

NORMA ISA S88 APLICADA AL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE ÓXIDO DE VANADIO POR MAGNETRÓN SPUTTERING RF



**Eduardo Castillo Castillo
Oscar Daniel Gómez Pérez**

Anexos

Director: Mg. Ing. Juan Fernando Flórez Marulanda

Universidad del Cauca

**Facultad de Ingeniería Electrónica y Telecomunicaciones
Facultad de Ciencias Naturales, Exactas y de la Educación
Departamento de Electrónica, Instrumentación y Control
Departamento de Física
Ingeniería en Automática Industrial e Ingeniería Física
Popayán, Mayo 2012**

LISTA DE ANEXOS

ANEXO 1. TEORÍA ISA S88	3
ANEXO 2. PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ SOBRE SILICIO (100) POR MAGNETRÓN SPUTTERING	18
ANEXO 3. MANUAL DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ SOBRE SILICIO (100) POR MAGNETRÓN SPUTTERING	36
ANEXO 4. APLICACIÓN DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ / SI (100) SIGUIENDO LA INFORMACIÓN DADA POR LA NORMA ISA S88 Y PROCEDIMIENTO ACTUAL DE FISBATEM	40
ANEXO 5. CARACTERIZACIÓN RESISTENCIA EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA (RT)	53
ANEXO 6. ARTÍCULO – APLICACIÓN DEL ESTÁNDAR ISA S88 EN EL MODELADO DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ SOBRE SILICIO (100)	61

ANEXO 1. TEORÍA ISA S88

1. PROCESOS BATCH [1]

Los procesos de fabricación industrial pueden ser clasificados en tres categorías: continuos, discretos o *batch* (por tandas). Si la salida del producto es un flujo continuo entonces el proceso es continuo, si el producto se fabrica con una cantidad finita de partes es un proceso discreto, y en el caso en que el producto se fabrique con una cantidad finita de material entonces es un proceso *batch*.

En los procesos continuos, entra materia prima y sale producto permanentemente; los productos se elaboran moviendo el material entre los diferentes equipos que realizan tareas determinadas y permanecen en un solo estado estable. Ejemplos de procesos continuos son los que se llevan a cabo en plantas de tratamiento de agua, plantas de generación de electricidad o en las refinerías.

En los procesos discretos se contempla la salida del proceso en forma de unidades o número finito de piezas. Los productos son clasificados en lotes de producción que están basados en materias primas, requerimientos de producción e historias de producción comunes. En un proceso de fabricación por partes discretas, una cantidad especificada de producto se mueve como una unidad (grupo de partes) entre estaciones y cada parte mantiene su identidad única. Como ejemplos de un proceso discreto se puede mencionar la fabricación de vehículos, ensamblaje de computadoras o plantas de estampación.

Los procesos por tandas, conducen a la producción de cantidades finitas de material (tandas), sometiendo cierta cantidad de material de entrada a un orden definido de acciones de proceso en uno o más porciones de equipo. El producto producido por un proceso por tandas es llamado una tanda. Los procesos por tandas no son ni discretos ni continuos; sin embargo, tienen características de ambos. Los procesos *batch* son usados de muchas formas y en muchos sectores como en la industria alimenticia, industrias de bebidas, productos farmacéuticos, pinturas, cementos [2].

El término *batch*, significa el material hecho por y durante el proceso, y también la entidad que representa la producción de ese material.

1.1. Norma ISA S88

Los sistemas con procesos de control *batch* no se habían logrado optimizar debido a la falta de una terminología estándar, que formalice un marco procedimental riguroso que permita llevar a cabo este tipo de procesos. En la última década del siglo XX, se dieron varias iniciativas con el propósito de proporcionar un criterio común acerca del problema de la automatización de los procesos *batch* y que lograra una estandarización de los sistemas de control *batch*. El más exitoso de estos intentos fue el desarrollo del estándar S88 por parte de un comité de la División de Prácticas y Estándares (comité SP88) de la Sociedad Internacional para la Medición y el Control, ISA (*International Society for the Measurement and Control*) [3].

La norma ANSI/ISA S88 fue desarrollada con el objetivo de definir inteligentemente la administración jerárquica de récipes y un marco de segmentación de procesos que permita separar claramente los productos de los procesos que los generan. El estándar permite la reutilización y flexibilidad del equipo, y provee una estructura para coordinar e integrar la información relacionada con los récipes [4].

Introducida inicialmente en 1995, la S88 se creó para proporcionar un lenguaje y modelos comunes para el diseño y la especificación de sistemas de control para procesos por tandas. Define estados (o condiciones) y terminología para la planta física, los procedimientos y los récipes de un proceso por tandas [5].

El estándar S88 se compone de cinco partes: la primera parte (S88.01) define un conjunto de términos y modelos usados para definir los requerimientos de control para las plantas de fabricación por *batch*. Esta parte del estándar fue aprobada por el comité principal de ISA y ANSI, el Instituto de Nacional Americano de Estándares (*American National Standards Institute*) en 1995. La segunda parte (S88.02) define modelos de datos que posibilitan el desarrollo de componentes software basado en UML (Unified Modelig Language). El tercer segmento de la norma (S88.03) se enfoca en detallar, aún más, las Recetas General, Maestra y de Sitio, suministrando a las empresas una definición detallada de los contenidos de estas recetas. La primera parte de la norma proporciona poca información acerca de estas clases de receta debido a que su enfoque se orienta hacia el “control batch”. La razón principal por la cual se desarrolló la tercera parte fue la necesidad de un estándar que se enfoque en la administración empresarial de la información del producto. La cuarta parte (S88.04) trata sobre los registros de producción y cómo estos deben ser llevados a partir de un modelo de referencia, con el ánimo de almacenarlos e intercambiarlos entre diferentes aplicaciones. El borrador de la parte cinco (S88.05) trata sobre cuál debe ser la interface receta-equipo [6].

1.1.1. Objetivos de la Norma ISA S88

En el comité SP88 de ISA se trabajó en el desarrollo de un estándar que suministre a los fabricantes por *batch* un conjunto de herramientas necesarias para el análisis de los procesos existentes y que les permita agregar rápidamente nuevos productos a sus sistemas del procesamiento. Los objetivos de las normas son:

- Suministrar una terminología y un conjunto de conceptos y modelos a las plantas de fabricación *batch*.
- Proveer un modelo común y consistente para el diseño y la operación de plantas de fabricación *batch*.
- Mejorar el control y la eficiencia en procesos de manufactura tipo *batch* [3].

1.1.2. ISA S88.01

Esta parte del estándar internacional sobre Control por Tandas, provee la terminología y un conjunto consistente de conceptos y modelos para plantas de manufactura por tandas y control de tandas que mejora la comunicación entre todas las partes involucradas. La norma se puede aplicar a cualquier proceso independiente de su grado de automatización.

1.1.3. Modelos de la Norma ISA S88.01

En la sección 88.01 se han definido cuatro modelos, necesarios para definir los equipos, su relación funcional y los pasos necesarios para la fabricación de un producto en un sistema por producción *batch*.

Los modelos son los siguientes:

- Modelo físico: define la jerarquía de los equipos usados en el proceso de fabricación de batch.
- Modelo de proceso: define los resultados de ejecutar un procedimiento sobre un equipo en el proceso.
- Modelo de control procedimental: define el control que habilita a los equipos para realizar una tarea.
- Modelo de actividades de control: define las relaciones entre las diferentes actividades de control requeridas para ejecutar un proceso batch.

1.1.3.1. Modelo Físico:

El principal objetivo del Modelo Físico es estructurar los activos físicos de la empresa. Esta subdivisión debe realizarse teniendo en cuenta las características y perfiles de los recursos que se requieren para desarrollar cada una de las operaciones y acciones del proceso de producción, debiéndose identificar claramente la capacidad de procesamiento, almacenamiento y la función específica que cumplen dentro de la cadena de valor [7]. Es así como, el modelo físico del estándar ISA S88 define una jerarquía de equipos, específicamente utilizados en el proceso de producción, agrupando los recursos de la empresa con referencia a siete niveles tal como se muestra en la figura A.1.1.

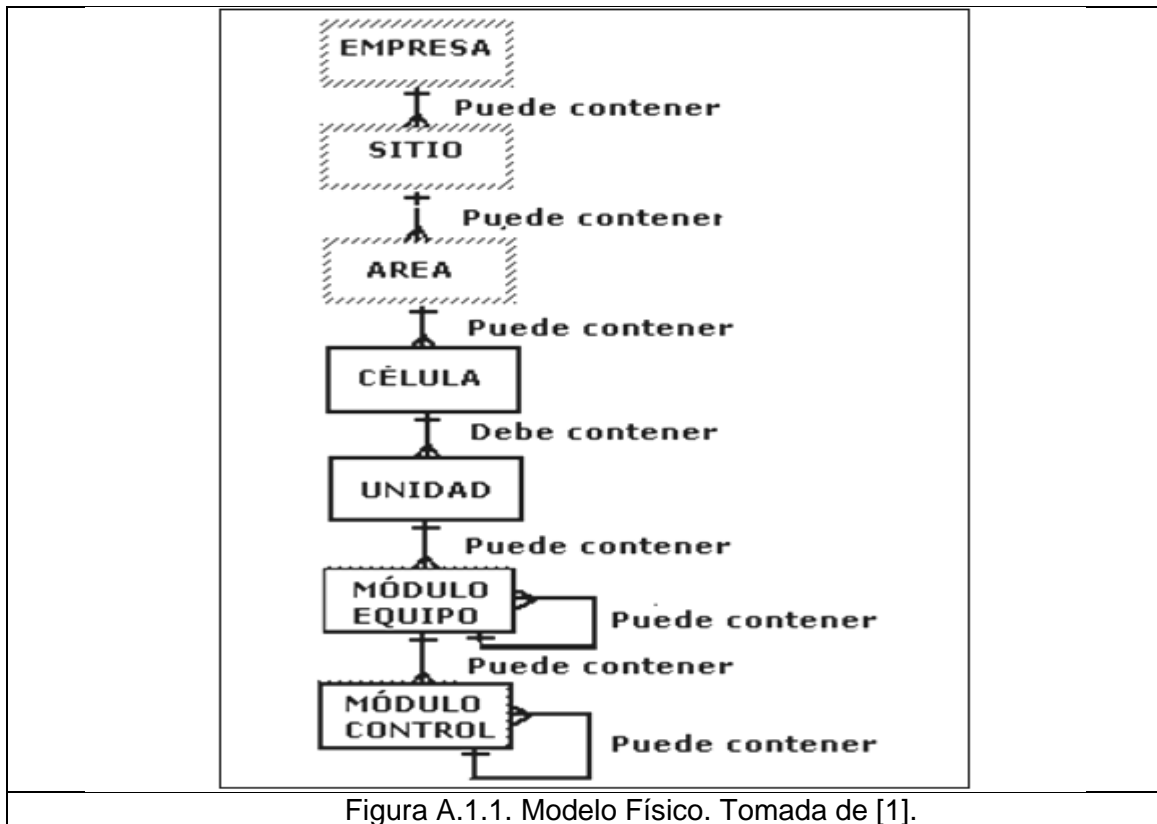


Figura A.1.1. Modelo Físico. Tomada de [1].

A continuación se especifica cada uno de los siete niveles del modelo físico de acuerdo a la norma S88.01:

Nivel Empresa: la empresa es la encargada de determinar qué productos se van a manufacturar, en cuales sitios y cómo se van a manufacturar. Este nivel es una colección de sitios y puede contener tanto sitios como áreas.

Nivel Sitio: un sitio es un agrupamiento físico, geográfico o lógico determinado por la empresa. Este puede contener áreas, células de proceso, unidades de producción y líneas de producción. La planeación y programación del sitio puede involucrar células, líneas o unidades dentro de las áreas.

Nivel Área: un área es un agrupamiento físico, geográfico o lógico determinado por el sitio. Este puede contener células de proceso, unidades de producción o líneas de producción.

Nivel de Célula de Proceso: es una agrupación lógica de los equipos principales y de soporte requeridos para la producción de uno o más lotes. En este nivel se transforma materia prima o subproductos en producto terminado o nuevos subproductos. Puede contener más de un grupo de equipos requeridos para producir un lote, a esta agrupación se le conoce como tren, al equipo utilizado para completar un lote se le conoce como ruta

o flujo. Los trenes no pueden incluir equipos que no sean parte de una célula de proceso. Las líneas pueden ser configuradas de tal forma que combinen, en forma diferente, a los equipos para diferentes *batches* [8].

Clasificación de las Células de Proceso [9]

Las células de proceso se clasifican por el número de productos diferentes que se fabrican en ella o por la estructura física del equipo usado en la fabricación.

a) Clasificación por el número de productos

- **Uniproducto:** en la célula de proceso se produce el mismo producto en cada tanda; son posibles las variaciones en los procedimientos y en los parámetros.
- **Multiproducto:** en la célula de proceso se producen diversos productos utilizando diferentes métodos de producción o control. Hay dos posibilidades: producir los productos con el mismo procedimiento usando diferentes valores de fórmula o producir usando diferentes procedimientos.

b) Clasificación por la estructura física

- **Trayectoria Única:** es un grupo de unidades a través de las cuales una tanda pasa secuencialmente. Esta trayectoria puede tener una sola unidad o varias unidades en secuencia. Se emplean múltiples materiales de entrada. En la figura A.1.2 se muestra una trayectoria única con dos unidades y dos zonas de almacenamiento.

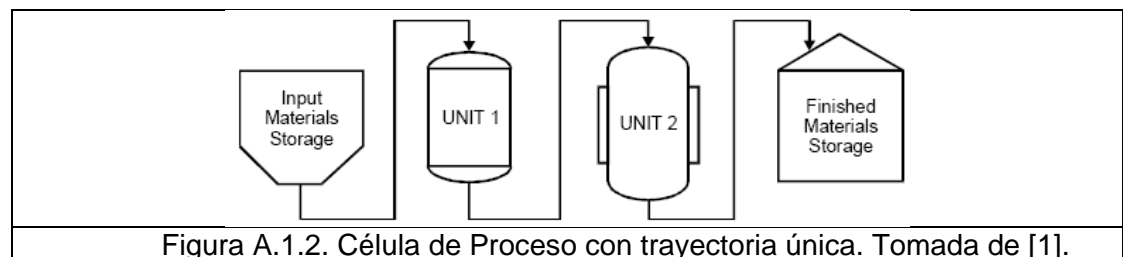
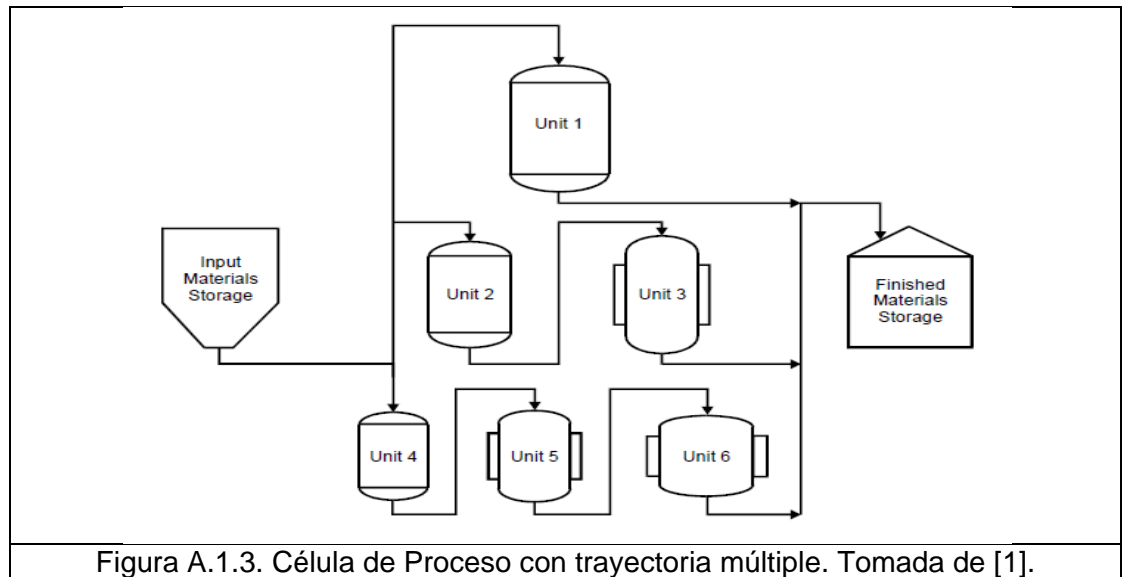
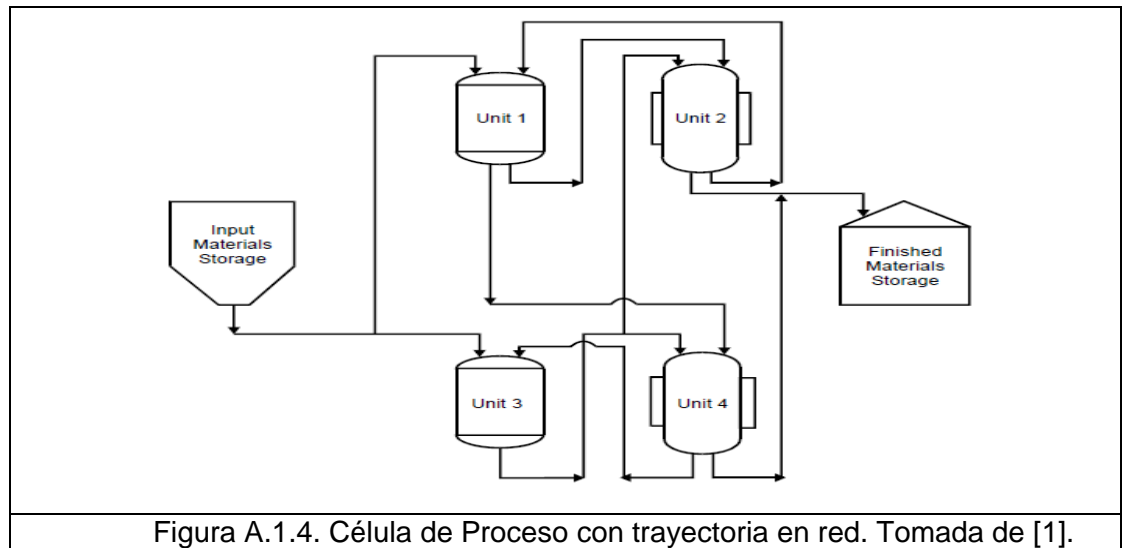


Figura A.1.2. Célula de Proceso con trayectoria única. Tomada de [1].

- **Trayectoria Múltiple:** esta distribución consta de múltiples estructuras de una trayectoria única en paralelo sin transferencia del producto entre ellas. En la figura A.1.3 se muestra una célula de proceso con varias trayectorias.



- Trayectoria en Red:** las trayectorias pueden ser fijas o variables. Cuando las trayectorias son fijas, se usan las mismas unidades en la misma secuencia. Cuando la trayectoria es variable, la secuencia se puede determinar al inicio de la tanda o cuando está siendo producida. Ejemplo de esta trayectoria se muestra en la figura A.1.4.



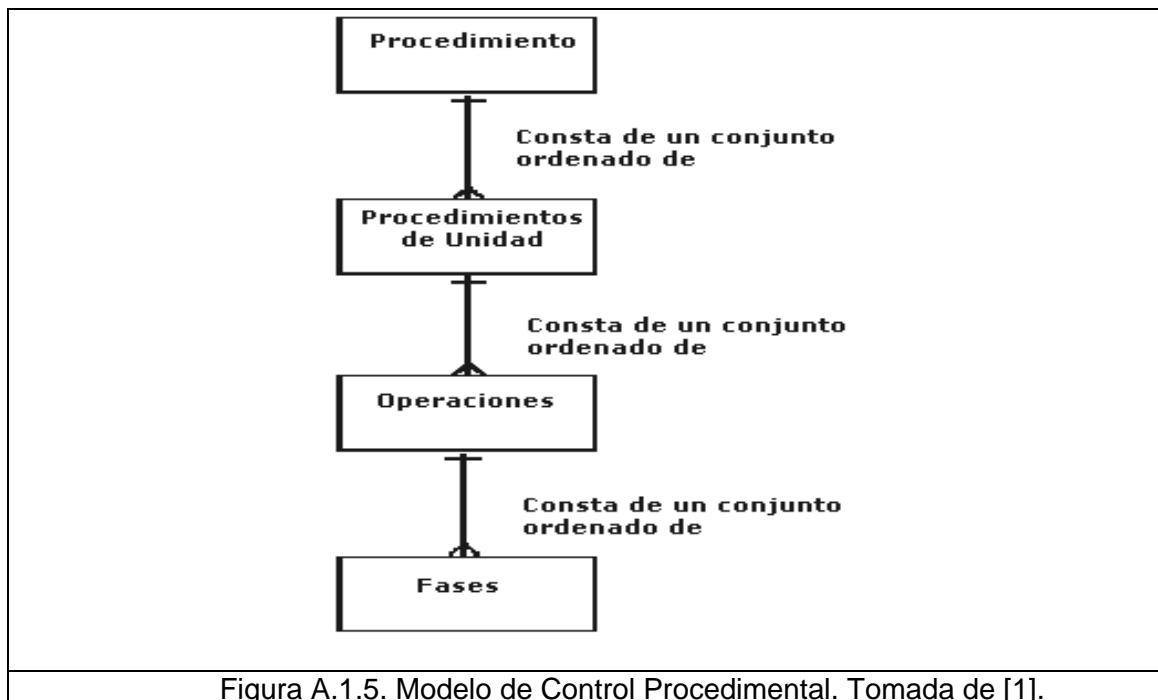
Nivel de Unidad: es una colección de módulos de control y módulos de equipo relacionados que pueden ejecutar una o más actividades mayores de proceso, operando un lote a la vez. Usualmente centrada en un equipo de proceso principal que contiene material, el cual transforma o de alguna forma modifica la materia prima para agregar valor; la unidad no puede operar sobre, o contener más de un lote a la vez y se requiere de una receta para operar.

