



UNIVERSIDAD DE CHILE  
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS  
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA,  
BIOTECNOLOGÍA Y MATERIALES

# DISEÑO Y FABRICACIÓN DE CÁMARA PARA MEDIR RESISTENCIA EN MATERIALES SENSORES DE GAS

TESIS PARA OPTAR AL GRADO DE MAGÍSTER EN  
CIENCIAS DE LA INGENIERÍA, MENCIÓN QUÍMICA

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERA CIVIL  
QUÍMICA

XIMENA ALEJANDRA VILLA BENAVIDES

PROFESOR GUÍA:  
RODRIGO ESPINOZA GONZÁLEZ

PROFESOR CO-GUÍA:  
FRANCISCO GRACIA CAROCA

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:  
DARIO ZAMBRANO MERA  
MARCOS FLORES CARRASCO

Este trabajo ha sido parcialmente financiado por Proyecto ANILLO ACT210059 y  
Fondecyt 1191779, 1231474.

SANTIAGO DE CHILE  
2023

**RESUMEN DE LA TESIS PARA OPTAR AL GRADO DE:**  
Magíster en Ciencias de la Ingeniería, mención Química  
**RESUMEN DE LA MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE:**  
Ingeniera Civil Química  
**POR:** Ximena Alejandra Villa Benavides  
**FECHA:** 2023  
**PROFESOR GUÍA:** Rodrigo Espinoza González

## **DISEÑO Y FABRICACIÓN DE CÁMARA PARA MEDIR RESISTENCIA EN MATERIALES SENSORES DE GAS**

La preocupación por el impacto ambiental y los riesgos para la salud debido a emisiones de gases ha impulsado el interés en detectar y controlar sustancias químicas nocivas. A pesar de los avances tecnológicos que han permitido sistemas más pequeños e integrados, existe una necesidad de sensores aún más compactos y eficientes para operar en condiciones adversas y detectar una amplia gama de especies químicas. Los sensores de gas desempeñan un papel crucial en diversas industrias al permitir la medición precisa de la presencia y concentración de gases específicos. Funcionan midiendo cambios en propiedades o estados del analito a través de interacciones químicas o físicas, lo que genera una señal que se convierte y procesa en forma de datos.

Los sensores de óxidos metálicos semiconductores (*SMOX*) operan según el principio quimioresistivo, donde la interacción con gases provoca cambios en la resistencia del semiconductor. En este ámbito, el propósito de esta tesis es diseñar una cámara que permita el análisis de películas nanométricas de óxidos semiconductores, como el dióxido de estaño ( $\text{SnO}_2$ ), que actúan como sensores. Esto implica la simulación y fabricación de la cámara y el sensor, compuesto por electrodos interdigitalizados y un calefactor separado por un material dieléctrico.

Para el diseño de la cámara se realizaron simulaciones utilizando el software *COMSOL Multiphysics*®, considerando perfiles de flujo y variables de velocidad y presión. Se determinó que la configuración óptima incluye un sector de prueba con una longitud de 10 [cm] y 21 perforaciones en el corte transversal que conecta la entrada de gases con el sector de medición. También se verificó la viabilidad de realizar mediciones simultáneas con 3 sensores.

La fabricación y montaje del sensor se llevó a cabo en cuatro macroetapas: preparación del sustrato, realización de moldes, desarrollo de recubrimientos y montaje del sistema. Cada una de estas etapas implicó una serie de pasos intermedios, con especial énfasis en la implementación de la técnica de litografía óptica y pulverización catódica. También cabe resaltar la importancia del proceso de recocido previo en los sustratos de alúmina utilizados, ya que garantiza condiciones de rugosidad relevantes para la calidad de los sensores y los resultados de las mediciones subsiguientes.

Se concluye que el trabajo realizado sienta las bases para el desarrollo y prueba de la cámara para medir la resistividad en materiales sensores de gas. Se ofrecen pautas y técnicas reproducibles para la fabricación de sensores y se aporta conocimiento esencial sobre el comportamiento fluidodinámico en el sistema de medición y su influencia en las mediciones de los sensores. Este aporte es valioso para el campo de la detección de gases y la caracterización de materiales sensores.

*“El camino del progreso no es ni rápido, ni fácil”*  
*-Marie Curie*

*A mis padres, por ayudarme a lograrlo y a mí, por no rendirme.*

# Agradecimientos

Al concluir esta etapa importante de mi vida me gustaría extender un profundo agradecimiento a quienes fueron apoyo y fortaleza en este camino que hoy culmina.

En primer lugar, a mis papás, Ximena y Jorge, por apoyarme en cada decisión y proyecto, por ser mi pilar y ayuda cada vez que los necesité. Sin su incondicional apoyo, nada de esto habría sido posible, y este logro, sin duda alguna, también les pertenece a ustedes. Gracias por motivarme constantemente a alcanzar mis sueños y guiar todos mis pasos.

A mis hermanos, Javi y Jorgi, porque a pesar de las rabias, me hacen la vida más bonita y acogedora, sus abrazos, apoyo y compañía me hacen infinitamente feliz.

A toda mi familia que de alguna u otra forma estuvo presente alentándome.

A mi guía de tesis Rodrigo por su ayuda, dedicación y comprensión. A Dario y Macka B., cuyo apoyo, disposición y capacitación fue fundamental en el desarrollo de esta tesis. A mi comisión evaluadora por sus comentarios, aprendizajes y aportes constructivos. Al equipo del LabMAM, especialmente Amanda, por los trabajos y catarsis juntas. A Josef Helmlinger, por aceptar el desafío de fabricar una pieza fundamental en esta tesis. Y al laboratorio de nanoestructuras y semiconductores de Brasil (LINSE) por su aporte realizando pruebas de mis dispositivos.

Pato y Arturo, por las eternas noches de estudio en plan común, que sin ellas no sobrevivíamos los primeros años.

Belén y Macka G. porque con amigas como ustedes sé que todo saldrá bien, gracias por siempre estar y ser capaces de decirme cuando cometo errores para mejorar.

A mis amigos del DIQBM, por siempre darse un tiempito para ayudar, conversar y pasarlo bien. Gracias a Cárdenas por ayudarme con el mundo de *COMSOL*.

A mis amigos de la vida y mi extensión familiar, por estar siempre ahí para mí, alentándome y teniéndome más fe de la que yo siempre me tuve.

Finalmente, gracias a Pancho, por llegar a mi vida y ser mi compañero en este camino de aprendizaje. Por la confianza que siempre me tienes, por motivarme, ser un apoyo incondicional y la alegría que necesito cada día.

Y un agradecimiento especial a quienes no alcanzaron a presenciar este acontecimiento en este plano terrenal, a mi Ela, mi Tati y mi Gabri, por celebrarme y alegrarse con cada uno de mis logros. Un besito al cielo, llevo un pedacito de ustedes en mi corazón.

El éxito se disfruta con quienes te ayudan a construirlo, gracias.

# Tabla de Contenido

Capítulo 1: Introducción .....	1
1.1    Objetivos y organización del escrito.....	2
1.1.2    Objetivo general .....	2
1.1.3    Objetivos específicos (OE) .....	2
1.1.4    Organización del documento.....	3
Capítulo 2: Sensores de gas .....	4
2.1    Contaminación atmosférica e importancia de sensores .....	4
2.2    Sensores de gas .....	5
2.2.2    Requisitos de un sensor.....	7
2.3    Sensores químicos.....	8
2.4    Sensores químicos basados en semiconductores de óxido metálico (SMOX) .....	9
2.4.2    Mecanismo de interacción del sensor con la fase gaseosa.....	10
2.5    Dióxido de estaño ( $\text{SnO}_2$ ) .....	12
2.5.2    Mecanismo de detección en dióxido de estaño .....	13
2.5.3 $\text{SnO}_2$ y oxígeno ( $\text{O}_2$ ) – ambiente oxidante .....	15
2.5.4 $\text{SnO}_2$ y monóxido de carbono ( $\text{CO}$ ) – ambiente reductor .....	18
Capítulo 3: Diseño de sistema de medición.....	20
3.1    Dinámica de fluidos computacional .....	20
3.1.2    Modelos de turbulencia .....	21
3.1.3    Modelos de turbulencia <i>RANS</i> .....	22
3.2    Metodología .....	23
3.2.2    Descripción física y supuestos generales .....	23
3.2.3    Ecuaciones, condiciones de borde y parámetros.....	26
3.2.4    Simulación en COMSOL Multphysics® .....	28
3.3    Resultados y Discusiones.....	29
3.3.2    Simulación de configuración inicial (Escenario 1) .....	30
3.3.3    Simulación Escenario 2.....	36
3.3.4    Simulación Escenario 3.....	38
3.3.5    Selección de cantidad de perforaciones en zona C .....	42

3.3.6	Simulación Escenario 4 .....	42
3.3.7	Simulación Escenario 5 .....	44
3.3.8	Selección de configuración definitiva .....	46
3.3.9	Determinación de cantidad de sensores para medida en simultáneo .....	48
<b>Capítulo 4: Fabricación del sistema de medición .....</b>		<b>51</b>
4.1	Componentes del sistema.....	51
4.1.2	Electrodos y Calefactor .....	51
4.1.3	Sistema de gases.....	56
4.1.4	Sistema computacional.....	56
4.2	Preparación del sustrato .....	56
4.2.2	Metodología .....	57
4.2.3	Resultados y discusión .....	58
4.3	Litografía óptica.....	63
4.3.2	Metodología .....	64
4.3.3	Resultados y discusión .....	68
4.4	Pulverización catódica .....	88
4.4.2	Capas delgadas .....	88
4.4.3	Técnica de pulverización catódica o <i>sputtering</i> .....	89
4.4.4	Metodología .....	90
4.4.5	Resultados y discusión .....	92
<b>Capítulo 5: Montaje del sistema de medición.....</b>		<b>101</b>
5.1	Sistema general .....	101
5.2	Red de gases.....	103
5.2.2	Calibración de flujómetro .....	103
5.3	Conexiones eléctricas y sistema computacional.....	104
5.3.1	Calibración de calefactores .....	104
5.3.2	Funciones previstas .....	107
5.4	Depósito de material sensor .....	108

Capítulo 6: Conclusiones .....	110
Nomenclatura .....	112
Bibliografía.....	115
Anexos.....	120
Anexo A : Diseño de sistema de medición .....	120
A.1. Ecuaciones aplicadas en simulación .....	120
A.2. Configuraciones simuladas .....	122
A.3. Variación de parámetros en distintos escenarios .....	123
A.4. Variación de parámetros en distintas posiciones de zona de interés.....	124
Anexo B : Tratamiento térmico de sustratos .....	125
Anexo C : Litografía Óptica .....	127
C.1. Protocolo de procedimiento.....	127
C.2. Determinación de tiempos de horneado de fotoresina .....	132
C.3. Determinación de tiempo de revelado.....	133
Anexo D : Pulverización catódica.....	134
D.1. Protocolo de procedimiento, magnetron sputtering .....	134
D.2. Determinación de tasa de depósito con fuente <i>DC</i> .....	138
Anexo E : Drop Casting .....	140

# Índice de Tablas

TABLA 1: MEDIDAS DE ZONAS A, B, E, F Y C. ....	26
TABLA 2: CONDICIONES DE CONTORNO PARA SIMULACIÓN. ....	27
TABLA 3: CONDICIONES DE FLUJO PARA SIMULACIÓN.....	27
TABLA 4: PROPIEDADES DEL AIRE A 25°C. ....	28
TABLA 5: NÚMEROS ADIMENSIONALES. ....	28
TABLA 6: RESUMEN DE VARIACIÓN DE PRESIÓN ( $\Delta P$ ) Y VELOCIDAD ( $\Delta v$ ) ENTRE LOS 16 Y 17 [CM] DEL SISTEMA, ESCENARIOS 3, 4 Y 5	46
TABLA 7: RESUMEN DE VARIACIÓN DE VELOCIDAD ( $\Delta v$ ) EN ZONA DE INTERÉS PARA POSICIONES B1, B2, C1 Y C2, ESCENARIO 3.....	50
TABLA 8: VELOCIDADES DE CALENTAMIENTO EN TRATAMIENTO TÉRMICO DE ALÚMINAS. ....	59
TABLA 9: RESULTADOS ANÁLISIS DE RUGOSIDAD DE SUPERFICIE DE BLANCO VS. MUESTRA TRATADA TÉRMICAMENTE. DESVIACIÓN ESTÁNDAR DE DISTRIBUCIÓN DE ALTURAS DE LA MUESTRA ( $S_q$ ).....	60
TABLA 10: RESULTADOS ANÁLISIS DE RUGOSIDAD DE SUPERFICIE DE BLANCO VS. MUESTRA TRATADA TÉRMICAMENTE. MEDIA ARITMÉTICA DE RUGOSIDAD DE LA MUESTRA ( $S_a$ ). ....	60
TABLA 11: PRUEBAS DE SPIN COATING PARA DIFERENTES VELOCIDADES EN LA MESETA INTERMEDIA. ....	69
TABLA 12: DESVIACIÓN ESTÁNDAR DE DISTRIBUCIÓN DE ALTURAS ( $S_q$ ) EN LAS SUPERFICIES ESTUDIADAS. ....	70
TABLA 13: INTERPOLACIÓN DE VALOR PARA SPIN COATING DE FOTORESINA.....	72
TABLA 14: RESULTADOS PRUEBA 1 CON HOTPLATE A 105°C.....	75
TABLA 15: MEDIDAS CALEFACTOR DISEÑADO EN AUTOCAD®.....	78
TABLA 16: MEDIDAS ELECTRODO DISEÑADO EN AUTOCAD®.....	79
TABLA 17: RESULTADOS OBTENIDOS DE ENSAYOS DE CONCENTRACIÓN DE REVELADOR A DISTINTAS CONCENTRACIONES.....	82
TABLA 18: PARÁMETROS REFERENCIALES PARA EVAPORACIÓN DE PLATINO CON FUENTE DC [62]. ....	93
TABLA 19: PARÁMETROS DE EVAPORACIÓN FUENTE DC POWER MAG TECHNOLOGIES.....	93
TABLA 20: PRUEBA DE TEMPERATURAS Y TIEMPO DE RECOCIDO.....	97
TABLA 21: PRUEBA DE TEMPERATURA DE RECOCIDO. ....	98
TABLA 22: PARÁMETROS DE EVAPORACIÓN FUENTE RF, KURT J. LESKER COMPANY.....	99
TABLA 23: TIEMPO DE RECOCIDO CON FUENTE RF. ....	99
TABLA 24: RESULTADOS OBTENIDOS DE CALEFACTOR SOMETIDO A PRUEBA EN LINSE DE BRASIL. ....	104
TABLA 25: RESULTADOS CALIBRACIÓN CALEFACTOR #DC10. ....	105
TABLA 26: RESULTADOS CALIBRACIÓN CALEFACTOR #DC13. ....	105
TABLA 27: RESULTADOS CALIBRACIÓN CALEFACTOR #RF2.....	106
TABLA 28: RESULTADOS CALIBRACIÓN CALEFACTOR #RF7.....	106

# Índice de Ilustraciones

ILUSTRACIÓN 1: PRINCIPIO FUNDAMENTAL DE UN SENSOR QUÍMICO. ADAPTADO DE [13].	5
ILUSTRACIÓN 2: MÉTODOS DE DETECCIÓN DE GASES. ADAPTADO DE [9].	6
ILUSTRACIÓN 3: ENERGÍAS DE FERMI, ENERGÍAS DE VACÍO Y FUNCIONES DE TRABAJO EN UN METAL, UN SEMICONDUCTOR Y UN AISLANTE. LA PRESENCIA Y EL TAMAÑO DE UN VACÍO ENTRE ESTADOS ELECTRÓNICOS EN LA ENERGÍA DE FERMI ( $E_F$ ) DETERMINA SI UN MATERIAL ES UN METAL, SEMICONDUCTOR O AISLANTE. $E_g$ , BRECHA DE BANDA; $\Phi$ , FUNCIÓN DE TRABAJO. ADAPTADO DE [18].	9
ILUSTRACIÓN 4: RANGO DE DETECCIÓN DE SENSORES DE GAS. ADAPTADO DE [22].	10
ILUSTRACIÓN 5: ESQUEMA EJEMPLO DE ADSORCIÓN FÍSICA (IZQUIERDA) Y ADSORCIÓN QUÍMICA (DERECHA).	11
ILUSTRACIÓN 6: RESPUESTA DINÁMICA DE UN SENSOR RESISTIVO A UN CAMBIO EN LA CONCENTRACIÓN DEL GAS OBJETIVO. ADAPTADO DE [22].	12
ILUSTRACIÓN 7: ESTRUCTURA DEL $\text{SnO}_2$ . ADAPTADO DE [13].	13
ILUSTRACIÓN 8: QUIMISORCIÓN DÉBIL DE UNA MOLÉCULA DE GAS SOBRE UN METAL (IZQUIERDA) E IONOSORCIÓN DE UNA MOLÉCULA DE GAS SOBRE UN SEMICONDUCTOR TIPO N (DERECHA). ADAPTADO DE [22].	14
ILUSTRACIÓN 9: MONTAJE DE REFERENCIA PARA MEDICIÓN DE RESISTIVIDAD.	15
ILUSTRACIÓN 10: NIVEL DE CONCENTRACIÓN DE ESPECIES SUPERFICIALES OBSERVADAS EN EL $\text{SnO}_2$ EN REACCIÓN CON $\text{O}_2$ A DISTINTAS TEMPERATURAS. ADAPTADO DE [22].	15
ILUSTRACIÓN 11: A) QUÍMICA SUPERFICIAL SIMPLIFICADA, EN NARANJA: REGIÓN NO AFECTADA DE LOS GRANOS Y EN AMARILLO: CAPA EMPOBRECIDA DE ELECTRONES, B) BARRERAS DE POTENCIAL QUE LIMITAN EL TRANSPORTE DE CARGA ENTRE GRANOS [22].	17
ILUSTRACIÓN 12: CAMBIOS EN LA RESISTENCIA ELÉCTRICA DE UN SENSOR $\text{SnO}_2$ OPERADO A $300^\circ\text{C}$ CON AUMENTO PROGRESIVO EN LA CONCENTRACIÓN DE OXÍGENO (100,300,500,1000,2000 Y 2500 PPM). ADAPTADO DE [21].	17
ILUSTRACIÓN 13: NIVEL DE CONCENTRACIÓN DE ESPECIES SUPERFICIALES OBSERVADAS EN EL $\text{SnO}_2$ EN REACCIÓN CON CO A DISTINTAS TEMPERATURAS. ADAPTADO DE [22].	18
ILUSTRACIÓN 14: A) QUÍMICA SUPERFICIAL SIMPLIFICADA, EN NARANJA: REGIÓN NO AFECTADA DE LOS GRANOS Y EN AMARILLO: CAPA EMPOBRECIDA DE ELECTRONES, B) BARRERAS DE POTENCIAL QUE DISMINUIDAS QUE LIMITAN EN MENOR CANTIDAD EL TRANSPORTE DE CARGA ENTRE GRANOS [22].	19
ILUSTRACIÓN 15: CAMBIOS DE RESISTENCIA ELÉCTRICA DE UN SENSOR DE $\text{SnO}_2$ OPERADO A $300^\circ\text{C}$ DURANTE LA EXPOSICIÓN A CUATRO PULSOS DE CO (10, 30, 70 Y 100 PPM). ADAPTADO DE [21].	19
ILUSTRACIÓN 16: CLASIFICACIÓN DE LOS DISTINTOS MODELOS DE TURBULENCIA EN FUNCIÓN DE SU COSTE COMPUTACIONAL. ADAPTADO DE [29].	21
ILUSTRACIÓN 17: SITUACIÓN FÍSICA A MODELAR: CÁMARA DE GAS.	24
ILUSTRACIÓN 18: UBICACIÓN Y TAMAÑO DE "SECTOR DE INTERÉS".	25
ILUSTRACIÓN 19: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ESCENARIO 1 TRIDIMENSIONAL, PAREDES EXTERNAS DEL SISTEMA.	31
ILUSTRACIÓN 20: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ESCENARIO 1 TRIDIMENSIONAL, CORTES TRANSVERSALES DEL SISTEMA.	31
ILUSTRACIÓN 21: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ESCENARIO 1 TRIDIMENSIONAL, CORTES LONGITUDINALES DEL SISTEMA.	31
ILUSTRACIÓN 22: LÍNEAS DE FLUJO Y MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ESCENARIO 1 TRIDIMENSIONAL, CORTE CENTRAL.	32
ILUSTRACIÓN 23: LÍNEAS DE FLUJO Y MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ESCENARIO 1, ZONA F EN EL CENTRO, TRIDIMENSIONAL, CORTE CENTRAL.	33
ILUSTRACIÓN 24: IDENTIFICACIÓN DE SECTORES LONGITUDINALES DE INTERÉS.	34
ILUSTRACIÓN 25: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ESCENARIO 1 BIDIMENSIONAL.	34
ILUSTRACIÓN 26: LÍNEAS DE FLUJO Y MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ZONA D, ESCENARIO 1 BIDIMENSIONAL.	34
ILUSTRACIÓN 27: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s] EN DIFERENTES POSICIONES, ESCENARIO 1 BIDIMENSIONAL.	35
ILUSTRACIÓN 28: PRESIÓN [PA], ESCENARIO 1 BIDIMENSIONAL.	35
ILUSTRACIÓN 29: MAGNITUD DE PRESIÓN [PA] EN DIFERENTES POSICIONES, ESCENARIO 1 BIDIMENSIONAL.	35
ILUSTRACIÓN 30: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ESCENARIO 2 BIDIMENSIONAL.	37
ILUSTRACIÓN 31: LÍNEAS DE FLUJO Y MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ZONA D, ESCENARIO 2 BIDIMENSIONAL.	37
ILUSTRACIÓN 32: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s] EN DIFERENTES POSICIONES, ESCENARIO 2 BIDIMENSIONAL.	37
ILUSTRACIÓN 33: PRESIÓN [PA], ESCENARIO 2 BIDIMENSIONAL.	38
ILUSTRACIÓN 34: MAGNITUD DE PRESIÓN [PA] EN DIFERENTES POSICIONES, ESCENARIO 2 BIDIMENSIONAL.	38

