

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**

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**

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**

**Monografía presentada como requisito parcial para optar por el título de
Ingeniero Físico e Ingeniero en Automática Industrial**

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**

Nota de Aceptación: _____

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

Popayán, Mayo de 2012

AGRADECIMIENTOS

El primer autor:

A Dios por ser mi apoyo incondicional, a mi madre por apoyarme para que yo pudiera cumplir este sueño, sin ella esto no hubiera sido posible, a mi hermana, a Elena, Jairo, Karen, Tati y Caro.

Al grupo en Automática Industrial y grupo de Física de Bajas Temperaturas – FISBATEM, por haber abierto sus puertas para que este proyecto fuera realidad.

A mis profesores y amigos Gilberto Bolaños, Carlos Rincón, Juan Fernando Flórez, por su incondicional apoyo, sus geniales ideas...

A la universidad del Quindío, en especial al instituto interdisciplinario de las ciencias – IIC, por permitir la realización de las pruebas de difracción de rayos X.

A mi compañero de trabajo de grado por ser un apoyo en los buenos y malos momentos.

A mis compañeros de ingeniería física

El segundo autor:

Agradezco en primer lugar a Dios, a mis padres y a mi hermano por el apoyo y la confianza que depositaron en mí, pilares fundamentales para lograr esta meta. Los gestores para que este proyecto se hiciera posible son el Ingeniero Juan Fernando Flórez y el Doctor Gilberto Bolaños, que con su tiempo, disposición y conocimiento colaboraron enormemente a cumplir este objetivo.

Al laboratorio de Física de Bajas Temperaturas, que nos acogió durante el transcurso de este proyecto, al profesor Carlos Rincón y compañeros investigadores.

Agradezco la colaboración de mis compañeros, profesores y amigos del programa de Ingeniería en Automática Industrial, gracias por sus palabras de aliento en momentos difíciles.

A mi compañero investigador Eduardo Castillo, gracias por su gran aporte académico y por su amistad.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	1
1. PELÍCULAS DELGADAS	2
1.1. FENÓMENOS DEL CRECIMIENTO DE PELÍCULAS DELGADAS	2
1.1.1. Llegada y acomodación de los átomos	3
1.1.2. Adsorción/ desorción sobre la superficie del sustrato	3
1.1.3. Difusión superficial	3
1.1.4. Nucleación y primeros estados de la película delgada	4
1.2. PELÍCULAS DELGADAS DE ÓXIDO DE VANADIO VO ₂	5
1.2.1. Vanadio	5
1.2.2. Estructura cristalina del Óxido de Vanadio VO ₂	7
1.2.3. Silicio	8
1.3. FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS	10
1.3.1. Magnetron Sputtering RF	10
1.3.2. Plasma	10
1.3.3. Sputtering RF	11
1.3.4. Magnetron	12
1.4. CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA Y ESTRUCTURAL DE PELÍCULAS DELGADAS	12
1.4.1. Caracterización eléctrica de películas - método de las 4 puntas	13
1.4.2. Difracción de Rayos X	13
2. PLANTA DE PROCESAMIENTO BALZER BAE 250	15
2.1. DESCRIPCIÓN MODULAR	15
2.1.1. Sistema de Refrigeración	16
2.1.2. Sistema de Vacío	16
2.1.3. Sistema de Argón	16
2.1.4. Sistema de Radiofrecuencia	17
2.1.5. Sistema de Temperatura	17

2.1.6.	Sistema de Oxígeno	17
2.2.	DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LOS SISTEMAS DE LA BALZER BAE 250	17
2.2.1.	Sistema de Refrigeración	18
2.2.2.	Sistema de Vacío	19
2.2.3.	Sistema de Argón	21
2.2.4.	Sistema de Radiofrecuencia	22
2.2.5.	Sistema de Temperatura	24
2.2.6.	Sistema de Oxígeno	25
2.3.	DESCRIPCIÓN DE LA CÁMARA DE LA BALZER BAE 250	28
2.3.1.	Componentes internos de la cámara BALZER BAE 250	30
3.	APLICACIÓN DE LA NORMA ISA S88 AL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ SOBRE SILICIO (100) POR MAGNETRÓN SPUTTERING RF	36
3.1.	PROCEDIMIENTO ACTUAL EN FISBATEM DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ SOBRE SILICIO (100) POR MAGNETRÓN SPUTTERING RF	36
3.1.1.	Tradición oral	37
3.1.2.	Procedimiento, parámetros y valores tomados de los trabajos desarrollados en FISBATEM, para la fabricación de películas delgadas de VO ₂ por Magnetron Sputtering RF	39
3.2.	PARÁMETROS PARA LA FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ SOBRE SILICIO EN FISBATEM	41
3.3.	NORMA ISA S88 APLICADA AL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ /SI (100)	42
3.3.1.	Modelo de Proceso	42
3.3.2.	Modelo Físico	44
3.3.3.	Modelo de Control Procedimental	50
3.3.4.	Récipe Maestro para el proceso de fabricación de películas delgadas de VO ₂ sobre silicio	54

4. APLICACIÓN, RESULTADOS Y ANÁLISIS DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ SOBRE SILICIO (100)	57
4.1. APLICACIÓN DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ / SI (100) SIGUIENDO LA INFORMACIÓN DADA POR LA NORMA ISA S88	57
4.2. APLICACIÓN DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ / SI (100) SIGUIENDO EL PROCEDIMIENTO ACTUAL DE FISBATEM	58
4.3. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE LA CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA DE LAS PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ / SI (100)	58
4.3.1. Películas delgadas VO ₂ / Si (100) fabricadas siguiendo el procedimiento actual de FISBATEM	59
4.3.2. Películas delgadas VO ₂ / Si (100) fabricadas siguiendo la información dada por la Norma ISA S88	61
4.4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE LA PRUEBA DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X REALIZADA A PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ / SI (100)	65
4.4.1. Películas delgadas VO ₂ / Si (100) fabricadas siguiendo el procedimiento actual de FISBATEM	66
4.4.2. Películas delgadas VO ₂ / Si (100) fabricadas siguiendo la información dada por la Norma ISA S88	67
4.5. EVALUACIÓN DE LA REPRODUCIBILIDAD EN LAS PROPIEDADES ELÉCTRICAS DE LAS PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ / SI (100)	70
4.5.1. Evaluación de la reproducibilidad en las propiedades eléctricas de las películas delgadas de VO ₂ / Si (100) fabricadas siguiendo la información dada por la Norma ISA S88	71
CONCLUSIONES	76
TRABAJOS FUTUROS	79
BIBLIOGRAFÍA	80

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1. Etapas iniciales del crecimiento de capas delgadas mediante sistemas de fase vapor	3
Figura 1.2. Esquema de las etapas iniciales de la llegada de átomos a una superficie y los procesos de adsorción/desorción y difusión simultánea en la superficie	4
Figura 1.3. Modelos básicos de nucleación	4
Figura 1.4. Vanadio	5
Figura 1.5. Estructura del dióxido de vanadio	8
Figura 1.6. Estructura cristalina del silicio	9
Figura 1.7. Estructura cristalina del silicio. Se muestra el plano (100) en el Si	10
Figura 1.8. Esquema de un sistema Magnetron Sputtering RF	11
Figura 1.9. Esquema del magnetron circular planar con las correspondientes líneas de campo eléctrico y las trayectorias helicoidales descritas por los electrones	12
Figura 1.10. Difracción de los rayos X en los planos cristalinos de un sólido. Interacciones destructivas	14
Figura 2.1. BALZER BAE 250. Vista Frontal	15
Figura 2.2. Válvula de flujo de entrada de agua domiciliar tipo bola	18
Figura 2.3. Indicador de flujo de entrada de agua a la tapa de la cámara tipo molinete	18
Figura 2.4. Red de distribución interna de refrigeración	19
Figura 2.5. Bomba Mecánica	20
Figura 2.6. Bomba Turbomolecular	20
Figura 2.7. Control de revoluciones de Bomba Turbomolecular PFEIFFER TPU 270	20
Figura 2.8. Tablero Indicador de Presión PIRANI – COLD CATHODE	21
Figura 2.9. Sensor de Presión BALZER PIRANI	21
Figura 2.10. Bala de Argón	22
Figura 2.11. Válvula de la bala de argón	22

Figura 2.12. Válvula AGA 1 y válvula AGA 2 de la bala de argón	22
Figura 2.13. Válvula de flujo entrada de argón a la cámara	22
Figura 2.14. Tablero Indicador de presión PIRANI – COLD CATHODE	22
Figura 2.15. Fuente de Radiofrecuencia. Panel frontal	23
Figura 2.16. Fuente de Radiofrecuencia. Panel posterior	23
Figura 2.17. Sensor de potencia incidente, sensor de potencia reflejada, sintonizador de potencia incidente	24
Figura 2.18. Sintonizador de potencia reflejada	24
Figura 2.19. Horno	25
Figura 2.20. Interfaz de mando de V-I de la resistencia del horno	25
Figura 2.21. Controlador - Indicador de temperatura del horno marca EUROTHERM	25
Figura 2.22. Unión de medición - sensor de temperatura de horno (Termocupla tipo J)	25
Figura 2.23. Bala de oxígeno	26
Figura 2.24. Válvula de la bala de oxígeno	26
Figura 2.25. Válvula AGA 1 y válvula AGA 2 de la bala de oxígeno	27
Figura 2.26. Panel frontal del Indicador de flujo de oxígeno con funciones de programación y ajuste del <i>setpoint</i> MKS 247	27
Figura 2.27. Panel posterior del Indicador de flujo de oxígeno con funciones de programación del <i>setpoint</i> MKS 247	27
Figura 2.28. Controlador de flujo másico MKS 1179	27
Figura 2.29. Vista frontal de la cámara de la BALZER BAE 250	29
Figura 2.30. Vista superior de la tapa de la Cámara de la BALZER BAE 250	29
Figura 2.31. Montaje de los componentes internos de la cámara BALZER BAE 250	30
Figura 2.32. Tuercas horno	31
Figura 2.33. Lámina horno	31
Figura 2.34. Horno	31

Figura 2.35.Portasutrato	32
Figura 2.36.Rosca aseguradora portasutrato	32
Figura 2.37.Varilla aseguradora portasutrato	32
Figura 2.38.Tornillo portasutrato	32
Figura 2.39.Tornillos aseguradores horno – portasutrato	32
Figura 2.40. Varilla portasutrato	32
Figura 2.41. Shutter	32
Figura 2.42. Rosca shutter	32
Figura 2.43. Varilla aseguradora shutter	32
Figura 2.44. Rosca aseguradora portasutrato	33
Figura 2.45. Varilla shutter	33
Figura 2.46. Tornillos cañón	33
Figura 2.47. Cañón	33
Figura 2.48.Arandela cañón	33
Figura 2.49.Tornillos magnetrón	33
Figura 2.50.Arandela magnetrón 1	33
Figura 2.51.Arandela magnetrón 2	33
Figura 2.52.Cable polo a tierra	33
Figura 2.53.Polo a tierra	34
Figura 2.54.Electrodos 1, 2 y 3	34
Figura 2.55.Tuercas electrodos 1, 2 y 3	34
Figura 2.56.Tuerca aseguradora plataforma	34
Figura 2.57. Magnetrón	34
Figura 2.58. Herramienta utilizada para el montaje de componentes internos	35

Figura 3.1. Modelo de Proceso	44
Figura 3.2. Distribución del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas (FISBATEM)	46
Figura 3.3. Modelo Físico	49
Figura 3.4. Modelo de Control Procedimental	52

LISTA DE GRÁFICAS

Gráfica 4.1. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de la película delgada de FISBATEM_ prueba #1	60
Gráfica 4.2. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de la película delgada de FISBATEM_ prueba #2	60
Gráfica 4.3. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de la película delgada ISA S88_ prueba #1	61
Gráfica 4.4. $d(\log_{10} R(T)) / dT$ de la <i>curva enfriando y calentando</i> de la gráfica 4.3	62
Gráfica 4.5. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de la película delgada ISA S88_ prueba #2	63
Gráfica 4.6. $d(\log_{10} R(T)) / dT$ de la <i>curva enfriando y calentando</i> de la gráfica 4.5	63
Gráfica 4.7. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de la película delgada ISA S88_ prueba #3	64
Gráfica 4.8. $d(\log_{10} R(T)) / dT$ de la <i>curva enfriando y calentando</i> de la gráfica 4.7	65
Gráfica 4.9. Patrón de difracción de rayos X de película delgada FISBATEM_ prueba #1	66
Gráfica 4.10. Patrón de difracción de rayos X de película delgada FISBATEM_ prueba #2	67
Gráfica 4.11. Patrón de difracción de rayos X de la película delgada ISA S88_ prueba #1	68
Gráfica 4.12. Patrón de difracción de rayos X de la película delgada ISA S88_ prueba #2	68
Gráfica 4.13. Patrón de difracción de rayos X de la película delgada ISA S88_ prueba #3	69

Gráfica 4.14. Patrón de difracción de rayos X de la película delgada ISA S88_ prueba #1, #2, #3	70
Gráfica 4.15. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de las películas delgadas ISA S88_ prueba #1, #2, #3	72
Gráfica 4.16. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de la película delgada FISBATEM_ prueba #1, #2	74
Gráfica 4.17. Patrón de difracción de rayos X de la película delgada FISBATEM_ prueba #1, #2	74

LISTA DE TABLAS

Tabla 1.1. Temperatura de transición y salto en la conductividad eléctrica de los óxidos de vanadio	6
Tabla 3.1. Parámetros y valores para la fabricación de películas delgadas de óxido de vanadio VO_2 en FISBATEM	40
Tabla 3.2. Rango de valores en los parámetros para la fabricación de películas delgadas de VO_2 sobre Si (100) por Magnetron Sputtering RF en FISBATEM	41
Tabla 3.3. Parámetros y valores para la fabricación de películas delgadas de VO_2 sobre Silicio (100) para la realización del presente proyecto	41
Tabla 3.4. Recípe Maestro del proceso de fabricación de películas delgadas de VO_2 sobre silicio (100) en FISBATEM	54
Tabla 4.1. Valores del T_{MIT} , ancho del MIT de la <i>curva calentando, enfriando</i> y resistencia eléctrica, histéresis de películas delgadas ISA S88_ prueba #1, #2, #3	72

INTRODUCCIÓN

Los procesos que se llevan a cabo en los laboratorios de investigación son de gran importancia para el avance científico y tecnológico a nivel mundial, ya que en ellos se genera conocimiento útil para la creación de nuevos dispositivos y también para la comprobación de teorías y métodos actuales y propuestos. Aunque en algunos laboratorios, cuentan con equipos y procesos de punta, en la literatura es difícil encontrar registros de procesos de este tipo que hayan seguido algún estándar para organizar la información correspondiente. El Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas FISBATEM del Departamento de Física de la Universidad del Cauca, es uno de aquellos laboratorios, en el cual se trabaja con materiales y procesos de punta proyectados a fabricar dispositivos electrónicos.

Este trabajo se enfoca particularmente en organizar la información del Proceso de Fabricación de Películas Delgadas de VO_2 sobre Silicio (100) que se lleva a cabo en FISBATEM utilizando un estándar internacional.

Para dar cumplimiento a este objetivo se utiliza como referencia la primera parte de la Norma Internacional ISA S88, que regularmente es utilizada en procesos batch de tipo industrial. Esta norma permite el modelado del proceso mencionado, incluso si este es de carácter investigativo y no industrial. La Norma ISA S88, permite definir de manera jerárquica la información del proceso, de los equipos y del procedimiento. Es de gran utilidad organizar la información según lo propuesto, ya que el laboratorio de FISBATEM no cuenta actualmente con la información organizada del proceso. Con la consecución de este objetivo se logra mejorar las condiciones de información del proceso y de los equipos que se usan para este y otro tipo de materiales con los que se fabrican películas delgadas.

Para el desarrollo de este trabajo se realizó el análisis del Proceso de Fabricación de Películas Delgadas de VO_2 sobre silicio (100) por Magnetron Sputtering RF en FISBATEM y recurriendo a la ingeniería conceptual se identifican y organizan los diferentes sistemas que componen la planta de procesamiento; para este proceso se definieron los modelos de proceso, físico y de control procedimental; adicionalmente se definió el recípe maestro según lo establecido en la norma. Luego de organizar la información del proceso según este estándar, se fabricaron tres (3) lotes de películas con el procedimiento siguiendo la información dada por la Norma ISA S88 y dos (2) lotes con el procedimiento actual de fabricación en FISBATEM. Luego se evalúa la reproducibilidad en las propiedades eléctricas de este grupo de películas, mediante la comparación de resultados de las pruebas de Difracción de Rayos X y medida de la resistencia en función de la temperatura (RT).

1. PELÍCULAS DELGADAS

En el campo tecnológico han evolucionado dos áreas importantes, la optoelectrónica y la tecnología electrónica; campos en los que es de interés e importancia el estudio de nuevos materiales en forma de película delgada, debido a las diversas propiedades y múltiples aplicaciones que presentan estos materiales [1].

Una película delgada puede definirse de manera general como una estructura material que tiene una de sus dimensiones significativamente pequeña en comparación con las otras dos (volumen del material); en la práctica se consideran películas delgadas a aquellos materiales que tienen espesores desde pocos nanómetros (10^{-9}m), hasta unas cuantas micras (10^{-6}m) [2].

Los materiales en forma de película delgada han sido objeto de intensa investigación en los últimos años [3], debido a la amplia variedad de aplicaciones que tienen en diversos campos de la ciencia y la tecnología. A continuación se listan algunas de éstas:

- En el campo de la óptica, se utilizan como recubrimientos anti-reflejantes o protectores de espejos, divisores de haz, filtros.
- En el área de la electrónica, su impacto más importante ha sido en la miniaturización de los circuitos integrados, lo que ha revolucionado esta tecnología; estos materiales se utilizan como barreras químicas en dispositivos semiconductores y en revestimiento de barreras térmicas para motores diesel, mejorando la eficiencia del motor, además de materiales para la fabricación de micro-condensadores y en micro-baterías.
- El campo de la optoelectrónica utiliza las películas delgadas en diversos dispositivos electro-ópticos, como guías de onda, medios de registro de información, etc.
- En el área metal-mecánica se usan como recubrimientos duros en herramientas de corte. Sus propiedades tribológicas se aprovechan para obtener recubrimientos con baja fricción y resistentes al desgaste; también son ampliamente usadas como recubrimientos anticorrosivos.
- Entre sus usos generales, se utilizan como sensores de gas, de humedad, de humo, como soportes catalíticos, en celdas solares y como recubrimientos bio-compatibles.

1.1. FENÓMENOS DEL CRECIMIENTO DE PELÍCULAS DELGADAS

El proceso de condensación de un gas sobre una superficie sólida para generar una capa delgada es un fenómeno termodinámico complejo, en el que suceden diferentes etapas microscópicas que van desde la llegada de los átomos de vapor a la superficie en crecimiento, hasta la formación de pequeñas estructuras ordenadas o desordenadas de átomos que determinan en última instancia la morfología y cristalinidad de la película en formación [4].

El conjunto vapor – superficie en crecimiento es de por sí un sistema complejo, en el que coexisten numerosas variables, como: la naturaleza del gas, la presión y temperatura, el

estado de la superficie, el ritmo de llegada de los átomos, la presencia de impurezas, la geometría del sistema, entre otros. Véase la figura 1.1.

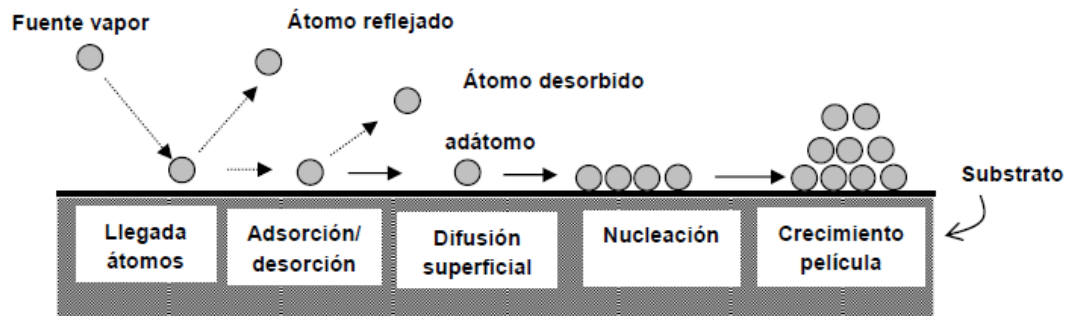


Figura 1.1. Etapas iniciales del crecimiento de capas delgadas mediante sistemas de fase vapor. Tomada de [4].

1.1.1. Llegada y acomodación de los átomos

En los procesos de deposición fase vapor, los átomos se aproximan a la superficie con alta energía, aunque se asume que la energía de llegada a la superficie es suficientemente baja para no alterar el estado del material. En estas circunstancias los átomos que llegan a la superficie, ceden parte de su energía cinética, dando lugar a un aumento del estado de vibración de los átomos de la superficie que se manifiesta en forma de calor. Una vez en la superficie, los átomos o moléculas del gas oscilan inicialmente con una frecuencia de vibración propia, hasta acomodarse en la superficie alcanzando el equilibrio térmico, aunque también pueden abandonar la superficie por un proceso de desorción [5].

1.1.2. Adsorción/ desorción sobre la superficie del sustrato

Los átomos que se han acomodado sobre la superficie, a una temperatura T , vibrarán con una frecuencia de vibración propia, próxima a la frecuencia de vibración de la red, y los átomos que llegan a la superficie del sustrato con mayor energía y vibren con una mayor frecuencia pueden acabar siendo desorbidos de la superficie [6].

1.1.3. Difusión superficial

Los átomos adsorbidos por la superficie no permanecen en una posición fija, debido, bien sea a la energía cinética residual o bien a su propio estado vibracional, los átomos pueden moverse sobre la superficie del sustrato. En el proceso de difusión, los átomos adsorbidos o también conocidos como adátomos recorren una cierta distancia y pueden encontrar una posición donde la energía de enlace es más elevada que en otras posiciones. La partícula quedaría entonces enlazada con la superficie, iniciando un '*sitio de nucleación*' [4]. Estas posiciones de mayor energía de enlace suelen ser escalones, defectos, enlaces no saturados, etc. en la superficie. Véase la figura 1.2.

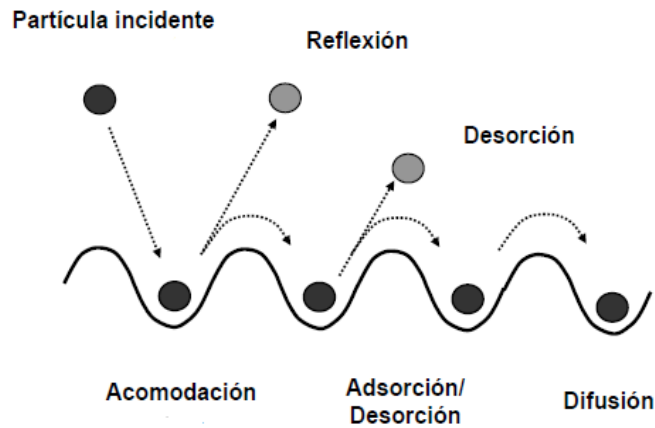


Figura 1.2. Esquema de las etapas iniciales de la llegada de átomos a una superficie y los procesos de adsorción/desorción y difusión simultánea en la superficie. Tomada de [4].

1.1.4. Nucleación y primeros estados de la película delgada

Las anteriores secciones dan lugar a una idea, de cómo se permite la condensación de átomos sobre la superficie del sustrato para formar núcleos iniciales de crecimiento, teniendo en cuenta que estos núcleos pueden estar constituidos bien sea por átomos individuales o por pequeñas agrupaciones de átomos. Para la nucleación y los primeros estados de la película delgada los átomos tienen un tiempo de difusión para alcanzar posiciones de mínima energía potencial, los cuales permiten la formación de núcleos estables; existen tres modelos básicos de nucleación [4], véase la figura 1.3.

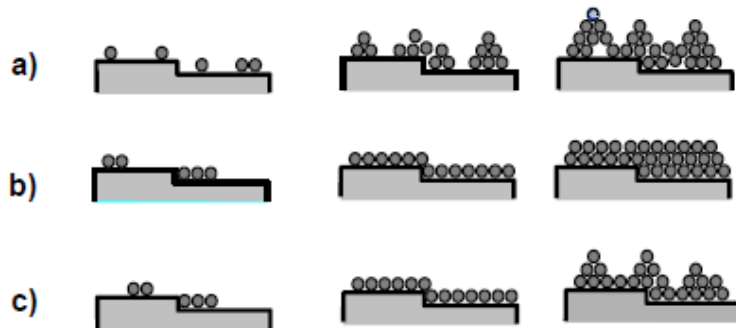


Figura 1.3. a) modelo de nucleación de Volmer - Weber. b) modelo de Frank – Van der Merwe. c) modelo mixto de Stranski – Krastanov. Tomada de [4].

Modelo de Volmer-Weber, con $E_{ads} < E_{enl}$, los átomos al difundirse sobre la superficie tienden a unirse para formar pequeños núcleos; el crecimiento inicia a partir de estos núcleos en forma de aglomerados o islas que coalescen para acabar formando una capa continua.

Modelo de Frank-Van der Merwe, con $E_{ads} > E_{enl}$, los átomos quedan adsorbidos en las posiciones de llegada; si la densidad de puntos de adsorción es uniforme, los núcleos se extienden sobre toda la superficie en forma homogénea, con la formación de una monocapa, y el crecimiento sería de monocapa en monocapa.

Modelo de Stranski-Krastanov, caso intermedio, en el cual primero se forma una o varias monocapas y después se continúa en forma de islas sobre las primeras monocapas.

Cuando las islas coalescen y se forma una capa continua del material depositado sobre el sustrato, los átomos que llegan a la nueva superficie se incorporan a la microestructura de la capa, mediante procesos de difusión superficial y de adsorción, de la misma manera que ocurre en las etapas iniciales; también se presentan procesos como la difusión de adátomos a lo largo de las juntas de granos, o bien hacia el interior de los mismos, para llenar los poros y las vías que se han formado en la película de crecimiento; de esta manera, es decir capa por capa se forma la película delgada sobre el sustrato [7].

1.2. PELÍCULAS DELGADAS DE ÓXIDO DE VANADIO VO_2

Desde la publicación del trabajo experimental de Morín en 1959 [8], en el estudio de óxidos de vanadio en forma de película delgada, se han presentado múltiples investigaciones sobre estos materiales, por la amplia gama de aplicaciones, tales como en micro-baterías, sensores térmicos, sensores opto-electrónicos, ventanas inteligentes, etc. [9].

1.2.1. Vanadio

Andrés Manuel del Ríodescubrió el vanadio en 1801 mediante el análisis de los minerales de lavanadinita, y lo llamó Erythronium. Cuatro años más tarde, fue convencido por otros científicos que el Erythronium era una forma de impureza del cromo y por esta razón, Andrés del Rio desechó la idea de haber encontrado un nuevo elemento. El elemento fue redescubierto en 1831 por Nils Gabriel Sefström, quien lo llamó vanadio. Ambos nombres fueron atribuidos a la amplia gama de colores que se encuentran en los compuestos de vanadio [10]. Véase figura 1.4.



Figura 1.4. Vanadio. Modificada de [10].

El vanadio es un elemento químico, metálico, símbolo en la tabla periódica V y número atómico 23, tiene configuración electrónica $[Ar] 4s^2 3d^3$ [10], con punto de fusión en 2175

$^{\circ}\text{K}$, punto de ebullición en $3682\text{ }^{\circ}\text{K}$, y posee estados de oxidación +2, +3, +4, +5 [11], de manera que puede formar varios tipos de óxidos tales como VO, V_2O_3 , VO_2 , etc. en total son 14 tipos de óxidos los cuales se presentan en la Tabla 1.1, de los cuales el más investigado en forma de película delgada es el VO_2 o también conocido como dióxido de vanadio [12], por su potencial uso en una gran variedad de aplicaciones, debido a las propiedades eléctricas, ópticas y magnéticas que presenta este material [13]. El VO_2 presenta a una temperatura crítica ($t_c \approx 68\text{ }^{\circ}\text{C}$) una transformación cristalográfica reversible, la cual está asociada a una transición reversible semiconductor-metal MIT¹[14][15], esta transición MIT viene acompañada de significativos cambios en la resistencia eléctrica, transmitancia óptica y en magneto-resistencia [9], estos cambios permiten que el material sea de interés en el campo de los sensores ópticos “switching” [16] en los cuales la transición MIT se da por el efecto de laser pulsado de alta energía [9], también en el estudio de electrodos para micro-baterías recargables [17]. Investigaciones recientes manifiestan que entre las aplicaciones más importantes de las películas delgadas de óxido de vanadio VO_2 , están los sensores bolométricos [12], que hacen parte de los sensores de temperatura; también por sus propiedades termo-crómicas es útil en recubrimientos para ventanas inteligentes [18] y tienen aplicabilidad en sensores de tensión, debido a cambios en la resistencia eléctrica que presenta la película delgada de VO_2 , cuando se ejerce una fuerza sobre ella [19].

