

**PROPUESTA DE AUTOMATIZACIÓN DEL PROCESO DE CRECIMIENTO  
MULTICAPA DE PELÍCULAS DELGADAS PARA UN SPUTTERING DE 3 BLANCOS.**



**Jorge Armando Serna Jaramillo  
Jonathan Eduardo Martínez Muñoz**

**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, Febrero 2014**

**PROPUESTA DE AUTOMATIZACIÓN DEL PROCESO DE CRECIMIENTO  
MULTICAPA DE PELÍCULAS DELGADAS PARA UN SPUTTERING DE 3 BLANCOS.**



**Jorge Armando Serna Jaramillo  
Jonathan Eduardo Martínez Muñoz**

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

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, Febrero 2014**

Nota de Aceptación: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
Firma de presidente de jurados

\_\_\_\_\_  
Firma de jurado

\_\_\_\_\_  
Firma de jurado

Popayán, Febrero 2014.

## **AGRADECIMIENTOS**

### **El primer autor:**

A Dios por brindarme siempre un nuevo día para vivir, ser mi guía en todo momento, a mis padres por su amor, confianza, paciencia y apoyo incondicional en todo momento gracias a ellos estoy culminando una de mis metas, a mi hermana por su amistad y su apoyo, a mí novia por brindarme amor y ser un apoyo incondicional, a mi hermosa hija por ser la luz de mis ojos y la razón de seguir adelante siempre.

Al grupo en Automática Industrial y grupo de Física de Bajas Temperaturas – FISBATEM, por brindarme la oportunidad de trabajar en este proyecto y culminar esta grandiosa meta. A mis profesores Juan Fernando Flores, Gilberto Bolaños, por su incondicional apoyo, sus acertadas y excelentes ideas...

A mi compañero investigador Jonathan Martínez gracias por sus aportes académicos y por su amistad.

### **El segundo autor:**

Agradezco en primer lugar a mi padre celestial Dios por la vida, lo bueno, lo malo y cada aprendizaje, a mis padres Eduardo Martínez y Margoth Muñoz por su paciencia y por darme lo necesario para ser quien soy hoy en día, a mi querida abuela Isabel Cabrera, mi tía Miriam Cabrera a Jairo Jején y mi Prima por ser un apoyo incondicional, a mis hermanos David Martínez y Víctor Martínez, ambos mi motivación a ser mejor cada día, a mi novia Dayana Delgado por su comprensión y paciencia, a mi tía Josefina Martínez, mi tío Jorge Botero y mi tía Cecilia Murillo por su total apoyo y cariño, y en total a toda mi familia porque todos han aportado para este logro y necesitaría un libro entero para nombrarlos.

Al laboratorio de Física de Bajas Temperaturas, que nos acogió durante el transcurso de este proyecto, al profesor Carlos Rincón, al profesor Juan Fernando Flores, al Profesor Gilberto Bolaños y mis compañeros investigadores.

Agradezco la colaboración de mis compañeros, profesores y amigos del programa de Ingeniería Física, gracias a mi compañero investigador Jorge Armando Serna por su gran aporte académico y por su valiosa amistad.

Gracias.



## Tabla de contenido

<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>10</b>
<b>1. GENERALIDADES.....</b>	<b>11</b>
1.1. FENÓMENOS DEL CRECIMIENTO MULTICAPA DE PELÍCULAS DELGADAS .....	11
1.1.1. Crecimiento multicapa de películas delgadas.....	12
1.2. FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS MULTICAPA .....	15
1.2.1. Descripción del proceso Sputtering.....	15
1.2.2. Sputtering DC.....	18
1.2.1. Sputtering RF.....	19
1.2.2. Principios de la deposición mediante Sputtering .....	20
1.3. CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS MULTICAPA .....	22
1.3.1. Caracterización eléctrica de películas delgadas - método de las 4 puntas .....	22
1.3.2. Caracterización eléctrica de películas delgadas - difracción de rayos x .....	23
1.3.1. Caracterización eléctrica de películas delgadas – SEM.....	25
<b>2. PLANTA DE PROCESAMIENTO EQUIPO SPUTTERING DE 3 BLANCOS.....</b>	<b>27</b>
2.1. DESCRIPCIÓN MODULAR .....	27
2.1.1. Sistema de Refrigeración.....	28
2.1.2. Sistema de Vacío .....	29
2.1.3. Sistema de Temperatura .....	30
2.1.4. Sistema de Argón.....	31
2.1.5. Sistema de Oxígeno .....	32
2.1.6. Sistema de Nitrógeno.....	33
2.1.7. Sistema de Posición Horizontal del Horno .....	34
2.1.8. Sistema de posición de los Shutters.....	35
2.1.9. Sistema de Voltaje .....	36
2.2. DESCRIPCIÓN DE LA CÁMARA DE VACIO DEL EQUIPO SPUTTERING DE 3 BLANCOS	
37	
2.2.1. Componentes internos de la cámara del equipo Sputtering de tres blancos.....	40
2.3. MODELADO DEL PROCESO DE CRECIMIENTO MULTICAPA DE PELICULAS	
DELGADAS EN EL EQUIPO SPUTTERING DE 3 BLANCOS.....	46
2.3.1. Modelo de proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.....	46
2.3.2. Modelo físico del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.....	48
2.3.3. Modelo de control procedimental del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas	50
2.3.4. Récipes del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas .....	54
2.4. ANÁLISIS DE LOS MODELOS BASADOS EN ISA S88.....	55
2.4.1. Análisis del modelo físico de crecimiento multicapa de películas delgadas.....	56
2.4.2. Análisis del modelo de control procedimental del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas	57

<b>3. DISEÑO DE INGENIERÍA .....</b>	<b>58</b>
3.1. INGENIERÍA CONCEPTUAL .....	58
3.1.1. Descripción del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.....	58
3.1.2. Descripción del equipo Sputtering de tres blancos .....	58
3.1.3. Automatización equipo Sputtering de tres (3) blancos .....	63
3.1.4. Listado de equipos, instrumentos y accesorios .....	67
3.2. INGENIERÍA BÁSICA .....	72
3.2.1. Etiquetado de equipos, instrumentos y accesorios.....	72
3.2.2. Diagrama de flujo del proceso.....	74
3.2.3. Diagrama de tuberías e instrumentos P&ID .....	76
3.3. INGENIERÍA DETALLADA .....	82
3.3.1. Plano de distribución .....	82
3.3.2. Diagramas de lazo de control de instrumentos del equipo Sputtering de tres (3) blancos.....	82
3.3.3. Red de Petri del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas. ....	90
<b>4. APLICACIÓN, RESULTADOS Y ANÁLISIS DEL PROCESO DE CRECIMIENTO MULTICAPA DE PELÍCULAS DELGADAS .....</b>	<b>90</b>
4.1. Método experimental .....	91
4.2. APLICACIÓN DEL PROCESO DE CRECIMIENTO DE PELÍCULAS DELGADAS DE (YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7-δ</sub> ), (La <sub>1.85</sub> Sr <sub>0.15</sub> CuO <sub>4+δ</sub> ) y (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) SIGUIENDO EL MODELADO ISA S88.....	101
<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>108</b>
<b>TRABAJOS FUTUROS.....</b>	<b>109</b>
<b>Bibliografía .....</b>	<b>110</b>

## Lista de figuras

Figura 1.1. Esquema del proceso de películas multicapas.....	12
Figura 1.2. Esquema de llegada de los átomos a la superficie.....	13
Figura 1.3. Tipos de formación de núcleos. a) Frank-Van der Merwe, b) Volmer-Weber c) Stranski-Krastanov .....	14
Figura 1.4 Proceso Sputtering a.) Bombardeo iónico en un Blanco (target) (-), con Argón (+). b.) Bombardeo iónico con presencia de concentración de oxígeno.....	16
Figura 1.5 Esquema simplificado de un sistema Sputtering DC .....	19
Figura 1.6 Esquema simplificado de un sistema Sputtering RF .....	20
Figura 1.7 Esquema de la configuración de los dos diodos para realizar Sputtering y variación del voltaje en función de la distancia al cátodo.....	20
Figura 1.8 Comportamiento de la descarga en un diodo .....	21
Figura 1.9. Diagrama modular sistema de caracterización DC .....	23
Figura 1.10. Difracción de los rayos X en los planos cristalinos de un sólido. ....	24
Figura 1.11. Patrón de difracción típico del superconductor YBa <sub>2</sub> Cu <sub>3</sub> O <sub>7</sub> .....	25
Figura 1.12. Imagen obtenida por SEM.....	25
Figura 1.13. Interacción de electrones de salida con muestras solidas en un SEM .....	25
Figura 2.1. Equipo Sputtering de tres (3) blancos. Vista Frontal. ....	28
Figura 2.2. Válvula de flujo de entrada de agua domiciliaria tipo bola.....	29
Figura 2.3. Indicador de flujo de entrada de agua tipo molinete. ....	29
Figura 2.4. Red de distribución interna de refrigeración .....	29
Figura 2.5. Bomba Mecánica.....	30

Figura 2.6. Bomba Turbomolecular. ....	30
Figura 2.7. Sensor de Presión PIRANI – LEYBOLD HERAEUS. ....	30
Figura 2.8. Indicador de presión PIRANI – THERMOTRON TM 120. ....	30
Figura 2.9. Horno. ....	31
Figura 2.10. Controlador - Indicador de temperatura marca EUROTHERM. ....	31
Figura 2.11. Tiristor. ....	31
Figura 2.12. Termocupla tipo K. ....	31
Figura 2.13. Bala de Argón (Color gris). ....	32
Figura 2.14. Válvula de la bala de argón. ....	32
Figura 2.15. Válvula AGA y válvula AGA 2 de la bala de argón. ....	32
Figura 2.16. Válvula de flujo de entrada argón a la cámara. ....	32
Figura 2.17. Bala de Oxígeno (Color Verde). ....	33
Figura 2.18. Válvula de bala de Oxígeno. ....	33
Figura 2.19. Válvula AGA y válvula AGA 2 de la bala de Oxígeno. ....	33
Figura 2.20. Válvula de flujo de entrada de Oxígeno a la cámara. ....	33
Figura 2.21. Bala de Nitrógeno (Color Negro). ....	34
Figura 2.22. Válvula de bala de Nitrógeno. ....	34
Figura 2.23. Válvula AGA y válvula AGA 2 de la bala de Nitrógeno. ....	34
Figura 2.24. Válvula de flujo de entrada Nitrógeno a la cámara. ....	34
Figura 2.25. Perilla brazo. ....	35
Figura 2.26. Horno. ....	35
Figura 2.27 Brazo de posición horizontal. ....	35
Figura 2.28. Subsistema Shutter blancos. ....	36
Figura 2.29 Subsistema Shutter horno. ....	36
Figura 2.30. Fuente de voltaje. ....	37
Figura 2.31. Panel frontal. ....	37
Figura 2.32. Vista frontal de la cámara del equipo Sputtering de tres blancos. ....	38
Figura 2.33. Vista superior de la Cámara del equipo Sputtering de tres blancos. ....	39
Figura 2.34. Vista Posterior de la Cámara del equipo Sputtering de tres blancos. ....	40
Figura 2.35. Montaje de los componentes internos de la cámara del equipo Sputtering de tres blancos. ....	41
Figura 2.36. Horno completo. ....	42
Figura 2.37. Tapa horno. ....	42
Figura 2.38. Horno. ....	42
Figura 2.39. Resistencia. ....	42
Figura 2.40. Abrazaderas horno. ....	42
Figura 2.41. Portatermocupla. ....	42
Figura 2.42. Termocupla. ....	42
Figura 2.43. Base aseguradora alimentación horno. ....	42
Figura 2.44. Tornillo asegurador alimentación horno. ....	43
Figura 2.45. Tornillo entrada alimentación horno. ....	43
Figura 2.46. Adaptación tubería entrada flujo de agua izquierdo. ....	43
Figura 2.47. Adaptación tubería entrada flujo de agua derecho. ....	43
Figura 2.48. Cañón magnetrón. ....	43
Figura 2.49. Base magnetrón. ....	43
Figura 2.50. Acordeón Cañon-magnetron. ....	44
Figura 2.51. Extensores acordeón Cañon-magnetron. ....	44
Figura 2.52. Aislante eléctrico. ....	44
Figura 2.53. Portablanco. ....	44
Figura 2.54. Base asegurador portablanco. ....	44
Figura 2.55. Arandela base magnetrón. ....	44
Figura 2.56. Aislante eléctrico portablanco. ....	44
Figura 2.57. Llave A. ....	45
Figura 2.58. Llave B. ....	45
Figura 2.59. Llave C. ....	45
Figura 2.60. Llave D. ....	45
Figura 2.61. Llave hexagonal E. ....	45

Figura 2.62. Llave F .....	45
Figura 2.63. Pinza sustrato .....	45
Figura 2.64 Distribución del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas (FISBATEM). .....	49
Figura 3.1. Diagrama de flujo del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.....	74
Figura 3.2. Diagrama P&ID general del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en la actualidad en el laboratorio FISBATEM. ....	78
Figura 3.3. Diagrama P&ID general del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.....	79
Figura 3.4. Plano de distribución del equipo Sputtering de tres (3) blancos. ....	82
Figura 3.5. Diagrama de lazo Control posición Shutter y Horno. ....	84
Figura 3.6. Diagrama de lazo de control Sistema de vacío,.....	85
Figura 3.7. Diagrama de lazo Control del sistema de vacío parte 2. ....	86
Figura 3.8. Diagrama de lazo para el control de temperatura en el Equipo Sputtering de tres blancos.....	87
Figura 3.9. Diagrama de lazo para Sistema de refrigeración del Equipo Sputtering de tres blancos. ....	87
Figura 3.10. Diagrama de lazo para el control de voltaje para magnetrones. ....	88
Figura 3.11. Diagrama de lazo de Fuente de Voltaje, interfaz a PLC. ....	89
Figura 3.12. Red de Petri del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.....	90
Figura 4.1. Primer Crecimiento de una película delgada por magnetrón Sputtering DC en la universidad del Cauca.....	91
Figura 4.2. Estado inicial del equipo Sputtering de tres (3) blancos .....	92
Figura 4.3. Equipo Sputtering de tres blancos antes de iniciar el actual trabajo de pregrado.....	93
Figura 4.4. Estado Final del equipo Sputtering de tres (3) blancos .....	93
Figura 4.5. Equipo Sputtering de tres blancos después de iniciar el actual trabajo de pregrado. ....	94
Figura 4.6. Evidencia de los trabajos realizados: Ensamblar y pintar el equipo Sputtering de tres (3) blancos. ....	95
Figura 4.7. Panel frontal actual de trabajo del equipo Sputtering de tres (3) blancos .....	95
Figura 4.8. Sistema Sputtering ensamblado y funcionando con ayuda del Profesor Wilhem Evers del Centro de Investigación de Jülich-Alemania.....	96
Figura 4.9. Resaltado en rojo potenciómetro de calibración del indicador analógico de presión Thermotron TM 120.....	96
Figura 4.10. Resaltados en rojo potenciómetros de calibración del sensor pirani .....	96
Figura 4.11. Modulo equipo de temperatura. ....	97
Figura 4.12. Sistema construido de acople entre blanco y porta blanco, aislante de teflón y blanco de aluminio .....	98
Figura 4.13. Sistema construido de acople entre blanco y porta blanco, aislante de teflón y blanco de aluminio .....	98
Figura 4.14. Maqueta realizada para prueba de funcionamiento sistema de Shutters. ....	98
Figura 4.15. Caracterización torque perilla horno con el dinamómetro 1. ....	99
Figura 4.16. Caracterización torque perilla horno con el dinamómetro 2. ....	99
Figura 4.17. Panel de control de temperatura funcionando en momento de caracterización.....	100
Figura 4.18. Vista Equipo Sputtering actualmente (enero 2014).....	101
Figura 4.19. Crecimiento # 1 Película delgada obtenida de $YBa_2Cu_3O_7$ .....	103
Figura 4.20. Crecimiento # 2.....	103
Figura 4.21. Crecimiento # 3 Películas delgadas obtenida de $YBa_2Cu_3O_7/Al_2O_3$ .....	104
Figura 4.22. Caracterización eléctrica por el método de la cuatro puntas. Película delgada de $YBa_2Cu_3O_7$ . 104	
Figura 4.23. Caracterización por perfilometría. Película delgada de $YBa_2Cu_3O_7$ .....	105
Figura 4. 24. Caracterización por perfilometría. Película delgada de $YBa_2Cu_3O_7$ .....	105

## Lista de tablas

Tabla 2.1 Modelo de proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.....	47
Tabla 2.2 Modelo Físico del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas. [Fuente propia]. ....	49
Tabla 2.3. Unidad y procedimiento de unidad del modelo de control procedimental del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas. ....	50
Tabla 2.4. Modelo de control procedimental de crecimiento multicapa de películas delgadas. ....	51
Tabla 2.5. Récipe Maestro del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas. [Fuente propia]. ....	54

Tabla 2.6. Listado de requerimientos del sistema de automatización.....	57
Tabla 3.1. Lista de equipos, instrumentos y accesorios del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en el equipo <i>Sputtering</i> de 3 blancos. ....	67
Tabla 3.2. Etiquetado de elementos, componentes, instrumentos y equipos de los diagramas PDF y P&ID del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en el equipo <i>Sputtering</i> de 3 blancos.....	72
Tabla 4.1. Parámetros fabricación película delgada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ por <i>Sputtering</i> DC. ....	102
Tabla 4.2. Parámetros fabricación película delgada de $\text{La}_{1.85}\text{Sr}_{0.15}\text{CuO}_{4+\delta}$ por <i>Sputtering</i> DC. ....	<b>¡Error!</b>
<b>Marcador no definido.</b>	
Tabla 4.3. Parámetros fabricación película delgada de $\text{Al}_2\text{O}_3$ por <i>Sputtering</i> DC.....	102

## INTRODUCCIÓN

Adentrarse en el mundo de la investigación, experimentación y la tecnología es algo común hoy en día, más aún si estamos en continuo contacto con desarrollos tecnológicos, principalmente debido a la marcada competencia entre personas, empresas y países por estar a la vanguardia en ciencia, tecnología y su estudio. Esta dinámica ha contribuido al crecimiento de los centros de investigación en todo el planeta, sus recursos humanos y estructurales.

En este contexto se encuentra el laboratorio de Física de bajas temperaturas "FISBATEM" de la Universidad del Cauca, que ha generado conocimiento útil, gracias a su experimentación, comprobación de teorías (actuales y propuestas). En muchos de sus proyectos de investigación no se ha tenido una documentación apropiada o seguido un estándar de organización de información y debido a esto no se ha garantizado una reproducibilidad fiel de los resultados, lo que dificulta el camino a recorrer de los nuevos investigadores que se incorporan, impidiendo avances en el conocimiento generado y su continuidad.

Con el objetivo de continuar con nuevas y mejores investigaciones con equipos de punta, el laboratorio FISBATEM adquirió en el año 2011 un equipo *Sputtering* de tres (3) blancos para el crecimiento multicapa de películas delgadas a escala nanométrica, pero debido a una inundación en la bodega de nacionalización este equipo no se llegó a utilizar, ya que sus sistemas electrónicos y mecánicos quedaron completamente inservibles.

Este trabajo se enfoca principalmente en la elaboración de una propuesta de automatización del equipo *Sputtering* de tres (3) blancos del laboratorio FISBATEM (en principio mecánico y sin funcionar) y la realización de una propuesta de documentación técnica de la información y procesos necesarios para la creación de películas delgadas multicapa. Adicional a esto, se realizó todo un trabajo de reparación, mantenimiento y adecuación del sistema, con el fin de ponerlo en funcionamiento.

Para dar cumplimiento a este proyecto se realiza el modelamiento del proceso industrial de crecimiento de películas delgadas multicapa en el equipo *Sputtering* de tres (3) blancos de la universidad del Cauca, Comenzando con el análisis y obtención de un conocimiento global de planta y proceso, donde se incluye la determinación de los objetivos del sistema, su funcionamiento, su estructura y su potencial. Obteniendo de esta manera una visión general del proceso.

Mediante el diseño del sistema de automatización se identifican las variables que manejan el proceso y con sus modelos desarrollados se definen los requerimientos de automatización, se selecciona el controlador y los dispositivos de campo, para proponer un sistema de automatización. Por último se realiza una prueba crecimiento multicapa de películas delgadas en el equipo *Sputtering* de tres (3) blancos de la universidad del Cauca.

## 1. GENERALIDADES

En la actualidad la investigación y práctica de distintos métodos de obtención de películas delgadas está en auge y la técnica de deposición mediante pulverización catódica de alto vacío (*Sputtering*) es una de las más comunes e importantes [1] [2] [3], debido a su amplia gama de aplicaciones en industrias como: microelectrónica, fabricación de celdas solares, dispositivos opto electrónicos, sensores, catalizadores, entre otras. Analizando y manipulando sus propiedades dieléctricas, semiconductoras, ópticas, catalíticas y más, se han optimizado exitosamente procesos y productos de acuerdo a la aplicación deseada [4].

Con estos logros, investigadores de todo el mundo han dado importancia a los métodos de experimentación y desarrollo de películas delgadas. En nuestro país también se está incursionando en este campo. Londoño C. Magister en ingeniería de materiales y procesos e investigador en películas delgadas y nano dispositivos de la Universidad Nacional de Colombia sede Medellín, afirma que “Se considera el *Sputtering* uno los métodos más usados para el crecimiento de láminas delgadas y la popularidad se deriva de la sencillez del proceso físico, la versatilidad de la técnica y del control sobre las variables del proceso” [4], por eso su instrumentación es indispensable y atesorada en cada laboratorio de investigación del mundo, principalmente su documentación que garantizan la repetitividad y calidad en los experimentos.

En la Universidad del Cauca más específicamente en el área de física aplicada existen grupos de investigación que trabajan mediante distintas técnicas en la caracterización, el análisis y la obtención de nuevos materiales, en especial películas delgadas [5] [6] [7] [8] [9] [10] [11]. Proyectados a fabricar dispositivos electrónicos, un estudio que ha demostrado ser prometedor, pese a que los laboratorios de la institución cuentan con recursos instrumentales limitados.

### 1.1. FENÓMENOS DEL CRECIMIENTO MULTICAPA DE PELÍCULAS DELGADAS

El término película delgada no tiene una definición precisa; por delgada se entiende algo con un espesor de hasta algunas micras, y por película un recubrimiento sobre algún sustrato; de tal manera que en general se puede definir una película delgada como aquella estructura material que tiene una de sus dimensiones mucho más pequeña que las otras dos. En la práctica se consideran películas delgadas aquellos materiales que tienen espesores que van desde algunos nanómetros ( $10^{-9}$  m) hasta varias micras ( $10^{-6}$  m), aunque esto no es muy específico [5].

Para que una película delgada pueda ser útil en alguna aplicación, debe poseer algunas de las siguientes propiedades [12] [13] [14]: a) ser químicamente inerte en el entorno en el que se usará; b) tener buena adhesión con la superficie que cubre (el sustrato); c) ser homogénea, tanto superficialmente como a lo largo del espesor, d) tener un espesor uniforme; e) tener una composición química controlada; f) contar con una superficie suave sin demasiadas imperfecciones. Se tiene que señalar, sin embargo, que dependiendo de la

aplicación y del control del proceso de crecimiento se puede tener un alto grado de precisión al formar las películas delgadas a la medida de unas necesidades [1] [15].

El crecimiento multicapa de películas delgadas sobre un sustrato a nivel atómico es complejo, y su mecanismo está compuesto por etapas encadenadas que dependen altamente de su preliminar, al mismo tiempo depende de los parámetros del proceso de deposición, como la velocidad de depósito, presión de los gases, temperatura, naturaleza del material depositado, etc. El conjunto de todas estas etapas determinan el modo de crecimiento y finalmente la morfología y las propiedades físico-químicas de las capas depositadas [16].

El conocimiento de las variables que afectan la morfología de las películas permite modificar los procesos y obtener películas con propiedades mejoradas [17] [18] [19]. A continuación se detalla el fenómeno de crecimiento de películas delgadas.

### 1.1.1. Crecimiento multicapa de películas delgadas.

Las etapas del crecimiento presentes en los procesos de deposiciones físicas en fase de vapor (método concerniente a FISBATEM) son: Transporte de masa a la superficie, Adsorción sobre la superficie, Difusión superficial sobre la superficie, Nucleación y crecimiento de las películas. Ver Figura 1.1

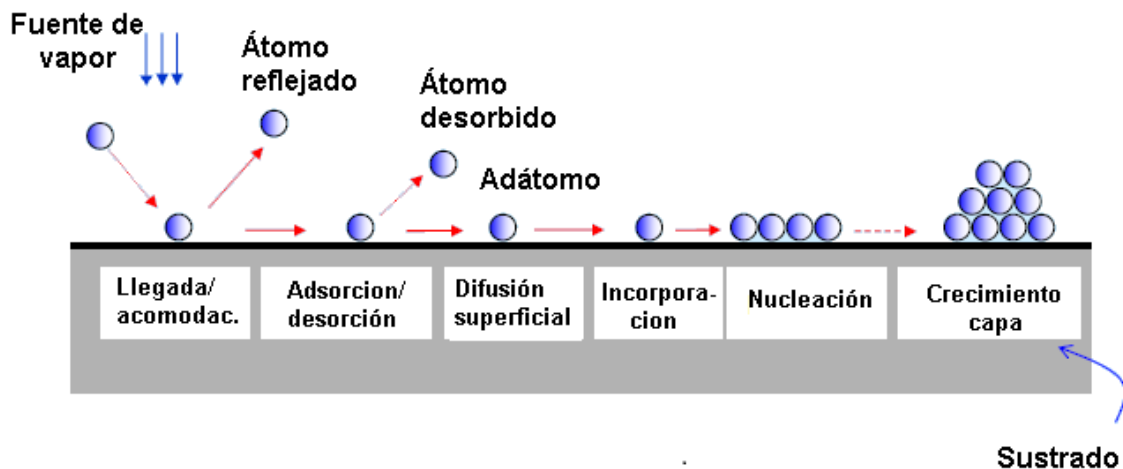


Figura 1.1. Esquema del proceso de películas multicapas  
Adaptada de [20].

#### 1.1.1.1. Transporte de masa a la superficie.

En el modelo de interacción de los átomos en la llegada a la superficie, para los procesos de deposición fase vapor, los átomos se aproximan a la periferia del sustrato con alta energía, aunque se asume que 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 misma, que se manifiesta en forma de calor y con esta interacción se alcanza el equilibrio térmico [17].



### 1.1.1.2. Adsorción/ desorción sobre la superficie.

En el modelo de adsorción, una vez los átomos/moléculas llegan a la superficie, inician oscilando con una frecuencia de vibración propia, hasta acomodarse y alcanzar el equilibrio térmico con la parte exterior del sustrato, quedando adsorbidos, aunque también pueden abandonar la superficie por un proceso de desorción [21], si llegan a esta con mayor energía y vibran con una mayor frecuencia que la red atómica del sustrato.

### 1.1.1.3. Difusión superficial sobre la superficie.

En el proceso de difusión, los átomos adsorbidos por la superficie no permanecen en una posición fija, debido a la energía cinética residual o a su propio estado vibracional, recorren una cierta distancia sobre la superficie del sustrato y pueden encontrar una posición donde la energía de enlace es más elevada que en otras posiciones, a esto se le conoce como posiciones preferenciales y suelen ser escalones, defectos en la superficie, enlaces no saturados, etc. La partícula quedaría entonces enlazada con la superficie, iniciando un ‘sitio de nucleación’ [6] [20]. Ver Figura 1.2.

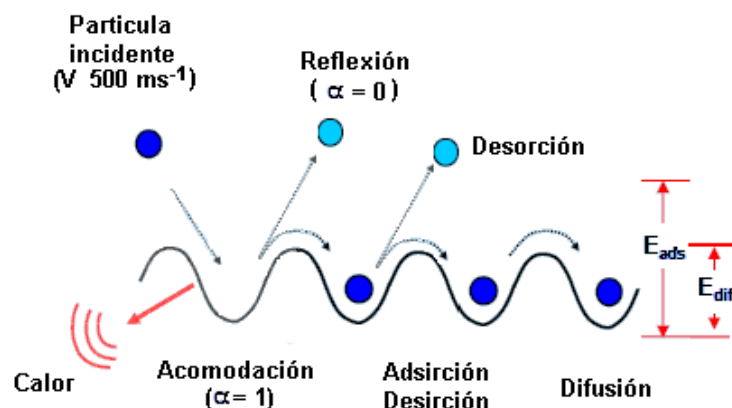


Figura 1.2. Esquema de llegada de los átomos a la superficie.  
Adaptada de [20].

### 1.1.1.4. Nucleación y crecimiento de las películas

En las consideraciones anteriores se presentaron las condiciones iniciales que dan lugar a la formación de capas y cómo se permite la incorporación de átomos sobre la superficie del sustrato para formar núcleos iniciales de crecimiento, constituidos por átomos individuales o por pequeñas agrupaciones de estos.

Para la nucleación y crecimiento de la película delgada multicapa los átomos cuentan con un tiempo de difusión y alcanzan posiciones de mínima energía potencial, que permiten la formación de núcleos estables, su estudio y formación se analizan principalmente con los tres modelos básicos de nucleación [17]. Ver Figura 1.3.

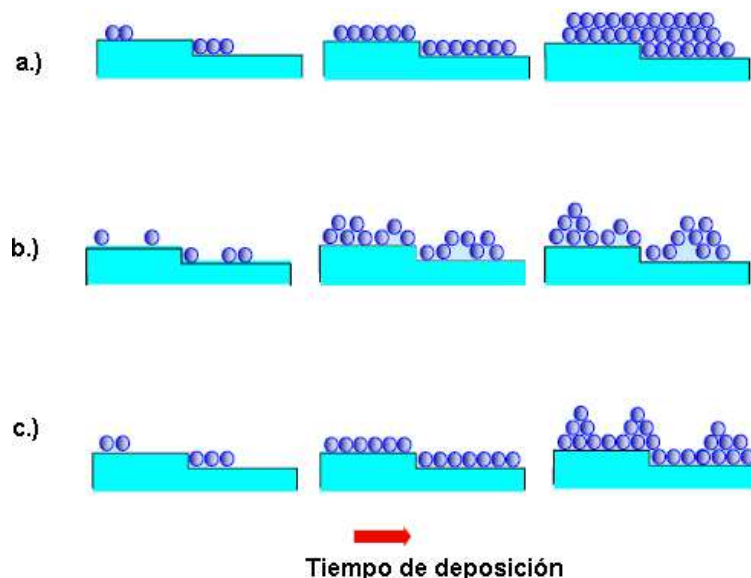


Figura 1.3. Tipos de formación de núcleos. a) Frank-Van der Merwe, b) Volmer-Weber c) Stranski-Krastanov  
Tomada de [20].

- a) *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 [20].
- b) *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 [20].
- c) *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 [20].

En el momento en que las islas coalescen y se crea una capa continua del material depositado sobre el sustrato, los átomos o moléculas que llegan a la nueva superficie se incorporan a la microestructura de la capa; mediante difusión superficial y adsorción. Además se pueden presentar procesos como la difusión de átomos adsorbidos a lo largo de las juntas de granos, o hacia el interior de los mismos, para llenar los poros y las vías formadas en la película en crecimiento; de este modo se forma capa por capa de la película delgada sobre el sustrato [6].

## 1.2. FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS MULTICAPA

Existen distintas técnicas experimentales de obtención de películas delgadas; por métodos físicos se tiene [16]: Deposición Física por Evaporación (PVD), Epitaxia de haces moleculares, Deposición por haz de iones, Deposición catódica, Deposición catódica mediante haz de iones y Ablación laser. Por métodos químicos: Deposición química en fase húmeda y Deposición química en fase de vapor (CVD). Por ultimo tenemos sus combinaciones, los métodos Físico-Químicos.

En particular nos vamos a centrar en la técnica Sputtering (PVD) que se utiliza en el laboratorio FISBATEM, en donde se cuenta con dos (2) equipos Sputtering; el primero que trabaja con un (1) blanco RF <sup>(1)</sup> de deposición, que restringe la obtención de películas delgadas a una capa <sup>(2)</sup> y el segundo un equipo Sputtering de tres (3) blancos DC <sup>(1)</sup> para deposiciones multicapa, el cual al iniciar el actual proyecto se encontraba inservible física y electrónicamente.

Este sistema *Sputtering* de tres (3) blancos no cuenta con: un manual de operaciones ni de fabricación, modelado del proceso de producción, ni un sistema de control automático que permita la creación multicapa de películas delgadas. De ser recuperado, ensamblado y adecuado, su manejo seria mecánico y altamente dependiente de la experticia del operador, en consecuencia todos estos ámbitos fueron tocados en este proyecto.

### 1.2.1. Descripción del proceso Sputtering

El proceso Sputtering, es un bombardeo iónico a un material conocido, que consiste en la deposición en fase de vapor del material bombardeado sobre un sustrato. Se parte directamente del material sólido (Blanco) que se pretende depositar, se apoya de la generación de plasma por medio de un gas inerte en una cámara de alto vacío y se utilizan sus iones acelerados mediante un campo eléctrico para golpear el blanco, de este modo, sus átomos son eyectados de su superficie y depositados sobre el sustrato.

El plasma, es un estado de agregación de la materia, similar al estado gaseoso pero en el que determinada proporción de sus partículas están cargadas eléctricamente y no poseen equilibrio electromagnético [22]. Es un conjunto de iones (positivos y negativos) que se mueven aleatoriamente, formado por gases de proceso, generalmente en el Sputtering, oxígeno y/o argón, ionizados por un fuerte campo eléctrico, originado por una diferencia de potencial entre el blanco y el sustrato.

El alto voltaje entre el cátodo y el ánodo provoca que los iones del gas de proceso golpeen el blanco con la energía suficiente para arrancar átomos de la superficie del blanco (cátodo) mediante un proceso de transferencia de momento. Cuando el ión golpea la superficie del material, transfiere parte de su energía a los átomos que lo forman, y se produce entonces

---

1 RF, radiofrecuencia. DC, corriente Directa. La diferencia de estas técnicas radica en que no todos los materiales se pueden crecer mediante excitación con RF o DC, la combinación de estos permite la experimentación con una amplia gama de materiales.

