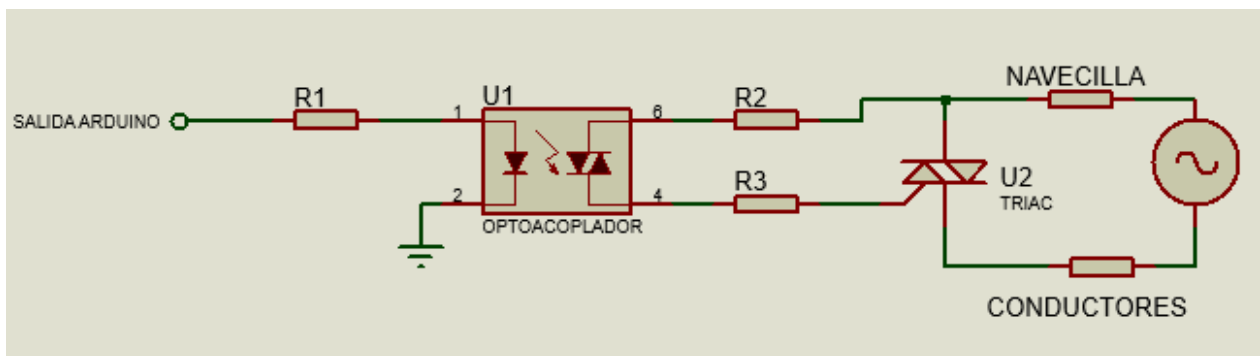
#### **4.6 ETAPA CONTROL DE POTENCIA**

Puesto que el control de disparo de los TRIAC se va a llevar a cabo con Arduino se requiere de una etapa que permita adecuar y aislar la señal de disparo. Para esto, es

necesario un optoacoplador. Cuando el led interno del optoacoplador U1 (ver Figura 20) se encienda, activará su fotoTRIAC excitando la compuerta del TRIAC U2 que permite el paso de corriente a la carga, en este caso las navecillas de evaporación. Para el cálculo de las resistencias se tienen en cuenta algunos datos del optoacoplador y del TRIAC mostrados a continuación:

- $R_1 = V_{\text{ARDUINO}} / I_{\text{FT}}$ ; donde  $I_{\text{FT}}$  es la corriente máxima del optoacoplador y  $V_{\text{ARDUINO}}$  será la tensión de disparo entregada por el ARDUINO y  $R_1$  es la resistencia de protección del LED del optoacoplador U1.
- $R_2 = V_R / I_F$  donde  $V_R$  es la tensión de conducción del optoacoplador U,  $I_F$  es la corriente máxima de conducción del LED del optoacoplador.
- $R_3 = (V_R - V_{\text{GT}}) / I_{\text{GT}}$ ; donde  $V_{\text{GT}}$  e  $I_{\text{GT}}$  son los valores de tensión y corriente necesarias en la puerta del TRIAC U2. Esta resistencia tiene como función de definir la corriente necesaria que pasa por la puerta del TRIAC, evitando que este se dispare cuando el optoacoplador se encuentre apagado.

Figura 20 Esquemático utilizado para la activación de los TRIAC



Fuente Autores

Tener en cuenta que la resistencia inicial de la navecilla es de 17.322 mΩ y la resistencia equivalente de pasa muros y cables de conexión es de 1.45 mΩ