Tabla 1.1 Temperatura de transición y salto en la conductividad eléctrica de los óxidos de vanadio. Modificada de [20].

Valencia	Compuesto	Temperatura crítica de transición de fase T_c ($^{\circ}\text{C}$)	Salto en la conductividad
+2	VO	metal	10^{10}
+3	V_2O_3	-105	10^2
	V_3O_5	155	10^2
	V_4O_7	-13	10^3
	V_5O_9	-138	10^6
	V_6O_{11}	-103	10^4
	$\text{V}_7\text{O}_{13}^*$	Metal	
	V_8O_{15}	-205	10^1
	V_9O_{17}	-193	10
+4	VO_2	68	10^5
	V_3O_7^*	Aislante	
	V_4O_9		
+5	V_6O_{16}	-123	10^4
$\text{V}_n\text{O}_{2n+1}$	V_2O_5^*	Semiconductor	

¹ MIT \rightarrow transición metal - semiconductor

* No presentan transición de fase

1.2.2. Estructura cristalina del Óxido de Vanadio VO₂

El VO₂ presenta una transformación en su estructura cristalográfica de manera reversible alrededor de una temperatura de 68 °C², de VO₂ (M) ↔ VO₂ (R), es decir, el dióxido de vanadio por debajo de los 68 °C presenta una estructura cristalina de tipo monoclinico VO₂ (M), en la cual tiene un comportamiento semiconductor y cuando está en la temperatura crítica (~ 68 °C), se da la transición de fase reversible de VO₂ (M) ↔ VO₂ (R) [12] que se conoce en la literatura inglesa como MIT, en caso de estar por encima de los 68 °C, el dióxido de vanadio presenta una estructura cristalina tetragonal Rutilo VO₂ (R) [11], en la que el material tiene un comportamiento metálico, en esta transformación la estructura cristalina del dióxido de vanadio, da lugar a cambios abruptos en sus propiedades eléctricas, ópticas y magnéticas, permitiendo una amplia gama de aplicaciones [14].

El VO₂ presenta cuatro estructuras cristalinas conocidas, las cuales son VO₂(R), VO₂(M), VO₂(A) y VO₂(B), de las cuales la estructura rutilo VO₂(R) es considerada la más estable (tetragonal), la estructura VO₂(M) tiene una estructura monoclinica, la cual puede ser descrita como una pequeña distorsión de la estructura Rutilo, la estructura VO₂(A) presenta una estructura tetragonal y la estructura VO₂(B) con una estructura monoclinica[11].

El VO₂ cuando están a una temperatura $T < T_c$ ($T_c \approx 68$ °C) estado semiconductor presentan una estructura cristalina monoclinica VO₂ (M), con parámetros de red $a = 4.56$ Å, $b = 5.38$ Å, $c = 5.75$ Å y $\beta = 122.6$ °. Esta estructura cristalina tiene dos patrones de octaedros de oxígenos alineados a lo largo de dos direcciones perpendiculares, en los cuales los átomos de vanadio no se encuentran en el centro de los octaedros y donde las distancias de los enlaces V-O en los octaedros son de 0.215 nm y 0.316 nm. Véase Figura 1.5.a. [6].

El VO₂ cuando están a una temperatura $T > T_c$ ($T_c \approx 68$ °C) estado metálico presentan una estructura cristalina Rutilo VO₂ (R), en esta estructura cristalina se tiene cada ion de vanadio V⁺⁴ está rodeado de un octaedro de oxígenos (Ver Figura 1.5.b.), con parámetros de red $a = b = 4.55$ Å y $c = 2.88$ Å [6], donde la distancia de dos enlaces V-O es de 0.1933 nm y los otros cuatro de 0.1922 nm, con los ejes alineados alternativamente a lo largo de $[110]$ y $[1\bar{1}0]$.

²Investigaciones recientes presentan que la temperatura crítica en muestras de VO₂ en forma de película delgada, puede variar alrededor de 13 °C con respecto al valor de temperatura crítica conocida, esta temperatura de 68 °C, generalmente se denomina temperatura típica o $T_{MIT, BULCK}$ o establecida para VO₂ en bloque [16][21].

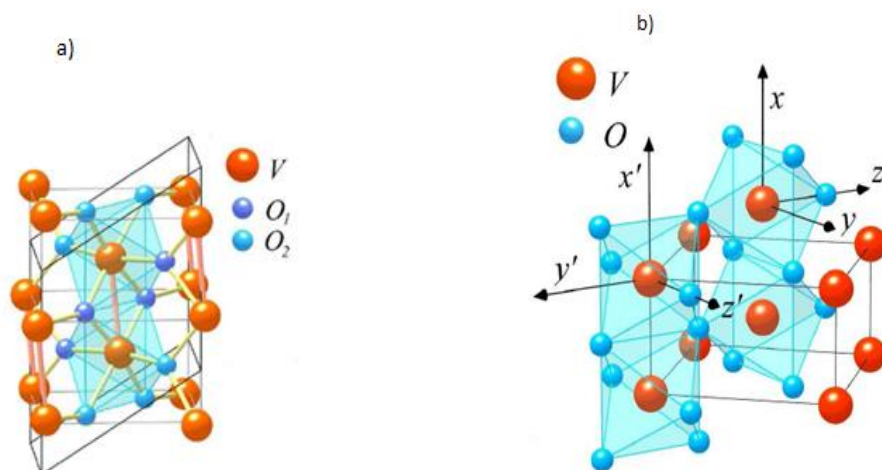


Figura 1.5. Estructura del dióxido de vanadio: a) Monoclónica b) Rutilo. Tomada de [15].

El VO_2 presenta dos polimorfos designados por VO_2 (A) y VO_2 (B), estos presentan estados meta-estables, y a diferencia de las estructuras cristalinas en las que cada octaedro de oxígeno puede estar alineado a lo largo de dos direcciones perpendiculares, estos se encuentran alineados mayormente a lo largo de una sola dirección y no presentan transición semiconductor-metal. El VO_2 puede presentar la transición cristalográfica VO_2 (B) \rightarrow VO_2 (A) \rightarrow VO_2 (R), aunque se debe de tener en cuenta que estudios recientes plantean que realizando análisis de microscopía electrónica “in situ” en el proceso de transición de fase, aparece un desorden en los átomos, siendo esta transición cristalográfica no reversible, este tipo de películas delgadas se conoce como películas delgadas amorfas de VO_2 [11][22][23][24].

1.2.3. Silicio

El sustrato desempeña un papel determinante en las propiedades físicas que presenta la película delgada, estas propiedades dependen del parámetro de red del sustrato, tipo de estructura cristalina y orientación, de esta manera se desarrolla la orientación del crecimiento de la película delgada, defectos de red del material y por ende las propiedades eléctricas, ópticas y magnéticas del material [6].

El silicio es un elemento químico, símbolo en la tabla periódica Si, número atómico 14, es un semiconductor estructura tipo diamante con parámetro de red 5.43 angstrom ($5.43 \cdot 10^{-10}$ m), tiene configuración electrónica $[\text{Ne}] 3s^2 3p^2$, con punto de fusión en 1687 °K, punto de ebullición en 3173 °K. Véase la figura 1.6 [6].

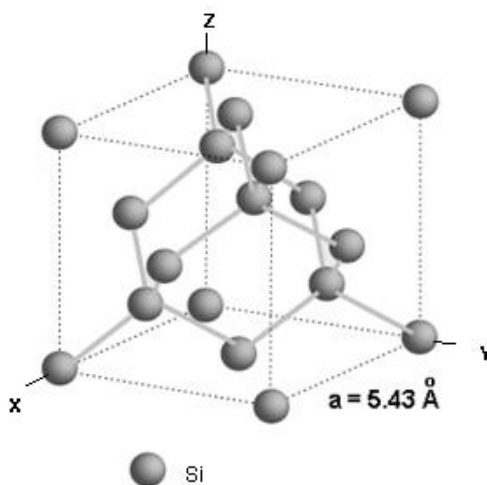


Figura 1.6. Estructura cristalina del silicio. Modificada de [6].

El silicio es uno de los materiales que se más se utiliza en el campo de la electrónica; la mayor parte de los dispositivos electrónicos están desarrollados o basados en silicio, debido a sus propiedades y por ende a la amplia gama de aplicaciones en las que se emplea este material. Este semiconductor tiene una amplia demanda no solo por sus propiedades electrónicas, sino también a sus excelentes propiedades mecánicas, térmicas, magnéticas, de manera que se utiliza en el desarrollo de dispositivos semiconductores. A través del uso de técnicas fotolitográficas de procesos estándar de fabricación monolítica, se han obtenido sensores completamente integrados en silicio [25].

1.2.3.1. Silicio (100)

En el campo de la cristalografía, los índices de Miller son empleados como una notación abreviada para describir las direcciones y planos cristalográficos al interior de una estructura cristalina. La manera para identificar los índices de Miller de un plano es el siguiente [26]:

Se identifica los puntos en los cuales el plano interseca los ejes de coordenadas x, y, z si el plano pasa a través del origen, el origen del sistema de coordenadas deberá moverse.

Se toma los recíprocos de estas intersecciones.

En caso de que el plano no cruce el eje, se dice que el punto por el cual el plano interseca el eje es infinito.

Se eliminan las fracciones.

Se encierran los números resultantes en un (), los números negativos se simbolizan con una barra sobre los mismos.

Teniendo en cuenta la anterior teoría se permite esquematizar el plano (100) sobre la estructura cristalina del Silicio, este material se conoce como oblea de silicio o *silicon wafer*. Véase la figura 1.7.

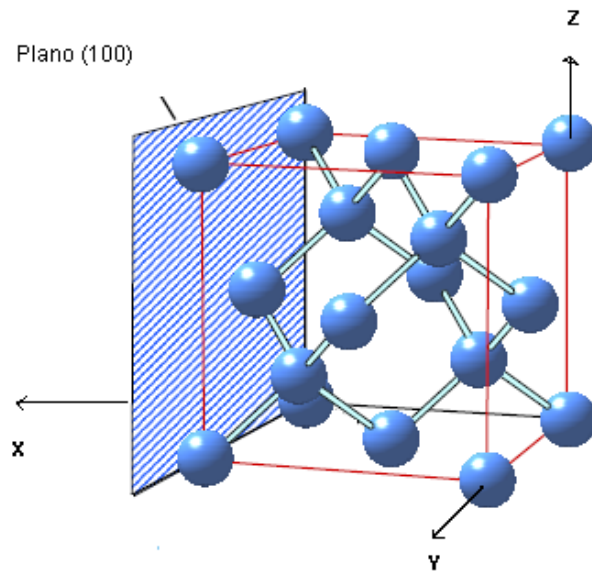


Figura 1.7. Estructura cristalina del silicio. Se muestra el plano (100) en el Si. Modificada de [27].

1.3. FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS

Para la fabricación de películas delgadas principalmente se emplean técnicas tales como ablación láser, deposición química por vapor, magnetrón sputtering RF, deposición por láser pulsado, entre otras [28]. La técnica de Magnetron Sputtering RF, es una de las técnicas que más se emplean a nivel industrial, y se encuentra dentro de los procesos de fabricación de películas llamado Physical vapor deposition o también conocido como PVD [29].

1.3.1. Magnetron Sputtering RF

Magnetron sputtering RF, es una técnica en la cual se parte directamente del material sólido que se pretende depositar (*target*), de manera que al ser bombardeado con iones energéticos, (sputtering) los átomos del *target* son eyectados de su superficie y depositados en el sustrato, estos átomos *target* forman capas sobre el sustrato y se forma la película delgada del material pulverizado sobre el sustrato. Este proceso se realiza al interior de una cámara en la cual se realiza vacío, de manera que al ingresar un gas³, este permite generar el plasma y fabricar el material en una atmosfera controlada, de esta manera se evita la interacción del material vaporizado con el aire y los contaminantes que haya en este, además dependiendo del gas ingresado este permita diferentes propiedades al nuevo material [4].

1.3.2. Plasma

El plasma puede definirse como un conjunto de cargas positivas (iones) y negativas (electrones, iones negativos) que se mueven aleatoriamente entre átomos y/o moléculas

³En la cámara pueden ser inyectados gases inertes (He, Ne, Ar, Kr, Xe, Rn) [6].

neutras de forma que todas estas partículas conforman un medio eléctricamente neutro [4].

Los plasmas se generan mediante procesos altamente energéticos, como pueden ser las descargas eléctricas en gases, calentamiento de un gas a temperaturas elevadas, excitación de electrones de fondo empleando radiofrecuencia en cámara con gases nobles como el argón. Ejemplos de plasma son las llamas, chispas, etc. [28].

1.3.3. Sputtering RF

El Sputtering consiste en el bombardeo de la superficie del *target* por iones energéticos presentes en el plasma, parte de la energía de estos iones se transfiere a los átomos del existentes en dicha superficie, siendo eyectados y adsorbidos sobre el sustrato, este proceso se conoce como **Pulverización Catódica o Sputtering**[29][30].

La técnica de Sputtering RF, se realiza al interior de una cámara de vacío (presión interna aprox. $1 \cdot 10^{-5}$ mbar), en la cual existen dos electrodos, uno denominado electrodo activo que es sobre el cual se coloca el *target* y el otro se denomina como tierra que es el sustrato junto con la cámara. Esta cámara está conectada a través de un circuito de acople de impedancias a una fuente de radiofrecuencia⁴ (RF), la cual trabaja con una frecuencia de 13.56 MHz. La función de circuito de acople de impedancias permite la máxima transferencia de potencia entre la fuente RF y el proceso que se genera al interior de la cámara. El proceso inicia ingresando argón a la cámara en la cual se debe asumir la existencia de manera natural de electrones libres o también conocidos como *electrones de fondo*, estos sienten las oscilaciones generadas por la fuente RF, y son acelerados, los cuales al colisionar con los átomos de argón generan un proceso conocido como ionización, de este proceso resultan iones de argón junto con nuevos electrones, estos iones de argón bombardean el *target*, con lo cual se obtiene el desprendimiento de los átomos del *target* por transferencia de energía y estos son adsorbidos en el sustrato [4] [30] [31]. Véase la figura 1.8.

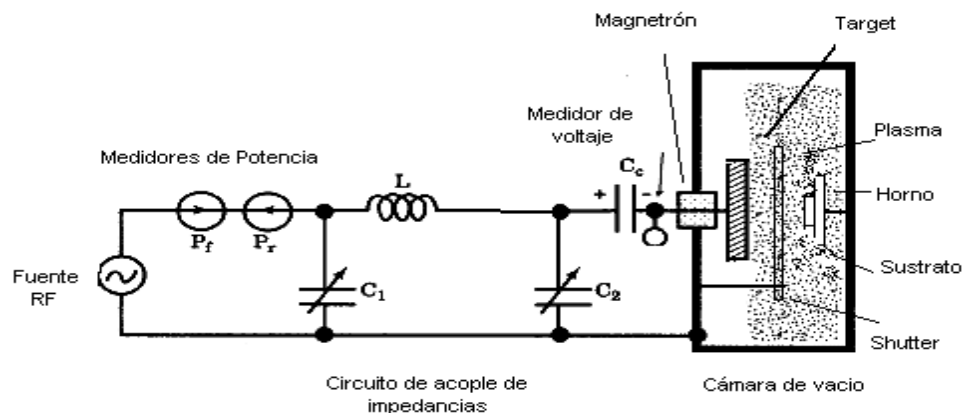


Figura 1.8. Esquema de un sistema Magnetrón Sputtering RF. Modificado de [28].

⁴13.56 MHz, frecuencia para procesos de plasma dado por la Comisión Federal de Comunicaciones.

1.3.4. Magnetron

El magnetron se encuentra ubicado en la parte inferior del *target*, su función es confinarlos electrones cerca del *target* para aumentar la tasa de la ionización del gas (argón), además también permite confinar los átomos pulverizados que se encuentren dispersos en la cámara de vacío y que estos a su vez se dirijan hacia el sustrato, de este modo el crecimiento de la película delgada es más eficiente. Esto se logra debido a que los electrones de fondo describen trayectorias helicoidales alrededor de las líneas de campo magnético generadas por el magnetron, aumentando la posibilidad de ionizar los átomos de argón en las proximidades del *target* [31]. Véase figura 1.9.

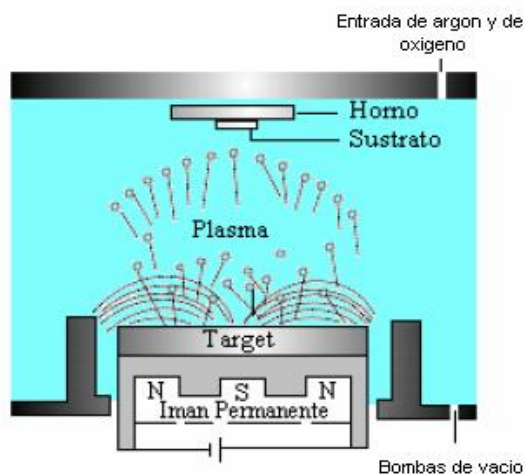


Figura 1.9. Esquema del magnetron circular planar con las correspondientes líneas de campo eléctrico y las trayectorias helicoidales descritas por los electrones. Modificada de [5].

1.4. CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA Y ESTRUCTURAL DE PELÍCULAS DELGADAS

Debido a las aplicaciones mencionadas en la sección 1.1.1, la caracterización de tipo eléctrico, óptico y magnético de las películas delgadas de VO_2 es necesaria, ya que de esta manera se puede conocer la respuesta del material, frente a excitaciones externas y por ende sus potenciales aplicaciones [6]. Entre las caracterizaciones mencionadas se hace importante y obligatorio la caracterización eléctrica del material, grafica RT^5 , de manera que permita conocer la resistencia que presenta el material (Ω) a una temperatura ($^{\circ}\text{C}$) respectiva; la caracterización eléctrica permite conocer el material y poderlo llevar a múltiples aplicaciones, tales como sensor de temperatura, sensor de radiación, ventanas inteligente, etc. [13].

En este trabajo se realizaron las caracterizaciones eléctricas y estructurales de las películas delgadas de óxido de vanadio VO_2 sobre silicio (100) fabricadas mediante la técnica Magnetron Sputtering RF.

⁵ $RT \rightarrow$ Resistencia - Temperatura

1.4.1. Caracterización eléctrica de películas delgadas - método de las 4 puntas

La caracterización eléctrica de las películas delgadas de óxido de vanadio VO₂, se realiza empleando el “método de las cuatro puntas” [31][32], este método, consiste en soldar cuatro contactos metálicos sobre la película delgada, aplicarle corriente entre dos de los contactos que se encuentren en un mismo lado de la película delgada, y registrarla caída de voltaje en los otros dos contactos, a una temperatura determinada. Utilizando la ley de ohm y teniendo en cuenta la temperatura en la que se está caracterizando la muestra, se permite obtener el valor de la resistencia eléctrica del material con respecto a una temperatura establecida [5].

1.4.2. Difracción de Rayos X

La Difracción de Rayos X es una técnica no destructiva indispensable para el estudio estructural cristalográfico de todo tipo de materiales. En el estudio de películas delgadas es importante este análisis, ya que permite conocer que compuestos y estructuras cristalinas se encuentran presentes en una muestra.

La difracción es un fenómeno ondulatorio basado en la interferencia de ondas que son dispersadas por átomos de un material. Para observar la difracción en los sólidos se debe utilizar ondas cuya longitud de onda λ sea menor pero equiparable a la distancia entre los planos de un material. La separación entre planos de una red cristalina así como las dimensiones de los átomos son del orden de Angstrom (\AA) por tal razón se debe utilizar rayos X para estudiar los materiales [26].

Cuando un haz monocromático (de una sola longitud de onda) del mismo orden que el espaciado atómico del material lo golpea, los rayos X se dispersan en todas las direcciones. La mayor parte de la radiación dispersada por un átomo anula la dispersada por otro átomo sin embargo los rayos X que golpean ciertos planos cristalográficos en ángulos específicos se ven reforzados en vez de eliminados, este fenómeno se conoce como *difracción* [26]. Los rayos X han sido reforzados, cuando las condiciones satisfacen la ley de Bragg[28],

$$n\lambda = 2d\sin(\theta)$$

donde n es un número entero que hace referencia al orden de difracción, d es la distancia entre planos atómicos que causan refuerzo constructivo del haz, λ la longitud de onda de los rayos X, y θ es mitad del ángulo entre el haz difractado y la dirección original del haz.

En la muestra habrán partículas cuyos planos (hkl) queden orientados en el ángulo θ adecuado para satisfacer la ley de Bragg, por lo tanto se producirá un haz difractado, a un ángulo 2θ en relación con el haz incidente.

La intensidad de los picos de difracción depende del número atómico de los elementos que constituyen el material analizado, del arreglo de los átomos de la celda unitaria, de la cantidad de masa del material, además de la sensibilidad del detector [28].

Un difractograma muestra una serie de picos, cada uno de los cuales es representativo de la difracción de rayos X sobre una familia de planos cristalinos diferentes. Los picos

observados, su posición e intensidad son característicos de cada material, y por tanto, el conjunto sirve como base para la identificación de un compuesto determinado. La posición angular (θ) de los picos está asociada con los parámetros de red de la celda unidad y la intensidad está determinada por las especies atómicas de la muestra y su posición en la red [26]. Véase la figura 1.10.

Para realizar la caracterización estructural del material fabricado en este trabajo de pregrado se empleó el equipo de rayos X, que se encuentra dentro de las instalaciones del Instituto Interdisciplinario de las Ciencias, adscrito a la Facultad de Ciencias Básicas y Humanas de la Universidad del Quindío.

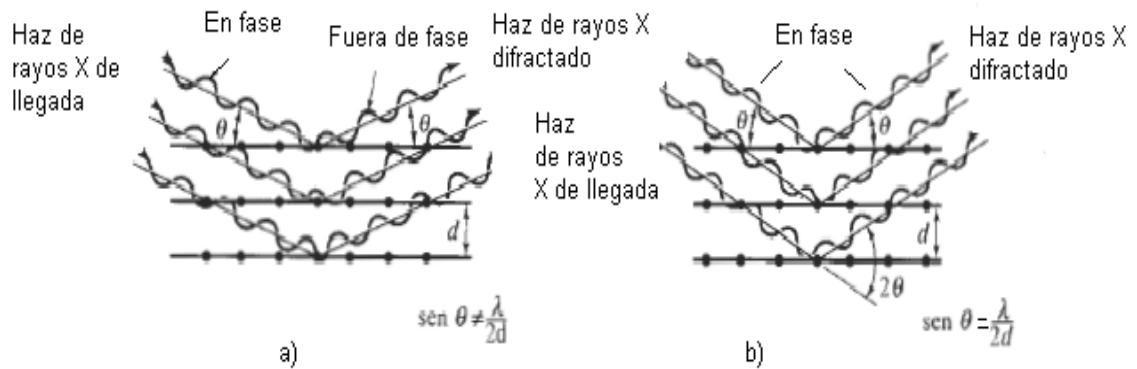


Figura 1.10. Difracción de los rayos X en los planos cristalinos de un sólido. Interacciones destructivas a) y de refuerzo b) entre rayos X y la estructura cristalina de un material. Modificado de [26].

2. PLANTA DE PROCESAMIENTO BALZER BAE 250

La denominada BALZER BAE 250 [33] es la planta de procesamiento donde se llevan a cabo los cambios físicos, que tienen como resultado la fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100), utilizando el método de Magnetron Sputtering. A continuación se hace una descripción modular y detallada de los sistemas que la componen.

2.1. DESCRIPCIÓN MODULAR

La BALZER BAE 250, de origen alemán, es la planta de procesamiento para crecimiento de películas, que se encuentra ubicada en las instalaciones del Laboratorio de Bajas Temperaturas (FISBATEM) del Departamento de Física de la Universidad del Cauca. En la figura 2.1 se pueden observar algunas de las partes que la constituyen:

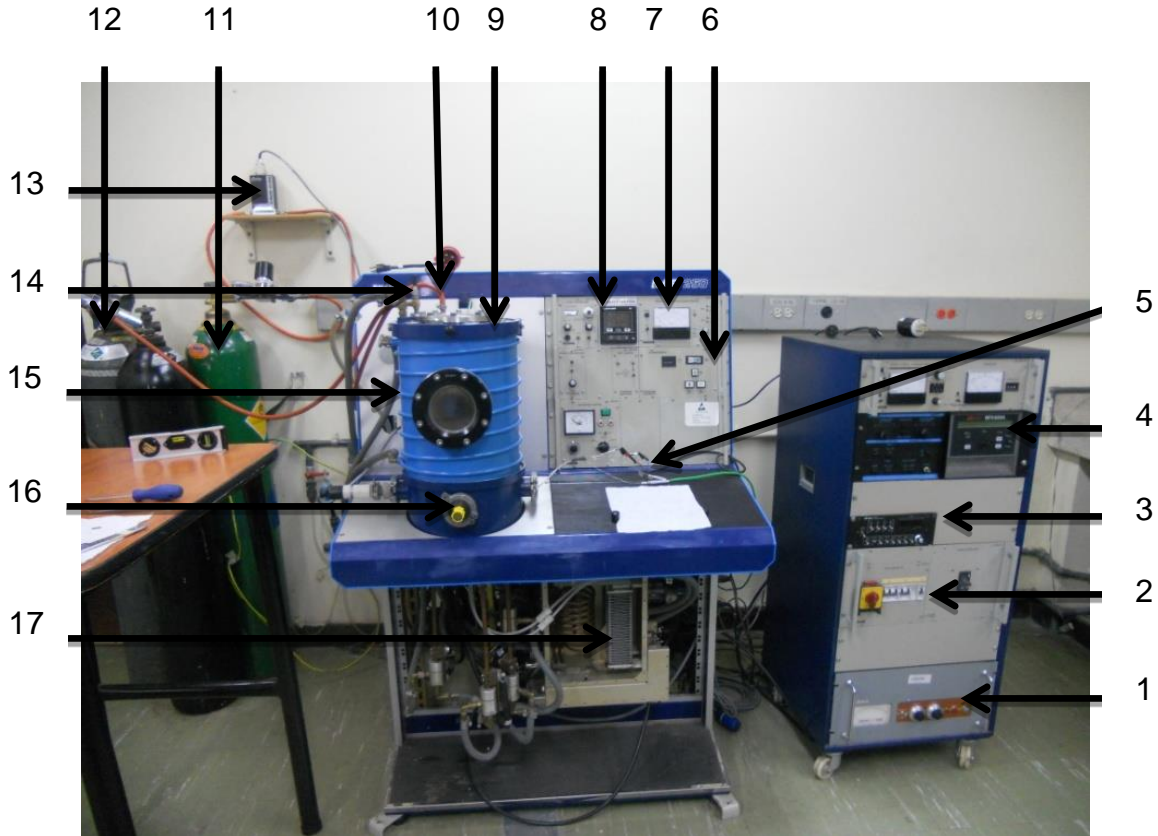


Figura 2.1. BALZER BAE 250. Vista Frontal.

1. Control de temperatura del horno.
2. Panel de control de encendido de la BALZER BAE 250 (Perilla y breakers).
3. Controlador de flujo de entrada de oxígeno MKS 247.

4. Fuente de Radiofrecuencia Advanced Energy RFX 600A.
5. Extensión Termocupla Tipo J y conexión de alimentación eléctrica del horno.
6. Panel de control de encendido de la Bomba Turbomolecular PFEIFFER TPU 270.
7. Indicador de Presión PIRANI.
8. Indicador de Temperatura EUROTHERM.
9. Tapa de la cámara.
10. Tubería de flujo de entrada de oxígeno.
11. Bala de oxígeno (Color Verde).
12. Bala de argón (Color Gris).
13. Servoválvula de flujo de entrada de oxígeno.
14. Válvula de flujo de entrada de argón.
15. Cámara.
16. Válvula gasificadora manual.
17. Circuito de acople de impedancias.