2 Si se desea obtener otra capa de material distinto con este Sputtering se debe abrir la capsula al vacío y por tanto contaminar la muestra, esto implica errores de precisión, condiciones inadecuadas, por lo que no se recomienda.

una colisión en cascada. Las múltiples colisiones hacen posible que algunos átomos del material adquieran la suficiente energía para abandonar la superficie, alcanzar el sustrato y adherirse a él [23] ver Figura 1.4. La mayor parte de la energía proporcionada por los iones incidentes se transforma en calor, siendo este disipado mediante un circuito de refrigeración que evita el sobrecalentamiento del cátodo (cañón-magnetrón).

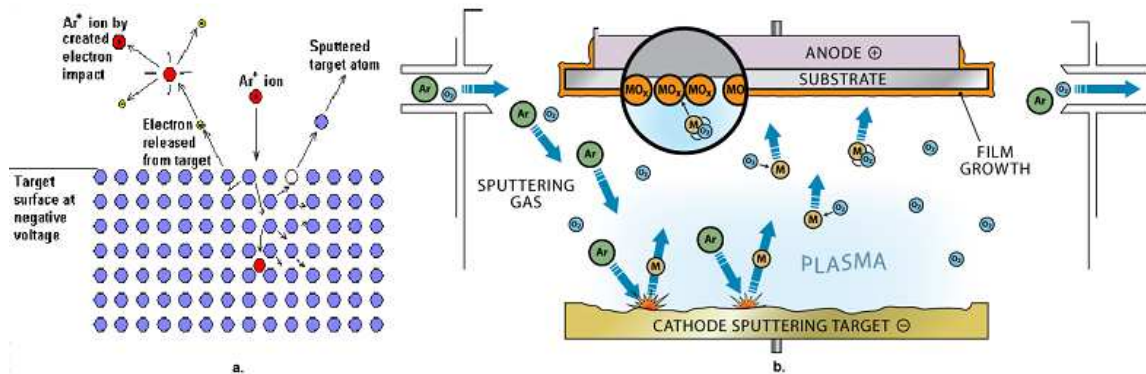


Figura 1.4 Proceso Sputtering a.) Bombardeo iónico en un Blanco (target) (-), con Argón (+). b.) Bombardeo iónico con presencia de concentración de oxígeno. Tomada de [24].

Los gases de proceso, para la experimentación en FISBATEM, generalmente son: argón y oxígeno como gases de plasma, metano, helio, oxígeno y nitrógeno como gases reactivos. La función de los gases reactivos es incidir en las características finales de las capas de material depositado, variando su concentración en el proceso, para obtener películas delgadas con mayor o menor proporción del gas escogido. La presencia de este gas reactivo depende del crecimiento a realizar y en muchos casos no se necesita.

Cierto número de átomos expulsados del blanco llegan a la superficie de un sustrato, localizado en el ánodo, experimentan los procesos de adsorción, nucleación, etc. Característicos del crecimiento de un material en forma de película delgada. La morfología, microestructura y estructura cristalina de la película que crece, dependen de las condiciones de Sputtering, y parámetros relacionados directamente con el sustrato, como: material de sustrato, cristalinidad, temperatura, etc. En particular los siguientes factores son determinantes [25].

- a. Material y estructura cristalina del sustrato: condiciona fuertemente la estructura y formación del material crecido sobre él. En muchos casos se utilizan sustratos monocristalinos, generalmente silicio, cortados paralelamente a planos cristalinos bien conocidos para favorecer el crecimiento de una determinada estructura. Mucho del trabajo en condensadores ferroeléctricos ha sido enfocado al sistema con electrodos de platino, el cual exhibe buena adhesión y baja difusión en las películas crecidas sobre él. Los sustratos de vidrio son muy utilizados para la posterior caracterización óptica de las películas, además de ser utilizados también en crecimientos de semiconductores. Existen muchos ejemplos de sustratos [6] [7] [8] [20] [23], por tanto el estudio y análisis del sustrato sobre el que se va a crecer la película delgada mono o multicapa es fundamental a la hora de obtener los resultados deseados.

- b. La presión de la cámara de vacío junto con el gas de proceso: determinan y contribuyen al tipo de microestructura (amorfa, policristalina, monocristalina) con la cual el material depositado comienza a crecer sobre un sustrato, además establecen el recorrido libre medio de los átomos pulverizados, así como en el valor de la energía con la que llegan a la superficie del sustrato. En caso de presiones inestables o altas, la fuente DC o RF deberá suministrar más potencia para garantizar una buena deposición, en general el vacío que se alcance en la cámara de pulverización catódica es fundamental para lograr una buena pureza de las muestras fabricadas, al aumentar la presión del gas de proceso se producirá una mayor dispersión de los átomos pulverizados y éstos llegarán con menos energía al sustrato, puesto que sufren en su recorrido mayor número de colisiones y en cada colisión ceden energía.
- c. Existe una distribución de energías centrada en un valor en torno a 4 eV pero algunas partículas pueden incluso alcanzar 50 eV [23]. Son estas últimas las que provocarán la pulverización local de la superficie del sustrato dando lugar a centros de nucleación que favorecerán un crecimiento columnar. Si son muchos los átomos energéticos se formarán muchos centros de nucleación y percolarán dando lugar a una estructura mucho más densa. Si por el contrario la energía con la que llegan al sustrato los átomos pulverizados es muy baja, estos buscarán mínimos energéticos y se distribuirán uniformemente sobre la superficie del sustrato.
- d. La temperatura del sustrato. La rata de calentamiento, el tiempo de duración, la rata de enfriamiento y la temperatura de sellado son factores cruciales que deben estudiarse para obtener películas delgadas de calidad y con buena adhesión. El aumento de la temperatura puede dar lugar a la difusión superficial de los átomos depositados en busca de posiciones menos energéticas, en consecuencia la estructura a la que dará lugar será menos texturada.
- e. La distancia entre blanco y sustrato. En general la energía de los átomos que alcanzan el sustrato será menor cuanto mayor sea la distancia a los cátodos. Además los elementos más ligeros que conformen el blanco se dispersarán más que los pesados produciéndose un enriquecimiento en estos últimos a medida que la distancia aumente.
- f. La velocidad de crecimiento de la película delgada. Depende de varios factores. Se define tasa de crecimiento o rendimiento al siguiente cociente:

$$\rho = \frac{\text{espesor (Å)}}{\text{Tiempo de deposito (s)}}$$

Donde el espesor se refiere al de la capa depositada y el tiempo el que permanece el sustrato expuesto al plasma luminiscente. El rendimiento se calcula explícitamente para cada blanco y en las condiciones de Sputtering que se han prefijado.

- a. La forma y características del plasma. La intensidad y cercanía del vértice del plasma al sustrato es fundamental para garantizar el correcto crecimiento de la película delgada, el voltaje, la corriente, la presión y el flujo de los gases reactivos y de proceso son variables que determinan estas características, sin embargo su manipulación es de

cuidado y se debe seguir un protocolo para acondicionar de forma adecuada el plasma. Como fruto de la etapa de experimentación en este trabajo de pregrado se obtuvieron las siguientes pautas que son de utilidad para el operario:

1. Si aumento la entrada de oxígeno el vértice del plasma sube.
2. Si disminuyo la entrada de oxígeno el vértice del plasma baja.
3. Si aumento la corriente que se le aplica al Cañon-magnetron la intensidad del plasma aumenta.
4. Si disminuyo la corriente que se aplica al Cañon-magnetron la intensidad del plasma disminuye.
5. Si aumento el voltaje aplicado al Cañon-magnetron la intensidad del plasma aumenta.
6. Si disminuyo el voltaje aplicado al Cañon-magnetron la intensidad del plasma disminuye.
7. Si aumento el flujo de entrada oxígeno el voltaje se disminuye siempre y cuando la corriente sea constante.

En general, el proceso depende del voltaje entre cátodo y ánodo, la presión de gas, la temperatura del sustrato, la distancia blanco-sustrato, la forma del plasma y su contacto con el sustrato.

### **1.2.2. Sputtering DC**

En este método de pulverización se aplica un voltaje continuo al cañón-magnetron que sostiene el blanco (cátodo) que queda polarizada negativamente durante todo el proceso. El crecimiento de la película delgada se da en presencia de la diferencia de potencial negativo entre el sustrato conectado a tierra y el blanco conectado a la fuente negativa de voltaje, posteriormente la película delgada se obtiene de igual manera que se ha descrito en las secciones anteriores.

Este método es aplicable para materiales conductores (metales y sus aleaciones) y algunos semiconductores. La eficacia del proceso depende fuertemente del número de emisiones de electrones secundarios del blanco por lo que se requiere un voltaje elevado para mantener dicho número. El voltaje necesario en este tipo de proceso es del orden de 1000 V. Este voltaje está íntimamente relacionado con la presión en el interior de la cámara. Al aumentar la presión, la eficacia del proceso disminuye y será necesario aplicar mayor voltaje, Ver Figura 1.5.

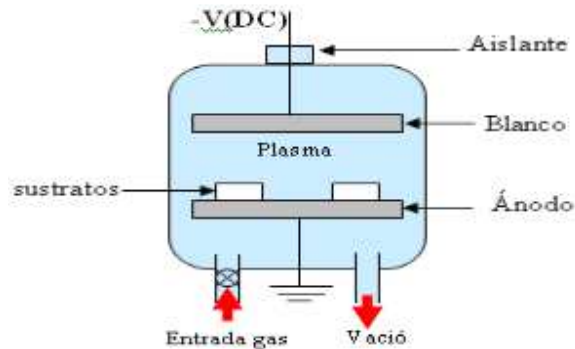


Figura 1.5 Esquema simplificado de un sistema Sputtering DC  
Tomado de [25]

### 1.2.1. Sputtering RF

Este método de pulverización es aplicable principalmente a materiales aislantes aunque también se emplea para materiales conductores o semiconductores. Aplicar un voltaje continuo a un material dieléctrico conlleva a la polarización de su superficie pero no permitiría la conducción necesaria para la continuidad eléctrica. La utilización de un voltaje alterno (RF) hace que en el semiperíodo negativo, los iones positivos viajen y se acumulen en el blanco y durante el período positivo sean los electrones los que viajen hacia el blanco neutralizando el exceso de iones positivos. Si la frecuencia es baja tanto iones como electrones podrían viajar del ánodo al cátodo pulverizando ambos, situación que no sería favorable en principio.

Al ir aumentando la frecuencia se originan mayor número de colisiones ionizantes de los electrones del plasma con átomos neutros con lo que el proceso ganará en eficacia, si la frecuencia es suficientemente elevada, los iones que son bastante masivos, no podrán seguir al campo eléctrico y de esta manera nuestro sustrato quedaría intacto. Si mediante un sistema de impedancias acoplada a la fuente se consigue anular el flujo de cargas hacia la fuente se producirá una especie de potencial pulsado (solo existente en el semiperíodo negativo) llamado potencial de autopolarización que será capaz de pulverizar el blanco eficazmente [26].

La frecuencia para la cual se produce la inmovilización de los iones positivos está en el rango de las radiofrecuencias. Por tratarse de una frecuencia en la banda de radiocomunicaciones sólo está permitida la utilización de la frecuencia 13.56 MHz y sus armónicos superiores [26].

Las ventajas de esta técnica RF son, en primer lugar, la posibilidad de depositar materiales tanto conductores como no conductores, y en segundo lugar la reducción del potencial necesario, puesto que la naturaleza oscilante del campo eléctrico aumenta la movilidad de los electrones secundarios que provocan mayor número de colisiones. En este caso el orden de magnitud del voltaje necesario es de 60 V. Ver Figura 1.6.

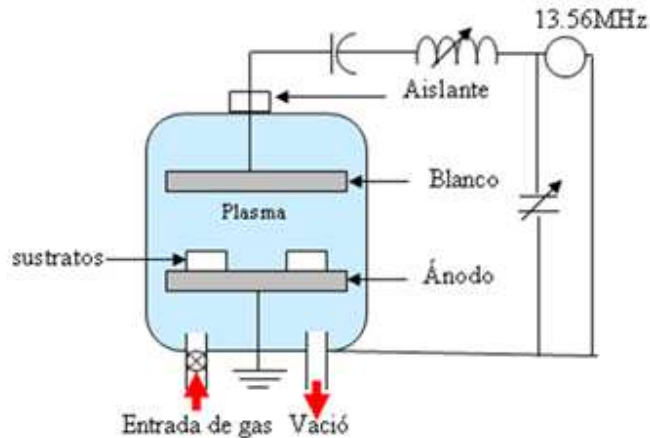


Figura 1.6. Esquema simplificado de un sistema Sputtering RF  
Tomado de [25]

### 1.2.2. Principios de la deposición mediante Sputtering

De manera sencilla e ilustrativa podemos ver el Sputtering como la configuración eléctrica correspondiente a un diodo, formado por dos electrodos inmersos en un gas a baja presión, a los que se aplica un alto potencial DC, generando de esta forma una descarga eléctrica y una ionización del gas de trabajo debido a la fuerte diferencia de potencial entre los dos electrodos, surgiendo así el plasma, ver Figura 1.7.

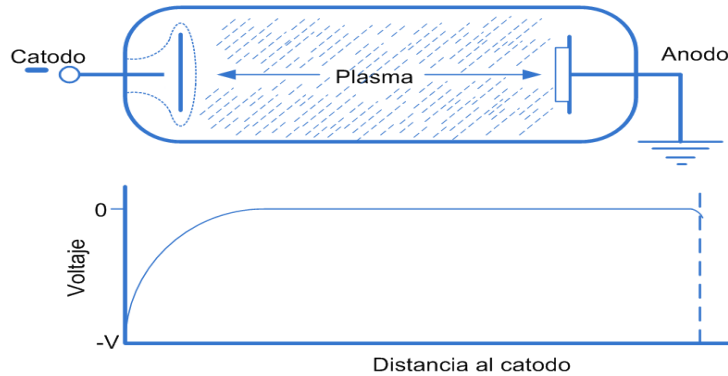


Figura 1.7 Esquema de la configuración de los dos electrodos para realizar Sputtering y variación del voltaje en función de la distancia al cátodo.  
Adaptada de [23]

En esta configuración, la intensidad del campo eléctrico en las proximidades del cátodo es elevada, de forma que la caída de potencial se produce prácticamente en una región cercana a la superficie del cátodo. En esta pequeña zona los iones del plasma son acelerados hacia el cátodo y cuando chocan erosionan el material y se producen otros efectos, como son, la emisión de iones secundarios, la emisión de radiación, la emisión de electrones secundarios etc.

Parte de los electrones generados se recombinan con los iones y provocan la emisión de luz en la superficie del cátodo. La emisión de electrones secundarios contribuye a aumentar el



grado de ionización del plasma y por tanto provoca que el bombardeo sea más intenso. Este efecto se aprovecha para aumentar la eficiencia del proceso, mediante la utilización de imanes que confinan el movimiento de estos electrones secundarios. El resto del espacio comprendido entre el cátodo y el ánodo lo ocupa el plasma, siendo el gradiente de potencial en esta zona prácticamente nula. Las dimensiones de esta pequeña zona suele ser del orden del recorrido libre medio de los electrones en el gas.

El proceso de Sputtering tiene lugar en una cámara de vacío. Para evitar que el gas residual provoque una contaminación considerable en los recubrimientos depositados es necesario conseguir un alto vacío (se considera alto vacío para el proceso de Sputtering presiones inferiores a  $10^{-6}$  mbar). La presión de trabajo se consigue mediante la introducción del gas o gases de proceso a una presión del orden de  $10^{-2}$  mbar. La presión óptima del proceso depende del sistema del sistema concreto con el que se trabaja, existiendo un compromiso entre el recorrido libre de las partículas del plasma y la presión necesaria para que se produzca la descarga [23].

Cuanto menor es la presión de trabajo mayor es el recorrido libre medio, y por tanto mayor la energía con la que los átomos alcancen el blanco y el sustrato. Sin embargo si la presión es demasiado baja no existen suficientes átomos ionizados y por tanto la descarga se extingue rápidamente. Para conseguir estas presiones tan bajas se utilizan bombas de alto vacío, en concreto en este proyecto se utiliza una bomba turbo-molecular en serie con una bomba mecánica de vacío.

Se puede tener una idea cercana a lo que ocurre en el proceso de crecimiento Sputtering con la analogía del comportamiento de la descarga de un diodo. Ver Figura 1.8.

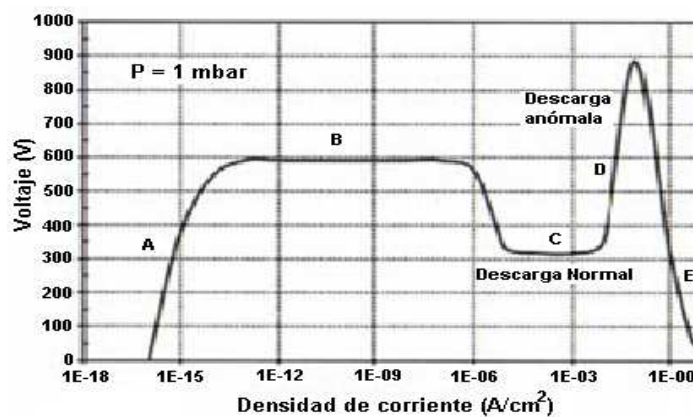


Figura 1.8. Comportamiento de la descarga en un diodo  
Adaptada de [23].

Inicialmente al aplicar una pequeña diferencia de potencial DC entre los electrodos se genera una pequeña corriente ya que se ionizan unos pocos átomos (zona A). A medida que aumentamos el voltaje aumenta la corriente hasta que se alcanza la zona B en la cual las partículas ionizadas tienen energía suficiente para ionizar otras partículas y por ello aumenta la densidad de corriente, manteniendo fijo el voltaje aplicado. Si se sigue aumentando la corriente iónica aparece un proceso de avalancha en el que los iones

liberados por el cátodo liberan a su vez electrones secundarios que son acelerados hacia el ánodo y producen ionización.

Si el número de electrones secundarios es suficiente para generar tantos iones que en su impacto sobre el cátodo produzcan el mismo número de electrones se dice que la descarga es auto mantenida. En este intervalo (zona C) el voltaje disminuye y la corriente aumenta, sin embargo el bombardeo de la superficie del cátodo es irregular. Para conseguir una distribución uniforme es necesario aumentar la potencia para alcanzar la zona de descarga anómala, en la cual hay una relación lineal entre corriente y voltaje [23].

En cátodos no refrigerados, si superamos un cierto nivel de corriente iónica aparece un fenómeno de emisión termoiónica que produce un efecto de avalancha que da lugar a los arcos eléctricos (alta corriente iónica con bajo voltaje).

Además de tener que garantizar las condiciones energéticas anteriores para la pulverización del blanco y depósito en el sustrato, se debe seguir una jerarquía de acciones, cada una importante y de cuidado. Ver sección 2.3.3.

### **1.3. CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS MULTICAPA**

En el presente trabajo de grado se busca obtener un desempeño óptimo del Sputtering de tres (3) blancos de la universidad del Cauca, esto posterior al trabajo de reparación, limpieza y diseño de sistemas que permitan utilizar este equipo por primera vez en el alma mater. Debido a esto se realizó pruebas de crecimiento monocapa y multicapa de películas delgadas de  $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$ ,  $(La_{1.85}Sr_{0.15}CuO_{4+\delta})$  y  $(Al_2O_3)$  en sustratos de Vidrio,  $Al_2O_3$ ,  $SrTiO_3$ . Sus respectivas caracterizaciones de tipo eléctrico, morfológico y estructural son necesarias, ya que de esta manera se puede evaluar el correcto desempeño y futuras mejoras, incluyendo aquí su automatización.

Entre las caracterizaciones mencionadas se hace importante y obligatorio la caracterización eléctrica del material, grafica RT <sup>(3)</sup>. La cual permite conocer el material y poderlo llevar a múltiples aplicaciones, tales como sensor de temperatura, sensor de radiación, ventanas inteligente, etc. [13]. Obteniendo la resistencia ( $\Omega$ ) que presentan las películas delgadas obtenidas a distintas temperaturas ( $^{\circ}C$ ) se puede percibir el grado de eficiencia del sistema de crecimiento de películas delgadas multicapa de la universidad del cauca, esto considerando que los blancos utilizados en el presente proyecto de grado son individualmente superconductores a bajas temperaturas, según los artículos teóricos [27] [28].

#### **1.3.1. Caracterización eléctrica de películas delgadas - método de las 4 puntas**

La caracterización eléctrica de las películas delgadas de  $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta})$ ,  $(YBa_2Cu_3O_{7-\delta}/Al_2O_3)$  en sustratos de Vidrio,  $Al_2O_3$ ,  $SrTiO_3$ , se realiza empleando el “método de las cuatro puntas” [29]. Ver Figura 1.9, este método, consiste en soldar cuatro contactos metálicos sobre la película delgada, aplicarle corriente entre dos de los contactos que se

---

<sup>3</sup> RT  $\rightarrow$  Resistencia - Temperatura

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.

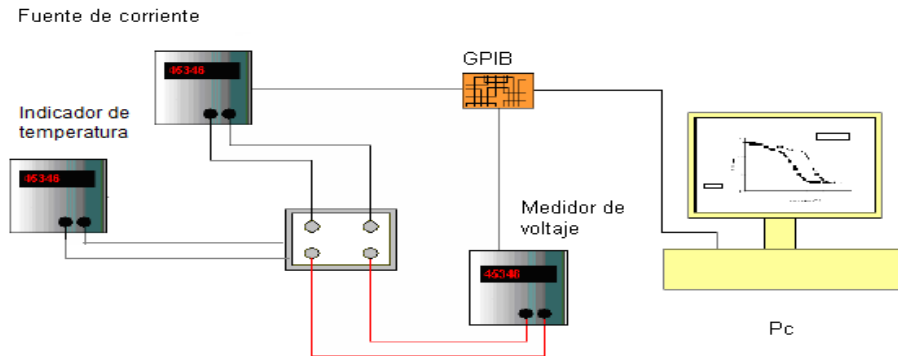


Figura 1.9. Diagrama modular sistema de caracterización DC  
Adaptada de [25].

### 1.3.2. Caracterización eléctrica de películas delgadas - 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, Su utilidad es múltiple, no sólo permite conocer de forma directa la estructura de un sólido, sino que además permite conocer todas las propiedades derivadas de dicha estructura: distancia de enlace, ángulos entre átomos y la distribución electrónica en la molécula. Además permite medir el grosor de las láminas y determinar el tamaño aproximado de los granos cristalinos.

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 ( $\lambda$ ) 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 ( $\text{\AA}$ ) por tal razón se debe utilizar rayos X para estudiar los materiales [30].

Cuando un haz monocromático golpea un material del mismo orden de longitud de onda (igual espaciamiento atómico), 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 [31]. Los rayos X han sido reforzados, cuando las condiciones satisfacen la ley de Bragg [31]. Ver. Figura 1.10.

$$n\lambda = 2d\text{sen}(\theta)$$

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,  $\lambda$  la longitud de onda de los rayos X, y  $\theta$  es mitad del ángulo entre el haz difractado y la dirección original del haz.

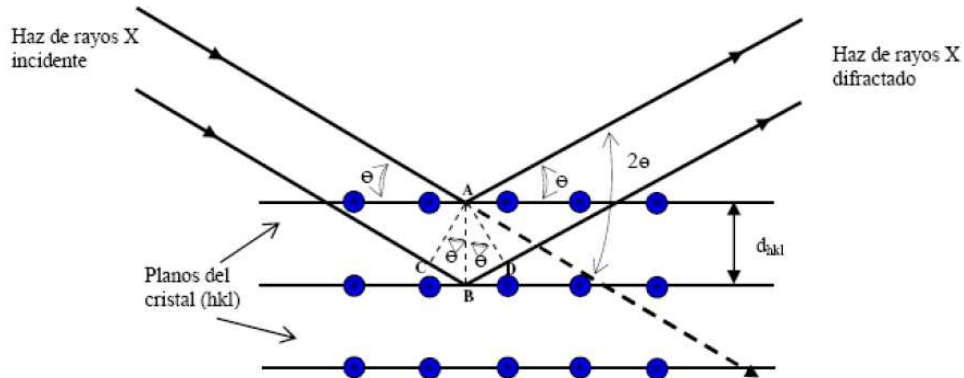


Figura 1.10. Difracción de los rayos X en los planos cristalinos de un sólido.  
Adaptada de [25].

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 [32].

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 ( $\theta$ ) 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 [31]. Ver Figura 1.11.

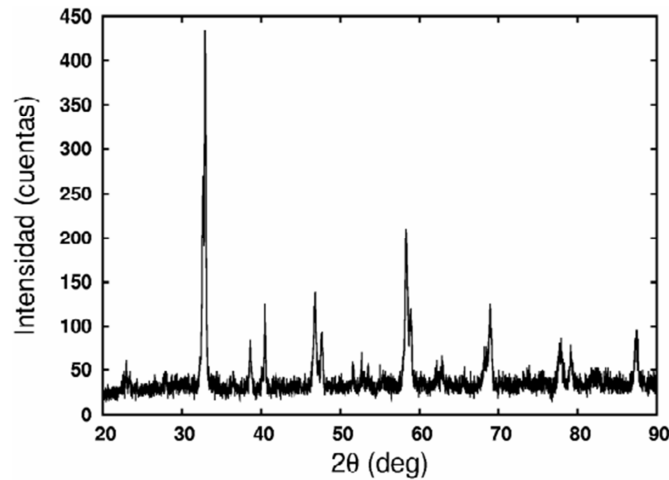


Figura 1.11. Patrón de difracción típico del superconductor  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$   
Adaptada de [33].

### 1.3.1. Caracterización eléctrica de películas delgadas – SEM

La microscopía electrónica de barrido conocida por sus siglas inglesas (SEM), se basa en el principio de la microscopía óptica en la que se sustituye el haz de luz por un haz de electrones para formar una imagen. Ver Figura 1.12. Con esto se consigue hasta los  $100 \text{ \AA}$  de resolución, muy superior a cualquier instrumento óptico. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra, al producir imágenes de alta resolución, puede obtener características espacialmente cercanas en la muestra a una alta magnificación para ser examinadas. La preparación de las muestras es relativamente fácil pues la mayoría de SEM sólo requiere que estas sean conductoras [34]. [35].

El equipo cuenta con un dispositivo (filamento) que genera un haz de electrones para iluminar la muestra y con diferentes detectores se recogen después los electrones generados de la interacción con la superficie de la misma para crear una imagen que refleja las características superficiales de la misma, pudiendo proporcionar información de las formas, texturas y composición química de sus constituyentes, ver Figura 1.13.

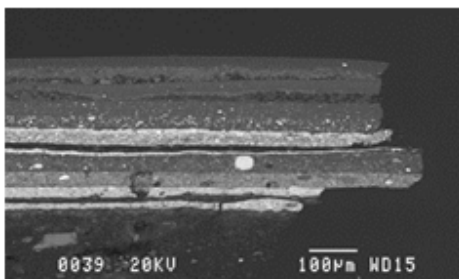


Figura 1.12. Imagen obtenida por SEM  
Tomada de [34].

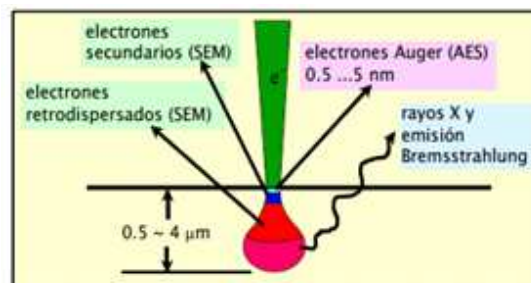


Figura 1.13. Interacción de electrones de salida con muestras solidas en un SEM  
Tomada de [34].

Al alcanzar el haz la superficie de la muestra se generan principalmente las siguientes partículas: Electrones retrodispersados (e1), Electrones secundarios (e2), Electrones de Auger (AES) y radiación electromagnética (rayos X). El microscopio se encuentra internamente equipado con unos detectores que recogen la energía y la transforman en las siguientes imágenes y datos:

Detector de electrones secundarios: (SEI – Secondary Electron Image) con los que obtenemos las imágenes de alta resolución.

Detector de electrones retrodispersados: (BEI – Backscattered Electron Image) Con menor resolución de imagen pero mayor contraste para obtener la topografía de la superficie.

Detector de energía dispersiva: (EDS – Energy Dispersive Spectrometer) detecta los rayos X generados y permite realizar un análisis espectrográfico de la composición de la muestra.

## 2. PLANTA DE PROCESAMIENTO EQUIPO *SPUTTERING* DE 3 BLANCOS

El equipo Sputtering de tres (3) blancos es la planta de procesamiento donde ocurren cambios físicos como vaporización, pulverización e ionización de átomos en materiales de manera controlada y se obtiene películas delgadas multicapa, este método es conocido como Magnetron Sputtering [1] [2] [3].

La Universidad del Cauca cuenta con un Sputtering de tres (3) blancos, este equipo fue adquirido de segunda mano del Laboratorio FORSCHUNGSZENTRUM en Jülich-Alemania en el año 2011, comprado a bajo costo por la Universidad, gracias a gestiones del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas “FISBATEM”. Su valor comercial oscila entre \$400.000 y \$500.000 US [36] y representa una valiosa herramienta para la experimentación, investigación y desarrollo en el ámbito del crecimiento multicapa de películas delgadas.

Durante la etapa de nacionalización una inundación en la bodega de importación nacional en la ciudad de Cali-Valle de Cauca [37], provocó que sus sistemas electrónicos quedaran completamente inservibles. Se logró recuperar su estructura mecánica gracias a una ardua labor de limpieza, mantenimiento y reparación, ya que se encontraba contaminado con productos químicos que estaban en la bodega durante la inundación. En el presente trabajo de pregrado el equipo Sputtering se ensambló nuevamente con las partes que se recuperaron y se gestionó la adquisición de los nuevos componentes, actualmente se encuentra ubicado en las instalaciones del Laboratorio FISBATEM del Departamento de Física de la Universidad del Cauca.

El laboratorio FISBATEM y su nuevo equipo Sputtering de tres (3) blancos, permitirá que la Universidad del Cauca participe activamente de las investigaciones que se llevan a cabo actualmente en el país en laboratorios similares como el CENM <sup>(4)</sup> en la Universidad del Valle [38], el ASTIN SENA <sup>(5)</sup> [39], los cuales cuentan con equipos similares.

En aras de aportar tecnológicamente con equipos de punta y contribuir en el campo de las películas delgadas multicapa, el objetivo de este proyecto es diseñar una propuesta de automatización del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en el equipo de *Sputtering* de tres (3) blancos de la Universidad del Cauca.

A continuación se hace una descripción modular y detallada de los sistemas que lo componen.

### 2.1. DESCRIPCIÓN MODULAR

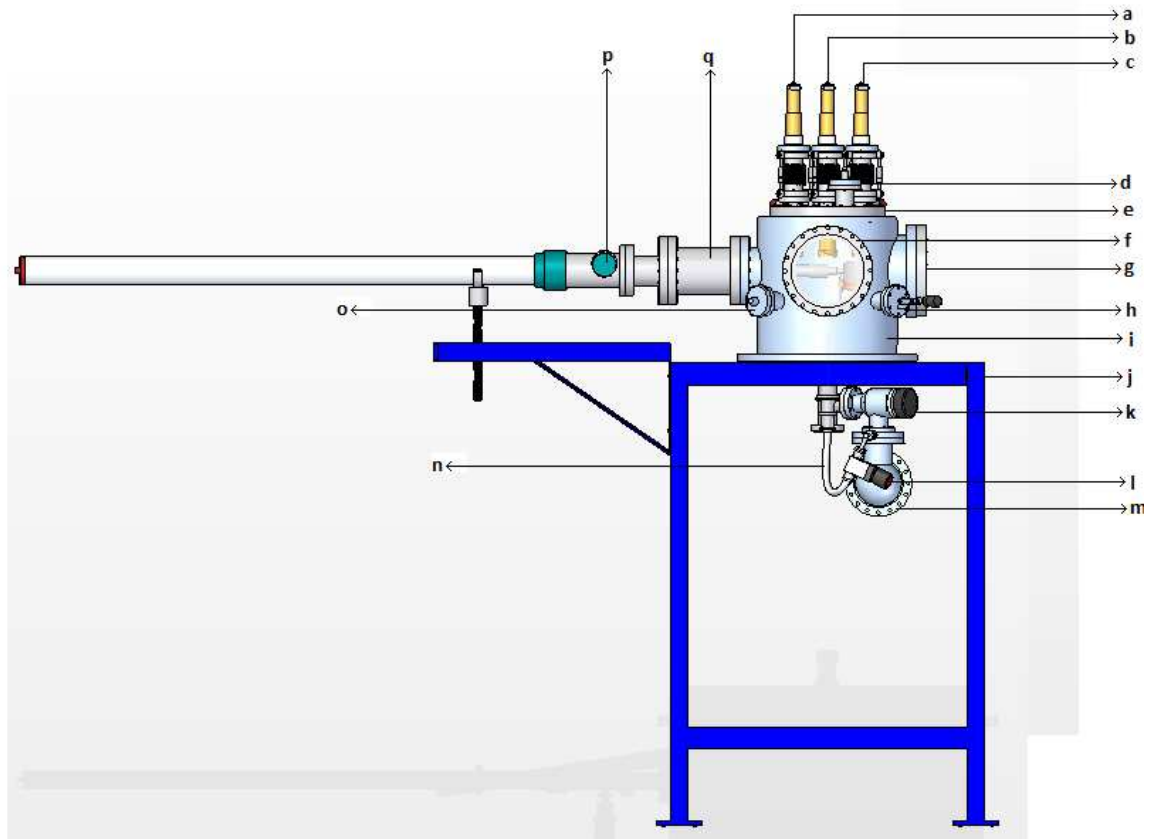
El equipo Sputtering de tres (3) blancos permite el crecimiento multicapa de películas

---

<sup>4</sup> CENM: Centro de Excelencia en Nuevos Materiales

<sup>5</sup>ASTIN SENA: Centro nacional de asistencia técnica a la industria, Sena regional Valle del Cauca-Colombia

delgadas, está formado por varios equipos y partes. En la Figura 2.1 se observa algunas de las partes que lo constituyen.