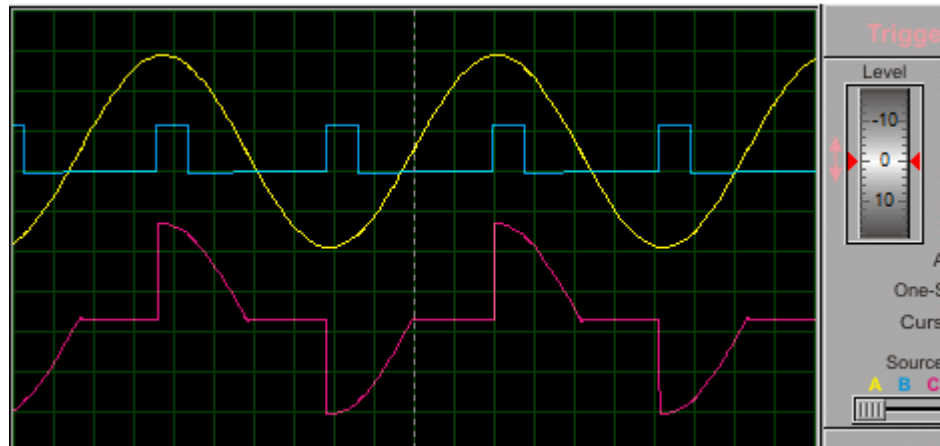
Las características os elementos que se muestran en la Tabla 9 se pueden ver en los anexos G, H e I.

Tabla 9 Elementos requeridos para activación de TRIACS

Fuentes Cu y Sn y sustrato	R1	R2	R3	OPTOACOPLADOR		TRIAC	
	430	100	15	MOC3081	VR= 6V IF= 15mA IFT= 60mA	SKKT 92	VGT= 3V IGT=150 mA ITRMS= 150A
Fuentes Zn y S			35			SKKT 58/16 E	VGT= 2.5V IGT=100 mA ITRMS= 90A

Al integrar los circuitos anteriores, se obtiene el comportamiento del sistema el cual se observa en la *Figura 21*, donde la señal azul es la señal de disparo proveniente del Arduino usado para controlar la señal de salida del TRIAC (señal de color fucsia). La señal amarilla es la tensión en el secundario del transformador.

Figura 21 Salida de tensión en la navecilla al ingresar pulsos de disparo



Fuente Autores

#### 4.7 ESQUEMA GENERAL PARA LA FUENTE DISEÑADA

El esquema que se observa en la *Figura 22* integra todos los elementos necesarios para realizar el control de la temperatura. Este está compuesto por el sistema de

potencia (transformador, TRIAC, navicilla y resistencia de conductores), el cual es controlado por un Arduino que usa el cruce por cero para sincronizar la señal de la red con los disparos de activación del actuador (TRIAC), por medio de un optoacoplador. El sistema cuenta con un controlador PI, con el cual se calcula el tiempo de disparo adecuado para aumentar o disminuir la señal de tensión eficaz o RMS que se le suministra a la carga, dependiendo de la diferencia de temperatura que se realimenta por medio de la señal del termopar y así disminuir el error con respecto a un valor de referencia establecido por el usuario del sistema.

El script de Arduino, ver anexo J, permite realizar control de los disparos enviados al TRIAC, toma como entradas cada una de las señales analógicas de los circuitos de adecuación de los termopares, y por medio de la librería PID calcula el tiempo al que se debe realizar el disparo requerido, comparando la temperatura de entrada con un valor de referencia o temperatura a la que se desea llegar.

La cámara de evaporación contará con 5 sistemas controlados para el calentamiento del sustrato y la evaporación de los elementos precursores (Cu, Zn, Sn, S), por lo que en el script del Arduino se crea un perfil de disparo para cinco puertos digitales, por los que se enviarán las señales de actuación del sistema. La sincronización de la señal de la red y los disparos es una función encargada al circuito de cruce por cero que se ingresa al Arduino por un pin digital como interrupción.

Los transformadores que se muestran en la Figura 22 se conectan a la red eléctrica (220 Vrms a 60 Hz) y las características del transformador 1 se muestran en la Tabla 10. El transformador 2 que se usa en la detección del cruce por cero, tiene una tensión de 5V y una corriente de 0.5 A en el secundario. Se debe tener en cuenta que para el sistema de evaporación de los precursores solo es necesario un circuito de cruce por cero ya que todas las fuentes estarán conectadas a la misma red.