Las diferentes partes que constituyen La BALZER BAE 250 se organizan en sistemas. Esta está constituida por seis (6) sistemas: Refrigeración, Vacío, Temperatura, Argón, Oxígeno y Radiofrecuencia, los cuales se explican a continuación.

2.1.1. Sistema de Refrigeración

El sistema de refrigeración tiene como objetivo surtir con un flujo constante de agua a algunos elementos y equipos que componen la celda de proceso, los elementos que necesitan refrigeración son: la tapa y el cuerpo de la BALZER BAE 250, además del magnetrón y la bomba turbomolecular. Se refrigeran estos equipos ya que, en su funcionamiento durante el proceso de fabricación, pueden alcanzar altas temperaturas, circunstancia que puede dañarlos o fundir algunos de sus elementos internos. Este sistema cuenta con una válvula tipo bola que permite el ingreso de flujo de agua desde la red domiciliaria de la Universidad del Cauca a la celda de proceso; se utiliza un indicador de flujo tipo molinete y se manipula con la válvula tipo bola la cantidad de flujo de agua que refrigera los equipos mencionados.

2.1.2. Sistema de Vacío

El sistema de vacío consta de dos bombas conectadas en serie, una bomba mecánica (ALCATEL 2005SD) [34] que alcanza un máximo vacío de 8×10^{-2} mbar y una bomba turbomolecular (PFEIFFER TPU 270) que alcanza un alto vacío de 1×10^{-5} mbar, que tienen como propósito generar vacío en la cámara. La condición de alto vacío al interior de la cámara es importante, para que haya un ambiente controlado, en el cual el plasma funcione de manera adecuada para el inicio del bombardeo de iones, además con el vacío se logra un ambiente con la menor cantidad de agentes que pueden contaminar la película delgada que se está fabricando.

2.1.3. Sistema de Argón

El sistema de Argón tiene como objetivo controlar el flujo de entrada de argón al interior de la cámara. El sistema se compone de una bala de 6.7 m^3 , 2 válvulas reguladoras

marca AGA que permiten regular la cantidad de flujo de argón que sale de la bala de almacenamiento del gas; además, el sistema tiene una válvula que se encuentra en la tapa de la cámara que permite regular el ingreso de flujo de argón al interior de la cámara. Controlar el valor del flujo de argón al interior de la cámara es importante, ya que se necesita una cantidad precisa de tal gas, para generar el plasma y para mantenerlo activo para la deposición de átomos de vanadio sobre el silicio.

2.1.4. Sistema de Radiofrecuencia

El sistema de radiofrecuencia consta de un generador de frecuencia ADVANCED ENERGY RFX 600A [34] que alcanza una frecuencia estándar para este tipo de procesos de 13.56 MHz con una potencia máxima de 600W, de la cual solo se usa 55W para este proceso. Este sistema se usa para generar y mantener el plasma dentro de la cámara de la BALZER BAE 250 mediante el control de las variables: potencia incidente y potencia reflejada; para generar el plasma se usa un voltaje alterno con una frecuencia de 13.56MHz aplicado entre el cátodo “*target*” que va conectado a tierra y el ánodo “sustrato”, con el fin de desalojar átomos del *target* y depositarlos en el sustrato.

2.1.5. Sistema de Temperatura

Este sistema tiene como objetivo regular la temperatura de calentamiento del sustrato, esto se hace por medio de un horno ubicado al interior de la cámara en contacto con el sustrato. El horno puede alcanzar hasta 1000 °C y su temperatura se puede controlar manipulando el suministro de voltaje y corriente aplicados a una resistencia; este sistema posee dos termopares tipo J (Hierro - Constatán) acoplados a él. El suministro de corriente y voltaje aplicados a la resistencia dependen de la manipulación de dos perillas (voltaje y corriente) que se encuentran en la interfaz de mando de V-I de la resistencia del horno. El sustrato se calienta para que sus átomos se exciten y vibren para la adsorción de los átomos de vanadio y oxígeno, lográndose finalmente un efecto coalescente⁶ en el material.

2.1.6. Sistema de Oxígeno

Con este sistema se logra controlar el flujo de oxígeno que ingresa al interior de la cámara. El sistema utiliza una bala de 6.7 m³ de volumen, dos válvulas reguladoras marca AGA que permiten ajustar la cantidad de flujo de oxígeno que sale de la bala de almacenamiento del gas; además para el control de flujo de oxígeno al interior de la cámara se utiliza el instrumento controlador de flujo másico MKS 1179 [36], que tiene funciones de sensor, actuador y controlador. Además el sistema cuenta con el equipo MKS 247 [37], que indica el caudal de oxígeno y permite programar y ajustar el valor del *setpoint*. El flujo de entrada de oxígeno al interior de la cámara es importante para cumplir con el grado de oxidación del vanadio adsorbido por el sustrato.

2.2. DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LOS SISTEMAS DE LA BALZER BAE 250

Esta descripción se hace teniendo en cuenta los 7 pasos empleados en el análisis de la ingeniería conceptual de un proceso [38]. En la primera parte del análisis de cada sistema

⁶La coalescencia es la posibilidad de dos o más materiales de unirse en un único cuerpo.

se combina la descripción del proceso y de la planta, posteriormente se listan las variables controladas, manipuladas, los disturbios y su clasificación, el esquema de control y se finaliza con una descripción gráfica de los elementos que componen el sistema.

2.2.1. Sistema de Refrigeración

El agua que refrigera los equipos proviene de la red domiciliaria de la Universidad del Cauca y su flujo se controla mediante la manipulación de una válvula tipo bola (ver figura 2.2), el flujo de agua se dirige a una red de distribución interna que tiene conexión por medio de mangueras a los equipos que necesitan refrigeración (cuerpo y tapa de la cámara, magnetrón y bomba turbomolecular) (ver figura 2.4). Cada uno de esos equipos tiene su propia conexión con un puerto de entrada y un puerto de salida. El flujo de agua que refrigera la tapa de la cámara se observa en el indicador de flujo tipo molinete que se encuentra en la superficie exterior de la misma (ver figura 2.3). Se asume que los equipos son refrigerados si el indicador de flujo tipo molinete ubicado en la tapa de la cámara está funcionando. Las tuberías, por las cuales circula el agua son mangueras de $\frac{1}{2}$ ", mientras las tuberías principales de la red son tuberías de pvc de $\frac{3}{4}$ ".

Variable Controlada: Flujo de entrada de agua domiciliaria.

Variable Manipulada: Flujo de entrada de agua domiciliaria.

Disturbios:

- Variación de la presión de entrada del agua. Disturbio no crítico.
- Fugas o goteo en las tuberías o mangueras. Disturbio no existente.

Esquema de Control: Lazo abierto, cerrado por operario.

El sistema de refrigeración está constituido por:

- Válvula de flujo de entrada de agua domiciliaria tipo bola. Ver figura 2.2.
- Indicador de flujo de agua a la tapa de la cámara tipo molinete. Ver figura 2.3.
- Red de distribución interna. Ver figura 2.4.



Figura 2.2. Válvula de flujo de entrada de agua domiciliaria tipo bola.



Figura 2.3. Indicador de flujo de entrada de agua a la tapa de la cámara tipo molinete.

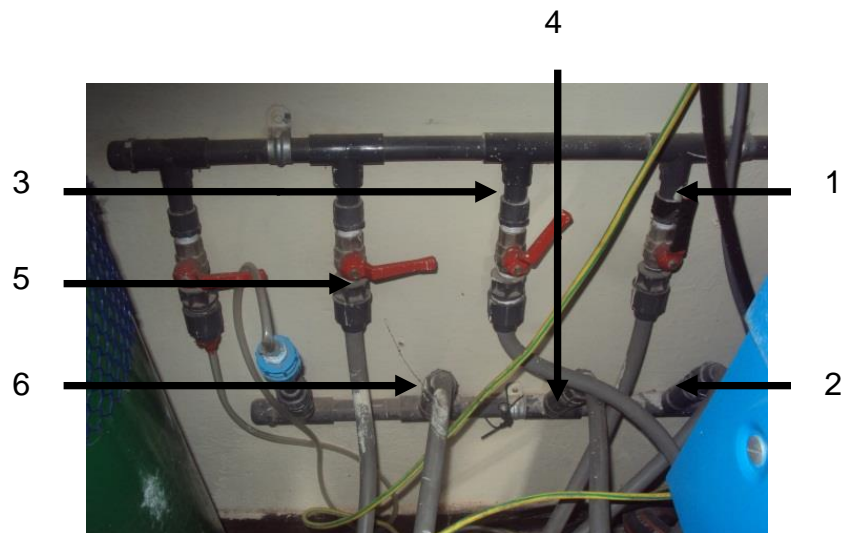


Figura 2.4. Red de distribución interna de refrigeración. 1. Puerto de entrada bomba turbomolecular y magnetrón, 2. Puerto de salida bomba turbomolecular y magnetrón, 3. Puerto de entrada tapa de la cámara, 4. Puerto de salida tapa de la cámara, 5. Puerto de entrada cuerpo de la cámara, 6. Puerto de salida cuerpo de la cámara.

2.2.2. Sistema de Vacío

Las dos bombas conectadas en serie que se utilizan para crear el vacío al interior de la cámara son: la bomba ALCATEL 2005SD que se encuentra en la parte posterior de La BALZER BAE 250 (ver figura 2.5), que se conecta a una fuente de alimentación de 120 V y se enciende oprimiendo el botón de encendido ubicado en el mismo equipo, y la otra es la bomba turbomolecular PFEIFFER TPU 270 que también se encuentra en la parte posterior de la BALZER BAE 250 (ver figura 2.6), esta se alimenta eléctricamente cuando se suben los *breakers* que se encuentran en el tablero de control de encendido de la BALZER BAE 250 y se enciende desde el tablero de encendido de la bomba turbomolecular oprimiendo el botón de encendido (ver figura 2.7).

Inicialmente se enciende la bomba mecánica y luego la bomba turbomolecular, y cuando esta última ha logrado disminuir la presión hasta 1×10^{-5} mbar, se presiona el botón de bajar revoluciones ubicado en el tablero de encendido de la bomba turbomolecular. La presión de vacío se mide por medio del sensor de presión BALZER PIRANI (el sensor de cátodo frío no está instalado) (ver figura 2.9), instalado en la cámara de vacío y la presión se despliega en el indicador de presión PIRANI – COLD CATHODE (ver figura 2.8). Se hace uso del sistema cuando se alcanza una presión estable de trabajo.

Variable Controlada: Presión al interior de la cámara.

Variable Manipulada: Encendido de las bombas mecánica y turbomolecular. Control de revoluciones de la bomba turbomolecular.

Disturbios:

- Variación de flujo de extracción de la bomba mecánica. Disturbio no crítico.
- Variación de flujo de extracción de la bomba turbomolecular. Disturbio no crítico.
- Fugas en el cuerpo, tapa o pasamuros de la cámara. Disturbio no existente.

- Fugas en las mangueras. Disturbio no existente.

Esquema de Control: Lazo abierto, cerrado por operario.

El sistema de vacío está constituido por:

- Bomba Mecánica. Ver figura 2.5.
- Bomba Turbomolecular. Ver figura 2.6.
- Control de revoluciones de Bomba Turbomolecular PFEIFFER TPU 270. Ver figura 2.7.
- Indicador de presión PIRANI – COLD CATHODE. Ver figura 2.8.
- Sensor de presión BALZER PIRANI. Ver figura 2.9.



Figura 2.5. Bomba Mecánica ALCATEL 2005SD.



Figura 2.6. Bomba Turbomolecular PFEIFFER TPU 270.

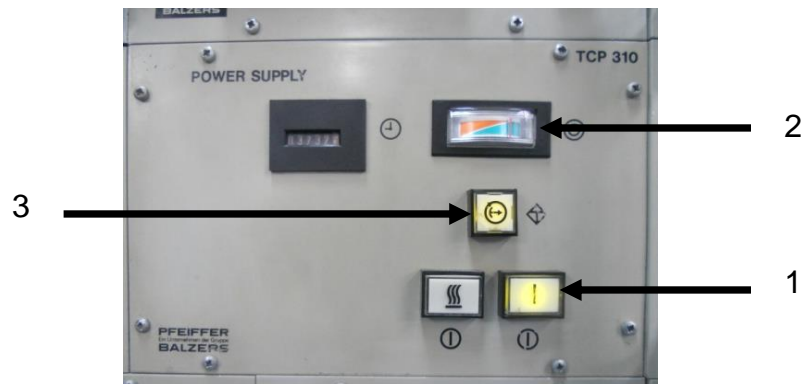


Figura 2.7. Tablero de encendido de Bomba Turbomolecular PFEIFFER TPU 270, 1. Botón de encendido, 2. Indicador gráfico de revoluciones, 3. Botón de bajar revoluciones.



Figura 2.8. Tablero Indicador de Presión PIRANI – COLD CATHODE.



Figura 2.9. Sensor de Presión BALZER PIRANI.

2.2.3. Sistema de Argón

Este sistema suministra un flujo de argón hacia el interior de la cámara mediante el paso regulado de la válvula de la bala (ver figura 2.10 y 2.11) y de las dos válvulas marca AGA acopladas a la bala (ver figura 2.12); mediante el uso de las anteriores válvulas se controla la presión del gas a la salida de la bala. Después de abiertas las tres válvulas, y conectada por medio de una manguera de ¼” a la tapa de la cámara, se usa una cuarta válvula que está puesta sobre la superficie de la tapa para regular el flujo de entrada del gas (ver figura 2.13). El flujo de entrada de argón a la cámara se controla mediante la observación de la presión al interior de la cámara hasta que esta última llegue al valor indicado de trabajo, la presión se observa en el indicador de presión PIRANI – COLD CATHODE (ver figura 2.14).

Variable Controlada: Flujo de entrada de argón al interior de la cámara.

Variable Manipulada: Flujo de entrada de argón al interior de la cámara.

Disturbios:

- Variación de la presión de salida en la bala de argón. Disturbio no crítico.
- Fugas en las mangueras o en las conexiones de las válvulas. Disturbio no existente.

Esquema de Control: Lazo abierto, cerrado por operario.

El sistema de argón está constituido por:

- Bala de Argón (Color gris). Ver figura 2.10.
- Válvula de bala de argón. Ver figura 2.11.
- Válvula AGA y válvula AGA 2 de la bala de argón. Ver figura 2.12.
- Válvula de flujo de entrada argón a la cámara. Ver figura 2.13.
- Indicador de presión PIRANI – COLD CATHODE. Ver figura 2.14.

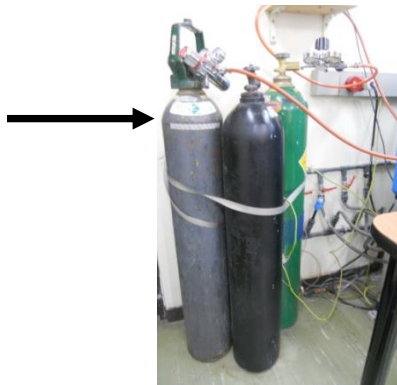


Figura 2.10. Bala de Argón.



Figura 2.11. Válvula de la bala de argón.



Figura 2.12. Válvula AGA 1 y válvula AGA 2 de la bala de argón.



Figura 2.13. Válvula de flujo entrada de argón a la cámara.



Figura 2.14. Tablero Indicador de presión PIRANI – COLD CATHODE.

2.2.4. Sistema de Radiofrecuencia

La fuente de radiofrecuencia RFX 600A (ver figura 2.15 y 2.16) suministra una corriente alterna con una frecuencia de 13.56 MHz y una potencia incidente de 55 W; la radiofrecuencia pasa por un circuito de acople de impedancias, que permite exista la máxima transferencia de potencia entre la fuente de radiofrecuencia y la carga que se genera al interior de la cámara. Los sensores de potencia incidente y reflejada se

encuentran en la fuente de radiofrecuencia (ver figura 2.17). El sintonizador de potencia incidente se ubica en el panel frontal de la fuente de radiofrecuencia, mientras que la potencia reflejada se sintoniza moviendo manualmente los condensadores de placas de tal circuito sobre su propio eje en forma rotacional (ver figura 2.18). Los valores de las potencias se pueden observar en el despliegue del instrumento RFX 600A. La fuente de radiofrecuencia se enciende oprimiendo el botón de encendido ubicado en la parte posterior del mismo equipo, y se conecta a una fuente de alimentación cuando se suben los *breakers* que se encuentran en el panel de encendido de la BALZER BAE 250.

Variable Controlada: Potencia incidente, potencia reflejada.

Variable Manipulada: Potencia incidente. Capacitancia del circuito de acople de impedancias.

Disturbios:

- Extinción del plasma. Disturbio crítico⁷.
- Variaciones en la emisión de potencia incidente. Disturbio no crítico.

Esquema de Control: Lazo abierto, cerrado por operario.

El sistema de radiofrecuencia está constituido por:

- Fuente de Radiofrecuencia.
 - Panel frontal. Ver figura 2.15.
 - Panel posterior. Ver figura 2.16.
 - Sensor de potencia incidente, sensor de potencia reflejada, sintonizador de potencia incidente. Ver figura 2.17.
- Sintonizador de potencia reflejada. Ver figura 2.18.



Figura 2.15. Fuente de Radiofrecuencia.
Panel frontal.



Figura 2.16. Fuente de Radiofrecuencia.
Panel posterior.

⁷ El operario detecta la ausencia del plasma por el aumento del valor de la potencia reflejada y en forma visual.

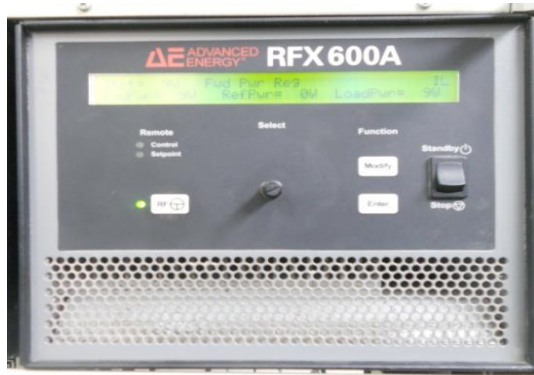


Figura 2.17. Sensor de potencia incidente, sensor de potencia reflejada, sintonizador de potencia incidente.



Figura 2.18. Sintonizador de potencia reflejada.

2.2.5. Sistema de Temperatura

En el sistema de temperatura, el sustrato es calentado por un horno, el cual es una resistencia de 47 ohmios (ver figura 2.19). El horno se calienta cuando circula a través de una resistencia eléctrica una corriente y voltaje, que son suministrados y regulados en forma independiente desde la interfaz de mando de V-I de la resistencia del horno; el valor de las dos variables (voltaje y corriente) puede observarse en el despliegue analógico que posee esta interfaz (ver figura 2.20). El horno se suspende en el aire debido a la tensión de los cables de alimentación y en el proceso de fabricación se posiciona en la cavidad del portasustrato, por tanto queda en contacto con el sustrato. La cámara tiene un pasamuros que permite la conexión de alimentación del horno y la conexión exterior de la termocupla tipo J (ver figura 2.22), esta última se conecta al controlador de temperatura, que en este proceso se usa como indicador de temperatura, mediante el cual se despliega el valor de la temperatura del horno (el valor de la temperatura del horno se asume como el valor de la temperatura del sustrato) (ver figura 2.21). De fábrica el horno trae acoplado dos termocuplas tipo J que pueden usarse para la medición o control de la temperatura del horno, en este proceso es utilizada solo una de ellas.

Variable Controlada: Temperatura del horno.

Variable Manipulada: Potencia, en forma de la corriente y voltaje de alimentación eléctrica de la resistencia del horno.

Disturbios:

- Variaciones en la corriente suministrada por la interfaz V-I. Disturbio no crítico.
- Variaciones en el voltaje suministrado por la interfaz V-I. Disturbio no crítico.
- Variación de la temperatura dentro de la cámara por generación del plasma. Disturbio no crítico.

Esquema de Control: Lazo abierto, cerrado por operario.

El sistema de temperatura está compuesto por:

- Horno. Ver figura 2.19.
- Interfaz de mando de V-I de la resistencia del horno. Ver figura 2.20.

- Controlador - Indicador de temperatura EUROTHERM. Ver figura 2.21.
- Unión de medición del sensor de temperatura del horno (Termocupla tipo J). Ver figura 2.22.

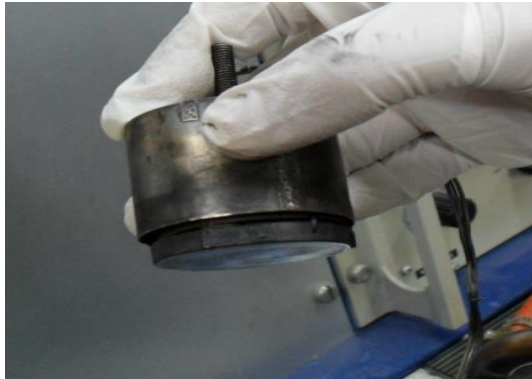


Figura 2.19. Horno.



Figura 2.20. Interfaz de mando de V-I de la resistencia del horno.



Figura 2.21. Controlador - Indicador de temperatura del horno marca EUROTHERM.



Figura 2.22. Unión de medición - sensor de temperatura de horno (Termocupla tipo J).

2.2.6. Sistema de Oxígeno

Este sistema de suministro de oxígeno es el único de la planta que tiene un esquema de control cerrado que es configurado por el operario. Este sistema suministra un flujo de oxígeno de la bala a la cámara mediante el paso regulado de la válvula de la bala (ver figura 2.23 y 2.24) y de las dos válvulas marca AGA acopladas a la bala (ver figura 2.25). Después de abiertas las tres válvulas, se conecta por medio de una manguera de 1/4" a la tapa de la cámara y se regula el ingreso de flujo de oxígeno a la cámara mediante el *setpoint* que se ajusta manualmente en el indicador de flujo MKS 247 (ver figura 2.26). Antes de iniciar el control sobre del oxígeno, se verifica en el MKS 247 que el factor de control de escalamiento en el panel posterior corresponda al del oxígeno (ver figura 2.27) y en el panel frontal del mismo equipo se debe configurar el valor del *zero* (ver figura 2.26). El instrumento controlador de flujo másico MKS 1179, que cumple funciones de sensor, actuador y controlador, regula el valor del flujo de entrada de oxígeno a la cámara (ver figura 2.28).

Aunque el controlador MKS 1179 debe hacer el control de la variable, el controlador actualmente no cumple eficientemente la regulación de la variable, posiblemente por la inadecuado ajuste del *zero* en el equipo MKS 247 o que el actuador en el MKS 1179 esté pegado, por lo que debe ser asistido por el operario, ya que la variable controlada no sigue fielmente el *setpoint* ingresado.

Variable Controlada: Flujo de entrada de oxígeno al interior de la cámara.

Variable Manipulada: Flujo de entrada de oxígeno al interior de la cámara.

Disturbios:

- Variación de la presión de salida en la bala de oxígeno. Disturbio no crítico.
- Fugas en las mangueras o en las conexiones de las válvulas. Disturbio no existente.
- Variaciones en el flujo de entrada de la servoválvula de control. Disturbio no crítico.

Esquema de Control: Lazo cerrado.

El sistema de oxígeno está compuesto por:

- Bala de oxígeno. Ver Figura 2.23.
- Válvula de la bala de oxígeno. Ver Figura 2.24.
- Válvula AGA 1 y válvula AGA 2 de la bala de oxígeno. Ver Figura 2.25.
- Indicador de flujo de oxígeno con funciones de programación y ajuste del *setpoint* MKS 247.
 - Panel Frontal. Ver Figura 2.26.
 - Panel Posterior. Ver Figura 2.27.
- Controlador de flujo másico MKS 1179. Ver Figura 2.28.



Figura 2.23. Bala de oxígeno.



Figura 2.24. Válvula de la bala de oxígeno.



Figura 2.25. Válvula AGA 1 y válvula AGA 2 de la bala de oxígeno.



Figura 2.26. Panel frontal del Indicador de flujo de oxígeno con funciones de programación y ajuste del *setpoint* MKS 247.



Figura 2.27. Panel posterior del Indicador de flujo de oxígeno con funciones de programación del *setpoint* MKS 247.



Figura 2.28. Controlador de flujo másico MKS 1179.

En el proceso de fabricación de las películas delgadas de VO₂ sobre silicio, se registran las siguientes variables controladas:

- Flujo de entrada de agua domiciliaria.
- Presión al interior de la cámara.
- Flujo de entrada de argón al interior de la cámara.
- Potencia incidente y potencia reflejada.
- Temperatura del sustrato (horno).
- Flujo de entrada de oxígeno al interior de la cámara.

En los sistemas que constituyen la BALZER BAE 250, se puede identificar que el control sobre las variables es realizado por el operario, cuando eventualmente cierra el lazo de control, a excepción del sistema de oxígeno, que controla la variable de forma automática, aunque esta no sigue fielmente el setpoint, posiblemente porque no se encuentra bien configurado el MKS 1179. Las variables que se regulan mediante la manipulación de válvulas de accionamiento manual, pueden introducir perturbaciones en el valor de las

otras variables; lo que conduce a que los disturbios que se presenten deban ser corregidos por el operario ya que pueden afectar las características propias y particulares de las películas de VO₂ sobre silicio.

2.3. DESCRIPCIÓN DE LA CÁMARA DE LA BALZER BAE 250

El espacio donde se dan lugar los procesos físicos, que conducen a la creación de las películas delgadas, es la cámara de la BALZER BAE 250. Esta cámara es un tanque cilíndrico, fabricado en acero inoxidable, con dimensiones de 25 cm de diámetro en la base y el cuerpo y una altura de 32 cm. Esta cámara alberga los componentes y las condiciones internas necesarias para la fabricación de películas delgadas por medio de Magnetron Sputtering R.F. En las figuras 2.29 y 2.30 se muestra la cámara en vista frontal y superior, respectivamente.

Alrededor del cuerpo de la cámara hay una tubería del mismo material, que la rodea en 7 anillos, por la que circula agua que sirve para calentar o refrigerar la cámara, esta tubería tiene un puerto de entrada y un puerto de salida acoplados al cuerpo de la cámara.

La cámara tiene un visor de vidrio de 9.2 cm de diámetro para observar su interior mientras se realiza el proceso de fabricación. En la parte posterior, el cuerpo de la cámara tiene una saliente del mismo material con un orificio en el que se engancha un tornillo fijado en la base de la cámara, lo que permite que cuando es colocado el cuerpo sobre la base este queda asegurado.

En la base, se encuentran dos pasamuros que permiten introducir los sensores para la medición de la presión al interior de la cámara y la temperatura del horno, y en un tercer pasamuro está ubicada una válvula manual que permite el ingreso de aire para la gasificación de la cámara, luego de finalizar el proceso de fabricación de la película.

La tapa de la cámara tiene acoplada una tubería de refrigeración con un puerto de entrada y un puerto de salida. Además tiene dos conexiones de entrada de gas; una para el oxígeno que se conecta directamente y, en el caso del argón, una conexión por medio de una válvula que permite regular el flujo de entrada de este gas al interior de la cámara. La tapa tiene seis puertos disponibles para la conexión de diferentes gases o instrumentos para el ingreso al interior de la cámara.

Dentro de la cámara, y durante el proceso, se llevan a cabo procesos físicos en los que se desalojan átomos del *target* de vanadio que son depositados en el sustrato de silicio, mediante la técnica Magnetron Sputtering R.F.