Nivel de Módulo de equipo: es un grupo de equipo funcional que puede realizar actividades de procesos menores. El módulo equipo puede componerse de módulos control y de módulos equipo subordinados. Un módulo equipo puede ser parte de una unidad o formar una agrupación aparte de equipo dentro de una célula.

Nivel de Módulo de control: es una colección de sensores, actuadores, otros módulos de control y equipamiento de proceso asociados desde el punto de vista de control. Un módulo de control se puede también componer de otros módulos de control [10].

1.1.3.2. Modelo de Control Procedimental

En este modelo se especifican las acciones que se deben ejecutar en los equipos a través de secuencias ordenadas, las cuales permiten llevar a cabo una acción orientada al proceso para la obtención de un producto. Estas acciones se agrupan en estructuras que permiten modelar y especificar de manera adecuada una receta, la cual será ejecutada sobre el conjunto de equipos definidos en el modelo físico [7]. El diseño de este modelo habilita la construcción de instrucciones genéricas que las recetas pueden usar en múltiples ocasiones para elaborar diferentes productos. Se ilustra en la figura A.1.5 el modelo de control procedimental.



A continuación se detallan los componentes del modelo de control procedimental:

Procedimiento: un procedimiento es el nivel más alto en la jerarquía del modelo de procedimiento, define la estrategia total para ejecutar las acciones de proceso requeridas para preparar un lote [8].

Procedimiento de Unidad: consiste en un conjunto ordenado de operaciones que hace que tenga lugar una secuencia de producción continuada dentro de una unidad. Se presume que solamente una operación esté activa en una unidad en cualquier tiempo [11].

Operaciones: es un conjunto ordenado de fases que define una secuencia mayor de proceso que lleva el material que está siendo procesado de un estado a otro, usualmente involucrando un cambio químico o físico. En un momento determinado solo una operación está activa en una unidad [8].

Fases: es el elemento más pequeño del control procedimental que puede completar una tarea orientada a proceso. Estas acciones establecen o cambian los estados de las constantes, puntos de referencia, valores de entrada y salida; los modos, algoritmos o variables del proceso, puntos de referencia etc. Para crear una estrategia de control de procedimiento lo más recomendable es construir fases que se puedan reutilizar en diferentes recetas [12].

1.1.3.3. Modelo de Proceso

El modelo de proceso proporciona las bases para los modelos físico y de control procedimental. La combinación de estos modelos genera el modelo de proceso que describe qué secuencias deben ser ejecutadas dónde y con qué parámetros nominales de receta en la célula de proceso [1]. En la figura A.1.6 se muestra la relación entre los modelos de proceso, físico y de procedimiento.

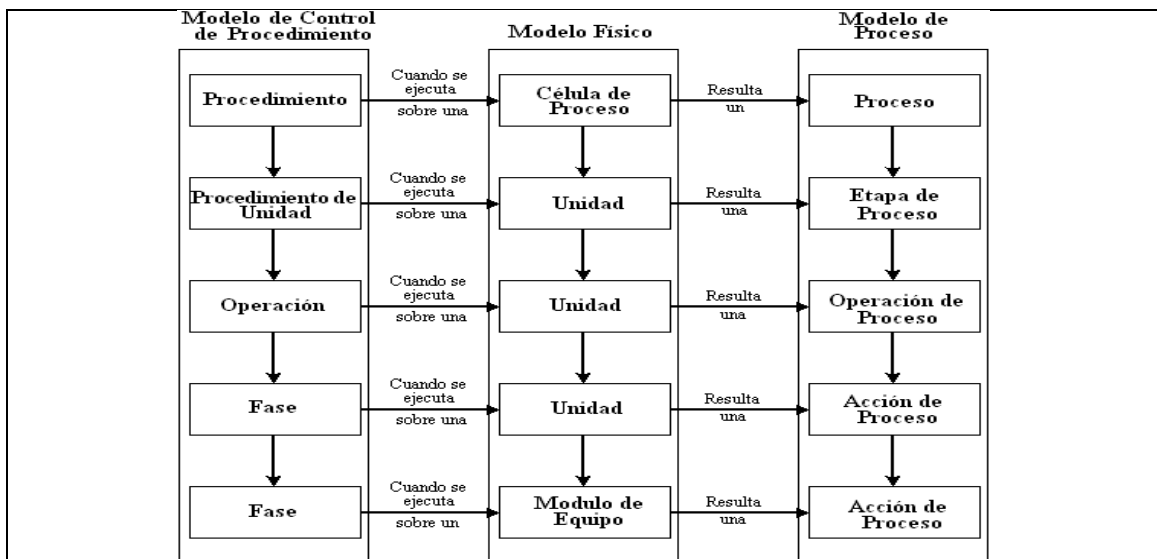


Figura A.1.6. Relación entre el modelo físico, de proceso y de control procedimental. Tomada de [1].

Proceso: es la producción de un batch utilizando el equipo disponible. Un proceso es un procedimiento ejecutándose sobre una célula de proceso y se compone de una o más etapas.

Etapas: partes de un proceso que operan independientemente y que usualmente resultan en una secuencia planeada de cambios físicos o químicos en el material que está siendo procesado. Las etapas del proceso pueden ser serie, paralelo o ambos [14].

Operaciones de Proceso: las operaciones de proceso representan actividades mayores de procesamiento. Típicamente, una operación de proceso transforma el material que está siendo procesado de un estado a otro mediante cambios químicos o físicos.

Acción de Proceso: Corresponde a una tarea menor de proceso que resulta de la ejecución de una fase sobre un módulo de equipo. Una acción de proceso se puede realizar con la ayuda de otras acciones de proceso. Un conjunto ordenado de acciones de proceso componen una operación de proceso [3].

1.1.4. Récipe

De acuerdo a la S88.01 el récipe se define como: El conjunto de información necesaria que identifica de forma única los requerimientos de producción de un producto específico [15]. El procesamiento por tandas requiere de acciones que se produzcan en una secuencia definida; la definición de la secuencia es la función primaria de un récipe [16].

Tipos de récipes: los récipes proveen una forma de describir productos y cómo estos productos son producidos. Dependiendo de los requerimientos específicos de una empresa, pueden existir otros tipos de récipe. Sin embargo, este estándar discute solamente el récipe general, el récipe de sitio, el récipe maestro y el récipe de control [1]. En la figura A.1.7, se ve la relación jerárquica de los diferentes tipos de recetas que están contemplados en la norma S88.

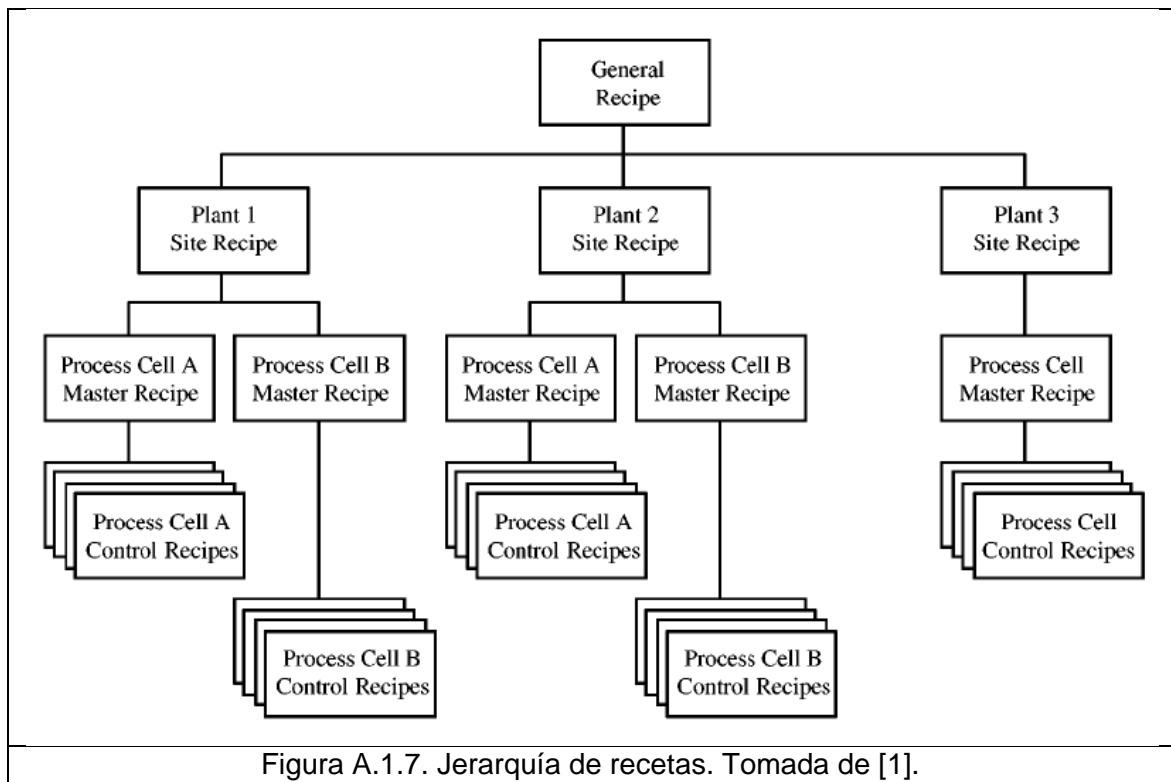


Figura A.1.7. Jerarquía de recetas. Tomada de [1].

Recipiente General: este recipiente puede ser considerado como una especificación técnica del proceso de fabricación. Incluye información general de los equipos requeridos, de las materias primas y del procedimiento sin detallar información específica para un producto o rango de productos. El recipiente general da una perspectiva a nivel empresa que sirve de base para las recetas de sitio y maestra [17].

Recipiente de Sitio: es una receta específica para un sitio particular y es la combinación de información específica del sitio y la receta general. Se deriva del recipiente general para conocer las condiciones de la localización específica de fabricación y provee el nivel de detalle necesario para el nivel de sitio y la programación a largo plazo de la producción [18].

Recipiente Maestro: este recipiente está orientado a la célula de proceso o a un subconjunto de equipos de la célula de proceso. Un recipiente maestro puede derivarse de un recipiente general o de un recipiente de sitio [1]. Esta receta contiene información específica del producto requerida para la programación detallada, tal como requerimientos del equipo, procedimiento y de materias primas [18].

Recipiente de Control: creada de la receta maestra cuando se programa un batch de un producto específico. Esta es la versión más específica de una receta. Contiene información precisa sobre producción como por ejemplo: la línea en la que se va a ejecutar el batch y las materias primas que se van a emplear. Esta es la única receta que se requiere en producción [16].

Contenido de los récipes: cada r cipe contiene las siguientes categor as de informaci n:

- Encabezado
- F rmula
- Requerimientos de equipo
- Procedimiento del r cipe
- Otra informaci n.

Encabezado: la informaci n t pica del encabezado incluye la identificaci n del r cipe y del producto, n mero de versi n, autor, la fecha de expedici n, aprobaciones, el estado y otra informaci n administrativa.

F rmula: en esta categor a se incluye informaci n de entradas, par metros y salidas del proceso. La f rmula es una categor a de informaci n de r cipe que incluye el listado de los materiales y las cantidades necesarios para la realizaci n del proceso.

Adem s de la materia prima que se consume en el proceso de la tanda, las entradas de proceso pueden tambi n incluir energ a y otros recursos como mano de obra. Las cantidades pueden especificarse como valores absolutos o como ecuaciones basadas en par metros de la f rmula o tama o de la tanda o del equipo.

Los par metros de proceso pueden ser usados como setpoints, valores de comparaci n o en l gica condicional.

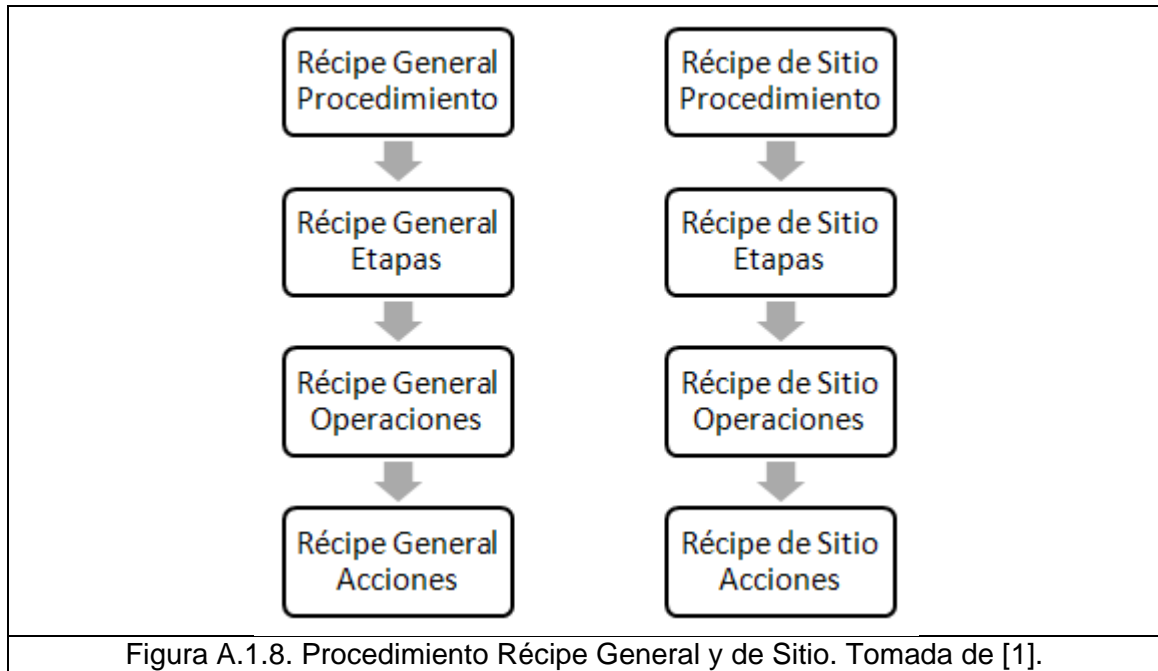
Una salida de proceso es la identificaci n y cantidad de material y/o energ a esperados como resultados de una ejecuci n del r cipe.

Requerimientos del equipo: informaci n sobre equipos espec ficos necesarios para la fabricaci n de un batch o una parte determinada de uno de estos. En los r cipes general y de sitio usualmente no se llaman a equipos espec ficos, los requerimientos de estos r cipes son descritos en t rminos generales [16].

Procedimiento del r cipe: define la estrategia para llevar a cabo un proceso. Los requerimientos de equipo en los r cipes general y de sitio suelen ser descritos en t rminos generales, tales como materiales permitidos y las caracter sticas necesarias de procesamiento. En el r cipe maestro, los requerimientos de equipo pueden ser expresados de manera tal que especifiquen los equipos permitidos en la c lula de proceso. En el r cipe de control, los requerimientos de equipo son los mismos que los quipos permitidos por el r cipe maestro [19].

Procedimiento del r cipe general y el de sitio: dependiendo del nivel del r cipe se usan dos modelos para definir los procedimientos de los r cipes. Dado que los r cipes general y de sitio se centran en las actividades de procesamiento y no se refieren a equipos espec ficos, entonces sus procedimientos se basan en el modelo de proceso. Seg n la norma ISA S88, el modelo de proceso es muy conceptual y describe las funcionalidades que son necesarias para crear un batch. Cuando se describe un batch usando este modelo, realmente no se adentra en el equipo o procedimientos detallados.

Por tanto, el modelo de proceso puede ser una herramienta para el área de Investigación y Desarrollo de la empresa, el cual identificar los pasos secuenciales para la fabricación de un producto [19]. Figura A.1.8.



Procedimiento del recípe maestro y el de control: cuando se considera los procedimientos de los recípes, una transformación ocurre entre los recípes de sitio y maestro. A diferencia de los recípes general y de sitio, los recípes maestro y de control tratan con clases de equipo o piezas específicas de equipo.

Según la norma ISA S88, el modelo de control de procedimiento profundiza en el equipo o en los procedimientos necesarios para la producción de un batch.

El recípe maestro debe contener información de requerimientos de equipo suficientemente detallada para determinar y asignar los recursos en orden a crear e iniciar el recípe de control.

Es a este nivel de recípe donde se puede determinar el conjunto de fases de recípe necesarias para llevar a cabo las acciones de proceso, las operaciones de proceso y las etapas de proceso buscadas.

El procedimiento de un recípe de control consta de procedimientos de unidad de recípe, operaciones de recípe y fases de recípe que se relacionan directamente con los definidos en el recípe maestro. A la hora de creación del recípe de control existe una correspondencia uno a uno entre los procedimientos de unidad de recípe en el recípe maestro y los procedimientos de unidad de recípe en el recípe de control, entre las operaciones de recípe en el recípe maestro y las operaciones de recípe en el recípe de control, y entre las fases de recípe en el recípe maestro y las fases de recípe en el recípe de control. Véase en la figura A.1.9 los procedimientos del recípe maestro.



Otra información: puede contener información de soporte de proceso no contenida en otras partes del r cipe, ejemplo de esto, puede ser informaci n de cumplimiento de normas, informaci n de seguridad de materiales y proceso, diagramas de flujo de proceso.

Bibliografía

1. The International Society of Automation, "Batch Control Part 1: Models and Terminology", United States of America, July, 2006.
2. Opchain-Pharma, "Optimización de la cadena de abastecimiento", [En línea]. Disponible en: <http://www.decisionware.net/dgtree/imagenes/cnt/imagenes/Descriptivo%20OPCHAIN-PHARMA%20V1.pdf> [Consultado: 05 de Julio 2011].
3. B. Idrobo y R. Ávila, "Norma ISA S88 aplicado como caso de estudio a un sistema de procesamiento UHT", tesis, Ing. Automática Industrial, Universidad del Cauca, Popayán, Colombia, 2007.
4. BatchControl, "What's really is S88, anyway?", [En línea]. Disponible en: http://www.batchcontrol.com/s88/01_tutorial/03-whatiss88.shtml [Consulta: 31 de Mayo de 2011]
5. Rockwell Automation, "Estándares para ayudar a facilitar la integración de los datos de fabricación", *Automation Today*, Volumen 1, pp 17, 2007.
6. Rockwell Automation, *The ISA S88 Standard A Roadmap for Automation A Powerful Management Tool: Benefits of Manufacturing Control*. Rockwell Automation.
7. E. Chacón, et al., "Aplicación del estándar ISA88 en el modelado del proceso de producción de azúcar en un central azucarero", in *Seventh LACCEI Latin American and Caribbean Conference for Engineering and Technology*, 2009, pp 1-10.
8. J. Ruiz "Modelo de un Tacho batch al vacío para agotamiento de niveles provenientes de la caña de azúcar" tesis doctoral, Atlantic International University, United States of america, 2008.
9. Guillermo Camacho, "Ejemplo de Aplicación de la norma ISA S88.01 al proceso de fabricación de jugo de manzana con Vitamina C", apuntes del curso de Proyecto de Automatización II, Universidad del Cauca, Popayán Colombia, 2009.
10. Oscar Amaury Rojas, "ISA S88", apuntes del curso de Proyecto de Automatización II, Universidad de los Andes, Mérida Venezuela, 2008.
11. Rockwell Automation, *Como crear una solución de lotes usando el sistema ISA S88 Logix PhaseManage*, Automation University, 2009.
12. Rockwell Automation Technical Report, *FactoryTalk, batch*. Rockwell Automation, 2007.
13. Experiencia en el sector cervecero, "Soluciones de automatización para la industria cervecera", [En línea]. Disponible en: <http://www.proleit.com/es/main/industrias/cerveceria/cerveceria-grolsch-holanda/> [Consultado: 02 de Junio de 2011].
14. Process Model, "Process Stage", [En línea]. Disponible en: <http://www.batch-a.com/S8801.htm> [Consultado: 05 de Junio de 2011].

15. The International Society of Automation, *Applying S88, batch control from a user's perspective*, Chapter 5, Recipes, part1: procedures, ISA, pp 45, 2000.
16. S88.01 Tutorial, "Batch Control", [En línea]. Disponible en: http://www.batchcontrol.com/s88/01_tutorial/04-recipes.shtml [Consultado: 10 de Junio de 2011].
17. The International Society of Automation, "Batch Control Part 3: General and Site Recipe Models and Representation", United States of America, March, 2003.
18. Oracle Technical Report, *Recipe and Material Workspace Recipe Management Guide*, Oracle, 2011.
19. Recipe Model, *Web Tutorial S88*, Batch Knowledge Centre, Nederland.
20. The International Society of Automation, *Applying S88, batch control from a user's perspective*, Chapter 5, Recipes, part1: procedures, ISA, pp 50, 2000.