- |                                   |  |
|-----------------------------------|--|
| a) Cañón magnetrón RF 1.          | i) Cámara de vacío.                                |
| b) Cañón magnetrón DC 1.          | j) Mesa Sputtering                                 |
| c) Cañón magnetrón DC 2.          | k) Válvula de salida de gases 1.                   |
| d) Pasamuro sellado y disponible. | l) Válvula de salida de gases 2.                   |
| e) Tapa superior.                 | m) Entradas bombas de vacío.                       |
| f) Tapa frontal con visor.        | n) Manguera conexión salida de aire.               |
| g) Tapa lateral con visor.        | o) Pasamuro sellado y disponible.                  |
| h) Pasamuro entrada de gas argón. | p) Perilla del brazo de desplazamiento horizontal. |
|                                   | q) Brazo de desplazamiento horizontal.             |

Figura 2.1. Equipo Sputtering de tres (3) blancos. Vista Frontal.

[Fuente propia]

El equipo Sputtering de tres (3) blancos está conformado por nueve (9) sistemas: Refrigeración, Vacío, Temperatura, Argón, Oxígeno, Hidrogeno, Posición horizontal del horno, Posición de Shutters y Voltaje, los cuales se explican a continuación.

### 2.1.1. Sistema de Refrigeración

El sistema de refrigeración surte con un flujo constante de agua a elementos y equipos de la célula de proceso: Cañones, tapa superior de la cámara de vacío y Horno. Se refrigeran ya



que durante el proceso de fabricación, alcanzan altas temperaturas y se corre peligro de daño.

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, cañones de la cámara y horno). Ver Figura 2.3. 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 cámara se observa en el indicador de flujo tipo molinete. Ver Figura 2.4. Se asume que los equipos son refrigerados si el indicador de flujo tipo molinete 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  $\frac{3}{4}$ ".



Figura 2.2. Válvula de flujo de entrada de agua domiciliaria tipo bola.  
[Fuente propia].



Figura 2.3. Indicador de flujo de entrada de agua tipo molinete.  
[Fuente propia].



Figura 2.4. Red de distribución interna de refrigeración  
[Fuente propia].

### 2.1.2. Sistema de Vacío

El sistema de vacío consta de dos bombas conectadas en serie, una bomba mecánica (ALCATEL V2008) ubicada en la parte inferior del equipo Sputtering de tres (3) blancos. Ver Figura 2.5. Alcanza un máximo vacío de  $8 \times 10^{-2}$  mbar, se conecta a una fuente de alimentación de 120 V y se enciende oprimiendo el switch de “encendido” ubicado en el equipo y una bomba turbomolecular con fuente (TURBO-V 81-M), se encuentra en la parte inferior del equipo Sputtering de tres (3) blancos. Ver Figura 2.6. Y se alimenta eléctricamente al accionar los *breakers* de energía, alcanza un alto vacío de  $5 \times 10^{-10}$  mbar,

tienen como propósito generar un vacío de calidad en la cámara y logra un ambiente con la menor cantidad de agentes contaminantes, condiciones que permiten un entorno controlado y adecuado para el plasma y el bombardeo de iones.

Inicialmente se enciende la bomba mecánica y luego la bomba turbomolecular, cuando esta última ha logrado disminuir la presión hasta  $1 \times 10^{-5}$  mbar, se oprime el botón “bajar revoluciones” de la bomba turbomolecular. La presión de vacío se mide por medio del sensor de presión PIRANI. Ver Figura 2.7, instalado en la cámara de vacío, (el sensor de cátodo frío no está instalado), la presión se despliega en el indicador de presión PIRANI – COLD CATHODE. Ver Figura 2.8. Se hace uso de los demás sistemas cuando se alcanza una presión estable de trabajo.



Figura 2.5. Bomba Mecánica.  
[Fuente propia].



Figura 2.6. Bomba Turbomolecular.  
[Fuente propia].



Figura 2.7. Sensor de Presión PIRANI –  
LEYBOLD HERAEUS.  
[Fuente propia].



Figura 2.8. Indicador de presión PIRANI –  
THERMOTRON TM 120.  
[Fuente propia].

### 2.1.3. Sistema de Temperatura

Este sistema controla la temperatura del sustrato y regula su calentamiento, sus elementos y equipos son: Horno ubicado al interior de la cámara en contacto con el sustrato, alcanza temperaturas de  $1000^{\circ}\text{C}$ , Controlador de temperatura (EUROTHERM 2404), permite garantizar un valor estable o una rampa de calentamiento, Tiristor (TE10A), manipula la potencia a suministrar al horno y una Termocupla tipo K, sensor de temperatura del horno. El sustrato se calienta, sus átomos se excitan y vibran para la adsorción lográndose un efecto coalescente en el material.

En el sistema de temperatura, el sustrato es calentado por un horno por medio de una resistencia de 50 ohmios. Ver Figura 2.9. El horno se calienta cuando circula a través de la resistencia una corriente a un voltaje, regulados por el controlador de temperatura Eurotherm. Ver Figura 2.10 y manipulado por el tiristor. Ver Figura 2.11; el horno se suspende en el aire por el sistema de posicionamiento horizontal y en el proceso de fabricación se ubica en la cavidad del porta sustrato, quedando en contacto con el sustrato. La cámara tiene un pasamuro que permite la conexión de alimentación del horno y la conexión exterior de la Termocupla tipo K. Ver Figura 2.12, esta última se conecta al controlador quien despliega la temperatura del horno. El valor de la temperatura del horno se asume como el valor de la temperatura del sustrato.



Figura 2.9. Horno.  
[Fuente propia].



Figura 2.10. Controlador - Indicador de temperatura marca EUROTHERM.  
[Fuente propia].



Figura 2.11. Tiristor.  
[Fuente propia].



Figura 2.12. Termocupla tipo K.  
[Fuente propia].

#### 2.1.4. Sistema de Argón

El sistema de argón es el que controla el flujo de argón al interior de la cámara. Está compuesto de una bala de 6.7 m<sup>3</sup>, dos (2) válvulas reguladoras marca AGA que permiten regular la cantidad de flujo de argón que sale de la bala de almacenamiento de gas y una (1) válvula periférica de la cámara que permite regular el ingreso de flujo de argón al interior. Controlar el valor del flujo de argón al interior de la cámara es importante, ya que se necesita una cantidad precisa de este gas, para generar el plasma, mantenerlo activo y asegurar una buena deposición de átomos del *blanco* en el *sustrato*.

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 2.13 y de las dos válvulas marca AGA acopladas a la bala. Ver Figura 2.14, Figura 2.15, mediante el uso de estas 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” al cuerpo de la cámara, se usa una cuarta válvula sujeta a la superficie de la cámara para regular el flujo de entrada del gas. Ver Figura 2.16. El flujo de entrada de argón a la cámara se controla por operario mediante la observación de la presión al interior de la cámara hasta alcanzar el valor indicado de trabajo, esta presión se observa en el indicador de presión PIRANI – THERMOTRON TM 120. Ver Figura 2.8. Por ultimo cabe denotar que este sistema no se utiliza en todos los crecimientos multicapas, todo depende del material y de la capa que se va a crecer.



Figura 2.13. Bala de Argón (Color gris).  
[Fuente propia].



Figura 2.14. Válvula de la bala de argón.  
[Fuente propia].



Figura 2.15. Válvula AGA y válvula AGA 2 de la bala de argón.  
[Fuente propia].



Figura 2.16. Válvula de flujo de entrada argón a la cámara.  
[Fuente propia].

### 2.1.5. Sistema de Oxígeno

Este sistema controla el flujo de oxígeno que ingresa al interior de la cámara. El sistema utiliza una bala de 6.7 m<sup>3</sup>, dos (2) válvulas reguladoras marca AGA que permiten ajustar la cantidad de flujo de oxígeno que sale de la bala de almacenamiento del gas. Este gas no se aplica en todos los crecimientos multicapas, depende de los materiales que se vayan a trabajar.

Este sistema suministra un flujo de oxígeno de la bala ver Figura 2.17 a la cámara mediante el paso regulado de las dos válvulas marca AGA acopladas a la bala ver Figura 2.18, Figura 2.19. Después de abiertas las dos válvulas, se conecta por medio de una manguera de ¼” al

cuerpo de la cámara y se regula el ingreso de flujo de oxígeno a la cámara manualmente ver Figura 2.20. El flujo de entrada de Oxígeno a la cámara se controla por medio del operario mediante la observación de la presión en el interior de la cámara hasta que llegue al valor indicado de trabajo, la presión se observa en el indicador de presión PIRANI – THERMOTRON TM 120. Ver Figura 2.8. Por ultimo cabe denotar que este sistema no se utiliza en todos los crecimientos multicapas, todo depende del material y de la capa que se va a crecer.



Figura 2.17. Bala de Oxígeno (Color Verde).  
[Fuente propia].



Figura 2.18. Válvula de bala de Oxígeno.  
[Fuente propia].



Figura 2.19. Válvula AGA y válvula AGA 2 de la bala de Oxígeno.  
[Fuente propia].



Figura 2.20. Válvula de flujo de entrada de Oxígeno a la cámara.  
[Fuente propia].

### 2.1.6. Sistema de Nitrógeno

Este sistema controla el flujo de nitrógeno que ingresa al interior de la cámara. El sistema utiliza una bala de  $6.7 \text{ m}^3$ , dos (2) válvulas reguladoras marca AGA que permiten ajustar la cantidad de flujo de nitrógeno que sale de la bala de almacenamiento del gas, Este gas no se aplica en todos los crecimientos multicapas, depende de los materiales que se vayan a trabajar.

Este sistema suministra un flujo de Nitrógeno de la bala ver Figura 2.21 a la cámara mediante el paso regulado de las dos válvulas marca AGA acopladas a la bala. Ver Figura 2.22, Figura 2.23. Después de abiertas las dos válvulas, se conecta por medio de una



manguera de ¼” al cuerpo de la cámara y se regula el ingreso de flujo de oxígeno a la cámara manualmente. Ver Figura 2.24. El flujo de entrada de Nitrógeno a la cámara se controla por operario mediante la observación de la presión al interior de la cámara hasta que llegue al valor indicado de trabajo, la presión se observa en el indicador de presión PIRANI – THERMOTRON TM 120. Ver Figura 2.8. Por ultimo cabe denotar que este sistema no se utiliza en todos los crecimientos multicapas, todo depende del material de la capa que se va a crecer.



Figura 2.21. Bala de Nitrógeno (Color Negro).  
[Fuente propia].



Figura 2.22. Válvula de bala de Nitrógeno.  
[Fuente propia].



Figura 2.23. Válvula AGA y válvula AGA 2 de la bala de Nitrógeno.  
[Fuente propia].



Figura 2.24. Válvula de flujo de entrada Nitrógeno a la cámara.  
[Fuente propia].

### 2.1.7. Sistema de Posición Horizontal del Horno

Este sistema es el que se encarga del desplazamiento horizontal del horno, ajustando la posición de este en alguno de los tres (3) blancos los cuales están en posiciones fijas. El posicionamiento del horno depende de la habilidad y precisión del operario que mediante una perilla de accionamiento manual hace desplazar al horno a uno de los blancos según se requiera en el proceso.

Este sistema es el encargado de desplazar el horno horizontalmente en tres (3) posiciones fijas. Estas posiciones concuerdan con la ubicación de los tres (3) blancos. El sistema se

mueve manualmente por medio de una perilla y con la vista del operario se cuadra la posición del horno en cada blanco.

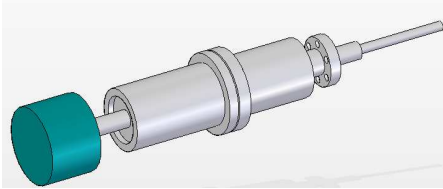


Figura 2.25. Perilla brazo.  
[Fuente propia].

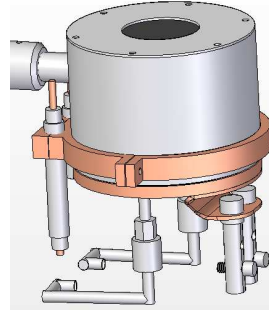


Figura 2.26. Horno.  
[Fuente propia].

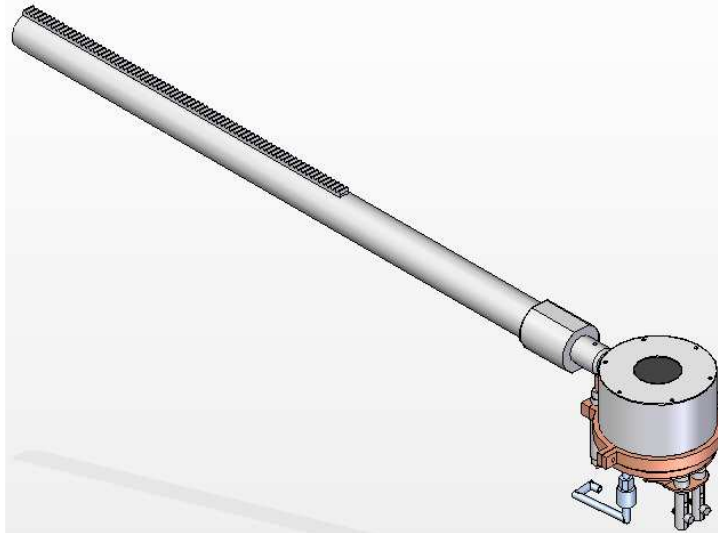


Figura 2.27 Brazo de posición horizontal.  
[Fuente propia].

### 2.1.8. Sistema de posición de los Shutters

Este sistema no existe en este momento debido a que el equipo Sputtering de tres blancos no lo tiene ya que el tipo de deposición es realizada con Sputtering magnetrón DC y la contaminación en los blancos y el sustrato durante el proceso es mínimo. El sistema de posición de shutters fue diseñado porque el equipo en un futuro va a funcionar con Sputtering magnetrón DC y Sputtering magnetrón RF y este si produce una mayor contaminación afectando el proceso.

El sistema de posición de los Shutters ha sido modelado para ser construido cuando el equipo Sputtering de tres (3) blancos lo requiera. Ver anexo A. Los Shutters son tapas protectoras de acero, que protegen los tres (3) blancos individualmente así como el Horno. En total son cuatro (4) Shutter y un sistema de posicionamiento que usa una perilla de accionamiento manual. Esta preserva el vacío y cuenta con 2 grados de libertad (rotar y

trasladar) para accionar desde el exterior de la cámara, un sistema de acoples dispuesto al interior de la misma, lo que permite tapar y destapar ordenada e individualmente el horno y cada cañón magnetrón.

Este sistema conformado por dos subsistemas. Ver Figura 2.28, Figura 2. 29. Es el encargado de garantizar la realización correcta de un Pre-Sputtering<sup>6</sup>, actuando en conjunto con el sistema de voltaje, de esta manera se realizara de forma ordenada y sincronizada la limpieza en los blancos, depositando las primaras capas sobre un Shutter que cubre el sustrato. Después de realizado el Pre-Sputtering el sistema se encarga de permitir el depósito del blanco escogido sobre el sustrato.

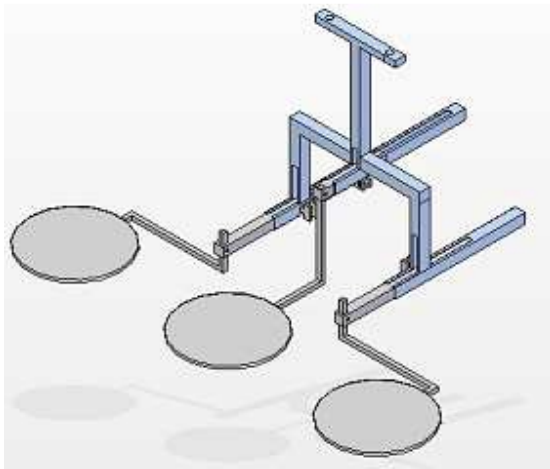


Figura 2.28. Subsistema Shutters blancos [Fuente propia].

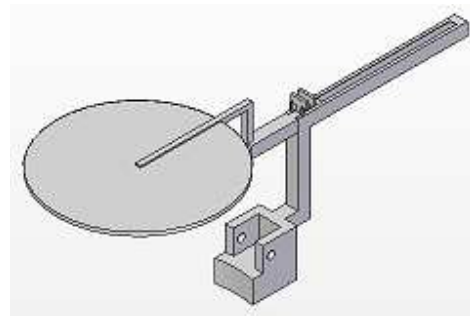


Figura 2. 29 Subsistema Shutter horno [Fuente propia].

### 2.1.9. Sistema de Voltaje

El sistema de voltaje consta de una fuente de potencia de precisión (Heinzinger® PNC 600 power) que garantiza los voltajes para este tipo de procesos. Este es necesario para generar y mantener el plasma dentro de la cámara de vacío en uno de los tres (3) blancos del Sputtering Para generar el plasma se usa un voltaje aplicado entre el ánodo “target” y el cátodo “sustrato”, con el fin de desalojar átomos del target y depositarlos en el sustrato.

La fuente de voltaje. Ver Figura 2. 30, Figura 2.31. Suministra un voltaje de 220 V DC a uno de los tres (3) cañones-magnetrones (cada uno generalmente sostiene un blanco distinto), para realizar el proceso de pre-Sputtering o Sputtering en ese blanco, a continuación se energiza a otro cañón para proceder de igual forma con el siguiente blanco hasta terminar la película multicapa, Todo esto se realiza manualmente conectando el cable de alimentación al cañón magnetrón que se va a energizar. El voltaje puede variar en el proceso o entre cañones magnetrones. La fuente de voltaje se enciende oprimiendo el botón

<sup>6</sup>Pre-Sputtering: Pulverización y deposición inicial del blanco sobre un Shutter y no sobre el sustrato, se realiza para limpiar la superficie del blanco a utilizar (generalmente con impurezas) y se hace por separado con cada uno de los blancos.



de “encendido” ubicado en la parte posterior del mismo equipo, y se activa cuando se suben los breakers.



Figura 2. 30. Fuente de voltaje.  
[Fuente propia].



Figura 2.31. Panel frontal.  
[Fuente propia].

## 2.2. DESCRIPCIÓN DE LA CÁMARA DE VACÍO DEL EQUIPO SPUTTERING DE 3 BLANCOS

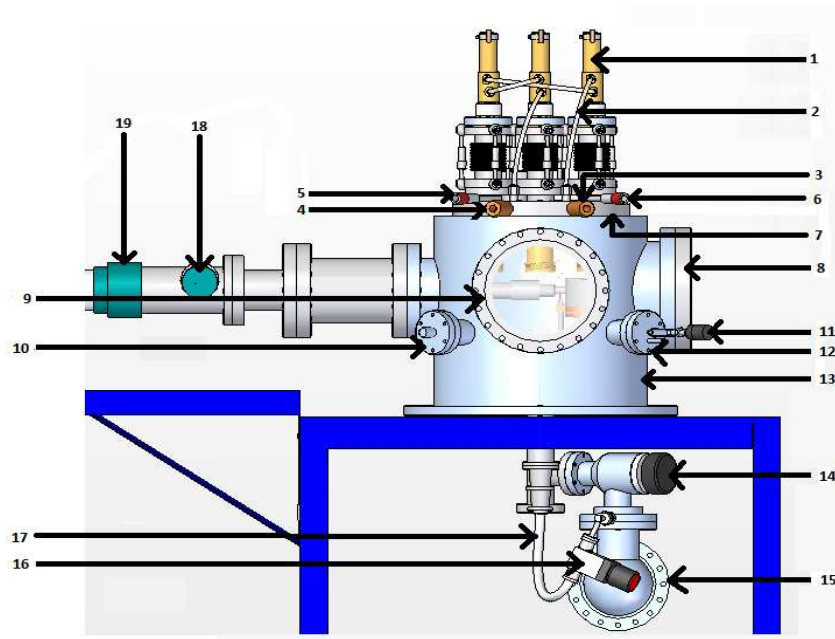
El lugar donde se presenta los procesos físicos que se presentan el crecimiento multicapa de películas delgadas es la cámara de vacío del equipo Sputtering de 3 blancos.

Dentro de la cámara, y durante el proceso, se llevan a cabo procesos físicos en los que se desalojan átomos de los blancos que son depositados en el sustrato, mediante la técnica Magnetron Sputtering D.C. La cámara contiene los componentes y las condiciones internas necesarias para el crecimiento multicapa de películas delgadas.

La cámara de vacío ver Figura 2.32, es un tanque de forma cilíndrica, fabricado en acero inoxidable, con dimensiones de 31 cm de diámetro en el cuerpo y una altura de 30,5 cm.

La parte frontal de la cámara cuenta con dos pasamuros uno de ellos está ubicado una válvula manual para el ingreso de gas al interior de la cámara, el otro Pasamuro se encuentra sellado.

La cámara tiene dos visores de vidrio ubicados uno en la parte frontal de la cámara y el otro en la parte lateral derecha de la cámara. Ambos visores tiene 14,32 cm de diámetro para observar su interior mientras se realiza el proceso de fabricación. En el lado izquierdo de la cámara está ubicado el brazo mecánico el cual está diseñado para mover el horno y ubicarlo en cualquiera de los tres magnetrones, el brazo cuenta con una Perilla\_horno para su manejo manual.

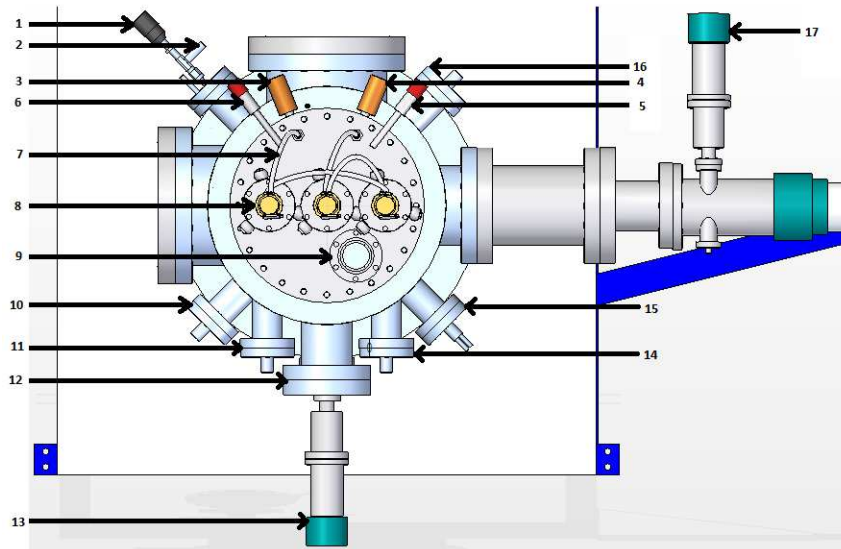


- |   |  |
|---|--|
| 1. Cañón magnetrón                                | 11. Válvula de gasificación                        |
| 2. Manguera de flujo de refrigeración magnetrones | 12. Pasamuro de gasificación                       |
| 3. Puerto de entrada de flujo de refrigeración    | 13. Cuerpo de la cámara                            |
| 4. Puerto de salida de flujo de refrigeración     | 14. Válvula de salida de gases por las bombas      |
| 5. Puerto de entrada conexión de voltaje          | 15. Entrada bombas de vacío                        |
| 6. Puerto de entrada conexión de voltaje          | 16. Válvula de reducción salida de gases           |
| 7. Tapa superior de la cámara                     | 17. Manguera de conexión para salida de gases      |
| 8. Tapa lateral con visor                         | 18. Perilla del brazo de desplazamiento horizontal |
| 9. Tapa frontal con visor                         | 19. Brazo de desplazamiento horizontal             |
| 10. Pasamuro sellado                              |  |

Figura 2.32. Vista frontal de la cámara del equipo Sputtering de tres blancos.  
[Fuente propia].

La tapa superior de la cámara ver Figura 2.33, cuenta con una tubería interna por la cual circula un flujo de agua para la refrigeración de esta y de la cámara, esta tubería cuenta con un puerto de entrada y un puerto de salida acoplados a la tapa superior, del cuerpo de salida de la tapa superior sale una manguera al magnetron DC 1 y de ahí se deriva al magnetron RF 1 y de este al magnetron DC 2, los cuales se refrigeran con el paso de agua, del puerto de salida del magnetron DC 2 va hacia el interior de la cámara pasando por un Pasamuro y una tubería hasta llegar al horno, el cual cuenta con una entrada y una salida, por medio de una tubería sale al exterior de la cámara.

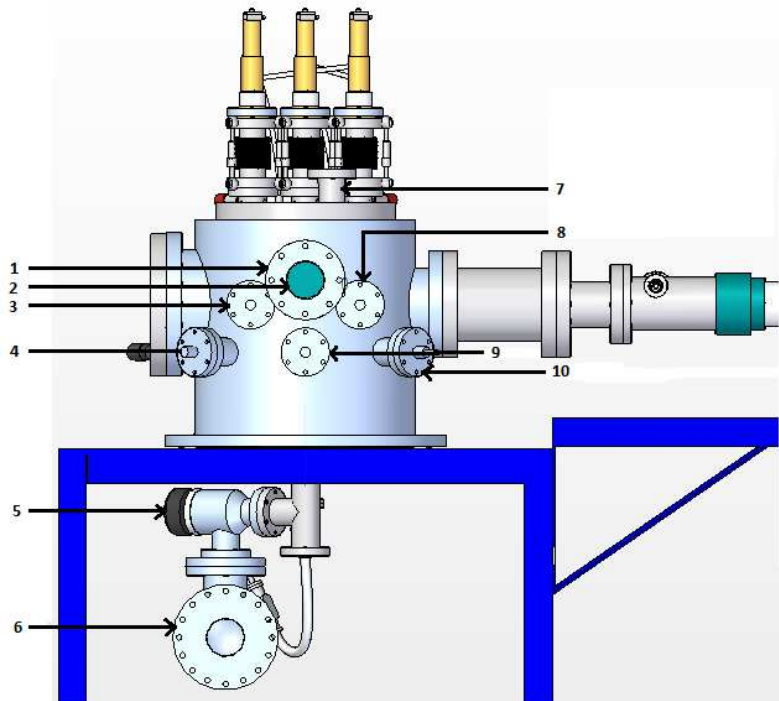
En la tapa superior van ubicados los tres magnetrones, un Pasamuro sellado para cumplir otra función cuando sea requerido, están las entradas y salidas de voltaje de los magnetrones, las entradas y salidas del flujo de agua.



- |   |   |
|---|---|
| 1. Válvula de entrada de flujo de argón         | 10. Pasamuro sellado y disponible   |
| 2. Puerto de entrada de flujo de argón          | 11. Pasamuro sensor de presión  |
| 3. Puerto de entrada de flujo de refrigeración. | 12. Pasamuro sistema de Shutter   |
| 4. Puerto de salida de flujo de refrigeración   | 13. Perilla control sistema Shutter   |
| 5. Puerto de entrada conexión de voltaje        | 14. Pasamuro sensor de temperatura  |
| 6. Puerto de entrada conexión de voltaje        | 15. Pasamuro entrada y salida de flujo de refrigeración del interior de la cámara |
| 7. Manguera de flujo de refrigeración           | 16. Pasamuro sellado y disponible   |
| 8. Cañón magnetrón                              | 17. Perilla del brazo de desplazamiento horizontal.                               |
| 9. Pasamuro sellado y disponible                |   |

Figura 2.33. Vista superior de la Cámara del equipo Sputtering de tres blancos.  
[Fuente propia].

En la parte posterior. Ver Figura 2.34, la cámara tiene seis pasamuros que cumplen varias funciones diferentes una de ellas es la entrada y salida del flujo de agua para el enfriamiento del horno, otro de ella para introducir un sensor de medición de presión, otro es para el sensor de temperatura, y los tres sobrantes están sellados con sus respectivas tapas.



- |  |  |
|--|--|
| 1. Pasamuro del sistema de Shutter           | 6. Entrada bombas de vacío   |
| 2. Perilla control sistema de Shutter        | 7. Pasamuro sellado y disponible   |
| 3. Pasamuro Sensor de presión                | 8. Pasamuro sensor de temperatura  |
| 4. Pasamuro sellado y disponible             | 9. Pasamuro iluminación cámara   |
| 5. Válvula de salida de gases por las bombas | 10. Pasamuro entrada y salida de flujo de refrigeración del interior de la cámara. |

Figura 2.34. Vista Posterior de la Cámara del equipo Sputtering de tres blancos.  
[Fuente propia].

### 2.2.1. Componentes internos de la cámara del equipo Sputtering de tres blancos

La cámara del equipo Sputtering de tres blancos cuenta con componentes que permiten sostener y asegurar el sustrato y los tres (3) *blancos* en posiciones fijas durante el proceso de fabricación multicapa de películas delgadas, el sustrato estará ubicado en el horno y los blancos en los cañones magnetrones, además cuenta con otros elementos que ayudan a que este proceso se pueda realizar satisfactoriamente. En la Figura 2.35, se muestra el montaje de los componentes internos dentro de la cámara.

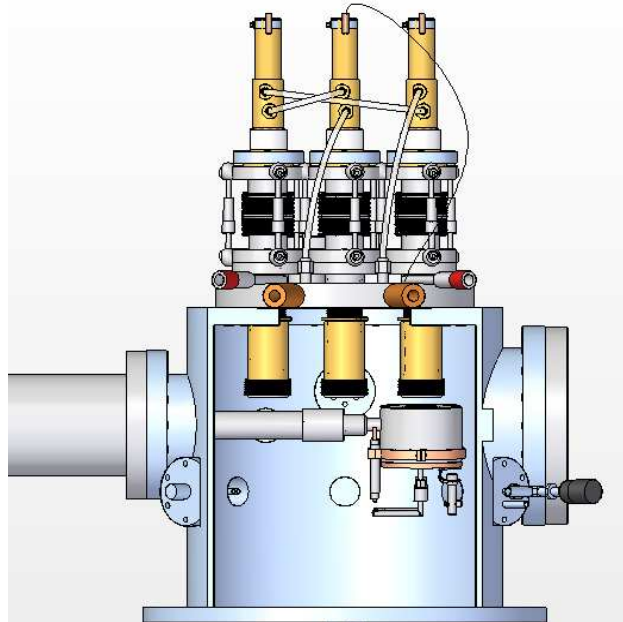


Figura 2.35. Montaje de los componentes internos de la cámara del equipo Sputtering de tres blancos.  
[Fuente propia].

A continuación se listan los 21 componentes internos, Figura 2.36 hasta la Figura 2.56, que se posicionan al interior de la cámara de vacío.

- Horno completo. Ver Figura 2.36.
- Tapa horno. Ver Figura 2.37.
- Horno. Ver Figura 2.38.
- Resistencia. Ver Figura 2.39.
- Abrazadera Portatermocupla. Ver Figura 2.40
- Porta termocupla Ver Figura 2.41.
- Termocupla. Ver Figura 2.42.
- Base aseguradora voltaje alimentación horno. Ver Figura 2.43.
- Tornillo asegurador voltaje alimentación horno. Ver Figura 2.44.
- Tornillo entrada alimentación horno. Ver Figura 2.45.
- Adaptación tubería entrada flujo de agua izquierdo. Ver Figura 2.46.
- Adaptación tubería entrada flujo de agua derecho. Figura 2.47.
- Cañón-magnetron. Ver Figura 2.48.
- Base magnetrón. Ver Figura 2.49.
- Acordeón Cañón-magnetron ver Figura 2.50.
- Extensores acordeón Cañón-magnetron. Ver Figura 2.51.
- Aislante eléctrico. Ver Figura 2.52
- Portablanco. Ver Figura 2.53.
- Base asegurador portablanco. Ver Figura 2.54.
- Arandela base portablanco. Ver Figura 2.55.
- Aislante eléctrico portablanco. Ver Figura 2.56.

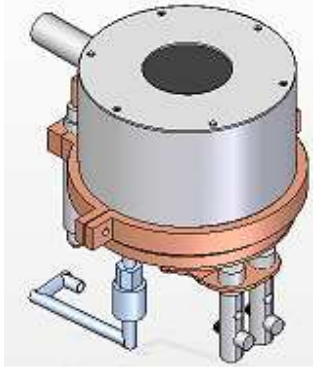


Figura 2.36. Horno completo  
[Fuente propia].

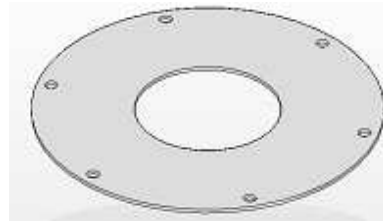


Figura 2.37. Tapa horno.  
[Fuente propia].

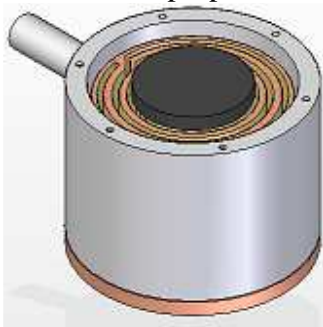


Figura 2.38. Horno.  
[Fuente propia].

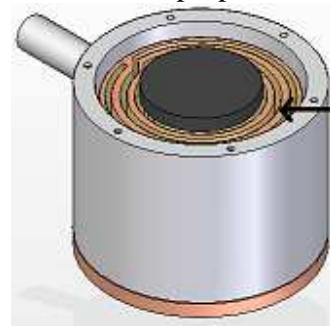


Figura 2.39. Resistencia.  
[Fuente propia].



Figura 2.40. Abrazaderas horno.  
[Fuente propia].



Figura 2.41. Portatermocupla  
[Fuente propia].



Figura 2.42. Termocupla.

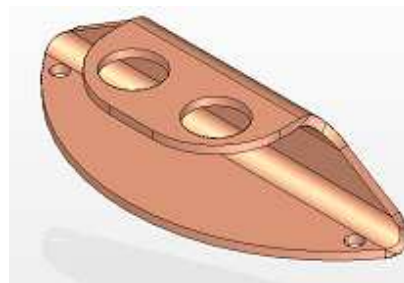


Figura 2.43. Base aseguradora alimentación

[Fuente propia].



Figura 2.44. Tornillo asegurador alimentación horno.  
[Fuente propia].

horno.  
[Fuente propia].

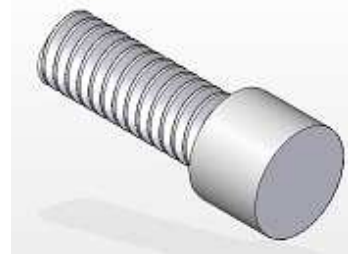


Figura 2.45. Tornillo entrada alimentación horno.  
[Fuente propia].