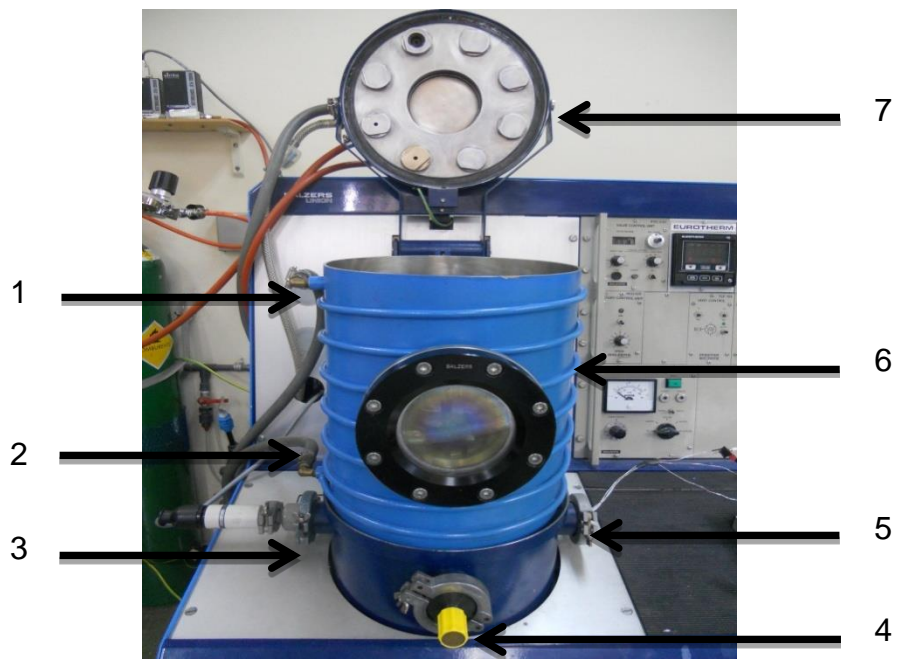


Figura 2.29. Vista frontal de la cámara de la BALZER BAE 250. 1. Puerto de salida de flujo de refrigeración, 2. Puerto de entrada de flujo de refrigeración, 3. Pasamuro de sensor de presión, 4. Válvula de gasificación, 5. Pasamuro de sensor de temperatura del horno, 6. Cuerpo de la cámara, 7. Tapa de la cámara.

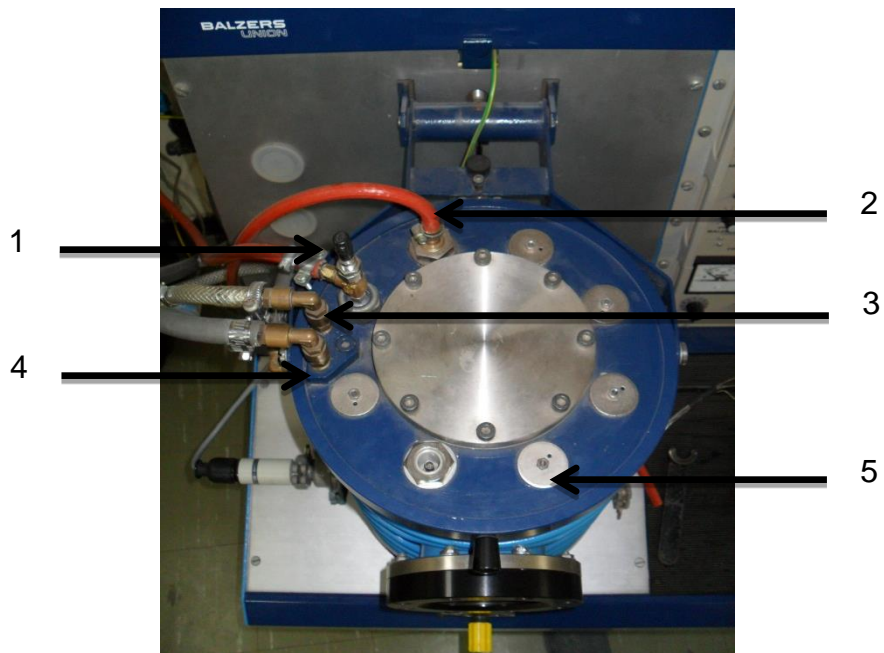


Figura 2.30. Vista superior de la tapa de la Cámara de la BALZER BAE 250, partes, 1. Válvula de entrada de flujo de argón, 2. Entrada de oxígeno, 3. Puerto de entrada de flujo de refrigeración, 4. Puerto de salida de flujo de refrigeración, 5. Puertos disponibles para conexión de gases.

2.3.1. Componentes internos de la cámara BALZER BAE 250

La cámara de la BALZER BAE 250 cuenta con componentes que permiten sostener y asegurar el sustrato y el *target* en posiciones fijas durante el proceso de fabricación de películas delgadas de óxido de vanadio, además, cuenta con otros elementos que ayudan a que este proceso se pueda realizar satisfactoriamente.

En la figura 2.31 se muestra una imagen con el montaje de los componentes internos dentro de la cámara.



Figura 2.31. Montaje de los componentes internos de la cámara BALZER BAE 250.

A continuación se listan los componentes internos que se posicionan al interior de la cámara, desde la figura 2.32 hasta la figura 2.57; se puede observar gráficamente los elementos mencionados para su plena identificación dentro de la planta de proceso.

- Tuercas horno. Ver figura 2.32.
- Lámina horno. Ver figura 2.33.
- Horno. Ver figura 2.34.
- Portasustrato. Ver figura 2.35.
- Rosca aseguradora portasustrato. Ver figura 2.36.
- Varilla aseguradora portasustrato. Ver figura 2.37.
- Tornillo portasustrato. Ver figura 2.38.
- Tornillos aseguradores horno - portasustrato. Ver figura 2.39.
- Varilla portasustrato. Ver figura 2.40.

- *Shutter*. Ver figura 2.41.
- Rosca *shutter*. Ver figura 2.42.
- Varilla aseguradora *shutter*. Ver figura 2.43.
- Rosca aseguradora portasustrato. Ver figura 2.44.
- Varilla *shutter*. Ver figura 2.45.
- Tornillos cañón. Ver figura 2.46.
- Cañón. Ver figura 2.47.
- Arandela cañón. Ver figura 2.48.
- Tornillos magnetrón. Ver figura 2.49.
- Arandela magnetrón 1. Ver figura 2.50.
- Arandela magnetrón 2. Ver figura 2.51.
- Cable polo a tierra. Ver figura 2.52.
- Polo a tierra. Ver figura 2.53.
- Electrodo 1, 2 y 3. Ver figura 2.54.
- Tuercas electrodo 1, 2 y 3. Ver figura 2.55.
- Tuerca aseguradora plataforma. Ver figura 2.56.
- Magnetrón. Ver figura 2.57.

Es importante que los operarios identifiquen los componentes internos de la cámara por su nombre, ya que en el procedimiento de fabricación, propuesto en este trabajo, se les llama recurrentemente cuando se hace el desmontaje en el interior de la cámara y cuando se colocan de nuevo en la cámara. Además, ayuda a establecer y diferenciar plenamente los elementos al interior de la cámara.



Figura 2.32. Tuercas horno.

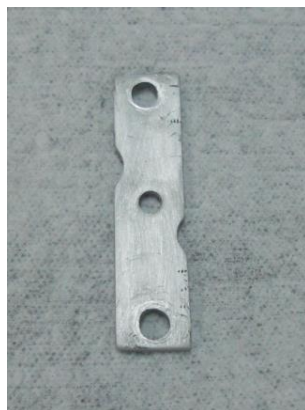


Figura 2.33. Lámina horno.



Figura 2.34. Horno.



Figura 2.35. Portasustrato.

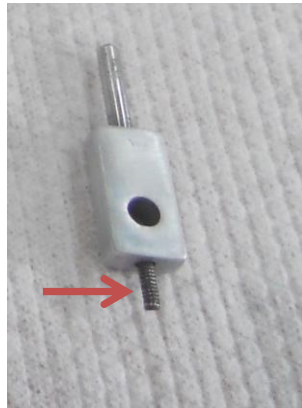


Figura 2.36. Rosca aseguradora portasustrato.



Figura 2.37. Varilla aseguradora portasustrato.



Figura 2.38. Tornillo portasustrato.



Figura 2.39. Tornillos aseguradores horno – portasustrato.



Figura 2.40. Varilla portasustrato.

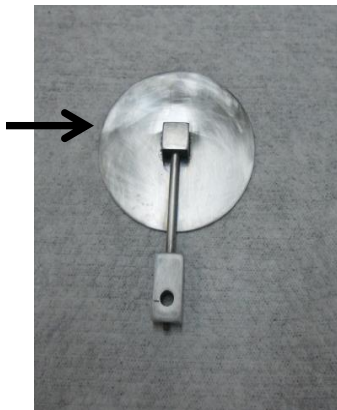


Figura 2.41. Shutter.

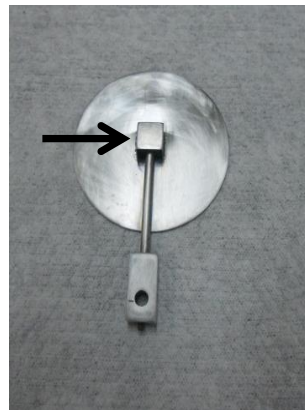


Figura 2.42. Rosca shutter.



Figura 2.43. Varilla aseguradora shutter.

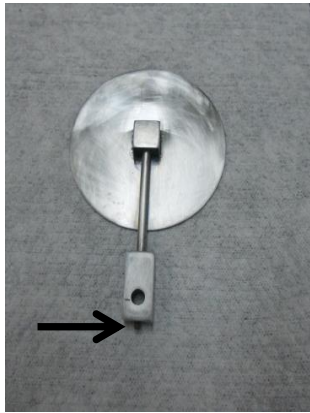


Figura 2.44. Rosca aseguradora *shutter*.



Figura 2.45. Varilla *shutter*.



Figura 2.46. Tornillos cañón.



Figura 2.47. Cañón.



Figura 2.48. Arandela cañón.



Figura 2.49. Tornillos magnetrón.



Figura 2.50. Arandela magnetrón 1.



Figura 2.51. Arandela magnetrón 2.



Figura 2.52. Cable polo a tierra.



Figura 2.53. Polo a tierra.



Figura 2.54. Electrodo 1, 2 y 3.

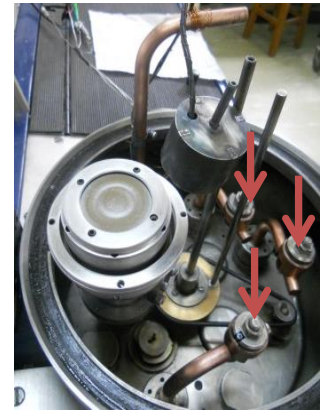


Figura 2.55. Tuercas electrodo 1, 2 y 3.



Figura 2.56. Tuerca aseguradora plataforma.

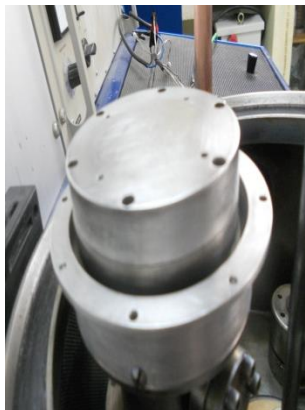


Figura 2.57. Magnetron.

En la figura 2.57 se muestra el Magnetron, parte fundamental en el proceso de fabricación de películas delgadas, su funcionamiento se explicó en la sección 1.3.4 del capítulo 1.

Para el montaje de los componentes al interior de la cámara de la BALZER BAE 250 se debe utilizar una serie de herramientas que se muestra en la figura 2.58, que deben estar en la mesa de trabajo que está justo al lado de la BALZER BAE 250. Estas herramientas ayudan a desmontar y luego a posicionar y sujetar nuevamente los componentes que se mencionaron en la sección 2.3.1. Es importante que estas herramientas estén a disposición del operario en la actividad mencionada y en el lugar especificado, ya que la acción de sacarlas de otra zona puede traer consigo contaminación en el área de trabajo o en los implementos que utiliza el operario.



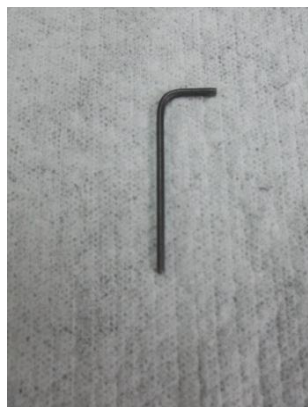
Llave hexagonal A



Llave hexagonal B



Llave hexagonal C



Llave hexagonal D



Llave magnetrón



Pinza portasustrato

Figura 2.58. Herramienta utilizada para el montaje de componentes internos.

Es importante realizar una descripción en detalle de la planta de procesamiento BALZER BAE 250, que es donde se lleva a cabo el proceso de fabricación de películas delgadas de VO_2 sobre silicio (100), para que el operario se familiarice con los equipos y sus componentes; esta información en los actuales manuales es muy precaria o aún inexistente, por lo que se hace un esfuerzo por presentar una descripción detallada y modular de la planta. Se especifica la información de sus diferentes sistemas teniendo en cuenta criterios de ingeniería conceptual, esto no solo con el fin de conocer en detalle el equipo en el que se lleva a cabo el proceso, sino también como herramienta base para su posterior modelado según el estándar ISA S88, que se realiza en el siguiente capítulo.

3. APLICACIÓN DE LA NORMA ISA S88 AL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ SOBRE SILICIO (100) POR MAGNETRÓN SPUTTERING RF

El laboratorio de Bajas de Temperaturas - FISBATEM es uno de los pocos en Colombia que trabajan con películas delgadas de VO₂, debido a la dificultad de fabricación, costos de materia prima, equipo necesario para la fabricación, entre otros aspectos [39]; esto hace que FISBATEM sea parte del reducido grupo de laboratorios, que han reportado artículos científicos con respecto a este material, en revistas nacionales e internacionales, tales como la Revista Colombiana de Física [5][6][7][40], revista de la Sociedad Colombiana de Física [41], Physica Status Solid-C [42], entre otras [43].

Las películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100), han sido trabajadas en FISBATEM, desde hace unos años debido a las potenciales aplicaciones en interruptores ópticos, sensor de temperatura, sensor de radiación [44][45][46][47].

3.1. PROCEDIMIENTO ACTUAL EN FISBATEM DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ SOBRE SILICIO (100) POR MAGNETRÓN SPUTTERING RF

Desde el año 2004 en FISBATEM se ha venido trabajando con películas delgadas de VO₂ sobre sustrato de silicio (100), en todos estos años de trabajo lamentablemente no se ha obtenido un procedimiento fiable que permita la fabricación de estas películas; aunque se cuenta en FISBATEM con, lo sea ha denominado en este trabajo, una "Tradición Oral" para la fabricación de películas delgadas. Esta tradición oral es la recopilación de información que se pasa de operario a operario de forma charlada, básicamente consiste en enseñar el funcionamiento del equipo BALZER BAE 250, sin tener en cuenta recomendaciones de seguridad para el equipo o el operario, ni está dirigida a ningún material en específico.

En FISBATEM además de la tradición oral, existe información en los trabajos de grado desarrollados en el laboratorio sobre películas delgadas de VO₂[5][6][7][48][49]; esta información documentada permite conocer parámetros y valores a implementar en el equipo BALZER BAE 250 para la fabricación de este material, así como la descripción de unos pocos componentes del equipo BALZER BAE 250, pero no presenta información y/o un procedimiento estandarizado que permita llevar a cabo el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre sustrato alguno, es decir, estos no cuentan con información técnica que permita guiar al operario de manera clara en la fabricación de la película delgada de VO₂, empleando la técnica Magnetron Sputtering RF en el equipo BALZER BAE 250, además de no presentar aspectos importantes tales como la forma de establecimiento y control de valores en los parámetros empleados para la fabricación del material en el equipo BALZER BAE 250, ni tampoco recomendaciones que permitan la seguridad del equipo y del operario. Se debe tener en cuenta, que no era objetivo de ninguno de los trabajos anteriores realizados en FISBATEM el presentar información de este tipo.

3.1.1. Tradición oral

Para realizar el proceso de fabricación de películas delgadas empleando el equipo BALZER BAE 250, FISBATEM cuenta con la "tradición oral. Esta, como se mencionó, se limita a enseñar el manejo del equipo BALZER BAE 250, pero no cuenta con nombres establecidos para cada uno de los componentes internos de la cámara de vacío de la BALZER BAE 250, ni precisa cuales equipos e instrumentación componen cada uno de los sistemas que se utilizan en el proceso.

La siguiente lista de pasos tomados de la tradición oral ha sido escrita para este trabajo de pregrado, con el objetivo de plasmar de la mejor manera esta información que se transmite de operario a operario. Se debe tener en cuenta que la tradición oral presenta un procedimiento para la fabricación de películas delgadas de manera general, además se aplica para todo tipo de materiales, sustratos y *targets*; los valores, orden de los pasos y tiempos de desarrollo presentados a continuación, son susceptibles de modificación según el operario, necesidades del operario, punto de vista, materiales, etc.

- *Colocarse guantes.*
- *Se levanta la tapa de la BALZER BAE 250.*
- *Se levanta la cámara, se coloca sobre una mesa.*
- *Se sacan unos tornillos que sujetan el horno, y se colocan sobre una mesa.*
- *Se saca una lámina que ajusta el horno al portasustrato, y se coloca sobre una mesa.*
- *Se saca el horno y se deja suspendido, cuidando de los cables debido a que son delicados.*
- *Se coge una llave hexagonal pequeña, se saca primero el portasustrato, y se coloca sobre la mesa.*
- *Se coge una llave hexagonal pequeña, se saca el shutter y se coloca sobre una mesa.*
- *Se coge una llave, se saca el cañón y se coloca sobre la mesa.*
- *Se saca una arandela.*
- *Se coge una llave hexagonal, se sacan dos arandelas y se colocan sobre la mesa.*
- *Se rocía alcohol sobre cada componente, paredes de la cámara y base de la cámara, y se procede a lijarlo de manera cuidadosa, se limpia todo con papel absorbente. Se sugiere lija 600 o 1000. No lijar el visor de la cámara de la BALZER BAE 250. Cuando se considere que los componentes estén limpios se procede a ubicarlos respectivamente en el interior de la cámara del equipo.*
- *Para la preparación del sustrato se debe de colocar el sustrato en un Becker con alcohol, por un tiempo aproximado de 10 min y luego en cetona por 10 min. Para la realización de ultrasonido al sustrato, primero se coloca agua en el interior del equipo de ultrasonido y se procede a colocar el Becker con cetona y el sustrato dentro del equipo de ultrasonido, durante un tiempo aproximado de 20 min y luego se saca el sustrato.*

- Se coloca el target encima del magnetron, se ajusta con dos arandelas y se atornilla.
- Se coloca la arandela que se sacó junto al cañón en su posición original y se procede a colocar y ajustar con tornillos el cañón.
- Se atornilla a una varilla el portasustrato, se emplea un nivel para que quede ubicado en paralelo al target.
- Luego se coge el sustrato con unas pinzas y se coloca en el interior de la cavidad del portasustrato y se ajusta la lámina y el horno con los tornillos respectivos.
- Se coloca en la varilla respectiva el shutter y se baja hasta donde quede en medio del sustrato y el target.
- Con un calibrador se ajusta la distancia establecida target – sustrato, subiendo y ajustando el portasustrato o bajando el magnetron empleando una llave grande y ajustando nuevamente.
- Se coloca nuevamente la cámara sobre su base respectiva, teniendo cuidado de no tocar los bordes de la base de la cámara.
- Se baja la tapa de la cámara de la BALZER BAE 250.
- Se cierra la válvula amarilla.
- Se procede a abrir la llave del agua.
- Subir los switches de la BALZER BAE 250.
- Encender la bomba mecánica y observar en el indicador de presión, cuando este marque $8 \cdot 10^{-2}$ mbar encender la bomba turbomolecular, mantener el máximo de sus revoluciones por un tiempo aproximado de 15 min y luego bajar las revoluciones al 70%, esperar un tiempo de 30 min, la presión será de $1 \cdot 10^{-5}$ mbar.
- Revisar que esté cerrada la válvula de argón pequeña que está en la cámara, abrir el argón y permitir el ingreso hasta que la presión aumente a $2 \cdot 10^{-2}$ mbar, y se procede a encender la fuente de radio frecuencia RFX 600A, y aumentar la potencia incidente a 8 W ó 10 W.
- Generar una pequeña descarga de argón, aumentando la presión para generar el plasma.
- Generado el plasma, se restablece y se busca la presión establecida de trabajo.
- Se aumenta la potencia incidente en la fuente de RFX 600A, buscando el valor establecido, en intervalos de tiempo decididos por el operario o de manera inmediata.
- En caso de necesitar establecer un valor en la temperatura del sustrato, depende del operario cuando iniciar con el precalentamiento del horno u obtención de la temperatura establecida de manera inmediata, se asume que la temperatura del horno es la misma temperatura del sustrato.
- En caso de necesitar gases reactivos, tales como nitrógeno, oxígeno, u otros depende del operario cuando permitir el ingreso de estos gases al interior de la cámara, empleando en fluxómetro MKS 247, ubicando el factor de corrección del gas, el zero y el setpoint.

- *Se espera el tiempo establecido de fabricación, cuidando que haya flujo continuo de agua y demás parámetros. En caso de faltar el fluido continuo de agua, se deben apagar todos los equipos inmediatamente.*
- *Transcurrido el tiempo establecido de fabricación se procede a apagar todos los equipos; se debe de tener en cuenta que se debe de apagar primero la bomba turbomolecular y luego la mecánica, esperando tiempo establecidos según cada operario.*
- *Cerrar balas de gases reactivos y bala de argón.*
- *Esperar que la temperatura sea de 30 °C y permitir el ingreso de aire en la cámara por medio de la válvula amarilla.*
- *Levantar la tapa de la cámara y sacar el material.*

3.1.2. Procedimiento, parámetros y valores tomados de los trabajos desarrollados en FISBATEM, para la fabricación de películas delgadas de VO₂ por Magnetron Sputtering RF

Uno de los trabajos realizados en FISBATEM con VO₂ [41], es uno de los pocos donde se presenta una serie de pasos conducentes a un proceso de síntesis de este material, denominados “Proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100)”, los cuales se muestran continuación:

El primer paso es descontaminar la cámara, para ello se desarma y se limpian todas las piezas con acetona incluyendo las paredes de la cámara, luego se pone en marcha el sistema de vacío y se enciende el plasma (pre-sputtering) con el fin de eliminar todas las impurezas presentes

Posteriormente se adecua el sustrato para realizar el crecimiento, para ello se sumerge en una solución de ácido clorhídrico (HCL) al 10% durante 5 minutos, para finalizar se sumerge en acetona y se introduce en un equipo de limpieza de ultrasonido.

Procedimiento de crecimiento de las películas delgadas de VO₂/ Si (100) [6]:

- *Como blanco se utiliza un disco de vanadio metálico de 2” de diámetro y 0.5 cm de espesor con una pureza del 99.9%*
- *El sustrato se mantiene a una temperatura de 480 °C durante el crecimiento, y a una temperatura de 470 °C durante el recocido.*
- *La distancia del target al sustrato es de 2.8 cm.*
- *La presión en la cámara es de 9×10^{-3} mbar en presencia de argón y oxígeno.*
- *La potencia de la radiofrecuencia durante el proceso de crecimiento es de 55W.*
- *El tiempo de crecimiento es de 1 hora.*
- *Trascurrido el tiempo de crecimiento se realiza un recocido in situ a una temperatura de 470°C, sin plasma, en una atmósfera de argón y oxígeno con presiones parciales de 80% y 20% respectivamente durante 15 minutos.*
- *Las películas son retiradas a una temperatura de sustrato de 50 °C.*

La tabla 3.1 que se presenta a continuación, presenta una recopilación de los parámetros y valores empleados en los trabajos desarrollados con películas delgadas de VO₂ por Magnetron Sputtering RF en FISBATEM [5][6][7][48][49].

Tabla 3.1. Parámetros y valores para la fabricación de películas delgadas de óxido de vanadio VO₂ en FISBATEM.

TRABAJOS DESARROLLADOS EN FISBATEM CON PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂	FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DEL SISTEMA V-O Y ESTUDIO DE SUS PROPIEDADES ELÉCTRICAS Y MAGNÉTICAS (2007) [49] SUSTRATO : VIDRIO	EFFECTO DEL SUSTRATO SOBRE LAS PROPIEDADES ELÉCTRICAS DE PELÍCULAS DELGADAS DE DIÓXIDO DE VANADIO (VO ₂) (2007) [5]. SUSTRATO : SILICIO (100)	EFFECTO DE LA TEMPERATURA DEL SUSTRATO SOBRE LAS PROPIEDADES ELÉCTRICAS DE PELÍCULAS DELGADAS DE DIÓXIDO DE VANADIO (VO ₂) CRECIDAS POR MAGNETRÓN SPUTTERING RF (2007) [6]. SUSTRATO : SILICIO (100)	FABRICACIÓN, CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA ÓPTICA DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ POR SPUTTERING RF PARA SU APLICACIÓN EN VENTANAS INTELIGENTES (2005) [7]. SUSTRATO : VIDRIO	FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN MAGNÉTICA DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ POR MAGNETRÓN SPUTTERING RF (2005) [48] SUSTRATO : SILICIO (100)
Distancia Target-Sustrato (cm)	2.8	2.8	2.8	2.5	2.5
Temperatura del sustrato (°C)	470	470	450-460-465-470-480-490-500	450	480
Flujo de oxígeno durante el crecimiento del material	0.3 - 0.4 - 0.5 - 0.6 - 0.7 - 0.8 sccm ⁸ de O ₂	1 sccm de O ₂	1 sccm de O ₂	100% Ar	100% Ar
Presión de trabajo al interior de la cámara(mbar)	9 x 10 ⁻³	9 x 10 ⁻³	9 x 10 ⁻³	1 x 10 ⁻²	1 x 10 ⁻²
Potencia de la radio frecuencia (W)	55	55	55	25	25
Temperatura del sustrato durante el recocido (°C)	No se realizó este procedimiento	480	480	450	480
Tiempo de Fabricación	1h	1h	1h	1h	2h
Tiempo de recocido (min)	No se realizó este procedimiento	15	15	Entre 1h y 2h con presiones parciales de 80% Ar + 20 % O ₂	30min con presiones parciales de 80% Ar + 20 % O ₂

Teniendo en cuenta la tabla 3.1, de parámetros y valores de las diferentes investigaciones realizadas en FISBATEM con películas delgadas de VO₂ sobre vidrio y silicio (100), se presenta en la tabla 3.2, lo que se ha denominado como “rango de valores en los parámetros para la fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre Si (100)” por

⁸Sccm → centímetro cubico por minuto

Magnetron Sputtering RF en FISBATEM. La tabla 3.2 solo presenta un rango de valores, dentro del cual se debe escoger un valor para cada parámetro, esto no necesariamente garantiza el crecimiento del material; por lo que depende del operario y su proyecto revisar si con los valores escogidos por él, se permite el crecimiento del material deseado.

Tabla 3.2. Rango de valores en los parámetros para la fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre Si (100) por Magnetron Sputtering RF en FISBATEM.

Distancia Target-Sustrato (cm)	2.5 - 2.8
Temperatura del sustrato (°C)	450 – 500
Flujo de oxígeno durante el crecimiento del material (sccm)	0.3 - 1
Presión de trabajo al interior de la cámara(mbar)	$9 \cdot 10^{-3}$ – $1 \cdot 10^{-2}$
Potencia de la radio frecuencia (W)	25 – 55
Tiempo de Fabricación	1h – 2h
Tiempo de recocido(min)	0 – 30
Temperatura del sustrato en el recocido (°C)	450 – 480

3.2. PARÁMETROS PARA LA FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ SOBRE SILICIO EN FISBATEM

Para la realización de este trabajo se debía asignar un valor a los parámetros de la tabla 3.2 para la fabricación de la película delgada de VO₂ sobre silicio (100), estos valores fueron escogidos con el fin de garantizar el crecimiento de la película delgada de VO₂ sobre Si (100), pero no necesariamente con el fin obtener la película delgada que presente las mejores propiedades. Los valores se fijaron teniendo en cuenta los valores que garantizaron crecimiento de la película en los trabajos del año 2007.

Debido a que no existe un procedimiento, identificado como tal en FISBATEM, de crecimiento de películas delgadas de VO₂ sobre Si (100), este trabajo se permite tomar la tradición oral y los valores de los parámetros de fabricación del material presentados en la tabla 3.3 como el procedimiento actual de FISBATEM.

Tabla 3.3. Parámetros y valores para la fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre Silicio (100) para la realización del presente trabajo.