ANEXO 2. PROCEDIMIENTO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ SOBRE SILICIO (100) POR MAGNETRÓN SPUTTERING

El procedimiento que se detalla en la tabla A.2.1, presenta la información del procedimiento de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100) por Magnetron Sputtering RF, aplicando las directrices dadas por la norma ISA S88 parte 1 y desarrollado en el presente proyecto. La tabla A.2.1 relaciona el modelo de proceso de la sección 3.3.1 del capítulo 3, con las acciones de control básico identificadas por los realizadores del presente proyecto, además de las recomendaciones de seguridad del equipo y el operario, manipulación de los componentes internos de la cámara, así como indicaciones de uso de los equipos.

El procedimiento que se detalla en A.2.1, utiliza los valores de los parámetros de fabricación de las películas delgadas presentados en la tabla 3.3 de la sección 3.2 del capítulo 3.

Tabla A.2.1. Proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100) siguiendo la información dada por la norma ISA S88 [fuente propia].

Acciones de proceso	Actividad de control básico	Recomendaciones
Extracción de los componentes de la cámara	Levantar la tapa de la cámara	<p>Antes de levantar el cuerpo de la cámara de la BALZER BAE 250 el operario debe tener en cuenta la recomendaciones para el cuidado de los equipos y el operario, lista de chequeo, y la planilla de registro correspondiente al proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100); esta información y listas correspondientes permiten la protección de la integridad y salud del operario y de los equipos de FISBATEM. Ver Anexo 3 (Manual del Proceso de Fabricación de Películas Delgadas de VO₂ / Si (100) por Magnetron Sputtering) en las secciones a, b y d: Recomendaciones previas al inicio del proceso, Lista de chequeo y Planilla de registro, respectivamente.</p> <p>Luego de revisada la información anterior y de realizar los registros correspondientes se procede a levantar la tapa de la cámara de la BALZER BAE 250.</p> <p>No tocar los bordes del cuerpo de la cámara, tampoco los bordes de la tapa.</p>
	Sacar el cuerpo de la cámara de la base de la BALZER BAE 250 y	Para sacar el cuerpo de la cámara, este debe moverse en forma rotatoria y con

	colocarlo sobre la mesa de trabajo.	movimientos suaves, levantarlo verticalmente para no golpear los componentes del interior de la cámara. Tener cuidado con las tuberías de entrada y salida de la refrigeración y con el visor de la cámara. Tomar el cuerpo de la cámara con firmeza y colocarlo suavemente sobre la mesa de trabajo.
	Sacar las dos tuercas horno que aseguran la lámina horno con el horno y colocarlas sobre la mesa de trabajo. Sacar la lámina horno y colocarla sobre la mesa de trabajo.	La mesa de trabajo debe de estar cubierta con papel absorbente.
	Levantar el horno del portasustrato y dejarlo suspendido.	Tener cuidado con los cables que alimentan eléctricamente el horno y cuelgan de él, ya que tienen recubrimiento de cerámica, por tanto son delicados y con un movimiento fuerte se pueden quebrar.
	Aflojar la rosca aseguradora portasustrato que está en el interior de la varilla aseguradora portasustrato, esta sostiene a la varilla aseguradora portasustrato y al portasustrato sujeto a la varilla portasustrato.	La rosca aseguradora portasustrato no se saca porque es pequeña. La rosca aseguradora portasustrato queda en el interior de la varilla aseguradora portasustrato. Utilizando la pinza se afloja la rosca aseguradora portasustrato y se saca la varilla aseguradora portasustrato (incluyendo el portasustrato) de la varilla portasustrato.
	Sacar el tornillo portasustrato, de manera que se suelte la varilla aseguradora portasustrato y el portasustrato.	Utilizando un destornillador se saca el tornillo portasustrato de la varilla aseguradora portasustrato.
	El portasustrato posee dos tornillos aseguradores horno – portasustrato, estos se sacan y se colocan sobre la mesa de trabajo.	Utilizando la llave hexagonal A se sacan los dos tornillos aseguradores horno – portasustrato y se colocan en la mesa de trabajo.
	Se coloca sobre la mesa de trabajo el portasustrato, los dos tornillos aseguradores horno – portasustrato y la varilla aseguradora portasustrato.	
	Aflojar la rosca aseguradora shutter que está en el interior de la varilla aseguradora shutter, esta mantiene la varilla aseguradora shutter y al shutter sujetos a la varilla shutter.	La rosca aseguradora shutter no se saca porque es pequeña. La rosca aseguradora shutter queda en el interior de la varilla aseguradora shutter; utilizando la llave hexagonal B, se afloja la rosca aseguradora shutter y se saca la varilla aseguradora shutter (incluyendo al shutter) de la varilla shutter.

	Aflojar la rosca shutter, de manera que se suelte la varilla aseguradora shutter y el shutter y se colocan los dos sobre la mesa de trabajo.	La rosca shutter no se saca porque es pequeña. Utilizando la llave hexagonal C se afloja la varilla aseguradora shutter del shutter.
	Sacar los tornillos cañón y colocarlos sobre la mesa. Sacar el cañón y colocarlo sobre la mesa de trabajo. Sacar la arandela cañón y colocarla sobre la mesa de trabajo.	Utilizando un destornillador, se sacan los tornillos cañón. Cuidado con los tornillos porque son pequeños.
	Sacar los tres tornillos magnetrón (ranura) y colocarlos sobre la mesa de trabajo.	Utilizando la llave hexagonal D se sacan los tornillos cañón. Cuidado con los tornillos porque son pequeños.
	Sacar arandela magnetrón 1 y colocarla sobre la mesa de trabajo. Sacar arandela magnetrón 2 y colocarla sobre la mesa de trabajo. Sacar el cable polo a tierra y colocarlo sobre la mesa de trabajo.	
Limpieza de los componentes de la cámara	Limpiar la pared interior de la cámara.	Se rocía sobre ella suficiente alcohol tomando secciones pequeñas, se lija esta sección con firmeza de manera descendente e inmediatamente se limpia con el papel absorbente. Este proceso se debe repetir en la misma zona 2 veces en toda la pared interior de la cámara. Se toman secciones pequeñas, porque es alcohol industrial y se evapora rápidamente. Se debe hacer con firmeza, pero con cuidado. Durante el proceso de limpieza de la cámara y sus componentes se debe cambiar el papel absorbente por uno nuevo, de manera que no se limpie zonas con papel absorbente sucio. Lija para agua H-98 P600.
	Para limpiar el visor de la cámara, se debe rociar alcohol sobre todo el vidrio y limpiar con papel absorbente.	No se debe lijar.
	Rociar y lijar con firmeza la parte inferior de la tapa de la cámara, se sugiere limpiarlo con papel absorbente y por secciones.	Lija para agua H-98 P600.
	Rociar alcohol al papel absorbente y limpiar la base de la cámara.	

Rociar alcohol y lijar suavemente la lámina horno, luego secar con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600. Se debe lijar suavemente.
Rociar el horno con alcohol y limpiarlo con papel absorbente.	Tener cuidado con los cables que tiene conectados a él.
El portasustrato se rocía con alcohol, se lija y se limpia con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
La varilla aseguradora portasustrato se rocía con alcohol, se lija y se limpia con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
Rociar alcohol en la varilla portasustrato, se lija y se limpia con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
La varilla aseguradora shutter se rocía con alcohol, se lija y se limpia con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
Rociar alcohol al shutter, lijarlo con firmeza y limpiarlo con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
Rociar alcohol en la varilla shutter, se lija y se limpia con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
Rociar con alcohol el cañón, lijarlo y se limpia con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
Rociar la arandela magnetrón 1 con alcohol, se lija y se limpia con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
Rociar la arandela magnetrón 2 con alcohol, se lija y se limpia con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
El cable polo a tierra se rocía alcohol, se lija y secarlo con el papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
Los tornillos cañón, los tornillos magnetrón, tornillo portasustrato, los dos tornillos aseguradores horno - portasustrato se les rocía alcohol y se limpian suavemente con papel absorbente. Rociar alcohol sobre las tuercas horno y secar con el papel absorbente.	
Rociar alcohol sobre el magnetrón, se lija suavemente y se limpia con papel absorbente.	Lija para agua H-98 1000.
El polo a tierra se rocía con alcohol, se lija y se limpia con papel absorbente.	Lija para agua H-98 600.
Los electrodos 1, 2 y 3 se rocian con	Lija para agua H-98 600.

	<p>alcohol, se lijan y se limpian con papel absorbente.</p> <p>Rociar alcohol sobre las tuercas electrodos 1, 2 y 3, se lijan y se limpian con papel absorbente.</p>	No se recomienda sacar las tuercas electrodo 1, 2 y 3.
Colocación de los componentes y materia prima al interior de la cámara	<p>Sacar la caja del armario, que contiene el Target de vanadio.</p> <p>Sacar el target de vanadio de la caja.</p>	El operario debe tomar el target de vanadio por los bordes.
	Colocar la arandela magnetrón 2 sobre el magnetrón.	Hacer que coincidan los huecos que están en la superficie del magnetrón con los huecos de la arandela magnetrón 2.
	Colocar el vanadio dentro de la arandela magnetrón 2, por ende queda encima del magnetrón.	Debido a las dimensiones del target de vanadio (2" de diámetro), este queda centrado en el magnetrón y ajustado por la arandela magnetrón 2.
	Colocar la arandela magnetrón 1 (ranura) sobre la arandela magnetrón 2.	Lograr que los huecos de la arandela magnetrón 1 coincidan con los huecos de la arandela magnetrón 2 y a su vez con los del magnetrón, el target queda ajustado al magnetrón, limitado por la arandela magnetrón 2 y ajustado por la arandela magnetrón 1.
	Ajustar los tornillos magnetrón sobre la arandela magnetrón 1.	Utilizando la llave hexagonal D apretar cuidadosamente los tornillos magnetrón de manera que se ajuste la arandela magnetrón 1 con la arandela magnetrón 2 a la superficie del magnetrón.
	Se coloca la arandela cañón encima de la base del magnetrón y luego colocar el cañón encima de la arandela cañón y hacer que los huecos del cañón coincidan con los de la arandela magnetrón, se ajustan los tornillos cañón sobre el cañón.	La base del magnetrón tiene ocho huecos, la arandela cañón tiene cuatro huecos y el cañón tiene cuatro huecos; para que el cañón quede ajustado correctamente a la base del magnetrón, se debe alinear los huecos de la arandela cañón a los huecos de la base del magnetrón. Después de alinear estos huecos se ajusta el cañón a la base del magnetrón empleando los tornillos cañón, para ajustar se utiliza un destornillador. Ajustarlos cuidadosamente.
	Se ajustan los dos tornillos aseguradores horno – portasutrato al portasutrato	Se utiliza la llave hexagonal A, de manera que la cabeza de los tornillos aseguradores horno – portasutrato quede totalmente dentro del portasutrato.
	Se introduce la varilla aseguradora portasutrato en el hueco del portasutrato, se coloca y se ajusta el tornillo portasutrato de manera que se fije la varilla aseguradora portasutrato al portasutrato.	<p>Empleando un destornillador se ajusta el tornillo portasutrato permitiendo fijar la varilla aseguradora portasutrato al portasutrato.</p> <p>Se introduce la varilla aseguradora portasutrato aprox. 1.5 cm, de manera que</p>

		esta quede en el interior del hueco portasustrato y no bloquee la colocación del horno.
	Se coloca la varilla aseguradora portasustrato en la varilla portasustrato (quedando la varilla aseguradora de manera horizontal), el operario debe bajar la varilla aseguradora portasustrato hasta el límite que permite la varilla portasustrato y ajustar la rosca aseguradora portasustrato empleando la pinza.	<p>La varilla aseguradora portasustrato debe introducirse en la varilla portasustrato de manera que la cavidad horno en del portasustrato quede hacia arriba y la cavidad donde se coloca el sustrato este frente al target.</p> <p>La varilla aseguradora portasustrato desciende a través de la varilla portasustrato hasta un límite, debido a que la varilla portasustrato cambia su anchura y limita el descenso de la varilla aseguradora portasustrato en ella.</p> <p>La rosca aseguradora portasustrato no se saca de la varilla aseguradora portasustrato por su tamaño; de manera suave con la pinza se debe apretar y así se fija la varilla aseguradora portasustrato a la varilla portasustrato.</p>
	Empleando un nivel, el cual se coloca de manera cuidadosa sobre el portasustrato, se identifica el desnivel y de esta manera permita corregirlo.	Al identificar el desnivel, se debe corregir aflojando el tornillo portasustrato y nivelando el portasustrato observando en el nivel utilizado. Luego de realizar la corrección del nivel se ajusta nuevamente el tornillo portasustrato de manera fuerte.
	Medir la distancia target - sustrato y luego se posiciona de manera correcta el target con respecto al sustrato (portasustrato), teniendo en cuenta que la medida de la distancia target - sustrato se debe realizar entre el sustrato y el target y NO entre el borde superior del cañón que esta sobre el target y el sustrato.	<p>La distancia entre el target y el sustrato se mide empleando un calibrador.</p> <p>La base del portasustrato y el sustrato están en el mismo nivel.</p> <p>Teniendo en cuenta que el target esta sobre el magnetrón y esta a su vez esta sobre una plataforma que tiene movilidad y/o desplazamiento vertical, entonces, para ubicar la distancia correcta entre el sustrato (portasustrato) y el target (magnetrón) se debe bajar y/o subir la plataforma sobre la que está el magnetrón.</p> <p>Para fijar la distancia target – sustrato, se debe asegurar que la plataforma no se baje por sí sola, entonces, en la parte inferior de la plataforma hay una tuerca aseguradora plataforma, que al girarla en sentido de la manecillas del reloj se ajusta en una posición fija, de manera que evita que la plataforma se baje y se pierda la distancia target</p>

		<p>sustrato seleccionada. La tuerca aseguradora plataforma se fija y se asegura correctamente con la llave magnetrón. Se debe mover el target-magnetrón-plataforma para posicionar la distancia target-sustrato porque el sustrato esta fijo a la varilla portasustrato.</p>
	<p>Sacar la caja del armario que contiene el sustrato de silicio.</p> <p>Sacar el sustrato de silicio de la caja.</p>	<p>El sustrato se coge con la pinza sustrato por los bordes.</p>
	<p>En un Becker (50 ml), se vierte alcohol industrial (20 ml) y se coge el sustrato con la pinza sustrato y se coloca al interior del Becker durante 1 min.</p> <p>En un Becker (50 ml), se vierte cetona (20 ml) y se coge el sustrato con la pinza sustrato y se coloca al interior del Becker durante 1 min.</p>	<p>Al extraer el sustrato de la cetona, este se debe envolver en papel absorbente y llevar al equipo de ultrasonido.</p> <p>El sustrato se coge con la pinza sustrato por los bordes.</p>
	<p>Se debe preparar el equipo de ultrasonido ELMASONIC E 15 H del laboratorio de CYTEMAC de la UNIVERSIDAD DEL CAUCA, al cual se va a llevar el sustrato para culminar el proceso de limpieza del sustrato.</p> <p>En un Becker (50 ml) se vierte 20 ml de agua destilada, se coge el sustrato con la pinza sustrato y se coloca al interior del Becker.</p> <p>El Becker con el sustrato se coloca en el equipo de ultrasonido, el cual tiene 250 ml de agua destilada. Se enciende el equipo durante 10 min a 35 °C, transcurrido este tiempo se saca el sustrato empleando la pinza sustrato y se da por terminada la limpieza del sustrato.</p>	<p>El equipo de ultrasonido debe limpiarse previamente con agua destilada, a continuación se debe adicionar 250 ml de agua destilada, de esta manera se limpia el equipo y se deja preparado para realizar el ultrasonido al sustrato.</p> <p>Al sacar el sustrato del equipo del ultrasonido este se coge con la pinza sustrato por los bordes y se coloca sobre papel absorbente.</p> <p>El sustrato presenta una superficie con un efecto especular y otra con una tonalidad opaca, de manera que se debe de tener en cuenta que la superficie opaca es la que debe quedar en contacto con el papel absorbente.</p>
	<p>Coger el sustrato con la pinza sustrato y colocarlo en la cavidad del portasustrato, de manera que la superficie con efecto especular quede ubicada frente al target.</p>	<p>El sustrato se coge con la pinza sustrato por los bordes.</p>
	<p>Colocar el horno encima del sustrato.</p>	
	<p>Colocar la lámina horno sobre el horno.</p>	<p>Tener cuidado con los cables del horno.</p>
	<p>Ajustar el horno al sustrato</p>	<p>Se ajusta de manera firme, si es necesario</p>

	empleando las tuercas horno.	se pueden ajustar las tuercas horno con la pinza.
	Se coloca la varilla aseguradora shutter en el hueco del shutter, a continuación se ajusta la rosca shutter de manera que se fije la varilla aseguradora shutter al shutter.	Empleando la llave hexagonal C se ajusta la rosca shutter. Se introduce la varilla aseguradora shutter de manera que esta quede en el interior del hueco shutter, introduciéndose aprox. 1,5 cm.
	Se coloca la varilla aseguradora shutter en la varilla shutter (quedando la varilla aseguradora shutter de manera horizontal), el operario debe bajar la varilla aseguradora shutter (junto con el shutter) hasta que al girarse la perilla del shutter que está en la parte inferior del equipo, este quede en medio del sustrato y el target. A continuación se procede a ajustar la rosca aseguradora shutter y se debe comprobar que al girar la perilla del shutter, el shutter sale de la zona de pulverización, es decir entre el cañón y el sustrato, luego que compruebe que el shutter no toca ninguno de las dos componentes, girar la perilla del shutter para dejar el shutter en la posición debajo del sustrato.	La varilla aseguradora shutter debe de introducirse en la varilla shutter de manera que la superficie plana del shutter quede frente al Target. Este montaje se debe realizar fuera de la zona de pulverización, es decir, fuera de la zona comprendida entre el target y el sustrato. Ubicado el shutter, este se debe ajustar con la llave hexagonal B de manera firme.
	Colocar el cable polo a tierra en el polo a tierra.	
	Untar grasa de vacío en los bordes de la tapa, bordes del cuerpo, y la base donde se coloca el cuerpo de la BALZER BAE 250.	
	Levantar el cuerpo de la cámara que estaba sobre la mesa de trabajo. Se coloca el cuerpo de la cámara en la base de la BALZER BAE 250. Antes de bajar la tapa de la cámara se debe ajustar el cable polo a tierra para que toque la pared interior de la cámara.	Tener en cuenta, que en la parte trasera del cuerpo de la cámara hay un orificio que engancha con un tornillo que está fijo en la BALZER BAE 250. Al posicionar el cuerpo de la cámara no se deben tocar las conexiones del horno, en caso de tocarlas se debe de colocar nuevamente el cuerpo de la cámara sobre la mesa de trabajo y colocar el nivel sobre el portasustrato para revisar y corregir el nivelado del portasustrato, debido a que si se mueven las conexiones del horno este mueve el portasustrato.
	Bajar la tapa de la BALZER BAE 250. Cerrar la válvula gasificadora manual.	