ILUSTRACIÓN 35: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ESCENARIO 3 BIDIMENSIONAL.....	39
ILUSTRACIÓN 36: LÍNEAS DE FLUJO Y MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ZONA D, ESCENARIO 3 BIDIMENSIONAL.....	39
ILUSTRACIÓN 37: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s] EN DIFERENTES POSICIONES, ESCENARIO 3 BIDIMENSIONAL.....	40
ILUSTRACIÓN 38: PRESIÓN [PA], ESCENARIO 3 BIDIMENSIONAL.....	40
ILUSTRACIÓN 39: MAGNITUD DE PRESIÓN [PA] EN DIFERENTES POSICIONES, ESCENARIO 3 BIDIMENSIONAL.....	40
ILUSTRACIÓN 40: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s] EN DIFERENTES POSICIONES, SECTOR DE INTERÉS, ESCENARIO 3 BIDIMENSIONAL.....	41
ILUSTRACIÓN 41: PRESIÓN [PA] EN DIFERENTES POSICIONES, SECTOR DE INTERÉS, ESCENARIO 3 BIDIMENSIONAL.....	42
ILUSTRACIÓN 42: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ESCENARIO 4 BIDIMENSIONAL.....	43
ILUSTRACIÓN 43: LÍNEAS DE FLUJO Y MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ZONA D, ESCENARIO 4 BIDIMENSIONAL.....	43
ILUSTRACIÓN 44: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s] EN DIFERENTES POSICIONES, SECTOR DE INTERÉS, ESCENARIO 4 BIDIMENSIONAL.....	43
ILUSTRACIÓN 45: PRESIÓN [PA] EN DIFERENTES POSICIONES, SECTOR DE INTERÉS, ESCENARIO 4 BIDIMENSIONAL.....	44
ILUSTRACIÓN 46: PRESIÓN [PA] EN DIFERENTES POSICIONES, SECTOR DE INTERÉS, ESCENARIO 4 BIDIMENSIONAL.....	44
ILUSTRACIÓN 47: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ESCENARIO 5 BIDIMENSIONAL.....	45
ILUSTRACIÓN 48: LÍNEAS DE FLUJO Y MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s], ZONA D, ESCENARIO 5 BIDIMENSIONAL.....	45
ILUSTRACIÓN 49: MAGNITUD DE VELOCIDAD [M/s] EN DIFERENTES POSICIONES, SECTOR DE INTERÉS, ESCENARIO 5 BIDIMENSIONAL.....	45
ILUSTRACIÓN 50: PRESIÓN [PA], ESCENARIO 5 BIDIMENSIONAL.....	46
ILUSTRACIÓN 51: PRESIÓN [PA] EN DIFERENTES POSICIONES, SECTOR DE INTERÉS, ESCENARIO 5 BIDIMENSIONAL.....	46
ILUSTRACIÓN 52: IDENTIFICACIÓN DE SECTORES LONGITUDINALES PARA COMPARACIÓN DE UBICACIÓN DE SENSORES.....	48
ILUSTRACIÓN 53: COMPARACIÓN DE VELOCIDADES ZONA ACTIVA SENSOR ENTRE UBICACIONES B1 Y B2.....	49
ILUSTRACIÓN 54: COMPARACIÓN DE VELOCIDADES ZONA CALEFACTORA SENSOR ENTRE UBICACIONES C1 Y C2.....	49
ILUSTRACIÓN 55: VISTA SUPERIOR DE ZONA C, PROPUESTA DE UBICACIÓN DE SENSORES.....	50
ILUSTRACIÓN 56: REPRESENTACIÓN GENERAL DE SENSOR RESISTIVO. ADAPTADO DE [8].....	51
ILUSTRACIÓN 57: PÉRDIDAS DE CALOR EN UN DISPOSITIVO DE MICROCALEFACCIÓN: CONDUCCIÓN, CONVECCIÓN Y RADIACIÓN [38].....	53
ILUSTRACIÓN 58: CONECTOR DE TARJETA TIPO RANURA UTILIZADO PARA CONTACTO ELÉCTRICO DE SENSORES. ADAPTADO DE [43].....	54
ILUSTRACIÓN 59: DIAGRAMA DE PROCESO DE FABRICACIÓN DE SENSOR.....	55
ILUSTRACIÓN 60: REPRESENTACIÓN DE RESULTADO FINAL ESPERADO PARA FABRICACIÓN DE SENSOR.....	55
ILUSTRACIÓN 61: DIMENSIONES SUSTRATO DE ALÚMINA.....	57
ILUSTRACIÓN 62: RESULTADOS WLI, ANALIZADO EN SOFTWARE MOUNTAINSLAB®. IMÁGENES 3D CORRESPONDIENTES A: A) SECTOR1, B) SECTOR 2 Y C) SECTOR 3.....	58
ILUSTRACIÓN 63: RESULTADOS WLI, ANALIZADO EN SOFTWARE MOUNTAINSLAB®. HISTOGRAMAS DE DATOS DE RUGOSIDAD CORRESPONDIENTES A: A) SECTOR1, B) SECTOR 2 Y C) SECTOR 3.....	58
ILUSTRACIÓN 64: RESULTADO DE TRATAMIENTO TÉRMICO EN MUESTRAS A DISTINTAS TEMPERATURAS A)700°C, B)800°C, C)900°C, D)1000°C, E)1100°C, F)1200°C. PARA CADA UNA EN EL SECTOR IZQUIERDO SE UBICA ALÚMINA SIN TRATAMIENTO (BLANCO) Y SECTOR DERECHO ALÚMINA TRATADA. REALIZADO MEDIANTE TÉCNICA WLI EN SOFTWARE MOUNTAINSLAB®.....	61
ILUSTRACIÓN 65: GRÁFICO RESUMEN DE DIFERENCIA PORCENTUAL EVALUADA EN VALORES ESTADÍSTICOS DE SUPERFICIE EN PRUEBAS DE TRATAMIENTO TÉRMICO.....	62
ILUSTRACIÓN 66: ESQUEMA DE PROCESO LITOGRAFICO.....	63
ILUSTRACIÓN 67: PLASMA CLEANING DE SUSTRATOS.....	64
ILUSTRACIÓN 68: PROCESO DE SPIN COATING O RECUBRIMIENTO POR ROTACIÓN, EN EL CUAL SE MUESTRAN LOS PROCESOS DE I) DEPÓSITO, II) Y III) CENTRIFUGADO Y IV) EVAPORACIÓN. ADAPTADO DE [52].....	65
ILUSTRACIÓN 69: MÉTODOS MÁS HABITUALES PARA LA EXPOSICIÓN DE CAPAS FOTORRESISTENTES, IZQUIERDA: PROYECCIÓN DIRECTA CON ALINEADOR DE MÁSCARA, CENTRO: EXPOSICIÓN ESCALONADA DE SUPERFICIES PARCIALES MEDIANTE ÓPTICA DE REDUCCIÓN, DERECHA: ESCRITURA DIRECTA POR LÁSER [55].....	66
ILUSTRACIÓN 70: PERFIL DEL REVELADO HÚMEDO: (A) BIEN AGITADO Y (B) NO AGITADO; LAS LONGITUDES DE LAS FLECHAS REPRESENTAN LAS VELOCIDADES DE REVELADO. ADAPTADO DE [50].....	68
ILUSTRACIÓN 71: PERFIL DE TIEMPOS Y VELOCIDADES UTILIZADO PARA RECUBRIMIENTO POR ROTACIÓN. ADAPTADO DE [57].....	69
ILUSTRACIÓN 72: PRUEBAS DE RECUBRIMIENTO POR CENTRIFUGACIÓN: A) 3500 RPM, B) 4000 RPM, C) 4500 RPM, D) 5000 RPM Y E) 5500 RPM.....	69
ILUSTRACIÓN 73: VISTA 3D DE TOPOGRAFÍA DE SUPERFICIE EN SUSTRATO CON FOTORESINA CENTRIFUGADA: A) 4500 [RPM] Y B) 5000 [RPM] MEDIANTE TÉCNICA WLI REALIZADO EN SOFTWARE MOUNTAINSLAB®.....	70
ILUSTRACIÓN 74: GRÁFICO DE ESPESORES DE PELÍCULA VS. VELOCIDAD DE CENTRIFUGADO. ADAPTADO DE [56].....	71

ILUSTRACIÓN 75: LÍNEA DE TENDENCIA E INTERPOLACIÓN DE VALORES PARA SPIN COATING CON RESINA S1811 G2. ....	72
ILUSTRACIÓN 76: RESULTADOS DE CÁMARA TÉRMICA SOBRE HOTPLATE.....	73
ILUSTRACIÓN 77: RESULTADOS DE CÁMARA TÉRMICA SOBRE HOTPLATE CON SUSTRATO RECUBIERTO EN FOTORESINA.....	74
ILUSTRACIÓN 78: MONTAJE PRUEBA DETERMINACIÓN DE TIEMPOS DE COCCIÓN. ....	74
ILUSTRACIÓN 79: FOTORESINA ADHERIDA AL SUSTRATO EN EL PROCESO DE REVELADO. ....	75
ILUSTRACIÓN 80: GRÁFICO DE TEMPERATURA VS. TIEMPO DE COCCIÓN SUAVE DE FOTORESINA, TRES PRUEBAS CON EL EQUIPO SETEADO A 39 [°C].....	76
ILUSTRACIÓN 81: FOTORESINA ADHERIDA AL SUSTRATO LUEGO DEL PROCESO DE REVELADO. ....	76
ILUSTRACIÓN 82: MUESTRAS SOMETIDAS A COCCIÓN SUAVE A CON HOTPLATE SETEADO A 39[°C] CON DIFERENTES TIEMPOS, A) 20[s]; B) 30[s]. ....	76
ILUSTRACIÓN 83: MEDIDAS DISEÑO DE CALEFACTOR REALIZADO EN AUTOCAD®. ....	77
ILUSTRACIÓN 84: FORMA DE EXPOSICIÓN DEL DISEÑO DE CALEFACTOR EN LITOGRAFÍA ÓPTICA CON ESCRITURA DIRECTA POR LÁSER.....	78
ILUSTRACIÓN 85: MEDIDAS DISEÑO DE ELECTRODO REALIZADO EN AUTOCAD®. ....	79
ILUSTRACIÓN 86: FORMA DE EXPOSICIÓN DEL DISEÑO DE ELECTRODO EN LITOGRAFÍA ÓPTICA CON ESCRITURA DIRECTA POR LÁSER. ....	80
ILUSTRACIÓN 87: PRUEBA DE EXPOSICIÓN CON DOSIS DE 150 [mJ/cm <sup>2</sup> ]. ....	80
ILUSTRACIÓN 88: RESULTADOS DE PRUEBA DE CONCENTRACIONES DE REVELADOR CON DISTINTAS MASAS DE C <sub>4</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>6</sub> : A) 3[g]; B) 5,49[g]; c) 6,4 [g]. ....	82
ILUSTRACIÓN 89: PRUEBA DE CONCENTRACIÓN DE REVELADOR CON 4,49 [g] DE C <sub>4</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>6</sub> . ....	83
ILUSTRACIÓN 90: PRUEBA DE PULVERIZADO DE SOLUCIÓN QUÍMICA SOBRE SUSTRATO, A) PULVERIZADO; B) RESULTADO FINAL.....	83
ILUSTRACIÓN 91: PROCESO DE REVELADO: A) INMERSIÓN EN SOLUCIÓN QUÍMICA; B) AGITACIÓN; C) RESULTADO FINAL.....	84
ILUSTRACIÓN 92: REFERENCIA DE SECTOR A ESTUDIAR EN MICROGRAFÍAS SEM. ....	85
ILUSTRACIÓN 93: SECTOR ANALIZADO INMERSO DURANTE 60[s] EN SOLUCIÓN REVELADORA: A) VISTA GENERAL, B) ENFOQUE DETALLADO DE LA ZONA DE INTERÉS. ....	85
ILUSTRACIÓN 94: ENFOQUE DETALLADO DE LA ZONA DE INTERÉS, INMERSA DURANTE 120 [s] EN SOLUCIÓN REVELADORA. ....	86
ILUSTRACIÓN 95: ENFOQUE DETALLADO DE LA ZONA DE INTERÉS, INMERSA DURANTE 180 [s] EN SOLUCIÓN REVELADORA. ....	87
ILUSTRACIÓN 96: SUSTRATO CON RESINA REVELADA DURANTE 4 MINUTOS (240 s).....	87
ILUSTRACIÓN 97: REPRESENTACIÓN DE SISTEMA RECUBRIMIENTO/INTERCARA/SUSTRATO. ....	88
ILUSTRACIÓN 98: ESQUEMA DE FUNCIONAMIENTO MAGNETRÓN SPUTTERING. ADAPTADO DE [61]. ....	89
ILUSTRACIÓN 99: ESPESOR DE RECUBRIMIENTO EN DEPÓSITO DURANTE 90 MIN. CON FUENTE DC. ....	94
ILUSTRACIÓN 100: ESPESOR DE RECUBRIMIENTO EVAPORACIÓN DURANTE 70 MIN. CON FUENTE DC.....	94
ILUSTRACIÓN 101: SECTOR SUPERIOR DE CALEFACTOR CORRESPONDIENTE A CIRCUITO DONDE SE DEFINE RESISTENCIA. ....	95
ILUSTRACIÓN 102: REPRESENTACIÓN PARA CÁLCULO DE ESPESOR DE RECUBRIMIENTO DESEADO. ....	96
ILUSTRACIÓN 103: CURVAS TCR DE LOS PTRS (PLATINUM THIN FILM RESISTANCE) FABRICADOS SOBRE AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> TRAS DIFERENTES TIEMPOS DE RECOCIDO A 400 °C, 600 °C, 800 °C. ADAPTADO DE [76]. ....	97
ILUSTRACIÓN 104: A) SUSTRATO CON RECUBRIMIENTO DE PLATINO POR TÉCNICA DE PULVERIZACIÓN CATÓDICA; B) SUSTRATO EXPUESTO A PROCESO DE LIFT-OFF.....	98
ILUSTRACIÓN 105: DIAGRAMA DE MONTAJE E INSTRUMENTACIÓN GENERAL. ....	102
ILUSTRACIÓN 106: CALIBRACIÓN DE FLUJÓMETRO DE AIRE SINTÉTICO. ....	104
ILUSTRACIÓN 107: EJEMPLO DE INTERFAZ PARA PROGRAMACIÓN DE TIEMPOS Y CONCENTRACIÓN DE GASES EN CICLOS, SOFTWARE DE CONTROL Y MEDIDA BASADO EN LABVIEW®. ADAPTADO DE [72]. ....	107
ILUSTRACIÓN 108: EJEMPLO DE INTERFAZ DE GRÁFICAS EN TIEMPO REAL DE MEDICIÓN DE RESISTENCIAS DE SENSORES QUE GENERA EL SOFTWARE DE CONTROL Y MEDIDA BASADO EN LABVIEW®. ADAPTADO DE [72]. ....	108
ILUSTRACIÓN 109: PROCESO DE DROP CASTING DE MATERIAL SENSOR [72]. ....	109

# Capítulo 1: Introducción

La creciente preocupación mundial por el deterioro del medio ambiente y los riesgos para la salud producto de las emisiones de diferentes gases de efecto invernadero a la atmósfera, han estimulado un progresivo interés en los medios de detección y control de sustancias químicas potencialmente tóxicas o nocivas para el medio ambiente. A fin de satisfacer estas demandas, se ha avanzado en el desarrollo tecnológico de sensores, cuya miniaturización ha permitido su integración en sistemas portátiles. No obstante, se requiere la creación de sensores de tamaño reducido cuyo consumo energético sea mínimo, capaces de operar de manera remota y en condiciones adversas, con el propósito de detectar una amplia gama de especies químicas en constante expansión [1].

Actualmente, los sensores de gas desempeñan un papel fundamental en un amplio rango de industrias al permitir la medición precisa de la presencia y concentración de gases específicos. Estos dispositivos son esenciales para la automatización y control de procesos, y tienen la capacidad de monitorear condiciones atmosféricas y emisiones de gases de efecto invernadero [1] [2].

Dada la diversa presencia de gases en los procesos industriales, es importante desarrollar detectores altamente sensibles. Su principal función radica en salvaguardar tanto a las personas como al medio ambiente. Esto se logra al detectar y responder rápidamente ante fugas de gas o al controlar los parámetros de los flujos liberados al entorno [3].

Entre las especies gaseosas de interés se consideran gases tóxicos, compuestos orgánicos volátiles, aromáticos y contaminantes atmosféricos, tales como el monóxido de carbono (CO), sulfuro de hidrógeno (H<sub>2</sub>S), óxido nitroso (NO<sub>x</sub>), dióxido de azufre (SO<sub>2</sub>), dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), ozono (O<sub>3</sub>) y gases orgánicos como metano (CH<sub>4</sub>), propano (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>), entre otros. Para la mayoría de estos gases se han establecido concentraciones críticas desde el punto de vista de la seguridad, salud y medio ambiente [3]. Dichos gases se consideran nocivos para la salud de los seres humanos y otros seres vivos, causando problemas medioambientales como la lluvia ácida, el efecto invernadero, la destrucción de la capa de ozono y efectos sobre la salud como el cáncer o enfermedades respiratorias [4].

En lo que respecta a los sensores como dispositivos, su principio de funcionamiento radica en la medición del cambio en una propiedad o estado del analito. Para llevar a cabo este proceso, se emplea un elemento sensor que interactúa de manera química o física con el analito y su entorno circundante. Esto da lugar a la generación o interrupción de una señal. Posteriormente, se recurre a un componente de transducción para convertir una medida física o química en un parámetro correlacionado, que luego puede ser procesado a través de microprocesadores y convertidores analógico-digitales para su presentación en forma de datos de salida [2].

Los sensores gaseosos de óxidos metálicos semiconductores (*SMOX*, por sus siglas en inglés), correspondientes a un tipo de sensor quimiorresistivo, basan su funcionamiento en la generación de una señal química, cuya estimulación permite realizar la medición de calidad o cantidad de analito en cuestión provocando el cambio de resistencia del material ante una adsorción gaseosa [2].

Estos materiales han atraído gran atención dado su bajo costo, la flexibilidad asociada a su producción, su compatibilidad con los sistemas electrónicos, la simplicidad de su uso y la capacidad

de detectar un gran número de gases tóxicos y volátiles en diferentes condiciones. En efecto, los semiconductores de óxido metálico como el óxido de estaño ( $\text{SnO}_2$ ), el óxido de tungsteno ( $\text{WO}_3$ ), el óxido de indio ( $\text{In}_2\text{O}_3$ ) y el óxido de zinc ( $\text{ZnO}$ ) han sido ampliamente empleados en aplicaciones comerciales [5].

De todos los materiales sensores examinados actualmente, el dióxido de estaño ( $\text{SnO}_2$ ) ha recibido atención científica y tecnológica durante muchos años, por lo que tiene parámetros y comportamientos bien establecidos y documentados [5], [13], [21], [22].

Dado lo expuesto, el propósito de esta tesis radica en diseñar y fabricar una cámara que habilite el análisis del comportamiento resistivo de películas nanométricas compuestas por *SMOX*, tales como el  $\text{SnO}_2$ , el cual funciona como elemento sensor. Para ello, se requiere la elaboración de un diseño, respaldado por simulaciones, seguido de la manufactura tanto de la cámara de prueba como del dispositivo sensor. Este último consta de una disposición de electrodos interdigitalizados donde se aloja el material sensible, ensamblado conjuntamente a un calefactor. Este calefactor se encuentra separado de la capa sensora y de los electrodos por un material dieléctrico. El diseño permite que las interacciones de detección de gases en la cámara se conviertan en señales eléctricas que serán posteriormente analizadas mediante un software específicamente desarrollado para el sistema. Todo lo anterior tiene como propósito facilitar la continuación de la investigación en sensores, lo cual es de suma relevancia.

## 1.1 Objetivos y organización del escrito

### 1.1.2 Objetivo general

El objetivo general de esta investigación es el diseño de sensores, lo que contempla electrodos interdigitalizados y calefactores, junto al montaje de una cámara que permite estudiar el comportamiento resistivo de nanopartículas de óxidos semiconductores, como el óxido de estaño.

### 1.1.3 Objetivos específicos (OE)

- OE1: Diseñar y simular el comportamiento fluidodinámico dentro de una cámara destinada a la cuantificación de la resistividad en materiales sensores de gas mediante el empleo del entorno de simulación del programa *COMSOL Multiphysics*®.
- OE2: Optimizar el diseño y la producción de electrodos y calefactores, utilizando técnicas avanzadas como la litografía óptica y pulverización catódica.
- OE3: Realizar el ensamblaje integral del sistema experimental, abarcando tanto el sensor principal como la implementación de las conexiones necesarias para el manejo de gases de prueba. Además de llevar a cabo la calibración de los calefactores manufacturados.

## 1.1.4 Organización del documento

El presente documento se divide en cinco secciones. El *Capítulo 2* aborda el contexto general de los sensores de gas, su relevancia y los criterios que deben cumplir. Además, se profundiza sobre los sensores químicos basados en semiconductores de óxidos metálicos (*SMOX*), detallando su principio de funcionamiento. También se dedica una subsección al dióxido de estaño ( $\text{SnO}_2$ ), utilizado como material sensor, con una exposición detallada de su mecanismo de detección frente a ambientes reductores y oxidantes, a modo de ejemplificar su funcionamiento y comportamiento eléctrico esperado.

En el *Capítulo 3* se establecen ecuaciones, supuestos y configuraciones geométricas específicas para simular el flujo de gas en operación dentro de la cámara. Se analizan sus ventajas y desventajas para determinar la disposición y ubicación óptima de los sensores, garantizando condiciones apropiadas para medir la resistividad.

El *Capítulo 4* comprende la descripción del sistema y una serie de técnicas para fabricar el sensor, destacando la litografía óptica y la pulverización catódica. Además, se incluyen caracterizaciones llevadas a cabo mediante microscopía electrónica de barrido (*SEM, por sus siglas en inglés*) e interferometría de luz blanca (*WLI, por sus siglas en inglés*) para determinar espesor y rugosidad de superficie según sea el caso.

Luego, el *Capítulo 5* aborda el ensamblaje definitivo de todos los componentes que forman las partes anteriores: sensores, sistema de gas, elementos computacionales, entre otros. Esto se complementa con calibraciones finales y esquemas explicativos del montaje.

Por último, el *Capítulo 6* proporciona conclusiones de las simulaciones, análisis y estudios realizados para el diseño, fabricación y optimización de la cámara de medición.

# Capítulo 2: Sensores de gas

## 2.1 Contaminación atmosférica e importancia de sensores

La alta tecnología y la industria avanzada de la actualidad han producido un extraordinario aumento del nivel de vida. Sin embargo, esto también ha ido acompañado de la contaminación y deterioro del entorno atmosférico natural, provocando una serie de graves problemas ambientales, por ejemplo, la liberación de diversos contaminantes químicos, procedentes de la industria, los automóviles y los hogares.

La contaminación ambiental puede clasificarse en tres categorías: atmosférica, del agua y del suelo. En particular, la contaminación atmosférica, junto con la contaminación del agua, pueden causar grandes desastres en un corto período de tiempo, ya que este tipo de contaminación puede difundirse rápidamente en grandes áreas [6].

Según la OMS, la contaminación atmosférica es un importante factor de riesgo de múltiples afecciones, como infecciones respiratorias, cardiopatías y cáncer de pulmón. Los efectos de la mala calidad del aire sobre la salud humana son de gran alcance, y las reacciones individuales a los contaminantes atmosféricos dependen del tipo de contaminante al que esté expuesta una persona, el grado de exposición, estado de salud, entre otros [7].

Entre las especies gaseosas que contribuyen a la contaminación se consideran gases tóxicos, compuestos orgánicos volátiles, aromáticos y contaminantes atmosféricos, tales como el monóxido de carbono (CO), sulfuro de hidrógeno (H<sub>2</sub>S), óxidos nitrosos (NO<sub>x</sub>), dióxido de azufre (SO<sub>2</sub>), dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), ozono (O<sub>3</sub>) y gases orgánicos como metano (CH<sub>4</sub>), propano (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>), entre otros. Para la mayoría de estos gases se han establecido concentraciones críticas desde el punto de vista de la seguridad, salud y medio ambiente [3].