Distancia Target-Sustrato (cm)	3.0
Temperatura del sustrato (°C)	480
Flujo de oxígeno durante el crecimiento del material (sccm)	1
Presión de trabajo al interior de la cámara(mbar)	9×10^{-3}
Potencia incidente en la fuente de radio frecuencia (W)	55
Potencia reflejada en la fuente de radio frecuencia (W)	0
Tiempo de Fabricación	1h 30 min
Tiempo de recocido(min)	30
Temperatura del sustrato en el recocido (°C)	490

Para el desarrollo de este trabajo de grado, se utilizó un sustrato de Silicio (100), *target* de vanadio de 99.99% de pureza, una bala de oxígeno de 99.999% de pureza y argón de 99.999% de pureza.

En el capítulo 4 se procede a la fabricación de cuatro lotes de este material, es decir, dos lotes con el procedimiento actual en el laboratorio de bajas temperaturas y dos lotes con la información dada por la Norma ISA S88. Es decir, dos con el procedimiento FISBATEM y otros dos siguiendo 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 material; esto es la norma ISA S88 aplicada al proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si(100)⁹. Se definió la producción de cuatro lotes debido a los altos costos de fabricación de cada lote, aclarando que un lote de película delgada de VO₂ sobre Si (100) corresponde a una película delgada de VO₂ sobre Si (100).

3.3. NORMA ISA S88 APLICADA AL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂/SI (100)

Para la fabricación de las películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) en el Laboratorio de Bajas Temperaturas – FISBATEM se plantea seguir la parte 1 de la Norma ISA S88 (Ver Anexo 1 “Teoría ISA S88”), que es utilizada para sistemas de control *batch*; en este estándar se detalla un conjunto de partes, términos y modelos que se usan para definir los requerimientos de control en las plantas de fabricación por *batch*. Adicionalmente, este estándar suministra una guía común y consistente para el diseño y la operación de plantas de fabricación *batch*.

Es importante resaltar que el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100) en FISBATEM, que se propuso modelar en este trabajo de pregrado es de carácter investigativo, ya que se desenvuelve en un contexto de investigación y desarrollo que son avalados por Colciencias y el CEM (Centro de Excelencia de Materiales), pero con proyección de migrarlo a ámbitos productivos industriales. Se aplica la norma ISA S88 al proceso mencionado, teniendo en cuenta las condiciones del equipo, del proceso y de las características propias del procedimiento, con el fin de permitir o facilitar su escalamiento a nivel industrial.

El proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂/ Si (100) modelado bajo el estándar ISA S88, utiliza información del proceso, de los equipos y del procedimiento que se lleva a cabo para la fabricación del producto. En los numerales 3.3.1, 3.3.2 y 3.3.3 se muestran los modelos de proceso, físico y de control procedimental, respectivamente.

3.3.1. Modelo de Proceso

Una vez se tiene una comprensión del proceso, se procede a obtener el modelo de proceso según ISA S88. En él se describe de manera general la secuencia de actividades físicas, químicas y biológicas para la conversión, transporte y almacenamiento de materia

⁹VO₂ / Si (100) se refiere a VO₂ sobre silicio (100)

prima o energía [50]. Este modelo contiene las etapas, operaciones y acciones de proceso requeridas para la fabricación del producto; cada etapa del modelo hace referencia a las actividades mayores del proceso. Estas a su vez se subdividen en las llamadas operaciones de proceso, que son los pasos que en conjunto permiten dar cumplimiento a la acción mayor de la que hacen parte. No basta solo con hacer alusión a las etapas más importantes del proceso, se hace necesario describir como dar cumplimiento a cada una de ellas. El modelo de proceso obtenido para la fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) en el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas – FISBATEM, se muestra en la figura 3.1, donde además se crea un conjunto de pasos más simples para cada operación de proceso de ejecución secuencial, denominadas acciones de proceso. Se hacen las asignaciones correspondientes según lo establecido en la descripción del modelo en la sección 1.1.3.3 del Anexo 1 (Teoría ISA S88).

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 (100)*.

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. La única etapa de proceso es *Sputtering*, ya que en esta ocurre un proceso de extracción de átomos de la superficie del *target* que se alojan en un sustrato, debido al intercambio de momento con iones que bombardean los átomos de la superficie, generando el lote o película. 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 la BALZER BAE 250.

La etapa *Sputtering* consta de 4 operaciones, Alistamiento de componentes y materia, pulverización de *target* de vanadio, adsorción de átomos vanadio y oxígeno sobre silicio y sellado.

Para desarrollar la operación de proceso *Alistamiento de componentes y materia prima*, se inicia con la extracción de los componentes al interior de la cámara para su posterior limpieza, cuando estos elementos hayan sido limpiados de manera adecuada, se deben colocar nuevamente en la cámara de la BALZER BAE 250, junto con el *target* que se posiciona sobre el magnetrón y el sustrato que se posiciona sobre el portasustrato.

La operación de proceso *Pulverización de target de vanadio*, se inicia activando el módulo equipo de refrigeración para suministrar agua a los equipos que lo necesitan; posteriormente, se debe cumplir las condiciones necesarias para generar y mantener el plasma a lo largo del proceso e ir calentando el sustrato mientras se desprenden los átomos de vanadio de su superficie por efectos de la pulverización iónica.

La operación de proceso *Adsorción de átomos de vanadio y oxígeno sobre silicio* se cumple cuando se permite la línea de vista entre el *target* y el sustrato, con lo que se logra una adsorción en el sustrato de los átomos eyectados del *target* junto con el gas reactivo.

En la operación de proceso *Sellado* sucede un efecto coalescente entre los átomos de vanadio y oxígeno sobre el silicio formándose un nuevo material compuesto de estos tres componentes.

La operación *Finalizado del proceso* culmina apagando los equipos que se encendieron al inicio del proceso y extrayendo el material fabricado de la cámara. Esta operación de proceso y sus acciones de proceso se desprenden directamente del nivel superior *Proceso de Fabricación de Películas Delgadas de VO₂ sobre Silicio (100)*.

En la figura 3.1 se muestra el modelo de proceso ISA S88 de fabricación de películas delgadas de VO₂/ Si (100), su denotación está representada de la siguiente manera: En la primera fila (de arriba hacia abajo) y en color azul oscuro está el proceso, en la segunda fila y en color verde están las etapas del proceso, en la tercera fila y en color violeta están las operaciones de proceso y cuarta fila y en color azul claro están las acciones de proceso.

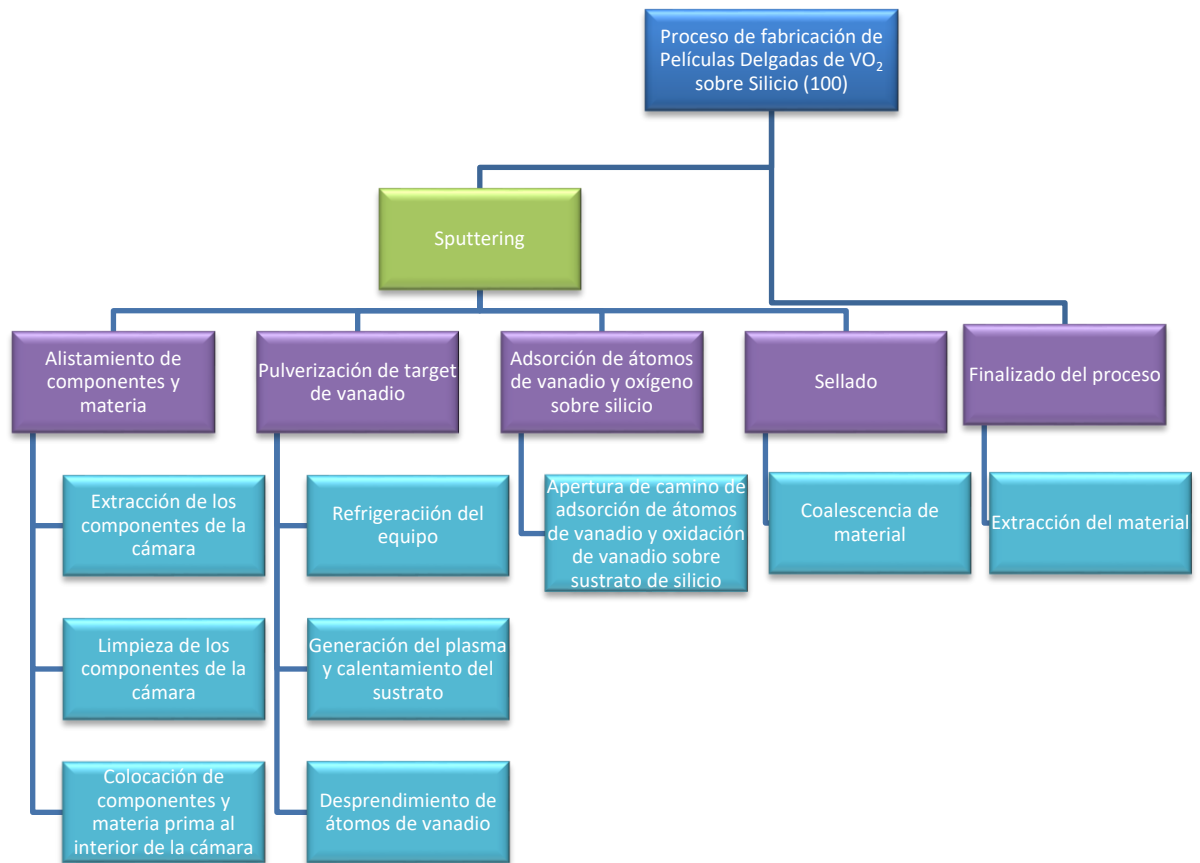


Figura 3.1. Modelo de Proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100).

3.3.2. Modelo Físico

El modelo físico es una representación jerárquica en la que se hace referencia al equipo e instrumentación encargado de ejecutar el proceso para la obtención del producto deseado. 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. Este modelo es construido con base en un completo conocimiento del proceso desarrollado. Para el presente trabajo se ha diseñado el modelo físico con base al estudio del proceso, el diagrama de flujo y el modelo de proceso mostrado con anterioridad. De modo que se dispongan los equipos, instrumentos y demás dispositivos cuya acción conjunta y coordinada permitan el desarrollo adecuado de las diversas etapas y operaciones de las que se compone el modelo de proceso. Las unidades delimitan una etapa del proceso y contienen el conjunto de equipos, instrumentos y demás dispositivos requeridos para el desarrollo de la etapa en cuestión; estas unidades se dividen a su vez en módulos equipo, que son los elementos requerido para desarrollar operaciones de proceso; los módulos control se encuentran dentro de cada módulo equipo y se constituyen en los lazos e instrumentos que permiten ejercer un control sobre las variables del proceso. 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/ Si (100) en el Laboratorio de Bajas Temperaturas y se toma a la Universidad como ente empresarial.

El modelo tiene 7 niveles, iniciando en lo más alto con la empresa, sitio y área. Estos tres niveles son frecuentemente definidos con consideraciones empresariales y no son modelados en este documento. Los niveles inferiores se combinan para formar los niveles más altos. 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 [50].

A continuación se muestra el desarrollo del modelo físico para el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂/ Si (100) en el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas - FISBATEM, tomando como referencia las divisiones sugeridas por la Norma ISA S88 y asumiendo la Universidad del Cauca como el nivel más alto del modelo, es decir el nivel de empresa y luego se hacen las asignaciones correspondientes según lo establecido en la descripción del modelo en la sección 1.1.3.1 del Anexo 1 (Teoría ISA S88).

3.3.2.1. Empresa: Universidad del Cauca

3.3.2.2. Sitio: La Universidad del Cauca tiene varias facultades, entre ellas está la Facultad de Ciencias Naturales, Exactas y de la Educación, que se encuentra ubicada en la carrera 2ª No. 3N - 111 en el sector de Tulcán de la ciudad Popayán. Dentro de la Facultad, se encuentra el Departamento de Física, en estas instalaciones se encuentra el Laboratorio de FISBATEM en las que se lleva a cabo el proceso investigativo.

3.3.2.3. Área: El lugar dentro del Departamento de Física en el que se realiza el proceso es el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas (FISBATEM), es aquí donde se realizan procesos investigativos y de desarrollo, entre los cuales está la fabricación de las películas delgadas de VO₂.

En la figura 3.2 se describe gráficamente la distribución del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas (FISBATEM), lugar designado para la fabricación de películas delgadas.

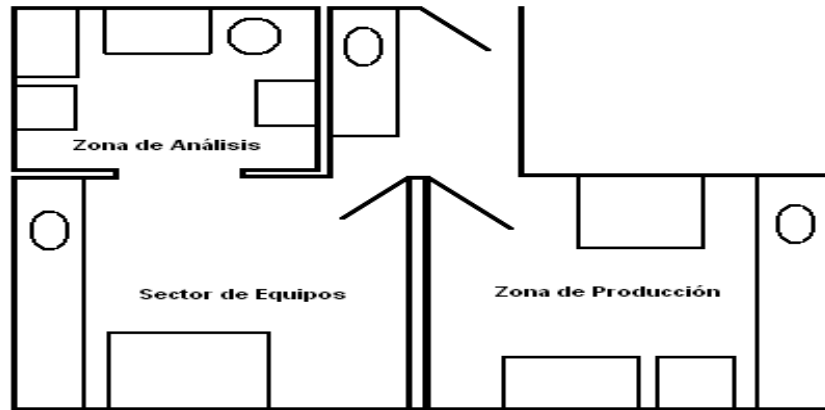


Figura 3.2. Distribución del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas (FISBATEM).

- 3.3.2.4. Célula de Proceso:** Se ha definido celda de proceso como una agrupación lógica de equipos principales y de soporte requeridos para la producción de uno o más lotes. Para garantizar que la película delgada tenga las características requeridas, el proceso de fabricación de películas delgadas se lleva a cabo en la celda de proceso, esta permite controlar variables como: flujo de entrada de agua domiciliaria, presión al interior de la cámara, potencia incidente y potencia reflejada, temperatura del horno y flujo de entrada de argón y oxígeno al interior de la cámara, con el fin de cumplir con los requerimientos técnicos del crecimiento de la película.

La célula de proceso donde se realiza el proceso de pulverización, denominada *Célula de Proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio*, consta de la planta de procesamiento BALZER BAE 250, construida por la empresa Alemana BALZER, y que fue adquirida por el Laboratorio en el año 1985. Adicionalmente, 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.

- 3.3.2.5. Unidades:** La célula de proceso del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas contiene la *Unidad de Fabricación*, ya que en esta unidad se realizan las diferentes acciones que conllevan a cambios físicos que finalizan con la fabricación de las películas delgadas.

A continuación se muestran los diferentes módulos equipo y módulos control que hacen parte de la *Unidad de Fabricación*.

Todos los módulos equipos están relacionados con la cámara de la BALZER BAE 250, que es donde se producen los cambios físicos para la fabricación de la película delgada de VO₂ sobre silicio.

3.3.2.6. Módulos Equipo (ME) y Módulos de Control:

Los módulos equipo que resultaron de la clasificación según la Norma ISA S88 son: ME de refrigeración, ME de vacío, ME de argón, ME de radiofrecuencia, ME de temperatura y ME de oxígeno.

Nota: Los módulos de control sobre las variables de flujo de entrada de agua, de encendido de la bomba mecánica, revoluciones de la bomba turbomolecular, flujo de entrada de argón, potencia incidente, potencia reflejada y temperatura del horno, son efectuados por el operario, ya que no se cuenta con los equipos que cumplan con el control de esas variables de forma automática, por tanto el operario debe estar chequeando y controlando su valor en el periodo de tiempo establecido, este es cada 5 min. Los módulos de control mencionados se señalan en la siguiente descripción con un asterisco (*).

Módulo Equipo 1: Módulo Equipo de refrigeración, equipo utilizado para refrigerar algunos dispositivos de la célula de proceso. Este módulo equipo se conforma de las tuberías por las que circula el agua en los diferentes equipos y la instrumentación que permite el control del flujo de agua.

Módulo de Control 1: Sensor - Indicador visual de flujo de entrada de agua.

Módulo de Control 2: Válvula de flujo de entrada de agua.

Módulo de Control 3: Control de flujo de entrada de agua*.

Módulo Equipo 2: Módulo Equipo de vacío, equipo utilizado para crear un ambiente controlado de vacío al interior de la cámara de la BALZER BAE 250. Este módulo equipo se conforma por la bomba mecánica y la bomba turbomolecular y la instrumentación asociada a dichos equipos.

Módulo de Control 1: Sensor de presión.

Módulo de Control 2: Indicador de presión.

Módulo de Control 3: Control de encendido de Bomba mecánica*.

Módulo de Control 4: Control de revoluciones de la bomba turbomolecular*.

Módulo Equipo 3: Módulo Equipo de argón, equipo utilizado para ingresar un flujo de argón al interior de la cámara. Este módulo equipo se conforma de los conductos por los cuales circula el gas y la instrumentación asociada a dichos equipos.

Módulo de Control 1: Sensor de presión

Módulo de Control 2: Indicador de presión.

Módulo de Control 3: Válvula de flujo de entrada de argón.

Módulo de Control 4: Control de flujo de entrada de argón*.

Módulo Equipo 4: Módulo Equipo de radiofrecuencia, equipo utilizado para generar radiofrecuencia con valores determinados de potencia al interior de la cámara. Este módulo equipo se conforma por la fuente de radiofrecuencia RFX 600A y la instrumentación asociada a dicho equipo.

Módulo de Control 1: Sensor de potencia incidente.
Módulo de Control 2: Sintonizador - indicador de potencia incidente.
Módulo de Control 3: Control de potencia incidente*.
Módulo de Control 4: Sensor de potencia reflejada.
Módulo de Control 5: Indicador de potencia reflejada.
Módulo de Control 6: Sintonizador de potencia reflejada.
Módulo de Control 7: Control de potencia reflejada*.

Módulo Equipo 5: Módulo Equipo de temperatura, equipo utilizado para calentar el sustrato mediante el calentamiento del horno. Este módulo equipo se conforma por el horno y la instrumentación asociada a dicho equipo.

Módulo de Control 1: Sensor de temperatura de horno.
Módulo de Control 2: Indicador de temperatura del horno.
Módulo de Control 3: Interfaz de mando V-I de la resistencia del horno.
Módulo de Control 4: Control de temperatura de horno*.

Módulo Equipo 6: Módulo Equipo de oxígeno, equipo utilizado para ingresar un flujo de oxígeno al interior de la cámara. Este módulo equipo se conforma de los conductos por los cuales circula el gas y la instrumentación asociada a dichos equipos.

Módulo de Control 1: Sensor, controlador y servoválvula de flujo de entrada de oxígeno.
Módulo de Control 2: Indicador entrada de oxígeno y supervisor.
Módulo de Control 3: Control de flujo de entrada de oxígeno.

A pesar que el módulo de control 1 del módulo equipo de oxígeno, cumple con una funcionalidad de control automático, este no se encuentra bien configurado, por lo que no realiza un buen seguimiento del *setpoint*, obligando a que un operario (Módulo de control 3) deba asistirlo con el fin de garantizar un mejor desempeño.

En la figura 3.3 se muestra el modelo físico ISA S88 del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio, su denotación está representada de la siguiente manera: en la primera fila (de arriba hacia abajo) y en color violeta está la célula de proceso, en la segunda fila y en color naranja está la unidad, en la tercera fila y en color azul los módulos equipo, en la cuarta fila y en color azul están los equipos asociados a los módulos equipo y en la quinta fila y en color rojo están los módulos control.

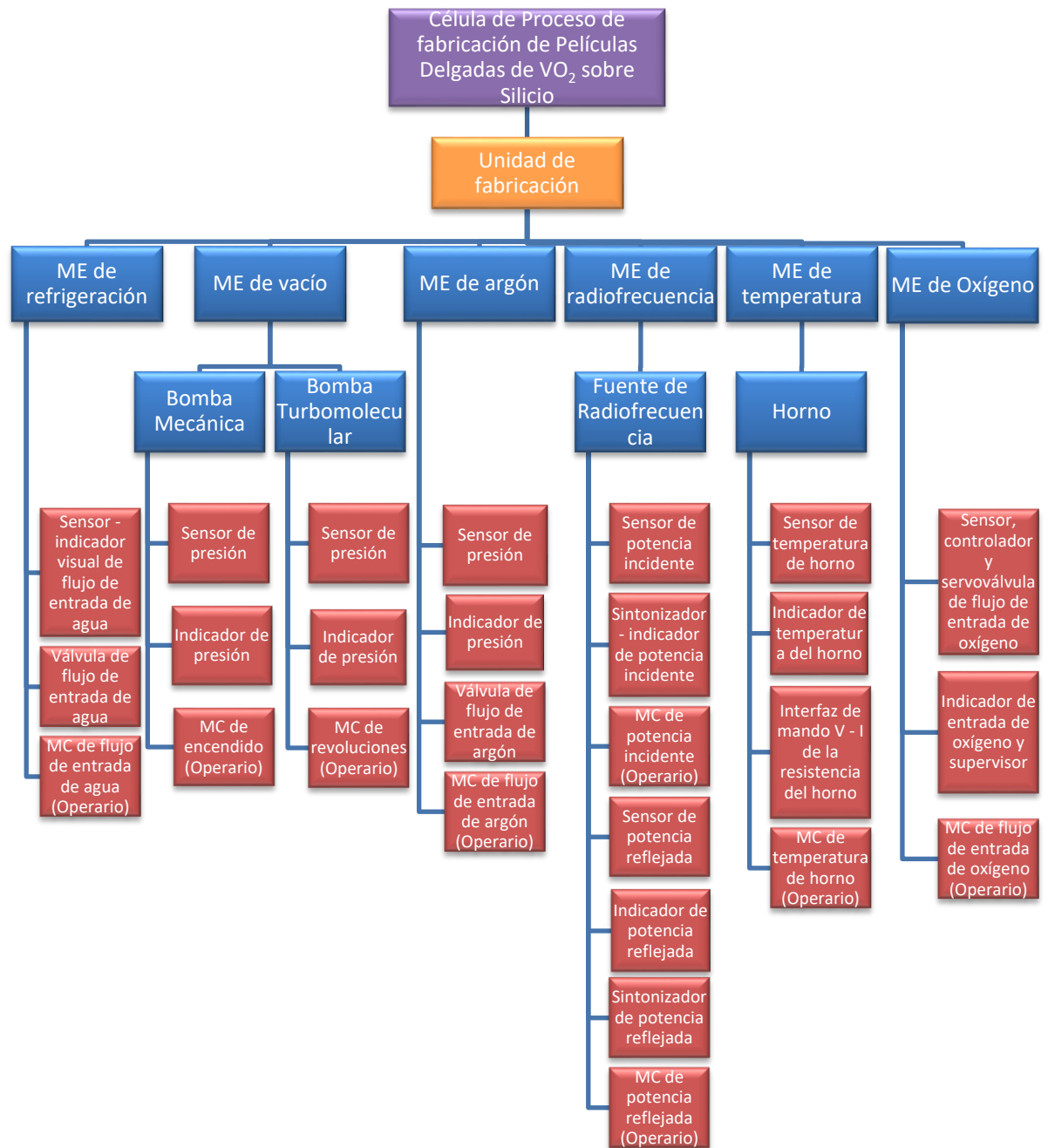


Figura 3.3. Modelo Físico del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio.

3.3.3. Modelo de Control Procedimental

A partir de los modelos de proceso y físico se organiza el modelo de control procedimental. Este modelo es el más característico dentro del proceso de control batch, en él 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 del producto. En otras palabras el modelo de control procedimental guía al equipo para que ejecute el proceso deseado, mediante el establecimiento de un procedimiento, procedimientos de unidad, operaciones y fases. El procedimiento es específico del lote que se va a producir, una vez establecido el procedimiento, este se compone o divide en una serie de procedimientos de unidad. Estos procedimientos de unidad son específicos de cada unidad establecida en el modelo físico que se mostró en la figura 3.3. Finalmente se especifican el conjunto de operaciones y fases que contendrá cada procedimiento de unidad, teniendo en cuenta que las fases son los pasos más básicos encargados de generar acciones de control. El modelo de control procedimental para el proceso tratado en este trabajo de pregrado se muestra en la figura 3.4.

A continuación se muestra el desarrollo del modelo de control procedimental para el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂/ Si (100) en el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas – FISBATEM; se hacen las asignaciones correspondientes según lo establecido en la descripción del modelo en la sección 1.1.3.2 del Anexo 1 (Teoría ISA S88).

Procedimiento: *Fabricar películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100).*

Procedimientos de Unidad: Un procedimiento de unidad consiste en un conjunto ordenado de operaciones que permiten una secuencia de producción dentro de una unidad y dado que el proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio cuenta con una sola unidad, entonces el procedimiento de unidad queda definido como: *Realizar Sputtering.*

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

- Alistar componentes y materia prima, la cual tiene como fases:
 - Extraer los componentes de la cámara.
 - Limpiar los componentes de la cámara, sustrato y *target*.
 - Colocar los componentes y la materia prima en la cámara.

- Pulverizar *target* de vanadio, la cual tiene como fases:
 - Activar¹⁰el módulo equipo de refrigeración y mantenerlo hasta la operación Finalizar el proceso.
 - Activar los breakers de la BALZER BAE 250¹¹.

¹⁰Activar el módulo equipo de refrigeración, se refiere a controlar el flujo de entrada de agua moviendo la posición de la válvula de entrada de agua.

¹¹ La activación de los breakers energiza la bomba turbomolecular, la fuente RF y enciende el indicador de presión.

- Encender la bomba mecánica y mantenerla encendida hasta la operación Finalizar el proceso.
 - Encender la bomba Turbomolecular cuando la presión al interior de la cámara sea de $8 \cdot 10^{-2}$ mbar y mantener sus revoluciones al máximo durante 30 min, pasados estos 30 min disminuir sus revoluciones al 70% y dejar hasta la operación Finalizar el proceso.
 - Activar¹² el módulo equipo de argón después de que hayan transcurridos 10 minutos con las revoluciones de la bomba turbomolecular al 70%, aumentar y controlar el ingreso de argón hasta que la presión de la cámara sea $2 \cdot 10^{-2}$ mbar y mantener estas condiciones hasta generar el plasma.
 - Encender el módulo equipo de radiofrecuencia, luego iniciar la emisión de radiofrecuencia y aumentar la potencia incidente a 9W y controlar esta condición hasta generar el plasma.
 - Ingresar súbitamente argón hasta que la presión de la cámara este en el rango ($1 \cdot 10^{-1}$ mbar - 1 mbar), para generar el plasma.
 - Disminuir y controlar la presión de la cámara en $9 \cdot 10^{-3}$ mbar hasta finalizar el proceso manipulando la válvula de entrada de argón a la cámara.
 - Disminuir y controlar la potencia reflejada en 0 W por medio del sintonizador de potencia reflejada, hasta la operación Sellar el material.
 - Aumentar y controlar la potencia incidente en 55 W por medio del sintonizador de potencia incidente, hasta la operación Sellar el material.
 - Encender el módulo equipo de temperatura, aumentar y controlar la temperatura en el horno en 480°C por medio de la interfaz de mando V-I, hasta la operación sellar el material (El valor de la temperatura del horno se admite como el valor de la temperatura del sustrato).
- Adsorber átomos de vanadio y oxígeno sobre silicio, la cual tiene como fases:
 - Mover el *shutter* 90° en sentido contrario a las manecillas del reloj.
 - Encender y configurar¹³ el módulo equipo de oxígeno, permitir el ingreso de flujo oxígeno y controlar en 1 sccm su valor, hasta la operación Finalizar el proceso.
 - Esperar a que transcurra un tiempo de fabricación de 1 h 30 min, a partir de lograr las condiciones de: temperatura del horno, flujo de entrada de oxígeno, flujo de entrada de argón, potencia incidente, potencia reflejada y presión al interior de la cámara. Luego de transcurrir este tiempo se procede con la operación Sellar el material.
 - Sellar el material, la cual tiene como fases:
 - Apagar el módulo equipo de radiofrecuencia.

¹²Activar el módulo de equipo de argón se refiere a controlar el flujo de entrada de argón a la cámara por medio de la manipulación de la válvula de entrada de argón a la cámara.

¹³Configurar el módulo equipo de oxígeno, se refiere a establecer el factor de corrección del gas y ajustar el *zero* y el *setpoint*.

- Aumentar y controlar la temperatura del horno (sustrato) en 490°C , y esperar a que trascorra un tiempo de sellado del material de 30 min.
- Mover el *shutter* 90° en el sentido de las manecillas del reloj.

La operación *Finalizar el proceso* y sus fases, se desprenden directamente del nivel de procedimiento *Fabricar películas delgadas de VO₂ sobre silicio*.