Refrigeración del equipo	Abrir la válvula de entrada de agua domiciliar que permite la refrigeración del equipo BALZER BAE 250. La refrigeración del equipo se debe mantener hasta finalizar el proceso.	<p>La revisión periódica del suministro de agua durante todo el proceso de fabricación de la película delgada de VO₂ sobre silicio es indispensable; si el flujo de agua se suspende y por esta razón se deja de refrigerar el equipo, el proceso debe suspenderse inmediatamente, se deben apagar todos los equipos. Cuando se restablezca el flujo de agua, se recomienda retomar el proceso de fabricación del material con un nuevo sustrato.</p> <p>Ajustar la velocidad de flujo de entrada de agua mediante la visualización del indicador de flujo tipo molinete, la velocidad de giro del molinete debe ser media.</p>
Generación del plasma y calentamiento del sustrato	<p>En el panel de control de encendido de la BALZER BAE 250, girar la perilla de encendido de la posición 0 a la posición I y subir los tres breakers que permiten conexión eléctrica de la bomba turbomolecular, de la fuente de radiofrecuencia RFX 600A y el indicador de presión.</p> <p>Se conecta y se enciende la bomba mecánica.</p>	<p>El magnetrón es refrigerado por el circuito de refrigeración que recorre toda la BALZER BAE 250.</p> <p>Realizar la conexión eléctrica de la bomba turbomolecular, de la fuente de radiofrecuencia RFX 600A y el indicador de presión a una fuente de voltaje de 220 V por medio del enchufe de seguridad rojo de la BALZER BAE 250.</p> <p>Realizar la conexión eléctrica de la bomba mecánica, enchufando el cable de alimentación # 1 a la fuente de alimentación de 120 V.</p> <p>Realizar la conexión eléctrica del indicador de temperatura, enchufando el cable de alimentación # 2 a la fuente de alimentación de 120 V.</p> <p>Realizar la conexión eléctrica de la interfaz de mando de V – I de la resistencia del horno, enchufando el cable de alimentación # 3 a la fuente de alimentación de 220 V.</p> <p>Realizar la conexión eléctrica del MKS 247, enchufando el cable de alimentación # 4 a la fuente de alimentación de 120 V.</p> <p>Realizar la conexión eléctrica del indicador de temperatura EURO THERM, enchufando el cable de alimentación # 5 a la fuente de alimentación de 120 V.</p> <p>La bomba mecánica se debe encender 5 min después de haber iniciado el proceso de refrigeración.</p>

	<p>Luego de encendida la bomba mecánica, se espera a que se muestre en el indicador de presión $8 \cdot 10^{-2}$ mbar. Esta presión se alcanza transcurrida una hora después de encendida la mecánica.</p> <p>Al haber alcanzado la presión de $8 \cdot 10^{-2}$ mbar, encender la bomba turbomolecular.</p> <p>Se deja la bomba turbomolecular con sus revoluciones al máximo por 30 minutos, de esta manera la bomba turbomolecular realiza un buen vacío de la cámara.</p> <p>El indicador gráfico de revoluciones de la bomba turbomolecular llega de color rojo a color verde indicando el máximo de sus revoluciones, transcurridos los 30 min con las revoluciones al máximo la presión de vacío será de $1 \cdot 10^{-5}$ mbar, a continuación se debe presionar el botón de bajar revoluciones de la bomba turbomolecular (con esto se evita forzar la bomba turbomolecular y que pueda dañarse). Esta bomba turbomolecular se debe mantener encendida con sus revoluciones al 70 % hasta finalizar el proceso.</p>	<p>La bomba turbomolecular utiliza el circuito de refrigeración de la BALZER BAE 250.</p> <p>Observar el indicador de presión e igualmente observar el indicador gráfico de revoluciones de la bomba turbomolecular.</p> <p>Transcurridos 10 minutos de encendida la bomba turbomolecular se enciende el led rojo en el panel de presión de la BALZER BAE 250</p>
	<p>Luego de transcurridos 10 min con las revoluciones de la bomba turbomolecular al 70% se procede a encender la fuente de radiofrecuencia.</p> <p>Revisar que la válvula de flujo entrada de argón a la cámara esté cerrada completamente.</p>	<p>La fuente de radiofrecuencia RFX 600A emite una frecuencia de 13.56 MHz; el botón de encendido de la fuente de radiofrecuencia RFX 600A está en la parte de posterior del equipo.</p>
	<p>Después de encender la fuente de radiofrecuencia RFX 600A, se debe abrir la válvula de la bala de argón. Se abren las válvulas marca AGA 1 y 2 de la bala de argón.</p>	<p>La válvula marca AGA 1 se gira en sentido de las manecillas del reloj y la válvula marca AGA 2 se gira en el sentido contrario de las manecillas del reloj.</p> <p>Se observa el aumento de la presión en el indicador de presión marca AGA.</p>
	<p>Abrir la válvula de flujo de entrada argón a la cámara hasta que la presión del interior de la cámara aumente hasta $2 \cdot 10^{-2}$ mbar, visualizar la presión en el indicador de presión.</p>	<p>Al alcanzar la presión al interior de la cámara de $2 \cdot 10^{-2}$ mbar, se esperan 5 min, para que el argón ingrese completamente a toda la cámara.</p>

	<p>Se inicia la emisión de radio frecuencia presionando el botón RF que está en la parte frontal de la fuente de radiofrecuencia y se sube la potencia incidente a 9 W, mediante el uso del sintonizador de potencia incidente.</p>	<p>La potencia incidente se aumenta de manera gradual, debe aumentarse en 1 W por cada segundo hasta alcanzar la potencia deseada. El indicador en la fuente de radiofrecuencia presenta la potencia incidente, potencia reflejada y la potencia entregada a la carga.</p>
	<p>Para generar el plasma, se realiza una apertura súbita de la válvula de flujo de entrada de argón a la cámara, esta descarga de argón se permite hasta que la presión al interior de la cámara este en un rango de $1 \cdot 10^{-1}$ mbar a 1 mbar.</p>	<p>No se puede superar esta presión por que se apaga la bomba turbomolecular, debido a que esta trabaja a bajas presiones.</p> <p>En caso de apagarse la bomba turbomolecular por sobrepasar el rango indicado en presión en el ingreso súbito de argón, se debe inmediatamente cerrar completamente la válvula de flujo de entrada de argón, bajar gradualmente la potencia de 9 W a 0 W en la fuente de radiofrecuencia (1 W por cada 1 segundo), a continuación apagar la emisión de radiofrecuencia presionando el botón RF en la fuente de radio frecuencia, luego se procede a presionar el RESET de la bomba turbomolecular, presionando los botones Bajar revoluciones en la bomba turbomolecular y el botón Apagado al mismo tiempo durante 3 seg y la bomba se enciende nuevamente y se deben repetir los pasos para hacer vacío en la cámara con la bomba turbomolecular y continuar con el proceso.</p>
	<p>Cuando se ha generado el plasma, se debe ajustar la válvula de flujo e entrada de argón a la cámara, para controlar la presión al interior de la cámara, en la presión de trabajo establecida de $9 \cdot 10^{-3}$ mbar. Esta presión se debe mantener hasta finalizar el proceso.</p>	<p>Revisión periódica de la presión en el indicador de presión.</p> <p>En caso de que la presión aumente, se debe cerrar la válvula que controla el ingreso de argón a la cámara, de manera que al visualizar en el indicador de presión, esta se restablezca en el valor indicado; en el caso de observar una caída de presión en el indicador de presión con respecto al valor establecido se debe abrir la válvula de flujo de argón a la cámara, de manera que se obtenga el valor de presión establecido.</p> <p>Se debe realizar una revisión periódica del plasma en todo el proceso , en caso de apagarse el plasma en el intervalo de 9 W a 55 W, sin haber quitado el shutter de la zona de pulverización, se debe bajar inmediatamente la potencia incidente en la fuente de radiofrecuencia RFX 600A (1 W</p>

		<p>por segundo) hasta conseguir 0 W, y cerrar completamente la válvula de flujo de entrada de Argón, a continuación se debe revisar la presión al interior de la cámara visualizando el indicador de presión, a continuación se procede a restablecer la presión de trabajo en la cámara abriendo la válvula de flujo de argón y llevar la presión a 2×10^{-2} mbar, el siguiente paso es encender la emisión de radiofrecuencia presionando el botón RF en la fuente de radiofrecuencia RFX 600A y llevar la potencia incidente a 9 W, encender el plasma con la descarga súbita de argón en el rango establecido, restablecer la presión (indicador de presión al interior de la cámara) a la presión de trabajo establecida de 9×10^{-3} mbar, si la potencia reflejada al visualizar el indicador de la fuente RFX 600A es diferente de cero, manipular el circuito de acople de impedancia para llevar la potencia reflejada a 0 W, a continuación llevar la potencia incidente de la radiofrecuencia a la potencia en que se apagó el plasma (incrementos de 1 W por cada 5 segundos) y continuar con el proceso.</p>
	<p>Se deja la fuente de radio frecuencia RFX 600A con la potencia incidente de 9 W por 20 min.</p> <p>En paralelo a los 20 min con la potencia incidente en 9 W, se debe iniciar el pre-calentamiento del sustrato, teniendo en cuenta que se admite tomar la temperatura del horno como la temperatura del sustrato; se suministra potencia al horno y se eleva su temperatura de manera que la temperatura del sustrato sea cercana a 270°C.</p>	<p>Revisión periódica de la potencia reflejada en el indicador de la fuente de radiofrecuencia RFX 600A, en caso de aumentar la potencia reflejada, se debe manipular la capacitancia del circuito de acople de impedancias para llevar la potencia reflejada a 0 W.</p> <p>La potencia reflejada debe ser 0 W hasta finalizar la operación de proceso <i>Adsorción de átomos de vanadio y oxígeno sobre silicio</i>.</p> <p>Si aumenta el valor de la potencia reflejada, se debe manipular el circuito de acople de impedancias para llevar la potencia reflejada a 0 W.</p> <p>Para calentar el horno se comienza por presionar el botón de encendido del control de temperatura del horno (botón rojo), luego de encender la interfaz de mando de V – I de la resistencia del horno, el switch se coloca en voltaje (switch abajo) y se gira la perilla de voltaje y se suministra 8 V y luego el switch se coloca en corriente (switch arriba) y se gira la perilla de corriente de manera</p>

		que al visualizar en el indicador del control de temperatura del horno, la corriente este en el rango de 1.5 A - 1.6 A y 8 V. Luego de un tiempo aprox. de 30 minutos la temperatura del sustrato que se visualiza en el indicador de temperatura del horno EUROTHERM es cercana a 270 ° C.
	Pasados los 20 min con la potencia incidente a 9 W en la fuente de radio frecuencia RFX 600A, se debe aumentar la potencia incidente a 20 W y se controla esta potencia durante 20 min.	La potencia reflejada debe controlarse en 0 W, en el caso de que suba la potencia reflejada, se debe manipular el circuito de acople de impedancias para llevar la potencia reflejada a 0 W.
	Pasados los 20 min con la potencia incidente en 20 W en la fuente de radio frecuencia RFX 600A, se debe aumentar la potencia incidente a 40 W y controlar esta potencia durante 20 min. En paralelo con la acción de aumentar la potencia incidente a 40 W, se debe incrementar la temperatura del sustrato a la temperatura establecida de 480 ° C.	La potencia reflejada debe mantenerse en 0 W, en el caso de que suba la potencia reflejada, se debe manipular el circuito de acople de impedancias para llevar la potencia reflejada a 0 W. El proceso de calentamiento a la temperatura esperada del sustrato toma alrededor de 30 min. Para llevar el sustrato a la temperatura establecida de 480 ° C, se gira la perilla de la corriente (sentido de la manecillas del reloj) hasta visualizar en el indicador de corriente/voltaje 2.3 A - 2.4 A con 13 V, luego del tiempo aprox. se consigue la temperatura esperada. Tener en cuenta que se admite tomar la temperatura del horno como la temperatura del sustrato, debido al contacto directo entre el horno y el sustrato. En caso de que la temperatura del sustrato presentada en el indicador de temperatura de horno EUROTHERM supere la establecida o sea menor se debe de reducir o incrementar la corriente suministrada, visualizando el indicador de temperatura del horno EUROTHERM y el indicador de corriente en la interfaz de mando de V – I de la resistencia del horno.

<p>Desprendimiento de átomos de vanadio</p>	<p>Pasados 20 min con la potencia incidente en 40 W, se debe aumentar la potencia incidente a 55 W, esta potencia se debe controlar hasta la acción de proceso <i>Coalescencia del material</i>.</p> <p>Al alcanzar los 55 W y teniendo en cuenta que se tiene el shutter cubriendo el sustrato, se realiza el proceso conocido como Pre-Sputtering, este proceso se realiza con el objetivo de que la impurezas del target que están siendo pulverizadas queden atrapadas en el shutter y no se forme una película delgada de impurezas y átomos de vanadio y oxígeno en el sustrato, este proceso se realiza durante 30 min; en paralelo a este paso, se verifica la configuración y ajuste de los parámetros del MKS 247 para realizar el adecuado flujo de entrada de oxígeno al interior de la cámara.</p> <p>En paralelo a los 30 min del paso anterior de pre-sputtering (asegurarse que el fluxómetro este apagado), se abre la válvula de la bala de oxígeno y las válvulas marca AGA 1 y 2 de la bala de oxígeno. En el equipo MKS 247, se debe colocar el valor adecuado del factor de Control de Escalamiento (FCE), como se emplea oxígeno se gira el potenciómetro del canal 1 y se calibra a 100 y se procede a fijar el zero en el indicador de flujo de oxígeno en +0.00, a continuación se establece el <i>setpoint</i> en 1 sccm de flujo de entrada de oxígeno al interior de la cámara, todos estos parámetros se establecen el equipo MKS 247.</p>	<p>La potencia reflejada debe mantenerse en 0 W, en el caso de que suba la potencia reflejada, se debe manipular el circuito de acople de impedancias para llevar la potencia reflejada a 0 W.</p> <p>Los 30 minutos de pre-sputtering se cuentan a partir de haber llevado la potencia incidente en la fuente de radiofrecuencia RFX 600A a 55W, con esta potencia se pulveriza el target de vanadio y se espera que sus contaminantes superficiales también sean pulverizados y depositados en el shutter.</p> <p>La válvula marca AGA 1 de la bala de oxígeno se gira en el sentido de las manecillas del reloj hasta su límite, la válvula marca AGA 2 de la bala de oxígeno se gira en el sentido de las manecillas del reloj hasta su límite. Se observa el aumento de la presión en los indicadores de presión AGA.</p> <p>El valor del factor de control de escalamiento del oxígeno se consigue por medio de la multiplicación del Factor de Gauge por el Factor de Corrección de Gas, donde el valor del Factor de Gauge es el factor que determina el rango de trabajo de cada fluxómetro y el FCG depende del calor específico, densidad, estructura molar del gas con el que se trabaje.</p> <p>El valor establecido como FCE se referencia tanto del Manual de Uso del Fluxómetro MKS 247 utilizado por la BALZER BAE 250, como de los trabajos realizados en FISBATEM-Universidad del Cauca. Se calibra el potenciómetro del canal 1, debido a que el canal 1 es el que se emplea en el flujo de oxígeno.</p> <p>Cuando se tienen abiertas las 2 válvulas marca AGA de la bala de oxígeno, se debe de esperar 1 min y luego se procede a cuadrar el FCE en el valor establecido (100), y se establece de manera correcta el zero en el indicador de flujo de oxígeno, introduciendo el desarmador fluxómetro en el hueco de Z canal 1 y se gira observando en el indicador de flujo del fluxómetro de manera que se obtenga + 0.00 sccm.</p> <p>Para preparar el <i>setpoint</i> de flujo de entrada</p>
---	--	---

		<p>de oxígeno del MKS 247, se debe colocar el switch de flujo de oxígeno del canal 1 (REM/OFF/ON) en OFF, a continuación se enciende el fluxómetro colocando el switch ON /OFF en ON (el flujo de oxígeno que ingresa a la cámara, será cero), ahora tomando de la zona de trabajo el desarmador fluxómetro de punta plana se ajusta el <i>zero</i> en el fluxómetro. Se sube el switch denominado READ/SETPOINT a <i>setpoint</i> y teniéndolo arriba (de manera suave) se introduce el desarmador fluxómetro en el hueco <i>setpoint</i> canal 1 y se gira de manera que observando en el indicador de flujo se fije el <i>setpoint</i> en 1 sccm y se suelta el switch READ/SETPOINT y el regresa a su posición inicial READ.</p>
<p>Apertura de camino de adsorción de átomos de vanadio y oxidación de átomos de vanadio sobre sustrato de silicio</p>	<p>Trascurridos los 30 min de pre-sputtering, se gira la perilla del shutter que está en la parte inferior del equipo, de tal manera que el shutter quede fuera de la zona de pulverización.</p> <p>Permitir el flujo de entrada de oxígeno en el fluxómetro MKS 247, subiendo el switch de flujo de oxígeno flujo canal 1 REM/OFF/ON a ON.</p> <p>El tiempo de fabricación del material en este nivel es de 1 h 30 min, en el cual se deben controlar y mantener los valores establecidos y fijados en los pasos anteriores.</p>	<p>El shutter se gira 90 grados en contra de las manecillas del reloj. Se debe tener en cuenta que al girar el shutter, se observará incremento de la temperatura del sustrato que se visualiza en el indicador de temperatura del horno EUROTHERM.</p> <p>Al ingresar el oxígeno en la cámara la presión al interior de la cámara aumenta, por lo tanto se debe cerrar la válvula de ingreso de argón a la cámara, de manera que al visualizar esta variable en el indicador de presión, esta se restablezca en el valor indicado de $9 \cdot 10^{-3}$ mbar; se debe tener en cuenta que un (1) sccm de oxígeno es un (1) centímetro cúbico estándar por minuto de flujo de oxígeno que ingresa a la cámara, por lo tanto el aumento de la presión es mínimo.</p> <p>Revisión periódica del flujo de oxígeno, en caso de no estabilizarse en el <i>setpoint</i> previamente colocado (1 sccm), se debe de corregir dependiendo del valor que se visualice en el indicador MKS 247, se sube el switch denominado READ/SETPOINT a <i>setpoint</i> y teniéndolo arriba (de manera suave) se introduce el desarmador fluxómetro en el hueco <i>setpoint</i> canal 1 y se gira para el lado izquierdo tanto como desee corregir el sobrepaso de flujo de oxígeno o a la derecha si necesita incrementar el flujo de oxígeno, de manera que al soltar el switch READ/SETPOINT este regrese a su posición inicial READ y permita visualizar el flujo de oxígeno deseado, es decir un (1)</p>

		<p>sccm.</p> <p>En caso de apagarse el plasma estando en este nivel del proceso de fabricación de la película delgada, debe bajarse inmediatamente la potencia incidente en la fuente de radiofrecuencia RFX 600A (1 W por cada 1 segundo) hasta conseguir 0 W, y cerrar completamente la válvula de ingreso de argón a la cámara y se sugiere apagar todo los equipos, esperar a que la temperatura del sustrato sea de 30 °C y gasificar la cámara.</p> <p>El operario debe cambiar el sustrato por uno nuevo siguiendo el proceso de limpieza y comenzar nuevamente el proceso de fabricación de la película delgada (para gasificar la cámara se debe de abrir la válvula manual de gasificación de la cámara, girando la perilla en el sentido contrario de las manecillas del reloj, hasta escuchar el ingreso del aire a la cámara y se procede abrir la cámara, levantando la tapa de la BALZER BAE 250, retomar el procedimiento desde el paso de colocar la materia prima, empleando un nuevo sustrato.</p>
Coalescencia de material	<p>Después de haber transcurrido 1 h 30 min de fabricación de la película delgada, se procede a bajar la potencia incidente 55 W hasta llegar a 0 W, luego se apaga la fuente de radiofrecuencia RFX 600A, en paralelo a bajar la potencia incidente en la fuente de radiofrecuencia RFX 600A se aumenta la temperatura del sustrato a 490 °C, y luego se cubre el sustrato con el shutter, girando la perilla shutter 90° en sentido de las manecillas del reloj (que está en la parte inferior del equipo).</p> <p>El tiempo de coalescencia del material, con la temperatura a 490°C es de 30 min.</p>	<p>Se apaga la emisión de radio frecuencia, presionando el botón RF en el panel frontal de la RFX 600A y se apaga la fuente de radiofrecuencia RFX 600A presionando el botón de atrás de la fuente de radiofrecuencia RFX 600A.</p> <p>Controlar la temperatura del horno, que se muestra en el indicador de temperatura EUROTHERM, usando la perilla de corriente de la interfaz de mando de V – I de la resistencia del horno.</p>

Extracción del material	<p>Transcurridos los 30 min de la anterior acción de proceso, se debe detener el suministro de potencia al horno.</p> <p>Se cierra el flujo de oxígeno en el MKS 247 y se apaga este equipo. Se cierra la válvula de flujo de argón a la cámara.</p> <p>Cerrar las balas de oxígeno y argón.</p>	<p>Para detener el suministro de potencia al horno se debe de girar de manera cuidadosa la perilla corriente y voltaje en el sentido contrario de la manecillas del reloj, hasta conseguir 0 A y 0 V visualizando estas variables en el indicador de corriente y voltaje en la interfaz de mando de V – I de la resistencia del horno, luego presionar el botón off (color verde).</p> <p>Se cierran las válvulas marca AGA 1 y 2 de la bala de argón, junto con las válvulas marca AGA 1 y 2 de la bala de oxígeno. Se cierra la válvula de argón y se cierra la válvula de la bala de oxígeno.</p>
	<p>Trascurridos 30 min de haber terminado la actividad anterior, se apaga la bomba turbomolecular.</p> <p>Cuando la temperatura del sustrato es de 40 °C, se apaga la bomba mecánica.</p> <p>Esperar a que la temperatura del sustrato llegue a 30 °C (Toma un tiempo aproximado de entre 2 a 3 horas).</p> <p>Luego de alcanzar la temperatura de 30 °C en el sustrato, se procede a bajar los tres breakers de la conexión eléctrica de la bomba turbomolecular, de la fuente de radiofrecuencia RFX 600A y del indicador de presión, y se gira la perilla de encendido a la posición 0, por último se desactiva el sistema de refrigeración y luego se abre la válvula gasificadora manual de la cámara (girándola en sentido contrario a las manecillas del reloj) hasta escuchar el ingreso de aire a la cámara.</p>	<p>Desactivar el sistema de refrigeración, consiste en cerrar el flujo continuo de agua domiciliaria.</p>
	<p>Se levanta la tapa de la BALZER BAE 250.</p> <p>Se desajustan y se sacan las tuercas horno y se colocan sobre la mesa de trabajo.</p> <p>Se saca la lámina horno y se coloca sobre la mesa de trabajo.</p>	<p>El operario al realizar esta acción debe estar empleando guantes de látex como se indicó al inicio del proceso de fabricación del material.</p> <p>Se debe tener cuidado con las conexiones eléctricas del horno, ya que tienen recubrimiento de cerámica, por lo tanto son delicados y con un movimiento fuerte se pueden quebrar.</p>

	Se levanta el horno del portasustrato y se deja suspendido.	
	Se obtiene la película delgada.	Se toma el sustrato con la pinza sustrato se coloca cuidadosamente sobre papel absorbente de manera que la superficie con efecto especular quede hacia arriba y no en contacto con el papel absorbente. Recordar que se debe coger el sustrato por los bordes.