Dichos gases además de considerarse nocivos para la salud de los seres humanos y otros seres vivos causan problemas medioambientales como la lluvia ácida, el efecto invernadero, la destrucción de la capa de ozono [4].

La creciente preocupación mundial por el deterioro del medio ambiente y los riesgos para la salud producto de las emisiones de diferentes gases a la atmósfera, han estimulado un progresivo interés en los medios de detección y control de sustancias químicas potencialmente tóxicas o nocivas para el medio ambiente [1]. Cuya finalidad radica en incrementar los efectos conducentes a obtener control de la polución y ahorro de energía [8], para lo cual, considerando que los instrumentos convencionales para este fin son lentos, caros y rara vez se utilizan en tiempo real sobre el terreno; se ha logrado el desarrollo tecnológico en miniaturización e integración de sistemas, sin embargo, se requieren sensores cada vez más sofisticados y capaces de funcionar en condiciones adversas, que permitan detectar una gama de especies químicas en rápido crecimiento [1].

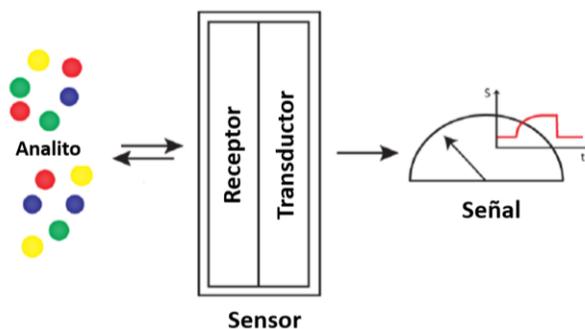
En la actualidad, los sensores de gas se utilizan para medir la presencia y/o concentración de un gas específico, por lo que resultan útiles en casi todas las industrias para la automatización y el control de procesos, siendo utilizado en sectores de producción, automóviles, biomedicina, aviación, agricultura, supervisión de calidad del aire, estudios medioambientales, entre otros [9], [2].

Adicionalmente, los avances tecnológicos han impulsado el desarrollo de ciudades inteligentes, definidas como “lugares donde los distintos agentes emplean la tecnología y los datos para tomar mejores decisiones y lograr una mejor calidad de vida” [10]. Esto permite la monitorización de condiciones atmosféricas, emisiones de gases de efecto invernadero y, de manera más amplia, el aumento de la eficiencia en diversos aspectos como el medio ambiente, la salud, la gestión gubernamental, entre otros [1], [2]. Uno de los componentes esenciales de una ciudad inteligente son los factores tecnológicos, que abarcan la infraestructura requerida para transmitir, procesar y recopilar información. En este contexto, resulta fundamental contar con una variedad de sensores, como cámaras, sensores de fuerza, de presión, fotoeléctricos, micrófonos, sensores de gas, entre otros [11].

Los sensores de gas permiten identificar la presencia y cantidad de diversos gases en el ambiente, por lo que, considerando que la mayoría de las industrias utilizan o liberan gases en sus procesos, es crucial desarrollar detectores de alta sensibilidad cuya función principal sea proteger a las personas y su entorno, detectando, identificando y monitoreando gases inflamables, tóxicos y de escape [3], [7]. Por lo tanto, a pesar de que los sensores de calidad del aire no abordan automáticamente las causas de la contaminación, si permiten identificar las fuentes y proporcionar la base para acciones futuras, jugando un rol fundamental en el desarrollo de tecnologías y aplicaciones digitales que podrían ofrecer a las ciudades información relevante [10].

## 2.2 Sensores de gas

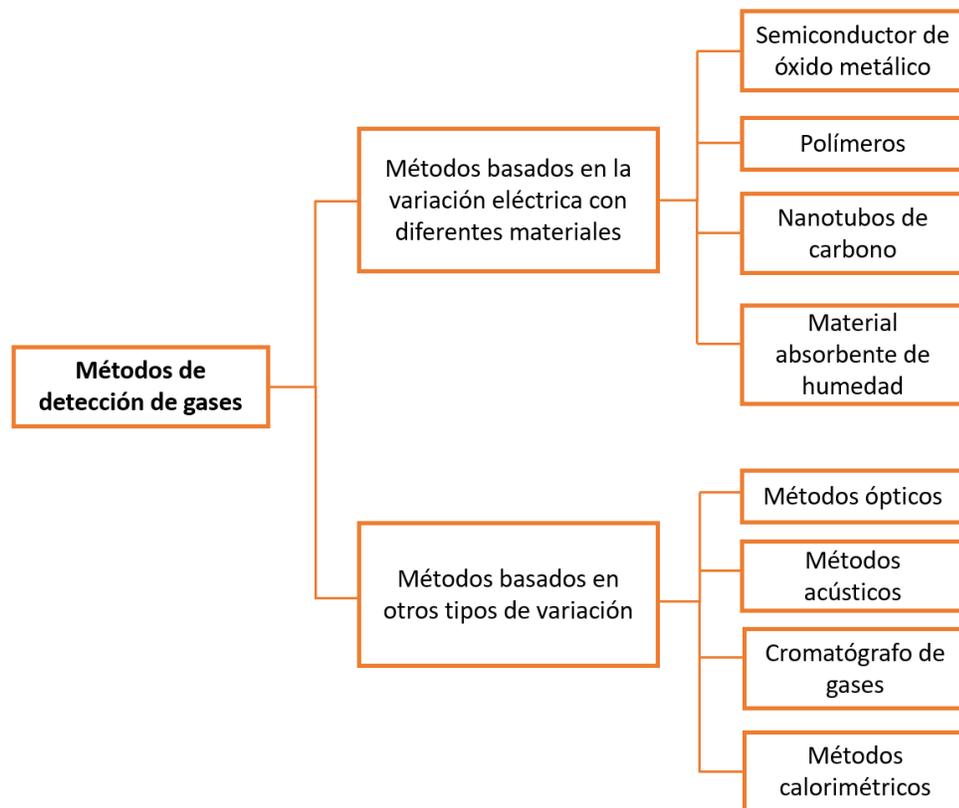
Un sensor es un dispositivo que recibe un estímulo y es capaz de convertir, de forma continua y reversible, un parámetro químico (concentración de una especie química) o físico (temperatura, presión, fuerza, etc.) en una señal, normalmente del tipo eléctrico u óptico [8], [12]. El principio de operación de un sensor es medir el cambio de una propiedad o el cambio de un estado del analito, para ello, se emplea un elemento sensor que interactúa química o físicamente con el analito y su atmósfera circundante, lo que provoca la interrupción o el inicio de una señal (receptor). A continuación, se utiliza un elemento de transducción para convertir una medida (física o química) en un parámetro relacionado que puede convertirse posteriormente mediante microprocesadores y convertidores análogo-digitales para mostrar los datos de salida [2], lo anterior se refleja en la *Ilustración 1*.



*Ilustración 1: Principio fundamental de un sensor químico. Adaptado de [13].*

Los esquemas de clasificación de los sensores van de lo más sencillo a lo más complejo, permitiendo que existan diversos criterios de clasificación, tales como:

- Necesidad de una fuente de energía externa, donde pueden ser de dos tipos: pasivos o activos. Un sensor pasivo no necesita ninguna fuente de energía adicional, genera directamente una señal eléctrica en respuesta a un estímulo externo. Por el contrario, los sensores activos, requieren una alimentación externa para su funcionamiento, lo que le permite cambiar sus propiedades en respuesta a un estímulo externo, las que posteriormente pueden convertirse en señales eléctricas de salida [12].
- Material del elemento sensor: pudiendo ser de origen inorgánico, orgánico, conductor, semiconductor, aislante, sustancias biológicas, entre otros.
- Fenómeno de conversión: físico, químico o biológico.
- Tipo de estímulo, donde las tecnologías de detección de gases suelen clasificarse en dos grupos: métodos basados en la variación de las propiedades eléctricas y basados en otro tipo de variación [9], tal como se muestra en la *Ilustración 2*.



*Ilustración 2: Métodos de detección de gases. Adaptado de [9].*

A su vez, existen diversos sensores con su propio principio de medición, tales como sensores electroquímicos, catarómetros, resistivos, piezoeléctricos, catalíticos, paramagnéticos, analizadores ópticos, infrarrojos (IR), de electrolito sólido, ultrasónicos, de fotoionización (PID), biosensores, entre otros [9], [8].

## 2.2.2 Requisitos de un sensor

Para poder utilizarse en la práctica, un sensor de gas debe cumplir muchos requisitos que dependerán de los fines, ubicaciones y condiciones de funcionamiento del dispositivo. Entre estos, los más importantes son los relacionados con el rendimiento de detección: sensibilidad, selectividad, velocidad de respuesta; y los relacionados con la fiabilidad: reproducibilidad y estabilidad. Los que, a su vez, se relacionan con los materiales sensores utilizados, por lo que la selección y el procesamiento de los materiales tienen una importancia clave en la investigación y el desarrollo de sensores de gas [14].

- **Requisitos relacionados al rendimiento de detección:**

- a. Sensibilidad, definida como capacidad de respuesta a una cantidad de sustancia adsorbida sobre el sensor, se refiere al nivel de concentración volumétrica de los gases objetivo que puede detectarse o el incremento más pequeño de concentración que puede detectarse en el entorno de detección [15], [8], [9].
- b. Selectividad, relacionada a la capacidad de identificar un gas específico de otras sustancias presentes en la mezcla de gases (interferencias) que sean capaces de reaccionar o adsorberse sobre el sensor de forma similar [8], [9].

Para la detección de un solo tipo de molécula, la selectividad ideal del sensor químico es infinita, ya que reacciona sólo ante la molécula de interés y la transduce en una señal eléctrica que no contiene ruido fundamental de interferencias ambientales. Sin embargo, incluso en aplicaciones relativamente "sencillas", como la detección de una sola molécula, no se suele disponer del sensor químico ideal. Por lo tanto, la selectividad suele adaptarse y ajustarse al analito o analitos de interés variando una amplia gama de parámetros, como dopantes, tamaños de grano, catalizadores, filtros externos, temperatura de funcionamiento y muchos otros factores [15].

- c. Tiempo de respuesta, correspondiente al periodo que transcurre desde que la concentración de gas alcanza un valor específico hasta que cuando el sensor genera una señal de alarma, lo que se relaciona directamente con la velocidad de adsorción o de reacción [8], [9]. El mejoramiento de este parámetro otorga la característica dinámica al sensor, siendo un factor decisivo para la monitorización en tiempo real [2].

- **Requisitos relacionados con la fiabilidad:**

- a. Reproducibilidad, especifica la habilidad del sensor para obtener siempre la misma respuesta o lectura en aplicaciones repetidas cuando se opera en las mismas condiciones de detección. La reproducibilidad es sinónimo de precisión, es decir, a mayor repetibilidad menor dispersión de los valores de salida para un valor de la señal de entrada del proceso y, por lo tanto, mayor precisión [8].

- b. Estabilidad, se refiere a la capacidad del sensor para realizar su función sin sufrir ningún cambio ante una serie de condiciones ambientales, en un intervalo de temperaturas y en un tramo de tiempo determinado en presencia de diversas variaciones [15], [8]. Sin esta propiedad resulta imposible obtener lecturas fiables [16].

Adicionalmente, existen otros factores que juegan un papel importante al momento de elegir un sensor, tales como su consumo de energía, coste de fabricación, tamaño, peso, entre otros.

La tecnología de detección ha sido ampliamente investigada, sin embargo, su estudio sigue siendo contingente debido a las variadas aplicaciones y desafíos que enfrenta, como la exposición a diferentes condiciones adversas, tales como ambientes corrosivos, húmedos o altas temperaturas [9].

## 2.3 Sensores químicos

Dentro de las clasificaciones mencionadas, se encuentran los sensores químicos, definidos por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (*IUPAC, por sus siglas en inglés*) como "*un dispositivo que transforma la información química (...) en señales analíticamente útiles*" [17]. Al ser dispositivos que responden a estímulos producidos por diversas sustancias o reacciones químicas, suelen emplearse para la identificación y cuantificación de especies químicas. En consecuencia, la selectividad y sensibilidad son las características más significativas en estos sensores, permitiendo identificar la especie a analizar cuando se encuentra presente en una mezcla gaseosa.

Adicionalmente, los sensores químicos presentan grandes ventajas en contraposición con las técnicas analíticas convencionales utilizadas tradicionalmente, como espectrómetros, cromatógrafos, resonancia magnética nuclear, rayos X e infrarrojos; que precisan instrumentación compleja, son equipos costosos, de gran tamaño y requieren de personal calificado. Por lo que se ha fomentado el desarrollo de sistemas de medición miniaturizados, de bajo coste, con simplicidad de funcionamiento y posibilidad de medir en continuo e "in situ". En consecuencia, el desarrollo de sensores químicos es una necesidad esencial para los sistemas inteligentes, siendo dispositivos que representan un área de alta tecnología en la moderna ciencia aplicada [8], [12].

El principio general en que se basan los sensores químicos para gases es la interacción química de las especies de interés con el material activo (sensor), resultando en un cambio de algún parámetro físico tal como corriente eléctrica, resistividad, potencial, conductividad, masa, temperatura, entre otros. Por la medida de la variación de algunos de estos parámetros físicos puede determinarse la concentración de las especies químicas [8].

El proceso de funcionamiento de los sensores químicos consta principalmente de dos partes: reconocimiento, basado en la selectividad detectora del sensor a una especie química particular; y amplificación, referido al incremento de la señal a un cierto nivel para poder ser utilizada por la electrónica del tratamiento [8].

Existen diversos métodos de transducción, entre ellos los que miden propiedades electroquímicas, algunos basados en absorción o emisión de radiación óptica u otras longitudes de onda electromagnéticas, eléctricos, magnéticos, termométricos, entre otros [12], [17].

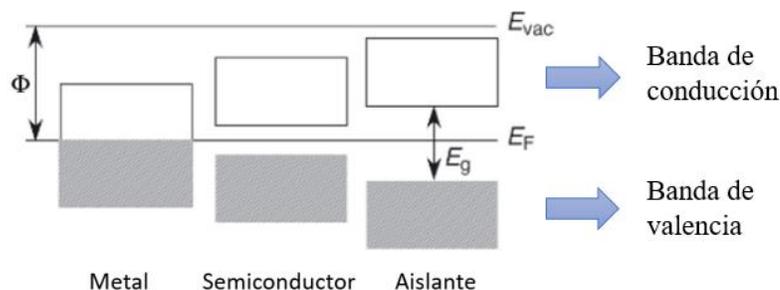
En lo que respecta a los sensores eléctricos, atinentes al presente documento, han tomado mayor importancia en los últimos años debido a su alta sensibilidad y fiabilidad, su pequeño tamaño y robustez. El principio de funcionamiento se basa en medir directamente las propiedades eléctricas de un analito o el efecto del analito en las propiedades eléctricas de otro material, transformando las señales producidas por la interacción de este.

En este caso son de especial interés los sensores que miden cambios de resistencia en los materiales, llamados quimioresistivos, la detección puede ser una interacción reversible, además de ser dispositivos cuya electrónica de apoyo suele tener un diseño sencillo y los productos resultantes pueden utilizarse a menudo en aplicaciones complejas [12], [16].

## 2.4 Sensores químicos basados en semiconductores de óxido metálico (SMOX)

Para introducir el concepto de *SMOX*, es importante mencionar la diferencia entre los materiales metales, semiconductores y aislantes, considerando que sus bandas electrónicas determinan las propiedades eléctricas y ópticas del material [18].

En un metal, la banda de valencia y la banda de conducción se solapan, por lo que no hay brecha energética entre éstas ( $E_g$ ) y la banda de conducción no está totalmente ocupada. La energía del estado electrónico de mayor ocupación (a 0 K) se conoce como energía de Fermi ( $E_F$ ), todos los estados por debajo del nivel de Fermi están ocupados y todos los estados por encima de él están vacíos. La energía de vacío ( $E_{vac}$ ) se define como la diferencia de energía de un material y un electrón a separación infinita y la diferencia entre  $E_{vac}$  y  $E_F$  se conoce como función de trabajo ( $\phi$ ). Para los semiconductores la brecha energética es lo suficientemente pequeña para que los electrones puedan saltarla bajo algún tipo de excitación y en el caso de los aislantes ideales, la brecha energética representa una brecha prohibida donde no existe ningún tipo de contacto entre la banda de valencia y la de conducción [18]. Lo anteriormente mencionado se puede apreciar en la *Ilustración 3*.



*Ilustración 3: Energías de Fermi, energías de vacío y funciones de trabajo en un metal, un semiconductor y un aislante. La presencia y el tamaño de un vacío entre estados electrónicos en la energía de Fermi ( $E_F$ ) determina si un material es un metal, semiconductor o aislante.  $E_g$ , brecha de banda;  $\phi$ , función de trabajo. Adaptado de [18].*

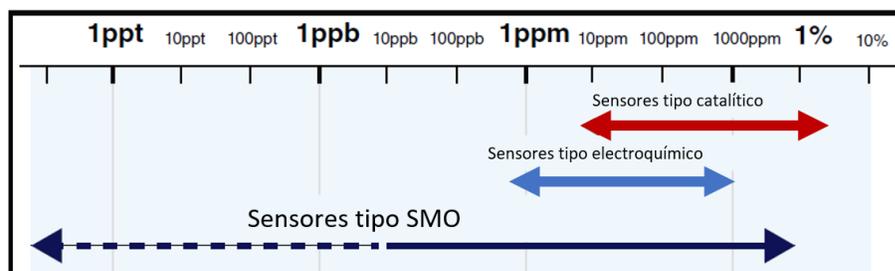
Un sensor de gas semiconductor utiliza un material semiconductor como receptor y/o transductor, los cuales se clasifican en dos grupos: los de óxido y los de no óxido. Estos últimos no pueden funcionar como receptores porque están recubiertos de una capa aislante protectora, pero pueden

proporcionar un transductor. En cambio, los semiconductores de óxido pueden funcionar a la vez como receptores y transductores (generalmente en forma de resistencias) gracias a su estabilidad química y física en entornos hostiles y/o a temperaturas elevadas [19].

Es por esto, que los semiconductores de óxido metálico (*SMOX*) destacan por sus propiedades de transporte de carga electrónica en comparación con los semiconductores covalentes convencionales [20].

Adicionalmente los recientes avances en la miniaturización de los sensores han reducido drásticamente el tamaño, los costes de producción y el consumo de energía, por lo que podrían integrarse en dispositivos móviles y en aplicaciones a gran escala [13].

El éxito de este tipo de dispositivos se basa en su relación calidad-precio, buen rendimiento, permiten una fácil utilización, cuentan con gran estabilidad y son fáciles de integrar en matrices para tareas analíticas más ambiciosas [21]. Además, este tipo de dispositivo cuenta con alta sensibilidad en comparación con otros sensores de gas, como los electroquímicos o catalíticos, presentando un amplio rango de detección incluso a bajas concentraciones, tal como se puede observar en la *Ilustración 4* [22].



*Ilustración 4: Rango de detección de sensores de gas. Adaptado de [22].*

Este rango se debe al amplio rango de brecha energética con la que cuentan estos materiales, lo que les permite exhibir un mejor desempeño, producto de su gran espectro de propiedades electrónicas (desde aislante a semiconductor) [22].

## 2.4.2 Mecanismo de interacción del sensor con la fase gaseosa

La interacción de la fase gaseosa con la superficie del sensor es uno de los procesos fundamentales para comprender el funcionamiento de los dispositivos basados en *SMOX*. Este proceso está fuertemente relacionado con la formación de adsorbatos, sus reacciones y su efecto sobre la superficie del *SMOX*. En general, las moléculas pueden adsorberse en una superficie de dos formas como se muestra en la *Ilustración 5*:

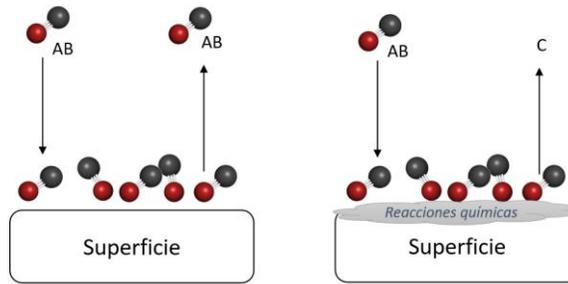


Ilustración 5: Esquema ejemplo de adsorción física (izquierda) y adsorción química (derecha).

- Adsorción física o fisisorción, producida cuando el adsorbato y la superficie del adsorbente interactúan sólo por medio de fuerzas de Van der Waals. El aumento de temperatura disminuye considerablemente este tipo de adsorción [23].
- Adsorción química o quimisorción, causada cuando las moléculas adsorbidas reaccionan químicamente con la superficie, en este caso se forman y rompen enlaces. Este tipo de adsorción no va más allá de una monocapa en la superficie [23]. Si una especie quimisorbida forma especies cargadas separadas, el proceso se denomina ionosorción [13].

Cabe destacar, que por lo general se considera que las características intrínsecas del material permanecen constantes y cualquier influencia de la superficie no se extiende a todo el material, por lo que se puede suponer que hay dos zonas claramente separadas: una capa de carga espacial en la superficie y, el grueso que no se ve afectado por la exposición al gas [21].

El sensor quimioresistivo *SMOX* para gases, se basa en la reacción establecida entre el semiconductor y los gases presentes en la atmósfera. Estos últimos a través de la transferencia de carga asociada a las reacciones químicas superficiales, las que se basan en procesos redox reversibles de los componentes gaseosos del analito, producen una modulación en la conductividad del semiconductor, es decir, determinan el efecto medido por medio de un cambio de resistencia [8], [17], [21].

A partir de esto, es necesario evaluar dos aspectos: la reacción superficial que tiene lugar entre el material y los gases (denominada "función receptora") y la transducción de ésta en los cambios correspondientes en la resistencia eléctrica del sensor.

La lectura en este tipo de sensores, suele ser la resistencia de la capa sensible ( $R$ ) y la señal del sensor en estado estacionario ( $S$ ), definido por la diferencia ( $S_1$ ), relación ( $S_2$ ) o una combinación de ambas ( $S_3$ ) de la lectura del sensor en una condición de referencia ( $R_0$ ), por ejemplo, ausencia del analito, y la presencia de una determinada concentración de analito ( $R_{gas}$ ), representadas por la *Ecuación 1*, *Ecuación 2* y *Ecuación 3* [13], [21].

$$S_1 = \Delta R = R_0 - R_{gas} \quad \text{Ecuación 1}$$

$$S_2 = \frac{R_0}{R_{gas}} \quad \text{Ecuación 2}$$

$$S_3 = \frac{\Delta R}{R_0} = \frac{S_1}{R_0} = S_2 - 1$$

Ecuación 3

Para comprender gráficamente el comportamiento de estos sensores, es necesario tener en cuenta los conceptos: tiempo de respuesta, definido en la *Sección 2.2.2*, correspondiente a lo que tarda un sensor en responder desde la concentración cero o línea base hasta un cambio brusco en la concentración del gas objetivo; y tiempo de recuperación, referido a lo que tarda un sensor cuando se expone a una transición de gas objetivo a la línea base [22].