- Finalizar el proceso, la cual tiene como fases:
 - Apagar el módulo equipo de temperatura.
 - Apagar el módulo equipo de oxígeno.
 - Desactivar el módulo equipo de Argón.
 - Apagar la bomba turbomolecular.
 - Apagar la bomba mecánica.
 - Bajar los breakers que energizan la bomba turbomolecular, la fuente RF y enciende el indicador de presión.
 - Desactivar módulo equipo de refrigeración.
 - Abrir la válvula gasificadora de la cámara y extraer el material fabricado.

En la figura 3.4 se muestra el modelo de control procedimental ISA S88 del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio, su denotación está representada de la siguiente manera: En la primera columna (lado derecho del modelo) y en color violeta están las fases, en la segunda columna y en color verde están las operaciones, en la tercera columna y en color rojo están los procedimientos de unidad y en la cuarta columna y en color azul está el procedimiento.

Procedimiento	Procedimiento de unidad	Operaciones	Fases
Fabricar películas delgadas de VO ₂ sobre silicio (100)	Realizar Sputtering	Alistar Componentes y materia	Extraer los componentes de la cámara
			Limpiar los componentes de la cámara, sustrato y <i>target</i>
			Colocar los componentes y la materia prima en la cámara
		Pulverizar <i>target</i> de vanadio	Activar el módulo equipo de refrigeración y mantenerlo encendido hasta la operación Finalizar el proceso
			Activar los breakers de la BALZER BAE 250
			Encender la bomba mecánica y mantenerla encendida hasta la operación Finalizar el proceso
			Encender la bomba Turbomolecular cuando la presión al interior de la cámara sea de $8 \cdot 10^{-2}$ mbar y mantener sus revoluciones al máximo durante 30 min, pasados estos 30 min disminuir sus revoluciones al 70% y dejar hasta la operación Finalizar el proceso
			Activar el módulo equipo de argón después de que hayan transcurrido 10 minutos con las revoluciones de la bomba turbomolecular al 70%, aumentar y controlar el ingreso de argón hasta que presión de la cámara sea $2 \cdot 10^{-2}$ mbar y mantener estas condiciones hasta generar el plasma
			Encender módulo equipo de radiofrecuencia, luego iniciar

			la emisión de radiofrecuencia y aumentar la potencia incidente a 9W y controlar esta condición hasta generar el plasma
			Ingresar súbitamente argón hasta que la presión de la cámara este en el rango ($1 \cdot 10^{-1}$ mbar - 1 mbar), para generar el plasma
			Disminuir y controlar la presión de la cámara en $9 \cdot 10^{-3}$ mbar hasta finalizar el proceso manipulando la válvula de entrada de argón a la cámara.
			Disminuir y controlar la potencia reflejada en 0 W por medio del sintonizador de potencia incidente, hasta la operación Sellar el material
			Aumentar y controlar la potencia incidente en 55 W por medio del sintonizador de potencia incidente, hasta la operación Sellar el material
			Encender el módulo equipo de temperatura, aumentar y controlar la temperatura en el horno en 480°C por medio de la interfaz de mando V-I, hasta la operación sellar el material (El valor de la temperatura del horno se admite como el valor de la temperatura del sustrato)
		Adsorber átomos de vanadio y oxígeno sobre silicio	Mover el <i>shutter</i> 90° en sentido contrario a las manecillas del reloj
			Encender y configurar el módulo equipo de oxígeno, permitir el ingreso de flujo oxígeno y controlar en 1 sccm su valor, hasta la operación Finalizar el proceso
			Esperar a que transcurra un tiempo de fabricación de 1 h 30 min, a partir de lograr las condiciones de: temperatura del horno, flujo de entrada de oxígeno, flujo de entrada de argón, potencia incidente, potencia reflejada y presión al interior de la cámara. Luego de transcurrir este tiempo se procede con la operación Sellar el material
			Sellar el material
	Aumentar y controlar la temperatura del horno (sustrato) en 490 ° C, y esperar a que trascurra un tiempo de sellado del material de 30 min		
	Mover el <i>shutter</i> 90° en el sentido de las manecillas del reloj		
	Finalizar el proceso	Apagar el módulo equipo de temperatura	
		Apagar el módulo equipo de oxígeno	
		Desactivar el módulo equipo de Argón	
		Apagar la bomba turbomolecular	
		Apagar la bomba mecánica	
		Bajar los breakers que energizan la bomba turbomolecular, la fuente RF y enciende el indicador de presión	
		Desactivar el módulo equipo de refrigeración del equipo	
		Abrir la válvula gasificadora de la cámara y extraer el material fabricado	
	<p>Figura 3.4. Modelo de Control Procedimental, del proceso fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio.</p>		

3.3.4. Récipe Maestro para proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio

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 3.4 se muestra el récipe maestro.

Tabla 3.4 Récipe Maestro del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) en FISBATEM.

RÉCIPE MAESTRO		
PRODUCCIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO ₂ SOBRE SILICIO		
VERSIÓN 1.0		
AUTORES: Eduardo Castillo Daniel Gómez		
LUGAR Y FECHA DE EXPEDICIÓN: Popayán, Enero 10 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	Extraer los componentes de la cámara
		Limpiar los componentes de la cámara, sustrato y <i>target</i>
		Colocar los componentes y la materia prima en la cámara
	Pulverizar <i>target</i> de vanadio	Activar el módulo equipo de refrigeración y mantenerlo encendido hasta la operación Finalizar el proceso
		Activar los breakers de la BALZER BAE 250

		Encender la bomba mecánica y mantenerla encendida hasta la operación Finalizar el proceso
		Encender la bomba Turbomolecular cuando la presión al interior de la cámara sea de 8×10^{-2} mbar y mantener sus revoluciones al máximo durante 30 min, pasados estos 30 min disminuir sus revoluciones al 70% y dejar hasta la operación Finalizar el proceso
		Activar el módulo equipo de argón después de que hayan transcurridos 10 minutos con las revoluciones de la bomba turbomolecular al 70%, aumentar y controlar el ingreso de argón hasta que presión de la cámara sea 2×10^{-2} mbar y mantener estas condiciones hasta generar el plasma
		Encender módulo equipo de radiofrecuencia, luego iniciar la emisión de radiofrecuencia y aumentar la potencia incidente a 9W y controlar esta condición hasta generar el plasma
		Ingresar súbitamente argón hasta que la presión de la cámara este en el rango (1×10^{-1} mbar - 1 mbar), para generar el plasma
		Disminuir y controlar la presión de la cámara en 9×10^{-3} mbar hasta finalizar el proceso manipulando la válvula de entrada de argón a la cámara.
		Disminuir y controlar la potencia reflejada en 0 W por medio del sintonizador de potencia incidente, hasta la operación Sellar el material
		Aumentar y controlar la potencia incidente en 55 W por medio del sintonizador de potencia incidente, hasta la operación Sellar el material
		Encender el módulo equipo de temperatura, aumentar y controlar la temperatura en el horno en 480°C por medio de la interfaz de mando V-I, hasta la operación sellar el material (El valor de la temperatura del horno se admite como el valor de la temperatura del sustrato)
		Adsorber átomos de vanadio y oxígeno sobre silicio
Encender y configurar el módulo equipo de oxígeno, permitir el ingreso de flujo oxígeno y controlar en 1 sccm su valor, hasta la operación Finalizar el proceso		
Esperar a que transcurra un tiempo de fabricación de 1 h 30 min, a partir de lograr las condiciones de: temperatura del horno, flujo de entrada de oxígeno, flujo de entrada de argón, potencia incidente, potencia reflejada y presión al interior de la cámara. Luego de transcurrir este tiempo se procede con la operación Sellar el material		
Sellar el material	Apagar el módulo equipo de radiofrecuencia	
	Aumentar y controlar la temperatura del horno (sustrato) en 490°C , y esperar a que transcurra un tiempo de sellado del material de 30 min	
	Mover el <i>shutter</i> 90° en el sentido de las manecillas del reloj	
Finalizar el proceso	Apagar el módulo equipo de temperatura	
	Apagar el módulo equipo de oxígeno	
	Desactivar el módulo equipo de Argón	
	Apagar la bomba turbomolecular	
	Apagar la bomba mecánica	
	Bajar los breakers que energizan la bomba turbomolecular, la fuente RF y enciende el indicador de presión	

		Desactivar el módulo equipo de refrigeración del equipo Abrir la válvula gasificadora de la cámara y extraer el material fabricado
OTRA INFORMACIÓN		
Fuente : Propia, Enero 2012		

Se realizó un modelado del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) en FISBATEM basados en la primera parte de la Norma ISA S88, con el fin de ilustrar su versatilidad de aplicación no solo en procesos industriales, sino también investigativos, como es el caso de este trabajo de pregrado, con lo que su modelado como proceso batch mejora las condiciones e información de producción.

4. APLICACIÓN, RESULTADOS Y ANÁLISIS DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ SOBRE SILICIO (100)

El proceso de fabricación que se realizó en este trabajo consta de cuatro lotes de películas delgadas de VO₂ / Si (100), donde cada lote corresponde a una película delgada de VO₂ / Si (100).

Los cuatro lotes del material se fabricaron así, dos lotes fueron fabricados siguiendo la información dada por la Norma ISA S88 y los otros dos lotes siguiendo el procedimiento actual de FISBATEM. Tanto las películas delgadas de los dos lotes ISA 88 como las de los dos lotes FISBATEM fueron fabricadas por los mismos operarios (2 parejas de estudiantes) del laboratorio de bajas temperaturas, siendo observados por los realizadores del presente trabajo de grado.

A continuación se consignan los resultados de la aplicación del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100), siguiendo la información dada por la Norma ISA S88 y el procedimiento actual de FISBATEM.

4.1. APLICACIÓN DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂/ SI (100) SIGUIENDO LA INFORMACIÓN DADA POR LA NORMA ISA S88

El 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 este trabajo, relaciona el modelo de proceso de la sección 3.3.1 del capítulo 3, con las acciones de control básico identificadas por los realizadores de este trabajo, 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. Este procedimiento se detalla en la tabla A.2.1 del anexo 2 "Procedimiento de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) por magnetron sputtering RF".

El procedimiento anterior se organizó, a su vez, dentro de un manual, ver anexo 3 "Manual del proceso de fabricación de películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) por magnetron sputtering RF", que dota al operario de la guía necesaria para la fabricación de un lote de películas delgadas de VO₂ / Si (100) en el equipo BALZER BAE 250, organizado en cuatro secciones. 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 (ver anexo 2). 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 y flujo de oxígeno cada 5 min.

Teniendo en cuenta el manual de proceso de fabricación descrito en el anexo 3, en la sección 4.1 del 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”, se presenta el desarrollo de la aplicación de este procedimiento a los dos lotes inicialmente propuestos más un lote adicional de películas delgadas; se debe tener en cuenta que la fabricación de los tres lotes hace uso de los valores de los parámetros consignados en la tabla 3.3 del capítulo 3.

Para la realización de los dos procedimientos se asignó el equipo BALZER BAE 250 durante un día a cada grupo de operarios, para la fabricación de los respectivos lotes de películas delgadas, así como la materia prima e insumos necesarios para la fabricación: target de vanadio 99.99% de pureza, silicio (100), argón y oxígeno de ultra alta pureza 99.999%.

Los dos lotes de películas delgadas FISBATEM se fabricaron en una semana empleando un día para la fabricación de cada uno de ellos, y en la siguiente semana se emplearon tres días para la fabricación de los tres lotes de películas delgadas ISA S88. En este trabajo los lotes de películas delgadas FISBATEM se fabricaron en un tiempo de 6 horas a 6 horas 30 min, mientras que los lotes de películas delgadas ISA S88 se fabricaron en un tiempo de 8 horas 30 min.

4.2. APLICACIÓN DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ / SI (100) SIGUIENDO EL PROCEDIMIENTO ACTUAL DE FISBATEM

Según lo acotado en el capítulo 3 este trabajo toma como procedimiento actual de FISBATEM, la tradición oral y los valores de los parámetros de fabricación del material presentados en la tabla 3.3. En la sección 4.2 del anexo 4 “Aplicación del procedimiento de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100) siguiendo la información dada por la Norma ISA S88 y procedimiento actual de FISBATEM”, se describe el desarrollo de la aplicación del procedimiento actual de FISBATEM a dos lotes de películas.

4.3. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE LA CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA DE LAS PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ / SI (100)

Se presenta a continuación los resultados de la caracterización eléctrica, gráfica RT, realizada a los dos lotes de película delgada de VO₂ / Si (100), fabricadas siguiendo el procedimiento actual de FISBATEM, y los tres lotes de película delgada de VO₂ / Si (100) fabricadas siguiendo la información dada por la Norma ISA S88. La caracterización eléctrica se realizó empleando el método de las cuatro puntas (ver sección 1.4.1).

En proyectos anteriores desarrollados en FISBATEM con películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100), en los cuales se realizó la caracterización eléctrica y por ende la gráfica RT de este material[5][6][7][48][49], emplearon un equipo cuyo objetivo principal es realizar pruebas a bajas temperatura, el cual utilizaba un dedo frío y un horno (aprox. - 200 ° C); el horno permite elevar la temperatura de manera que se podía realizar la caracterización eléctrica RT en las películas delgadas de VO₂ en el rango de 25 °C a 100 °C. Lamentablemente al realizar pruebas RT en este equipo, el adhesivo especial que

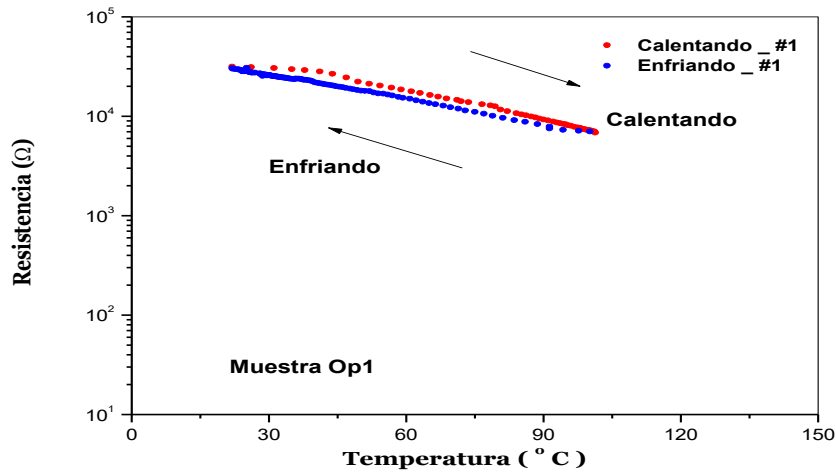
emplea el enrollamiento de manganina, no soporta una temperatura superior a 70 °C (el equipo está diseñado para bajas temperaturas), entonces el equipo sufría daño, se debía arreglar el sistema, y esto generaba costos para el laboratorio, además de acortar la vida útil de los equipos.

De manera que para la realización de la caracterización RT del material fabricado, se le dio uso a 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 °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 acopló la sonda a una fuente de corriente KEITHLEY y a un voltímetro KEITHLEY 195, y luego se utilizó el programa en LabView ya diseñado para la presentación de datos y curvas de resistencia en función de temperatura. Por lo tanto con esta mejora tecnológica introducida en este trabajo al método de las cuatro puntas realizado en FISBATEM se permite la realización de la caracterización eléctrica RT del material en un sistema que soporta temperaturas cercanas a los 300 °C, ver mayor información en el anexo 5.

4.3.1. Películas delgadas VO₂ / Si (100) fabricadas siguiendo el procedimiento actual de FISBATEM

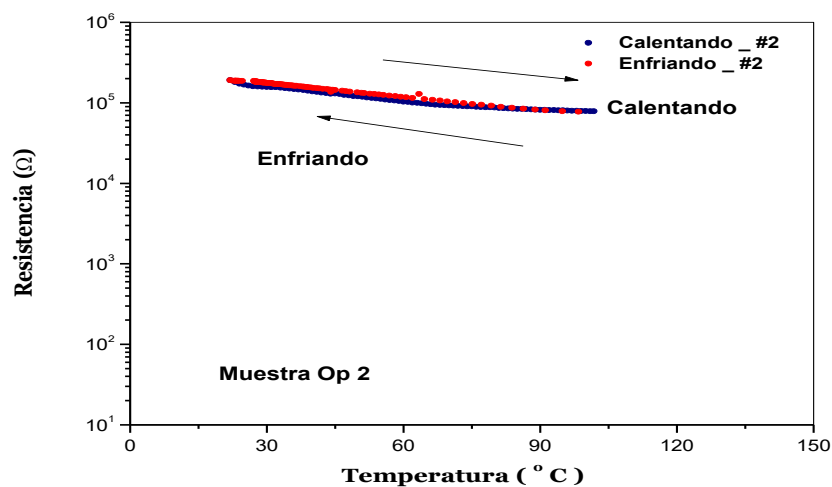
Investigaciones en películas delgadas de VO₂ han reportado una temperatura del MIT ~ 68 °C [51][52][53]. Investigaciones recientes en películas delgadas de VO₂ reportan variaciones alrededor de la temperatura del MIT de una decena de grados (~ 15 °C) [21] con respecto a la temperatura crítica, igualmente presentan películas delgadas con ancho de histéresis pequeño, 5 °C [54], como histéresis grandes de 10 °C - 20 °C [55]; la razón de las variaciones la han asociado al sustrato [56], a la temperatura del sustrato [57], a las tensiones al interior de la película debido a las orientaciones cristalográficas del sustrato [58], a la homogeneidad y regularidad en el tamaño de grano en la película delgada [6], a las condiciones de síntesis [59], y entre otras explicaciones [51].

A continuación se presenta la gráfica resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura (°C) de la película delgada de VO₂ / Si (100), fabricada siguiendo el procedimiento actual de FISBATEM_ prueba #1, y #2 las cuales corresponden a la gráfica 4.1, y la gráfica 4.2; las pruebas #1, #2 fueron fabricadas por operarios de FISBATEM.



Grafica 4.1. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de la película delgada de FISBATEM_ prueba #1.

El resultado de la prueba FISBATEM _ prueba #1 desplegado en la gráfica 4.1, no presenta un cambio abrupto en la resistencia eléctrica a una temperatura cercana a la temperatura crítica, por lo tanto no se evidencia un cambio estructural acompañado del MIT característico en el VO_2 [11][12][44][15][60]. A temperatura ambiente la película delgada presenta una resistencia eléctrica de $31\text{K}\Omega$, a $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ de temperatura este material presenta resistencia eléctrica con un valor de $7\text{K}\Omega$, mostrando una disminución en la resistencia eléctrica con el aumento en la temperatura, pero sin caídas abruptas en órdenes de magnitud.



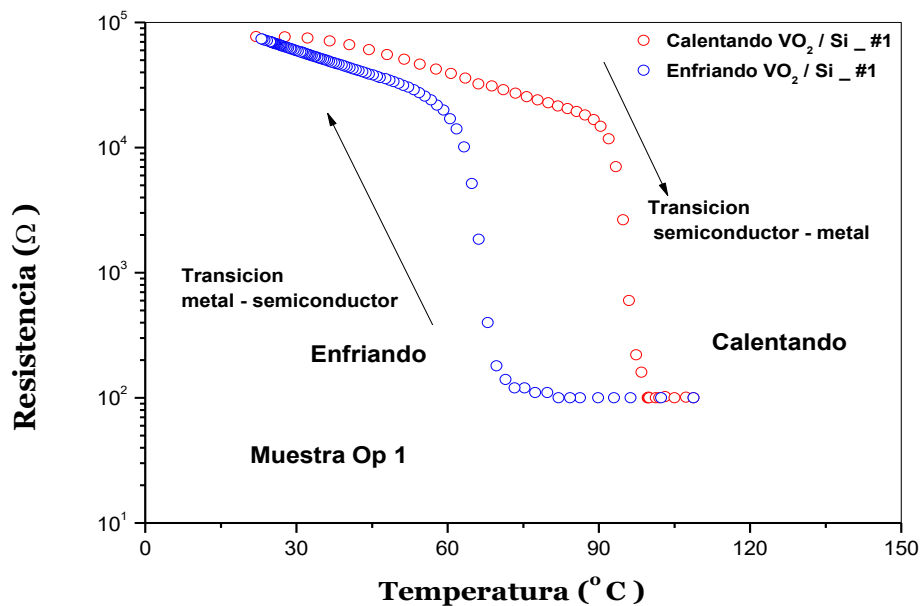
Grafica 4.2. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de la película delgada de FISBATEM¹⁴_ prueba #2.

¹⁴ Película delgada FISBATEM se refiere a películas delgadas de VO_2 / Si (100) fabricadas siguiendo el procedimiento actual de FISBATEM

El resultado de la prueba FISBATEM _ prueba #2, desplegado en la gráfica 4.2, no presenta un cambio abrupto en la resistencia eléctrica a una temperatura cercana a la temperatura crítica, al igual que FISBATEM _ prueba #1, nuevamente no se presenta el cambio abrupto en la resistencia eléctrica a la temperatura crítica, de manera que no se evidencia el cambio estructural que viene acompañado del MIT, siendo estos característicos del VO₂. A temperatura ambiente la película delgada presenta una resistencia eléctrica de 190KΩ, a 100 °C de temperatura este material presenta resistencia eléctrica con un valor de 79KΩ, mostrando una caída de la resistencia eléctrica con el aumento en la temperatura pero sin caídas abruptas en órdenes de magnitud.

4.3.2. Películas delgadas VO₂ / Si (100) fabricadas siguiendo la información dada por la Norma ISA S88

A continuación se presenta la gráfica resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura (°C) de la película delgada de VO₂ / Si (100), fabricada siguiendo la información dada por la Norma ISA S88_ prueba #1, #2. Las gráficas RT de la prueba #1 y #2 se presentan en las gráficas 4.3 y 4.5 respectivamente.



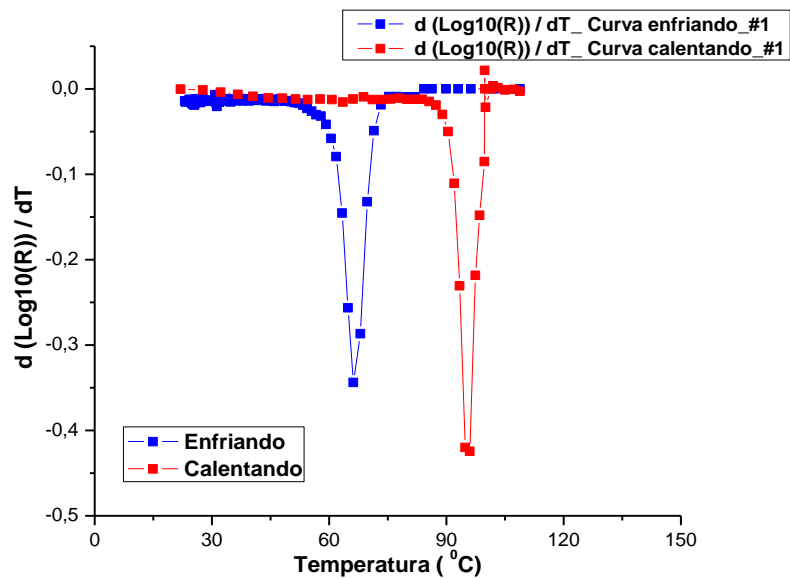
Gráfica 4.3. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura (°C) de la película delgada ISA S88¹⁵_ prueba #1.

El resultado de la prueba ISA S88 _ prueba #1, desplegado en la gráfica 4.3, presenta un cambio abrupto en la resistencia eléctrica en 3 órdenes de magnitud, además de un comportamiento reversible semiconductor – metal, permitiendo evidenciar el crecimiento

¹⁵ Película delgada ISA S88 se refiere a la película delgada de VO₂ / Si (100) fabricada siguiendo la información dada por la Norma ISA S88.

de VO₂ [11][12][44][15][60] sobre el sustrato de silicio (100). La grafica 5.3 muestra que 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.

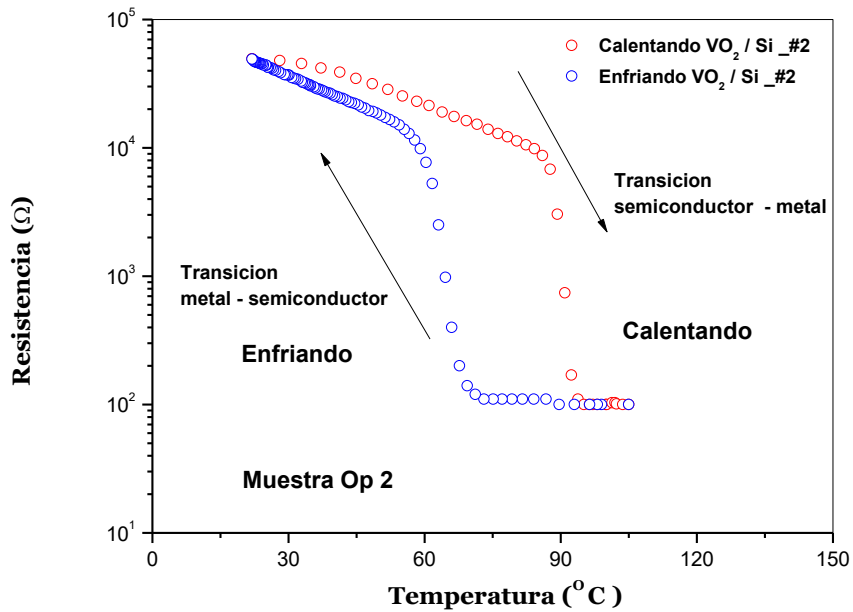
Las gráficas $d(\log_{10}R(T)) / dT$ permiten determinar la temperatura a la que se presenta el MIT, T_{MIT} , además del ancho del MIT o conocido en la literatura inglesa como MIT *width* de la curva enfriando y calentando. Para determinar el T_{MIT} y el ancho del MIT se procede a realizar $d(\log_{10}R(T)) / dT$, donde los puntos de la gráfica son puntos de datos, y la línea es el ajuste gaussiano cuyo mínimo y ancho determina el T_{MIT} y el ancho del MIT respectivamente [51]. La gráfica 4.4 presenta la $d(\log_{10}R(T)) / dT$ de la curva enfriando y calentando de la película de la prueba ISA S88_ prueba #1 de la gráfica 4.3.



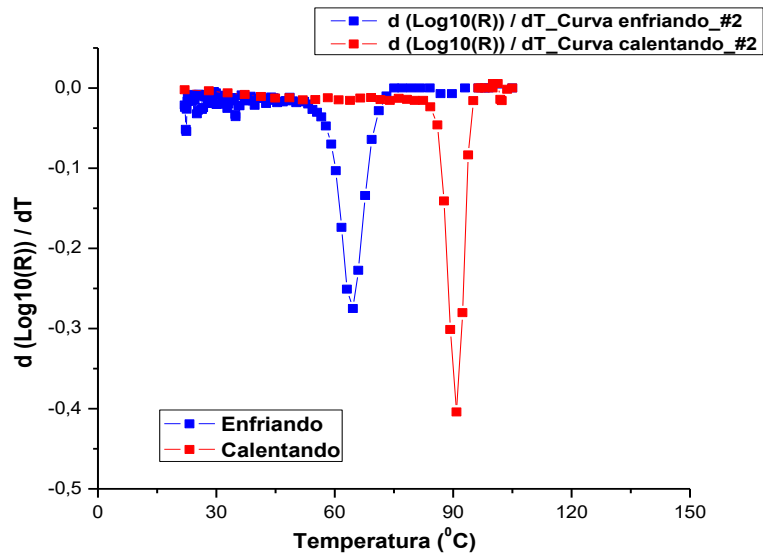
Grafica 4.4. $d(\log_{10} R(T)) / dT$ de la curva enfriando y calentando de la gráfica 4.3.

La gráfica 4.4 permite identificar como punto mínimo, el cual determina T_{MIT} , a 66.2 °C y ancho del MIT a 24.3°C de la curva enfriando, y el T_{MIT} a 96 °C y ancho del MIT a 20.8°C de la curva calentando.

La gráfica 4.5 presenta el comportamiento de la resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura (0C) de la película delgada ISA S88_ prueba #2 y la gráfica 4.6 presenta la $d(\log_{10}R(T)) / dT$ de la curva enfriando y calentando de la película de la prueba ISA S88_ prueba #2 de la gráfica 4.5.



Gráfica 4.5. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de la película delgada ISA S88_ prueba #2.