En el anexo 3 (Manual del Proceso de Fabricación de Películas Delgadas de VO₂ / Si (100) por Magnetron Sputtering), en la sección a “Recomendaciones previas al inicio del proceso”, sección b “Lista de chequeo” y sección d “Planilla de registro” se presenta información complementaria importante para el normal desarrollo del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) por Magnetron Sputtering R.F, ya que permite la protección tanto del equipo como del operario en el proceso de fabricación.

ANEXO 3. MANUAL DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ SOBRE SILICIO (100) POR MAGNETRÓN SPUTTERING

El contenido de este anexo dota al operario de la guía necesaria para la fabricación de un lote de películas delgadas de VO₂ / Si (100) por Magnetron Sputtering R.F. en el equipo BALZER BAE 250. La sección A se enfoca en las recomendaciones necesarias a tener en cuenta antes y durante el proceso de fabricación, protección de los equipos y operarios y el correcto uso de las instalaciones del laboratorio. La sección B presenta la lista de chequeo, que verifica la existencia de los elementos y condiciones que se debe cumplir al inicio del proceso de fabricación. La sección C detalla el procedimiento de fabricación de las películas, con actividades de control básico para su ejecución por el operario. La sección D presenta la planilla de registro, la cual se debe de emplear antes y durante el proceso de fabricación, registrando los valores de presión, temperatura del horno, potencia incidente, potencia reflejada, flujo de oxígeno, cada 5 min.

A. Recomendaciones previas a iniciar con el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100) por Magnetron Sputtering R.F.

- ✓ *El operario antes de manipular los equipos, materiales o la instrumentación asociada al proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio, debe seguir los siguientes pasos:*
 - *Lavarse las manos con jabón Antibacterial y abundante agua.*
 - *Utilizar bata de laboratorio.*
 - *Secarse las manos con papel absorbente.*
 - *Colocarse guantes de látex y utilizarlos hasta finalizar el proceso. Se sugiere la utilización de doble guante de látex.*
 - *Usar mascarilla de seguridad durante las siguientes acciones de proceso:*
 - ✓ *Extracción de los componentes de la cámara.*
 - ✓ *Limpieza de los componentes de la cámara.*
 - ✓ *Colocación de los componentes y materia prima al interior de la cámara.*
 - ✓ *Extracción del material.*
- *Se recomienda al operario que antes de cumplir con la acción de proceso refrigeración del equipo, no encender y/o utilizar ningún computador, celular y demás aparatos electrónicos diferentes a los requeridos para cumplir las acciones de proceso.*
- *Tener en cuenta las siguientes recomendaciones al interior del laboratorio de bajas temperaturas – FISBATEM :*
 - *No se permite el ingreso de personas ajenas al proceso.*

- *No se permite consumir ninguna clase de alimentos.*
 - *No se permiten las bebidas alcohólicas.*
 - *No se permite fumar.*
 - *Si el operario desea escuchar música debe ser a un volumen adecuado de manera que no perturbe su trabajo, ni tampoco el de los demás investigadores en el laboratorio y/o laboratorios contiguos.*
 - *El uso del computador del laboratorio FISBATEM está destinado a realizar acciones académicas.*
- *El operario antes de iniciar con la acción de proceso extracción de los componentes de la cámara, debe de tener en cuenta las siguientes recomendaciones:*
 - ✓ *Revisar y cerrar la llave de agua domiciliaria*
 - ✓ *Realizar la desconexión eléctrica de la bomba turbomolecular PFEIFFER TPU 270, de la fuente de radiofrecuencia RFX 600A, del sensor de presión y del indicador de presión de la fuente de voltaje de 220 V (enchufe de seguridad rojo de la BALZER BAE 250).*
 - ✓ *Realizar la desconexión eléctrica de la bomba mecánica 2005SD, desenchufando el cable de alimentación # 1 de la fuente de alimentación de 120 V.*
 - ✓ *Realizar la desconexión eléctrica del controlador indicador de temperatura EURO THERM, desenchufando el cable de alimentación # 2 a la fuente de alimentación de 120 V.*
 - ✓ *Realizar la desconexión eléctrica de la fuente de V-I para la resistencia del horno, desenchufando el cable de alimentación # 3 a la fuente de alimentación de 220 V.*
 - ✓ *Realizar la desconexión eléctrica del controlador-indicador de flujo de oxígeno MKS 247, desenchufando el cable de alimentación # 4 a la fuente de alimentación de 120 V.*
 - ✓ *Realizar la desconexión eléctrica del controlador-indicador de temperatura EURO THERM, desenchufando el cable de alimentación # 5 a la fuente de alimentación de 120 V.*
 - ✓ *La válvula de la bala de argón y las válvulas AGA 1 y 2 de la bala de argón deben estar cerradas.*
 - *La válvula de la bala de argón se cierra en el sentido de las manecillas del reloj.*
 - *La válvula AGA 1 se cierra girándola en el sentido contrario de las manecillas del reloj.*
 - *La válvula AGA 2 se cierra en sentido de las manecillas del reloj.*
 - ✓ *La válvula de la bala de oxígeno y las válvulas AGA 1 y 2 de la bala de oxígeno deben estar cerradas*

- *La válvula de la bala de oxígeno se cierra en el sentido de la manecillas del reloj.*
- *La válvula AGA 1 se cierra girándola en el sentido contrario de las manecillas del reloj.*
- *La válvula AGA 2 se cierra en sentido contrario de las manecillas del reloj.*

B. Lista de chequeo de la existencia de componentes y materia prima, para el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100) por Magnetron Sputtering.

Jabón Antibacterial	
Papel Absorbente Scott Brite	
Bata de Laboratorio	
Guantes de látex	
Tapabocas ref. ARSEG 1830	
Llave A	
Llave B	
Llave C	
Llave D	
Llave Magnetron	
Conexiones de refrigeración	
Sustrato de Silicio	
Target de Vanadio	
Calibrador	
Nivel	
Pinza	
Pinza sustrato	
Alcohol industrial	
Acetona	
Equipo de Ultrasonido ELMASONIC E 15 H	
Lija para agua H-98 600	
Lija para agua H-98 1000	
2 Becker 50 ml	
Agua destilada	
Mesa de trabajo	
Destornillador	

ANEXO 4. APLICACIÓN DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ / SI (100) SIGUIENDO LA INFORMACIÓN DADA POR LA NORMA ISA S88 Y PROCEDIMIENTO ACTUAL DE FISBATEM.

4.1. Aplicación del procedimiento de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100) siguiendo la información dada por la Norma ISA S88

La aplicación de este proceso se describe por medio de tres tablas: tabla A4.1, A4.2, A4.3, correspondientes al proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100) según ISA S88. Estas tablas registran las acciones del proceso cumplidas por el operario, las cuales corresponden a la tabla 3.3 del capítulo 3.

Tabla A.4.1 Aplicación para la fabricación de la película delgada ISA S88_#1

Fecha de fabricación del material: 20/01/2012

Acciones de proceso	Aplicación
Extracción de los componentes de la cámara	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Limpieza de los componentes de la cámara	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Colocación de los componentes y materia prima al interior de la cámara	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Refrigeración del equipo	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Generación del plasma y calentamiento del sustrato	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Desprendimiento de átomos de vanadio	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Apertura de camino de adsorción de átomos de vanadio y oxidación de átomos de vanadio sobre sustrato de silicio	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Coalescencia de material	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Extracción del material	Realizado satisfactoriamente por parte del operario

Tabla A.4.2 Aplicación para la fabricación de la película delgada ISA S88_#2

Fecha de fabricación del material_22/01/2012

Acciones de proceso	Aplicación
Extracción de los componentes de la cámara	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Limpieza de los componentes de la cámara	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Colocación de los componentes y materia prima al interior de la cámara	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Refrigeración del equipo	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Generación del plasma y calentamiento del sustrato	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Desprendimiento de átomos de vanadio	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Apertura de camino de adsorción de átomos de vanadio y oxidación de átomos de vanadio sobre sustrato de silicio	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Coalescencia de material	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Extracción del material	Realizado satisfactoriamente por parte del operario

Tabla A.4.3 Aplicación para la fabricación de la película delgada ISA S88_#3

Fecha de realización: 24/01/2012

Acciones de proceso	Aplicación
Extracción de los componentes de la cámara	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Limpieza de los componentes de la cámara	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Colocación de los componentes y materia prima al interior de la cámara	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Refrigeración del equipo	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Generación del plasma y calentamiento del sustrato	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Desprendimiento de átomos de vanadio	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Apertura de camino de adsorción de átomos de vanadio y oxidación de átomos de vanadio sobre sustrato de silicio	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Coalescencia de material	Realizado satisfactoriamente por parte del operario
Extracción del material	Realizado satisfactoriamente por parte del operario

4.2. Aplicación del procedimiento actual en FISBATEM del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100).

La aplicación de este proceso se describe por medio de dos tablas, tabla A.4.4.y tabla A.4.5, las cuales corresponden a la fabricación de las películas delgadas FISBATEM, en las cuales se presenta un resumen del procedimiento llevado a cabo por operarios de FISBATEM, de manera seccionada, el cual está organizado por acciones de proceso, las cuales representan los pasos seguidos en la fabricación de la película delgada por parte de los operarios, además de ilustrar en cuales etapas del proceso el operario recibió asesoría. El operario solo recibe asesoría cuando no tiene conocimiento de cómo realizar la acción en la que se encuentra y/o cuando no sabe cuándo realizar la acción siguiente, esta se presenta con el objetivo de permitir avanzar en el proceso, pero no con el objetivo de influenciar su labor. En caso de no recibir la asesoría necesaria, puede dañar el equipo, detener el proceso indefinidamente, poner en riesgo su salud, etc.

Las acciones definidas y presentadas en las siguientes tablas fueron escritas para la realización del presente proyecto, de manera que representen el proceso realizado por el operario FISBATEM de manera seccionada.

Tabla A.4.4. Aplicación para la fabricación de la película delgada FISBATEM_# 1

Fecha de realización: 12/01/2012

Protección del equipo y de la salud del operario	Lavarse la manos al ingresar al laboratorio	Bata de laboratorio	Guantes de látex	Mascarilla de seguridad	
	No se realiza.	No se realiza.	Realizado.	No se realiza.	
Extracción de los componentes de la cámara	No utilizar el Pc, celulares, y demás dispositivos electrónicos, durante etapa de extracción	Ubicación de zona trabajo	Revisar y cerrar la llave de agua domiciliaria que permite la refrigeración	Desconexión eléctrica de cable de seguridad rojo, # 1, # 2, # 3, # 4, # 5	Identificación de los equipos

	de componentes de la cámara, limpieza de la cámara		del equipo		
	El operario utiliza el Pc, celular, al mismo tiempo que manipula componentes de la cámara, y equipos sirviendo como fuente de contaminación.	Al iniciar su proceso no identifica una zona de trabajo estable para los componentes ha extraer, por ejemplo una mesa.	Realizado.	No realiza ninguna desconexión eléctrica.	Identifica algunos de los equipos, pero se le dificulta los switch de encendido y control de parámetros.
	Revisar y cerrar válvulas de balas de argón y oxígeno	Manipulación de la cámara	Identificación de componentes al interior de la cámara	Identificación de herramientas (llaves, pinzas) para extracción de cada componente de la cámara	Colocación de componentes extraídos del interior de la cámara sobre zona de trabajo
No revisa, asume que están cerradas.	El operario toca los bordes de la cámara y no debe hacerlo porque estos tiene grasa de vacío y mancha sus guantes, y por ende el resto de elementos que siga manipulando.	Algunos componentes si son identificados por el operario, pero otros no.	Identificación de algunas llaves correspondientes para la extracción de los componentes.	Los componentes extraídos son colocados por parte del operario en varias zonas, permitiendo el desorden con los componentes.	
Limpieza de los componentes de la cámara.	Componentes extraídos del interior de la cámara	Componentes que no pueden ser extraídos del interior de la cámara (electrodos, entre otros)	Pared interior de la cámara	Parte inferior de la tapa de la cámara	Base de la cámara

	La limpieza de los componentes, el operario la realiza en paralelo con la manipulación del Pc, además que no utiliza suficiente alcohol en el proceso de limpieza de cada componente, lija de manera adecuada cada componente, pero permite la reutilización de papel absorbente sucio y al ir colocando componentes en el interior de la cámara, son colocados algunos componentes pero sin ser limpiados con papel absorbente.	No se limpian.	El operario no limpia la totalidad de la pared interior de la cámara.	El operario reutiliza papel absorbente, para limpiar la parte inferior de la tapa de la cámara.	El operario no limpia la base de la cámara.
	Visor de la cámara	Tornillos, tuercas de los componentes internos	Sustrato de silicio (100)		
	No se limpia.	No se limpia.	El operario toma el sustrato con las pinzas, pero lo coge de manera incorrecta, es decir, lo toma no de los bordes, sino la superficie donde va a depositarse el material pulverizado.	Realiza de manera correcta el proceso de limpieza del sustrato, pero al terminar la limpieza de este, lo vuelve a tomarlo por la superficie donde se va depositar el material pulverizado.	
Colocación de componente y materia prima.	Ubicación de componentes al interior de la cámara	Ubicación sustrato y target de vanadio en el interior de la cámara	Distancia target – sustrato en valor de 3cm	Ubicación de shutter en medio de sustrato y target de vanadio	Colocación de la cámara en la base
	El operario confunde	Son ubicados correctamente	Al operario se le dificulta	Al operario se le dificulta	Realizado.

	posición y orientación correcta de componentes en el interior de la cámara, además de no distinción correcta de llaves correspondientes para cada componente <i>(recibe asesoría)</i> .	por el operario.	la ubicación en entre el target y el sustrato a la distancia establecida <i>(recibe asesoría)</i> .	posicionar de manera adecuada el shutter en medio de target - sustrato <i>(recibe asesoría)</i> .	
	Bajar tapa de la cámara	Cerrar la válvula amarilla			
	Realizado	Realizado			
Refrigeración del equipo	Identificación de llave de agua domiciliaria que permite la refrigeración del equipo BALZER BAE 250	Abrir llave de agua domiciliaria que refrigera la BALZER BAE 250	Ajuste a velocidad media, en el indicador de flujo tipo molinete		
	Realizado.	Realizado.	Realizado.		
Generación del plasma, desprendimiento de átomos de vanadio y calentamiento del sustrato.	Realización de vacío al interior de la cámara	Ingreso de argón al interior de la cámara	Fuente de radio frecuencia	Descarga súbita de argón al interior de la cámara	
	El operario sabe que primero debe de encender la bomba mecánica, pero no tiene claridad en el manejo de la bomba mecánica, no tiene un tiempo establecido para realización de vacío en la cámara con la bomba mecánica, además de desconocer que presión máxima se obtiene con esta bomba,	Operario no identifica correctamente de encendido de bomba turbomolecular, y no tiene claridad, con respecto a, por ejemplo cuanto tiempo debe de realizar vacío con la bomba turbomolecular, con las revoluciones al máximo. Después de la asesoría El operario decide dejar la bomba	El operario sabe que debe de abrir la válvula que permite el ingreso de argón a la cámara, de manera que aumente la presión al interior de esta, pero no sabe a qué presión debe de permitir al interior de la cámara. Después de la asesoría, el operario decide	El operario no conoce manejo del equipo, no recuerda que paso sigue en el proceso. Después de la asesoría el operario decide aumentar la potencia incidente a 8W <i>(recibe asesoría)</i> .	El operario no que hacer. Después de la asesoría el operario decide permitir la descarga súbita de argón, hasta que la presión al interior de la cámara es de 9×10^{-3} mbar <i>(recibe asesoría)</i> .

	desconoce a qué presión se puede encender la bomba turbomolecular. Después de la asesoría el operario la enciende y decide dejarla 25 min, pero no lleva documentación de sus acciones en el proceso (recibe asesoría con respecto al encendido y apagado de la bomba mecánica).	turbomolecular con sus revoluciones al máximo durante 10 min y luego baja las revoluciones al 70% (recibe asesoría con respecto al manejo de la bomba turbomolecular).	permitir el ingreso de argón en la cámara hasta que la presión sea de $8 \cdot 10^{-3}$ mbar (recibe asesoría con respecto al ingreso de argón a la cámara).		
	Obtención de presión de trabajo	Potencia reflejada en 0 W.	Generación de plasma al interior de la cámara y obtención de potencia incidente hasta valor establecido de 55 W	Obtención de la temperatura del sustrato en el valor establecido, 480 °C	
	El operario restablece la presión, cerrando la válvula y lleva la presión del interior de trabajo a la establecida, $9 \cdot 10^{-3}$ mbar.	El operario no está pendiente de la potencia reflejada (recibe asesoría)	Después de generar el plasma, el operario consigue la potencia incidente en el valor establecido de 55 W, en 10 min. La potencia incidente generada por la fuente de radio frecuencia es incrementada de manera inmediata.	En paralelo a la acción anterior, el operario enciende el horno y consigue la temperatura establecida de 480 °C, en 25 min. El operario eleva la temperatura en el horno de manera inmediata.	
Apertura de camino de adsorción de átomos de vanadio y oxidación de átomos de	Girar el Shutter	Ingreso de oxígeno, 1sccm	Revisión periódica de presión al interior de la cámara, flujo continuo de gas.	Revisión periódica de potencia incidente, potencia reflejada, flujo de O_2,	Llevar bitácora de trabajo

vanadio sobre silicio (100)				temperatura del sustrato.	
	Transcurridos 15 min de haber obtenido la potencia indecente en el valor establecido, y temperatura del sustrato establecida, el operario gira el shutter de manera que este queda fuera de la zona de pulverización.	El operario enciende el MKS 247, y permite el flujo de oxígeno en 1sccm al interior de la cámara (<i>recibe asesoría</i>).	El operario no está pendiente del flujo de agua, no está pendiente de mantener la presión al interior de la cámara en el valor establecido, reflejada, y aunque se coloca en el set point del MKS 247, 1 sccm de flujo de O ₂ , con el paso de los minutos el indicador demuestra un aumento en el flujo de oxígeno, cercano a 1.2 sccm.	El operario tiene en cuenta mantener la temperatura del sustrato en el valor establecido; No realiza la revisión periódica de la potencia incidente, de manera que esta debe de estar en el valor establecido; no realiza la revisión periódica de la potencia reflejada, esta debe ser igual a cero watt., esta revisión debe darse de manera periódica;	No se realiza
Coalescencia del material	Recocido				
	Al transcurrir el tiempo establecido, de 1h:30 min, se apaga la fuente de radio frecuencia, y el operario procede elevar la temperatura en el sustrato 490 °C.				
Extracción del material	Sacar el material				
	El operario lo extrae de equipo, apagando primero el horno, a continuación apaga el MKS 247, cierra válvulas de argón, oxígeno, y espera con la				

	bomba turbomolecular con sus revoluciones al 70%, hasta que la temperatura del sustrato este en 50grados ahí procede a apagar la turbo y apagar la mecánica cuando este a temperatura ambiente, gasifica la cámara y extrae el material.				
--	--	--	--	--	--

Tabla A.4.5. Aplicación para la fabricación de la película delgada FISBATEM_# 2

Fecha de realización: 13/01/2012

Protección del equipo y de la salud del operario	Lavarse la manos al ingresar al laboratorio	Bata de laboratorio	Guantes de látex	Mascarilla de seguridad	
	No se realiza.	No se realiza.	Realizado.	No se realiza.	
Extracción de los componentes de la cámara.	No utilizar el Pc, celulares, y demás dispositivos electrónicos, durante etapa de extracción de componentes de la cámara, limpieza de la cámara	Ubicación de zona trabajo	Revisar y cerrar la llave de agua domiciliaria que permite la refrigeración del equipo	Desconexión eléctrica de cable de seguridad rojo, # 1, # 2, # 3, # 4, # 5	Identificación de los equipos
	El operario utiliza el Pc, en paralelo a la limpieza de los componentes, permitiendo su contaminación .	El operario no define una zona donde va a colocar los componentes que va a ser extraídos de la cámara.	No se Realiza, asume que está cerrada.	No realiza ninguna desconexión eléctrica de ningún equipo.	Identifica los equipos.
	Revisar y cerrar válvulas de balas de argón y oxígeno	Manipulación de la cámara	Identificación de componentes al interior de la cámara	Identificación de herramientas (llaves, pinzas) para extracción de cada	Colocación de componentes extraídos del interior de la cámara sobre

				componente de la cámara	zona de trabajo
	El operario no revisa, asume que están cerradas.	El operario extrae la cámara, pero la extrae sin guantes y luego se coloca los guantes.	Los componentes son identificados por el operario, sabe para qué sirven, pero no puede identificarlos por nombre, debido a que estos no poseen uno particular.	Identificación las llaves correspondientes para la extracción de los componentes, pero no puede identificarlas por nombre, debido a que estas no poseen uno particular.	El operario extrae los componentes y estos al ser extraídos, son colocados por parte del operario en varias zonas, permitiendo el desorden con los componentes.
Limpieza de los componentes.	Componentes extraídos del interior de la cámara	Componentes que no pueden ser extraídos del interior de la cámara (electrodos, entre otros)	Pared interior de la cámara	Parte inferior de la tapa de la cámara	Base de la cámara
	El operario manipula los componentes y los limpia pero en paralelo manipula el celular, y reutiliza el papel absorbente, de manera que limpia con papel sucio, es decir, no apto los componentes que están limpios.	Limpia los componentes, tales como electrodos y base de la cámara.	El operario rocía alcohol, lija la superficie correspondiente, pero limpia con papel ya utilizado, es decir, completamente sucio.	El operario reutiliza papel absorbente, para limpiar la parte inferior de la tapa de la cámara.	El operario no limpia la base de la cámara.
	Visor de la cámara	Tornillos, tuercas de los componentes internos	Sustrato de silicio (100)		
	Se limpia el visor de la cámara	No se limpia.	El operario toma el sustrato con las pinzas, pero lo toma sobre la superficie en la cual se va depositar el material, no por los bordes.	Realiza de manera correcta el proceso de limpieza del sustrato	