En la *Ilustración 6* es posible observar el aumento de la resistencia a medida que se aplican pulsos controlados del gas analito durante un tiempo determinado, adicionalmente se puede determinar el tiempo de respuesta del sensor ante la presencia del gas junto al tiempo de recuperación una vez que el pulso es retirado. Cabe mencionar que la resistencia puede verse aumentada o disminuida dependiendo del gas al cual esté expuesto el material sensor.

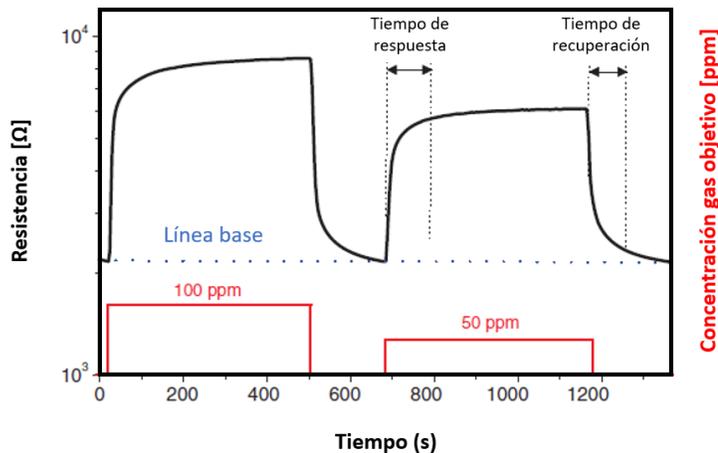


Ilustración 6: Respuesta dinámica de un sensor resistivo a un cambio en la concentración del gas objetivo. Adaptado de [22].

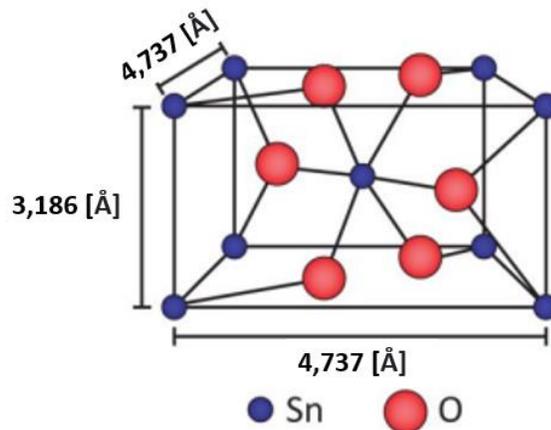
La transducción de los cambios en la superficie del *SMOX* se basa en cambios de las propiedades electrónicas del *SMOX* o de su superficie, que influyen en el transporte de carga dentro de la capa de detección y, por tanto, en la resistencia global medida. En un sensor de gas resistivo típico basado en *SMOX*, que consiste en una capa porosa del material depositada sobre un sustrato aislante con electrodos (de medición) en la parte delantera y un calentador en la parte trasera (véase más adelante en la *Sección 4.1.2*). La resistencia medida es la suma de las resistencias de las interfaces grano-moléculas interiores, grano-electrodo y grano-grano, siendo esta última el factor limitante [13].

## 2.5 Dióxido de estaño (SnO<sub>2</sub>)

Actualmente, los semiconductores de mayor relevancia en la detección de gases son los óxidos metálicos (*SMOX*), tales como el óxido de estaño (SnO<sub>2</sub>), el óxido de zinc (ZnO) y el dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>). En este estudio, se presenta el SnO<sub>2</sub> como sensor semiconductor, debido a su nota-

ble estabilidad, lo que a su vez permite reproducibilidad de los resultados obtenidos [8]. Además de ser uno de los *SMOX* más ampliamente estudiado y utilizado para sensores de gas [13], [21], por lo que se expone su comportamiento para futuros estudios con el material.

El dióxido de estaño cristaliza en la estructura tetragonal del rutilo, cuyas medidas y forma se exponen en la *Ilustración 7*. Corresponde a un semiconductor de banda ancha con un comportamiento de tipo intrínseco causado por estados electrónicos donantes relacionados con vacantes de oxígeno. La banda de valencia y la de conducción están separadas por una brecha de energía directa de 3,6 eV [13].



*Ilustración 7: Estructura del SnO<sub>2</sub>. Adaptado de [13].*

Cabe destacar que tanto las propiedades físicas como químicas del SnO<sub>2</sub> dependerán principalmente de la forma de preparación, lo que influirá directamente en la calidad de la detección de gas a realizar [8].

## 2.5.2 Mecanismo de detección en dióxido de estaño

El proceso de detección para sensores de gas del tipo *SMOX* es muy complejo e intervienen diversos elementos: incluye reacciones superficiales, sus correspondientes transferencias de carga y la posterior traducción en variaciones de la resistencia del sensor [21]. Además, es importante tener en cuenta que los *SMOX* presentan interacciones únicas con algunos tipos de gases, lo que da lugar a la ionosorción de éstos [24].

A continuación, se presenta un diagrama de la quimisorción de una molécula de gas sobre un metal (*Ilustración 8 a*) e ionosorción de una molécula de gas sobre un semiconductor como el SnO<sub>2</sub> (*Ilustración 8 b*).

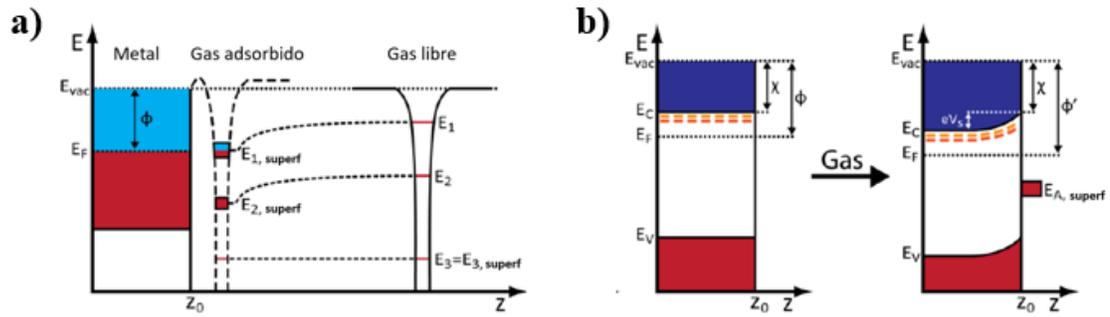


Ilustración 8: Quimisorción débil de una molécula de gas sobre un metal (izquierda) e ionosorción de una molécula de gas sobre un semiconductor tipo n (derecha). Adaptado de [22].

A medida que una molécula de gas se aproxima a la superficie, los estados electrónicos inicialmente estrechos se ensanchan y disminuyen en energía por interacción con los estados electrónicos del sólido ( $E_1$  y  $E_2$  en la *Ilustración 8 a*). Sin embargo, si no existe la banda energética correspondiente en el sólido, los estados electrónicos de la molécula de gas no cambian ( $E_3$  en la *Ilustración 8 a*). La ocupación de los orbitales adsorbidos depende de su posición con respecto al nivel de Fermi del sólido, es decir, los orbitales adsorbidos están llenos, parcialmente llenos o no llenos (véase la *Ilustración 8 a*). Estos nuevos estados electrónicos superficiales actúan como estados aceptores (por debajo del nivel de Fermi) o estados donantes (por encima del nivel de Fermi). En el caso de los metales, debido al apantallamiento de la alta densidad de portadores de carga libre, el efecto sobre las bandas de energía es pequeño y, por tanto, despreciable. Sin embargo, en el caso de un semiconductor la situación es diferente. La presencia de un estado superficial ya sea aceptor o donante, provoca una transferencia de electrones del sólido al adsorbato. La parte *Ilustración 8 b*) muestra la adsorción de un gas, por ejemplo,  $O_2$ , que crea un estado aceptor superficial  $E_{A,surf}$ . El adsorbato está cargado negativamente, mientras que en el sólido se forma una capa de carga espacial agotada de electrones, es decir, positiva. La formación de esta capa de agotamiento hace que las bandas de energía de la superficie se curven hacia arriba con respecto al nivel de Fermi. La curvatura de banda inducida por la capa de agotamiento tiene un impacto en las propiedades del sólido, como por ejemplo la función de trabajo. En el caso de un estado donante se observa el efecto contrario, es decir, una flexión de banda hacia abajo y la formación de una capa de acumulación [13].

Para los sensores de gas de tipo resistivo, un conjunto poroso de partículas finas semiconductores de óxido debe funcionar como receptor y transductor. Actualmente, es aceptado asumir que los granos actúan como receptores de los gases mientras que los contactos entre ellos actúan como transductores, que transforman la recepción del gas en un cambio en la resistencia del dispositivo [19]. Lo anterior ocurre en un montaje como el que muestra la *Ilustración 9*.

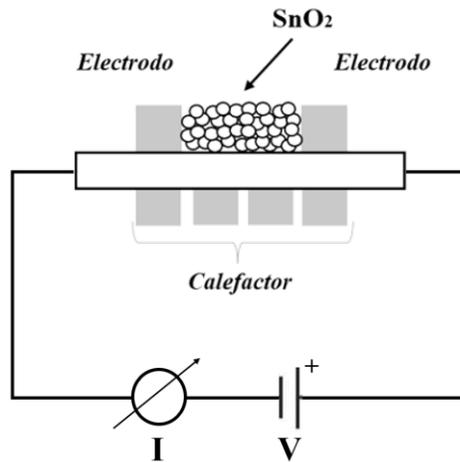


Ilustración 9: Montaje de referencia para medición de resistividad.

### 2.5.3 SnO<sub>2</sub> y oxígeno (O<sub>2</sub>) – ambiente oxidante

Dentro del funcionamiento general de un sensor de gas, la etapa principal consiste en la interacción electrónica entre el material del sensor y el gas objetivo.

Para comenzar las mediciones, primero se estabiliza la resistencia del material sensor con aire sintético, por lo que existen reacciones superficiales entre el material y el oxígeno que permiten definir las especies iniciales que estarán presentes superficialmente para la posterior interacción con el gas de interés. Lo anterior, debido a sus resultados exitosos y bien documentados, además del amplio rango de temperaturas de funcionamiento de los productos de reacción posteriormente mencionados, los cuales se pueden encontrar desde 25 a 500 °C, como muestra la *Ilustración 10*.

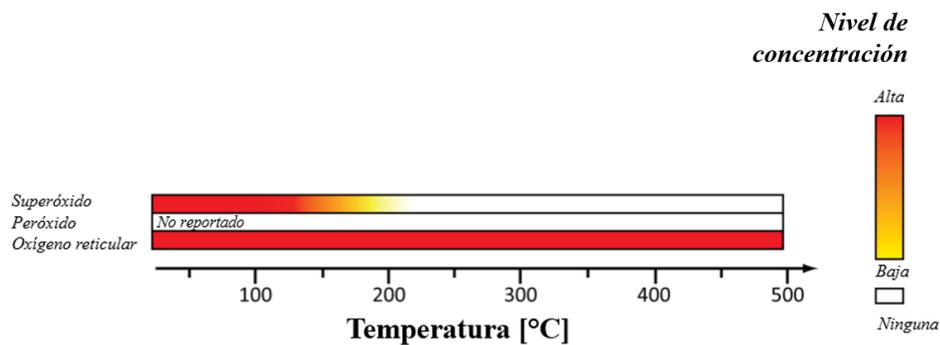


Ilustración 10: Nivel de concentración de especies superficiales observadas en el SnO<sub>2</sub> en reacción con O<sub>2</sub> a distintas temperaturas. Adaptado de [22].

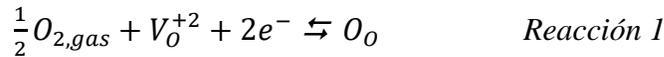
Luego, la presencia adicional de gases que reaccionan con el oxígeno preadsorbido, o directamente con el óxido, determinan los cambios relativos de la resistencia del sensor (señales del sensor) [21]. El análisis del desempeño del SnO<sub>2</sub> frente a la presencia de O<sub>2</sub> resulta relevante para comprender su respuesta en entornos con carácter oxidante.

Cabe señalar que, para el SnO<sub>2</sub>, cuyas condiciones de funcionamiento típicas suelen ser con la capa de detección calentada a 300°C y bajas concentraciones de gas de prueba [ppm] en aire se-

co, se asume que el adsorbato superficial dominante y responsable de la flexión de banda superficial, es el oxígeno ionosorbido. En consecuencia, se considera que las especies moleculares y atómicas superficiales de oxígeno del SnO<sub>2</sub> son esenciales para sus propiedades catalíticas, siendo ampliamente discutidas durante los últimos años y consensuando en considerar todas las especies como intermediarias de la transformación de oxígeno atmosférico en oxígeno de red, representado en la *Reacción 1*, a través del mecanismo de reacción descrito en las *Reacciones 2,3,4,5* y *6* [13].

Además, se asume que sólo se produce la transferencia de un electrón por paso de reacción y que sólo ocurre la formación de especies de oxígeno neutras, mono y doblemente cargadas negativamente. Los pasos de reacción se simplifican despreciando el papel de los sitios superficiales y las vacantes de oxígeno [13].

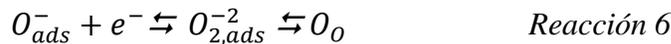
La reacción general de oxígeno atmosférico (O<sub>2</sub>) a oxígeno de red (O<sub>O</sub>) se expresa como:



Luego, el mecanismo de reacción propuesto por [13] es el siguiente:



Finalmente, y mediante la abstracción de electrones adicionales, el oxígeno atómico se asentará como oxígeno reticular en la capa superficial del óxido metálico de acuerdo con la *Reacción 6*, lo que permite las posteriores interacciones con los gases de prueba.



donde:

$O_{2,gas}$  : oxígeno atmosférico

$V_O^{+2}$  : vacantes de oxígeno superficial

$O_O$  : oxígeno de red

$O_{2,ads}^-$  : superóxido adsorbido

$O_{2,ads}^{2-}$  : peróxido adsorbido

Lo anteriormente descrito también se observa en la *Ilustración 11*, mientras que en la *Ilustración 11 a)* se resume que a través de la existencia de vacancias de oxígeno y la presencia de electrones en el material, es posible la transformación de oxígeno atmosférico a oxígeno de red. La *Ilustración 11 b)* representa la función transductora del contacto entre granos, pudiendo observar altas

barreras energéticas de potencial entre estos, lo que se traduce en mayor resistencia del sensor ante un ambiente de tipo oxidante.

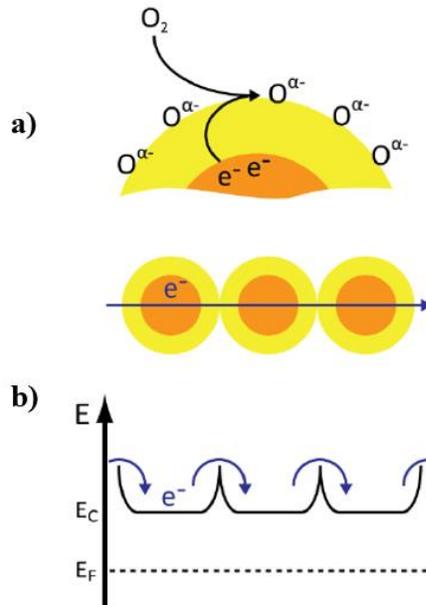


Ilustración 11: a) química superficial simplificada, en naranja: región no afectada de los granos y en amarillo: capa empobrecida de electrones, b) barreras de potencial que limitan el transporte de carga entre granos [22].

En consideración de lo anterior, el mecanismo de conducción del  $\text{SnO}_2$  en una atmósfera con presencia de oxígeno, está determinado por la formación de una “capa de agotamiento” en la superficie de los granos [21]. Además, es posible observar los resultados de las transferencias de cargas ocurridas a través de un aumento progresivo de la resistencia a medida que aumenta la concentración del gas, como se muestra en la *Ilustración 12*.

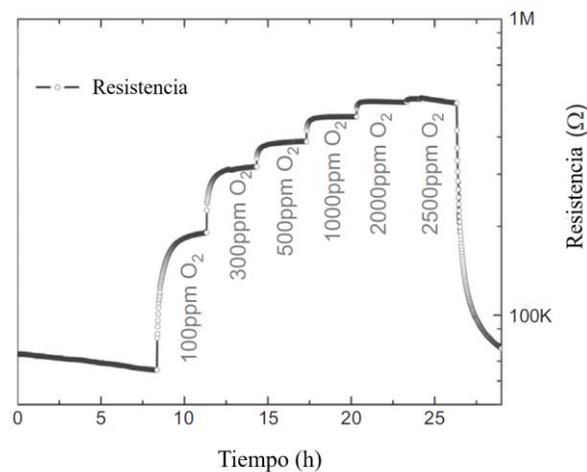
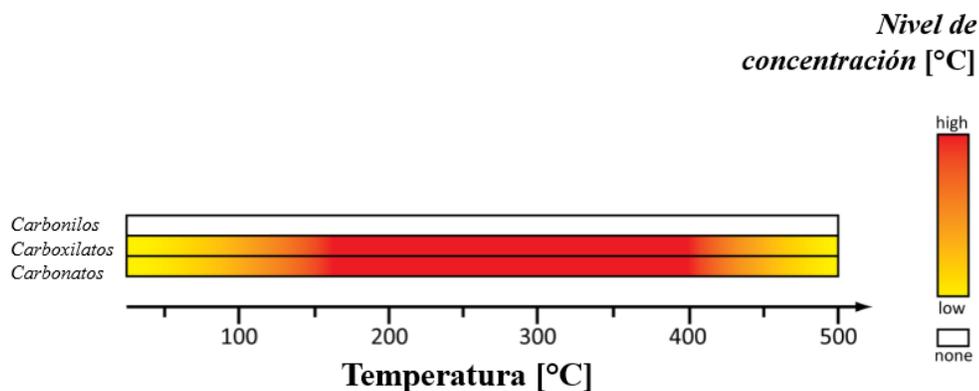


Ilustración 12: Cambios en la resistencia eléctrica de un sensor  $\text{SnO}_2$  operado a  $300^\circ\text{C}$  con aumento progresivo en la concentración de oxígeno (100,300,500,1000,2000 y 2500 ppm). Adaptado de [21].

## 2.5.4 SnO<sub>2</sub> y monóxido de carbono (CO) – ambiente reductor

Para el caso del monóxido de carbono (CO), especie reductora, se han reportado diversas reacciones superficiales basadas en la formación de carbonatos y carboxilatos [13], principalmente en el rango de temperaturas entre los 200 y 400 °C, tal como se aprecia en la *Ilustración 13*.



*Ilustración 13: Nivel de concentración de especies superficiales observadas en el SnO<sub>2</sub> en reacción con CO a distintas temperaturas. Adaptado de [22].*

Las reacciones mencionadas se han resumido en la reacción genérica que se presenta a continuación, donde la interacción del CO con los oxígenos moleculares adsorbidos, ionosorbidos y reticulares presentes en la superficie del SnO<sub>2</sub>, producen dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) gaseoso y nuevas vacancias de oxígeno superficial [21], también representado en la *Ilustración 14 a*).



donde:

$CO_{gas}$  : monóxido de carbono gaseoso.

$V_O^{+2}$  : vacantes de oxígeno superficial.

$O_{2,ads}^{\alpha-}$  : oxígeno molecular adsorbido.

$CO_{2,gas}$  : dióxido de carbono gaseoso.

$h^+$  : orificios de banda de valencia

En lo que respecta al comportamiento eléctrico del SnO<sub>2</sub> ante la presencia de CO, existen registros que demuestran un incremento en la conductividad del material. Las reacciones entre el CO y las cargas negativas del oxígeno mencionadas provocan una disminución en la barrera energética entre los granos del material, lo que facilita el flujo de electrones y, por ende, reduce la resistencia en el sensor. Lo que observa en la *Ilustración 14b*) e *Ilustración 15*, donde se nota claramente que a medida la concentración de CO aumenta, la resistencia disminuye de manera progresiva.

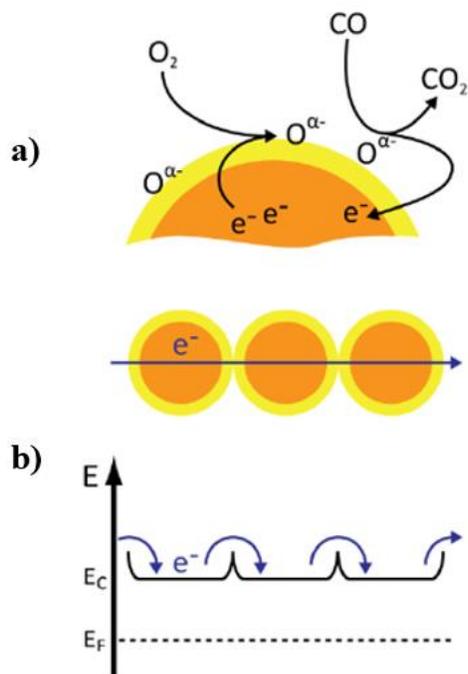


Ilustración 14: a) química superficial simplificada, en naranja: región no afectada de los granos y en amarillo: capa empobrecida de electrones, b) barreras de potencial que disminuidas que limitan en menor cantidad el transporte de carga entre granos [22].

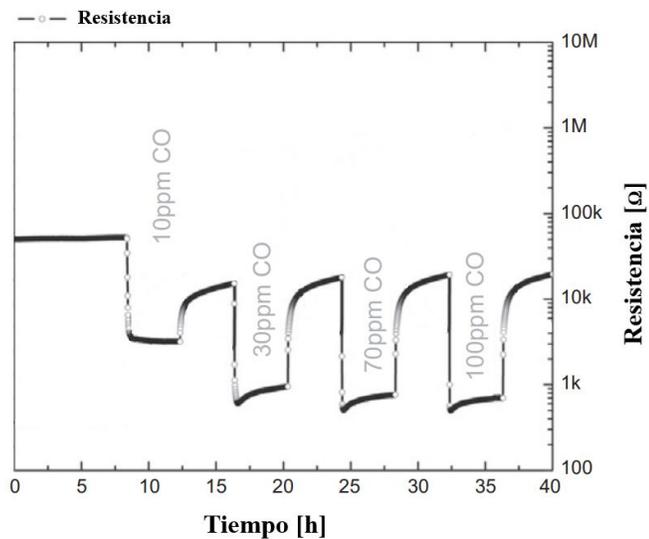


Ilustración 15: Cambios de resistencia eléctrica de un sensor de  $\text{SnO}_2$  operado a  $300\text{ }^\circ\text{C}$  durante la exposición a cuatro pulsos de CO (10, 30, 70 y 100 ppm). Adaptado de [21].

## Capítulo 3: Diseño de sistema de medición

En el presente capítulo se propone una geometría específica para el sistema de medición, junto con diversos modelos aplicables a ella. Estos modelos son obtenidos mediante simulaciones computacionales realizadas en el programa *COMSOL Multiphysics*®.