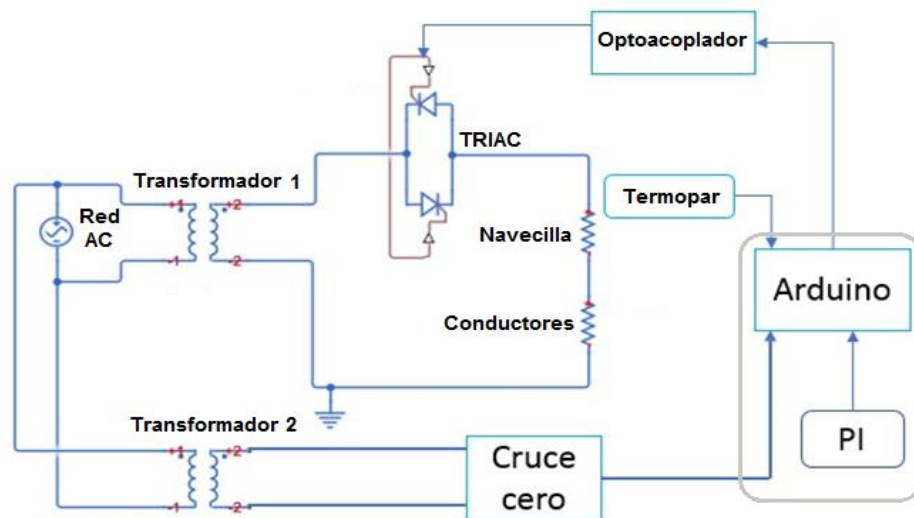
En la selección de los Transformadores que suministran las tensiones y corrientes que permiten el calentamiento, se tiene en cuenta un margen superior

(sobredimensionamiento) tanto de corriente como de tensión para que al ser instalados físicamente y se presenten picos, éstos no afecten la seguridad del sistema; en el caso de que se requiera evaporar un elemento que tenga una temperatura de evaporación superior el sistema diseñado se podrá suplir las necesidades de operación.

Tabla 10 Especificaciones de los transformadores

Uso de la fuente	Transformador 1	Fuentes necesarias
<b>Evaporación, Cu, Sn y calentamiento sustrato</b>	Tensión secundario: 4 V Corriente secundario: 134 A	3
<b>Evaporación Zn y S</b>	Tensión secundario: 2.55 V Corriente secundario: 56 A	2

Figura 22 Esquema general para una fuente de evaporación



Fuente Autores

## 5. CONCLUSIONES

En este trabajo de grado se diseñó un sistema controlado para el calentamiento del sustrato y la evaporación de los elementos precursores (Cu, Zn, Sn, S) utilizados para su posterior utilización en una cámara de evaporación para la fabricación de celdas tipo película delgada, específicamente kesteritas. El sistema diseñado se basó en el uso de convertidores AC-AC contruidos a base de TRIAC y controlados mediante un regulador PI diseñado para el seguimiento de una temperatura de referencia especificada.

Para el sensado de la temperatura se recomienda hacer uso de un termopar, el cual se desempeña adecuadamente en el medio en el que se desarrolla el proceso, sistemas de evaporación térmica para la obtención de películas tipo kesterita (Cu, Zn, S y Sn). Es importante que el termopar soporte atmosferas sulfurosas, altas temperaturas y alto vacío, con el mínimo error posible de medida para llevar a cabo un buen control con el valor de referencia que se requiera. Para el sistema que se diseñó se eligieron termopares industriales tipo K con protección, ya que estos presentan un adecuado desempeño en las condiciones de operación.

Para conocer el comportamiento entrada-salida (función de transferencia) y un controlador, se desarrolló un algoritmo en Matlab que permitió emular el comportamiento físico del sistema, empleando las ecuaciones matemáticas que lo definen y de esta manera encontrar los parámetros de corriente y tensión necesarios para las fuentes de alimentación. Una vez se tiene el algoritmo y haciendo uso de herramientas como *System Identification Toolbox* y *PID Tuner de Matlab*, se identifica la función de transferencia y el controlador PI para mostrar la respuesta del sistema a entradas como el escalón o la rampa.