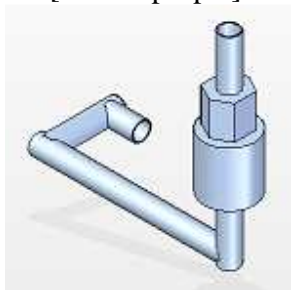


Figura 2.46. Adaptación tubería entrada flujo de agua izquierdo  
[Fuente propia].

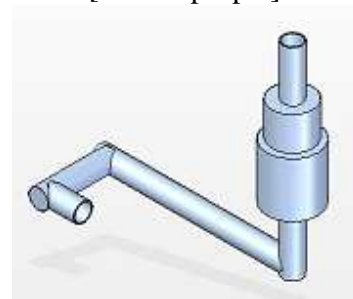


Figura 2.47. Adaptación tubería entrada flujo de agua derecho  
[Fuente propia].

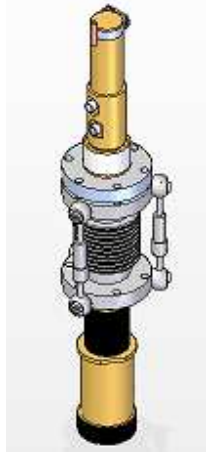


Figura 2.48. Cañón magnetrón.  
[Fuente propia].



Figura 2.49. Base magnetrón  
[Fuente propia].



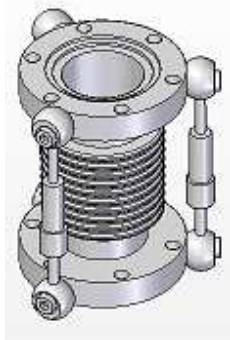


Figura 2.50. Acordeón Cañon-magnetron.  
[Fuente propia].

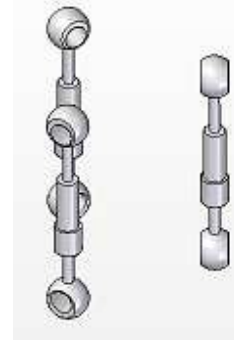


Figura 2.51. Extensores acordeón Cañon-  
magnetron.  
[Fuente propia].



Figura 2.52. Aislante eléctrico  
[Fuente propia].



Figura 2.53. Portablanco.  
[Fuente propia].



Figura 2.54. Base asegurador portablanco  
[Fuente propia].

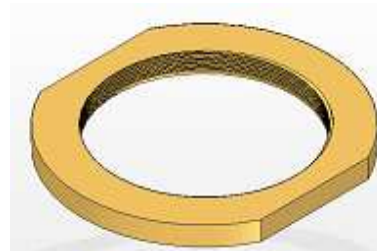


Figura 2.55. Arandela base magnetrón  
[Fuente propia].

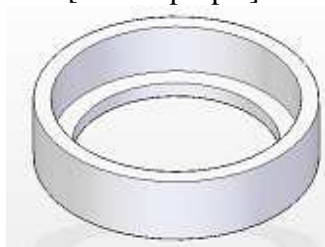


Figura 2.56. Aislante eléctrico portablanco  
[Fuente propia].



Para el montaje de los componentes al interior de la cámara de vacío del Sputtering de tres (3) blancos se debe utilizar una serie de herramientas que se muestra desde la Figura 2.57 hasta la Figura 2.63, que deben estar en la mesa de trabajo que está justo al lado del equipo Sputtering de tres (3) blancos. Estas herramientas ayudan a desmontar y luego a posicionar y sujetar nuevamente los componentes que se mencionaron en la sección 2.2.1. 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.



Figura 2.57. Llave A  
[Fuente propia].



Figura 2.58. Llave B  
[Fuente propia].



Figura 2.59. Llave C  
[Fuente propia].



Figura 2.60. Llave D  
[Fuente propia].



Figura 2.61. Llave hexagonal E  
[Fuente propia].



Figura 2.62. Llave F  
[Fuente propia].



Figura 2.63. Pinza sustrato  
[Fuente propia].

Es importante realizar una descripción en detalle de la planta de procesamiento Sputtering de tres (3) blancos, para que el operario se familiarice con los equipos y sus componentes; esta información es 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 ISA S88, que se realiza en la siguiente sección.

### **2.3. MODELADO DEL PROCESO DE CRECIMIENTO MULTICAPA DE PELICULAS DELGADAS EN EL EQUIPO SPUTTERING DE 3 BLANCOS**

La Universidad del Cauca cuenta con el laboratorio de Bajas Temperaturas FISBATEM. El cual tiene dos equipos de *Sputtering*: el primero, el BALZER BAE 250 [6] y el segundo, el *Sputtering* de 3 Blancos. Este último permite el crecimiento multicapa de películas delgadas, en el presente trabajo de pregrado se usa ISA S88 [40] como herramienta para proponer un estándar en el proceso de crecimiento multicapa, esto redundará en mejores resultados para las investigaciones que se realicen en esta área.

#### **2.3.1. Modelo de proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas**

La parte I de ISA S88 describe la secuencia de actividades físicas, químicas y biológicas para conversión, transporte y almacenamiento de materia prima o energía de un proceso industrial [41] en términos de: proceso, etapas de proceso, operaciones de proceso, y acciones de proceso. Aplicada la jerarquía de la parte 1 de ISA S88 en el presente trabajo se propone el modelo de proceso, ver Tabla 2.1, donde se muestra la relación entre proceso, etapas, operaciones y acciones del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.

En el modelo propuesto el proceso es crecimiento multicapa de películas delgadas, el cual se organiza en 4 etapas: Preparación de la cámara de vacío, Sputtering 1, Sputtering 2 y la última etapa Finalización del proceso.

La etapa Preparación de la cámara de vacío consta de 6 operaciones: Verificar disponibilidad de elementos, Conseguir elementos, Extracción de componentes de la cámara de vacío, Limpieza de componentes de la cámara de vacío, Alistamiento del Sustrato y Ubicación de componentes y materia prima al interior de la cámara de vacío. En esta etapa se verifica la disponibilidad de todos los elementos necesarios, si en algún caso no hay algún elemento se procede a conseguir el elemento faltante, o en caso contrario si se cuenta con todos los elementos se procede a la extracción de los componentes internos de la cámara para su limpieza, se realiza un tratamiento de limpieza al sustrato, esto con el fin de cumplir con unas condiciones óptimas para el crecimiento. Cuando estos elementos hayan sido limpiados adecuadamente se deben colocar nuevamente en la cámara de vacío, junto con los blancos que se ubican en los portablancos correspondientes y el sustrato que se coloca sobre el portasustrato que estará ubicado en el horno.

La etapa Sputtering 1 consta de 3 operaciones, Pulverización del Blanco, Crecimiento de película delgada y Finalización del plasma. Igual que la etapa Sputtering 2, lo que se

modifica son algunas acciones de cada operación. En la etapa Sputtering 1 inicia activando el módulo equipo de refrigeración para suministrar agua a los equipos que lo necesitan; posteriormente, se cumplen las condiciones necesarias para generar y mantener el plasma a lo largo del proceso, a continuación se le realiza al blanco 1 una limpieza de toda impureza dejando listo el material para el crecimiento de la capa de película delgada este proceso es conocido como un Pre Sputtering. Luego se calienta el sustrato mientras se desprenden los átomos del blanco 1 de la superficie por efectos de la pulverización iónica. Para crecer la película delgada se permite la línea de vista entre el blanco y el sustrato, con lo que se logra una adsorción en el sustrato de los átomos eyectados del blanco junto con el gas reactivo y en el finalizado del plasma sucede un efecto coalescente entre los átomos del blanco 1 sobre el sustrato formándose una capa. Esto se presenta igualmente en la etapa Sputtering 2, formando otra capa del material deseado.

La última etapa es Finalización del proceso que consta de una sola operación: extracción del material. Esta etapa culmina apagando los equipos que se encendieron al inicio del proceso, el llenado de la recámara de aire y la extracción del material fabricado.

Tabla 2.1 Modelo de proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas. [Fuente propia].

Proceso	Etapa de proceso	Operación del proceso (Actividad Principal)	Acción del proceso (actividad secundaria)
Crecimiento Multicapa de Películas Delgadas.	Preparación cámara de vacío.	Verificar disponibilidad de elementos.	Verificación del suministro de agua.
			Verificación del suministro de Energía eléctrica.
			Verificación de Gases.
			Verificación de Alcohol y acetona.
		Conseguir elementos.	Adquisición de elementos faltantes.
			Tapas de la cámara de vacío son retiradas y ubicadas en un lugar limpio y seguro.
		Extracción de componentes de la cámara de vacío.	Portablancos retirados y puestos en lugar limpio y seguro.
			Limpieza de componentes retirados.
	Limpieza de paredes y la base de la cámara de vacío.		
	Limpieza de componentes de la cámara de vacío.	Limpieza de herramientas.	
		Limpieza del Sustrato.	
	Alistamiento del sustrato.	Limpieza del Sustrato.	
	Ubicación de componentes y materia prima al interior de la cámara de vacío.	Blancos ubicados en los portablancos y puestos dentro de la cámara de vacío.	
		Sustrato ubicado en el horno.	
		Distancia entre los Blancos y el sustrato ajustados.	
	Sputtering 1.	Pulverización del blanco1.	Tapas de la cámara de vacío ubicadas, atornilladas y ajustadas de forma correcta.
			Módulo de equipo de enfriamiento activado.
			Verificar flujo de agua.
			Equipo Magnetron <i>Sputtering</i> de tres (3) blancos encendido.
			Modulo equipo de vacío activado.
			Modulo equipo de oxigeno activado.
			Horno posicionado en el magnetron RF uno (1).
			Presión modificada hasta el rango ( $1 \cdot 10^{-1}$ mbar - 1 mbar), para generar el plasma.
Modulo equipo de voltaje activado.			
Plasma generado y mantenido.			
Verificar plasma.			
Presión constante en (-----).			
Modulo equipo de temperatura activado.			
Acondicionar la forma del plasma.			
Crecimiento de película delgada1.		Verificar flujo de agua	
	Horno posicionado en el Blanco uno (1).		
	Verificar plasma.		
Acondicionar la forma del plasma.			

		Finalización del Plasma1.	Tiempo de espera de fabricación.				
			Verificar flujo de agua				
			Plasma finalizado.				
	Sputtering 2.	Pulverización del Blanco2.		Sellado del material.			
				Verificar flujo de agua			
				Horno posicionado en el magnetrón RF uno (1).			
				Presión modificada hasta el rango $(1 \cdot 10^{-1} \text{ mbar} - 1 \text{ mbar})$ , para generar el plasma.			
				Energizar el cañón magnetrón dos (2)			
				Plasma generado y mantenido.			
				Verificar plasma.			
				Presión constante en (-----).			
				Temperatura constante en (valor escogido).			
				Acondicionar la forma del plasma.			
				Finalización del plasma2.			Verificar flujo de agua
							Horno posicionado en el Blanco dos (2).
Verificar plasma.							
Finalización proceso.	Extracción del material.		Acondicionar la forma del plasma.				
			Tiempo de espera de fabricación.				
			Verificar flujo de agua				
			Plasma finalizado.				
			Sellado del material.				
			Modulo equipo de temperatura apagado.				
			Modulo equipo Fuente de Voltaje apagado.				
			Modulo equipo de oxígeno desactivado.				
			Modulo equipo de vacío desactivado.				
			Magnetrón <i>Sputtering</i> de tres (3) blancos desenergizado.				
			Modulo equipo de refrigeración desactivado.				
			Válvula gasificadora de la cámara abierta.				
			Material fabricado extraído.				

### 2.3.2. Modelo físico del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas

La parte I de ISA S88 establece que el modelo físico se usa para describir los activos físicos de una empresa en una jerarquía establecida en términos de empresa, sitios, áreas, células de proceso, unidades, módulos equipo y módulos control. Los agrupamientos de nivel inferior se combinan para formar agrupamientos superiores en la jerarquía. El modelo tiene siete niveles, comenzando en la parte superior con empresa, sitio y área. Estos tres niveles frecuentemente se definen por consideraciones comerciales y no se modelan más allá en este documento. Los cuatro niveles más bajos de este modelo se refieren a tipos de equipo específicos [41]. A continuación se realiza el desarrollo del modelo físico del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas [40].

**Empresa:** Universidad del Cauca

**Sitio:** La Universidad del Cauca cuenta con varias facultades, una de ellas la Facultad de Ciencias Naturales, Exactas y de la Educación, 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.

**Área:** El lugar dentro del Departamento de Física en el que se realiza el proceso es el Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas (FISBATEM), lugar donde se realizan procesos de I+D. En la Figura 2.64 se presenta la distribución del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas (FISBATEM), lugar designado para la fabricación de películas delgadas.



Figura 2.64 Distribución del Laboratorio de Física de Bajas Temperaturas (FISBATEM).  
[Fuente propia].

Aplicada la parte 1 de ISA S88 al proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en el presente trabajo de pregrado se propone el modelo físico de la Tabla 2.2, donde se observan los cuatro niveles más bajos del modelo físico, el primer nivel se designó para la **célula de proceso CP\_CPD** (Célula de proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas), a la cual pertenece la **unidad de fabricación Sputtering FASPU\_UNIT** que a su vez contiene nueve (9) **módulos de equipo**: Modulo equipo de refrigeración (ME\_REF), Modulo equipo de vacío (ME\_VAC), Modulo equipo de Argón (ME\_ARG), Modulo equipo de Oxígeno (ME\_OXI), Modulo equipo de Nitrógeno (ME\_NIT), Modulo equipo de Voltaje (ME\_VOLT), Modulo equipo de Temperatura (ME\_TEM), Modulo equipo de Posición horizontal del horno (ME\_POSHOR), Modulo equipo de posición Shutters (ME\_POSSHU).

Tabla 2.2 Modelo Físico del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.  
[Fuente propia].

Célula de proceso	Unidad de fabricación	Módulos de equipo	Módulos de control
Célula de proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas (CP_CPD)	Sputtering (FASPU_UNIT)	Modulo equipo de refrigeración (ME_REF)	Sensor - Indicador visual de flujo de entrada de agua.
			Válvula de flujo de entrada de agua.
			MC flujo de entrada de agua (Operario).
		Modulo equipo de vacío (ME_VAC)	Sensor de presión.
			Indicador de presión.
			Bomba mecánica.
			Bomba turbomolecular.
			MC encendido de bomba mecánica (Operario).
		Modulo equipo de argón (ME_ARG)	MC revoluciones de la bomba turbomolecular (Operario).
			Sensor de presión.
			Indicador de presión.
		Modulo equipo de oxígeno (ME_OXI)	Válvula de flujo de entrada de argón.
			MC flujo de entrada de argón (Operario).
			Sensor de presión.
		Modulo equipo de nitrógeno (ME_NIT)	Indicador de presión.
Válvula de flujo de entrada de oxígeno.			
MC flujo de entrada de oxígeno (Operario).			
Modulo equipo de nitrógeno (ME_NIT)	Sensor de presión.		
	Indicador de presión.		

		Válvula de flujo de entrada de nitrógeno.
		MC flujo de entrada de nitrógeno (Operario).
	Modulo equipo de voltaje (ME_VOLT)	Fuente de voltaje de precisión.
		MC voltaje de salida entre ánodo y cátodo (Operario).
	Modulo equipo de temperatura (ME_TEM)	Resistencia_horno.
		Termocupla tipo K.
		Indicador de temperatura del horno.
		Tiristor monofásico.
		Controlador de temperatura del horno.
	Modulo equipo de posición horizontal del horno (ME_POSHOR)	Perilla_horno.
		MC posición horizontal del horno (Operario).
	Modulo equipo de posición shutters (ME_POSSHU)	Perilla_shutters.
		MC posición de Shutter (Operario).

### 2.3.3. Modelo de control procedimental del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas

La parte I de ISA S88 establece que el modelo de control procedimental es una característica del proceso por tandas. Es el control que permite al equipo realizar un proceso por tandas, además está construido con elementos procedimentales que se combinan de una manera jerárquica para cumplir la meta de un proceso completo. A partir de los modelos de proceso y físico se procede a definir el modelo de control de procedimientos [41].

**Procedimiento:** Se ha definido que un *batch* de crecimiento multicapa de película delgada se denominará: ***P\_CMPD***.

**Procedimiento de Unidad:** Un procedimiento de unidad consiste en un conjunto ordenado de operaciones que hace que tenga lugar una secuencia de producción contigua dentro de una unidad [1] y dado que el proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas cuenta con una sola unidad, los procedimientos de unidad propuestos se consignan en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3. Unidad y procedimiento de unidad del modelo de control procedimental del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.  
[Fuente propia].

Procedimiento de Unidad	Unidad
U_FASPU	FASPU_UNIT

Dónde:

CMPD: Crecimiento multicapa de películas delgadas.

PU: Procedimiento de Unidad.

UNIT: Unidad.

FASPU: Fabricación *Sputtering*.

**Operaciones:** Una operación es un conjunto ordenado de fases que define una secuencia de proceso mayor que toma el material que está siendo procesado de un estado a otro [41].

Para el procedimiento de unidad se identificaron las secuencias de proceso mayor, con estas operaciones se permite garantizar el cumplimiento del procedimiento.

**Fases:** El elemento más pequeño de control procedimental que realiza una tarea es una fase [41]. Para cada una de las operaciones se identificaron tareas particulares, en general a cada operación se le asociaron cuatro o más fases, estas permiten garantizar el cumplimiento de la operación.

Aplicada la parte 1 de ISA S88 al proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas se propone en el presente trabajo el modelo de control procedimental de la Tabla 2.4, organizado en trece (13) operaciones: Verificar disponibilidad de elementos, Conseguir elementos, Extraer componentes de la cámara de vacío, Limpiar componentes de la cámara de vacío, Alistar sustrato, Ubicar componentes y materia prima al interior de la cámara de vacío, Pulverizar Blanco1, Crecer película delgada1, Finalizar plasma1, Pulverizar Blanco2, Crecer película delgada2, Finalizar plasma2 y Extraer material.

Tabla 2.4. Modelo de control procedimental de crecimiento multicapa de películas delgadas.

[Fuente propia].

Procedimiento de Unidad	Operación	Fases	Descripción de Fases
Fabricación Sputtering	Ver_dis_elem	Ver_dis_agu.	Verificar si hay disponibilidad de agua de la red domiciliaria de la Universidad del Cauca.
		Ver_dis_ener_elec	Verifican si hay energía eléctrica en el laboratorio FISBATEM.
		Ver_dis_gas_arg	Verificar disponibilidad de Gas argón.
		Ver_dis_oxi	Verificar disponibilidad de Oxígeno.
		Ver_dis_gas_nitr	Verificar disponibilidad de Gas nitrógeno.
		Ver_dis_alc_ace	Verificar disponibilidad de Alcohol y acetona.
		Ver_dis_herr	Verificar disponibilidad de Herramientas.
	Con_elem	Conseguir elementos faltantes.	
	Extr_com_cam_vac	Ret_tap_fron_cam_vac_lug_seg	Retirar los Pernos que aseguran la tapa Frontal de la cámara de vacío posteriormente retirar y ubicar la tapa y los pernos en lugar seguro y limpio.
		Ret_tap_lat_cam_vac_lug_seg	Retirar los Pernos que aseguran la tapa lateral de la cámara de vacío posteriormente retirar y ubicar la tapa y los pernos en lugar seguro y limpio.
		Des_por_lug_seg	Desenroscar los portablancos 1 y 2, sacarlos de la cámara de vacío y ponerlos en un lugar seguro y limpio.
	Limp_com_cam_vac	Roc_alc_com_ret	Rociar alcohol o acetona sobre los componentes retirados.
		Lij_cui_com_ret	Lijar de manera cuidadosa los componentes retirados.
		Lim_com_ret_pap_abs	Limpiar los componentes retirados.
		Roc_alc_ace_par_bas_cam_vac	Rociar alcohol o acetona sobre paredes, tapa superior y base de la cámara de vacío.
		Lij_cui_par_bas	Lijar de manera cuidadosa las paredes, la tapa superior y la base de la cámara de vacío.
		Lim_pap_abs_par_bas	Limpiar las paredes, la tapa superior y la base de la cámara de vacío.
		Roc_alc_ace_herr	Rociar alcohol o acetona sobre las herramientas.
		Lim_pap_abs_herr	Limpiar las herramientas.
	Alis_sus	Col_sus_beck_alc	Agregar alcohol a un Becker.
		Sum_sus_alc	Sumergir el sustrato en el Becker con alcohol.
		Col_sus_beck_ace	Agregar acetona en un Becker.
		Sum_sus_ace	Sumergir el sustrato en el Becker con acetona.
		Pon_H2O_equ_ultr	Poner agua en un recipiente y ubicarla en el interior del equipo de ultrasonido.
		Col_beck_sus_equ_ultr	Colocar el Becker que esta con la acetona y el sustrato dentro del equipo de ultrasonido.



		Apa_equ_ultr	Apagar el equipo ultrasonido.	
		Sac_sus_equ_ultr	Sacar el Becker con acetona y el sustrato del equipo ultrasonido.	
		Sac_sus_lug_seg_lim	Sacar el sustrato del Becker y ponerlo en un lugar limpio, seguro y evitar rayones.	
	Ubi_com_matpri_int_cam_vac	Col_blan_por1	Colocar el blanco uno (1) del material ( $YBa_2Cu_3O_7$ ) en el portablanco uno (1).	
		Col_blan_por2	Colocar el blanco dos (2) del material (Al) en el portablanco dos (2).	
		Enr_por1_mag1_cam_vac	Enroskar el portablanco que sujeta el blanco uno (1), en el cañón magnetrón uno (1) dentro de la cámara de vacío.	
		Enr_por2_mag2_cam_vac	Enroskar el portablanco que sujeta el blanco dos (2), en el cañón magnetrón dos (2) dentro de la cámara de vacío.	
		Ubi_sus_hor	Ubicar el sustrato en el horno.	
		Cal_dis_bla1_sus	Calibrar la distancia de separación entre el Blanco uno (1) y el sustrato en 13 ml.	
		Cal_dis_bla2_sus	Calibrar la distancia de separación entre el Blanco dos (2) y el sustrato en 10 ml.	
		Ubi_tap_fron_cam_vac	Ubicar de manera correcta la tapa frontal de la cámara de vacío.	
		Pon_tor_tap_fron	Meter los dos tornillos en la tapa frontal de la cámara de vacío.	
		Ubi_tap_Lat_cam_vac	Ubicar de manera correcta la tapa lateral de la cámara de vacío.	
		Pon_tor_tap_lat	Meter los dos tornillos en la tapa lateral de la cámara de vacío.	
		Ator_aju_tap_cam_vac	Ajustar los tornillos de las tapas de la cámara de vacío.	
		Pul_bla1	Abr_val_H <sub>2</sub> O	Abrir válvula del flujo de paso de agua domiciliaria y mantener válvula abierta hasta la operación Finalizar el proceso.
			Ver_flujo_H <sub>2</sub> O	Verificar flujo de agua.
	Act_brea_sis_spu		Activar los breakers <sup>7</sup> del equipo <i>Sputtering de 3 blancos</i> .	
	Enc_bom_mec		Encender la bomba mecánica y mantenerla encendida hasta la operación Finalizar el proceso.	
	Enc_bom_turb		Encender la bomba Turbomolecular cuando la presión al interior de la cámara sea de $8 \times 10^{-2}$ 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.	
	Act_mod_oxi		Abrir válvulas de flujo de gas del módulo equipo de oxígeno después que hayan transcurridos 10 minutos con las revoluciones de la bomba Turbomolecular al 70%, aumentar y controlar el ingreso de oxígeno hasta que la presión de la cámara sea $2 \times 10^{-2}$ mbar y Mantener estas condiciones hasta generar el plasma.	
	Mov_hor_magRF		Mover manualmente la Perilla_horno del módulo equipo de posición horizontal del horno hasta que el horno quede alineado verticalmente con el magnetrón RF uno (1).	
	Ing_oxi		Abrir la válvula de flujo de oxígeno para que ingrese súbitamente este gas hasta que la presión de la cámara este en el rango ( $1 \times 10^{-1}$ mbar - 1 mbar), para generar el plasma.	
	Con_cab_fuen_mag1		Conectar el cable de salida de la fuente de voltaje al cañón magnetrón DC uno (1).	
	Enc_mod_equ_fuen		Encender modulo equipo de Fuente de Voltaje, programar a (450 V), luego aplicar voltaje al cañón-magnetrón DC uno (1) y controlar esta condición hasta generar el Plasma.	
	Obs_man_plas		Observar si se creó el plasma.	
	Man_pla_cont		Mantener el plasma y controlar voltaje en (310 V) y la corriente en (90 mA).	
	Ver_plas		Verificar plasma.	
	Man_val_oxi_con_pre	Manipular la válvula de entrada de oxígeno a la cámara para disminuir y controlar la presión de la cámara en (3 mbar) hasta finalizar el proceso.		
	Enc_Mod_Equ_tem	Encender el modulo equipo de temperatura, programar, a los siguientes parámetros SP uno (1) = 880°C, rata de calentamiento 15°C por minuto, (El valor de la temperatura del horno se admite como el valor de la temperatura del		

<sup>7</sup> La activación de los breakers energiza la bomba turbomolecular, la fuente de voltaje y enciende el indicador de presión.



			sustrato).
		Acon_plas	Acondicionar la forma del plasma.
Cre_pel_dell		Ver_flujo_H2O	Verificar flujo de agua.
		Mov_per_hor_blan1	Mover manualmente la Perilla_horno del módulo equipo de posición horizontal del horno de manera que el horno permita la visión entre el blanco Uno (1) y el sustrato.
		Ver_plas	Verificar plasma.
		Acon_plas	Acondicionar plasma.
		Esp_tiem_fab	Esperar un tiempo de fabricación de dos (2) horas, a partir de lograr las condiciones de distancia entre el blanco y el sustrato, temperatura del horno, flujo de entrada de oxígeno, voltaje aplicado al magnetron y presión al interior de la cámara.
Fin_pla1		Ver_flujo_H2O.	Verificar flujo de agua.
		Quit_volt_mag1.	Programar voltaje en (0 V) y no enviar voltaje al cañón-magnetron uno (1).
		Des_cab_mag1	Desconectar el cable de salida de la fuente de voltaje del cañón-magnetron uno (1).
		Pro_tem_enfr	Programar modulo equipo de temperatura a los siguientes parámetros SP dos (2) = 550°C, rata de enfriamiento 10°C por minuto.
		Esp_tiem-sell_mat	Esperar a que trascurra un tiempo de sellado del material de diez (10) minutos.
		Pro_mos_tem_0°C	Programar el modulo equipo de temperatura en 0°C.
Pul_Bla2.		Ver_flujo_H2O	Verificar flujo de agua.
		Mov_hor_magRF	Mover manualmente la Perilla_horno del módulo equipo de posición horizontal del horno hasta que el horno quede alineado verticalmente con el magnetron RF uno (1).
		Man_pres_cam_vac	Manipular la válvula de flujo de oxígeno para ingresar súbitamente este gas hasta que la presión de la cámara este en el rango (1*10-1 mbar - 1 mbar), para generar el plasma.
		Con_cab_fuen_mag2	Conectar el cable de salida de la fuente de voltaje al cañón-magnetron DC dos (2).
		Pro_Vol_apli_Mag2	Programar modulo equipo de voltaje a (450 V), luego aplicar voltaje al cañón-magnetron DC dos (2) y controlar esta condición hasta generar el Plasma.
		Obs_man_plas	Observar si se creó el plasma.
		Man_pla_cont	Mantener el plasma y controlar voltaje en (310 V) y la corriente en (90 mA).
		Ver_plas	Verificar plasma.
		Dis_cont_pre_cam_vac	Manipular la válvula de entrada de oxígeno a la cámara para disminuir y controlar la presión de la cámara en (3 mbar) hasta finalizar el proceso.
		Enc_Mod_Equ_tem	Programar el modulo equipo de temperatura, a los siguientes parámetros SP uno (1) en ---°C, rata de calentamiento en 15°C por minuto, (El valor de la temperatura del horno se admite como el valor de la temperatura del sustrato).
		Acon_plas	Acondicionar plasma.
	Cre_pel_del2		Ver_flujo_H2O
		Mov_per_hor_blan2	Mover manualmente la Perilla_horno del módulo equipo de posición horizontal del horno de manera que el horno permita la visión entre el blanco dos (2) y el sustrato.
		Ver_plas	Verificar plasma.
		Acon_plas	Acondicionar plasma.
		Esp_tiem_fab	Esperar un tiempo de fabricación de tres (3) horas, a partir de lograr las condiciones de distancia entre el blanco 2 y el sustrato, temperatura del horno, flujo de entrada de oxígeno, voltaje aplicado al magnetron y presión al interior de la cámara.
Fin_pla2		Ver_flujo_H2O	Verificar flujo de agua.
		Quit_volt_mag2.	Programar voltaje en (0 V) y no mandar voltaje al cañón-magnetron DC dos (2).
		Des_cab_mag2	Desconectar el cable de salida de la fuente de voltaje del cañón-magnetron DC dos (2).

		Pro_tem_enfr	Programar modulo equipo de temperatura a los siguientes parámetros SP dos (2) = 550°C, rata de enfriamiento 10°C por minuto.
		Esp_tiem-sell_mat	Esperar a que trascurra un tiempo de sellado del material de diez (10) minutos.
	Ext_mat	Apa_mod_tem	Apagar el modulo equipo de temperatura.
		Apa_volt	Apagar modulo equipo de voltaje.
		Cerr_val_oxi	Cerrar válvula de flujo del módulo equipo de oxígeno.
		Apa_bom_tru	Apagar bomba turbomolecular.
		Apa_bom_mec	Apagar bomba mecánica.
		Des_bre_sput	Desactivar los breakers del equipo <i>Sputtering de 3 blancos</i> .
		Cerr_val_equ_ref	Cerrar la válvula del módulo equipo de refrigeración.
		Per_air_cam-vac	Permitir el ingreso de aire en la cámara abriendo la válvula gasificadora de la cámara.
		Extr_mat_fab	Extraer el material fabricado

### 2.3.4. Récipes del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas

El paso siguiente, basado en el modelado con ISA S88 parte I, es la implementación de los récipes, entendiendo por r cipe una entidad que contiene el m nimo conjunto de informaci n que define de manera  nica los requerimientos de manufacturaci n de un producto espec fico [40], para llevar a cabo el proceso de crecimiento multicapa de pel culas delgadas para la producci n de multicapa de se establece el modelo de control procedimental. En  l se logr  la integraci n del modelo de proceso con el modelo de control procedimental en un  nico procedimiento de fabricaci n, detallando las acciones de proceso con las funciones de control b sico, ejecutadas directamente en los m dulos de control del *Sputtering* de tres (3) blancos.

Aplicada la parte 1 de ISA S88 al proceso de crecimiento multicapa de pel culas delgadas se propone en el presente trabajo de pregrado el R cipe Maestro de la Tabla 2.5. Este contiene la informaci n necesaria para llevar a cabo el crecimiento multicapa de pel culas delgadas.

Tabla 2.5. R cipe Maestro del proceso de crecimiento multicapa de pel culas delgadas. [Fuente propia].

<b>RECIPE MAESTRO</b>	
PRODUCCI�N MULTICAPA DE PEL�CULAS DELGADAS EN EL EQUIPO SPUTTERING DE TRES (3) BLANCOS	
VERSI�N 1.0	
AUTORES: Jorge Armando Serna Jaramillo	
Jonathan Eduardo Mart�nez Mu�oz	
LUGAR Y FECHA DE EXPEDICI�N: Popay�n, Diciembre de 2013	
<b>FORMULA</b>	
Entradas de Proceso	Blanco 1
	Blanco 2
	Oxigeno
Par�metros de Proceso	Flujo de entrada agua
	Presi�n al interior de la c�mara
	Flujo de entrada de ox�geno a la c�mara
	Voltaje entre c�todo y �nodo
	Temperatura del horno
	Posici�n horizontal del Horno
Salida del Proceso	Pel�cula delgada multicapa
<b>REQUERIMIENTOS DE EQUIPO</b>	
	C�mara del equipo Sputtering de tres (3) blancos
	Bomba mec�nica
	Bomba turbomolecular

	Fuente de voltaje
	Sistema de posición horizontal
	Horno
PROCEDIMIENTO	
Modelo de control procedimental para el proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.	
OTRA INFORMACIÓN	
Fuente : Propia, diciembre de 2013	

Se realizó un modelado del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en FISBATEM basados en la primera parte de ISA S88, para conocer a profundidad el proceso, los equipos, instrumentos y demás elementos presentes en el desarrollo del proceso.

## 2.4. ANÁLISIS DE LOS MODELOS BASADOS EN ISA S88

El análisis de los modelos basados en ISA S88 se utiliza para entender de forma más completa, el proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en el equipo Sputtering de tres (3) Blancos, y con su procesamiento proponer mejoras técnicas y metodológicas.

### 2.3.1. Análisis del modelo de proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas

Este modelo se detalla en el numeral 2.2.1, en él se describe la secuencia de actividades físicas, químicas y biológicas para la conversión, transporte y almacenamiento de materia prima o energía y permite identificar plenamente las acciones que se realizan en el proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.

**Análisis de la etapa 1, Preparación de la cámara de vacío:** Esta etapa en su totalidad es manual y depende del manejo y criterio del operario, el alistamiento tanto del equipo como de la materia prima es de vital importancia, ya que con ello se cumple con las condiciones óptimas para iniciar el proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas. Sin embargo proponer la ejecución automática de las acciones de esta etapa sería compleja y desbordada para los alcances de un equipo de investigación.

**Análisis de la etapa 2, 3, Sputtering 1, 2:** Las acciones de proceso que se ejecutan en estas etapas son realizadas por el operario, todas de vital importancia en el proceso y requieren que el operario tenga que estar siempre pendiente del equipo Sputtering, debe controlar la presión dentro de la cámara, observar que siempre haya flujo de agua por las tuberías y mangueras de enfriamiento, conectar y desconectar el cable de alimentación de voltaje de los cañones magnetrones, enciende el módulo equipo de temperatura y programar hasta el valor adecuado, mantiene las condiciones necesarias para que se cree el plasma, posiciona el horno de manera que quede en línea el blanco escogido con el sustrato, tiene que estar pendiente del tiempo de fabricación y de sellado.

Las acciones de estas etapas son importantes y agobiantes, porque el operario debe estar cronometrando los diferentes tiempos y monitoreando las condiciones de crecimiento, acciones todas susceptibles de automatizar.