El objetivo es estudiar el comportamiento fluidodinámico del gas utilizado en el sistema de medición, para determinar la configuración que asegure homogeneidad y estabilidad de condiciones en la zona donde se ubicará el sensor. Esto es esencial para garantizar la precisión, confiabilidad y reproducibilidad de las mediciones, lo cual proporciona una base sólida para el diseño del sistema de medición de los sensores de gas garantizando un escenario reproducible para realizar las mediciones de manera consistente.

### 3.1 Dinámica de fluidos computacional

La dinámica de fluidos computacional (*CFD*, por sus siglas en inglés) forma parte de un número cada vez mayor de procesos de desarrollo, y es un campo bien establecido en muchas disciplinas de la ingeniería: mecánica, química, civil, aeronáutica y también en ámbitos especializadas, como la ingeniería biomédica. A menudo, el flujo en sí no es el objetivo principal de una simulación. En su lugar, lo que se busca es evaluar cómo afecta a otros parámetros del proceso y de la aplicación, por lo que se requiere una descripción que combine varios campos de la física para producir modelos precisos de aplicaciones del mundo real en las que interviene la dinámica de fluidos [25].

Cabe destacar que a pesar de que los modelos tridimensionales son indispensables para la optimización y diseño detallado, el gasto computacional crece con el aumento de la dimensión de modelamiento, por lo que considerar un modelo bidimensional se estima una aproximación suficiente para brindar información que permita una evaluación preliminar del sistema [26].

*COMSOL Multiphysics*® es una plataforma de software de simulación, resolución y análisis de elementos finitos diseñada para diversas aplicaciones en física e ingeniería. Es especialmente efectivo en el estudio de fenómenos acoplados y multifísicos, además de proporcionar interfaces de usuario convencionales basadas en la física, permitiendo el análisis de sistemas que involucran ecuaciones diferenciales parciales (PDE) acopladas [25].

Este programa utiliza investigaciones recientes para simular el flujo de fluidos e incluye *solvers* (solucionadores) y mallas optimizadas y con métodos de estabilización incorporados.

Dicho esto, y considerando que el objetivo de simulación es evaluar el comportamiento del flujo de gas a través de los elementos del sensor, se procede a definir y describir los distintos modelos de turbulencia aplicables.

### 3.1.2 Modelos de turbulencia

Según Hinze (1975) "El movimiento turbulento de fluidos es una condición de flujo irregular en la que las distintas magnitudes muestran una variación aleatoria con el tiempo y las coordenadas espaciales, de modo que pueden distinguirse valores medios estadísticamente distintos" [27]. Considerando lo anterior, se puede decir que "la turbulencia es un fenómeno determinístico, y que la aparente aleatoriedad de los movimientos turbulentos responde a la compleja evolución de estos debido a los efectos no lineales. Si bien esta complejidad impide obtener soluciones analíticas, no es un obstáculo para intentar obtener soluciones numéricas de dichas ecuaciones y por tanto simulaciones numéricas del flujo" (Usera, 2001) [28].

La propensión de un flujo isotérmico a ser turbulento se mide por el número de Reynolds, que para una tubería se expresa como la Ecuación 4. En este sentido, los flujos con números de Reynolds elevados ( $Re > 4000$ ) tienden a volverse turbulentos, concentrando la mayoría de las aplicaciones de ingeniería a esta categoría de flujos [27].

$$Re = \frac{D_i \cdot v \cdot \rho}{\mu} \quad \text{Ecuación 4}$$

donde:

$D_i$  = Diámetro interno [m]

$v$  = velocidad lineal [m/s]

$\rho$  = densidad [ $kg/m^3$ ]

$\mu$  = viscosidad dinámica [ $kg/m \cdot s$ ]

A continuación, la Ilustración 16 presenta la clasificación de los distintos modelos de turbulencia en función de su coste computacional [29]:

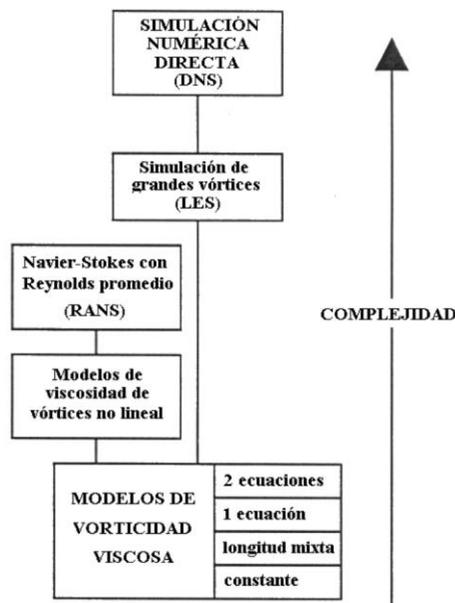


Ilustración 16: Clasificación de los distintos modelos de turbulencia en función de su coste computacional. Adaptado de [29].

En primera instancia, es necesario señalar que la Simulación Numérica Directa (*DNS*, por sus siglas en inglés), no es realmente un modelo de turbulencia, puesto que se refiere a la solución completa de las ecuaciones, lo cual es posible solo en un limitado número de casos y es computacionalmente muy demandante.

Dada esta limitación, se describen dos métodos alternativos que pueden ser empleados para transformar las ecuaciones de Navier-Stokes de tal forma que las fluctuaciones para escalas pequeñas no tengan que ser simuladas directamente. No se describirán en detalle el resto de los métodos puesto que no son atingentes al modelo requerido.

La simulación de grandes vórtices (*LES*, por sus siglas en inglés) por su parte proporciona un nuevo enfoque, en el cual pretende simular únicamente las escalas de la turbulencia transiente mayores a una determinada cota, impuesta por un filtro, el cual representa una manipulación de las ecuaciones exactas de Navier-Stokes, donde sólo se remueven los vórtices menores a una cota impuesta. La simulación obtiene como resultado ecuaciones que describen el flujo en las escalas de movimiento más grandes, y requieren solamente el modelado de las escalas inferiores a la cota asignada. Este enfoque requiere una gran cantidad de recursos computacionales para resolver los vórtices, sin embargo, buscan reducir el costo computacional asociado a la *DNS* [28], [30].

La siguiente clase de métodos se basa en las ecuaciones de Navier Stokes promediadas por el procedimiento de Reynolds (*RANS*, por sus siglas en inglés), el que consiste en descomponer el campo de las variables de interés (velocidad, presión, etc.) en un valor medio y otro fluctuante, obteniendo ecuaciones de transportes sólo para las cantidades medias del flujo, siendo modeladas todas las escalas de la turbulencia. De forma que las ecuaciones originales de Navier-Stokes se reformulan en función de las variables promedio obteniendo un nuevo grupo de ecuaciones (*RANS*), razón por la cual el sistema de ecuaciones obtenidas no constituye un sistema determinado, contiene menos ecuaciones que incógnitas. Por tanto, deben introducirse hipótesis de clausura para desarrollar ecuaciones adicionales que completen el sistema. Esto da origen a los conocidos modelos de turbulencia  $k$ - $\epsilon$ , RSM, entre otros [28], [30], [31].

Cabe mencionar que el modelo *RANS* no contiene derivada temporal por definición, luego representa una disminución importante de los recursos computacionales requeridos, debido a que las ecuaciones que gobiernan el flujo no contendrán derivadas temporales [30].

En consideración de lo anterior, el modelo de turbulencia *RANS* será el que se utilizará para el estudio de flujo dentro del dispositivo de medición realizado, dado que el estudio pretende evaluar el estado estacionario de este mismo. Además, corresponde a una simulación preliminar, por lo que no se tienen datos de elementos de la malla para definir cotas específicas como son requeridas en el caso del modelo *LES*, sumado a los altos costos computacionales que requeriría.

### 3.1.3 Modelos de turbulencia *RANS*

El modelo *RANS* corresponde al modelo más utilizado en aplicaciones de flujo industrial [25]. Como ya se mencionó, este modelo se basa en aproximaciones promediadas de Reynolds de la turbulencia, por lo que, a partir de este concepto, se pueden deducir las ecuaciones de Navier-Stokes aplicando el concepto de descomposición de Reynolds de las variables involucradas. Esta descomposición corresponde a denotar las variables instantáneas como una componente prome-

dio y una componente fluctuante, lo que para un escalar  $\phi$  se representa de la siguiente forma [25], [30], [28]:

$$\phi = \bar{\phi} + \phi' \quad \text{Ecuación 5}$$

donde  $\bar{\phi}$  y  $\phi'$  representan la parte promedio y fluctuante respectivamente. Luego las variables de interés como lo son velocidad ( $V$ ) y presión ( $p$ ) se expresan como:

$$V_i = \bar{V}_i + V_i' \quad \text{Ecuación 6}$$

$$p = \bar{p} + p' \quad \text{Ecuación 7}$$

donde los promedios de  $p$  y  $v$  están definidos como promedios generados por un gran número de realizaciones del flujo, dada su naturaleza estacionaria.

## 3.2 Metodología

En esta sección se exponen las consideraciones matemáticas, descripciones y supuestos generales de los diferentes procesos implicados en la simulación mediante el método de turbulencia *RANS*, previamente descrito. Teniendo en cuenta que se desea determinar la configuración idónea, en cuanto a dimensiones y características del sistema, para establecer la ubicación con mejores condiciones para disponer la sección activa del sensor.

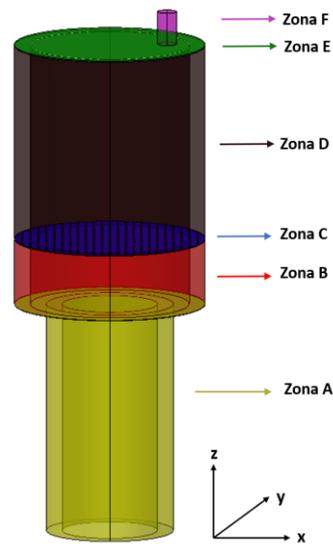
En consideración de lo anterior, inicialmente, se expone la descripción física y los supuestos generales aplicados al sistema como punto de partida. Posteriormente, se presentan las ecuaciones empleadas y se llevan a cabo las simulaciones del dispositivo en distintos escenarios utilizando el software *COMSOL Multiphysics*®, basándose en esquemas previamente realizados en la plataforma *AutoCAD*®.

### 3.2.2 Descripción física y supuestos generales

La configuración física por simular se muestra en la *Ilustración 17*. En dicha imagen se identifican cinco zonas distintas:

- **Zona A:** se refiere a la tubería hueca que conecta la conexión electrónica utilizada para la lectura de datos con la entrada de aire proveniente de la línea de flujómetros.
- **Zona B:** es la región de transición hueca por la cual el aire se desplaza desde la tubería de menor diámetro hacia el tubo principal.
- **Zona C:** consiste en una placa sólida con perforaciones que permiten el flujo de aire hacia la sección principal donde se ubican los sensores.
- **Zona D:** es la sección principal, una región hueca donde se lleva a cabo el análisis del comportamiento resistivo de los sensores.
- **Zona E:** corresponde a una cubierta sólida que incluye una tubería de salida de aire.

- **Zona F:** representa la tubería de escape del sistema por donde el aire es evacuado de la cámara.



*Ilustración 17: Situación física a modelar: cámara de gas.*

Se establecen los siguientes supuestos para el modelamiento de la fluidodinámica en la cámara de gas:

- Fluido newtoniano [32].
- Gas se comporta según la ley de gases ideales, considerando que es aire sintético compuesto por oxígeno y nitrógeno [33].
- El término de fuerza de gravedad es despreciable para el gas modelado [34].
- El sistema se encuentra en estado estacionario.
- Dado que la salida del sistema se encuentra abierta a la atmósfera, la presión de salida será igual a la presión atmosférica.

Además, cabe mencionar que la geometría y dimensiones de las zonas A, B, E y F no se modificarán en este estudio.

### *Escenarios a simular*

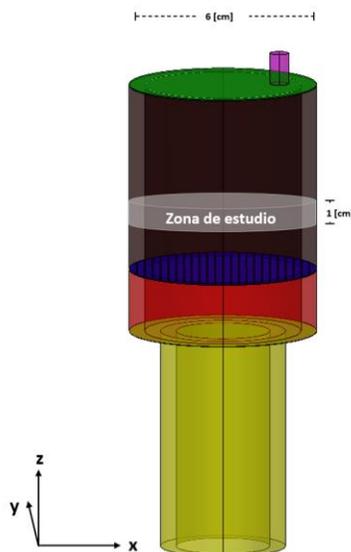
Los escenarios a simular incluyen cambios en la cantidad y tamaño de perforaciones en la Zona C y en la altura de la Zona D. El objetivo es encontrar la estructura óptima en la cual las líneas de flujo aseguren condiciones de estabilidad en cuanto a presión y velocidad, en el sector donde se encontrará el material de estudio. Por lo que se deben realizar simulaciones separadas para cada escenario, y posteriormente analizar los resultados para determinar la configuración que cumpla con el objetivo deseado.

Los diferentes escenarios que se considerarán se describen a continuación:

- Escenario 1: Configuración inicial  
Cantidad de perforaciones en la Zona C: 1  
Tamaño de perforación (diámetro): 10 [mm]  
Altura de la Zona D: 10 [cm]
- Escenario 2: Aumento de perforaciones y reducción de tamaño de estas en la Zona C  
Cantidad de perforaciones en la Zona C: 3 (*correspondiente a un corte longitudinal de una configuración con 5 agujeros*)  
Tamaño de perforaciones (diámetro): 5 [mm]  
Altura de la Zona D: 10 [cm]
- Escenario 3: Aumento de perforaciones y reducción de tamaño de estas en la Zona C  
Cantidad de perforaciones en la Zona C: 21 (*correspondiente a un corte longitudinal de una placa prototipo para conexiones electrónicas con 316 agujeros*)  
Tamaño de perforaciones (diámetro): 25 [ $\mu\text{m}$ ]  
Altura de la Zona D: 10 [cm]

Una vez se haya seleccionado la cantidad de perforaciones que mejor se ajuste al objetivo deseado, se procederá a utilizar dicho valor para simular las variaciones en la altura de la Zona D.

En este punto es importante tener en cuenta que el espacio utilizado por los sensores es de 4 [cm] de altura, donde la sección activa del sensor se encuentra entre los 16 y 17 cm de altura de la configuración general, en un espacio delimitado dentro de la Zona D y sobre la Zona C. Luego, el sector de interés corresponde a un cilindro de 1 cm de altura y 6 cm de diámetro, cuya ubicación se muestra en la *Ilustración 18*.



*Ilustración 18: Ubicación y tamaño de "sector de interés".*

Los escenarios para las modificaciones de altura se definen a continuación:

- Escenario 4: Disminución de la altura de la Zona D  
Altura de la Zona D: 8 [cm] (disminución de -20%)
- Escenario 5: Aumento de la altura de la Zona D  
Altura de la Zona D: 12 [cm] (aumento de +20%)

Considerando que los escenarios analizados se centran exclusivamente en las modificaciones de la zona C y D, a continuación, se exponen las medidas correspondientes para las demás zonas cuyas dimensiones no son modificables en la configuración.

Tabla 1: Medidas de zonas A, B, E, F Y C.

Zona	Figura	Diámetro	Largo
A	Cilindro hueco	4 [cm]	11 [cm]
B	Cilindro hueco	6 [cm]	2 [cm]
E	Cubierta sólida	6 [cm]	2 [cm]
F	Cilindro hueco	0,64 [cm]	1 [cm]
C	Cubierta sólida con perforaciones	6 [cm]	0,32 [mm]

Una vez determinado lo anterior, se estableció la cantidad de sensores que se podrían probar en simultáneo considerando la asimetría del sistema.

### 3.2.3 Ecuaciones, condiciones de borde y parámetros

A continuación, se definen las ecuaciones, condiciones de borde y parámetros utilizados en la simulación, elementos que desempeñan un papel crucial en la formulación y resolución del sistema en estudio (*revisar Anexo A.1 para mayor detalle del desarrollo de las ecuaciones*).

#### *Ecuación de Conservación de masa*

La ecuación de conservación de masa, también conocida como ecuación de continuidad, se puede expresar de la siguiente manera:

$$\frac{d\rho}{dt} + \nabla \cdot (\rho \vec{V}) = 0 \quad \text{Ecuación 8}$$

donde:

$$\begin{aligned} \rho &= \text{densidad [kg/m}^3\text{]} \\ \vec{V} &= \text{vector de velocidad [m/s]} \end{aligned}$$

Esta ecuación representa la forma general de la conservación de masa y es válida tanto para fluidos incompresibles como compresibles.

### Ecuación de Balance de cantidad de momentum

El balance de la cantidad de movimiento en un sistema inercial (no acelerado) está descrito por la Ecuación 9:

$$\frac{d}{dt}(\rho \vec{V}) + \nabla \cdot (\rho \vec{V} \vec{V}) = -\nabla p + \nabla \cdot (\vec{\tau}) + \rho \vec{g} + \vec{F} \quad \text{Ecuación 9}$$

donde:

$p$  = presión estática

$\vec{\tau}$  = tensor de esfuerzos

$\rho \vec{g}$  = fuerza gravitacional del cuerpo

$\vec{F}$  = fuerzas externas al cuerpo

### Condiciones de borde

En el planteamiento y simulación del sistema se definen condiciones de contorno y condiciones de flujo.

#### *Condiciones de contorno*

Tabla 2: Condiciones de contorno para simulación.

<b>Condición</b>	<b>Parámetro y valor asociado</b>
No deslizamiento	$v_{paredes,externas} = 0$
	$v_{paredes,internas} = 0$

#### *Condiciones de flujo*

Tabla 3: Condiciones de flujo para simulación.

<b>Ubicación</b>	<b>Condición de flujo</b>
$z=0$	$v_{z,entrada} = 13,259 \text{ [m/s]}$
$z=H$	$p_{z,salida} = 1 \text{ [atm]}$

## Parámetros

Además, es necesario saber el valor de los parámetros asociados al flujo que se desea modelar.

### *Propiedades del aire*

En la *Tabla 4* se muestran las propiedades del aire (a 25°C) que son relevantes para los cálculos y la posterior simulación.

*Tabla 4: Propiedades del aire a 25°C.*

<b>Propiedad</b>		<b>Valor</b>	<b>Referencia</b>
Densidad	( $\rho$ )	1,184 [kg/m <sup>3</sup> ]	[35]
Viscosidad dinámica	( $\mu_d$ )	$1,849 \cdot 10^{-5}$ [kg/m · s]	[35]
Velocidad del sonido en el aire	( $s$ )	346,06 [m/s]	[36]

### *Números adimensionales*

*Tabla 5: Números adimensionales.*

<b>Número</b>	<b>Ecuación</b>
Reynolds ( $Re$ )	$Re = \frac{\rho \cdot D \cdot v_z}{\mu_d} \quad \text{Ecuación 4}$
Mach ( $Ma$ )	$Ma = \frac{v_{lineal}}{s} \quad \text{Ecuación 10}$

con:

$D$  = diámetro

$v_{lineal}$  = velocidad lineal del objeto en movimiento

$s$  = velocidad del sonido en el aire

## 3.2.4 Simulación en COMSOL Multiphysics®

En la siguiente sección, se presenta el paquete de datos utilizado en el programa *COMSOL Multiphysics®* para llevar a cabo la simulación, junto con la identificación de las configuraciones y sectores estudiados para su posterior comparación. Además de descripción y elección del mallado empleado.

### *Paquete de datos: Fluid-Flow (Flujo de fluidos)*

Este grupo engloba interfaces relacionadas con la física del flujo de fluidos, como el flujo laminar de una sola fase, el flujo multifásico y el flujo turbulento [25]. Además, se divide en subgrupos, uno de los cuales es el flujo monofásico, relevante para el caso que se está estudiando. Para de-

terminar si el flujo es laminar o turbulento, es necesario calcular los valores del número de Reynolds y del número de Mach.

### Configuraciones y secciones estudiadas

En el estudio se lleva a cabo un análisis de secciones en tres dimensiones (3D) y en dos dimensiones (2D) del sistema fluidodinámico en estudio.

Inicialmente, se analiza el comportamiento del flujo en un volumen tridimensional del sistema, para proporcionar una visión general de la distribución de velocidades y en diferentes áreas del sistema. Para luego centrarse en la sección más crítica respecto a estabilidad de condiciones, realizando una evaluación de esta en dos dimensiones, tanto de forma general como estudiando diferentes sectores longitudinales de interés, permitiendo obtener una evaluación detallada y precisa que permita comprender como la velocidad y presión varían en el sistema en función de la posición.

### Mallado

En cuanto al proceso de mallado, se refiere a una técnica de discretización del espacio de estudio. En otras palabras, implica dividir el dominio continuo en partes más pequeñas con el objetivo de asignar valores específicos a cada variable en cada sección e iterar estos valores hasta encontrar una solución al problema planteado. Es importante destacar que la definición del mallado dependerá del escenario específico que se esté modelando.

Para este caso en particular, se tomó la decisión de emplear una malla de tamaño “grueso” para los modelos en tres dimensiones (escenario 1), mientras que para los modelos en dos dimensiones se seleccionó una malla fina (escenario 1) y normal (escenarios 2, 3, 4 y 5). La razón que sustenta esta elección se encuentra intrínsecamente ligada al costo computacional inherente a cada tipo de modelo. Dicha consideración asegura un resultado suficientemente representativo utilizando los recursos computacionales disponibles, permitiendo así una ejecución precisa del análisis fluidodinámico del sistema.

## **3.3 Resultados y Discusiones**

La siguiente sección se centra en la presentación y discusión de los resultados obtenidos a través de la simulación y análisis fluidodinámico de los cinco escenarios presentados anteriormente.

Se exponen en detalle los patrones de flujo, velocidades y presiones resultantes de las diferentes configuraciones estudiadas y se analizan las implicancias prácticas de estos hallazgos, con el objetivo de evaluar como influyen los cambios realizados en cada escenario sobre el comportamiento fluidodinámico del sistema analizado.

Adicionalmente se comparan las tendencias y comportamientos observados en relación con las modificaciones empleadas, proporcionando información clave para el diseño y optimización del objeto en estudio.

Los resultados y discusiones obtenidos brindan una base para la comprensión del comportamiento de flujo dentro del sistema, lo que permite generar mejoras en futuros diseños y estudios del prototipo.

### 3.3.2 Simulación de configuración inicial (Escenario 1)

Considerando toda la información mencionada en la *Sección 3.2*, se presentan los resultados obtenidos para la configuración inicial utilizada.

En primer lugar, se procedió a calcular el número de Mach y Reynolds inicial, considerando la *Ecuación 4* y *Ecuación 10*, para definir las condiciones del flujo a modelar, las que se mantienen constantes para todos los escenarios simulados.

#### *Cálculo número de Mach*

Teniendo en cuenta que la entrada de aire se inicia por la zona A, con un diámetro de 4 cm y una velocidad de flujo de 100 sccm o  $\left[\frac{cm^3}{min}\right]$ , se calcula la velocidad lineal de entrada al sistema para luego calcular el número de Mach asociado.