Para la evaporación de los precursores en la obtención de kesteritas se diseñaron dos tipos de fuentes de alimentación, debido a que el cobre y el estaño tienen temperaturas de evaporación similares cercanas a los 1000 °C, y lo mismo sucede con el azufre y el zinc, pero con temperaturas alrededor de los 200°C; dadas estas condiciones se puede usar una fuente para cada precursor, esto resulta costoso puesto que se requieren cinco fuentes teniendo en cuenta el calentamiento del sustrato. La segunda forma es hacer uso de tres fuentes una para el calentamiento del sustrato y las dos adicionales se distribuyen entre los precursores, teniendo en cuenta que se puede evaporar por ejemplo cobre y azufre o estaño y azufre dejando conexiones externas que permitan la energización de los circuitos de las navecillas.

En la evaporación de precursores para depositar Kesteritas se requiere alcanzar temperaturas cercanas a los 1000 °C, por lo tanto, se deben usar navecillas que tengan una baja resistividad, soporten altas temperaturas y que permitan el flujo de corrientes altas; los materiales que presentan mejores características son el Tungsteno y el Tántalo. El máximo valor de corriente que soportan las navecillas está dado por el grosor con el que es fabricado.

En la identificación de una función de transferencia con la *System Identification Toolbox* de Matlab se suelen obtener índices de error muy pequeños. Sin embargo, una vez que se hace la validación con nuevos datos, este índice de error puede alejarse del porcentaje antes calculado; por esto se debe seleccionar la función de transferencia que tenga el menor cambio del índice de error cuando se le realiza la validación con señales diferentes.

## 6. RECOMENDACIONES

Para trabajos futuros se recomienda diseñar e implementar una base de datos; en la que se puedan almacenar la totalidad de las variables de las pruebas con las que se lleva cabo la fabricación de la película delgada, haciendo el proceso más eficaz a la hora de almacenar datos, por lo tanto, más reproducible.

El diseño del sistema se realizó para una presión de  $1.33 \times 10^{-4}$  mbar puesto que con esta presión se requiere mayor temperatura para evaporar los precursores comparado con un sistema que permite llegar a presiones del orden de  $10^{-6}$  o hasta la  $10^{-8}$  mbar en donde las temperaturas serán menores, por lo que la potencia requerida será más baja. En este último caso se recomienda revisar las tablas de temperatura para presiones específicas que se muestran en el anexo K.

## BIBLIOGRAFIA

AMAYA, Ennis; GOTTIA, Alfredo. *instrumentación industrial*. Venezuela Maracaibo Primera ed, 1997. p 88.

ASKELAND, Donald, *et al. Ciencia e ingeniería de los materiales*. Cengage learning, 2011.

ASHLOCK, David; WARREN, Anjelica Guía de acondicionamiento de señales para ingenieros. 2015. p. 14.

BROWN, Adan, *et al. Renewables 2016 global status report*. Paris Francia, 2016. *REN21*, pp. 60–67.

CENGEL, Yunus; BOLES, Michael. *Termodinámica*. Mc Graw Hill. Séptima ed, 2012.

CHAPMAN, Estephen. Maquinas Electricas, *Magnetismo*. Colombia Mc Graw Hill. pp. 61–144.

*DISEÑO DE SISTEMAS DE CONTROL POR COMPUTADOR* [anonimo]. Gijón España, 2008, pp. 1–4.

DULHOSTE, Jean-François. Medición de temperatura. Escuela de Ingeniería Mecánica – ULA. p. 16.

EL USO DE TERMOPARES [anonimo]. Hoja técnica de WIKA, Barcelona España vol. 23, 2014. p 12.

GIANT, Metal. Tantalum crucible. [En línea]. (Recuperado en 25-May-2017). Disponible en <http://www.giant-metals.com/tantalum-crucible.html>.

GIANT, Metal. Tungsten crucible. [En línea]. (Recuperado en 01-Sep-2017). Disponible en <http://www.giant-metals.com/tungsten-crucible.html>.

HURTADO MORALES, Mikel Fernando. Síntesis y caracterización de películas delgadas del semiconductor  $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$  y su uso como capa absorbente en celdas solares. Tesis para optar el título de doctor en ciencias, Universidad Nacional De Colombia, 2014.