**Análisis de la etapa 4, Extracción del material:** Etapa en la cual el operario de nuevo es el encargado de apagar y desenergizar todos los equipos que están activos y encendidos, espera un tiempo mientras la cámara de vacío se llena de aire y procede a retirar las tapas y sacar el producto final. Esta etapa tiene como acción idónea a automatizar el apagado de todo el sistema, mientras que automatizar las acciones relacionadas con sacar el producto final no sería factible ni recomendable.

#### **2.4.1. Análisis del modelo físico de crecimiento multicapa de películas delgadas**

**Análisis de la unidad de fabricación Sputtering (FASPU\_UNIT):** Es de denotar que la Célula de Proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas del laboratorio de Física de Bajas Temperaturas contiene una sola unidad: Unidad de Fabricación *Sputtering*. La cual presenta varias debilidades en cada uno de los nueve (9) módulos de equipo que la conforman (R7), (R8).

El módulo equipo de refrigeración (ME\_REF) no cuenta con instrumentación para realizar monitoreo del flujo de agua, una alarma de aviso al operario de la ausencia del flujo de agua es obligatoria, ya que sin la presencia del flujo de agua de refrigeración el equipo Sputtering puede sufrir graves daños. Es recomendable incluir instrumentación de monitoreo de flujo de agua (R5).

El módulo equipo de vacío (ME\_VAC) no cuenta con la instrumentación para el encendido de la Bomba mecánica, ni el encendido y manejo de las revoluciones de la bomba turbo molecular. A pesar de que las acciones del encendido y manejo de las bombas de vacío no son vitales de realizar de forma automática, facilitarían el resto del proceso por lo que se recomienda considerar la instrumentación al respecto (R4).

El Módulo equipo de Oxígeno (ME\_OXI), Módulo equipo de Argón (ME\_ARG), Módulo equipo de Nitrógeno (ME\_NIT) no cuenta con instrumentación de control para el flujo de entrada de estos gases. Dependiendo de las características del crecimiento a realizar se necesitaría de un control del flujo de uno o más gases, sin embargo la utilización de los gases depende directamente del tipo y las características de los materiales que se van a crecer. Por lo tanto instrumentar el flujo de entrada de estos gases no es prioritario.

El módulo equipo de Voltaje (ME\_VOLT) La conexión del cable de salida de voltaje a los cañones magnetrones se hace manualmente y esto genera un alto riesgo para el operario ya que se manejan altos voltajes. Se necesita contar con instrumentación necesaria para automatizar y programar el voltaje de salida entre ánodo y cátodo y la secuencia de conexión a los cañones magnetrones (R3).

Módulo equipo de Temperatura (ME\_TEM) Este módulo cuenta con la instrumentación necesaria, pero el set point y los cambios en la temperatura que requiere el proceso son realizados manualmente por operario, esto conlleva a estar pendiente durante el transcurso del proceso de los diferentes valores de temperatura en el horno. Se recomienda un sistema automático de control de temperatura. (R6)

Modulo equipo de Posición horizontal del horno (ME\_POSHOR) no cuenta con la instrumentación necesaria para el control de posición horizontal del horno, esto es realizado por el operario mediante el giro de la perilla-horno y de la buena visión del mismo para dejar el horno en posición correcta. Es necesario instrumentar este módulo, para posicionar de forma automática el horno (R1).

Modulo equipo posición Shutter (ME\_POSSHU) no cuenta con la instrumentación adecuada para el control de la posición de los Shutters esto es realizado por el operario por medio del manejo de la perilla-shutter y observando siempre la ubicación de los shutters. Es necesario instrumentar este módulo, para posicionar de forma automática los shutters según lo que requiera el proceso (R2).

#### 2.4.2. Análisis del modelo de control procedimental del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas

El modelo de control procedimental esta detallado en el numeral 2.3.3, es el control que permite al equipo realizar un proceso, en este modelo se logra un nivel de detalle de cada una de las fases que el operario debe seguir para la fabricación multicapa de películas delgadas gracias a este modelo se contará con una estandarización en el proceso.

Con el análisis realizado sobre el modelo de proceso y el modelo físico se evidencia que hay etapas manuales y complejas con un alto grado de dependencia del operario, difícilmente pueden ser automáticas para los alcances que se buscan en el presente proyecto, mientras otras, igualmente importantes y vitales, deben ser automáticas, esto nos lleva a confirmar que es necesario incorporar requerimientos de automatización en esas etapas. Las cuales se consignan en la Tabla 2.6.

Tabla 2.6. Listado de requerimientos del sistema de automatización.  
[Fuente propia].

	Requerimientos
Automatización	Diseñar un sistema automático de posición horizontal para el horno (R1).
	Diseñar un sistema automático de posición para los shuters (R2).
	Diseñar un sistema automático de encendido de cañones magnetrones (R3).
	Diseñar un sistema automático de encendido y apagado de las bombas mecánica y turbomolecular (R4).
	Diseñar un sistema automático de alarma del flujo continuo de agua del módulo de sistema de enfriamiento (R5).
	Diseñar un sistema automático de control de temperatura en el horno. (R6)
	Diseñar un sistema de monitoreo para el Sputtering de tres (3) blancos (R7).
	Diseñar un sistema de supervisión para el Sputtering de tres (3) blancos (R8).
	Usar normas técnicas industriales (ISA 88 e ISA s5.1) para documentar el proyecto de ingeniería.

### **3. DISEÑO DE INGENIERÍA**

Realizado el modelado del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas basado en ISA S88, analizados los respectivos modelos y obtenidos los requerimientos, se continúa con el desarrollo de automatización del equipo Sputtering de tres (3) blancos, atinente a instrumentación, monitoreo y supervisión de la planta, se analizan cada uno de los requerimientos de automatización de la Tabla 2.6 sección 2.4, y se realiza la documentación de la ingeniería conceptual, básica y detallada.

#### **3.1. INGENIERÍA CONCEPTUAL**

La ingeniería conceptual explica el proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas a partir de los siete (7) pasos de la descripción conceptual de un proceso [42], ver sección 3.1, la ingeniería básica desarrolla la automatización mediante diagramas técnicos basados en estándares ISA (PFD, P&ID) [42] [43], ver sección 3.2, y en la ingeniería de detalle se representan los diagramas técnicos de instalación y cableado basados en estándares ISA (Diagramas de lazo) ver sección 3.3.

##### **3.1.1. Descripción del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas**

El proceso consiste básicamente en pulverizar blancos de determinada variedad de materiales, esto depende del producto que se desee obtener, y depositarlos por capas de manera controlada en un sustrato, todo según un programa jerárquico preestablecido donde se asocia la materia prima, los instrumentos y los equipos. Ver sección 2.3.

Si el objetivo es obtener películas delgadas a partir de distintos blancos sin incluir algún tipo de reacción química en la pulverización, se utiliza solo el gas de plasma, pero si por el contrario se desea reaccionar uno o varios blancos para obtener capas compuestas de películas delgadas, se utiliza uno o más gases reactivos.

##### **3.1.2. Descripción del equipo Sputtering de tres blancos**

El equipo consiste básicamente en una cámara de vacío de acero inoxidable de 31 cm de diámetro, con aperturas de acceso que permiten el acople de diferentes sistemas sin perder el vacío. Está diseñada para llevar a cabo la pulverización de materiales ubicados por separado en cada uno de sus tres (3) cañones magnetrones y depositarlos en un sustrato situado sobre un horno circular que puede desplazarse horizontalmente entre los blancos al interior de la cámara. Ver Anexo B.

##### **3.1.2.1. Variables controladas, manipuladas, disturbios y esquemas de control por sistemas**

A continuación se retoman cada uno de los sistemas en el proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas con su respectivo requerimiento de automatización y se realiza el análisis teniendo en cuenta los restantes (4) pasos de la descripción conceptual de un proceso [42]; variables controladas, manipuladas, los disturbios con su clasificación y el esquema de control.

Para la clasificación de las variables de disturbio se emplean cuatro (4) clases: no existente (NE), no crítico (NC), crítico (C) y crítico de seguridad (CS). La primera significa que el disturbio no existe, la segunda que existe pero que se puede corregir cuando se manifieste en la variable de proceso, la tercera que el disturbio no se puede propagar en el proceso y la última que para efectos de proteger la planta y sus componentes se debe monitorear y de ser necesario generar una acción.

### **Sistema de Refrigeración**

Requerimiento 5: Diseñar un sistema automático de alarma del flujo continuo de agua del módulo de sistema de enfriamiento.

Variable controlada: Flujo de entrada de agua domiciliaria.

Variable manipulada: Flujo de entrada de agua domiciliaria

Tipo Variable: Continua

Disturbios:

- Variación del caudal de entrada de agua. Disturbio no crítico (NC)
- Fugas o goteos en las tuberías o mangueras. Disturbio no existente (NE)
- Ausencia de Caudal de agua (CS)

Esquema de control: Lazo abierto.

El sistema de refrigeración está constituido por:

- Válvula de flujo de entrada de agua domiciliaria tipo bola.
- Indicador de flujo de agua a la tapa de la cámara tipo molinete.
- Red de distribución interna.

### **Sistema de Vacío**

Requerimiento 4: Diseñar un sistema automático de encendido y apagado de las bombas mecánica y turbomolecular.

Variable controlada: Presión al interior de la cámara.

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

Tipo Variable: Continua

Disturbios:

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

Esquema de control: Lazo cerrado, control feedback.

El sistema de vacío está constituido por:

- Bomba Mecánica.
- Bomba Turbomolecular.
- Sensor de presión PIRANI LEYBOLD HERAEUS.
- Indicador de presión PIRANI – THERMOTRON TM 120.

## **Sistema de Temperatura**

Requerimiento 6: Diseñar un sistema automático de control de temperatura en el horno.

Variable controlada: Temperatura del horno.

Variable manipulada: Potencia aplicada a la resistencia del horno

Tipo de Variable: Continua

Disturbios:

- Variación en la corriente suministrada. Disturbio no crítico (NC)
- Variación en el voltaje suministrado. Disturbio no crítico (NC)
- Pérdida del plasma. Disturbio no existente (NE)

Esquema de control: Lazo cerrado, control feedback.

El sistema de temperatura está compuesto por:

1. Horno.
2. Controlador - Indicador de temperatura EURO THERM.
3. Tiristor.
4. Termocupla tipo K

## **Sistema de Argón**

Requerimiento no existente.

Variable controlada: Flujo de Argón al interior de la cámara.

Variable manipulada: Flujo de Argón al interior de la cámara.

Tipo Variable: Continua.

Disturbios:

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

Esquema de control: Lazo abierto, cerrado por operario.

El sistema de argón está constituido por:

- Bala de Argón (Color gris).
- Válvula de bala de argón.
- Válvula AGA y válvula AGA 2 de la bala de argón.
- Válvula de flujo de entrada argón a la cámara.
- Indicador de presión PIRANI – THERMOTRON TM 120.

## **Sistema de Oxígeno**

Requerimiento no existente.

Variable controlada: Flujo de Oxígeno al interior de la cámara.

Variable manipulada: Flujo de Oxígeno al interior de la cámara.

Tipo Variable: Continua

Disturbios:

- Variación de la presión de salida en la bala de oxígeno. Disturbio no crítico (NC)
- Fugas en las mangueras o conexiones de las válvulas. Disturbio no crítico (NC)



Esquema de control: Lazo abierto, cerrado por operario

El sistema de Oxígeno está constituido por:

- Bala de Oxígeno (Color verde).
- Válvula de bala de Oxígeno.
- Válvula AGA y válvula AGA 2 de la bala de Oxígeno.
- Válvula de flujo de entrada Oxígeno a la cámara.
- Indicador de presión PIRANI – THERMOTRON TM 120.

### **Sistema de Nitrógeno**

Requerimiento no existente.

Variable controlada: Flujo de Nitrógeno al interior de la cámara.

Variable manipulada: Flujo de Nitrógeno al interior de la cámara.

Tipo Variable: Continua

Disturbios:

- Variación de la presión de salida en la bala de nitrógeno. Disturbio no existente (NE)
- Fugas en las mangueras o conexiones de las válvulas. Disturbio no existente (NE)

Esquema de control: Lazo abierto, cerrado por operario

El sistema de Nitrógeno está constituido por:

- Bala de Nitrógeno (Color Negro).
- Válvula de bala de Nitrógeno.
- Válvula AGA y válvula AGA 2 de la bala de Nitrógeno.
- Válvula de flujo de entrada Nitrógeno a la cámara.
- Indicador de presión PIRANI – THERMOTRON TM 120.

### **Sistema de Posición Horizontal del Horno**

Requerimiento 1: Diseñar un sistema automático de posición horizontal para el horno.

Variable controlada: Posición horizontal del Horno

Variable manipulada: Desplazamiento angular de la perilla brazo

Variable: Continua

Disturbios:

- Desgaste mecánico en el brazo robótico. Disturbio no existente (NE)
- Error humano en la ubicación precisa del Horno. Disturbio no critico (NC)

Esquema de control: Lazo cerrado, control Feedback.

El sistema de posición horizontal del horno está constituido por:

- Perilla brazo.
- Horno.
- Brazo de posición horizontal.

### **Sistema de Posición de los Shutter**

Requerimiento 2: Diseñar un sistema automático de posición para los Shutters.

Variable controlada: Posición de los Shutter

Variable manipulada: Movimiento manual de la perilla

Variable: Continua

Disturbios:

- Desgaste mecánico en el sistema de posición de Shutter. Disturbio no existente (NE)
- Error humano en la ubicación precisa de la posición de los Shutter. Disturbio no crítico (NC)
- Escape de vacío de la cámara por el Pasamuro donde está conectado la perilla del sistema de Shutter. Disturbio no crítico (NC)

Esquema de control: Lazo cerrado, control Feedback.

El sistema de posición horizontal del horno está constituido por:

- Perilla Shutter.
- Shutter.

### **Sistema de Voltaje**

Requerimiento 3: Diseñar un sistema automático de encendido de cañones magnetrones.

Variable controlada: Voltaje entre cátodo y ánodo.

Variable manipulada: Voltaje entre cátodo y ánodo (actualmente no existe esta instrumentación).

Variable: Continua

Disturbios:

- Variación del voltaje entre cátodo y ánodo. Disturbio no existente (NE)
- Aumento de la presión dentro de la cámara. Disturbio crítico (NC)
- Pérdida del Plasma. Disturbio crítico (C)

Esquema de control: Lazo abierto.

El sistema de Voltaje está constituido por:

- Fuente de Voltaje.
- Panel frontal.

En el proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas, 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.
- Voltaje entre ánodo y cátodo
- Temperatura del sustrato (horno).
- Flujo de entrada de oxígeno al interior de la cámara.
- Flujo de entrada de Nitrógeno al interior de la cámara.
- Posición horizontal del Horno.

- Posición de los Shutters.

El proceso de crecimiento de películas delgadas multicapa es complejo, algunos de sus sistemas necesitan instrumentación precisa para obtener buenos resultados tan solo con esquemas de control en lazo abierto, en otros existen variables que por su naturaleza exigen utilizar un esquema de control cerrado, por tanto para iniciar el proceso de automatización es indispensable seleccionar los equipos, instrumentos y elementos a partir de los requerimientos y el análisis previo.

### **3.1.3. Automatización equipo Sputtering de tres (3) blancos**

Desarrollado el análisis de los modelos ISA S88 del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas, es necesario retomar los requerimientos de automatización derivados del mismo, con el fin de dar solución con equipos y tecnología de instrumentación y control a cada uno de ellos.

#### **3.1.3.1. Requerimientos 7 y 8:**

**Diseñar un sistema de monitoreo y supervisión para el Sputtering de tres (3) blancos.**

En la selección de la plataforma de monitoreo y supervisión el mercado ofrece una amplia variedad de tecnología, sin embargo en este proyecto se seleccionó RSview de Factory Talk de Allen Bradley [44], debido a que la Universidad del Cauca tiene un convenio con Rockwell Automation. Bajo este mismo marco se realizó el análisis y comparación entre algunos PLC's Allen Bradley y se escogió el PLC Micrologix 1200 como el controlador del equipo Sputtering de tres (3) blancos, ya que este PLC cuenta con comunicaciones de entradas y salidas suficientes y necesarias para los requerimientos del sistema. El PLC es programado por medio del software de Rockwell Automation, en él se programan los algoritmos que permiten llevar a cabo el control de los lazos establecidos para el proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.

Por lo tanto el escenario de automatización usado en este proyecto está basado en un PLC Micrologix 1200 de Allen Bradley comunicado con un supervisorio en RSview de Factory Talk de Rockwell Automation en un computador con un sistema operativo Windows.

#### **Comunicación PLC/ PC**

Para establecer la comunicación entre el PLC y el PC, se hace uso de una red Ethernet del protocolo Modbus, mediante una interfaz RS 485 por medio de un módulo de Comunicación DH485 Allen Bradley 1761-NET-AIC.

#### **3.1.3.2. Requerimiento 1: Diseñar un sistema automático de posición horizontal para el horno**

**Lazo de control Posición horizontal del horno**

Para este lazo se seleccionaron dos tecnologías Rockwell Automation. La primera es el motorreductor o actuador necesario para mover el horno, se recurrió a pruebas físicas que permitieron identificar las características idóneas del mismo y se escogió la referencia TLY-A310M de RA con encoder incluido [referencia del DTS], mayores. La segunda tecnología de RA es el PLC Micrologix 1200, sección 3.1.2.1. El listado a continuación recoge los diferentes elementos necesarios para la implementación.

Listado de los instrumentos:

- Controlador: PLC Micrologix 1200
- Pre actuador: driver Kinetix 3 de posición
- Actuador: Motorreductor TLY-A310M de Rockwell Automation
- Sensor: encoder incluido en motorreductor TLY-A310M Rockwell Automation

El monitoreo y control de posición horizontal del horno se hace desde el HMI del computador y se lleva a cabo por medio del PLC, que ordena al pre actuador, el driver Kinetix 3, generar los comandos y pulsos necesarios para que el Motorreductor TLY-A310M refleje fielmente las órdenes enviadas por el operario, todo esto por medio de una serie de pulsos enviados desde el encoder acoplado al motor y que permiten calcular la posición horizontal del Horno dentro de la cámara de vacío.

El monitoreo y control de encendido y apagado del motorreductor, se hace desde el panel HMI del Scada, por medio la comunicación RS-485 PLC-driver Kinetix 3.

### **3.1.3.3. Requerimiento 2: Diseñar un sistema automático de posición para los Shutter**

#### **Lazo de control Posición de los Shutter**

En el presente trabajo de pregrado se diseñó el componente mecánico de posicionamiento de los Shutter, mayores detalles ver Anexo A, a continuación se propone el lazo de control con sus componentes seleccionados para automatizarlo.

En este lazo se seleccionaron dos tecnologías Rockwell Automation. En la primera tenemos dos (2) motorreductores o actuadores necesarios para controlar el sistema de posición de los shutter, se recurrió a pruebas físicas que permitieron identificar sus características idóneas y se escogió la referencia TLY-A110T de RA con encoder incluido [referencia del DTS], mayores detalles ver Anexo G3. La segunda tecnología de RA es el PLC Micrologix 1200, sección 3.1.2.1. El listado a continuación recoge los diferentes elementos necesarios para la implementación.

Listado de los instrumentos:

- Controlador: PLC Micrologix 1200
- Pre actuador: driver Kinetix 3 de posición
- Actuador: 2 Motorreductores TLY-A110T

- Sensor: 2 encoder incluidos en motorreductor TLY-A110T Rockwell Automation

El monitoreo y control de posición de los Shutter se hace desde el HMI del computador y se lleva a cabo por medio del PLC que ordena a los pre actuadores, dos (2) drivers Kinetix 3, generar los comandos y pulsos necesarios para que los Motorreductor TLY-A110T refleje fielmente las órdenes enviadas por el operario, todo esto por medio de una serie de pulsos enviados desde los encoders acoplados a cada motor y que permiten calcular la posición horizontal del Horno dentro de la cámara de vacío.

El monitoreo y control de encendido y apagado de los motorreductores, se hace desde el panel HMI del computador, por medio la comunicación RS-485 PLC-driver Kinetix 3.

#### **3.1.3.4. Requerimiento 3: Diseñar un sistema automático de encendido de cañones magnetrones**

##### **Lazo de control de Voltaje**

En este lazo de control el desafío consiste en suministrar controladamente un voltaje a uno de los tres (3) cañones–magnetrones cuyo blanco se quiere pulverizar, este suministro de voltaje cambia entre los cañones–magnetrones a medida que se quiera utilizar otro de los blancos disponibles. Se presenta, un diseño donde se utilizan 3 relés electromecánicos accionados desde el PLC Micrologix 1200, para controlar el suministro de voltaje proveniente de la fuente PNC-600. El listado a continuación recoge los diferentes elementos necesarios para la implementación.

Listado de los instrumentos:

- Controlador: PLC Micrologix 1200.
- Pre actuador: 3 relés electromecánicos 24 V
- Actuador: Fuente de voltaje PNC-600

El monitoreo y control de voltaje se hace desde el HMI del computador donde se escoge a que cañón-magnetron se le aplicara voltaje, se ordena desde el PLC al relé electromecánico correspondiente permitir el paso de voltaje desde la fuente PNC-600 hasta el cañón-magnetron elegido.

#### **3.1.3.5. Requerimiento 4: Diseñar un sistema automático de encendido y apagado de las bombas mecánica y turbomolecular**

##### **Lazo de control de encendido y apagado de la bomba mecánica**

Para este lazo de control, se encontró la necesidad implementar un sistema de encendido y apagado automático de la bomba mecánica de vacío, se recurre a un relé electromecánico accionado desde el PLC Micrologix 1200. El listado a continuación recoge los diferentes elementos necesarios para la implementación.

Listado de los instrumentos:

- Controlador: PLC Micrologix 1200
- Pre actuador: Relé electromecánico
- Actuador: Bomba mecánica ALCATEL 2005SD

El monitoreo y control de encendido y apagado de la bomba mecánica, se hace desde el HMI del computador, por medio de un relé electromecánico que va en la entrada de la bomba mecánica.

### **Lazo de control de las revoluciones, encendido y apagado de la turbomolecular**

En este lazo de control se seleccionó un sistema conjunto de vacío compuesto por bomba turbo molecular TURBO-V 81-M y controlador Turbo-V 81-AG Rack Controller y se ejecuta la supervisión desde un PLC Micrologix 1200. El listado a continuación recoge los diferentes elementos necesarios para la implementación.

Listado de los instrumentos:

- Controlador primario: PLC Micrologix 1200
- Pre actuador: Turbo-V 81-AG Rack Controller
- Actuador: Turbomolecular TURBO-V 81-M

El monitoreo y control de la bomba turbomolecular se hace desde el panel HMI del computador, por medio del PLC y de su comunicación digital PLC-TurboV81AG Rack Controller- TURBOV81M.

#### **3.1.3.6. Requerimiento 5: Diseñar un sistema automático de alarma del flujo continuo de agua del módulo de sistema de enfriamiento**

### **Alarma flujo continuo de agua del módulo equipo de enfriamiento**

En este lazo de control, se necesita implementar un sistema de alarma de refrigeración con el fin de evitar daños en los equipos. El listado a continuación recoge los diferentes elementos necesarios para la implementación.

Listado de los instrumentos:

- Controlador: PLC Micrologix 1200.
- Sensor: Indicador de flujo.

El monitoreo del flujo continuo de agua del módulo equipo de enfriamiento se hace desde el HMI del computador, al activarse la alarma dará aviso al operario que no hay flujo de agua y debe proceder a apagar el equipo Sputtering de tres (3) blancos.

### 3.1.3.7. Requerimiento 6: Diseñar un sistema automático de control de temperatura en el horno

En este lazo de control se seleccionó la tecnología Eurotherm con un controlador 2404 de temperatura y un tiristor Tiristor TE10A, además de un control accionado desde el PLC Micrologix 1200. El listado a continuación recoge los diferentes elementos necesarios para la implementación.

Listado de los instrumentos:

#### Lazo de control de Temperatura

- Controlador: Eurotherm 2404.
- Pre actuador: Tiristor TE10A.
- Actuador: Horno.
- Sensor: Termocupla tipo K

El monitoreo y control del set point y la temperatura del horno se hace desde el panel HMI del computador, por medio del PLC y de su comunicación RS-485 al controlador de temperatura Eurotherm 2404 que maneja la temperatura del horno con ayuda del tiristor TE10A.


### 3.1.4. Listado de equipos, instrumentos y accesorios






En la

Tabla 3.1 se listan todos los equipos, instrumentos y accesorios que hacen parte del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.



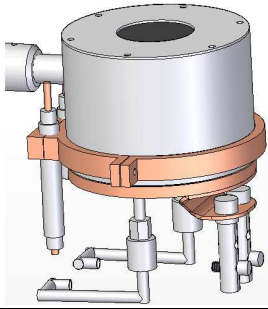



Tabla 3.1. Lista de equipos, instrumentos y accesorios del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en el equipo *Sputtering* de 3 blancos.



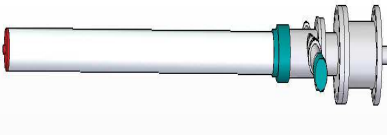



[Fuente propia].

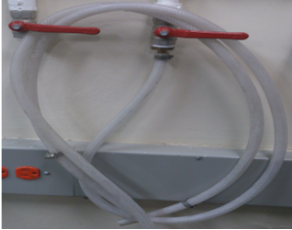
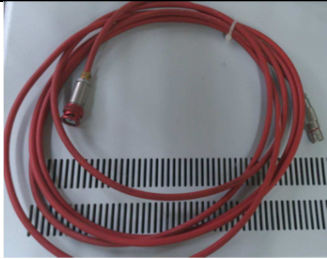




Nombre del instrumento, equipo o accesorio	Imagen	Referencia	Fabricante
<b>EQUIPOS</b>			
<b>Bomba mecánica</b> Extrae moléculas de aire o gas de la cámara de vacío para crear un vacío parcial.		2005SD	Alcatel

<b>Turbomolecular</b>		TURBO-V 81-AG	Agilent Technologies
Este equipo modifica la trayectoria de las moléculas de gas, de modo que logra un flujo macroscópico de las mismas en la dirección de bombeo ósea hacia afuera de la cámara de vacío logrando un alto vacío.			
<b>Computador</b>		OPTIPLEX GX280	Dell
Encargado de la supervisión y el monitoreo del equipo Sputtering de tres blancos.			
<b>Fuente de potencia de precisión</b>		PNC 600	Heinzinger ElectronicGmbH
Es la encargada de aplicar diferentes voltajes negativos a los cañones-magnetrones dependiendo del requerimiento.			
<b>Bala de argón</b>		Genérica	Genérica
Equipo contenedor de gas argón comprimido, utilizado generalmente en la creación de plasma.			
<b>Bala de hidrogeno</b>		Genérica	Genérica
Equipo contenedor de gas Hidrogeno comprimido, utilizado generalmente para reaccionar de manera controlada con un blanco determinado.			
<b>Bala de oxigeno</b>			
Equipo contenedor de gas oxigeno			



<p>comprimido, utilizado generalmente para reaccionar de manera controlada con un blanco determinado.</p>		<p>Genérica</p>	<p>Genérica</p>
<p><b>INSTRUMENTOS</b></p>			
<p><b>PLC</b></p> <p>El PLC es Micrologix 1200, se utiliza para realizar los algoritmos de control que van a controlar las variables de proceso.</p>		<p>1762-L40BWAR</p>	<p>Allen Bradley</p>
<p><b>Horno</b></p> <p>Es en primera instancia el portasustrato y se encarga de aumentar la temperatura del mismo por medio de su resistencia interna.</p>		<p>Genérico</p>	<p>Genérico</p>
<p><b>Tiristor</b></p> <p>Es el encargado de suministrar la potencia adecuada a la resistencia interna del horno.</p>		<p>TE10A</p>	<p>Eurotherm</p>
<p><b>Sensor de flujo de agua</b></p> <p>Es el encargado de indicar la presencia del flujo de agua y transmitir esta condición al sistema supervisor.</p>		<p>Genérico</p>	<p>Genérico</p>
<p><b>Motoreductores D.C.</b></p> <p>Son los encargados del desplazamiento del horno y de los Shutter durante el proceso de crecimiento de la película delgada multicapa.</p>		<p>TLY A110T, A310M</p>	<p>Rockwell Automation</p>

<p><b>Manómetro</b></p> <p>Es el indicador y trasmisor de la presión al interior de la cámara de vacío.</p>		<p>Thermotron TM 120</p>	<p>Leybold Heraeus</p>
<p><b>Sensor pirani</b></p> <p>Es el transductor encargado de sensar la presión al interior de la cámara de vacío.</p>		<p>Pirani</p>	<p>Leybold Heraeus</p>
<p><b>Brazo mecánico</b></p> <p>Es el encargado del desplazamiento horizontal del horno dentro de la cámara de vacío.</p>		<p>Genérico</p>	<p>Genérico</p>
<p><b>Termocupla</b></p> <p>Es el transductor encargado de sensar la temperatura en el sustrato.</p>		<p>Tipo k</p>	<p>Genérica</p>
<p><b>Controlador de la turbomolecular</b></p> <p>Controlador encargado de las revoluciones de la bomba turbomolecular.</p>		<p>Turbo-v 81-AG rack controller</p>	<p>Agilent Technologies</p>
<p><b>Controlador de temperatura</b></p> <p>Controlador de temperatura (EUROTHERM 2404) El cual permite variar y estabilizar la temperatura del horno.</p>		<p>2404</p>	<p>Eurotherm</p>

ACCESORIOS			
<p><b>Mangueras de agua del sistema de enfriamiento</b></p> <p>Encargadas de transmitir el flujo de entrada y salida de agua al sistema de refrigeración del equipo Sputtering.</p>		Genérico	Genérico
<p><b>Cables de tensión</b></p> <p>Encargados de transmitir la potencia suministrada por la fuente de voltaje al sistema Sputtering.</p>		Genérico	Genérico
<p><b>Toma corriente</b></p> <p>El toma corriente se utiliza para alimentar los equipos de cómputo.</p>		Genérico	Genérico
<p><b>Breakers</b></p> <p>El <i>breakers</i> se utiliza para aplicar la potencia al armario de control</p>		IEC 898	Eaton
<p><b>Válvula flujo de gas</b></p> <p>Encargada de suministrar controladamente el flujo de gas que ingresa a la cámara.</p>		Genérico	Genérico
<p><b>Válvula de bola manual para flujo de agua</b></p> <p>La válvula de bola es de 1 pulgada y está en la manguera de flujo de enfriamiento para permitir el paso de agua.</p>		Válvula de 1 pulgada	Genérico

## 3.2. INGENIERÍA BÁSICA

La Ingeniería Básica del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas es una profundización del análisis realizado en la ingeniería conceptual previa, cuyo resultado son los datos de entrada para esta etapa del diseño.

Algunos de los avances que se logran en la ingeniería básica son los siguientes:

- Etiquetamiento de los equipos, instrumentos y accesorios que hacen parte del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.
- Realización del diagrama de flujo del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.
- Elaboración del diagrama P&ID del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.

### 3.2.1. Etiquetado de equipos, instrumentos y accesorios.

En la Tabla 3.2 se observa los diferentes equipos, instrumentos y accesorios con su debido etiquetado de acuerdo a la norma ISA S5.1, para el proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.

Nombre de la planta: Célula de proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas, código 1.

Nombre del área: Unidad de Sputtering, código 1.

Sección: 0.

Como el área es muy pequeña no requiere ser subdividida en secciones por lo tanto el código asignado al carácter sección es 0.

Tabla 3.2. Etiquetado de elementos, componentes, instrumentos y equipos de los diagramas PDF y P&ID del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en el equipo *Sputtering* de 3 blancos.

[Fuente propia].

Equipos	
Etiquetado	Nombre
V DC_1	Fuente de voltaje DC para cañón-magnetron 1
V DC_2	Fuente de voltaje DC para cañón-magnetron 2
V DC_3	Fuente de voltaje DC para cañón-magnetron 3
CM_1	Cañón-magnetron 1
CM_2	Cañón-magnetron 2
CM_3	Cañón-magnetron 3
EY 1-101	Relay de Voltaje cañón-magnetron 1
EY 2-101	Relay de Voltaje cañón-magnetron 2
EY 3-101	Relay de Voltaje cañón-magnetron 3
EY 4-106	Relay de Voltaje Bomba mecánica de vacío 4

P_H-104	Perilla horno
PH_S-105	Perilla horizontal shutter
PV_S-105	Perilla vertical shutter
MT_H-104	Motorreductor horno
MT_S1-105	Motorreductor shutter 1
MT_S2-105	Motorreductor shutter 2
FI-102	Indicador de Flujo de agua
FN-102	Monitoreo y supervisión de Flujo en PLC
FAY-102	Función de Alarma de Flujo en PC
RH-103	Resistencia del horno
TE-103	Sensor de temperatura
TIC-103	Controlador indicador de temperatura
JZ-103	Driver de potencia para temperatura
TN-103	Monitoreo y supervisión de temperatura
TNC	Controlador supervisor de temperatura en PC
SN-104	Monitoreo y supervisión de posición de horno en PLC
SZ 1-104	Driver de posición de horno
SZ 2-104	Driver de posición de shutter 1
SZ 3-104	Driver de posición de shutter 2
SN-105	Monitoreo y supervisión de posición de shuters 1 y 2 en PLC
BT_V-106	Bomba Turbomolecular de Vacío
BM_V-106	Bomba Mecánica de Vacío
PE-106	Sensor de presión
PC-106	Controlador de presión
IP-106	Indicador de presión
PN-106	Monitoreo y supervisión de presión en PLC
SI-106	Indicador de posición de shutters en PC
SI-105	Indicador de posición de Horno en PC
V-1-102	Válvula de flujo de agua
V-2-106	Válvula de flujo de argón
V-3-106	Válvula de flujo de oxígeno
V-4-106	Válvula de flujo de nitrógeno
PI_1-102	Mangueras siliconada de ¼" para cañón-magnetron 1
PI_2-102	Mangueras siliconada de ¼" para cañón-magnetron 2
PI_3-102	Mangueras siliconada de ¼" para cañón-magnetron 3
PI_4-102	Mangueras siliconada de ¼" para horno
PI_5-102	Mangueras siliconada de ¼" desagüe
EM_B	Entrada materia prima blancos
SP_PD	Salida de producto película delgada
WS	Water source

WE	Water exit
Ar_S	Argon Source
O <sub>2</sub> _S	Oxygen Source
N <sub>2</sub> _S	Nitrogen Source

### 3.2.2. Diagrama de flujo del proceso.

En el diagrama de flujo del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en el sistema Sputtering de tres (3) Blancos de la Universidad del Cauca. Ver Figura 3.1. Se muestran los diferentes equipos e instrumentos conectados, el flujo de la materia prima (blancos) y el producto final, una película delgadas multicapa.