- **Velocidad lineal de entrada**

$$v_z = v_{volumétrica} \cdot \frac{1}{\pi \cdot r_{entrada}^2} = 100 \left[\frac{cm^3}{min}\right] \cdot \frac{1}{12,57 \cdot 10^{-4} [cm^2]}$$

$$v_z = 79554,49 \left[\frac{cm}{min}\right] = 13,259 \left[\frac{m}{s}\right]$$

- **Número de Mach**

$$Ma = \frac{v_z}{s} = \frac{13,259 \left[\frac{m}{s}\right]}{346,06 \left[\frac{m}{s}\right]} = 0,038$$

Por lo que, según [34] se comprueba que el flujo de entrada al sistema puede considerarse incompresible a inicio dado que  $Ma \ll 0,3$ . Teniendo en cuenta que esta condición cambia una vez que el aire avanza a través de la configuración.

#### *Cálculo número de Reynolds*

Adicionalmente, es necesario calcular el número de Reynolds para determinar el régimen del flujo en estudio, utilizando lo anteriormente calculado junto a los valores de la *Tabla 4*.

$$Re = \frac{\rho \cdot D \cdot v_z}{\mu_d} = \frac{1,184 \left[\frac{kg}{m^3}\right] \cdot 0,04 [m] \cdot 13,259 \left[\frac{m}{s}\right]}{1,849 \cdot 10^{-5} \left[\frac{kg}{m \cdot s}\right]} = 34.127,51$$

Resultado que según [37] corresponde al régimen turbulento ( $Re \gg 4000$ ).

Una vez determinados los parámetros asociados al flujo en cuestión, se procede a realizar los esquemas elaborados en *AutoCAD*® para la configuración tridimensional y bidimensional del escenario en estudio, así como los resultados de la implementación de estas en el programa *COMSOL Multiphysics*®.

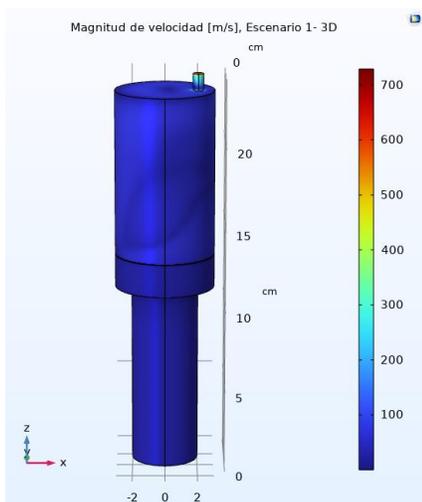
Cabe mencionar que los resultados presentados en las siguientes secciones son el resultado de la construcción de modelos matemáticos basados en el modelo de turbulencia *RANS*, la definición de propiedades físicas y la aplicación de condiciones de frontera, anteriormente descritas y adecuadas para cada caso.

### Configuración en 3D

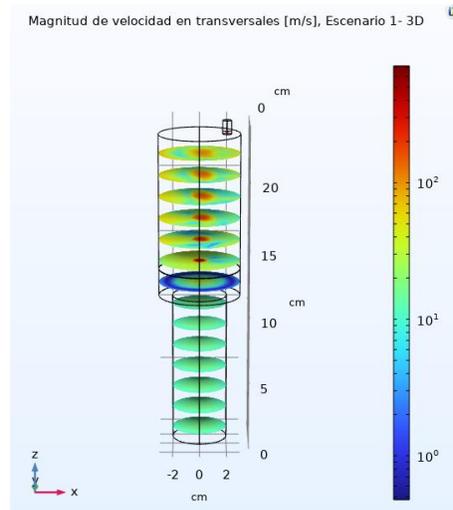
Con el objetivo de identificar la zona crítica en la simulación, es decir, aquella que experimenta los mayores inconvenientes en términos de estabilidad de velocidad y presión, se tomó la decisión de comenzar con un esquema tridimensional. Esta representación permitió realizar cortes transversales y longitudinales de la figura, que permitieron un análisis más detallado de la situación simulada.

La *Ilustración A-1 a)* presente en el *Anexo A.2* muestra la configuración y medidas del *Escenario 1* en una perspectiva tridimensional, la cual posteriormente fue importada al programa *COMSOL Multiphysics*® para su simulación.

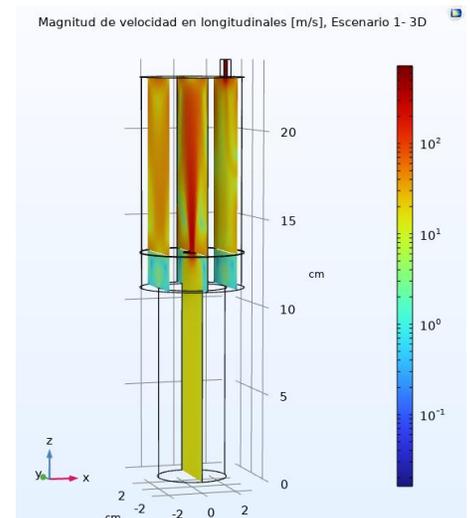
La *Ilustración 19*, *Ilustración 20* e *Ilustración 21* muestran los resultados de la magnitud de velocidad en la simulación, ofreciendo una visualización gráfica tanto general como de los cortes transversales y longitudinales de la configuración.



*Ilustración 19: Magnitud de velocidad [m/s], Escenario 1 tridimensional, paredes externas del sistema.*

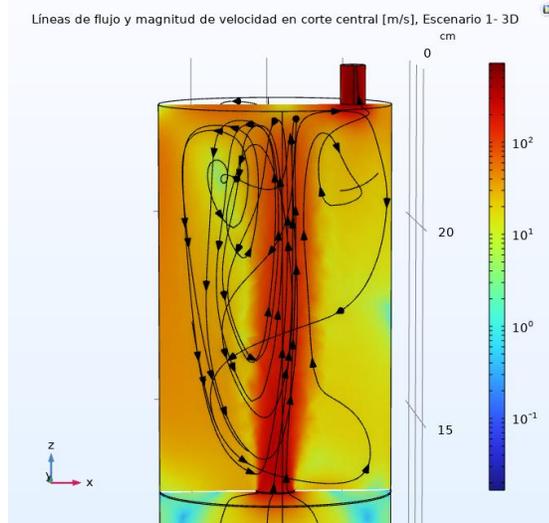


*Ilustración 20: Magnitud de velocidad [m/s], Escenario 1 tridimensional, cortes transversales del sistema.*



*Ilustración 21: Magnitud de velocidad [m/s], Escenario 1 tridimensional, cortes longitudinales del sistema.*

Al analizar los resultados obtenidos, se concluye que la región que plantea mayores desafíos para alcanzar el objetivo deseado se encuentra en el centro del cilindro, específicamente en la ubicación del agujero (localizado en la zona C) que permite el paso del aire entre las zonas B y D. Por lo que se procede a realizar un acercamiento y estudio de los vectores de campo de velocidad de ese sector, el cual se expone en la *Ilustración 22*.



*Ilustración 22: Líneas de flujo y magnitud de velocidad [m/s], Escenario 1 tridimensional, corte central.*

Observando la *Ilustración 22*, se corrobora que la región de interés es la que se relaciona con el agujero central, puesto que la mayoría de las líneas de flujo se concentran en esta zona, presentando mayores velocidades en comparación al resto del volumen. También es relevante destacar las implicaciones que surgen debido a la asimetría en la ubicación de la zona F, la cual no es modificable y genera variaciones de velocidad que serán evaluadas más adelante. No obstante, en la *Ilustración 23* se muestra cómo sería el sistema si la zona F se posicionara en el centro de la configuración, logrando así una disposición simétrica. Esta representación se lleva a cabo con el objetivo de presentar posibles proyecciones y recomendaciones futuras para el desarrollo de la configuración.

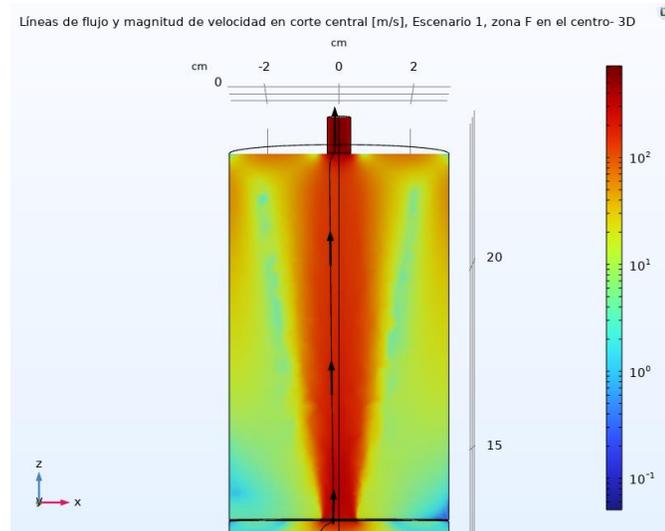


Ilustración 23: Líneas de flujo y magnitud de velocidad [m/s], Escenario 1, zona F en el centro, tridimensional, corte central.

En base a lo anterior, se establece que el corte longitudinal que incluya la mayor parte de perforaciones (además de contener la zona F), será la sección de interés para las próximas simulaciones, puesto que este enfoque permitirá profundizar en el análisis de la interacción entre el flujo de aire y las perforaciones, identificando de manera más precisa las características y comportamiento de la zona crítica.

### Configuración en 2D

Tomando en cuenta lo expuesto previamente, se lleva a cabo la creación de un esquema bidimensional que representa la sección identificada previamente como la más desafiante, en este caso, se trata del corte longitudinal que incluye el agujero central del cilindro. Además, se considera el plano que también incluya la salida de aire o zona F, debido a la asimetría que genera su ubicación en la fluidodinámica del sistema.

La *Ilustración A-2 a)* presente en el *Anexo A.2* muestra la configuración del *Escenario 1* en una perspectiva bidimensional junto a sus medidas correspondientes, proporcionando una representación visual clara de los elementos involucrados.

Adicionalmente se definen tres posiciones diferentes a evaluar en el sector de interés, las cuales son necesarias para estudiar la estabilidad de condiciones y lograr definir las posiciones en las que se ubicarán las caras del sensor, por lo que se utilizarán las mismas en todas las simulaciones realizadas. Lo anterior se observa en la *Ilustración 24*, cuyos nombres son identificados como:

- Posición A: línea central
- Posición B: línea de medición intermedia
- Posición C: línea de medición externa

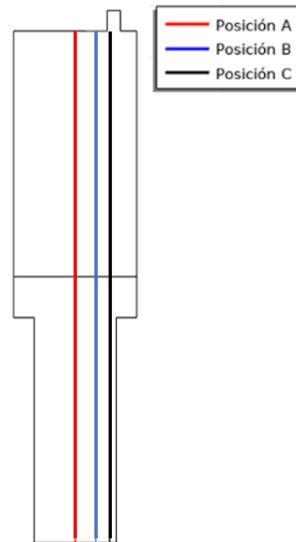


Ilustración 24: Identificación de sectores longitudinales de interés.

Luego se procede a importar el esquema de la *Ilustración A-2 a)* a la plataforma de *COMSOL Multiphysics®*, obteniendo los resultados que se presentan a continuación.

### Resultados de velocidad

La *Ilustración 25 e Ilustración 26* presentan los resultados obtenidos a través de la modelación de las velocidades en el sistema fluidodinámico analizado. Estas permiten visualizar los patrones y distribuciones de velocidad en diferentes regiones del sistema, identificando áreas de inestabilidad de condiciones.

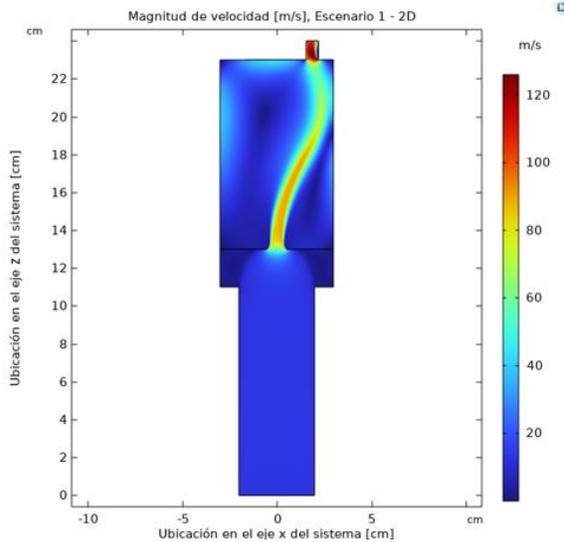


Ilustración 25: Magnitud de velocidad [m/s], Escenario 1 bidimensional.

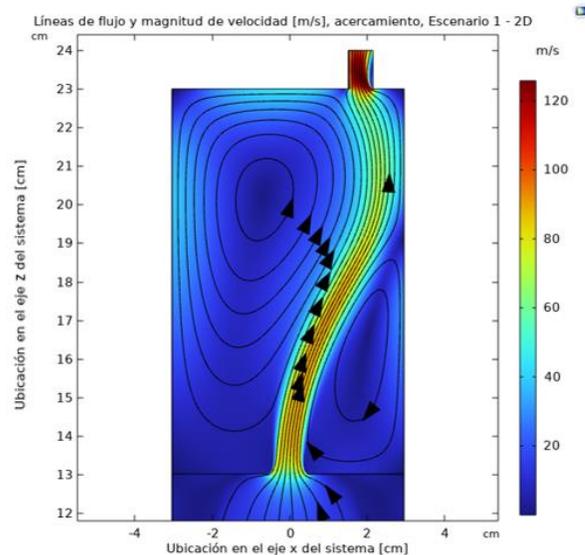


Ilustración 26: Líneas de flujo y magnitud de velocidad [m/s], zona D, Escenario 1 bidimensional.

Utilizando los cortes longitudinales identificados anteriormente como posición A, B y C, se comparan las magnitudes de velocidad en cada uno de ellos en la *Ilustración 27*.

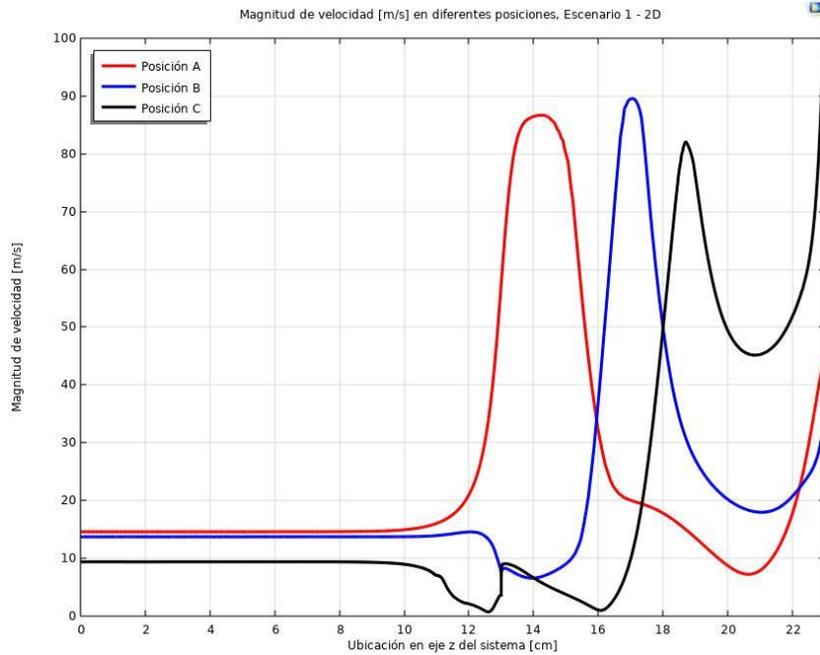


Ilustración 27: Magnitud de velocidad [m/s] en diferentes posiciones, Escenario 1 bidimensional.

### Resultados de presión

La Ilustración 28 presenta los resultados obtenidos a través de la modelación de las presiones en el sistema fluidodinámico analizado, permitiendo visualizar la magnitud de presiones en diferentes regiones del sistema e identificar áreas de inestabilidad de condiciones. Y utilizando las posiciones A, B y C, se comparan las magnitudes de presión en cada una de ellas en la

Ilustración 29.

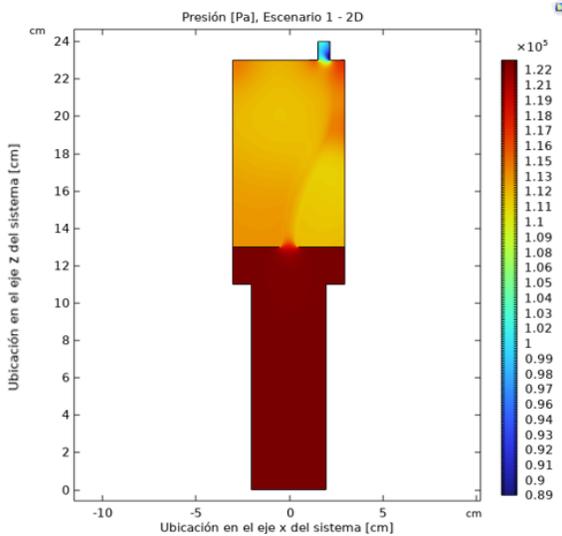


Ilustración 28: Presión [Pa], Escenario 1 bidimensional.

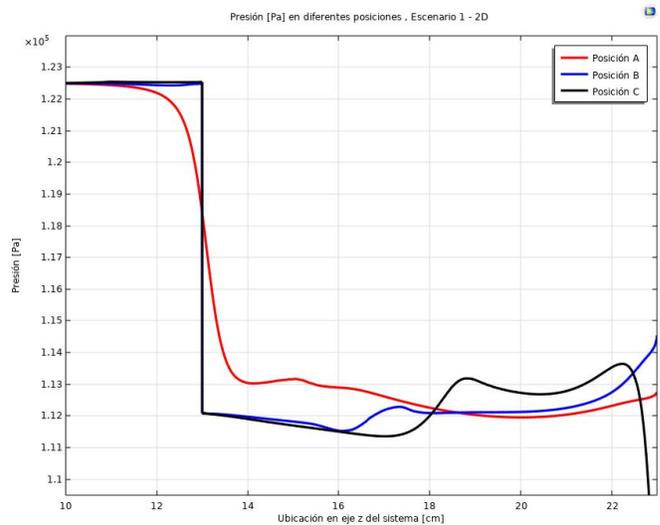


Ilustración 29: Magnitud de presión [Pa] en diferentes posiciones, Escenario 1 bidimensional.

Observando los resultados obtenidos de la simulación, se reconoce que en presencia de sólo una perforación entre las zonas B y D, la magnitud de la velocidad aumenta en el sector de conexión (33%, 23% y 91% respectivamente para posiciones A, B y C), sin lograr obtener una zona con condiciones homogéneas a lo largo de toda la zona D (*Ilustración 25*). Asimismo, se corrobora con los vectores de campo de velocidad de la *Ilustración 26*, que se generan dos grandes corrientes con trayectorias cerradas, una a cada lado de la corriente con mayor magnitud mencionada anteriormente, lo que provoca que no se muestren valores de velocidad similares en las distintas posiciones evaluadas, a pesar de tener tendencias similares, tal como expone la *Ilustración 27*.

Adicionalmente se advierte un comportamiento similar en la *Ilustración 28* donde existe un cambio notorio de presión entre las zonas B y D, donde también es posible visualizar la diferencia de presión entre las corrientes cerradas y la que pasa por el agujero de conexión. De igual forma se confirma la desigualdad de presiones en diferentes posiciones, tal como se observa en la

*Ilustración 29*, donde existe una caída de presión de aproximadamente un 8,25% del valor inicial para las posiciones evaluadas.

### 3.3.3 Simulación Escenario 2

A continuación, se procede a repetir los pasos previamente utilizados para simular el escenario 2 descrito en la *Sección 3.2*. Además, tal como ya se mencionó, el número de Mach y Reynolds calculados se mantienen en todas las simulaciones, y sólo se simulará el corte longitudinal que incluya la mayor parte de perforaciones, por lo que se presenta el esquema en 3D para mejor comprensión de la configuración y luego se procede a simular el esquema 2D del corte seleccionado.

#### Configuración en 3D

La *Ilustración A-1 b)* presente en el *Anexo A.2* muestra la configuración y medidas del *Escenario 2* en una perspectiva tridimensional.

#### Configuración en 2D

En la *Ilustración A-2 b)* presente en el *Anexo A.2* se observa el corte longitudinal seleccionado junto a sus medidas correspondientes, el cual incluye el agujero central, dos de los costados, y la salida de gas, ya que según lo observado en los resultados del escenario 1, se espera que sea la sección con mayores inestabilidades de presión y velocidad.

Luego se procede a importar la configuración 2D a la plataforma de *COMSOL Multiphysics®*, obteniendo los resultados que se presentan a continuación.

#### Resultados de velocidad

La *Ilustración 30* e *Ilustración 31* presentan los resultados obtenidos a través de la modelación de las velocidades en el sistema fluidodinámico analizado. A su vez, la *Ilustración 32* ilustra las magnitudes de velocidad en cada una de las posiciones definidas en la *Ilustración 24*.

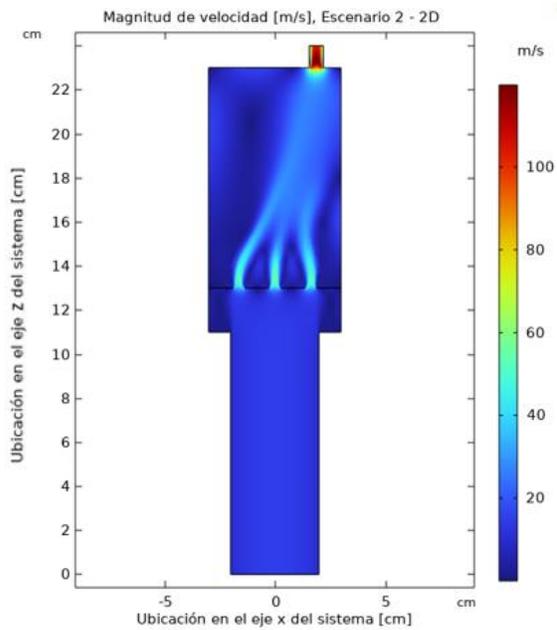


Ilustración 30: Magnitud de velocidad [m/s], Escenario 2 bidimensional.

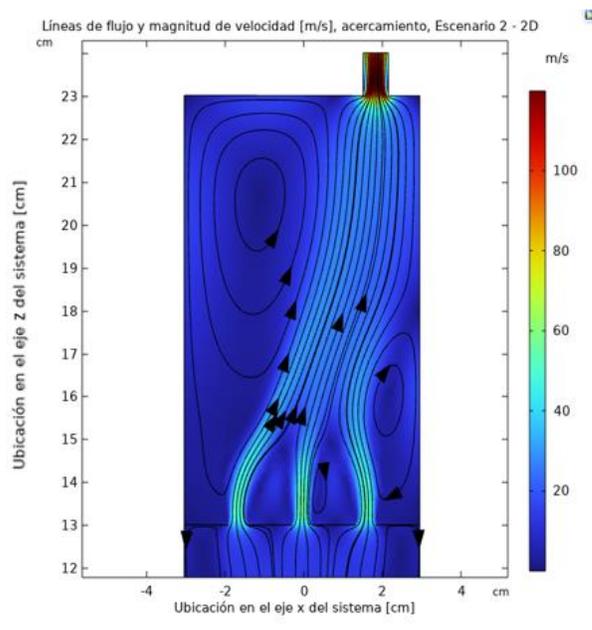


Ilustración 31: Líneas de flujo y magnitud de velocidad [m/s], zona D, Escenario 2 bidimensional.