Gráfica 4.6. $d(\log_{10} R(T)) / dT$ de la curva enfriando y calentando de la gráfica 4.5.

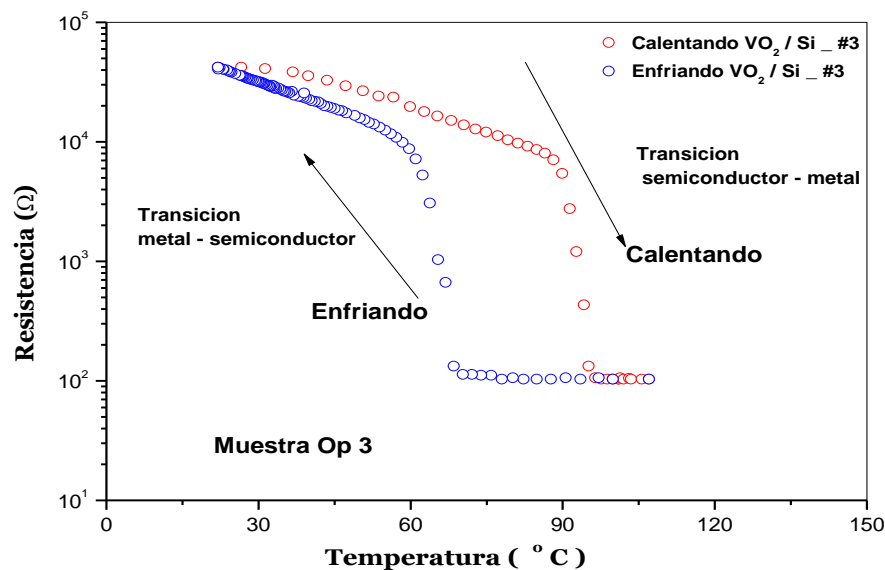
El resultado de la prueba ISA S88 _ prueba #2 desplegado en la gráfica 4.5, presenta un cambio abrupto en la resistencia eléctrica en 3 órdenes de magnitud, además de un comportamiento reversible semiconductor – metal, permitiendo evidenciar el crecimiento de VO_2 sobre el sustrato de silicio (100). La gráfica 4.5 muestra que la película delgada

ISA S88 _ prueba #2 tiene una resistencia eléctrica de 49.4 K Ω 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 K Ω y ancho de histéresis de la película delgada de 26.3 $^{\circ}$ C.

La gráfica 4.6 permite identificar como T_{MIT} a 64.6 $^{\circ}$ C y ancho del MIT a 23,8 $^{\circ}$ C de la *curva enfriando*, y una T_{MIT} a 92.9 $^{\circ}$ C y ancho del MIT a 20,3 $^{\circ}$ C de la *curva calentando*.

En FISBATEM debido a la importancia de corroborar el procedimiento una vez más, se permitió la fabricación de un tercer lote de película delgada de VO₂ sobre silicio (100), ISA S88_prueba #3, su aplicación se presenta en la sección 4.1 del Anexo 4 “Aplicación del procedimiento de fabricación de películas delgadas de VO₂ / Si (100) siguiendo la información dada por la Norma ISA S88 y procedimiento actual de FISBATEM”.

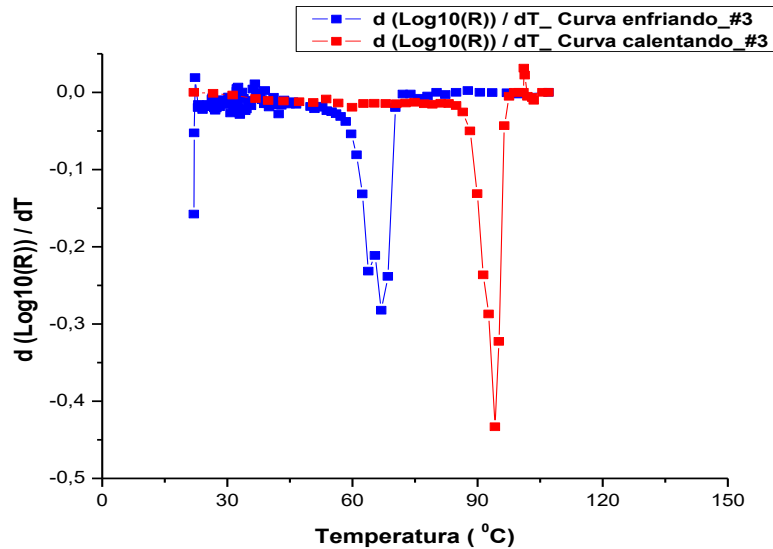
La gráfica 4.7 presenta el comportamiento de la resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}$ C) de la película delgada ISA S88_ prueba #3.



Grafica 4.7. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}$ C) de la película delgada ISA S88_ prueba #3.

El resultado de la prueba ISA S88 _ prueba #3, desplegado en la gráfica 4.7, 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, sobre sustrato de silicio (100). La grafica 4.7 muestra que 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 $^{\circ}$ C.

La gráfica 4.8 presenta la $d(\log_{10}R(T)) / dT$ de la curva enfriando y calentando de la película de la prueba ISA S88_ prueba #3 de la gráfica 4.7.



Gráfica 4.8. $d(\log_{10} R(T)) / dT$ de la curva enfriando y calentando de la gráfica 4.7.

La gráfica 4.8 permite identificar como T_{MIT} a 66.9 °C y ancho del MIT a 23.9 °C de la curva enfriando, y T_{MIT} a 94.2 °C y ancho del MIT a 20°C de la curva calentando.

Se debe recordar que tanto las películas delgadas ISA S88_ prueba #1, y #2 como FISBATEM _ prueba #1 y #2 fueron fabricadas por los mismo cuatro operarios del laboratorio (FISBATEM _#1 e ISA S88 _#1 pareja 1, FISBATEM _#2 e ISA S88 _#2 pareja 2); y la prueba #3 autorizada fue realizada por una tercera pareja (operario 3), correspondiente a los realizadores del presente trabajo de pregrado; de esta manera se buscaba que el proceso de fabricación dado por la Norma ISA S88 fuera corroborada una vez más y sus realizadores fueran tanto operarios de FISBATEM como los realizadores de este trabajo.

4.4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE LA PRUEBA DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X REALIZADA A PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ / SI (100)

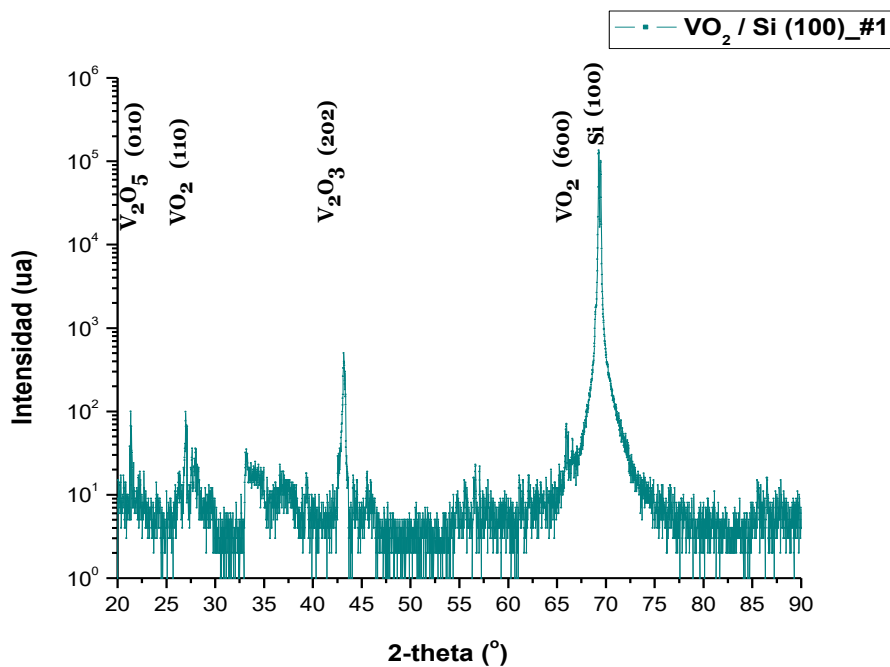
Se presenta a continuación los resultados de las pruebas de difracción de rayos X, realizados a los dos lotes de películas delgadas FISBATEM y a los tres lotes de películas delgadas ISA S88.

Las pruebas de difracción de rayos X se realizaron empleando el equipo BRUKER D8 ADVANCE y el programa Diffract Plus EVA 6.0 del Instituto Interdisciplinario de las Ciencias – IIC de la Universidad del Quindío. A partir de las tablas publicadas por el *Joint Committe on Powder Diffraction Standards*, se confirmaron los picos de reflexión que se presentan en los patrones de difracción obtenidos.

4.4.1. Películas delgadas de VO₂ / Si (100) fabricadas siguiendo el procedimiento actual de FISBATEM

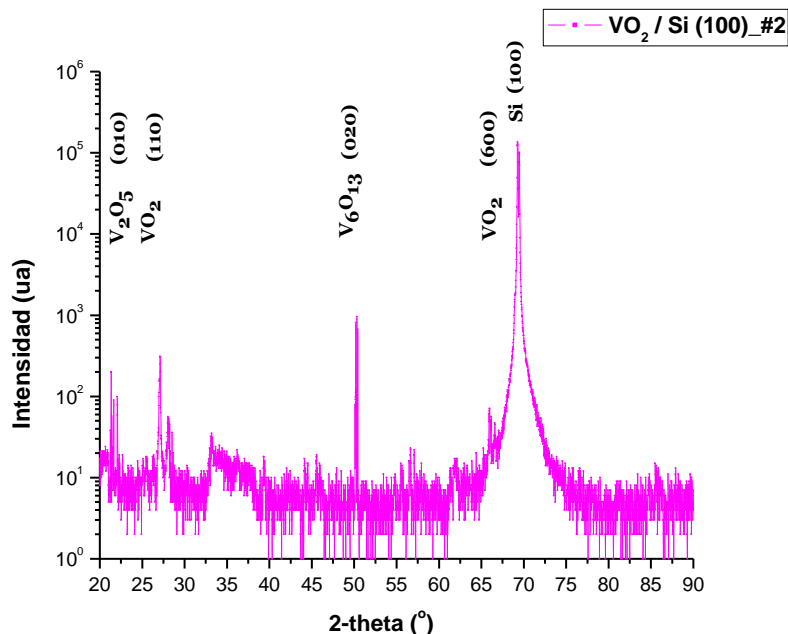
A continuación se presenta los resultados de las pruebas de difracción de rayos X, realizada a los dos lotes de películas delgadas FISBATEM_ prueba #1 y #2 las cuales corresponden a las gráficas 4.9 y 4.10.

La gráfica 4.9 presenta el patrón de difracción de rayos X de FISBATEM _ prueba #1, el cual presenta picos de Bragg con sus respectivos índices de Miller, estos picos son correspondientes a la reflexión de los planos (110), (600) a ángulos de $2\theta = 26.6$, $2\theta = 66.4$, además en este patrón de difracción de rayos X, se evidencia la existencia de picos “parásitos” adheridos a los picos principales, picos desconocidos y picos asociados a otras fases de óxidos de vanadio, tales como V₂O₅, V₂O₃, los cuales tienen intensidades considerables con respecto a las de los picos asociados al VO₂.



Gráfica 4.9. Patrón de difracción de rayos X de película delgada FISBATEM¹⁶_ prueba #1.

¹⁶ Película delgada FISBATEM se refiere a la película delgada de VO₂ / Si (100) fabricada siguiendo el procedimiento actual de FISBATEM.



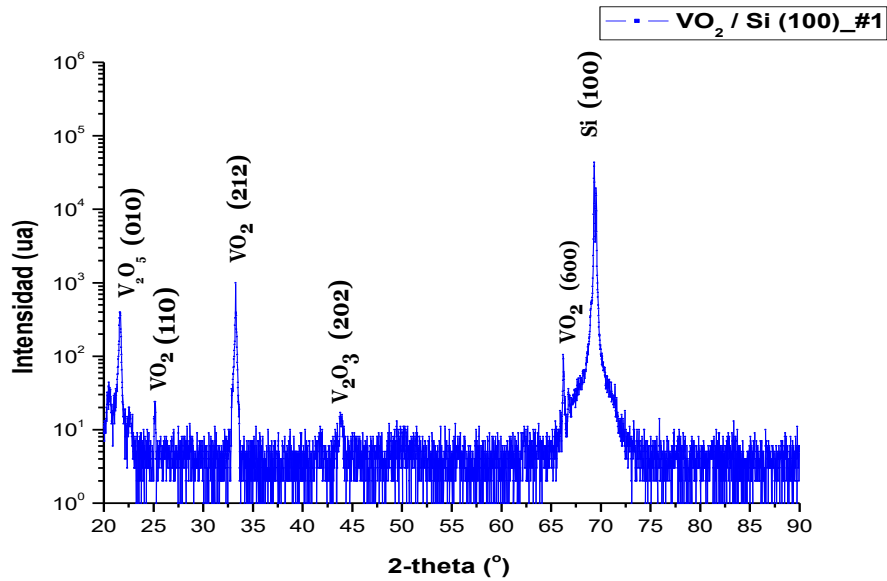
Gráfica 4.10. Patrón de difracción de rayos X de película delgada FISBATEM_ prueba #2.

En la gráfica 4.10 se muestra el patrón de difracción de rayos X de FISBATEM _ prueba #2, el cual presenta picos de Bragg con sus respectivos índices de Miller, estos picos son correspondientes a la reflexión de los planos (110), (600) a ángulos de $2\theta = 27.1$, $2\theta = 66.98$, además en este patrón de difracción de rayos X, se evidencia la existencia de picos “parásitos” adheridos a los picos principales, picos desconocidos y picos asociados a otras fases de óxidos de vanadio, tales como V_2O_5 , V_6O_{13} , los cuales tienen intensidades considerables con respecto a las de los picos asociados al VO_2 .

4.4.2. Películas delgadas $VO_2 / Si (100)$ fabricadas siguiendo la información dada por la Norma ISA S88

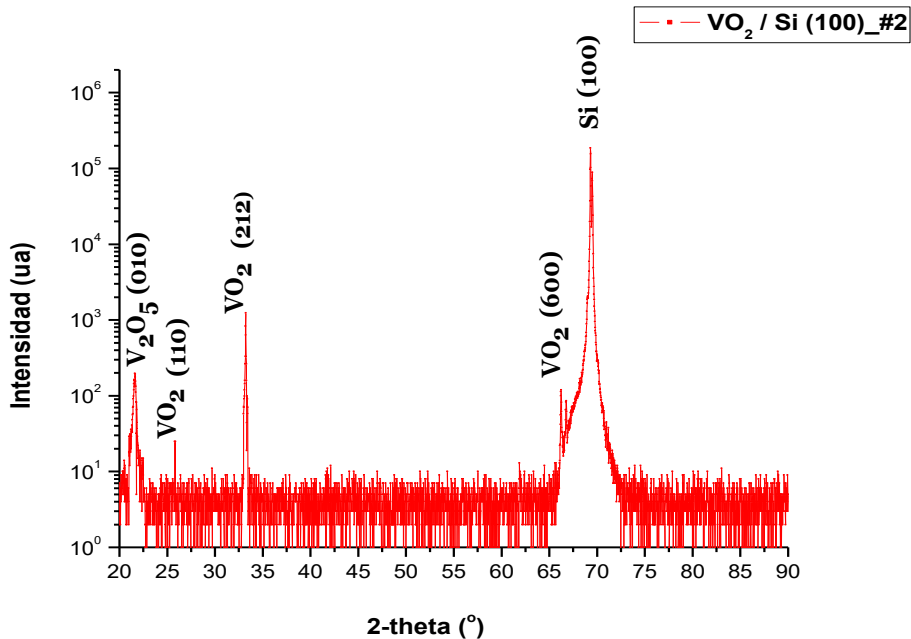
A continuación se presenta los resultados de las pruebas de difracción de rayos X, realizada a tres lotes de películas delgadas ISA S88_ prueba #1, #2, #3 las cuales corresponden a las gráficas 4.11, 4.12, 4.13 respectivamente.

En la gráfica 4.11 se muestra el patrón de difracción de rayos x correspondiente a ISA S88_ prueba #1, el cual presenta picos de Bragg con sus respectivos índices de Miller; estos picos de difracción son correspondientes a la reflexión de los planos (110), (212), (600) a ángulos $2\theta \approx 25.18$, $2\theta \approx 33.16$, $2\theta \approx 66.22$ respectivamente; también se muestra un pico de difracción correspondiente a V_2O_5 . Este óxido (V_2O_5) se asocia al ancho de histéresis que presenta la película delgada en el comportamiento RT [5] mostrado en la correspondiente grafica 4.3. Se debe tener en cuenta la intensidad considerable que se presenta en el plano (110), la cual se asocia a la caída de varios órdenes de magnitud en la resistencia eléctrica mostrada en la gráfica 4.3 [5]. Esta gráfica muestra un pico correspondiente a V_2O_3 con una pequeña intensidad, correspondiente al plano (202).



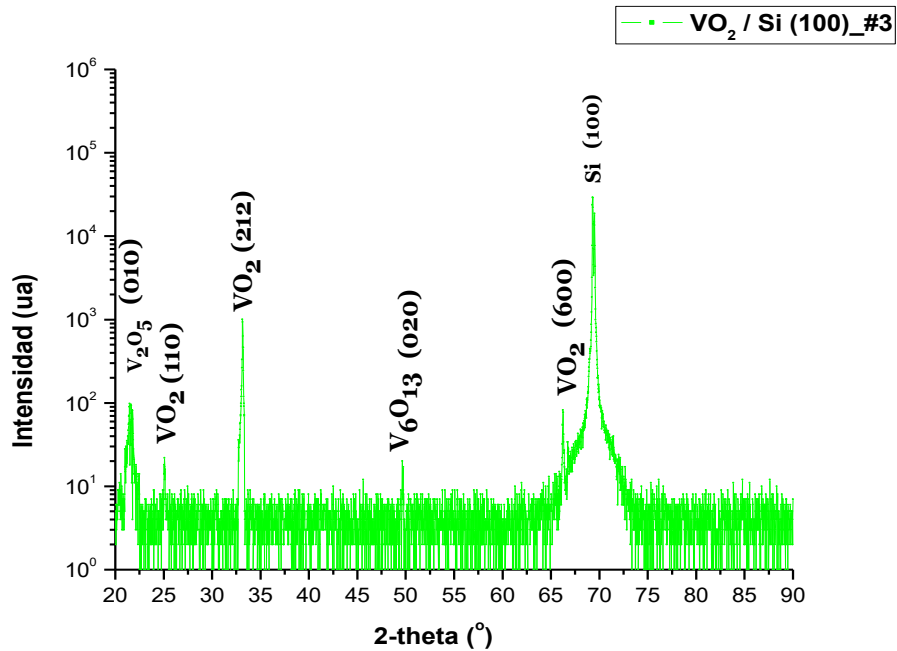
Gráfica 4.11. Patrón de difracción de rayos X de la película delgada ISA S88_ prueba #1.

En la gráfica 4.12 se muestra el patrón de difracción de rayos X de ISA S88_ prueba #2, el cual presenta picos de Bragg con sus respectivos índices de Miller; estos picos de difracción son correspondientes a la reflexión de los planos (110), (212), (600) a ángulos $2\theta \approx 25.80$, $2\theta \approx 33.22$, $2\theta \approx 66.22$ respectivamente; al igual que en la gráfica 4.11, pero con menor intensidad, se muestra un pico de difracción correspondiente a V₂O₅.



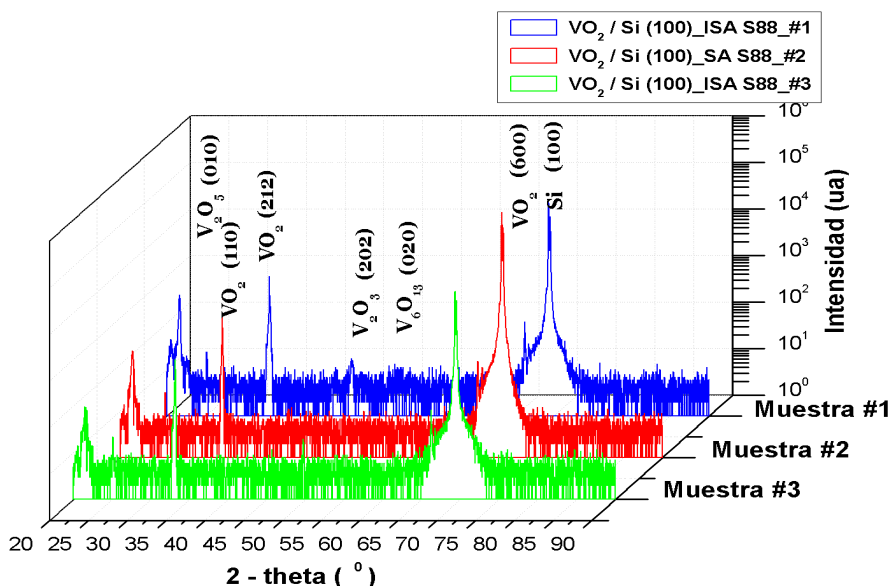
Gráfica 4.12. Patrón de difracción de rayos X de la película delgada ISA S88_ prueba #2.

En la gráfica 4.13 se muestra el patrón de difracción de rayos X de ISA S88_ prueba #3, el cual presenta picos de Bragg con sus respectivos índices de Miller; estos picos de difracción son correspondientes a la reflexión de los planos (110), (212), (600) a ángulos $2\theta \approx 25.08$, $2\theta \approx 33.14$, $2\theta \approx 66.24$ respectivamente; al igual que en la gráfica 4.12, pero con menor intensidad, se muestra un pico de difracción correspondiente a V_2O_5 ; esta gráfica muestra un pico correspondiente a V_6O_{13} con una pequeña intensidad correspondiente al plano (020).



Gráfica 4.13. Patrón de difracción de rayos X de la película delgada ISA S88_ prueba #3.

La gráfica 4.14 presenta los 3 patrones de difracción de rayos X, de las películas delgadas ISA S88_ prueba #1, #2, #3. En esta gráfica se muestra los picos de difracción correspondientes a planos (110), (212) y (600) con ángulos $2\theta \approx 25$, ≈ 33 y ≈ 66 se encuentran en todas las muestras con una intensidad considerable, siendo estos característicos de VO_2 . Las películas fueron crecidas sobre sustrato de silicio (100), el cual se muestra en los tres análisis, pico de difracción correspondiente a la reflexión en el plano (100) a ángulo de $2\theta \approx 70$.



Grafica 4.14. Patrón de difracción de rayos X de la película delgada ISA S88_ prueba #1, #2, #3.

4.5. EVALUACIÓN DE LA REPRODUCIBILIDAD EN LAS PROPIEDADES ELÉCTRICAS DE LAS PELÍCULAS DELGADAS DE VO₂ / SI (100)

La reproducibilidad¹⁷ es uno de los requerimientos fundamentales de un experimento en las ciencias naturales [61], evaluar la reproducibilidad del experimento hace parte de los estándares metodológicos básicos de esta [61]. Debido a la importancia de la reproducibilidad, en este trabajo se evalúan las propiedades eléctricas de las películas delgadas de VO₂ / Si (100), comparando tanto la medida de la resistencia eléctrica en función de la temperatura, es decir grafica RT, como los resultados de las pruebas de DRX¹⁸. En el proceso de comparación se usa como guía las publicaciones [62] y [63], que tratan aspectos de evaluación de la reproducibilidad en muestras. En [62] se evalúa de reproducibilidad de la energía en la interface, sustrato – recubrimiento metálico en forma de película delgada, en 3 muestras de sustrato polimérico (ABS) con recubrimientos de Cu, permitiendo calificar la reproducibilidad del valor de la energía en la interface de las muestras, según el valor de la desviación estándar del parámetro medido (energía en la interface) entre las muestras, siendo el 2% el valor de umbral más alto medido en las 3 muestras y utilizado como frontera de evaluación entre *alto* y *bajo grado de reproducibilidad*; en [63] se trata el tema de reproducibilidad en propiedades ópticas y TCR de películas delgadas de SnOx, en este artículo se procede a calificar la reproducibilidad mediante comparación de gráficas. En ambos trabajos los autores establecen la reproducibilidad de manera cualitativa como *alta* o *baja*.

A continuación se presenta el estudio de la reproducibilidad de las películas delgadas de VO₂ / Si (100) según norma ISA S88 por medio de un análisis cualitativo y cuantitativo, y

¹⁷La reproducibilidad en este trabajo de pregrado se trata desde la replicabilidad [61]

¹⁸ DRX → Difracción de Rayos X

para las películas delgadas fabricadas con FISBATEM solo por medio de un análisis cualitativo.

Para determinar la reproducibilidad en las propiedades eléctricas entre lotes de películas delgadas fabricadas según ISA S88, se realiza la comparación de las gráficas RT, luego se procede a la comparación de los resultados de las pruebas de difracción de rayos X, y en conjunto, se propone una evaluación del grado de reproducibilidad de las propiedades eléctricas de las películas delgadas de VO₂ / Si (100).

4.5.1. Evaluación de la reproducibilidad en las propiedades eléctricas de las películas delgadas de VO₂ / Si (100) fabricadas siguiendo la información dada por la Norma ISA S88

En este trabajo, con el fin de realizar el análisis cuantitativo de la reproducibilidad se propone un análisis estadístico, consistente en calcular la desviación estándar de una serie de datos de las gráficas RT 4.3, 4.5, 4.7, en puntos determinantes y comunes¹⁹, T_{MIT}, ancho del MIT de la *curva calentando y enfriando*, resistencia eléctrica en estado semiconductor²⁰ y en estado metálico²¹, además de la histéresis, y con los resultados del DRX, se relaciona este análisis con un grado de reproducibilidad en las propiedades eléctricas de las películas delgadas.

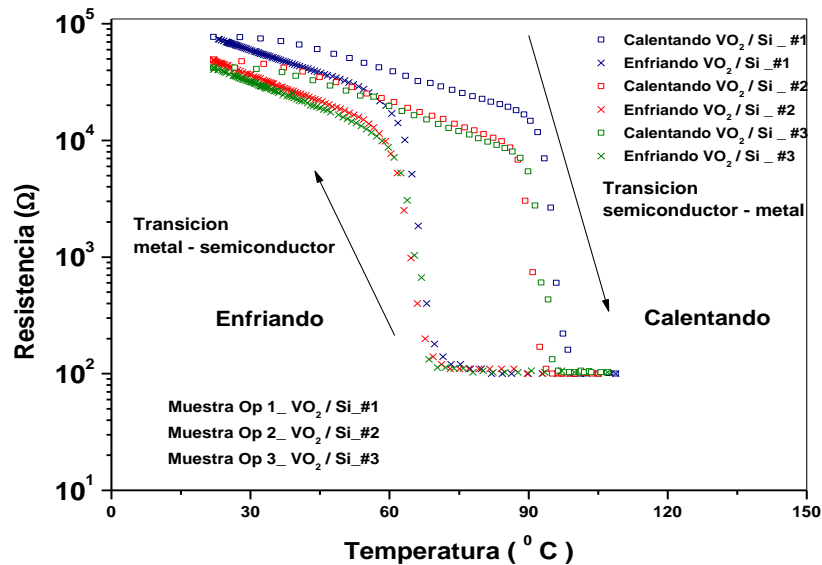
Para este trabajo, el grado de reproducibilidad se evalúa como *bajo* o *alto*; *alto*, cuando el valor de la desviación estándar en los puntos determinantes y comunes en las gráficas RT, sea menor o igual al 2% del valor más alto medido en estos puntos determinantes, teniendo en cuenta la similitud de los resultados de las pruebas de difracción de rayos X; se evalúa como *bajo* grado de reproducibilidad, cuando el valor de la desviación estándar sea superior al valor establecido anteriormente [62][63]; recordando que la estructura cristalina condiciona las propiedades que presenta el material [64].

En la gráfica 4.15 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.

¹⁹ Se define en este trabajo como punto determinante y común al T_{MIT}, ancho del MIT de la *curva enfriando y calentando*, resistencia eléctrica en estado semiconductor y estado metálico, además de la histéresis de la película delgada, presentados en las gráficas RT, de manera que permita relacionar las gráficas RT, correspondientes a las películas delgadas que se van a analizar, respecto a puntos comunes entre ellas.