En la Figura 3.1 se observa: Modulo equipo de Voltaje (CM\_1,2,3 y V DC\_1,2,3), Modulo equipo de refrigeración (WS, WE), Modulo equipo de Argón (Ar\_S), Modulo equipo de (O<sub>2</sub>\_S), Modulo equipo de Nitrógeno (N<sub>2</sub>\_S), Modulo equipo de posición de los Shutter (PH\_S y PV\_S), Modulo equipo de posición Horizontal del Horno (P\_H), Modulo equipo de vacío (BT\_V y BM\_V), Modulo equipo de temperatura (RH), la materia prima (EM\_B) y el producto de salida (SP\_PD).

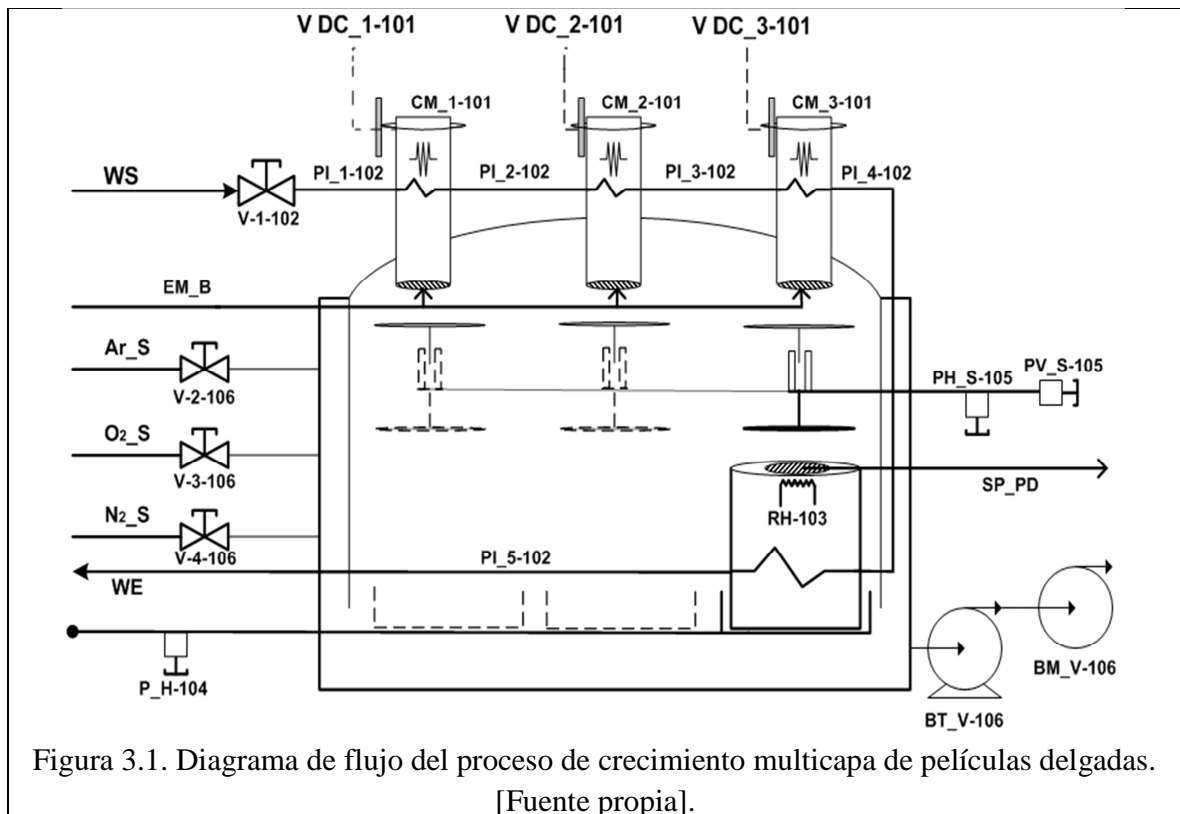


Figura 3.1. Diagrama de flujo del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas. [Fuente propia].

### 3.2.2.1. Descripción del PDF y sus sistemas.

Modulo equipo de Voltaje, aquí se lleva a cabo el suministro de voltaje, este módulo de equipo está constituido por: La fuente de Voltaje de precisión, los tres (3) cañones-magnetrones, una línea de voltaje negativo (-), una línea de voltaje positivo (+). Mediante una conexión manual se selecciona el cañón-magnetron a utilizar que se conecta a la línea de voltaje negativo, dejando los demás sin conexión eléctrica, de este modo solo el blanco que se encuentre en dicho cañón-magnetron será pulverizado por el plasma.

Modulo equipo de refrigeración, constituido por: el suministro de agua de la red domiciliaria de la Universidad del Cauca, válvula de control de flujo, mangueras de alimentación y desagüe. El agua se hace circular de forma ordenada a través de cada uno de los cañones-magnetrones, posteriormente circula a través del horno y finaliza su recorrido saliendo de la cámara de vacío hacia la red de alcantarillado público.

Modulo equipo de Argón (Ar\_S), constituido por un cilindro de Argón con sus respectivas válvulas. El Argón se suministra de manera controlada, variando la presión al interior de la cámara de vacío, se utiliza como gas inerte que se ioniza hasta formar el plasma que llevara a cabo el bombardeo del blanco.

Los módulos equipos de Oxígeno (O<sub>2</sub>\_S) y Nitrógeno (N<sub>2</sub>\_S), constituidos individualmente por sus cilindros contenedores de gas con sus respectivas válvulas para controlar el ingreso de gas al interior de la cámara de vacío. El suministro individual del oxígeno o del nitrógeno, depende del proceso de crecimiento a efectuarse, se realiza para llevar a cabo reacciones controladas del material a depositar con el gas escogido. En el caso del oxígeno se puede utilizar como gas de proceso para formar el plasma y al mismo tiempo como gas reactivo.

Modulo equipo de posición de los Shutter, consta de: una perilla\_shutters capaz de preservar el vacío con dos grados de libertad (giro 360° y profundidad) y cuatro (4) shutters, tres de ellos cubren los tres (3) blancos al interior de la cámara de vacío y el otro shutter cubre el sustrato. Con el giro de la perilla-shutter se selecciona un Shutter y se mueve cambiando su profundidad mediante el desplazamiento de la perilla (recorrido en el eje y) para destapar o tapar un blanco el horno durante el proceso de crecimiento.

Modulo equipo de Posición Horizontal del Horno, está constituido por: una perilla que preserva el vacío, con giro de 360°, que mediante un riel y un piñón, convierten el giro en desplazamiento horizontal, el horno acoplado al riel de desplazamiento horizontal es el lugar donde se ubica el sustrato.

A continuación se describe el camino y los pasos que sigue cada módulo equipo en el diagrama PFD del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.

1. El sustrato y los tres (3) blancos (EM\_B y SP\_PD), secciones sombreada, se depositan en el porta sustrato y los tres (3) porta blancos, a continuación se colocan dentro de la cámara de vacío en la parte superior del horno y en los cañones-magnetrones respectivamente.
2. Se abre la válvula de alimentación de agua (WS).
3. Se enciende la bomba mecánica de vacío (BM\_V)
4. Se enciende la bomba turbomolecular de vacío (BT\_V)
5. Se abre la válvula del gas de proceso (Argón Ar\_S, Oxígeno O<sub>2</sub>\_S) y se estabiliza la presión de la cámara según los parámetros del crecimiento a realizar.
6. Mediante las perillas (PH\_S y PV\_S) se controla la posición de los cuatro (4) Shutters en los tres (3) blancos y el horno, ubicándolos en la posición correspondiente a la etapa del proceso y el crecimiento que se esté realizando <sup>(8)</sup>.
7. Para iniciar el plasma, se enciende la fuente de voltaje (V DC\_1,2,3) y se energiza el cañón-magnetron (CM\_1,2,3) que corresponda según la etapa de proceso y el crecimiento que se esté llevando a cabo.
8. Se energiza la resistencia del horno (RH) con los parámetros del crecimiento propios de la película delgada a obtener.
9. Se desplaza el horno en posición al blanco, mediante la perilla de posición horizontal (P\_H).
10. Se abre la válvula del gas reactivo (oxígeno O<sub>2</sub>\_S, nitrógeno N<sub>2</sub>\_S) solo si el crecimiento lo requiere, posteriormente se estabiliza la presión de la cámara según los parámetros de trabajo.
11. Se espera el tiempo necesario para el crecimiento del producto final (SP\_PD).
12. Se apaga la fuente de voltaje (V DC\_1,2,3).
13. Se retira la alimentación eléctrica a la resistencia del horno (RH).
14. Se cierran las válvulas de los gases reactivos y el gas de proceso (Ar\_S, N<sub>2</sub>\_S, O<sub>2</sub>\_S).
15. Se apaga la bomba turbomolecular de vacío (BT\_V).
16. Se apaga la bomba mecánica de vacío (BM\_V).
17. Se cierra la válvula de alimentación de agua (WS).
18. Se retira el sustrato con el crecimiento obtenido (SP\_PD).

### 3.2.3. Diagrama de tuberías e instrumentos P&ID

Para el diagrama P&ID de este proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas se consideró importante evidenciar el actual estado de las tuberías, conexiones y equipos, después del periodo de restauración y acondicionamiento realizado, de esta manera y gracias a los modelados y estudios de las secciones anteriores se consigue obtener una propuesta P&ID más completa y que aborda los requerimientos de automatización anteriormente señalados.

---

<sup>8</sup> Esta instrumentación no existe actualmente, este paso puede saltarse.



En la Figura 3.2 se presenta el diagrama de procesos e instrumentación del equipo Sputtering de tres (3) Blancos de la universidad del Cauca actualmente, se observan 6 sistemas; Sistema de monitoreo y alarma de refrigeración, Sistema de control de voltaje, Sistema de control de temperatura, Sistema de control deposición horizontal del horno, Sistema de control de posición de los Shutter y Sistema de control de vacío.

En la Figura 3.3 se presenta el diagrama de procesos e instrumentación del equipo Sputtering de tres (3) Blancos propuesto en el presente proyecto de pregrado, se observan 6 sistemas de control; Sistema de monitoreo y alarma de refrigeración, Sistema de control de voltaje, Sistema de control de temperatura, Sistema de control deposición horizontal del horno, Sistema de control de posición de los Shutter y Sistema de control de vacío.

### 3.2.3.1. Diagrama P&ID general del proceso de crecimiento de películas delgadas multicapas.

La Figura 3.2 corresponde al diagrama P&ID de los lazos de control del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas actuales en el laboratorio FISBATEM.

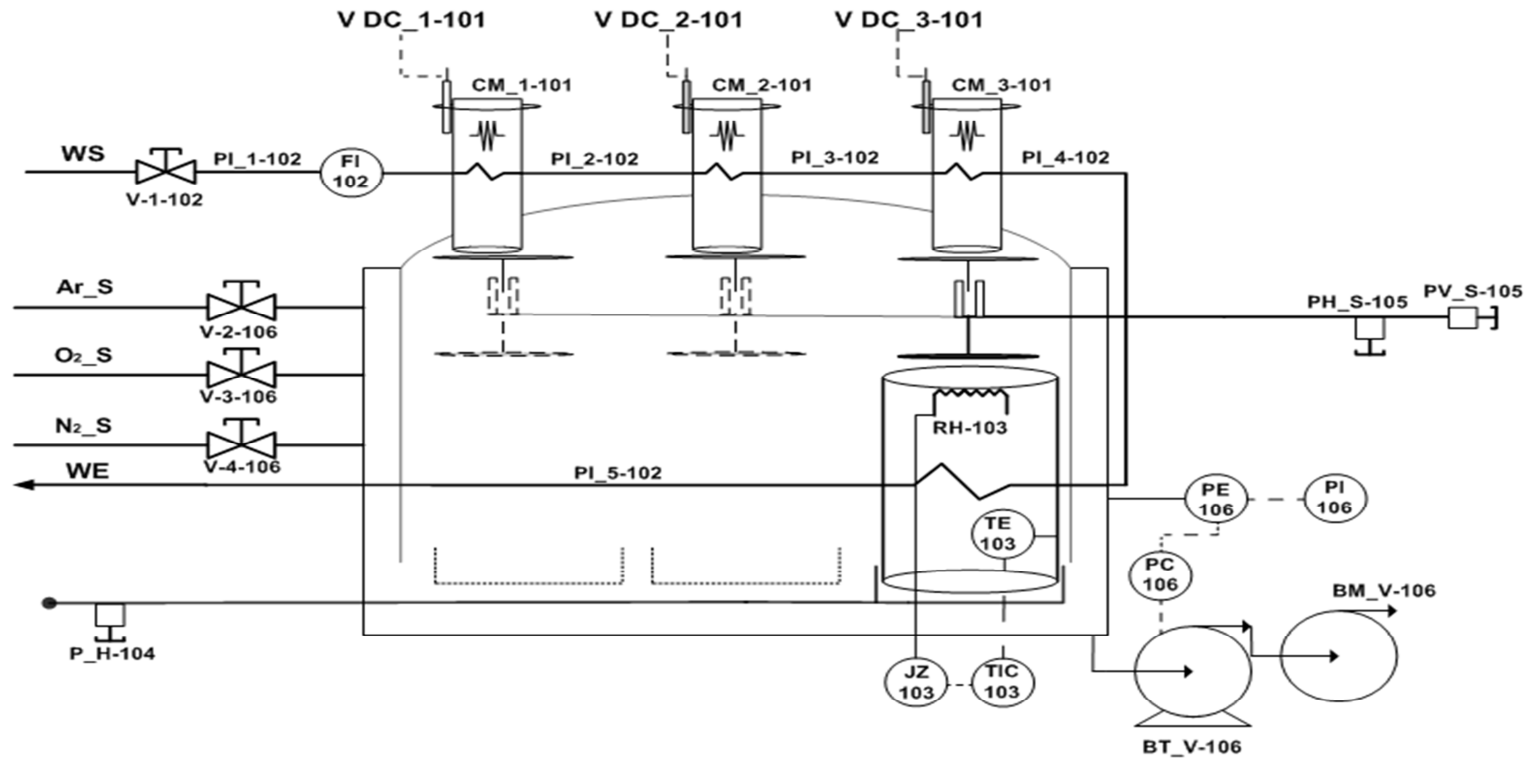


Figura 3.2. Diagrama P&ID general del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en la actualidad en el laboratorio FISBATEM.

[Fuente propia].

### 3.2.3.2. Diagrama P&ID general y completo del proceso de crecimiento de películas delgadas multicapa.

La Figura 3.3 corresponde al diagrama P&ID de los lazos completos de control del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.

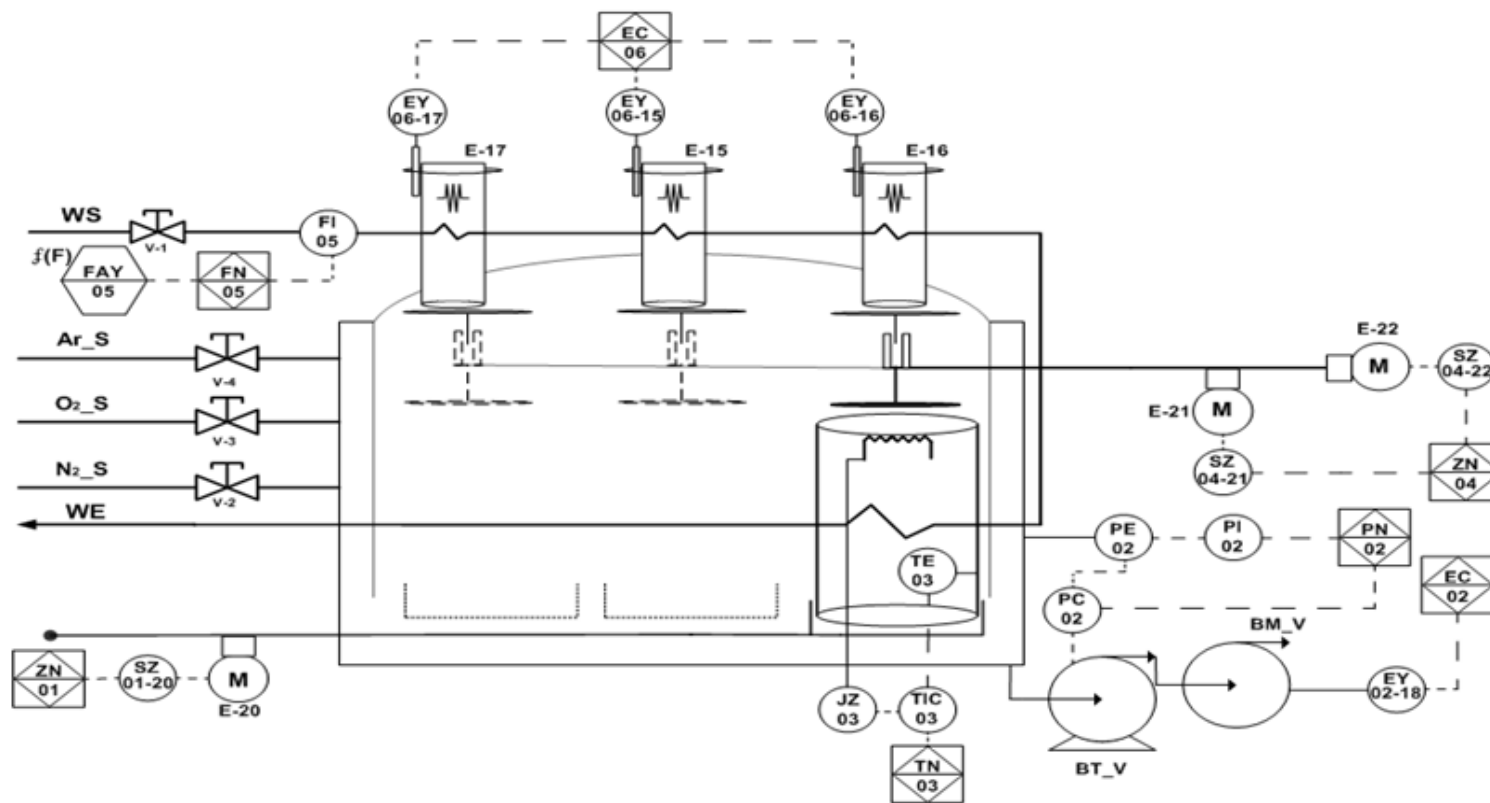


Figura 3.3. Diagrama P&ID general del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.  
[Fuente propia].

A continuación se detallan cada uno de los lazos de control en el diagrama P&ID.

### **Sistema de Temperatura**

El control de Temperatura, se hace a través de los siguientes equipos: Controlador de temperatura Eurotherm 2404 (TIC-103), sensor de temperatura Termocupla tipo K (TE-103), horno (RH-103), tiristor (JZ-103) y el programa de control ubicado en el PLC (TN-103) y el ordenador (TNC-103).

El lazo de temperatura funciona de la siguiente forma: por medio del PLC se consigna una señal de setpoint (temperatura final deseada) al controlador de temperatura que a su vez envía una señal al tiristor para que este transmita la potencia necesaria a la resistencia dentro del horno y calentar el sustrato al valor deseado, el sensor de temperatura envía una señal con el valor promedio al controlador de temperatura el cual calcula el error y modifica la señal de potencia del tiristor para llegar y/o mantener el SP fijado por el operario según haya sido programado.

### **Posición Horizontal del Horno**

El control de posición horizontal del horno está compuesto por: un motorreductor con encoder (MT\_H-104), un driver kinetix 3 de posición para motor (SZ 1-104), un programa de control en el PLC (ZN-104) y un sistema mecánico de desplazamiento horizontal del horno.

El lazo de posición horizontal del horno funciona de la siguiente manera: Se fija la posición horizontal en la que se requiere ubicar al horno, el PLC registra este valor, lo compara con el valor obtenido por el encoder y determina las acciones de control a seguir que se envían al driver kinetix 3 de posición para motor que ejecuta la acción correspondiente para activar el motorreductor el cual gira la perilla mecánica encargada de desplazar horizontalmente el horno a la posición deseada.

### **Posición Shutter**

El control de posición horizontal de los Shutter: está compuesto por: dos motorreductores con encoder (MT\_S1-105 y MT\_S2-105), dos driver kinetix 3 de posición para motor (SZ 2-105 y SZ 3-105), un programa de control en el PLC (ZN-105) y un sistema mecánico de movimiento de los Shutter ubicados en cada uno de los 3 cañones-magnetrones y en el horno.

El lazo de posición horizontal del horno funciona de la siguiente manera: Se fija la posición y movimiento del shutter deseado, el PLC registra este valor, lo compara con el valor obtenido por el encoder, determinan las acciones de control a seguir que se envían a los

drivers kinetix 3 de posición para motor quienes ejecuta la acción correspondiente para activar los motorreductores que giran y desplazan la perilla mecánica encargada de mover los shutters en la posición deseada.

### **Sistema refrigeración**

El monitoreo del sistema de refrigeración, se hace a través de los siguientes equipos: un indicador de flujo de agua (FI-102), un programa de control en el PLC (FN-102) y su interfaz de monitorio en un PC (FAY-102).

El monitoreo del sistema de refrigeración funciona de la siguiente forma: El indicador de flujo de agua, monitorea y envía señales al PLC y en caso de presentar anomalías envía una señal de alarma al HMI del computador para que el operario tome los correctivos pertinentes.

### **Sistema Voltaje**

El control de Voltaje, se hace a través de los siguientes equipos: tres relés electromecánicos de 24 voltios (EY 1-101, EY 2-101 y EY 3-101), un programa de control en el PLC (EC-101) y una fuente de voltaje PNC600.

El lazo del sistema de Voltaje funciona de la siguiente forma: Se selecciona el Cañon-magnetron y el voltaje que se va aplicar, el PLC envía un set point a la fuente de voltaje con valor de voltaje y corriente correspondiente, se envía una señal al relé electromecánico escogido y se permite el paso del voltaje al Cañon-magnetron.

### **Sistema de Vacío**

El control en el sistema de Vacío, se hace a través de los siguientes equipos: un sensor de presión pirani (TE-106), un indicador de presión (IP-106), un programa de control en el PLC (PN-106), una bomba Turbomolecular de vacío (BT\_V-106), un controlador de la bomba Turbomolecular (PC-106), una bomba mecánica de vacío (BM\_V-106), un relé electromecánico de 24 voltios (EY 4-106) , los gases reactivos y de proceso con sus respectivas válvulas de flujo (V-1-106, V-2-106 y V-3-106).

El lazo en el sistema de Vacío funciona de la siguiente forma: el operario trasmite una señal de control al relé electromecánico que enciende la bomba mecánica de vacío por medio de la función de supervisión y monitoreo, que a su vez recibe a cada instante del sensor de presión pirani la presión actual de la cámara, después de obtener un vacío estable se ordena a la función de supervisión y monitoreo generar los comandos de encendido y revoluciones máximas en el controlador de presión (PC) de la bomba Turbomolecular de vacío, una vez

obtenido el vacío máximo se abren las válvulas de gas reactivo y de proceso, según sea necesario y se llega a la presión estable de trabajo.

### 3.3. INGENIERÍA DETALLADA

La ingeniería de detalle tiene como objetivo obtener el diseño detallado de la instalación, necesario para proceder con la construcción y configuración del sistema de automatización, a continuación se detalla el plano de distribución, los diagramas de lazo de control por sistema y la red de Petri.

#### 3.3.1. Plano de distribución.

En la Figura 3.4 se observa la ubicación del equipo Sputtering de tres (3) blancos, de su armario de control con PLC y todos los instrumentos necesarios para el control de la planta.



Figura 3.4. Plano de distribución del equipo Sputtering de tres (3) blancos.  
[Fuente propia].

#### 3.3.2. Diagramas de lazo de control de instrumentos del equipo Sputtering de tres (3) blancos.

La tabla 3.5 lista las borneras y conectores identificadas y etiquetada para cada lazo de control dentro del armario de control.

Tabla 3.5 Lista de borneras y conectores en el armario de control  
[Fuente propia].

Identificación	Nombre de la Bornera
B1	Borneras del drivers de posición SZ-104
B2	Borneras del drivers de posición SZ 1-105
B3	Borneras del drivers de posición SZ 2-105
B4	Borneras del motor MT_H-104

B5	Borneras del motor MT_S1-105
B6	Borneras del motor MT_S2-105
B7	Borneras de energía del PLC
B8	Borneras de bomba BT_V-106
B9	Borneras de controlador de presión PC-106
B10	Borneras de energía bomba BM_V-106
B11	Borneras Relay EY 4-106
B12	Borneras PC-106
B13	Borneras termocuple TE-103
B14	Borneras tiristor JZ-103
B15	Borneras indicador de flujo FI-102
B16	Borneras Cañón–magnetron CM_1-101
B17	Borneras Cañón–magnetron CM_2-101
B18	Borneras Cañón–magnetron CM_3-101
B19	Borneras Relay EY 1-101
B20	Borneras Relay EY 2-101
B21	Borneras Relay EY 3-101
B22	Borneras controlador de voltaje EC-101
BEMAE	Borneras módulo analógico de entrada del PLC
BEMAS	Borneras módulo analógico de salida del PLC
BE	Borneras energía
BME	Borneras módulo de entrada PLC
BMS	Borneras módulo de salida PLC
B485	Borneras RS485
JB1	Borneras de salida lazo sistema control temperatura
JB2	Borneras de entrada lazo sistema control temperatura
JB3	Borneras lazo sistema de refrigeración
JB4	Borneras lazo sistema control de voltaje parte 1
JB5	Borneras lazo sistema control de voltaje parte 2
JB6	Borneras lazo sistema de vacío parte 2
JB7	Borneras lazo sistema de vacío parte 1

### Diagramas de lazo de Control posición Shutter y Horno.

En la Figura 3.5. Se muestra el diagrama de lazo del Control posición Shutter y Horno, que cuenta con: drives de posición, motoredutores y una interfaz PC-PLC.

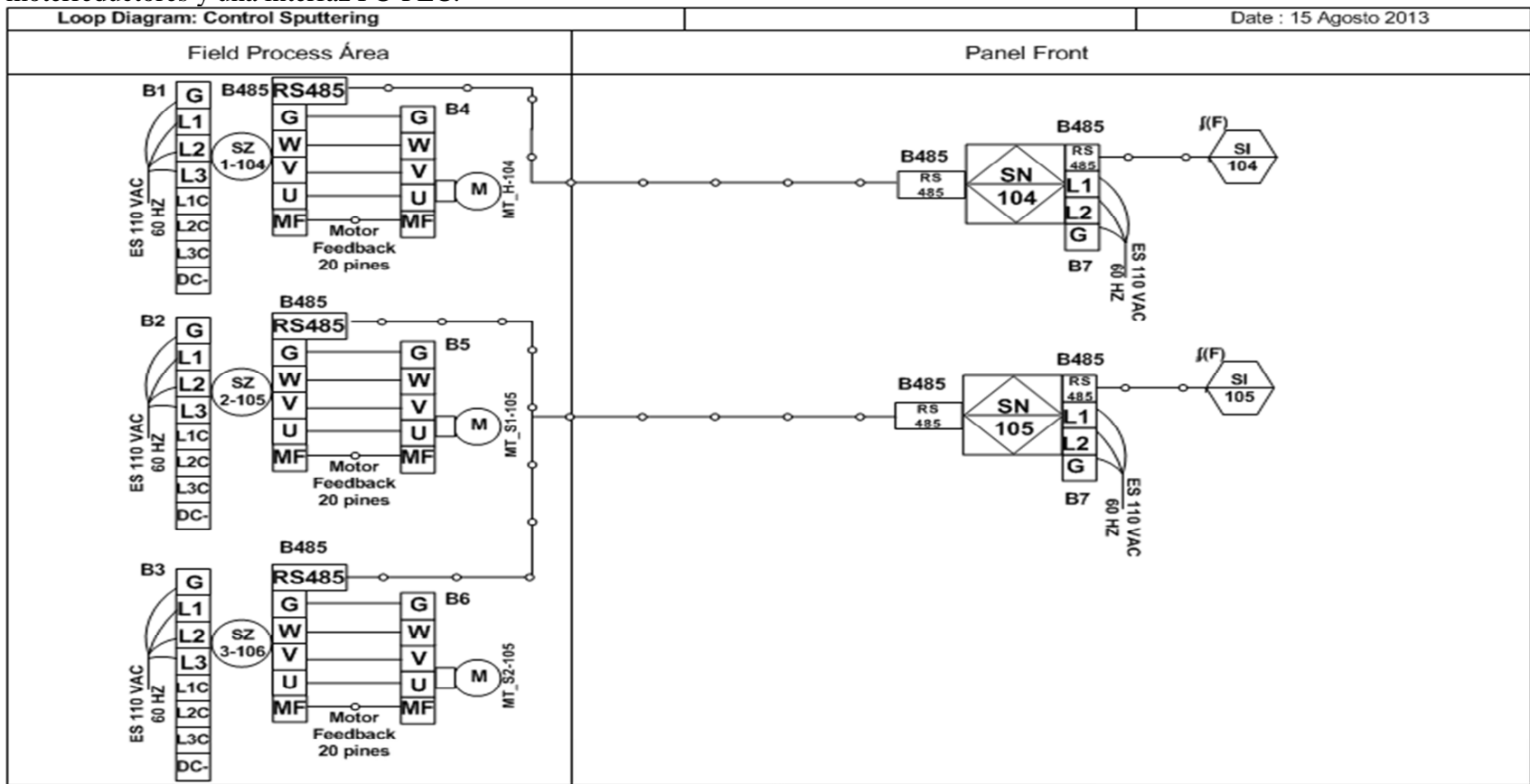


Figura 3.5. Diagrama de lazo Control posición Shutter y Horno.  
[Fuente propia].



**Diagramas de lazo de Sistema de vacío.**

En la Figura 3.6 Se muestra el diagrama de lazo de control del sistema de vacío parte 1, que cuenta con: Controlador de presión, bomba turbomolecular de vacío y una interfaz PC-PLC.

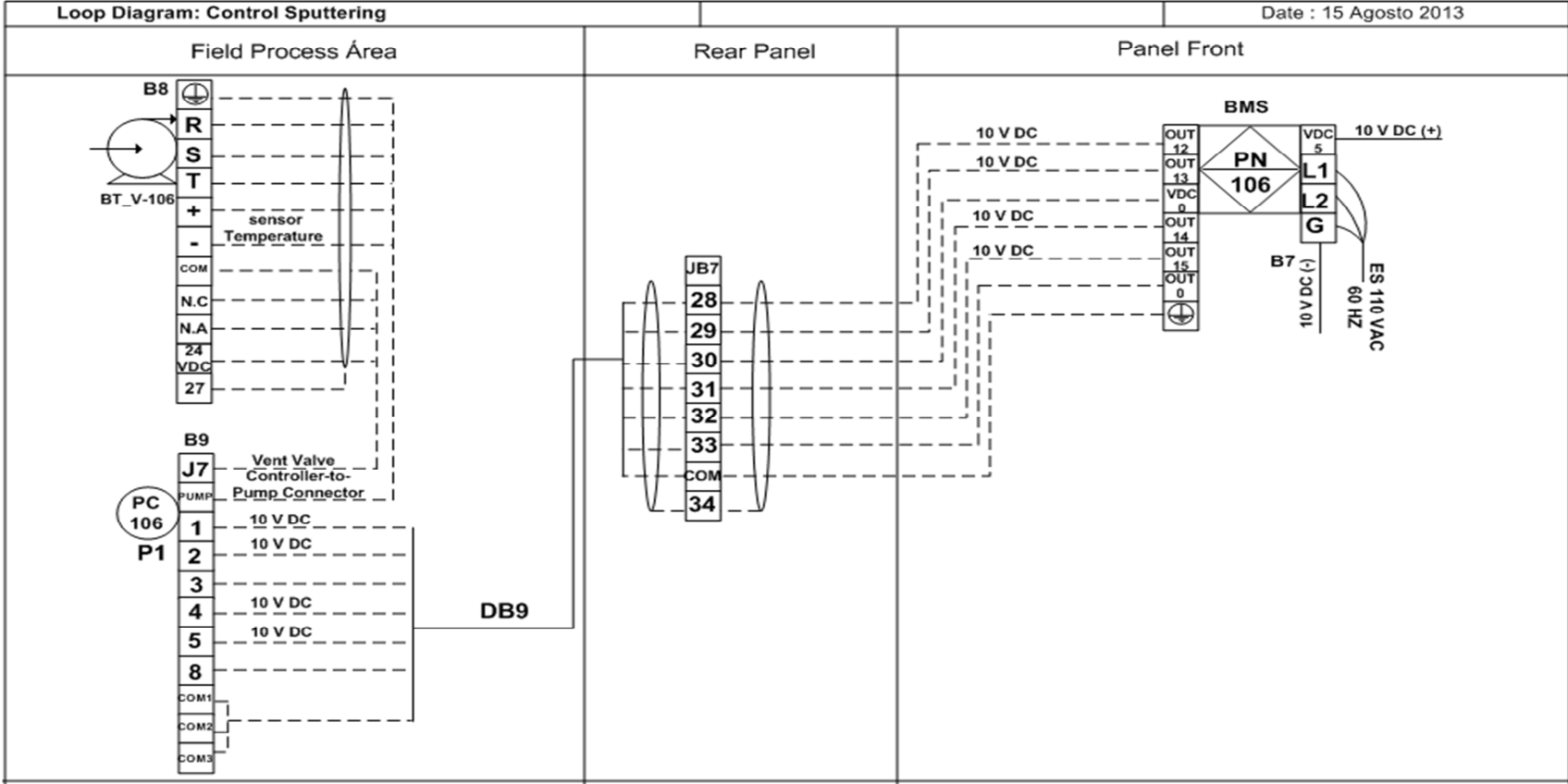


Figura 3.6. Diagrama de lazo de control Sistema de vacío, [Fuente propia].