Colocación de componentes y materia prima	Ubicación de componentes al interior de la cámara	Ubicación sustrato y target de vanadio en el interior de la cámara	Distancia target – sustrato en valor de 3cm	Ubicación de shutter en medio de sustrato target vanadio	Colocación de la cámara en la base
	El operario coloca de manera correcta los componentes al interior de la cámara.	Son ubicados correctamente por el operario.	El operario presenta dificultad para ubicar de manera correcta , la distancia target- sustrato <i>(recibe asesoría)</i> .	Al operario se le dificulta posicionar de manera adecuada el shutter en medio de target - sustrato <i>(recibe asesoría)</i> .	Realizado.
	Bajar tapa de la cámara	Cerrar la válvula amarilla			
	Realizado	Realizado			
Refrigeración del equipo	Identificación de llave de agua domiciliar que permite la refrigeración del equipo BALZER BAE 250	Abrir llave de agua domiciliar que refrigera la BALZER BAE 250	Ajuste a velocidad media, en el indicador de flujo tipo molinete		
	Realizado.	Realizado.	Realizado.		
Generación del plasma, desprendimiento de átomos de vanadio y calentamiento del sustrato.	Realización de vacío al interior de la cámara	Ingreso de argón al interior de la cámara	Fuente de radio frecuencia	Descarga súbita de argón al interior de la cámara	
	El operario procede a encender la bomba mecánica, durante 40 min.	El operario enciende la bomba turbomolecular , durante 15 min con revoluciones al 100% y revoluciones al 70% durante 20 min.	El operario sabe que debe de abrir la válvula que permite el ingreso de argón a la cámara, de manera que aumente la presión al interior de esta, pero no sabe qué presión debe de permitir al interior de la cámara. Después de la asesoría, el operario decide permitir el	El operario después de la asesoría, decide aumentar la potencia incidente a 8W <i>(recibe asesoría)</i> .	El operario realiza la descarga súbita de argón, hasta que la presión al interior de la cámara es de $8 \cdot 10^{-2}$ mbar y no se genera el plasma; se procede a cerrar completamente la válvula de argón, apagar la RF y se espera a que haga vacío del argón

			ingreso de argón en la cámara hasta que la presión sea de $8 \cdot 10^{-2}$ mbar (<i>recibe asesoría con respecto al ingreso de argón a la cámara</i>).		existente y se procede nuevamente a intentar genera el plasma, <i>recibe asesoría</i> , el operario decide permitir el ingreso de argón hasta $2 \cdot 10^{-2}$ mbar, enciende RF y aumenta Rf a 9 W y permite descargar súbita de argón y genera el plasma.
	Obtención de presión de trabajo	Potencia reflejada en 0 W.	Generación de plasma al interior de la cámara y obtención de potencia incidente hasta valor establecido de 55 W	Obtención de la temperatura del sustrato en el valor establecido, 480 °C	
	El operario obtiene presión de trabajo establecida, $9 \cdot 10^{-3}$ mbar.	El operario está pendiente de la potencia reflejada (<i>recibe asesoría</i>)	El operario consigue la potencia incidente en el valor establecido de 55 W, en 15 min. La potencia incidente es incrementada de manera inmediata.	En paralelo a la acción anterior, el operario enciende el horno y consigue la temperatura establecida de 480 °C, en 25 min. El operario eleva la temperatura en el horno de manera inmediata. Permite que la temperatura del sustrato permanezca en ese valor por 20 min, antes de proceder a una nueva acción.	
Apertura de camino de adsorción de átomos de vanadio y oxidación de	Girar el Shutter	Ingreso de oxígeno, 1sccm	Revisión periódica de presión al interior de la cámara, flujo continuo de	Revisión periódica de potencia incidente, potencia reflejada, flujo	Llevar bitácora de trabajo

átomos de vanadio sobre sustrato de silicio (100)			gua.	de O ₂ , temperatura del sustrato.	
	El operario gira el shutter de manera que este queda fuera de la zona de pulverización.	El operario permite el ingreso de O ₂ al interior de la cámara, 1sccm.	El operario está pendiente del flujo de agua, no está pendiente de mantener la presión al interior de la cámara en el valor establecido, y aunque se coloca en el set point del MKS 247, 1 sccm de flujo de O ₂ , cuando haya transcurrido 30 minutos, el flujo de Oxígeno es cercano a 1.3 sccm, y no es controlado por el operario a través del set point.	El operario tiene en cuenta mantener la temperatura del sustrato en el valor establecido; realiza la revisión periódica de la potencia incidente, de manera que esta debe de estar en el valor establecido; realiza la revisión periódica de la potencia reflejada.	Realiza registros aleatoriamente .
Coalescencia del material	Recocido				
	Trascurrido e la 1h: 30 min, el operario procede a elevar la del sustrato a 490 °C .y apaga la fuente de RF.				
Extracción del material	Sacar el material				
	El operario lo extrae de equipo, apagando primero el horno, a continuación apaga el MKS 247, cierra válvulas de argón, oxígeno, y espera con la bomba turbomolecular sus				

	revoluciones al 70%, hasta que la temperatura del sustrato este en 30 grados ahí procede a apagar la turbo y apagar la mecánica cuando este a temperatura ambiente, gasicifica la cámara y extrae el material.				
--	--	--	--	--	--

ANEXO 5. CARACTERIZACIÓN RESISTENCIA EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA (RT)

Para la caracterización de los lotes de películas delgadas fabricadas en este proyecto se utilizó el equipo de caracterización RT que se encuentra en el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas del Departamento de Física de la Universidad del Cauca. El equipo de caracterización RT, con el que cuenta el laboratorio, es utilizado en mediciones en bajas temperaturas ($-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta $40\text{ }^{\circ}\text{C}$) y como las temperaturas requeridas para la caracterización RT del VO_2 superaban ese rango, se hizo necesario implementar un nuevo equipo integrando algunos dispositivos con los que contaba el laboratorio, que permitiera la medición de la resistencia cambiando la temperatura en el rango establecido (25°C - 100°C) con lo que se logró un equipo de caracterización RT a altas temperaturas. En la figura A.5.1 se presenta el diagrama de conexión de los dispositivos que hacen parte del sistema de caracterización RT para altas temperaturas.

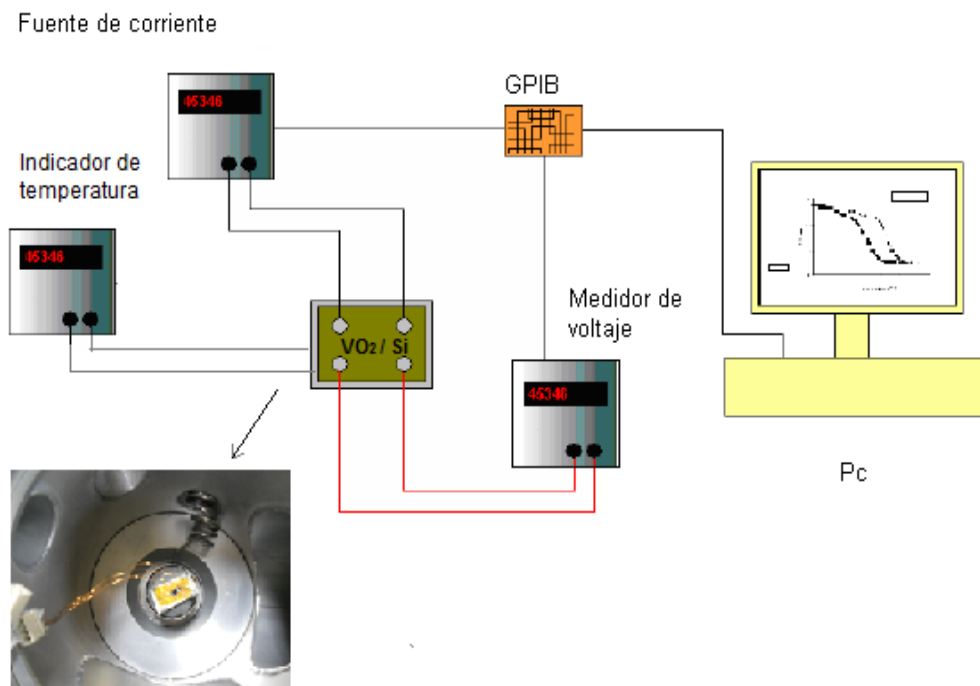


Figura A.5.1. Diagrama modular sistema de caracterización RT diseñado.

En la figura A.5.1. se aprecia que el sistema de caracterización diseñado se hace uso de un equipo de sputtering que estaba en el laboratorio FISBATEM, el cual tiene su respectivo sistema de calentamiento u horno y termocupla tipo J, el horno permite una temperatura máxima de $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, estos se acoplaron a una fuente de alimentación y a un indicador de temperatura; debido a que se necesitaba colocar el material sobre el horno, y a su vez realizar la medida de la resistencia eléctrica en el material, se construyó un

soporte - sonda que permite una temperatura cercana a los 300 °C y que facilita la implementación del método de las cuatro puntas; esta sonda se acopló al horno y también al sistema software que procesa los datos para desarrollar la caracterización eléctrica RT, es decir, se acoplo la sonda a una fuente de corriente Keithley y a un voltímetro Keithley 195, y luego se utilizó el programa en Labview diseñado para la presentación de datos y curvas de resistencia en función de temperatura

Para el montaje y uso del nuevo equipo de caracterización RT, se deben realizar los siguientes seis pasos:

1. Adecuación horno
2. Soporte – sonda
3. Energización horno
4. Medición de temperatura
5. Conexiones
6. Forma uso

Los cuales se detallan a continuación:

Primero (Adecuación Horno): Se hace uso de un horno que alcanza temperaturas de hasta 800°C con una termocupla tipo K conectada a él; este horno se encuentra acoplado a una cámara de sputtering, y como fuente de alimentación para él se emplea una fuente de referencia DPS-5050. Véase la figura A.5.1 en la cual se muestra el indicador de temperatura Eurotherm, el equipo de Sputtering y la fuente de alimentación para el horno. En la figura A.5.2 se muestra el horno del Sputtering.



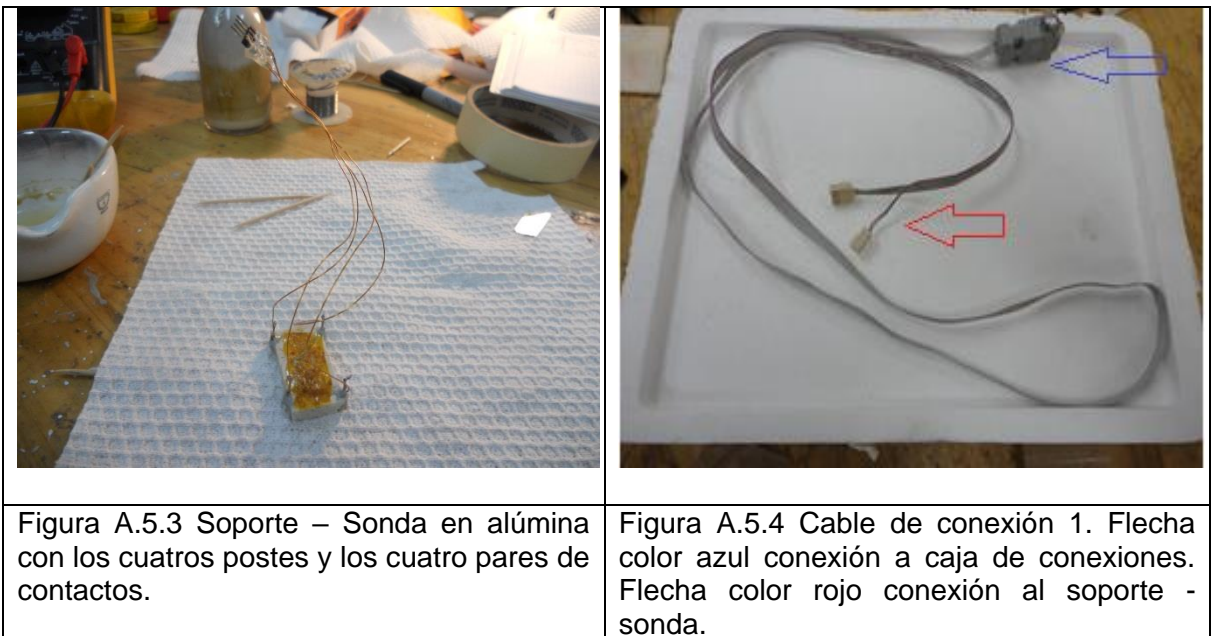
Figura A.5.1 De izquierda a derecha: Indicador de temperatura Eurotherm, Sputtering, Fuente de alimentación del horno DPS-5050



Figura A.5.2 Horno en el interior del Sputtering

Segundo (Soporte - Sonda): Se diseñó, construyó e instaló un soporte – sonda, véase la figura A.5.3, que tolera altas temperaturas, para la transmisión de señales de voltaje y corriente. Con esto se dispone de unas conexiones colocadas sobre la sonda, para la transmisión de una señal de corriente desde la fuente de corriente KEITHLEY y transmisión de la medición de la señal de voltaje en un voltímetro KEITHLEY 195 (probado hasta 400°C). El soporte se construyó empleando Alúmina, este material tiene excelentes propiedades, entre ellas permite la alta transmisión de temperatura y la baja transmisión eléctrica; el soporte tiene 4 postes colocados sobre las esquinas y de cada uno de los poste colocados sobre la sonda, están soportados unos pequeños cables de cobre, en total son dos cables por cada poste, 8 cables, empleando un cable de cada poste se realiza el contacto sobre la muestra, es decir “método de las cuatro puntas”, ver figura A.5.3, y los otros 4 contactos se emplean para realizar la conexión a través del cable de conexión 1 (también construido para este proyecto) a la caja de conexiones (existente en el laboratorio FISBATEM), ver figuras A.5.4 y A.5.5 respectivamente.

En la figura A.5.4 se muestra una flecha de color rojo señalando el extremo donde se conecta la sonda y el extremo que indica la flecha color azul indica el extremo que se conecta a la caja de conexiones, mostrada en la figura A.5.5. La conexión entre la sonda y la caja de conexiones permite simplemente el suministro de corriente sobre la muestra y la medición de voltaje a través del voltímetro KEITHLEY 195.



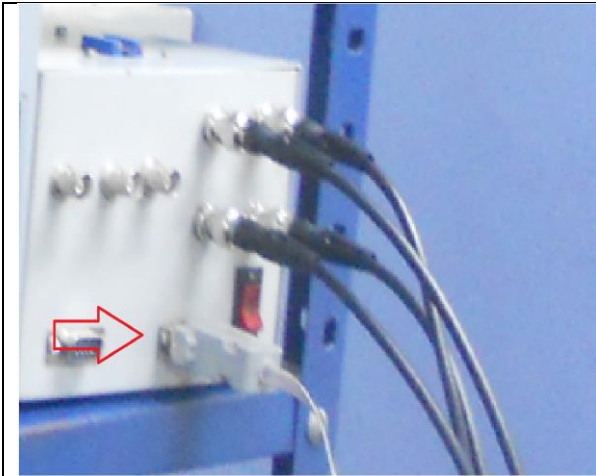


Figura A.5.5 Caja de conexiones entre la sonda y el amperímetro y voltímetro KEITHLEY



Figura A.5.6 conexión entre el horno y la fuente de alimentación DPS-5050. Flecha color rojo

Tercero (Energización horno): El horno, que se encuentra al interior de la cámara del sputtering, se energiza por medio de una fuente de voltaje regulada DPS-5050. El horno tiene dos cables acoplados a él que se utilizan para su energización, estos se unen a la salida de voltaje de la fuente de alimentación DPS-5050. Véase la figura A.5.6.

Cuarto (Medición de temperatura): Para la medición de la temperatura del horno se utiliza un controlador Eurotherm como instrumento indicador por medio de su despliegue gráfico, en este se presenta la temperatura del horno. La temperatura del horno se mide mediante un sensor Termocupla tipo K que se conecta al controlador Eurotherm. Véase la figura A.5.7.

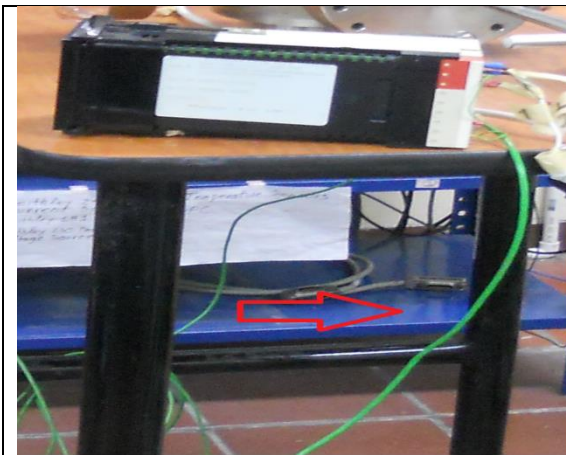


Figura A.5.7 Conexión entre la termocupla tipo K proveniente del horno y el indicador Eurotherm. Flecha color rojo

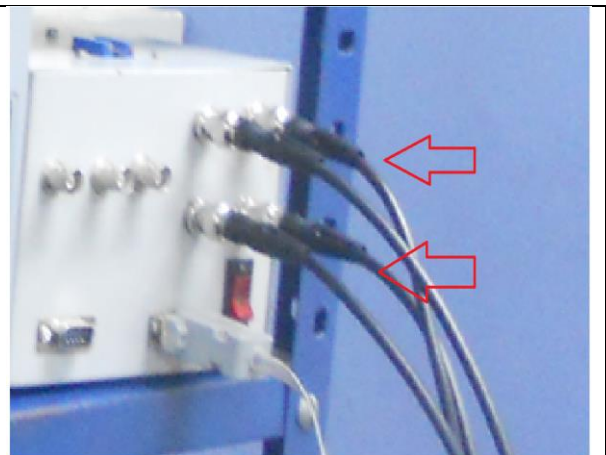


Figura A.5.8 Conexiones entre la caja y la fuente de corriente y el voltímetro KEITHLEY

Quinto (Conexiones): para la unión entre la caja de conexiones y la fuente de corriente y voltímetro KEITHLEY se realiza una conexión por medio de cuatro cables tipo coaxial, de manera que dos de ellos corresponden a la conexión fuente de corriente.- caja de conexión, y los otros dos al voltímetro - caja de conexión, ver figura A.5.8; debido a que la sonda que contiene la muestra se conecta por medio de cable de conexión 1 a la caja de conexiones, se permite de esta manera el flujo de corriente sobre la muestra y la medida del voltaje en ella. La fuente de corriente y el voltímetro están conectados a través de una tarjeta GPIB a un computador personal, en el cual se ejecuta un programa en LabView, diseñado en el laboratorio de FISBATEM, que permite monitorear estos instrumentos.

Sexto (Forma de uso): Para realizar la caracterización eléctrica de las muestras se debe realizar el siguiente procedimiento sobre la muestra (película delgada).

- La película se debe asegurar al soporte mediante un pegante y papel especial que soporte altas temperaturas. Tener en cuenta que la película debe quedar con la cara especular hacia arriba. Luego sobre el lado especular de la película se debe colocar 4 puntos de pintura de plata simétricos entre ellos y de forma cuadrada, que permiten hacer contacto de la película con 4 pequeños cables que a su vez se conectan con los 4 postes que están sobre el soporte donde se coloca la muestra. Véase la figura A.5.9.