IZQUIERDO FERNANDEZ, Jonatan. Controladores PI con acción de reset. Universidad Autónoma de Barcelona. 2011.

LESKER, Kurt. Tantalum Baffled Boxes. [En línea]. (Recuperado en 29-Jul-2017). Disponible en [http://www.lesker.com/newweb/evaporation\\_sources/thermal\\_tantalumbox.cfm?pgid=0](http://www.lesker.com/newweb/evaporation_sources/thermal_tantalumbox.cfm?pgid=0).

LESKER, Kurt. Narrowed Trough Boat. [En línea]. (Recuperado en 13-Aug-2017). Disponible en [http://www.lesker.com/newweb/evaporation\\_sources/thermal\\_boat\\_pan.cfm?pgid=2](http://www.lesker.com/newweb/evaporation_sources/thermal_boat_pan.cfm?pgid=2).

LJUNG, Lennart. *System Identification Theory for the user*, Quinta. prentice hall ptr. Vol. 11, 1987. pp. 1–255.

LJUNG, Lennart. *System identification toolbox for use with MATLAB*, vol. 1. 2011.

MARTÍNEZ BOHÓRQUEZ, Miguel Ángel. Aportaciones a la instrumentación electrónica en la optimización de sistemas basados en energía solar. Memoria para optar al título de doctor Universidad de Huelva, 2009. p 67.

MDC, Engineered Process Solutions. Thin Film Products, 2012. p 3-6.

MICOLTA, Edwin. Circuitos de Disparo En Potencia. Corporación Universitaria Autónoma del Cauca. 2013. p 10.

MTI, Metal Technology. Zirconium Metal Technology Leading Additive Manufacturing Companies, [En línea]. (Recuperado en 28-May-2017). Disponible en <http://www.mtialbany.com/metals/zirconium/>.

MUHAMMAD, Rashid. *Electronica de Potencia*. Mexico: Prentice Hall, 2001. p 721.

MURDOCK, Hannah, et al. *Renewables 2017 Global Status Report*. Paris francia, 2017  
*REN21*, p. 28.

NIETO, Enrique, et al. Películas delgadas: fabricación y aplicaciones. *Boletín la Sociedad española Ceramica y Vidrio*. vol. 33, no. 5, 1994. pp. 245–258,.

OMEGA, ANSI and IEC color codes for Thermocouple, wire and conectors, pp. 1–7.

OMEGA, High Temperature Lead Wire (Inconel® 600 Braid over Silica Ceramic Insulation) Rugged Transition Joint Thermocouple Probes, vol. 38, no. 700, p. 1.

OMEGA, High Temperature Lead Wire (Inconel® 600 Braid over Silica Ceramic Insulation) Rugged Transition Joint.” [En línea]. (Recuperado en20-Sep-2017). Disponible en [https://www.omega.com/pptst/TJ36-XSiB\\_chb.html](https://www.omega.com/pptst/TJ36-XSiB_chb.html).

ORDOÑEZ ROJAS, Jose Ignacio. Síntesis y Estudio de Propiedades de Películas Delgadas de  $\text{Cu}_2\text{ZnSnS}_4$ . Tesis de magister en ciencias Universidad Nacional De Colombia, 2012.

PLANSEE, Molibdeno Plansee. [En línea]. (Recuperado en20-May-2017). Disponible en <https://www.plansee.com/es/materiales/molibdeno.html>

PLANSEE, Tántalo Plansee. En línea]. (Recuperado en25-May-2017). Disponible en <https://www.plansee.com/es/materiales/tantalo.html>.

PLANSEE, Tungsteno |. Plansee.” [En línea]. (Recuperado en26-May-2017). Disponible en <https://www.plansee.com/es/materiales/tungsteno.html>.

ROCKETT, Angus. *The materials science of semiconductors*. Illinois:Espringer editores, 2008.p 508.

TESBOURNE, Evaporation. Vacuum Evaporation Sources Testbourne Ltd. [En línea].

(Recuperado en 01-Jun-2017). Disponible en <http://www.testbourne.com/vacuum-evaporation-sources>.