En la Figura 3.7. Se muestra el diagrama de lazo de control del sistema de vacío parte 2, que cuenta con: Controlador de presión, bomba mecánica de vacío y una interfaz PC-PLC.

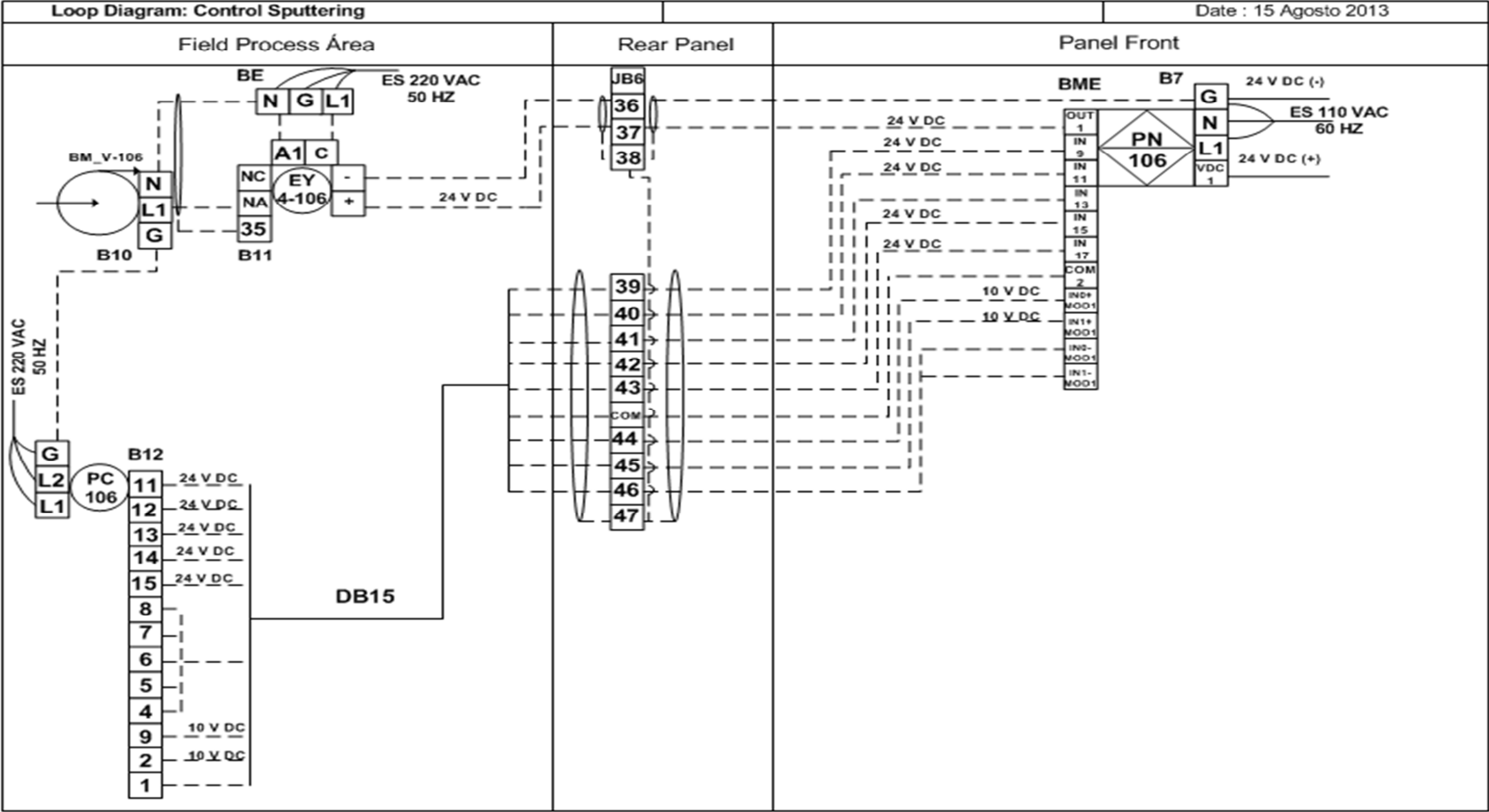


Figura 3.7. Diagrama de lazo Control del sistema de vacío parte 2. [Fuente propia].

### Diagramas de lazo de control de temperatura de calentamiento y enfriamiento

En las Figura 3.8 y Figura 3.9 se muestra el diagrama de lazo para el control de temperatura y lazo de refrigeración, respectivamente, del Equipo Sputtering de tres (3) blancos.

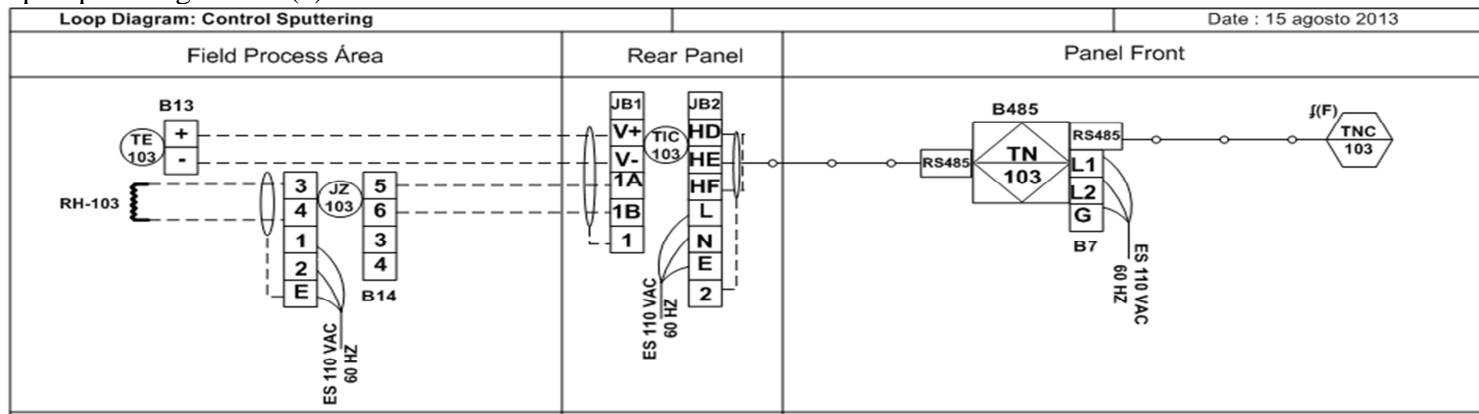


Figura 3.8. Diagrama de lazo para el control de temperatura en el Equipo Sputtering de tres blancos.  
[Fuente propia].

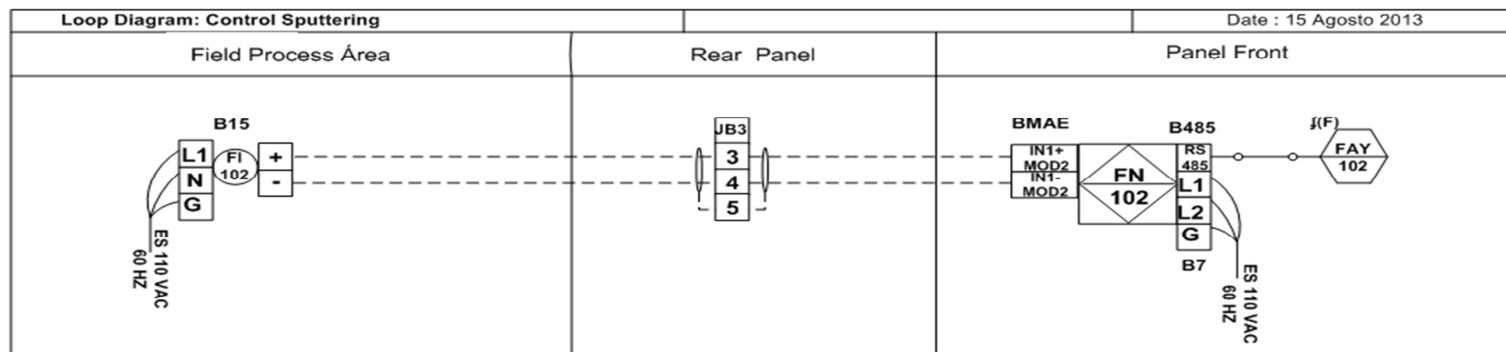


Figura 3.9. Diagrama de lazo para Sistema de refrigeración del Equipo Sputtering de tres blancos.  
[Fuente propia].

### Diagramas de lazo de control de voltaje para magnetrones.

En la Figura 3.10 se muestra el diagrama de lazo para el control de voltaje para cada cañón-magnetrón, en el sistema Sputtering de tres (3) blancos.

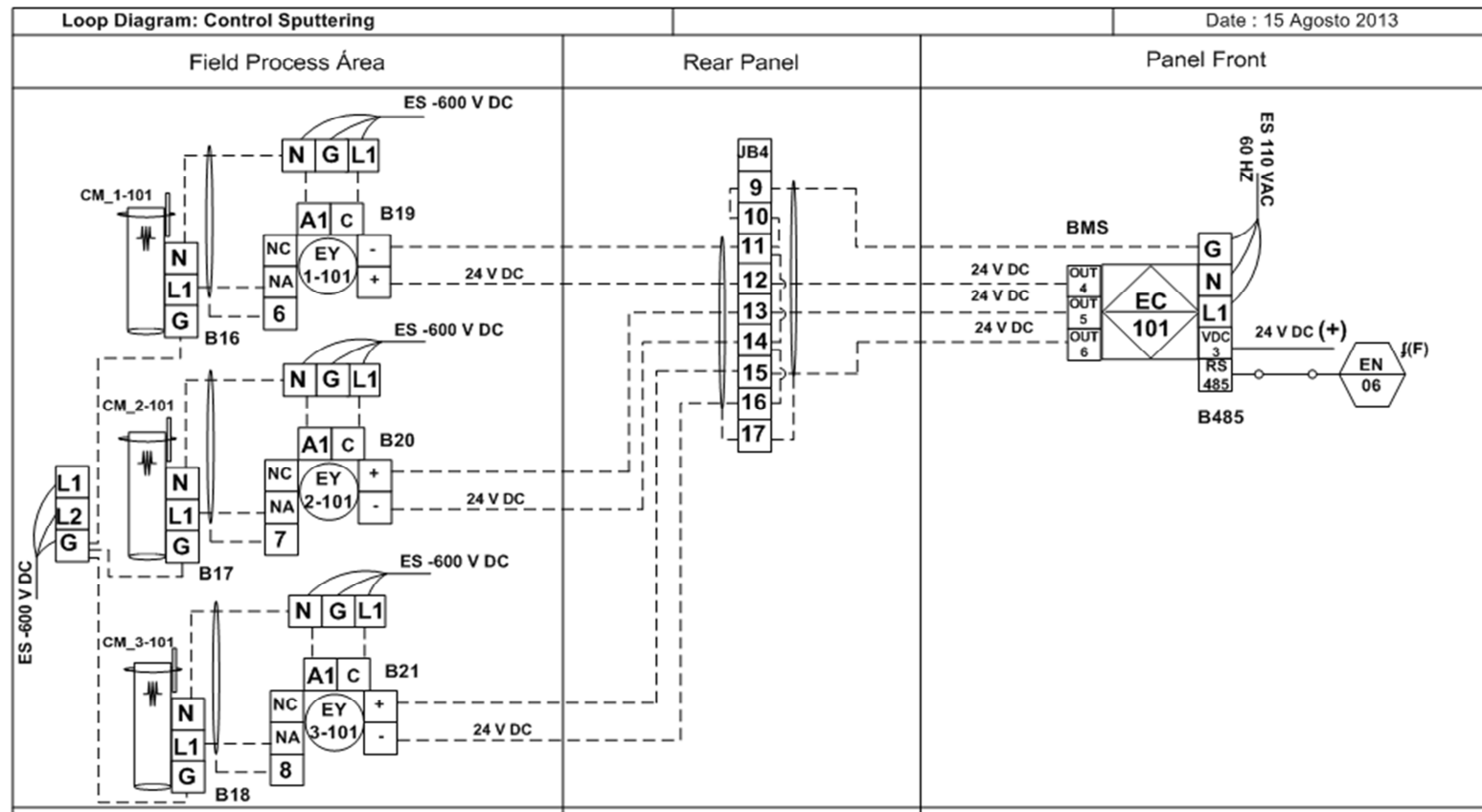


Figura 3.10. Diagrama de lazo para el control de voltaje para magnetrones.  
[Fuente propia].

**Diagramas de lazo de Fuente de Voltaje, interfaz a PLC.**

En la Figura 3.11 se muestra el diagrama de lazo de la fuente de Voltaje negativa y su interfaz PLC-PC.

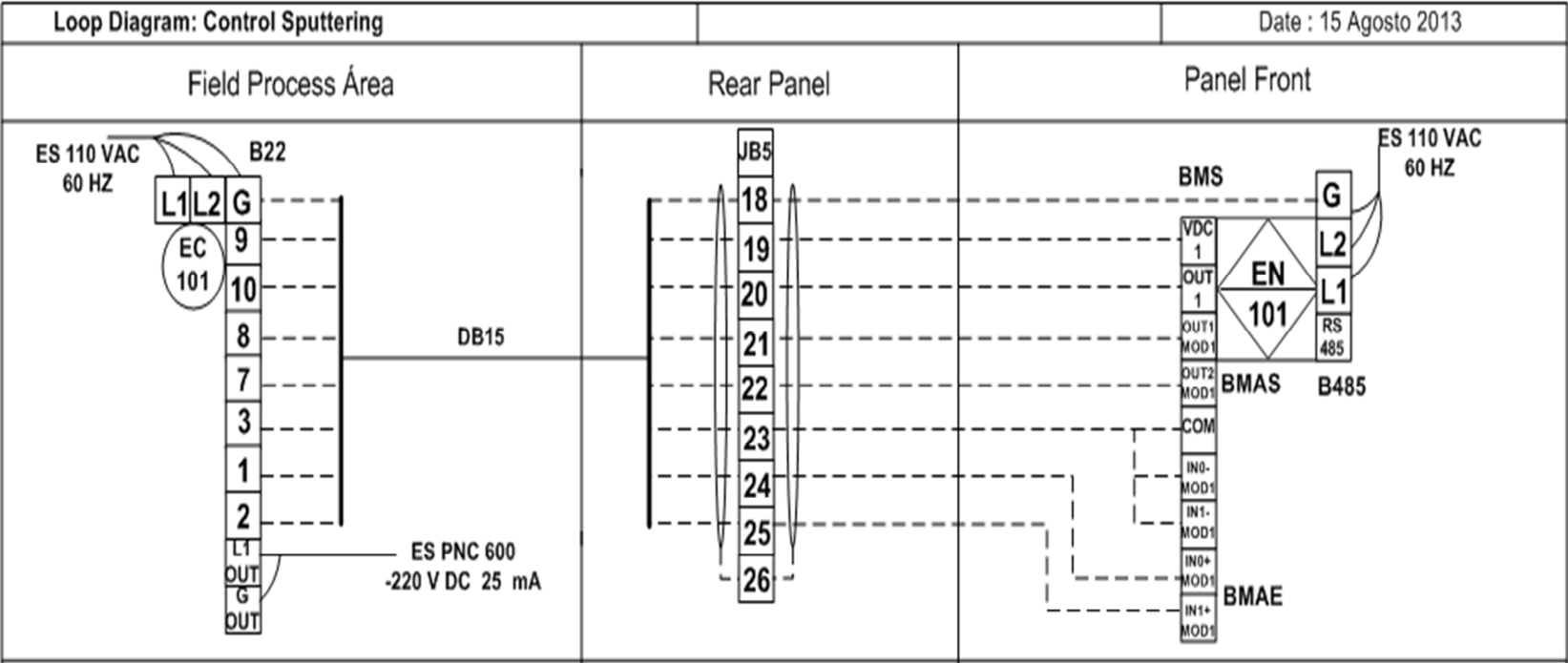


Figura 3.11. Diagrama de lazo de Fuente de Voltaje, interfaz a PLC.  
[Fuente propia].

### 3.3.3. Red de Petri del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas.

La Figura 3.12 contiene la red de Petri que corresponde al algoritmo de programación alojado en el PLC. Este obedece a las operaciones establecidas en el modelo de control procedimental de ISA S88 parte I propuesto en el capítulo 2 de este trabajo de grado. Teniendo en cuenta que solo son usadas las fases para el desarrollo del programa, aquellas que hacen parte del control de las variables que intervienen en el proceso y que se requieren para ejecutar la lógica establecida. Ver Anexo C.

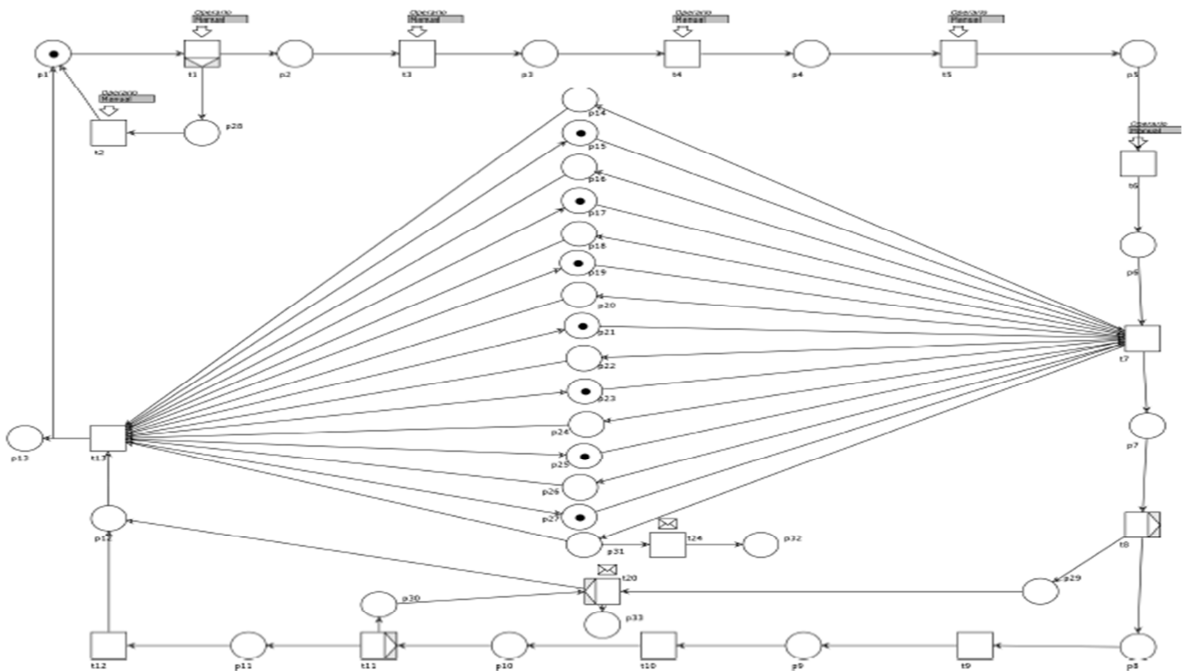


Figura 3.12. Red de Petri del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas. [Fuente propia].

El proceso inicia con la Verificar disponibilidad de elementos, Conseguir elementos faltantes, Extraer componentes de la cámara de vacío, Limpiar componentes de la cámara de vacío, Alistar sustrato, Ubicar componentes y materia prima al interior de la cámara de vacío, Pulverizar Blanco1, Crecer película delgada1, Finalizar plasma1, Pulverizar Blanco2, Crecer película delgada2, Finalizar plasma2 y el proceso culmina con Extraer material. Ver mayores detalles en el Anexo C.

## 4. APLICACIÓN, RESULTADOS Y ANÁLISIS DEL PROCESO DE CRECIMIENTO MULTICAPA DE PELÍCULAS DELGADAS

Desarrollada la documentación de ingeniería conceptual, básica y detallada del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas por Sputtering DC y en base al análisis y selección de la instrumentación necesaria, se procedió por parte de la universidad del Cauca y el laboratorio FISBATEM a adquirir la instrumentación primordial para el

funcionamiento manual del equipo Sputtering de tres (3) blancos, se continuo con el proceso de restauración, instalación y configuración de todos sus componentes y consecutivamente se ejecutó una serie de pruebas y adecuaciones que permitieron poner en marcha el equipo para su entrega formal, iniciando de este modo los crecimientos de películas delgadas por Sputtering DC en el alma máter, en consecuencia los crecimientos realizados en este trabajo de pregrado.

#### **4.1. Método experimental**

En el presente trabajo de grado se desarrolló toda una serie de acciones que permitieron el actual funcionamiento mecánico del equipo Sputtering de tres (3) blancos de la universidad del Cauca, acciones que permitieron utilizarlo por primera vez en Colombia y cuyos frutos se reflejaron con los primeros crecimientos monocapa y multicapa por magnetrón Sputtering DC en el alma mater. Ver Figura 4.1.

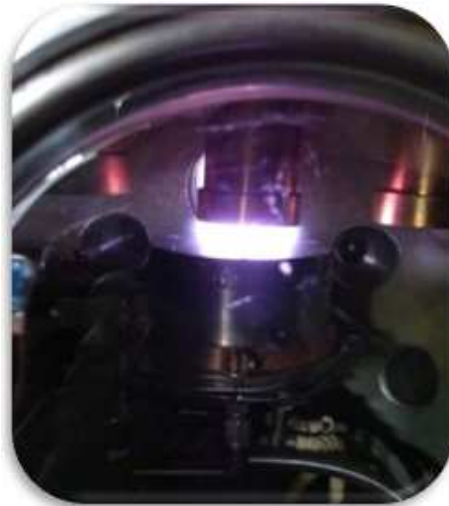


Figura 4.1. Primer Crecimiento de una película delgada por magnetrón Sputtering DC en la universidad del Cauca.

[Fuente propia].

A continuación se nombran las acciones desarrolladas para la puesta a punto del equipo Sputtering de tres (3) blancos:

- Mantenimiento de piezas y equipos.
- limpieza de piezas, equipos y partes.
- Reparación y conexión de cableado entre equipos, elementos e instrumentos.
- Armado del sistema y diseño de piezas para posibles soluciones y/o mejoras a las actuales dificultades en el proceso de crecimiento de películas delgadas multicapa (ver Anexo A).

Las anteriores acciones se desarrollaron dentro de los siguientes pasos que comprenden el método experimental seguido en el presente trabajo de pregrado:

- ✓ Paso 1: Limpieza de componentes del equipo Sputtering de tres (3) blancos.
- ✓ Paso 2: Ensamble del equipo Sputtering de tres (3) blancos.
- ✓ Paso 3: Pruebas de funcionamiento de los sistemas que componen el equipo.
- ✓ Paso 4: Diseño de mejoras y solución a problemas presentados.
- ✓ Paso 5: Obtención de características y manejo de las variables del equipo.
- ✓ Paso 6: Obtención de parámetros de crecimiento.
- ✓ Paso 7: Realización de primeros crecimientos.

Finalmente se cierra este capítulo con la explicación de cómo realizar los crecimientos de acuerdo al modelado ISA S88.

### **Paso 1: Limpieza de componentes del equipo Sputtering de tres (3) blancos.**

Al iniciar este trabajo de pregrado la gran mayoría de las piezas, equipos e instrumentos se encontraban sucios, oxidados, en mal estado y/o inservibles, en consecuencia se desarrolló en este paso del método experimental un desarmado completo del equipo Sputtering de tres (3) blancos, se limpió cada una de las partes y piezas que lo componen y se realizó un mantenimiento a los equipos e instrumentos en busca de su restauración, obteniendo de este modo se un conocimiento detallado de su estado y funcionamiento, mayores detalles ver anexo B. A continuación se evidencia el antes y el después del equipo Sputtering de tres (3) blancos tras la finalización del paso número 1 en el método experimental, ver figuras: Figura 4.2, Figura 4.3, Figura 4.4 y la Figura 4.5.

Antes de la limpieza:

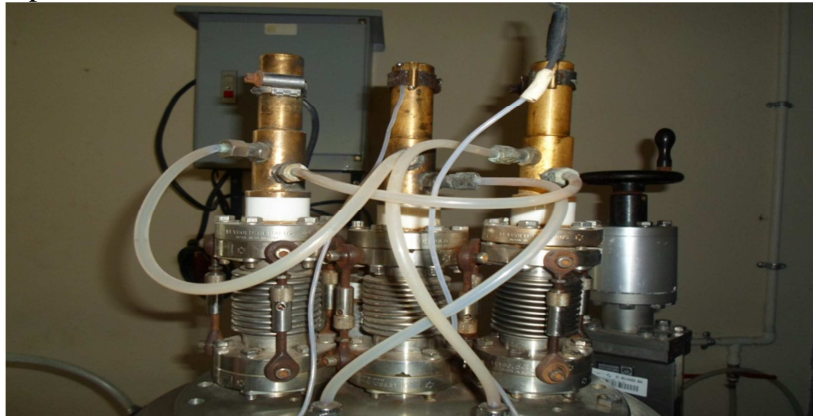


Figura 4.2. Estado inicial del equipo Sputtering de tres (3) blancos  
[Fuente propia].





Figura 4.3. Equipo Sputtering de tres blancos antes de iniciar el actual trabajo de pregrado.  
[Fuente propia].

Después de la limpieza:

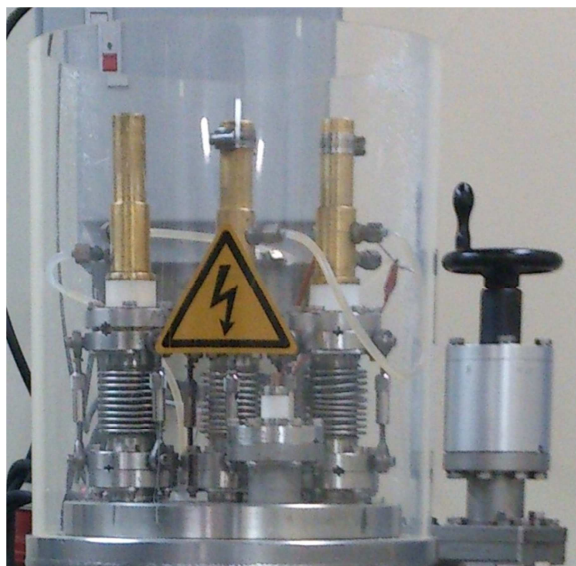


Figura 4.4. Estado Final del equipo Sputtering de tres (3) blancos  
[Fuente propia].



Figura 4.5. Equipo Sputtering de tres blancos después de iniciar el actual trabajo de pregrado.  
[Fuente propia].

### **Paso 2: Ensamble del equipo Sputtering de tres (3) blancos.**

Con el trabajo realizado en el paso número 1, se logró recuperar la totalidad de piezas que componen el equipo, el sensor y el indicador analógico de presión, el Horno de calentamiento y su respectiva termocupla, identificando como inservibles los instrumentos y equipos restantes.

En este paso del método experimental se articuló en su totalidad el equipo Sputtering de tres (3) blancos con las piezas y partes restauradas, mayores detalles ver anexo B, se ubicaron los equipos e instrumentos antiguos y adquiridos en la mesa de soporte del equipo y se acondiciono, organizo y pinto a modo de panel frontal de operación, ver Figura 4.6 y Figura 4.7.



Figura 4.6. Evidencia de los trabajos realizados: Ensamblar y pintar el equipo Sputtering de tres (3) blancos.  
[Fuente propia].



Figura 4.7. Panel frontal actual de trabajo del equipo Sputtering de tres (3) blancos  
[Fuente propia].

### **Paso 3: Pruebas de funcionamiento de los sistemas que componen el equipo**

Una vez ensamblado y acondicionado el equipo Sputtering de tres (3) blancos, con ayuda del Profesor Wilhem Evers del Centro de Investigación de Jülich-Alemania, ver Figura 4.8, se procedió a realizar pruebas de cada uno de sus sistemas, con el fin de encontrar posibles errores y efectuar las mejoras necesarias para el encendido del sistema.



Figura 4.8. Sistema Sputtering ensamblado y funcionando con ayuda del Profesor Wilhem Evers del Centro de Investigación de Jülich-Alemania.  
[Fuente propia].

A continuación se hace un resumen de las pruebas de funcionamiento realizadas en el paso 3 del método experimental, mayores detalles ver Anexo B.

Prueba de funcionamiento del sistema de vacío:

Se incluyó la calibración del sensor de presión pirani y el indicador analógico de presión Thermotron TM 120, mediante los potenciómetros de configuración ubicados en cada instrumento y ajustados con destornillador tipo pala, ver Figura 4.9 y Figura 4.10, para esto se utilizó 2 presiones base, la presión atmosférica y una presión de  $1 \times 10^{-2}$  del sistema de Sputtering RF de la Universidad del Cauca que cuenta con su propio sensor e indicador de vacío.



Figura 4.9. Resultado en rojo potenciómetro de calibración del indicador analógico de presión Thermotron TM 120  
[Fuente propia].



Figura 4.10. Resultados en rojo potenciómetros de calibración del sensor pirani  
[Fuente propia].

Se cambió de empaques tipo orrin de goma y cobre, procedimiento de mucha importancia y del cual depende el nivel final de vacío de la cámara de crecimiento multicapa de películas

delgadas<sup>(9)</sup>, adicionalmente se realizaron pruebas del correcto funcionamiento de los gases reactivos y de proceso que resultaron exitosas, ver Anexo B para mayor profundidad.

Prueba de funcionamiento del sistema de temperatura:

La preparación del módulo equipo temperatura requirió una instalación de conexiones e interfaz de mando dentro de un gabinete, ver Figura 4.11, según sección 3.3.2, posterior a esto se identificó la programación óptima del controlador de temperatura para los crecimientos multicapa a realizar en el presente proyecto de pregrado.



Prueba de funcionamiento de los sistemas de refrigeración y voltaje:

Se realizaron pruebas del funcionamiento del sistema de refrigeración y sistema de voltaje, los cuales fueron exitosos y no reflejaron problemas existentes en los mismos después de su limpieza y adecuación, se consigna en el Anexo B la evidencia y procedimientos realizados.

#### **Paso 4: Diseño de mejoras y solución a problemas presentados.**

Debido a que en el laboratorio FISBATEM no se cuenta en la actualidad con un pegante especial (térmico y buen conductor eléctrico) para el acoplamiento de blanco-porta blanco, se ideó un sistema de rosca y un aislante para realizar este acople y poder hacer crecimientos con diferentes blancos, ver Figura 4.12 y Figura 4.13, sin embargo en el mercado no se obtuvo el aislante ideal de macor para el sistema y por tanto se utilizó el aislante teflón<sup>(10)</sup> con similares características pero menor punto de fusión, lo que restringe los crecimientos a realizar con este nuevo aporte a 360 °C en el blanco.

<sup>9</sup>En la práctica el orín de goma es reutilizable y el orín de cobre no.

<sup>10</sup> Inicialmente se realizaron pruebas con el aislante acetal, también comercial, pero ocasiono daños en el crecimiento al derretirse durante el proceso, esto debido a su bajo punto de fusión (175°C), razón por la que fue descartado.



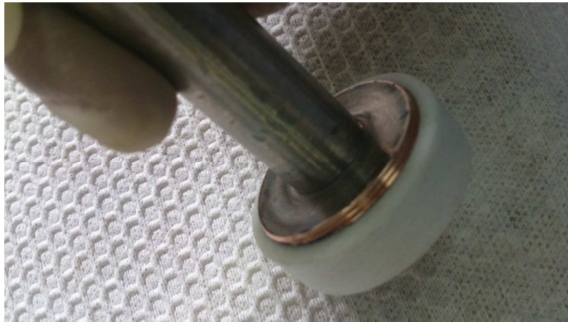


Figura 4.12. Sistema construido de acople entre blanco y porta blanco, aislante de teflón y blanco de aluminio [Fuente propia].

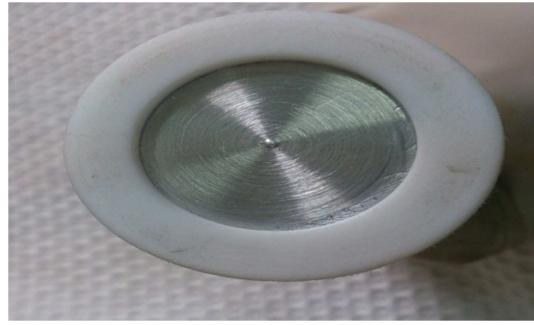


Figura 4.13. Sistema construido de acople entre blanco y porta blanco, aislante de teflón y blanco de aluminio [Fuente propia].

Aunque el sistema Sputtering DC actualmente no presente problemas serios de contaminación entre blancos y sustrato, podría tenerlos en un futuro cuando se habilite en el sistema la deposición por Sputtering RF, es por esto que se diseñó un sistema de shutters mecánico que adicionalmente podría permitir el crecimiento multicapa de películas delgadas con máscaras e insitu, ver sección 2.1.8, mayores detalles ver anexo A, adicionalmente se elaboró una maqueta que permitió verificar el correcto funcionamiento del Diseño propuesto, ver Figura 4.14.

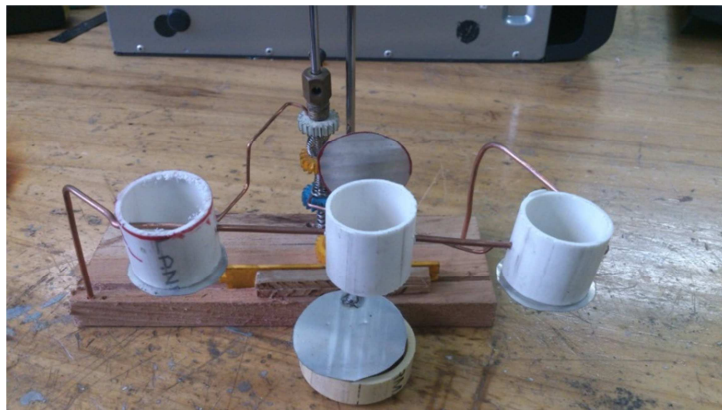


Figura 4.14. Maqueta realizada para prueba de funcionamiento sistema de Shutters. [Fuente propia].

### **Paso 5: Obtención de características y manejo de las variables del equipo**

En los crecimientos de películas delgadas realizados, se identificaron características de crecimiento propias del equipo, los gases de proceso y el plasma, a partir de esta experimentación se identificó la relación existente entre cada variable manipulada y la forma e intensidad del plasma, ver Anexo D, ver sección 1.2.1, lo que permite el control sobre el modo de crecimiento de las películas delgadas.