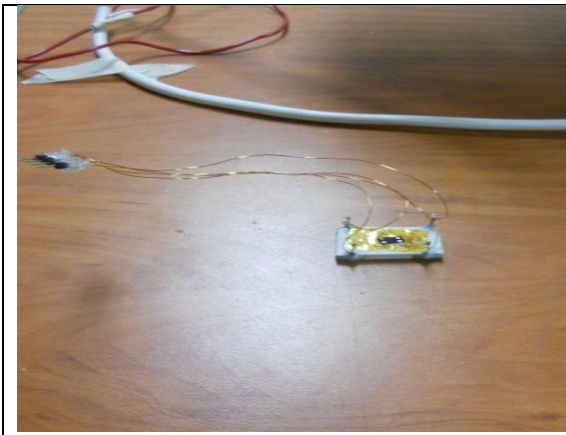


Figura A.5.9 Sonda con los cuatro contactos

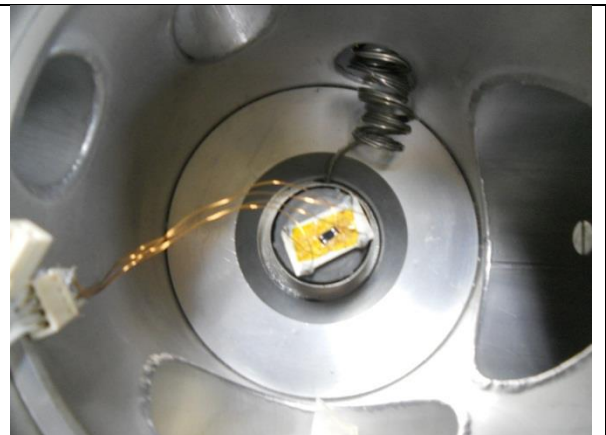


Figura A.5.10 Sonda sobre el horno al interior del Sputtering

- Se coloca el soporte sobre el horno que se encuentra en el interior del sputtering, con especial cuidado garantizando que la superficie del soporte quede en contacto con el horno. Véase la figura A.5.10.

A continuación, se debe realizar- chequear las siguientes acciones:

- La energización eléctrica del horno, mediante la conexión de los cables de alimentación del horno y la fuente de alimentación. La fuente de alimentación a su vez, se conecta a una fuente de alimentación de 110V.

- Para la medición de la temperatura, se realiza la conexión entre la termocupla tipo K acoplada al horno y el controlador de temperatura EURO THERM que en este caso se utiliza como indicador. Luego se conecta el Eurotherm a una fuente de alimentación de 110V.
- La fuente de corriente y el voltímetro KEITHLEY se conectan a una fuente de alimentación de 110V.
- La salida de la fuente de corriente y la entrada del voltímetro se conectan a la caja de conexiones mediante el uso de cuatro cables coaxiales (dos de los cables suministran la corriente y los dos restantes miden el voltaje que circula por la película). La caja de conexiones tiene como salida el cable de conexiones 1 que se conecta con los cables salientes de los postes del soporte - sonda.
- Se verifica las conexiones del GPIB de la fuente de corriente y del voltímetro hacia el computador.
- Se enciende la fuente de corriente. Véase la figura A.5.11.
- Se enciende el voltímetro. Véase la figura A.5.12

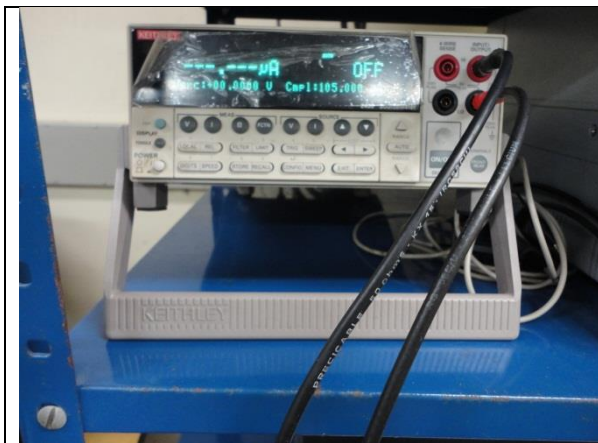


Figura A.5.11 Fuente de corriente KEITHLEY



Figura A.5.12 Voltímetro KEITHLEY 195

- Se enciende el computador, y se ingresa a la carpeta llamada “software – LabView”. Véase la figura A.4.13 ; luego al programa en LabView llamado “MULTIMETRO195_FINAL”. Véase figura A.5.14.



Figura A.5.12 Escritorio del PC - FISBATEM - Medidas eléctricas

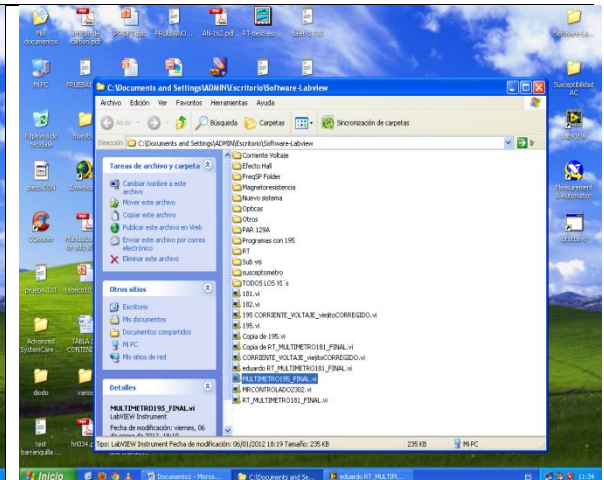


Figura A.5.14 Software en LabView – Carpeta

- Luego de ingresar a la interfaz de usuario del programa MULTIMETRO195_FINAL, se debe ingresar el valor de la corriente que se desea circule por la muestra y el nombre del archivo, en el cual se van a guardar los valores de la resistencia eléctrica de la muestra. Vease las figura A.5.15.

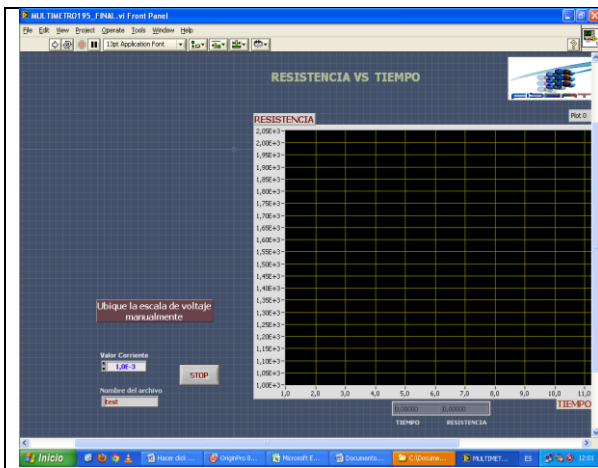


Figura A.5.15 Interfaz de usuario del programa MULTIMETRO195_FINAL

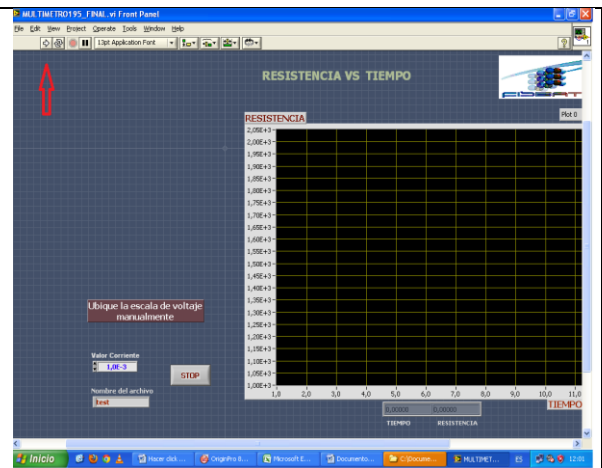


Figura A.5.16 Iniciar el programa MULTIMETRO195_FINAL

- Luego de iniciar el programa este se deja estabilizar por 1 minuto, permitiendo el registro de valores aleatorios, después de este tiempo la temperatura que presenta el despliegue del EUROTHERM se registra en una bitácora, en conjunto con el valor de la resistencia de la muestra que indica el programa MULTIMETRO195_FINAL.

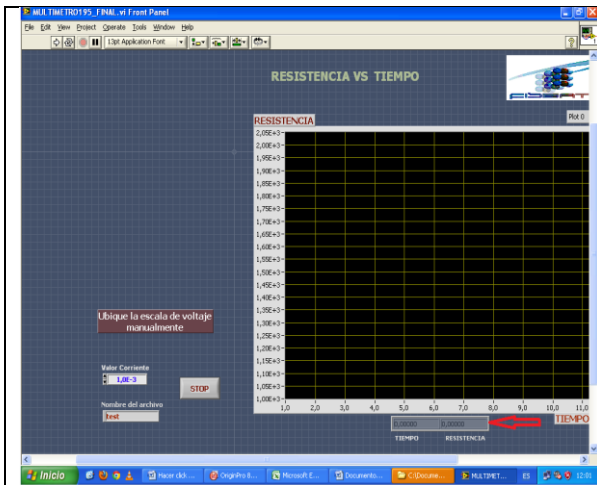


Figura A.5.17 Indicación del valor de resistencia eléctrica de la muestra en MULTIMETRO195_FINAL.



Figura A.5.18 Instrumento de indicación del valor de la temperatura de la muestra.

- Por medio de la fuente de alimentación del horno se aplica un entrada de voltaje de 7.5 V y una corriente de 1.5 A. Cuando se ha aplicado este voltaje se debe iniciar un temporizador, y cada 10 segundos se registra de forma manual en la bitácora la temperatura del EUROTHERM además del valor de la resistencia que se despliega en el programa de LabView, véase las figuras A.5.17 y A.5.18.
- Se registran valores desde temperatura ambiente hasta la temperatura de trabajo determinada (para este caso 90°C). El tiempo de duración del registro de datos depende de la pendiente de temperatura del horno la cual se modifica según el valor de corriente que se fije en la fuente del horno (para este caso fue de 45 min). Después de haber registrado los valores de la resistencia eléctrica – temperatura de la muestra se detiene el programa, dando clic en el mismo botón donde se inició el programa. Véase figura A.5.16. Luego se cierra el programa en LabView.
- Para obtener la gráfica RT, generalmente se emplea el programa *Origin*, en el cual se grafican las parejas (temperatura vs resistencia) que se registraron previamente.

ANEXO 6: ARTÍCULO

Aplicación del Estándar ISA 88 en el Modelado del Proceso de Fabricación de Películas Delgadas de VO₂ sobre Silicio (100)

Application of the Standard ISA S88 in the Manufacturing Process Modeling of Thin Films of VO₂ on Silicon (100).

Eduardo Castillo¹, Oscar Daniel Gómez²

Resumen

Este artículo presenta el modelado del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) bajo el estándar ISA 88 realizado en el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas de la Universidad del Cauca. En el modelado se organiza la información del proceso, equipo y procedimiento siguiendo los criterios de la Norma ISA S88 parte 1, para obtener los modelos de proceso, físico y de control procedimental, además del récipe maestro de producción de lotes de películas delgadas. Los modelos fueron validados al fabricar tres lotes de películas delgadas con la información organizada con el estándar y su caracterización eléctrica mediante análisis de resistencia en función de la temperatura.

Palabras clave: Películas Delgadas, óxido de vanadio, estándar ISA S88.

Introducción

Desde la publicación del trabajo experimental de Morín en 1959 [1], pionero en el estudio de óxido de vanadio en forma de película delgada, se han presentado múltiples investigaciones sobre estos materiales, debido a sus diversas aplicaciones industriales, en micro-baterías, sensores térmicos, sensores opto-electrónicos, ventanas inteligentes, etc. [2]. De estos materiales, el más investigado en forma de película delgada es el óxido de vanadio (VO₂), debido a su uso potencial en una gran variedad de aplicaciones; este tipo de película delgada presenta propiedades interesantes, debido a la transición MIT³ que sufre el material alrededor de los 68 °C, manifestando variaciones en la resistencia eléctrica, transmitancia óptica, además de cambios en la magneto-resistencia [3]; estos cambios en el comportamiento del material son de interés en el campo de los sensores ópticos “switching” [4], en los cuales la transición MIT se da por el efecto de laser pulsado de alta energía [5], también en el estudio de electrodos para micro-baterías recargables [6], entre otras aplicaciones [7].

La literatura reporta trabajos en el campo de materiales en forma de película delgada en los cuales se expresa la importancia de los valores en los parámetros, así como el control

¹ Ingeniero Físico, Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas, Facultad de Ciencias Naturales, Exactas y de la Educación, Universidad del Cauca. eduardocastillo@unicauca.edu.co

² Ingeniero en Automática Industrial, Grupo de Automática Industrial, Facultad de Ingeniería Electrónica y Telecomunicaciones, Universidad del Cauca. odgomez@unicauca.edu.co

³ Metal Insulator Transition (Transición semiconductor – metal).

de los mismos en la fabricación de este material entre ellos se encuentra [8],[9], y [10]; en [8] se fabrican películas delgadas de óxido de vanadio, en el cual se expresa la necesidad del control de la temperatura de oxidación, tiempo de oxidación, además de presentar una tabla con los valores en los parámetros de fabricación, este trabajo muestra propiedades eléctricas, ópticas y su aplicación en micro bolómetros; en [9] se presenta el efecto de la concentración de O₂ en películas delgadas de óxido de vanadio, en el cual se trata la importancia del control de flujo de O₂ en el proceso de fabricación y los efectos eléctricos en las películas delgadas al variar las concentraciones de este gas; en [10] se fabrican películas delgadas de dióxido de vanadio, en el cual se trata la importancia de parámetros tales como la presión de trabajo, la temperatura del sustrato, entre otros, y se analizan los resultados eléctricos y estructurales de este material al ser fabricados por un método conocido como pos-oxidación; sin embargo en estos reportes no se presenta ninguna clase de procedimiento, resumen o método sistemático que permita la fabricación de materiales en forma de película delgada. La norma ISA 88 [11] se concibió como un mecanismo de modelamiento sistemático de procesos de fabricación *batch*⁴ industrial, recomendando un conjunto de modelos de proceso y equipos definidos, que permiten ejecutar un proceso de manera secuencial y lógica con los parámetros establecidos para obtener el producto. Típicamente los reportes sobre ISA 88 se concentran en modelar procesos realizados en ingenios azucareros [12], industria farmacéutica [13], entre otros [14][15]. En la actualidad no se cuenta con reportes de uso de la norma ISA 88 en el modelado del proceso de fabricación de materiales en forma de película delgada.

En el laboratorio FISBATEM⁵ de la Universidad del Cauca desde hace una década se ha venido trabajando con películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100), tiempo en cual se han desarrollado investigaciones con respecto a sus propiedades eléctricas, ópticas, magnéticas [16][17][18][19][20], pero no se ha obtenido un procedimiento fiable que permita la fabricación de este material⁶; el presente trabajo presenta el modelado del procedimiento de fabricación de películas delgadas, de dióxido de vanadio sobre silicio por Magnetron Sputtering RF, bajo la Norma ISA 88, y su validación por medio del análisis del comportamiento RT⁷ de tres películas delgadas.

Proceso

En FISBATEM se emplea la técnica denominada magnetron sputtering RF para la fabricación de películas delgadas, esta técnica se basa en el bombardeo por parte de iones energéticos de argón hacia un target, permitiendo por transferencia de energía el desprendimiento de los átomos del target y su adsorción sobre la superficie del sustrato, en caso de que la pulverización se realice en un ambiente reactivo se permite la deposición de los átomos de gas reactivo sobre el sustrato junto con los átomos del target.

⁴El término batch, significa el material hecho por y durante el proceso, y también la entidad que representa la producción de ese material.

⁵ Física de Bajas Temperaturas

⁶ Se debe de tener en cuenta que ninguno de estas investigaciones realizadas en FISBATEM tenía como objetivo la realización de un procedimiento de fabricación.

⁷ RT → Resistencia-Temperatura

Del estudio y análisis de los trabajos realizados en el FISBATEM sobre películas delgadas de VO₂ [16][17][18][19][20], se organizó y tabuló la información de los parámetros y valores a usar para la fabricación de este material, además de la recopilación del conocimiento oral en la fabricación de películas delgadas y recomendaciones en el cuidado del equipo, de manera que en conjunto, esta información se integre en los modelos y récipe maestro ISA 88.

Modelo de Proceso Según el Estándar ISA S88

El modelo de proceso proporciona las bases para los modelos físicos y de control procedimental. La combinación de estos modelos genera el modelo de proceso que describe qué secuencias deben ser ejecutadas dónde y con qué parámetros nominales de receta en la celda de proceso [21].

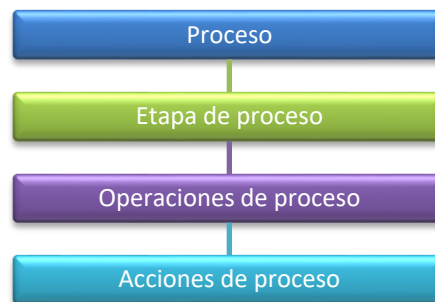


Figura A.6.1. Jerarquía del Modelo de Proceso [11].

El primer nivel jerárquico de este modelo es el proceso, que para este caso es *Proceso de Fabricación de Películas Delgadas de VO₂ sobre Silicio*.

En la división jerárquica del modelo de proceso se muestra las etapas del proceso, que son partes del proceso que normalmente operan independientemente de otras etapas de proceso. En este proceso se constituye como única etapa de proceso a *Sputtering*, ya que ocurre un proceso de extracción de átomos de la superficie del target y se alojan en un sustrato debido al intercambio de momento con iones que bombardean los átomos de la superficie. En esta etapa se resume todo el conjunto de condiciones y cambios físicos que ocurren para la fabricación de las películas delgadas de VO₂ sobre silicio en FISBATEM.

La etapa *Sputtering* consta de 4 operaciones, *Alistamiento de componentes y materia prima al interior de la cámara, pulverización de target de vanadio, adsorción de átomos vanadio y oxígeno sobre silicio, sellado y finalizado del proceso* cada una de ellas con sus respectivas acciones de proceso. En la Figura 2, se puede observar el modelo de proceso para el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio.

La operación de proceso *Finalizar el proceso* y sus acciones de proceso, se desprenden directamente del nivel de proceso, *Proceso de Fabricación de Películas Delgadas de VO₂ sobre Silicio*.

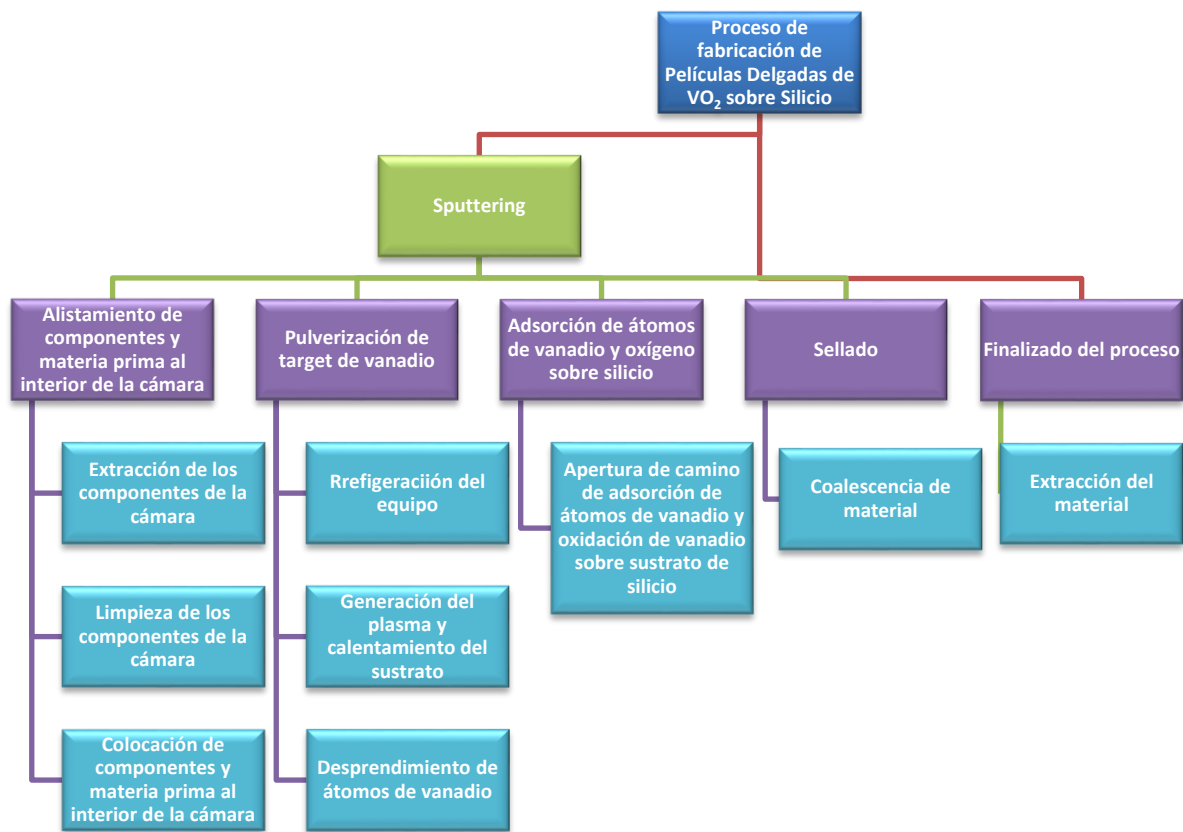


Figura A.6.2. Modelo de Proceso.