²⁰El valor de la resistencia correspondiente al estado semiconductor, en este trabajo se toma al valor de resistencia eléctrica correspondiente a 20 °C.

²¹El valor de la resistencia correspondiente al estado metálico, en este trabajo se toma al valor de resistencia eléctrica correspondiente a 100 °C.



Gráfica 4.15. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de las películas delgadas ISA S88_ prueba #1, #2, #3.

La tabla 4.1, resume los valores de T_{MIT} , ancho del MIT de la *curva calentando, enfriando*, resistencia eléctrica en estado semiconductor ($T < T_C$) y en estado metálico ($T > T_C$), histéresis, de películas delgadas ISA S88_ prueba #1, #2, #3, además de la desviación estándar (DS) y el porcentaje de la desviación estándar respecto al valor más alto medido para cada punto.

Tabla 4.1 Valores del T_{MIT} , ancho del MIT de la *curva calentando, enfriando* y resistencia eléctrica, histéresis de películas delgadas ISA S88_ prueba #1, #2, #3.

Muestra ISA S88	Enfriando ($^{\circ}\text{C}$)		Calentando ($^{\circ}\text{C}$)		Resistencia eléctrica (Ω)		Histéresis ($^{\circ}\text{C}$)
	T_{MIT}	Ancho del MIT	T_{MIT}	Ancho del MIT	Estado Semiconductor	Estado Metálico	
Muestra #1	66.2	24,3	96	20.8	76.27 K	101	26.7
Muestra #2	64.6	23.8	92.9	20.3	41.1 K	100	26.3
Muestra #3	66.9	23.9	94.2	20	42.13 K	103	25.8
Σ	197.7	72	283.1	61.1	159.5	304	78.8
Desviación Estándar (DS)	1.17	0.26	1.55	0.40	20.1K	1.52	0.45
Porcentaje de la DS con respecto al valor más alto medido (%)	1.74	1.06	1.61	1.92	26.35	1.47	1.68

Los resultados de la prueba de DRX presentes en la gráfica 4.14 permiten corroborar que las tres películas delgadas ISA S88 #1, #2, #3, presentan picos de difracción correspondientes a la reflexión de los planos (110), (212), (600) con ángulos $2\theta \approx 25, \approx 33$

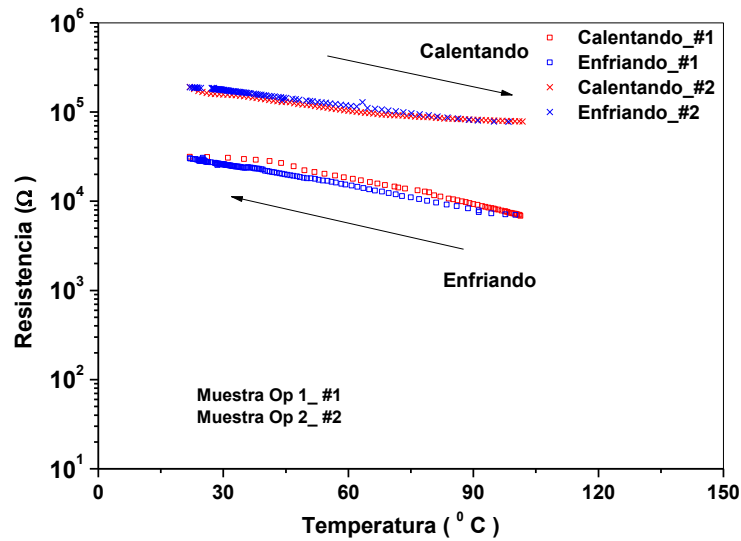
y ≈ 66 que se encuentran en todas las muestras con una intensidad considerable, siendo estos característicos de VO_2 , además de presentarse el pentóxido de vanadio (V_2O_5) en las tres muestras, así como picos desconocidos pero con intensidades despreciables.

La tabla 4.1 muestra que la desviación estándar de datos analizados, T_{MIT} , ancho del MIT, la resistencia eléctrica en estado metálico y semiconductor, histéresis, de las películas delgadas es menor del 2% del valor más alto medido respecto a cada dato correspondiente. En cuanto a la resistencia eléctrica – estado semiconductor esta presenta una desviación estándar cercana al 20% de valor más alto medido²²; teniendo en cuenta el anterior análisis se evalúa el grado de reproducibilidad como *alto* [62][63], en las propiedades eléctricas de las películas delgadas ISA S88, siendo esta reproducibilidad apoyada por medio de los resultados de la prueba de difracción de rayos X; teniendo en cuenta que la estructura cristalina de un material dictamina el comportamiento de este frente a diferentes excitaciones externas [64], el resultado similar en cuanto a la caracterización estructural por medio de rayos X, gráfica 4.14, permite corroborar los resultados obtenidos y presentados en la gráfica 4.15.

A continuación se permite evaluar el grado de reproducibilidad de los lotes de películas delgadas de VO_2 / Si (100) fabricadas según FISBATEM, teniendo en cuenta que las gráficas 4.1 y 4.2, correspondientes a las pruebas #1 y #2, no presentaron el comportamiento característico de VO_2 , de manera que a pesar de esto se presenta la gráfica 4.16, en la cual se compara los comportamientos RT de las películas delgadas.

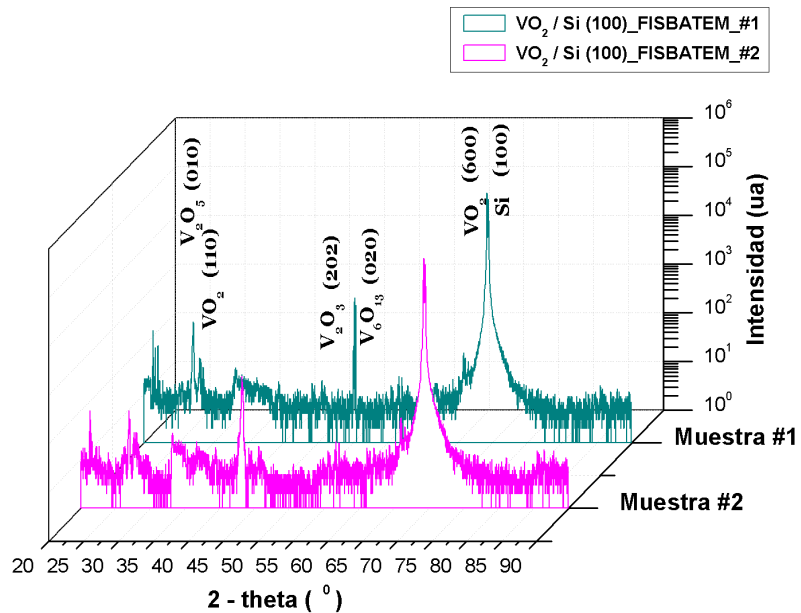
Teniendo en cuenta lo anterior, a la evaluación de reproducibilidad en las propiedades eléctricas correspondiente a las películas delgadas FISBATEM, más que darle una calificación o concepto de *alto* o *bajo grado de reproducibilidad* como ha sido planteado en este trabajo, se trata de analizar las condiciones que se presentaron para que no se evidenciara o no se permitiera el crecimiento de la película delgada de VO_2 sobre sustrato de silicio (100) en esos lotes.

²²El porcentaje que corresponde a la DS en el valor más alto medido en la resistencia eléctrica en estado semiconductor, muestra un valor superior al 2% establecido, este resultado se puede asociar a la naturaleza de la película delgada de VO_2 / Si (100) debido a que los cambios en la temperatura ambiente inciden en el comportamiento eléctrico, por lo que un 20% no descalifica su reproducibilidad eléctrica entre ellas.



Grafica 4.16. Resistencia eléctrica (Ω) vs temperatura ($^{\circ}\text{C}$) de la película delgada FISBATEM_ prueba #1, #2.

La gráfica 4.17 presenta la comparación de las pruebas de DRX de las películas delgadas de VO_2 / Si (100) fabricadas según FISBATEM, mostradas en las gráficas 4.9 y 4.10.



Grafica 4.17 Patrón de difracción de rayos X de la película delgada FISBATEM_ prueba #1, #2.

En las gráficas 4.16 y 4.17 se presenta la comparación de los comportamientos RT y DRX de las películas delgadas FISBATEM; en las cuales se evidencia un comportamiento no

característico del VO₂. Entre las cuales esta investigación resalta la importancia de la limpieza, preparación de equipos y documentación, debido a que aspectos como:

- La falta de una buena limpieza de la cámara de la BALZER,
- La mala manipulación y deficiente limpieza de componentes,
- Cambios bruscos en forma de escalón para las consignas de las variables controladas,
- No utilización de implementos de seguridad para el cuidado del equipo y operarios, y
- En general, ausencia total de documentación sobre la planta, los equipos y recomendaciones propias de fabricación,

Permiten sustentar las razones por las cuales no crece una película delgada de VO₂ sobre sustrato de silicio (100) según el procedimiento FISBATEM.

Este trabajo de pregrado evalúa como *bajo grado de reproducibilidad* las propiedades eléctricas de las películas delgadas fabricadas según FISBATEM, a pesar que no debería de ser evaluado debido a que no se trata del mismo material.

CONCLUSIONES

En este trabajo de grado se crecieron cinco (5) películas delgadas VO_2 , que se fabricaron por medio de dos procedimientos: dos (2) empleando el procedimiento denominado “actual de FISBATEM”, el cual fue recuperado de la tradición oral por los realizadores del presente trabajo, y tres (3) usando el procedimiento de fabricación modelado por los autores de acuerdo a las recomendaciones de la Norma ISA S88.

El objetivo general de este trabajo es “Estructurar el proceso de fabricación de películas delgadas de óxido de vanadio sobre sustrato de silicio por medio de Magnetron Sputtering RF, mediante la aplicación de la Norma ISA S88, con el fin de permitir un grado de reproducibilidad en las propiedades eléctricas de la película delgada de óxido de vanadio”. En el desarrollo del mismo, se organizó la información del proceso, de la planta y del procedimiento en los modelos de proceso, físico y de control procedimental, respectivamente, según la jerarquía de la primera parte de la Norma ISA S88, además de la definición de un recípe maestro establecido a partir del procedimiento; al organizar la información del proceso se suministra la terminología y modelos necesarios para permitir la fabricación de lotes de películas delgadas en el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas – FISBATEM con requerimientos de producción batch.

En el desarrollo del modelado ISA 88 del proceso se organizó la información de la planta en 6 sistemas, con una descripción detallada de cada uno de los sistemas en sus componentes y equipos, variables y esquema de control ejercido sobre cada una de ellas, con lo cual se permite la identificación de las partes que constituyen esta planta de producción batch en el proceso, información utilizada en el crecimiento de películas delgadas no solo de VO_2 sino de otros materiales.

El procedimiento denominado “actual FISBATEM”, el cual se definió para la realización de este trabajo como la tradición oral junto con los valores en los parámetros para la fabricación presentados en la tabla 3.3 (recopilados y organizados por los presentes autores), consta de 20 pasos los cuales describen de manera general el procedimiento de fabricación de películas delgadas usado en la BALZER BAE 250 dentro del laboratorio, pero sin ser aplicados directamente al crecimiento de VO_2 sobre sustrato de silicio (100). Adicionalmente el procedimiento sacado de la tradición oral no expresa claramente las normas o pasos a realizar para la protección del equipo y del operario durante todo el proceso de fabricación del material. Tanto el procedimiento actual FISBATEM como procedimiento de fabricación de películas delgadas de VO_2 / Si (100) siguiendo la información dada por la Norma ISA S88 usan los valores de los parámetros consignados en la tabla 3.3.

El procedimiento de fabricación de películas delgadas de VO_2 / Si (100) siguiendo la información dada por la Norma ISA S88, además de presentar de manera detallada el procedimiento para la fabricación de material en forma de película delgada de VO_2 / Si (100), contiene la información necesaria para la protección del equipo y del operario, así como las acciones que debe ejecutar el operario en casos de emergencia, tales como el corte del flujo continuo de agua, energía eléctrica, entre otros, y sugerencias de manera que le permitan obtener un material de manera eficiente y óptima, en total esta

información y las recomendaciones consta de 70 pasos, descritos en una columna denominada recomendaciones. Estas recomendaciones están asociadas o corresponden actividades de control básico, descritos en la columna actividad de control básico, en total son 76 actividades de control básico, y éstas a su vez están asociadas a acciones de proceso, en total son 9 acciones de proceso, descritas en una columna denominada acción de proceso.

Tras modelar el proceso bajo el estándar ISA S88, se observó que operarios que fabricaron lotes de películas delgadas de óxido de vanadio 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; mientras que los mismos operarios omitieron atender con rigurosidad los criterios mencionados, cuando únicamente se contaba con la información de fabricación que proveía el laboratorio.

Los análisis de Resistencia en función de Temperatura y Difracción de Rayos X, que se realizaron a las tres (3) películas fabricadas siguiendo el procedimiento de fabricación bajo el estándar ISA S88, muestran un comportamiento característico del dióxido de vanadio sobre silicio (100) con un alto grado de reproducibilidad en las propiedades eléctricas, todas obtenidas en un tiempo promedio de 8 horas 30 min en un única pasada. Es de destacar que cada procedimiento se llevó a cabo en un único intento en cada uno de ellos, sin generar pérdida de tiempo ni de insumos.

Las dos (2) películas fabricadas con la información del procedimiento oral, denominado procedimiento actual en FISBATEM, no cumplen con los requerimientos técnicos de películas delgadas de VO_2 ; con lo que se concluye que la organización de la información del proceso de fabricación bajo el estándar ISA S88.1, mejoró la eficiencia en la fabricación de estas películas dotándolas de características y propiedades similares. Las películas FISBATEM se fabricaron en un tiempo de 6 horas a 6 horas 30 min. Cabe mencionar que a pesar de que el tiempo es mucho menor que el consumido al desarrollar los lotes de películas delgadas ISA S88, esto no representa ninguna ventaja ya que el producto final no corresponde a una película delgada de VO_2 .

En este trabajo de grado se identificaron cuatro aspectos importantes los cuales, a criterio de los autores del presente trabajo, permiten la fabricación de películas delgadas de VO_2 / Si (100) con propiedades eléctricas reproducibles, los cuales se enumeran a continuación:

1. Limpieza del equipo, componentes y herramientas: esta tarea es de vital importancia, de esta depende en buena medida que las películas delgadas se fabriquen con la menor cantidad de contaminantes superficiales provenientes de los componentes internos o del cuerpo de la cámara; la limpieza favorece que el producto se componga básicamente del sustrato, del *target* y del gas reactivo, y no de impurezas provenientes de una mala limpieza.
2. Documentación del proceso: la adecuada organización de la información relacionada con la planta y el proceso permite que el operario tenga claridad de lo

que hace y use los procedimientos correctos. La documentación de la planta y el proceso según ISA 88, se complementan con: primero una serie de recomendaciones necesarias para el cuidado y seguridad del operario y el equipo, segundo una lista de chequeo y la planilla de registro del proceso, y tercero procedimientos que se debe tener en cuenta antes y durante el proceso de fabricación o en caso de falla del equipo y/o el proceso.

3. Establecer valores de las variables y parámetros: antes de la fabricación se deben escoger los rangos y valores de trabajo que permitan el crecimiento de películas de óxido de vanadio sobre sustrato de silicio, ya que la mala escogencia de estos conduce a que se crezca un material totalmente diferente.
4. Control en las variables presentes: es importante hacer control periódico de las variables a lo largo del proceso, ya que esto conduce a que las películas crezcan con características y propiedades similares entre ellas, aumentando el grado de reproducibilidad del lote o batch.

Un aspecto que no necesariamente garantiza la reproducibilidad, pero si afecta el trabajo en el laboratorio es la seguridad del equipo y del operario: la importancia de la seguridad del operario frente a este proceso, radica en que el Vanadio es catalogado como tóxico, por lo tanto en este trabajo se sugirió e implementó medidas de seguridad tales como utilización de guantes y mascarilla de seguridad, además de bata de laboratorio en todo el proceso de fabricación. Con respecto al equipo, aspectos importantes, tales como la identificación de los sistemas y etiquetado de los componentes internos de la planta permiten que el operario realice el procedimiento en los equipos designados para tal fin.

Para la caracterización realizada a los lotes de películas delgadas fabricadas en este trabajo, se emplearon dos técnicas: Difracción de Rayos X realizada en el Instituto Interdisciplinario de las Ciencias de la Universidad de Quindío, y comportamiento Resistencia vs Temperatura (RT) realizado en el Laboratorio FISBATEM de la Universidad del Cauca. Para la realización RT se utilizó inicialmente el equipo de caracterización RT de bajas temperaturas que existe en el laboratorio, el cual está diseñado para caracterización en el rango de temperatura de $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta $40\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sin embargo este rango no era adecuado para la caracterización de las muestras obtenidas, por lo que las curvas RT inicialmente obtenidas quedaban incompletas. Por lo que los autores del presente trabajo diseñaron e implementaron un nuevo equipo de caracterización RT a altas temperaturas, este involucro: primero usar un horno de $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ con termocupla tipo K tomado de una cámara de sputtering, segundo diseñar e instalar un soporte - sonda de altas temperaturas para la transmisión de señales V-I (probado hasta $400\text{ }^{\circ}\text{C}$), tercero realizar la energización del horno por medio de una fuente de voltaje, cuarto medición de la temperatura del horno utilizando un controlador Eurotherm como indicador, quinto conexión del nuevo equipo al programa en LabView ya existente. De esta forma se logró contar con un nuevo equipo que no solo soporta el rango de temperatura requerido para el presente trabajo ($25\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $100\text{ }^{\circ}\text{C}$) sino temperaturas de hasta $800\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Finalmente 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.

Trabajos futuros

Plantear como trabajo de grado realizar el control en lazo cerrado de la temperatura del sustrato, además de colocar a punto el sistema de oxígeno, ya que aumentaría las probabilidades de éxito en el crecimiento de las películas delgadas, incluso si el operario no es experto en el tema.

Continuar con la investigación de las películas delgadas de VO₂ sobre silicio (100) y proponer el desarrollo de dispositivos electrónicos con este material, ya que FISBATEM cuenta con los equipos necesarios para tal fin.

Continuar con el trabajo interdisciplinario entre estudiantes de Ingeniería en Automática Industrial y estudiantes de Ingeniería Física o carreras afines, para trabajar en conjunto en procesos de laboratorio, para el desarrollo y mejoramiento de los mismos.

Bibliografía

1. L. Escobar, "Ablación láser de óxidos: Síntesis y caracterización de películas delgadas", Tesis de doctorado, Universidad Autónoma del Estado de México, 1999.
2. J. López, "Depósito y Caracterización de películas delgadas de materiales con aplicaciones en cátodos para micro-baterías recargables de litio", U. A. del Estado de México, México, 2007.
3. L. Escobar, E. Campus y S. Romero, "Plasmas producidos por un láser para la formación de películas delgadas", Contacto Nuclear, Volumen 35, pp 4, 2004.
4. J. Albella, "Laminas delgadas y recubrimientos: preparación, propiedades y aplicaciones", Concejo superior de investigaciones científicas, Madrid, España, 2003.
5. J. Arias y J. Garcés, "Efecto de la temperatura del sustrato sobre las propiedades eléctricas de películas delgadas de dióxido de vanadio (VO_2) crecidas por magnetron sputtering RF", tesis de pregrado, Universidad del Cauca, Popayán, Colombia, 2007.
6. J. Morales, "Efecto del sustrato en las propiedades eléctricas de películas delgadas de dióxido de vanadio crecidas por magnetron sputtering RF", tesis de pregrado, Universidad del Cauca, Popayán, Colombia, 2007.
7. M. Cordoba, H. Coy, "Fabricación, caracterización eléctrica y óptica de películas delgadas de dióxido de vanadio VO_2 para su aplicación en ventanas inteligentes", tesis de pregrado, Universidad del Cauca, Popayán, Colombia, 2005.
8. F. Morin, "Oxides which show a Metal-to-Insulator Transition at the Neel Temperature" *Physical Review Letters*, vol. 3, pp 34-36, 1959.
9. Z. Wu, et al., "Fundamentals of vanadium oxide thin films as possible components of intelligent windows", *Revista Materiales para la Construcción*, vol. 49, pp 5 - 15, 1999.
10. Página web, <http://es.wikipedia.org/wiki/Vanadio>, visitada 30 de enero de 2012.
11. G. Nihoul, et al., "Application of static concentration waves Theory to structural transitions in some oxides", *Journal solid state ionics*, vol. 117, pp 105, 1999.
12. 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.
13. B. Chae, et al., "fabrications and electrical proprieties of pure VO_2 phase film", *Journal of the Korean Physical Society*, vol. 44, pp 884 – 888, 2004.
14. H. Wang, et al., "fabrication of vanadium oxide micro – optical switches", *journal sensor and actuator A physical*, vol.122, pp 108 – 112 , 2005.
15. E. Volker, "The metal-insulator transitions of VO_2 : A band theoretical approach", Universitat Augsburg, 2002.

16. M. Becker, et al., "Femtosecond laser excitation of the semiconductor-metal phase transition in VO₂", *Applied physics letters*, vol. 65, pp 1504, 1994.
17. S. Koike, et al., "Characterization of sputtered vanadium oxide films for lithium batteries", *Journal of Power Sources*, vol. 81-82, pp 581-584, 1999.
18. M. Saeli et al., "Optimisation of Thermochromic thin film on glass; design of intelligent windows", *Journal Advances in Science and Technology*, vol. 75, pp 79-90, 2010.
19. J. Greeg, et al., "The effect of applied strain on the resistance of VO₂ thin films", *Applied Physics Letters*, vol. 71, pp 3649, 1997.
20. D. Thanh, et al, "Structural formation And Raman scattering spectrum of Vanadium oxide thin films made by electron beam deposition", Institute of Materials Science, Vietnam, 1998.
21. J. Lappalainen, et al., "microstructure dependent switching properties of VO₂ thin films", *Journal Sensor and Actuator A physical*, vol.142, pp 250 - 255, 2008.
22. A. Boiarski, "Crecimiento de filmes finos de oxidó de vanádio depositados electroquímicamente", tesis doctoral, Universidade federar do parana, curiba, Brasil, 2010.
23. Galy. A "Proposal for (B) VO₂→(A) VO₂ Phase Transition: A Simple Crystallographic Slip", *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 148, pp. 224 ,1999
24. J. Schreckenbach, et al, "Microstructure study of amorphous vanadium oxide films", *Applied Surface Science*, vol. 143, pp 6-10, 1999.
25. S. Sandoval-Ibarra, "El silicio y sus propiedades como material sensor", *revista mexicana de física*, vol. 47, pp 107 – 115, 200.
26. D. Askeland, "Ciencia e ingeniería de los materiales", International Thompson editores, 1998.
27. V. Kaajakari, "silicon as an anisotropic mechanical material", tutorial, página web <http://www.kaajakari.net>, 2001.
28. D. Cáceres, "Estudio de las propiedades mecánicas en monocristales y láminas delgadas de MgO mediante la técnica de nanoindentación", tesis doctoral, Universidad autónoma de Madrid, Madrid, España, 2002.
29. J. Sánchez, "Deposición de capas constituyentes de estructuras multicapa con funciones controlables eléctricamente", tesis doctoral, universidad de Zaragoza, España, 2005.
30. D. Mattox, "Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing", noyes publications, 1998.
31. C. Prados, "Sistemas magnéticos artificiales obtenidos mediante pulverización catódica: películas delgadas amorfas de TbFe y multicapas de Ni/Co", tesis doctoral, Universidad Complutense de Madrid, España, 1995.
32. M. Heaney, "Electrical conductivity and resistivity", huladyne research, 2000.
33. BALZER, High vacuum deposition system BAE 250, 1985.
34. ALCATEL, Rotary vane pumps PASCAL Series, pp 20.

35. Advanced Energy, RFX 600A User Manual, 2007.
36. MKS, MKS Type 1179 Mass – Flow Controller, MKS Company, 1999.
37. MKS, MKS Type 247D Four – Channel Readout, MKS Company, 1997.
38. J. Flórez, “Ingeniería Conceptual”, apuntes del curso de Instrumentación Industrial, Universidad del Cauca, Popayán Colombia, 2009.
39. Conversación realizada con el Dr. G. Bolaños, enero de 2012.
40. 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.
41. J. Ortiz, et al., “Análisis morfológico por microscopia de fuerza atómica en películas delgadas de VO₂”, *Revista de la Sociedad Colombiana de Física*, Vol. 41, 2009.
42. G. Bolaños, et al., “electrical and optical properties of VO₂ thin film”, *Physica status solid-c*. 2007.
43. A. Guerrero, et al. “Propiedades eléctricas de películas delgadas de óxido de vanadio”, *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, vol. 3, 2009.
44. J. Cui, et al., “Structure characterization of vanadium oxide thin film prepared by Magnetron Sputtering Methods”, *Journal Applied Surface Science*, vol. 133, pp 225 – 229, 1998.
45. J. Lee, et al., “Effect of O₂ concentration on metal – insulator transition properties of vanadium oxide thin films prepared by radio frequency magnetron sputtering”, *Journal Thin Film Solid*, vol. 515, pp 7740 – 7743, 2007.
46. S. Chen. , et al., “Optical switch based on vanadium oxide thin film”, *Journal Infrared Physics & technology*, vol. 45, 239 – 242, 2004.
47. A. Khodin, et al., “Synthesis and characterization of vanadium oxide films by post-oxidation and reactive sputtering”, *Journal Materials science & engineering B*”, vol. 141, pp 108 – 114, 2007.
48. C. Quinayas, “Fabricación y caracterización magnética de películas delgadas de VO₂”, tesis de pregrado, Universidad del Cauca, 2005.
49. A. Guerrero, “Fabricación de películas delgadas del sistema V-O y estudio de sus propiedades magnéticas”, tesis de pregrado, Universidad del Cauca, 2007.
50. The International Society of Automation, “Batch Control Part 1: Models and Terminology”, United States of America, July, 2006.
51. S. Ramanathan, “Handbook thin film metal – oxides”, Springer, pp.65, 2010.
52. P. Jin, et al., “Dependence of microstructure and thermochromism on substrate temperature for sputter – deposited VO₂ epitaxial film“, *Journal vacuum science technologyA*, vol. 15, pp 1113 – 117, 1997.
53. P. Laou, F. Gan, “Optical and electrical properties of sputtered vanadium oxide film”, *Journal vacuum science technology A*, vol. 22, pp 879 – 882, 2004.
54. J. Shu, et al., “Semiconductor metal phase transition in the nucleation and growth of VO₂ nanoparticles and thin film”, *Journal applied physics*, vol. 96, pp 1209 – 1213, 2004.

55. E. Filho, et al., "Thermal hysteresis characterization through blind deconvolution" 17-th conference of systems, signals and image processing, 2010.
56. G. Garry, et al., "Structural, electrical and optical properties of pulse laser deposited VO₂ thin film on R - and C - sapphires planes", *Thin Solid Film*, vol. 427, pp 453 – 454, 2004.
57. X. Wei, et al., "Influence of substrate temperature on the morphology and thermal resistance of vanadium oxide thin film", *sixth international conference on thin film physics and applications*, 2008.
58. Y. Muraoka, et al., "Large modification of the metal-insulator transition temperature in strained VO₂ films grown on TiO₂ substrates" *Journal physics and chemistry of solids*, vol. 63, pp 965 – 967, 2002.
59. J. Ramirez, et al., "First-order reversal curve measurement of the metal-insulator transition in VO₂ signatures of persistent metallic domains", *Journal physical review B*, Vol. 79, pp 1 – 7, 2011.
60. H. Atmanspancher, R. Jahn, "Problems of reproducibility in complex mind-matter system", *Journal scientifics explorations*, Vol. 17, pp243 – 270, 2003.
61. S. Kisin, "Adhesionchanges at metal- polymer interfaces", tesis de doctorado, Universidad tecnologica de, Eindhoven, Holanda, 2007.
62. G. Beensh-marchwicka, L. Krol-Stepniewska, "Reproducibility of properties SnOx thin film prepared by reactued sputtering", *Electroncomp, Science and technology*, Vol. 11, pp 271 – 280, 1985.
63. C. Batista, et al., "Synthesis and characterization of VO₂ based thermochromic thin films for energy- efficient windows", *Nanoscale research letters*, vol. 6, pp 301 – 308, 2011.
64. D. Askeland, "Ciencia e ingeniería de los materiales", international Thompson editores, 1998.