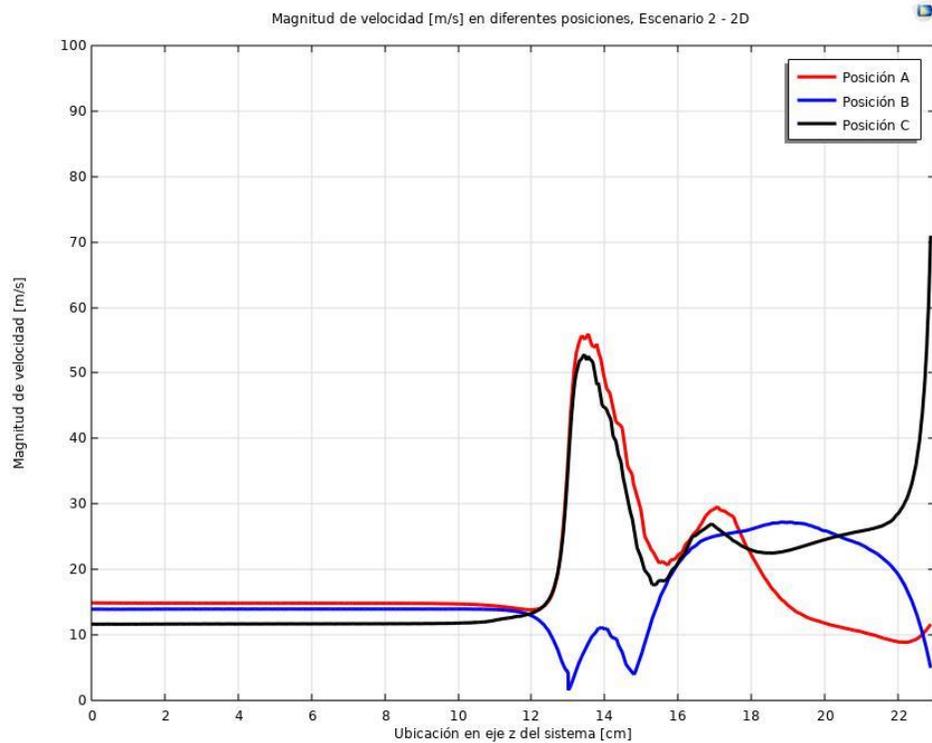
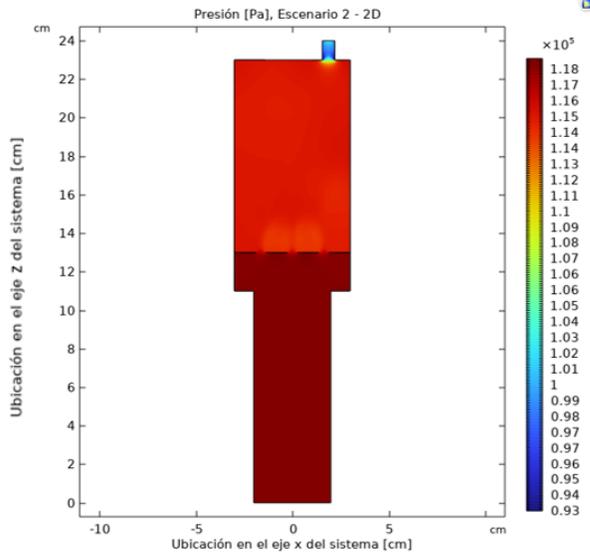


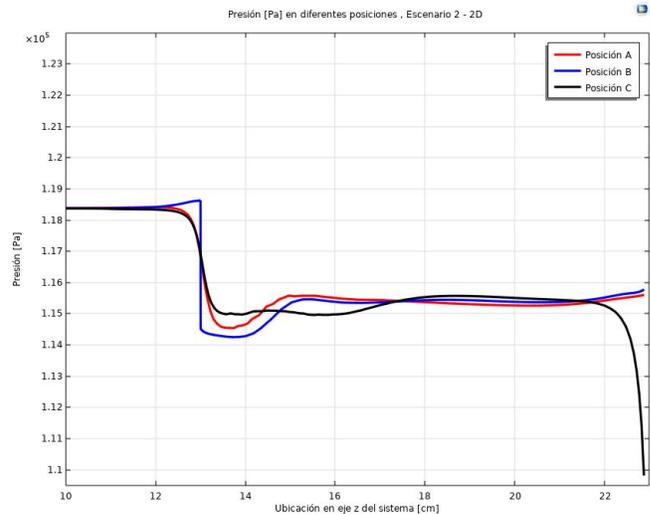
Ilustración 32: Magnitud de velocidad [m/s] en diferentes posiciones, Escenario 2 bidimensional.

## Resultados de presión

La *Ilustración 33* presenta los resultados obtenidos a través de la modelación de las presiones en el sistema fluidodinámico analizado, mientras que la *Ilustración 34* muestra las presiones en cada una de las posiciones definidas previamente.



*Ilustración 33: Presión [Pa], Escenario 2 bidimensional.*



*Ilustración 34: Magnitud de presión [Pa] en diferentes posiciones, Escenario 2 bidimensional.*

Se observa que las perforaciones adicionales generan un cambio notorio en las magnitudes de velocidad (*Ilustración 30*). Sin embargo, como se observa en los vectores de campo de velocidad de la *Ilustración 31*, sigue existiendo una diferencia de velocidad entre los orificios que conectan las zonas B y D, además de la persistencia de las corrientes con trayectorias cerradas, aunque cabe mencionar que se ven disminuidas en su tamaño, principalmente la que se encuentra en el lado derecho. Nuevamente, esto resulta en diferencias notorias en las velocidades evaluadas en diferentes posiciones, como se observa en la *Ilustración 32*, donde además de presentar inestabilidad, se verifican diferencias de hasta 33%, 86% y 32% respectivamente para posiciones A, B y C respecto a la velocidad inicial.

Adicionalmente, la homogeneidad de presiones de la zona D incrementa, evidenciada en la *Ilustración 33*, asimismo la *Ilustración 34* muestra que los valores de las presiones evaluadas en diferentes posiciones tienen muy poca variación en la zona D, a diferencia de lo observado en el escenario 1.

### 3.3.4 Simulación Escenario 3

En la simulación del escenario 3 descrito en la *Sección 3.2*, se repiten los pasos ejecutados para la simulación de los escenarios anteriores. En conjunto con la presentación de un esquema tridimensional que facilita una mejor comprensión de la configuración, para luego proceder a realizar la

simulación del esquema en dos dimensiones correspondiente al corte de interés seleccionado según los criterios ya definidos.

### Configuración en 3D

La *Ilustración A-1 c)* presente en el *Anexo A.2* muestra la configuración y medidas del *Escenario 3* en una perspectiva tridimensional.

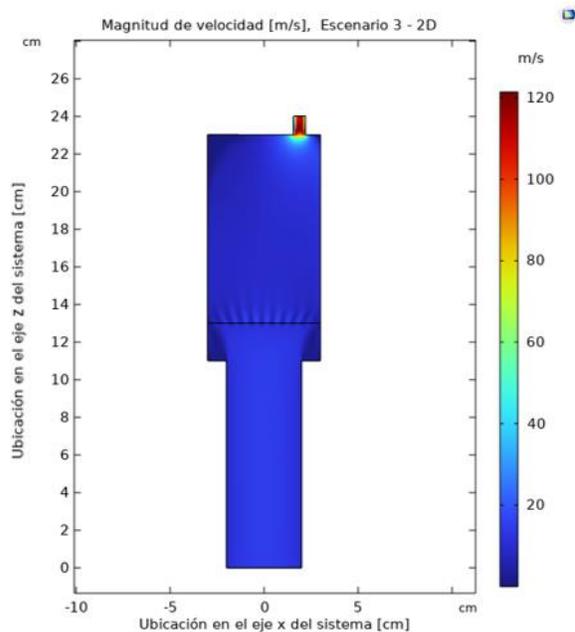
### Configuración en 2D

La *Ilustración A-2 c)* presente en el *Anexo A.2* se muestra el corte longitudinal seleccionado, el cual se ajusta a los criterios mencionados en la *Sección 3.2*. Las perforaciones utilizadas en esta simulación están diseñadas para imitar una placa prototipo utilizada en conexiones eléctricas.

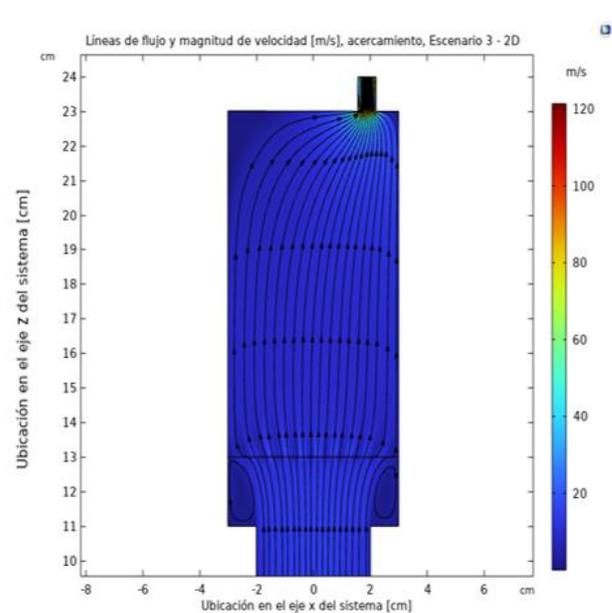
Nuevamente, se procede a importar la configuración 2D a la plataforma de *COMSOL Multiphysics®*, obteniendo los resultados que se presentan a continuación.

### Resultados de velocidad

Los resultados de la modelación de velocidades en el sistema fluidodinámico analizado se presentan en la *Ilustración 35* e *Ilustración 36*. Estas figuras exhiben de manera gráfica y detallada los resultados obtenidos en términos de las velocidades del flujo. Además, la *Ilustración 37* proporciona una gráfica de las magnitudes de velocidad en las distintas posiciones definidas en la *Sección 3.2*, brindando una comparación de la distribución de las velocidades en el sistema.



*Ilustración 35: Magnitud de velocidad [m/s], Escenario 3 bidimensional.*



*Ilustración 36: Líneas de flujo y magnitud de velocidad [m/s], zona D, Escenario 3 bidimensional.*

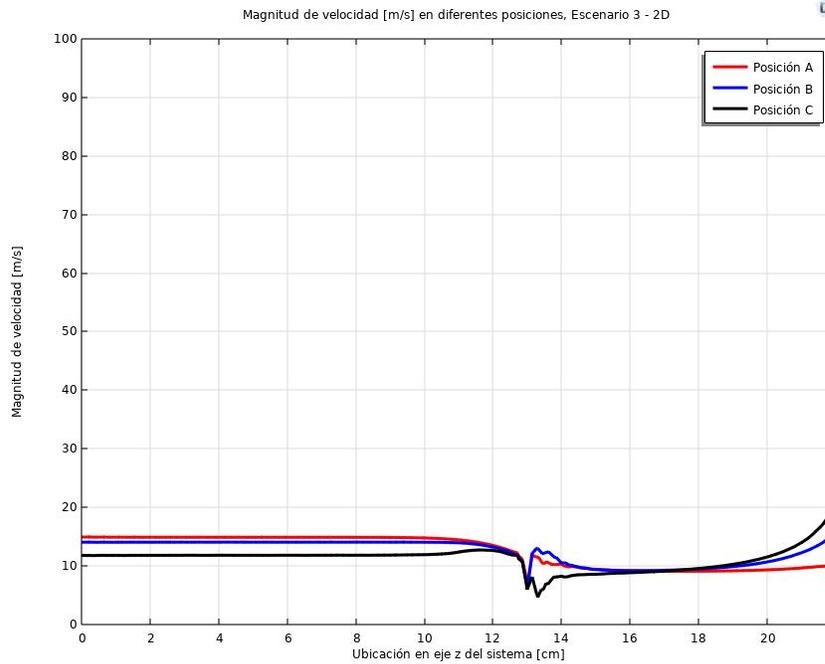


Ilustración 37: Magnitud de velocidad [m/s] en diferentes posiciones, Escenario 3 bidimensional.

### Resultados de presión

Los resultados derivados de la modelación de las presiones en el sistema fluidodinámico analizado se presentan en la *Ilustración 38*. Por otro lado, la *Ilustración 39* muestra las distribuciones de presión en las posiciones evaluadas.

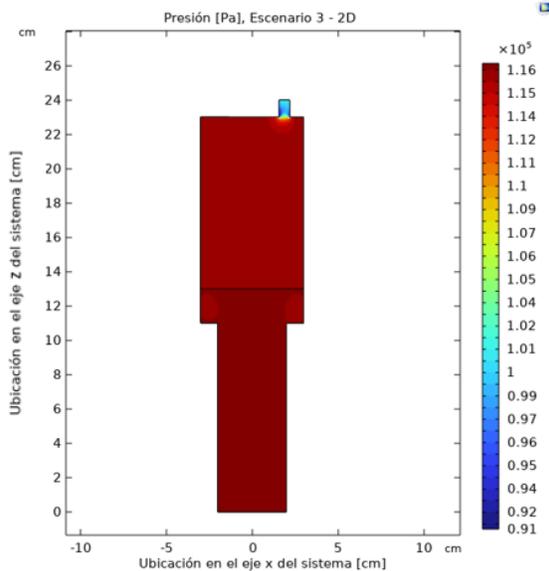


Ilustración 38: Presión [Pa], Escenario 3 bidimensional.

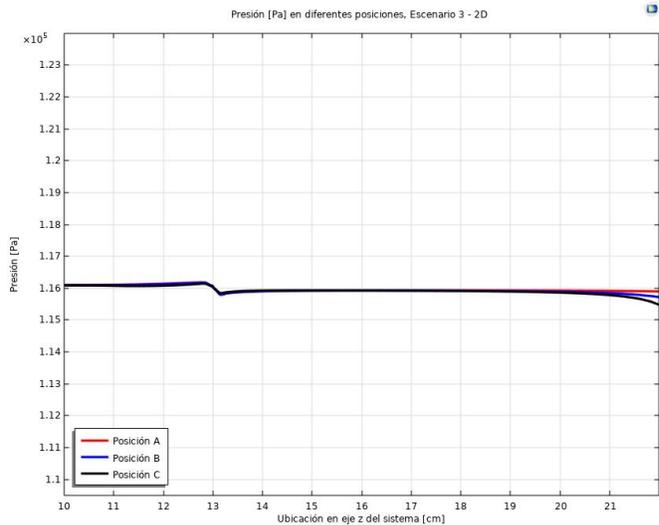


Ilustración 39: Magnitud de presión [Pa] en diferentes posiciones, Escenario 3 bidimensional.

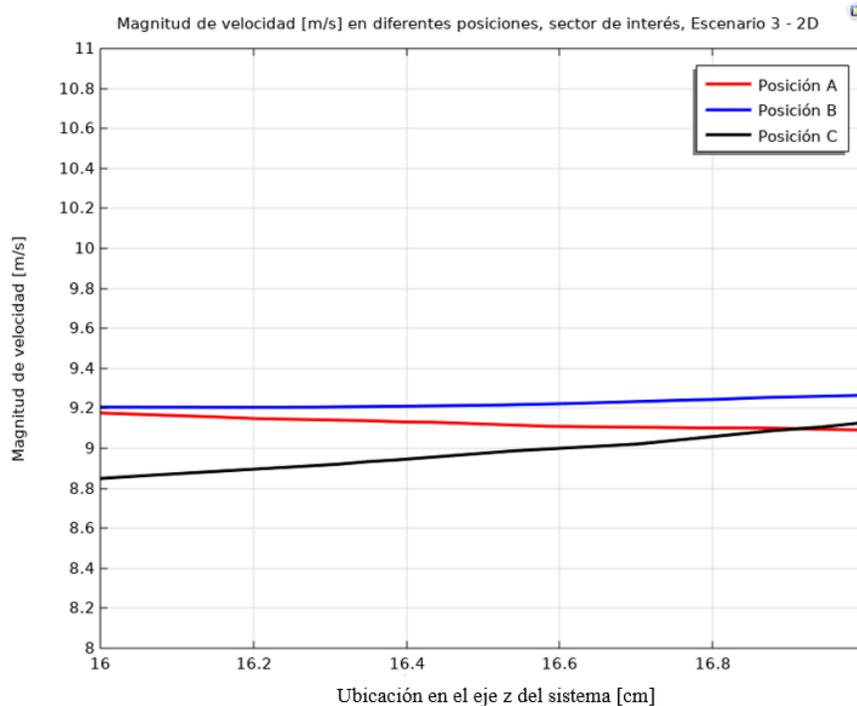
Al examinar los resultados obtenidos para el escenario 3, se nota que la presencia de gran cantidad de agujeros, en este caso 21 en el corte longitudinal seleccionado, homogeneizó el campo de

velocidades en comparación a los escenarios anteriores (1 y 2), *Ilustración 35*, donde se aprecia que prácticamente toda la zona D presenta magnitudes de velocidad similares.

Además, la *Ilustración 36* demuestra que existe homogeneidad en las líneas de flujo, eliminando las corrientes con trayectorias cerradas presentes en los escenarios 1 y 2. De igual manera es posible notar la cercanía de las velocidades evaluadas en diferentes posiciones, la *Ilustración 37* muestra que las tres tienen tendencias similares y se mueven dentro de un rango mucho menor a los escenarios anteriores. Presentando diferencias de 22%, 30% y 26% respectivamente para posiciones A, B y C respecto a la velocidad inicial, valores bastante cercanos entre sí.

Adicionalmente, se observa una mejora notoria en la homogeneidad de presiones en la zona D, evidenciada en la *Ilustración 38*, lo cual es corroborado con la gráfica de la *Ilustración 39*, donde los valores entre las presiones evaluadas en diferentes posiciones prácticamente se solapan en las diferentes posiciones evaluadas.

A continuación, se agregan la *Ilustración 40* e *Ilustración 41*, que muestran los resultados de variaciones de velocidad y presión en las posiciones definidas previamente para el rango de alturas entre los 16 y 17 cm de altura de la zona D, los cuales se discutirán más adelante.



*Ilustración 40: Magnitud de velocidad [m/s] en diferentes posiciones, sector de interés, Escenario 3 bidimensional.*

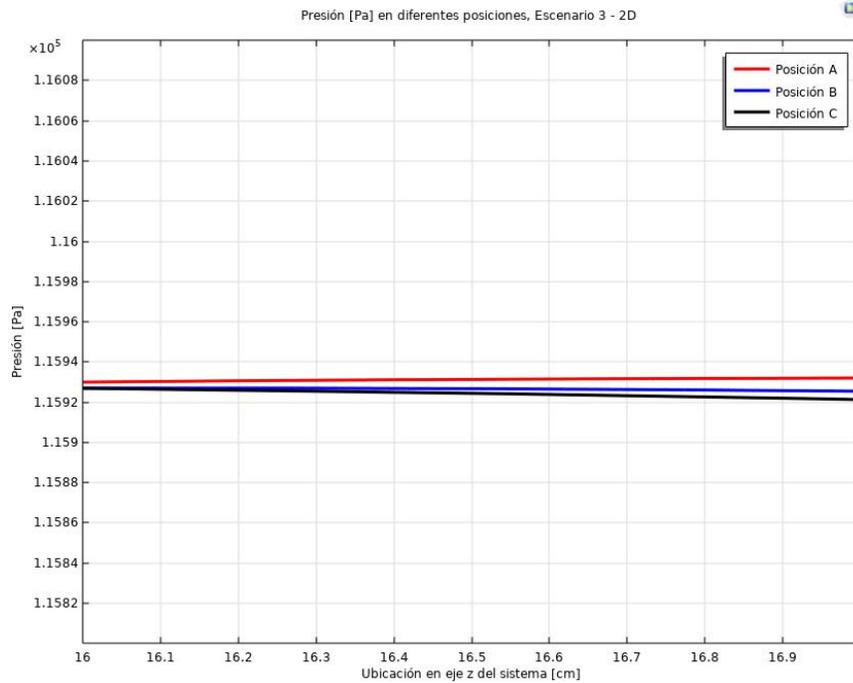


Ilustración 41: Presión [Pa] en diferentes posiciones, sector de interés, Escenario 3 bidimensional.

### 3.3.5 Selección de cantidad de perforaciones en zona C

A partir de los efectos de las modificaciones realizadas en cada caso, existieron cambios drásticos y notorios en la fluidodinámica del sistema. Por lo que, en función del objetivo buscado, que consistía en determinar el escenario que permitiera obtener homogeneidad de condiciones respecto a las variables mencionadas, se decide que el escenario 3 es el más favorable, debido a la homogeneidad presente en la fluidodinámica del sistema al introducir agujeros adicionales a la configuración.

En las siguientes secciones (3.3.6 y 3.3.7) se procede a simular los escenarios 4 y 5, que consisten en cambios de altura de la zona D, utilizando la disposición de 21 perforaciones (en corte longitudinal) para la zona C. Cuyo objetivo es determinar la mejor configuración para asegurar que las condiciones del sector de interés, donde se ubicará el sensor, varíen su magnitud en la menor proporción posible, para asegurar un buen funcionamiento.

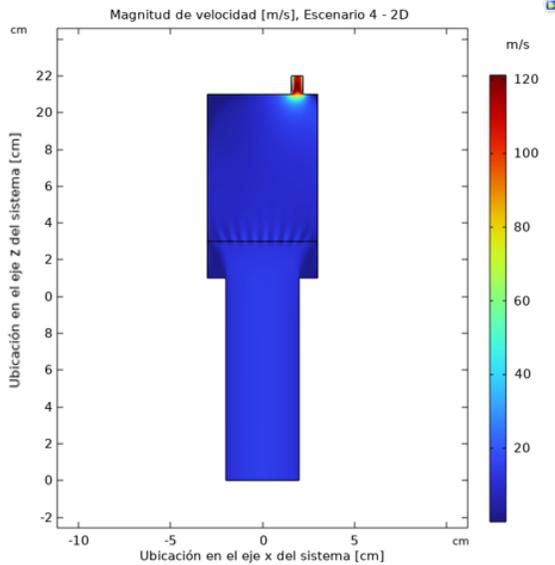
### 3.3.6 Simulación Escenario 4

A continuación, se procede a simular el escenario 4, considerando la configuración de la zona C previamente seleccionada y una disminución del 20% de la altura de la zona D (quedando de 8 [cm]), por lo que la figura tridimensional del escenario 3 (*Ilustración A-1 c*) presente en el *Anexo A.2*) sigue siendo representativa si se tiene en consideración el cambio mencionado.