Modelo Físico Según el Estándar ISA S88

El modelo físico del estándar ISA S88 define una jerarquía de equipos, específicamente utilizados en el proceso de producción, agrupando los recursos de la empresa con referencia a siete niveles tal como se muestra en la figura A.6.3.



Figura A.6.3. Jerarquía del Modelo Físico [11]

Según la Norma ISA S88, el modelo físico se usa para describir los activos físicos de una empresa en función de empresa, sitios, áreas, células de proceso, unidades, módulos equipo y módulos control. Esta jerarquía usualmente se utiliza para empresas de tipo industrial, en este caso se usa este modelo para la descripción de los activos que se utilizan para la fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio.

Los activos físicos son organizados usualmente en una forma jerárquica como la descrita en la figura 3.4.2.a. El modelo tiene 7 niveles, iniciando en lo más alto con la empresa, sitio y área. Estos tres niveles son frecuentemente definidos como como consideraciones empresariales y no son modelados en este documento. Los niveles inferiores se combinan para formar los niveles más altos [11].

Los tres niveles más altos hacen parte del modelo para identificar de manera apropiada la relación de los equipos de niveles más bajos con la empresa de manufactura, mientras que los cuatro niveles más bajos de este modelo se refieren a tipos de equipo específicos [11]. En la figura 4 se muestra el físico para el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio.

La célula de proceso donde se realiza el proceso de pulverización, consta de un equipo BALZER BAE 250, construido por la empresa Alemana BALZER, y que fue adquirida por el Laboratorio en el año 2005. Además, la célula de proceso tiene dos bombas de vacío, una fuente de radiofrecuencia, un horno, balas de suministro de argón y oxígeno e instrumentación para la refrigeración de algunos equipos y se ha denominado *Célula de Proceso de fabricación de Películas Delgadas de VO₂ sobre Silicio*.

La celda de proceso del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas contiene la *Unidad de Fabricación*. Dentro de esta última se encuentran los Módulos Equipo de Refrigeración, Vacío, Argón, Radiofrecuencia, Temperatura y Oxígeno, con los respectivos módulos control asociados a cada uno. En la figura A.6.4 se muestra el modelo físico para el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio.

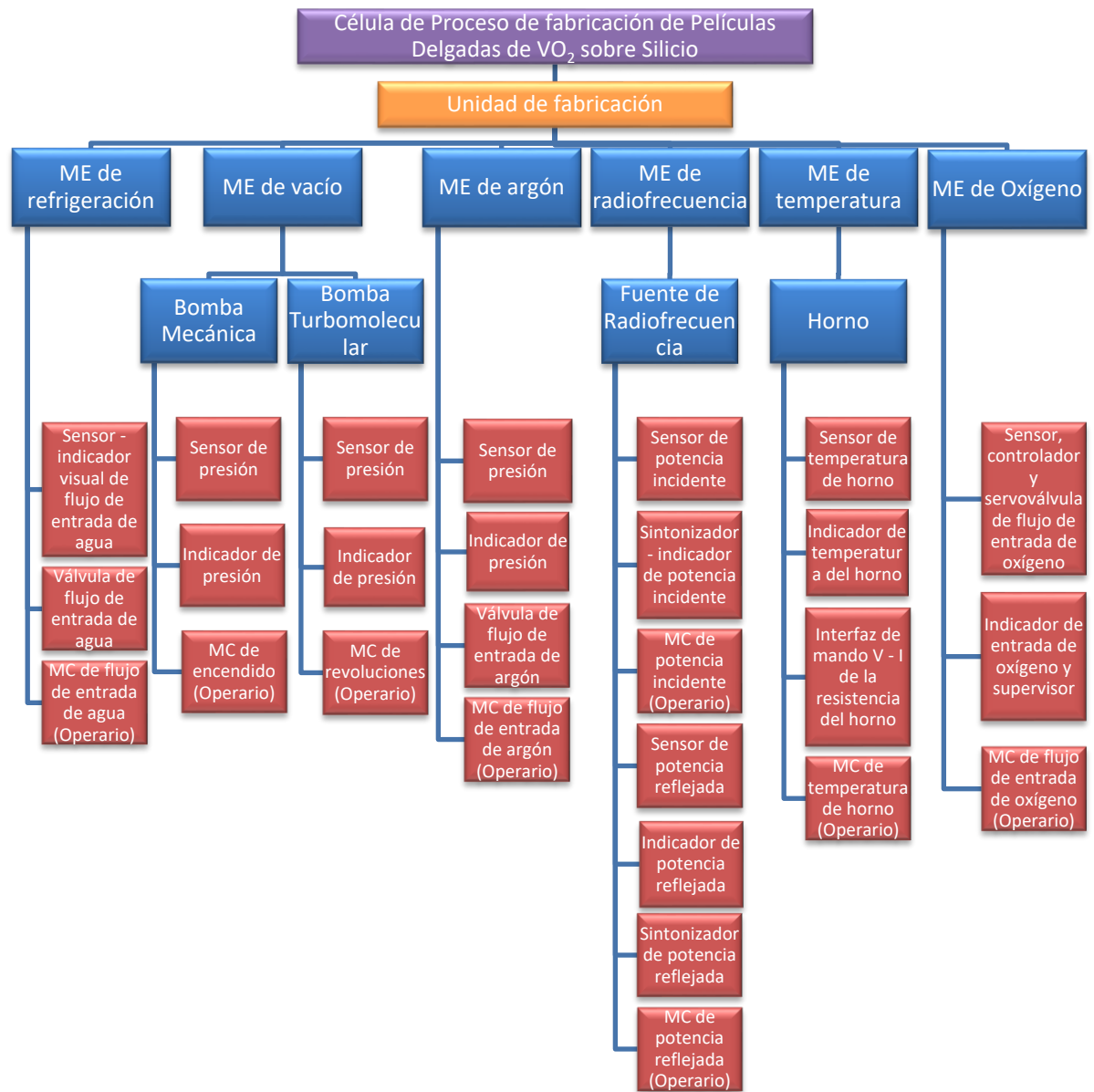


Figura A.6.4. Modelo de Proceso.

Modelo de Control Procedimental

En este modelo se especifican las acciones que se deben ejecutar en los equipos a través de secuencias ordenadas, las cuales permiten llevar a cabo una acción orientada al proceso para la obtención de un producto. Estas acciones se agrupan en estructuras que permiten modelar y especificar de manera adecuada una receta, la cual será ejecutada sobre el conjunto de equipos definidos en el modelo físico [7]. Se ilustra en la figura 5 la jerarquía del modelo de control procedimental.

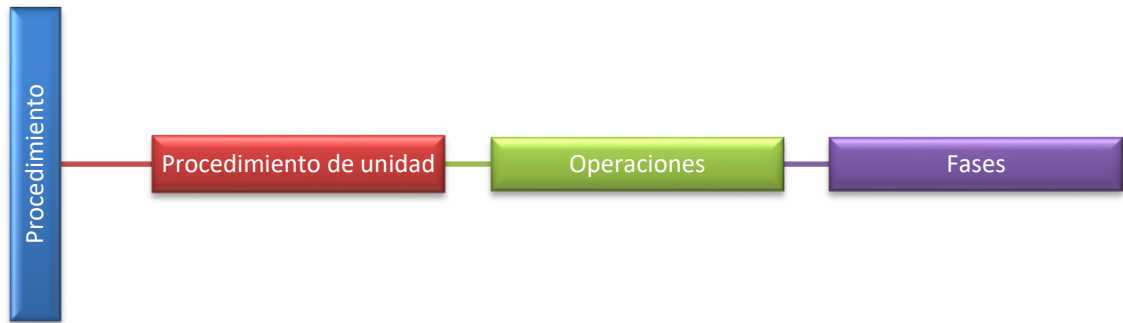


Figura A.6.5. Jerarquía del Modelo de Control Procedimental [11]

Se ha definido como procedimiento a Fabricar películas delgadas de VO₂ sobre silicio, y como procedimiento de unidad a Realizar Sputtering,

Dentro del Procedimiento de Unidad Realizar Sputtering se han definido las siguientes operaciones con sus respectivas fases:

- Alistar componentes y materia prima al interior de la cámara
- Pulverizar target de vanadio
- Adsorber átomos de vanadio y oxígeno sobre silicio
- Sellar el material

La operación *Finalizar el proceso* y sus fases, se desprenden directamente del nivel de procedimiento *Fabricar películas delgadas de VO₂ sobre silicio*. El nivel de fases no se muestra porque contiene información tipo seguridad industrial. En la figura A.6.6 se muestra el modelo de control procedimental para el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio.

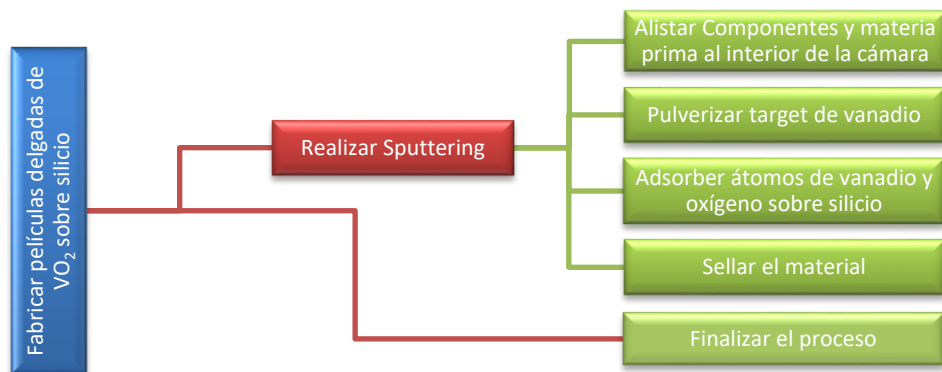


Figura A.6.6. Modelo de Control Procedimental.

1.1. RÉCIPE MAESTRO

El récipe maestro es el conjunto de información necesaria que identifica de forma única los requerimientos de producción de películas delgadas de VO₂ sobre silicio en

FISBATEM. Este *récipe* está orientado a la *Célula de Proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio* y en él se muestra la secuencia definida del procedimiento para la producción y contiene información específica del producto requerida para la programación detallada, tal como requerimientos del equipo, del procedimiento y de materias primas. En la tabla A.6.1 se muestra el *récipe maestro*.

Tabla A.6.1. *Récipe Maestro del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) en FISBATEM.*

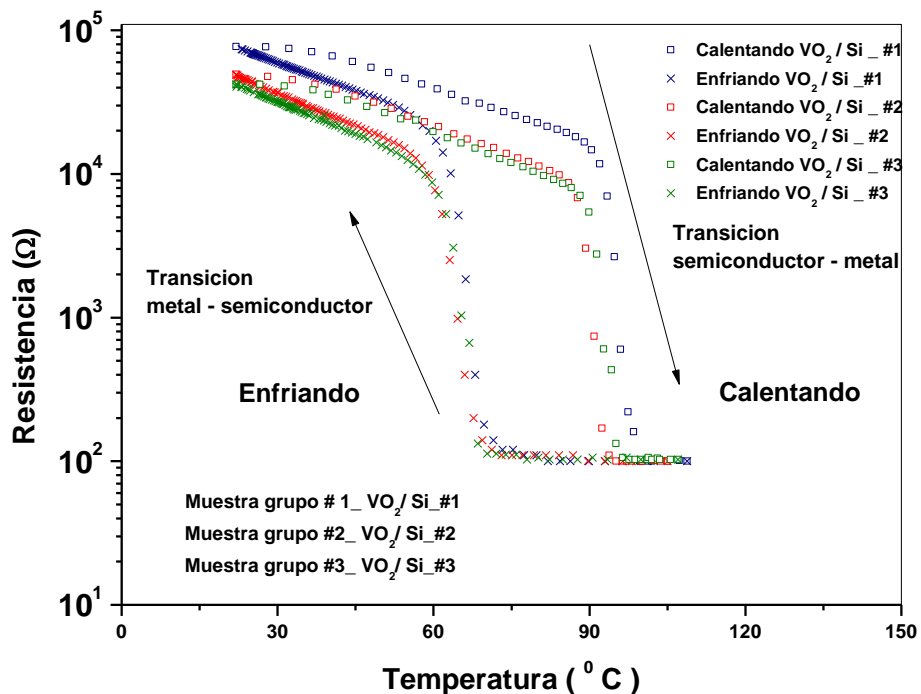
RECIPE MAESTRO	
PRODUCCIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ SOBRE SILICIO (100)	
VERSIÓN 1.0	
AUTORES:	
LUGAR Y FECHA DE EXPEDICIÓN: Popayán, Enero de 2012	
FORMULA	
Entradas de Proceso	Vanadio
	Silicio
	Argón
	Oxígeno
Parámetros de Proceso	Flujo de entrada agua
	Presión al interior de la cámara
	Flujo de entrada de argón a la cámara
	Potencia incidente de radiofrecuencia
	Potencia reflejada radiofrecuencia
	Temperatura del horno
	Flujo de entrada de oxígeno
Salida del Proceso	Película delgada de VO ₂ sobre silicio
REQUERIMIENTOS DE EQUIPO	
	Cámara de la BALZER BAE 250
	Bomba mecánica
	Bomba turbomolecular
	Fuente de Radiofrecuencia
	Horno
PROCEDIMIENTO	
Realizar Sputtering	Alistar Componentes y materia prima
	Pulverizar target de vanadio
	Adsorber átomos de vanadio y oxígeno sobre silicio
	Sellar el material
	Finalizar el proceso
OTRA INFORMACIÓN	
Fuente : Propia, Enero 2012	

2. RESULTADOS Y ANÁLISIS

En la gráfica A.6.1 se presentan los 3 comportamientos RT de las películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) fabricada siguiendo la información dada por la Norma ISA S88_ prueba #1, #2, #3. Se debe tener en cuenta que las pruebas #1, #2, #3, fueron realizadas

por tres grupos diferente de operarios, grupo #1, grupo #2, grupo #3 fabricaron el material correspondiente a la prueba #1, #2, #3, respectivamente.

El resultado de la prueba ISA S88 _ prueba #1, presenta un cambio abrupto en la resistencia eléctrica en 3 órdenes de magnitud, además de un comportamiento reversible semiconductor – metal, permitiendo evidenciar el crecimiento de VO₂ [5][6][7][8] sobre el sustrato de silicio (100). La película delgada ISA S88 _ prueba #1 tiene una resistencia eléctrica de 76.27 KΩ en estado semiconductor y en estado metálico una resistencia eléctrica de 101 Ω. El cambio neto en la resistencia eléctrica durante el MIT es de 15 KΩ y ancho de histéresis de la película delgada de 26.7 °C.



Grafica A.6.1. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura (°C) de las películas delgadas ISA S88_ prueba #1, #2, #3.

El resultado de la prueba ISA S88 _ prueba #2, presenta un cambio abrupto en la resistencia eléctrica en 3 órdenes de magnitud, además de un comportamiento reversible semiconductor – metal, permitiendo evidenciar el crecimiento de VO₂ [5][6][7][8] sobre el sustrato de silicio (100). La película delgada ISA S88 _ prueba #2 tiene una resistencia eléctrica de 49.4 KΩ en estado semiconductor y en estado metálico una resistencia eléctrica de 100 Ω. El cambio neto en la resistencia eléctrica durante el MIT es de 15 KΩ y ancho de histéresis de la película delgada de 26.3 °C.

El resultado de la prueba ISA S88 _ prueba #3 presenta un cambio abrupto en la resistencia eléctrica en 3 órdenes de magnitud, además de un comportamiento reversible semiconductor – metal, permitiendo evidenciar el crecimiento de VO₂ [5][6][7][8] sobre

sustrato de silicio (100). La película delgada ISA S88 _ prueba #3 tiene una resistencia eléctrica de 42.13 K Ω en estado semiconductor y en estado metálico la resistencia eléctrica de 103 Ω . El cambio neto en la resistencia eléctrica durante el MIT es de 15 K Ω y ancho de histéresis de la película delgada de 25.8 °C.

3. CONCLUSIONES

Tras modelar el proceso bajo el estándar ISA S88, se observó que los tres grupos de operarios que fabricaron los tres lotes de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) con la información organizada bajo el estándar, tuvieron cuidado frente a criterios importantes, tales como: documentación del proceso, equipo y procedimiento, limpieza del equipo y sus componentes, establecimiento de los parámetros de fabricación y el control en las variables presentes en el proceso. Además de contar con información que permitía la seguridad del equipo y del operario.

El presente trabajo aporta con la presentación y organización de la información de fabricación de películas VO₂ bajo la Norma ISA S88, con el fin de brindar una herramienta teórica que permita el avance documental de respaldo frente a la producción de películas delgadas realizada en el laboratorio FISBATEM, con visión hacia una potencial producción industrial.

4. BIBLIOGRAFÍA

1. F. Morin, "Oxides which show a Metal-to-Insulator Transition at the Neel Temperature" *Physical Review Letters*, vol. 3, pp 34-36, 1959.
2. M. F. Córdoba, et al., "Fabricación de películas delgadas de VO₂ por Sputtering RF", *Revista colombiana de Física*, vol. 37, 2005.
3. A. Guerrero, "Efecto del contenido del oxígeno en el comportamiento resistivo de películas delgadas de óxido de vanadio", tesis de pregrado, Ing. Física, Popayán, Colombia, 2008.
4. S. Chen, et al., "Optical switch based on vanadium dioxide thin films", *Journal Infrared Physics & Technology*, vol. 45, pp 239-242, 2004.
5. M. Becker, et al., "Femtosecond laser excitation of the semiconductor-metal phase transition in VO₂", *Applied physics letters*, vol. 65, pp 1504, 1994.
6. S. Koike, et al., "Characterization of sputtered vanadium oxide films for lithium batteries", *Journal of Power Sources*, vol. 81-82, pp 581-584, 1999.
7. M. F. Córdoba, et al., "Fabricación de películas delgadas de VO₂ por Sputtering RF", *Revista Colombiana de Física*, vol. 37, 2005.
8. X. Yi, et al., "A new fabrication method for vanadium dioxide thin films deposited by ion beam sputtering", *Journal Infrared Physics & Technology*, vol. 44, pp 140, 2003.

9. J. Lee, et al., "Effect of O₂ concentration on metal-insulator transition properties of vanadium oxides thin film prepared by radio frequency magnetron sputtering", thin solid film", vol. 515, pp 7740 – 7743, 2007.
10. A. Khodin, et al., "Synthesis and characterization of vanadium oxides films by post-oxidation and reactive sputtering", Materials science engineering B, vol. 141, pp 108 – 114, 2007. }
11. The International Society of Automation, "Batch Control Part 1: Models and Terminology", United States of America, July, 2006.
12. E. Chacón, et al., "Aplicación del estándar ISA88 en el modelado del proceso de producción de azúcar en un central azucarero", in Seventh LACCEI Latin American and Caribbean Conference for Engineering and Technology, 2009, pp 1-10.
13. V. Miller, "Things Go Better with S88: A new approach to the engineering process" Journal of ISPE, vol. 22, pp 1-10, 2002.
14. A. Sánchez, et al. "Functional integration of coordination activities for crude oil blending operations", in 2nd Mercosur Congress on Chemical Engineering, 2005, pp 1-9.
15. D. Vergara, et al., "Procedimiento de modelado ISAS88 para la ejecución de órdenes de producción basada en recetas, en el sistema software", Revista Ciencia e Ingeniería Neogranadina, vol. 21-2, 2012.
16. A. Guerrero, et al., " Efecto del contenido de oxígeno en el comportamiento magnetorresistivo de películas delgadas de óxido de vanadio", Revista colombiana de Física, vol. 40, 2008.
17. J. Morales, G. Bolaños, et al., "Efecto del sustrato en las propiedades eléctricas en las películas delgadas de dióxido de vanadio crecidas por Magnetron Sputtering RF", Revista Colombiana de Física, vol. 41, 2009.
18. J. Arias, et al., "Efecto del sustrato en las propiedades eléctricas de películas delgadas de dióxido de vanadio crecidas por Magnetron Sputtering RF", Revista Colombiana de Física, vol. 38, 2006.
19. M. Córdoba, H. Coy, "Fabricación, caracterización eléctrica y óptica de películas delgadas de dióxido de vanadio VO₂ para su aplicación en ventanas inteligentes", tesis de pregrado, Universidad del Cauca, Popayán, Colombia, 2005.
20. C. Quinayas, "Fabricación y caracterización magnética de películas delgadas de VO₂", tesis de pregrado, Universidad del Cauca, 2005.
21. Experiencia en el sector cervecero, "Soluciones de automatización para la industria cervecera", [En línea]. Disponible en: <http://www.proleit.com/es/main/industrias/cerveceria/cerveceria-grolsch-holanda/> [Consultado: 02 de Junio de 2011].
22. E. Chacón, et al., "Aplicación del estándar ISA88 en el modelado del proceso de producción de azúcar en un central azucarero", in *Seventh LACCEI Latin American and Caribbean Conference for Engineering and Technology*, 2009, pp 1-10.