Como fruto del paso 5 en el método de experimentación se obtuvieron las siguientes pautas que son de utilidad para el operario:

1. Si se aumenta la entrada de oxígeno el vértice del plasma sube.
2. Si se disminuye la entrada de oxígeno el vértice del plasma baja.
3. Si se aumenta la corriente que se le aplica al Cañon-magnetron la intensidad del plasma aumenta.
4. Si se disminuye la corriente que se aplica al Cañon-magnetron la intensidad del plasma disminuye.
5. Si se aumenta el voltaje aplicado al Cañon-magnetron la intensidad del plasma aumenta.
6. Si se disminuye el voltaje aplicado al Cañon-magnetron la intensidad del plasma disminuye.
7. Si se aumenta el flujo de entrada oxígeno el voltaje se disminuye siempre y cuando la corriente sea constante.

Algunos de los componentes del sistema Sputtering de tres (3) blancos debieron ser caracterizados con el fin de obtener los conocimientos necesarios para la elección idónea de la instrumentación a utilizar y comprar.

Las caracterizaciones realizadas son las siguientes:

#### **Caracterización de la perilla de control de posición del horno.**

Se calculó el torque promedio de la perilla de control de posición del horno mediante distintos dinamómetros como se muestra en la Figura 4.15 y Figura 4.16, para seleccionar el tipo de motor idóneo a utilizar.

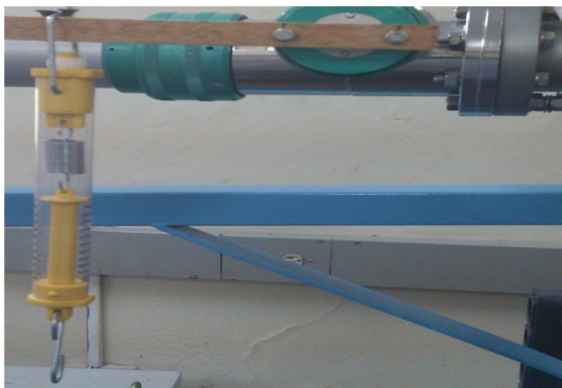


Figura 4.15. Caracterización torque perilla horno con el dinamómetro 1.  
[Fuente propia].



Figura 4.16. Caracterización torque perilla horno con el dinamómetro 2.  
[Fuente propia].

### **Caracterización del calentamiento del horno.**

Se caracterizó la respuesta del horno ante distintos niveles de potencia y ratas de calentamiento, para calcular los parámetros (Hb U, OPHI, DrA.t, HY 1 a HY 4) más idóneos del controlador Eurotherm 2404 [45], ver Figura 4.17

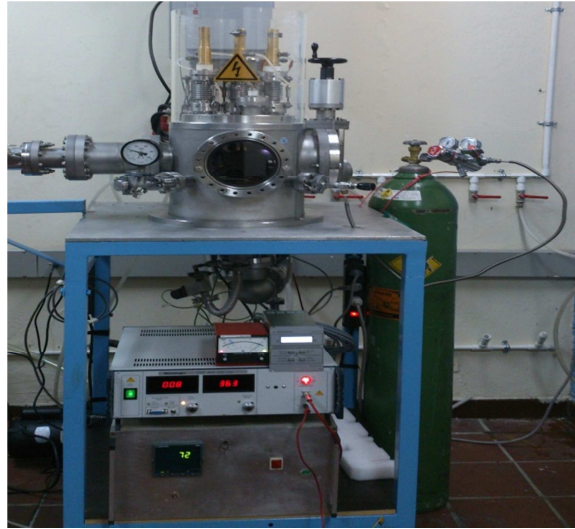


Figura 4.17. Panel de control de temperatura funcionando en momento de caracterización.  
[Fuente propia].

### **Paso 6: Obtención de parámetros de crecimiento.**

Los parámetros de crecimiento de las películas delgadas en el equipo Sputtering de tres (3) blancos que se reportan en el presente trabajo de pregrado se obtuvieron mediante la consulta de proyectos de investigación similares y las indicaciones del profesor Wilhem Evers del centro de investigación de Jülich-Alemania que gracias a larga trayectoria en el ámbito del crecimiento de películas delgadas nos dejó muy buenas bases tanto en el manejo del equipo como en los parámetros .utilizados para crecer las películas delgadas.

Actualmente el equipo esta adecuado y listo para realizar crecimientos de películas delgadas, ver Figura 4.18.





Figura 4.18. Vista Equipo Sputtering actualmente (enero 2014)  
[Fuente propia].

### **Paso 7: Realización de primeros crecimientos.**

Con el sistema listo se dio inicio al proceso de fabricación de las primeras películas delgadas, que consta de tres (3) lotes de películas delgadas de  $(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta})$ ,  $(\text{La}_{1.85}\text{Sr}_{0.15}\text{CuO}_{4+\delta})$  y  $(\text{Al}_2\text{O}_3)$  que corresponden a monocapas depositadas sobre sustratos de: vidrio,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{SrTiO}_3$ , fabricadas mediante la técnica Sputtering DC, utilizando el manual del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas modelado con ISA S88, ver Anexo E.

A continuación se consignan los resultados de la aplicación del proceso de fabricación de películas delgadas de  $(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta})$  y  $(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Al}_2\text{O}_3)$ .

#### **4.2. APLICACIÓN DEL PROCESO DE CRECIMIENTO DE PELÍCULAS DELGADAS DE $(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta})$ , $(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Al}_2\text{O}_3)$ SIGUIENDO EL MODELADO ISA S88**

El procedimiento de fabricación de películas delgadas de  $(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta})$ ,  $(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Al}_2\text{O}_3)$  por Sputtering DC, aplicando las directrices dadas por ISA S88 parte 1 y desarrollado en este trabajo de pregrado, relaciona el modelo de proceso de la sección 2.3.1, con las fases del modelo de control procedimental de la sección 2.3.3, 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 D.1. del Anexo D “Procedimiento De Crecimiento Multicapa De Películas Delgadas Modelado Con Isa S88”

El procedimiento anterior se organizó, a su vez, dentro de un manual, ver Anexo E “Manual Del Proceso De Crecimiento Multicapa De Películas Delgadas Modelado Con Isa S88” que dota al operario de la guía necesaria para la fabricación de un lote de películas delgadas en el equipo Sputtering de tres (3) blancos, 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 las fases del modelo de control procedimental para su ejecución por el operario. La sección D presenta la planilla de registro, la cual se debe de emplear antes y durante el proceso de fabricación, registrando los valores de presión, temperatura del horno y voltaje cada 5 min.

Teniendo en cuenta el manual de proceso de crecimiento descrito en el (Anexo E) y siguiendo el modelado ISA S88, se presenta el desarrollo de la aplicación de este procedimiento de los lotes inicialmente propuestos de películas delgadas. Se debe tener en cuenta que la fabricación de los lotes hace uso de los valores de los parámetros consignados en la .

Tabla 4.1, **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia..**

Tabla 4.1. Parámetros fabricación película delgada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$  por Sputtering DC. [Fuente propia].

PARÁMETRO	VALOR
Tiempo de pre-Sputtering	1 día
Corriente	90 mA
Voltaje	261 V
Presión	3 mB
Revoluciones bomba Turbomolecular	1052 Hz
Temperatura de crecimiento	880 °C
Rata de calentamiento	15°C/min
Tiempo de crecimiento	120 min
Temperatura de sellado	550 °C
Rata de enfriamiento	10° C/min

Tabla 4.2. Parámetros fabricación película delgada de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  por Sputtering DC. [Fuente propia].

PARÁMETRO	VALOR
Tiempo de pre-Sputtering	1 día
Corriente	70 mA
Voltaje	400 V
Presión	3 mB
Revoluciones bomba Turbomolecular	1048 Hz
Temperatura de crecimiento	350 °C
Rata de calentamiento	15°C/min

Tiempo de crecimiento	120 min
Temperatura de sellado	100 °C
Rata de enfriamiento	10° C/min

Para la realización de los tres (3) procedimientos se creció en el equipo Sputtering de tres (3) blancos durante una semana, para la fabricación de los respectivos lotes de películas delgadas, así como la materia prima e insumos necesarios para la fabricación: Blanco de (YBa2Cu3O<sub>7</sub>) 99.99% de pureza, Blanco de (Al) 80% de pureza y oxígeno de ultra alta pureza 99.999%.

Los tres (3) lotes de películas delgadas ISA S88 se fabricaron en una semana empleando un (1) día en la realización de pre-Sputtering de cada uno de ellos y tres (3) días para la obtención de las películas delgadas deseadas. En este trabajo de pregrado los lotes de películas delgadas fabricaron en un tiempo de 15 horas.

A continuación se muestran fotografías de los tres (3) crecimientos realizados de películas delgadas de (YBa2Cu3O<sub>7-δ</sub>) ver Figura 4.19, (YBa2Cu3O<sub>7</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ver Figura 4.20 y (YBa2Cu3O<sub>7</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ver Figura 4.21.



Figura 4.19. Crecimiento # 1 Película delgada obtenida de YBa2Cu3O<sub>7</sub>  
[Fuente propia].



Figura 4.20. Crecimiento # 2  
Película delgada obtenida de YBa2Cu3O<sub>7</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

[Fuente propia].



Figura 4.21. Crecimiento # 3 Películas delgadas obtenida de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Al}_2\text{O}_3$   
[Fuente propia].

A la película delgada de  $(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta})$  se le realizó caracterización eléctrica por el método de las cuatro puntas y perfilometría; mientras que a las películas delgadas multicapa de  $(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Al}_2\text{O}_3)$  y  $(\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Al}_2\text{O}_3)$  se le realizó caracterización por perfilometría y estos fueron los resultados obtenidos:

#### **Crecimiento #1 Película delgada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$**

En la Figura 4.22. Observamos la gráfica de resistencia vs temperatura de la película delgada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

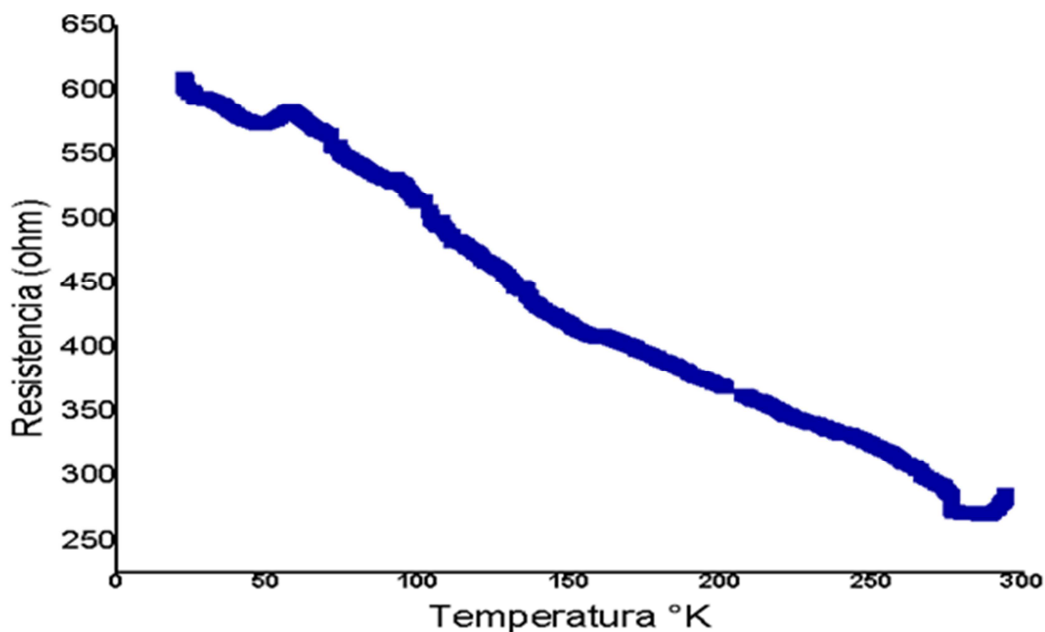
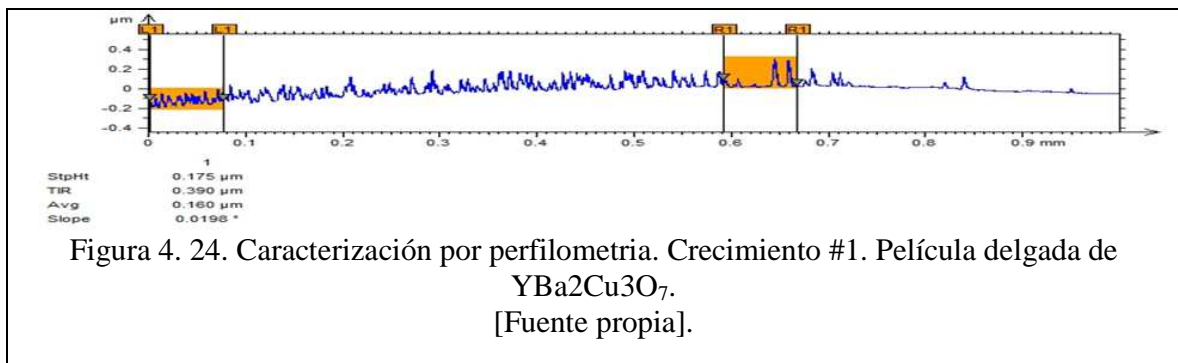
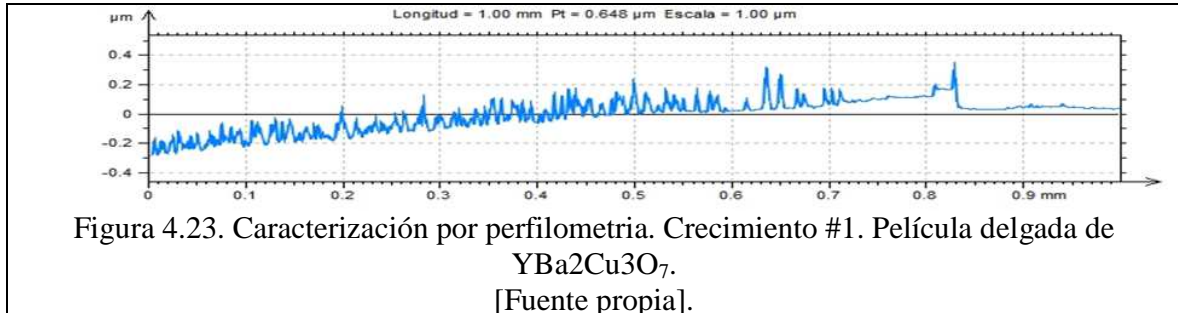
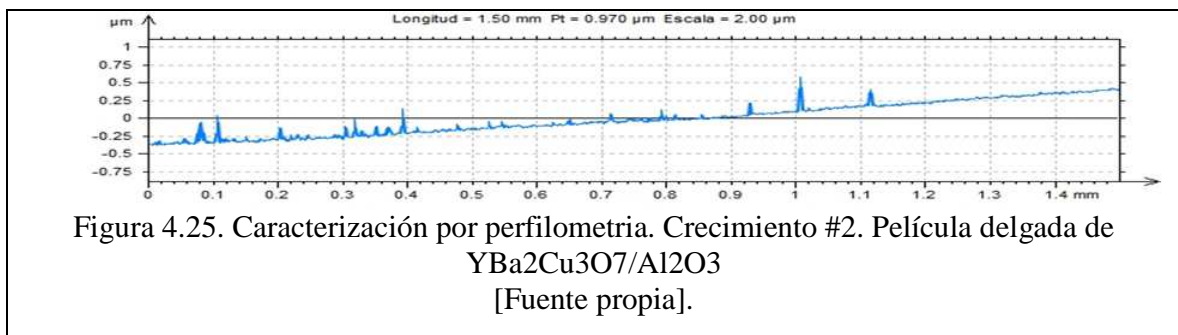


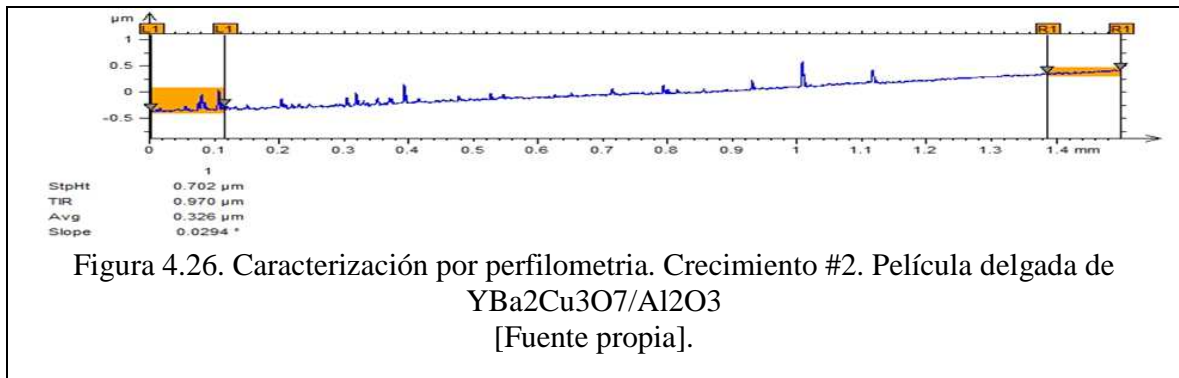
Figura 4.22. Caracterización eléctrica por el método de la cuatro puntas. Película delgada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ .  
[Fuente propia].

A la película delgada de  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  se le realizó caracterización por perfilometría y estos fueron los resultados. Ver

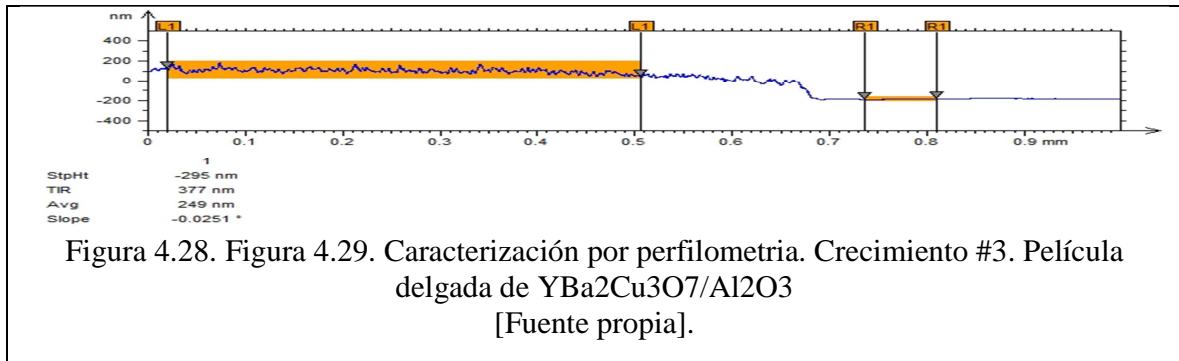
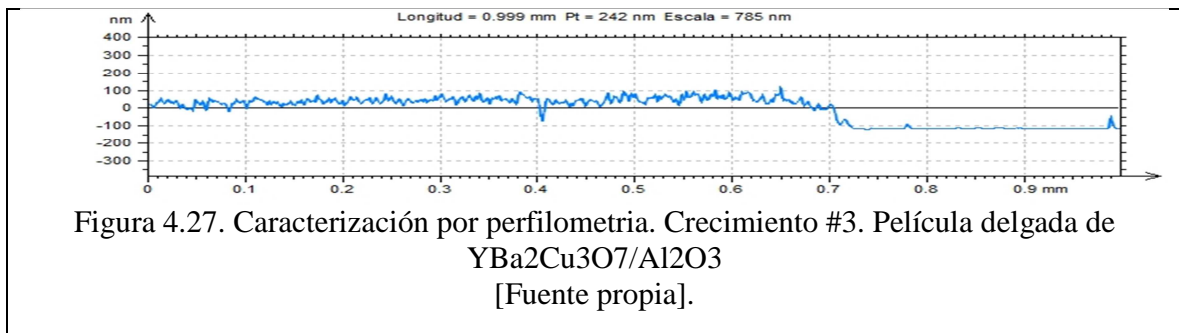


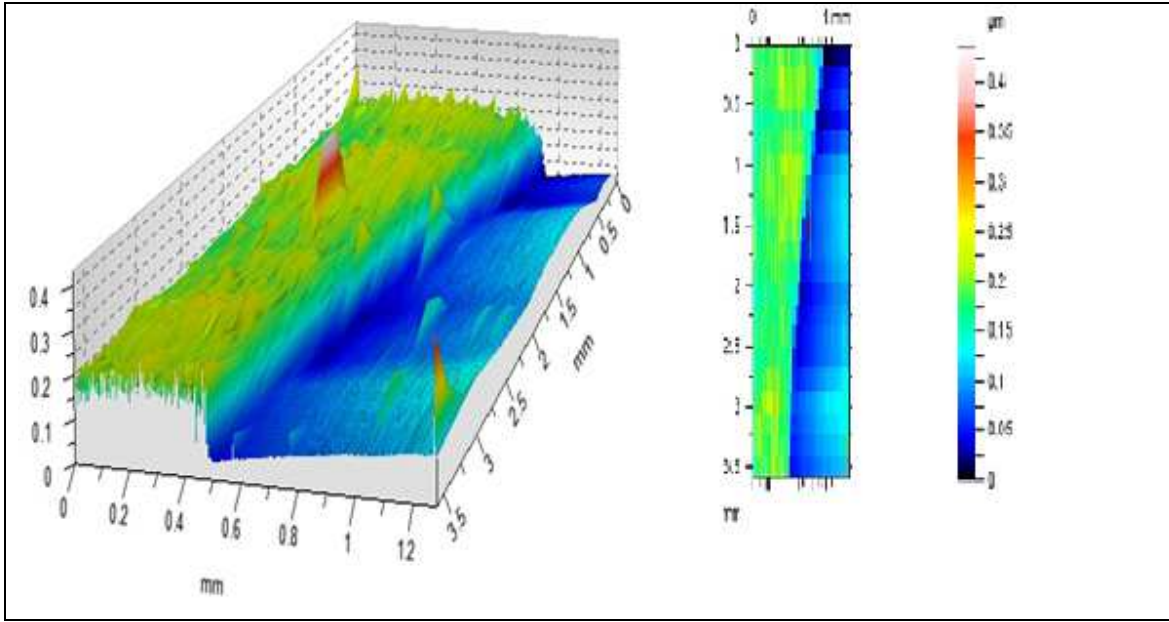
### Crecimiento #2 Película delgada de $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{Al}_2\text{O}_3$





### Crecimiento #3. Película delgada de YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>





## CONCLUSIONES

La automatización de un proceso implica aparte de conocimientos en instrumentación, control y automatización y normas técnicas, la familiarización estrecha y directa con el proceso, pues solo de este modo las necesidades reales serán vislumbradas, traducándose ello en el desarrollo de una solución óptima y funcional.

Los modelos de proceso, físico, control procedimental y el récipe de ISA S88 no solamente se aplican a grandes procesos industriales, sino que también se pueden aplicar a procesos de laboratorio de pequeñas tandas como el abordado en el presente trabajo de pregrado, con el beneficio que el modelado como proceso batch mejora las condiciones e información de producción.

Se realizó el análisis del modelado ISA S88 del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas, lo que permitió obtener los requerimientos del sistema de automatización que mejor cumplan las necesidades del proceso.

A partir de los modelos ISA S88, el estándar ISA S5.1, y la correcta definición de los requerimientos de automatización del proyecto, se permite realizar la correcta documentación del sistema compuesta de las ingenierías básica, conceptual y detallada; componentes que se convierten en las directrices del trabajo de pregrado, permitiendo el desarrollo de una solución óptima y funcional.

La apropiación del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas, apoyado en el modelo de control procedimental permitieron establecer un modelo en red de Petri, que posteriormente se va a traducir en la programación que se empleara en el PLC Micrologix1200, que realiza el control de las variables que intervienen en dicho proceso, facilitando la programación, la documentación y por ende las posteriores modificaciones por terceros.

El procedimiento de crecimiento multicapa de películas delgadas siguiendo la información dada por ISA S88, además de presentar de manera detallada el procedimiento para la el crecimiento multicapa de películas delgadas, 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 esta descritas en una columna denominada recomendaciones. Estas recomendaciones están asociadas o corresponden las fases del modelo de control procedimental, descritos en la columna fases, y éstas a su vez están asociadas a acciones de proceso, descritas en una columna denominada acción de proceso.

La entrega del equipo Sputtering de tres (3) blancos al laboratorio de Física de Bajas Temperaturas (FISBATEM) de la Facultad de Física de la Universidad del Cauca, permite generar un valioso aporte al programa de Ingeniería Física en el campo de la investigación



lo que facilita la fabricación de nuevos dispositivos electrónicos y la generación de recubrimientos para herramientas de corte de alta dureza.

El desarrollo de este trabajo permitirá que los estudiantes e investigadores, pertenecientes a la Facultad de Física de la Universidad del Cauca, a obtener resultados con formato y orden en los experimentos elaborados para sus correspondientes investigaciones.

### **TRABAJOS FUTUROS**

Desde hace algún tiempo se han venido trabajando en el PIAI con herramientas software como las de Rockwell Automation, que permiten implementar sistemas SCADA para el control, monitoreo y supervisión de las plantas de laboratorio; por lo tanto se propone automatizar el equipo de Sputtering de tres (3) blancos, en base al presente trabajo de pregrado “Propuesta de automatización del proceso de crecimiento multicapa de películas delgadas en el equipo Sputtering de 3 blancos”.

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] Zuluaga M. Johan, Una Mirada Al Estudio Y Las Aplicaciones Tecnológicas Y Biomédicas De La Magnetita, Diciembre 2011.
- [2] Acosta R. Dwight, Películas Delgadas Para Mejorar El Mundo, p. 14-15, Septiembre 2011.
- [3] Pérez M. Lilia, Fabrication and characterization optical, electrical and structural of transparent thin film of tin oxide, zirconium and zinc, 2005.
- [4] Carlos Londoño C., Efectos Ópticos Especiales De Los Recubrimientos De Dióxido De Titanio Sobre Mica, 2011.
- [5] Sebastián C. Hidalgo, conjunto normalizado de interfaces para los componentes de un sistema de posicionamiento, 2008.
- [6] Eduardo C.Castillo and Oscar D. Gómez, Norma Isa S88 Aplicada Al Proceso De Fabricación De Películas Delgadas De Oxido De Vanadio Por Magnetron Sputtering RF, 2011.
- [7] M. F. Córdoba, H. Coy, J.W. Corone, and Quinayas C, Fabricación de películas delgadas de VO<sub>2</sub> por Sputtering RF, 2005.
- [8] J. Morales and G. Bolaños, Efecto del substrato en las propiedades eléctricas de películas delgadas de dióxido de vanadio crecidas por magnetron Sputtering R.F., 2009.
- [9] J. Ortiz, Análisis Morfológico por Microscopía de Fuerza Atómica en Películas Delgadas de VO<sub>2</sub>, 2009.
- [10] A. Guerrero, G. Bolaños, L. Salazar, and J. Heiras et., Crecimiento de películas delgadas de óxidos de vanadio mediante la técnica de magnetron Sputtering RF, 2006.
- [11] J. López, Depósito y Caracterización de películas delgadas de materiales con aplicaciones en cátodos para micro-baterías recargables de litio, 2007.
- [12] Marco A. Camacho and Joel M. Posada, Tópicos en Materiales, 2008.
- [13] et al I. Medina, Diseño y fabricación de un aparato para el depósito de películas delgadas por el método de rotación, 2009.
- [14] S. Sultana, Anelva RF Magnetron Sputtering system, 2010.
- [15] A. de Paula Silva, Instrumentação para produção e caracterização de filmes finos nanoestructurados, 2002.
- [16] Espasandín Celso Prados , Sistemas magnéticos artificiales obtenidos mediante pulverización catódica: películas delgadas amorfas de TbFe y multicapas de Ni/CO, 2003.
- [17] Giraldo Ing. Belarmino Segura, Producción Y Caracterización De Recubrimientos En Multicapas De Tin/Dlc En Películas Delgadas, 2004.
- [18] J.P. Hirt and K.L. Moazed, Thin Films Physics 4, 1967.
- [19] R.S Wagner and R.J.H. Voorloeve, Appl Phys 43 , 1971.

- ]
- [20 Albella J.M, Mecanismos de nucleación y crecimiento de capas delgadas, Programa de Preparación y caracterización de recubrimientos y laminas delgadas, 2002.
- [21 Arias J. and Garcés J., Efecto de la temperatura del sustrato sobre las propiedades eléctricas de películas delgadas de dióxido de vanadio (VO<sub>2</sub>) crecidas por magnetron sputtering RF, 2007.
- [22 P. Stern Dr. David. (2004) La Exploración de la Magnetosfera Terrestre. [Online]. <http://www-istp.gsfc.nasa.gov/Education/Mplasma.html>
- [23 Sanchez B Jesus M, Deposición De Capas Constituyentes De Estructuras Multicapa Con Funciones Controlables Eléctricamente, 2006.
- [24 Spencer Dr Rick. (2005) Alacritas Consultancy Ltd. [Online]. <http://www.alacritas-consulting.com/advice/sputter-deposition-for-thin-films/>
- [25 Jackeline Narvaez Morales, "Crecimiento Y Caracterizacion De Peliculas Delgadas De Ymno<sub>3</sub>," Universidad Del Valle, Santiago De Cali, 2008.
- [26 J. H. Song, K.-B. Lee and Y. H. Jeong S. H. Cho, *Journal of the Korean Physical Society*, vol. 35, pp. 1251 - 1255, 1999.
- [27 Y Z Zhang and HHWen MZu, "Growth and annealing of La<sub>1.85</sub>Sr<sub>0.15</sub>CuO<sub>4</sub>+ $\delta$  thin films on SrTiO<sub>3</sub> substrates," Chinese Academy of Sciences, Beijing, People's Republic of China, 2009.
- [28 Haibo Yao, Donglu Shi, Lumin Wang, Yongli Xu, Qing Liu and Z Han Jie Lian, ", Structural characterization of epitaxial YBCO thin films prepared by a fluorine-free sol-gel method for coated conductors. ", Institute Of Physics Publishing, Supercond. Sci. Technol. , 2010.
- [29 W.Lewis,C.Brown, and W.J.Geerts A.P.Schuetze, "A laboratory on the four-point probe technique Am J. Phys," vol. 72 (2), pp. 149 - 153, 2004.
- [30 D. Askeland, "*Ciencia e ingeniería de los materiales*" :. International Thompson editores, 1998.
- [31 D. Mattox, "*Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing*" :. noyes publications, 1998.
- [32 D. Cáceres, "'Estudio de las propiedades mecánicas en monocristales y láminas delgadas de MgO mediante la técnica de nanoindentación'," Universidad autónoma de Madrid, Madrid, España, tesis doctoral 2002.
- [33 D. A. Landínez Téllez a, J. Roa-Rojas O. Benavides Vega a, "Estructura Y Propiedades Magnéticas De Compósitos YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>/BaZrO<sub>3</sub>," *Revista Colombiana de Física*, vol. 43, no. 3 , 2011.
- [34 Concejo superior de investigaciones científicas. (2011) Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (ICMM). [Online]. <http://www.icmm.csic.es/divulgacion/posters/TEC-Microscopia%20Electronica%20de%20Barrido.pdf>
- [35 Unidad Iztapalapa Laboratorio De Microscopia Electronica. (2012) Universidad Autónoma Metropolitana (UAM-I). [Online]. <http://microscopiaelectronicauami.com/sites/default/files/apuntes/uami.pdf>
- [36 INTERCOVAMEX S.A de C.V. (2013, May) Correo electronico.

- ]
- [37 Elpais.com.co. (2011, Dec.) ELPAIS.COM.CO. [Online].  
] <http://www.elpais.com.co/elpais/valle/noticias/zona-franca-del-pacifico-inundo-tras-rompimiento-dique-del-rio-cauca>
- [38 Universidad del valle-Colombia. (2012, Octubre) Laboratorio De Películas Delgadas.  
] [Online]. <http://calima.univalle.edu.co/spa/index.html>
- [39 Centro Astinsena. (2012, Octubre) Centro nacional de asistencia técnica a la industria  
] regional Valle-Colombia. [Online].  
<http://centroastinsena.blogspot.com/search/label/Laboratorios>
- [40 ISA, *ANSI/ISA-S88.01-1995*. Estados Unidos, 2006.  
]
- [41 The International Society of Automation, “*Batch Control Part 1: Models and Terminology*”. United States of America, July, 2006.  
]
- [42 J. Flórez, ““Ingeniería Conceptual”,” Universidad del Cauca, Popayán Colombia,  
] apuntes del curso de Instrumentación Industrial 2009.
- [43 The International Society of Automation (ISA). (2013) The International Society of  
] Automation (ISA). [Online]. <http://www.isa.org>.
- [44 Inc Rockwell Automation. (2013) Rockwell Automation Worldwide. [Online].  
] <http://www.ab.com/en/epub/catalogs/12762/2181376/1239781/2147816/print.html>
- [45 Invensys Eurotherm. (2007, Octubre) Installation And Operation Handbook Models  
] 2408 And 2404 Pid Controllers. [Online]. <http://www.eurotherm.es/es-es/>
- [46 Montes de Oca J.A et al., Preparacion de Peliculas Delgadas del Sistema Ti-Al-O  
] Mediante RF-Sputtering, 2010.
- [47 R. Behrisch, *Sputtering by Particle bombardment*. Berlin: Springer, 1981.  
]
- [48 Idealvac. (2013, Diciembre) Idel vacuum products. [Online].  
] [http://www.idealvac.com/files/manualsII/Alcatel\\_2008A\\_Users\\_Instruction\\_Manual.pdf](http://www.idealvac.com/files/manualsII/Alcatel_2008A_Users_Instruction_Manual.pdf)
- [49 Agilent. (2000/2013, Diciembre) Agilent technologies. [Online].  
] <http://www.chem.agilent.com/en-US/products-services/Instruments-Systems/Vacuum-Technologies/High-Vacuum-Pumps/Turbo-V-81-M/Pages/default.aspx>
- [50 El nuevo liberal, "Avances en investigacion," *Avances en investigacion*, vol. Martes 17  
] de diciembre 2013, p. 2, diciembre 2013.