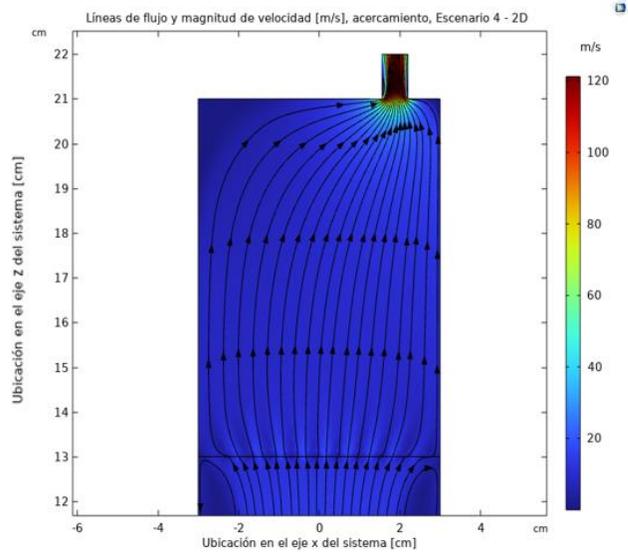
Una vez importada la configuración 2D a la plataforma de *COMSOL Multiphysics®*, se obtienen los resultados que se presentan a continuación.

## Resultados de velocidad

La *Ilustración 42* e *Ilustración 43* presentan los resultados obtenidos a través de la modelación de las velocidades en el sistema fluidodinámico analizado.

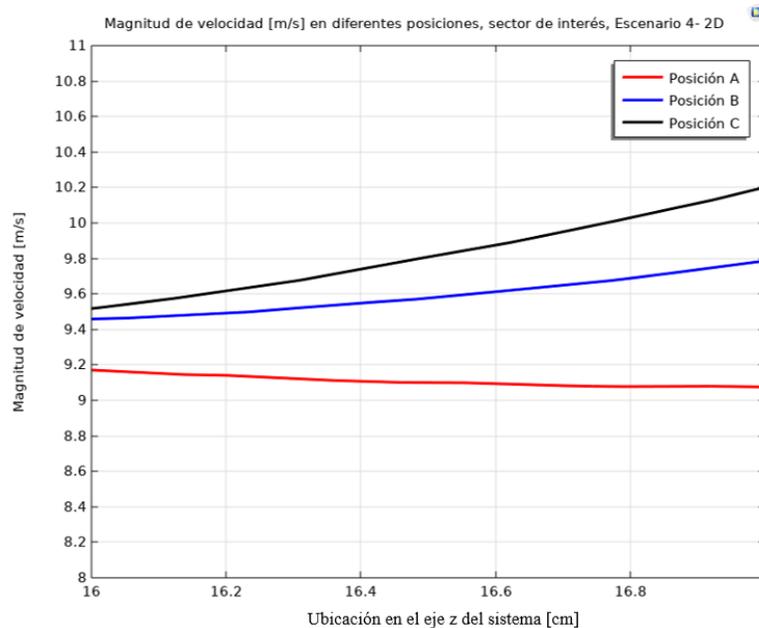


*Ilustración 42: Magnitud de velocidad [m/s], Escenario 4 bidimensional.*



*Ilustración 43: Líneas de flujo y magnitud de velocidad [m/s], zona D, Escenario 4 bidimensional.*

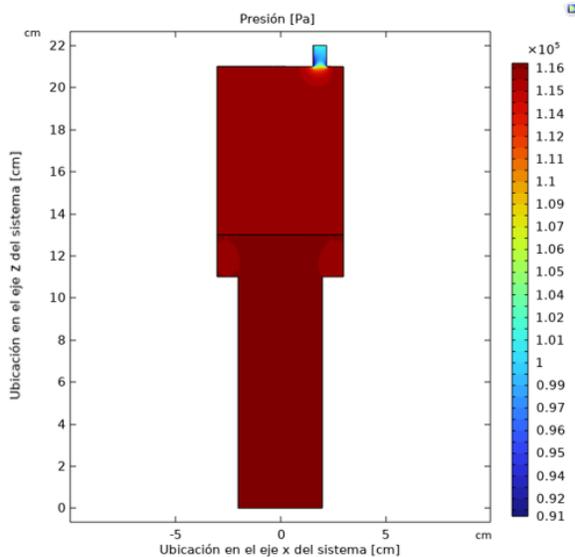
Es importante mencionar que debido a que se busca determinar las condiciones en el sector donde se ubicará el sensor, en la *Ilustración 44* se grafican las variaciones de velocidad en las posiciones definidas previamente para el rango de alturas de interés, es decir entre los 16 y 17 cm de altura de la zona D.



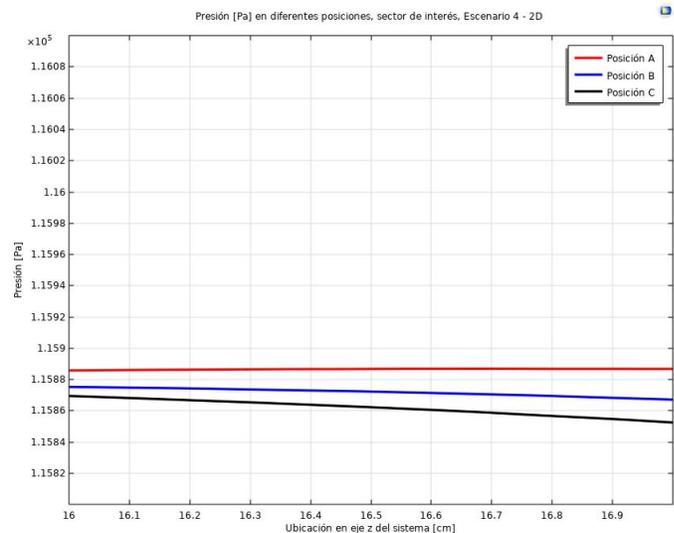
*Ilustración 44: Magnitud de velocidad [m/s] en diferentes posiciones, sector de interés, Escenario 4 bidimensional.*

### Resultados de presión

La *Ilustración 45* presenta los resultados obtenidos a través de la modelación de las presiones en el sistema fluidodinámico analizado, mientras que la *Ilustración 46* muestra las presiones en cada una de las posiciones definidas previamente para el rango de alturas de interés.



*Ilustración 45: Presión [Pa] en diferentes posiciones, sector de interés, Escenario 4 bidimensional.*



*Ilustración 46: Presión [Pa] en diferentes posiciones, sector de interés, Escenario 4 bidimensional.*

### 3.3.7 Simulación Escenario 5

Seguidamente, se simula el escenario 5, considerando la configuración de la zona C previamente seleccionada y un aumento del 20% de la altura de la zona D (quedando de 12 cm), por lo que la figura tridimensional del escenario 3 (*Ilustración A-1 c*) sigue siendo representativa si se tiene en consideración el cambio indicado.

Una vez importada la configuración 2D a la plataforma de *COMSOL Multiphysics®*, se obtienen los resultados que se presentan a continuación, clasificándose en referentes a la velocidad y a la presión.

### Resultados de velocidad

La *Ilustración 47* e *Ilustración 48* presentan los resultados obtenidos a través de la modelación de las velocidades en el sistema fluidodinámico analizado. Mientras que la *Ilustración 49* grafica las variaciones de velocidad en las posiciones definidas previamente para el rango de alturas de interés.

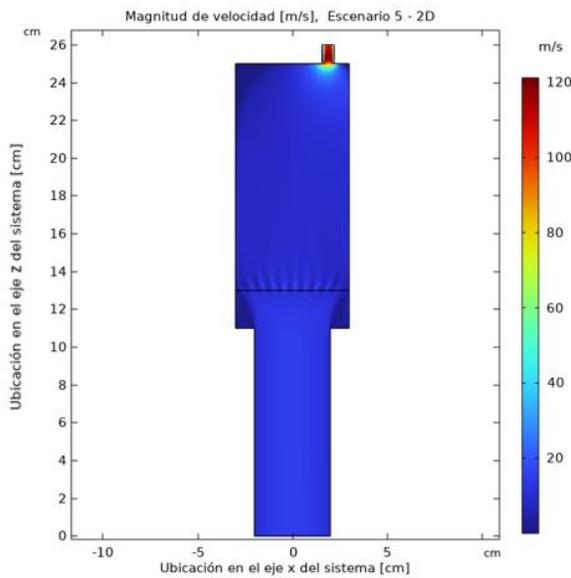


Ilustración 47: Magnitud de velocidad [m/s], Escenario 5 bidimensional.

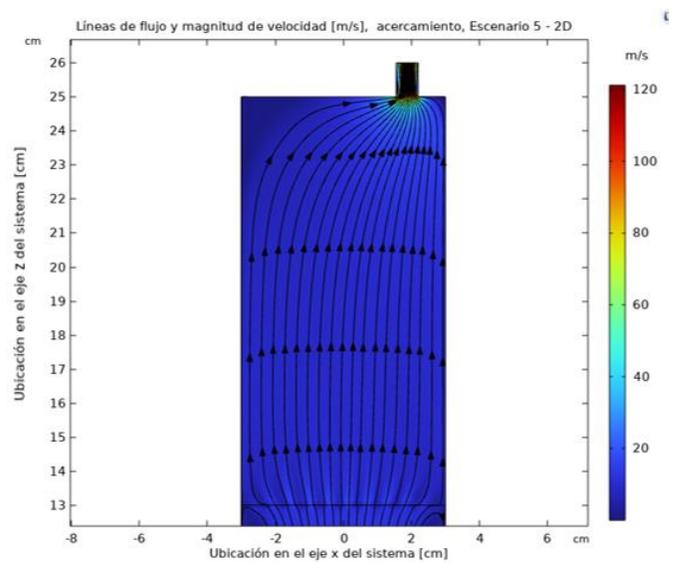


Ilustración 48: Líneas de flujo y magnitud de velocidad [m/s], zona D, Escenario 5 bidimensional.

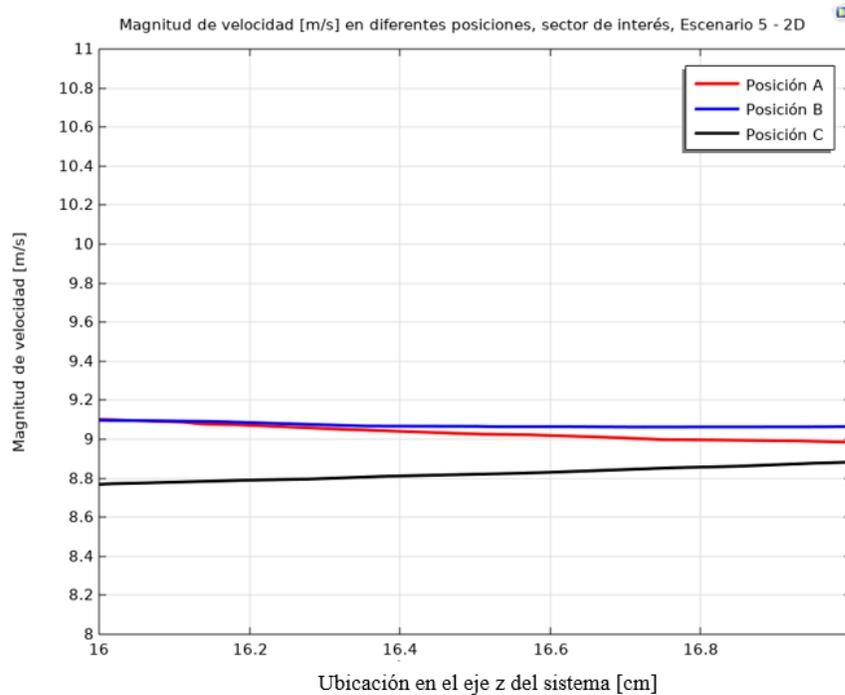


Ilustración 49: Magnitud de velocidad [m/s] en diferentes posiciones, sector de interés, Escenario 5 bidimensional.

### Resultados de presión

La Ilustración 50 presenta los resultados obtenidos a través de la modelación de las presiones en el sistema fluidodinámico analizado, mientras que la Ilustración 51 muestra las presiones en cada una de las posiciones definidas previamente para el rango de alturas de interés.

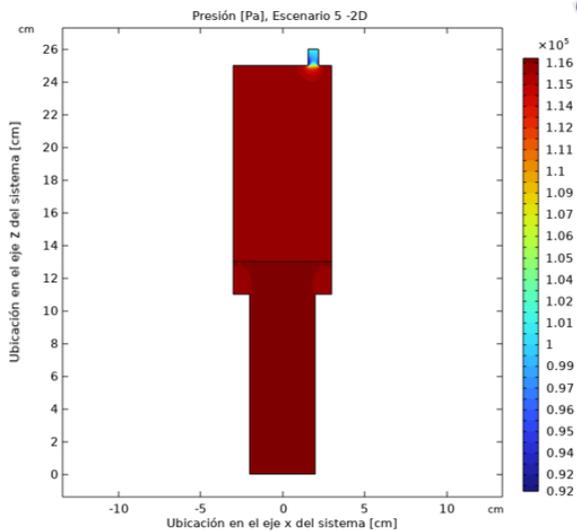


Ilustración 50: Presión [Pa], Escenario 5 bidimensional.

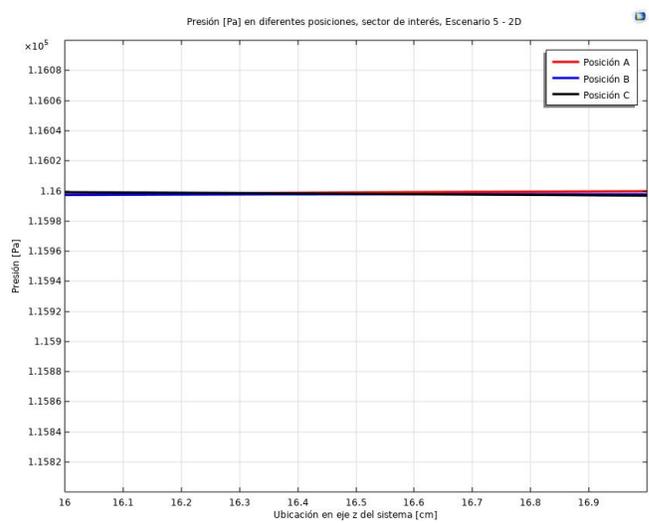


Ilustración 51: Presión [Pa] en diferentes posiciones, sector de interés, Escenario 5 bidimensional.

### 3.3.8 Selección de configuración definitiva

Se lleva a cabo un análisis y comparación de los resultados obtenidos en los últimos escenarios simulados, con el objetivo de determinar la configuración óptima que garantice la mínima variación en la magnitud de las condiciones del sector donde se ubicará el sensor. Esto se realiza con el fin de asegurar un funcionamiento óptimo y confiable del sistema.

Adicionalmente, como recurso para una mejor comparación, se presentan las variaciones de presión y velocidad para cada una de las posiciones entre los extremos del sector de interés, cuyos resultados se muestran en la *Tabla 6, revisar Anexo A.2 para mayor detalle acerca de los valores y cálculos asociados.*

Tabla 6: Resumen de variación de presión ( $\Delta P$ ) y velocidad ( $\Delta v$ ) entre los 16 y 17 [cm] del sistema, Escenarios 3, 4 y 5.

Resumen de variaciones			
Altura Zona D [cm]	10	8	12
<b>Escenario</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>
<b>Posición</b>			
<b>Porcentaje de variación de presión (<math>\Delta P</math>) [%]</b>			
<b>A</b>	1,8E-05	6,6E-06	1,6E-05
<b>B</b>	1,4E-05	7,2E-05	1,4E-06
<b>C</b>	5,1E-05	1,6E-04	2,2E-05
<b>Porcentaje de variación de velocidad (<math>\Delta v</math>)</b>			
<b>A</b>	0,9%	1,0%	1,2%
<b>B</b>	0,6%	3,5%	0,3%
<b>C</b>	3,2%	7,2%	1,4%

Comparando los vectores de campo de velocidad en la *Ilustración 36, Ilustración 43 e Ilustración 48*, correspondientes a los escenarios 3, 4 y 5 respectivamente, es posible deducir que no existen

mayores variaciones. Sin embargo, al realizar un acercamiento al área de interés ubicada entre los 16 y 17 cm de altura del sistema, se observan distintas tendencias de velocidad, además de moverse en rangos de magnitud diferentes. Es así como en el escenario 3, las velocidades se mueven en valores entre 8,8 y 9,2 m/s, tal como se puede ver en la *Ilustración 40*, donde los valores de la posición A, B y C se van acercando entre sí a medida que se avanza la “ubicación en el eje z del sistema”.

Por otro lado, el escenario 4 presenta velocidades entre 9,0 y 10,2 m/s, observable en la *Ilustración 44*, cuyos valores en las distintas posiciones tienden a alejarse a medida que se avanza en la altura del sistema. Mientras que, el escenario 5 se mueve en el rango de velocidades entre 8,7 y 9,1 m/s, teniendo una tendencia similar al escenario 3 respecto a la variación de magnitud en las posiciones evaluadas, tal como se ve en la *Ilustración 49*.

Considerando estos resultados ya es posible dilucidar que los escenarios 3 y 5 serían más estables en cuanto a condiciones de velocidad, en comparación al escenario 4, lo cual se corrobora con los resultados de la *Tabla 6*.

Realizando el mismo análisis respecto a las presiones, a simple vista no se ven mayores variaciones de magnitud entre la *Ilustración 38*, *Ilustración 45* e *Ilustración 50*. No obstante, al analizar la *Ilustración 41*, *Ilustración 47* e *Ilustración 51* para cada escenario, se observa que, una vez más, el escenario 4 presenta valores que se van alejando a medida que se avanza a lo largo del sistema, mientras que los escenarios 3 y 5 presentan magnitudes bastante cercanas entre sí, incluso llegando a solaparse las gráficas en este último, lo que se corrobora con los datos de la *Tabla 6*.

En consideración de los valores presentados, se determina que el parámetro decisivo es la velocidad, puesto que presenta mayores cambios entre los escenarios evaluados. De acuerdo con esto, es necesario determinar en qué posición se ubicarán los sensores, teniendo en cuenta que se debe elegir entre las posiciones B y C, para poder ubicar más de un sensor a lo largo de ese diámetro.

Nuevamente, analizando la *Tabla 6*, es posible notar que tanto en el escenario 3 como en el 5 existen menos variaciones en la posición B (0,6% y 0,3% respectivamente), que en la C (3,2% y 1,4% respectivamente). Luego, la posición B, identificada como “línea de medición intermedia”, será el lugar donde irá el material sensible a medir, para asegurar la menor variación de condiciones posibles en función del buen funcionamiento y resultados fiables de las medidas del sensor. Quedando el área de calefacción del sensor en la posición C, identificada como “línea de medición externa”.

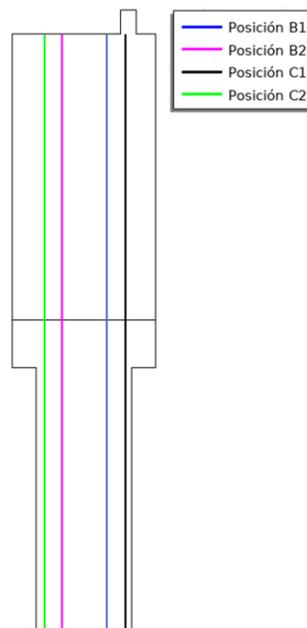
Una vez definido lo anterior, es necesario seleccionar entre los escenarios 3 y 5, considerando los valores asociados a la posición B. Considerando que tanto las condiciones de velocidad como de presión tienen una variación menor el escenario 5 debería ser el seleccionado como definitivo. Sin embargo y dado que la fabricación posterior será de carácter preliminar, se decide utilizar el escenario 3, ya que su largo permite mejor manipulación de los elementos internos de la zona D en comparación al escenario 5, además de considerar que la diferencia del 0,3% de variación de velocidad entre ambos escenarios es un valor tolerable para las medidas de la zona activa del sensor, permitiendo de todas formas una condición estable.

En conclusión, teniendo en cuenta todo descrito, se selecciona el escenario 3, ya que se considera que cuenta con condiciones suficientes para cumplir con los objetivos de homogeneidad, estabilidad y variación mínima de condiciones en el sector de interés ubicado entre los 16 y 17 cm de longitud del sistema, donde se ubicarán los sensores cuya sección activa será la cara interna (posición B) y la calefactora en su cara externa (posición C), lo que permitirá garantizar un funcionamiento óptimo y estable del sistema.

### 3.3.9 Determinación de cantidad de sensores para medida en simultáneo

Por último, y en consideración de las secciones anteriores, se procede a definir la cantidad de sensores que podrían someterse a pruebas en simultáneo, teniendo en cuenta la asimetría del sistema dada por la ubicación de la zona F.

Por lo que, utilizando la configuración del escenario 3 seleccionada, se evalúa en primer lugar la diferencia de los parámetros entre las posiciones definidas como B1, B2, C1 y C2, identificadas en la *Ilustración 52*. Donde B1 y C1 son las posiciones evaluadas en las secciones anteriores, mientras que B2 y C2 son la simetría axial respecto al eje z en el centro de la configuración.



*Ilustración 52: Identificación de sectores longitudinales para comparación de ubicación de sensores.*

De la comparación de velocidades entre la ubicación B1 y B2, donde se ubicaría la zona activa del sensor, se obtiene el gráfico a continuación:

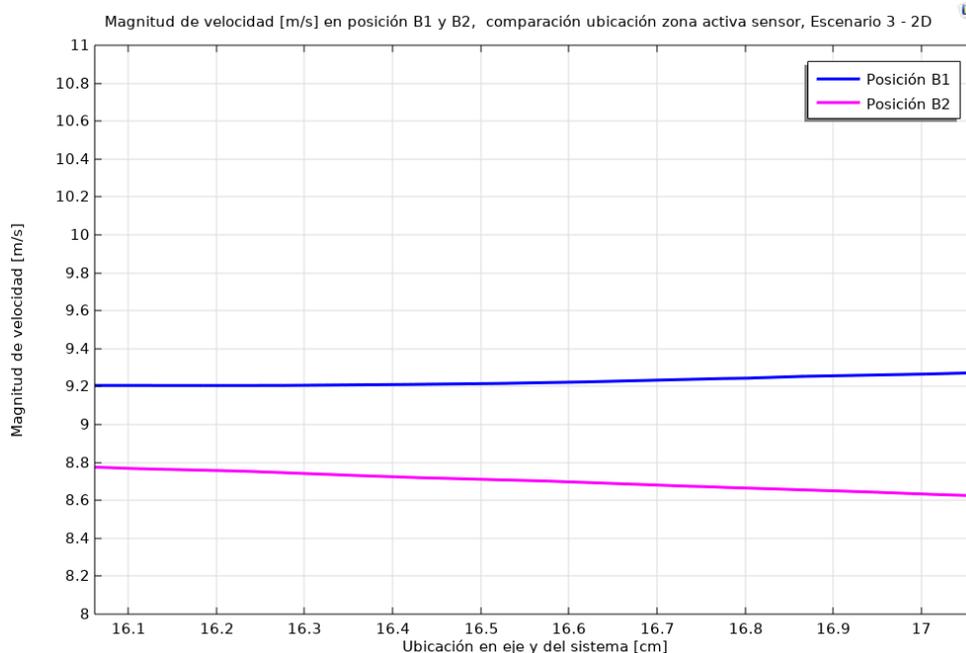


Ilustración 53: Comparación de velocidades zona activa sensor entre ubicaciones B1 y B2.

Mientras que para la zona calefactora se presenta la comparación entre las zonas C1 y C2 de la Ilustración 54:

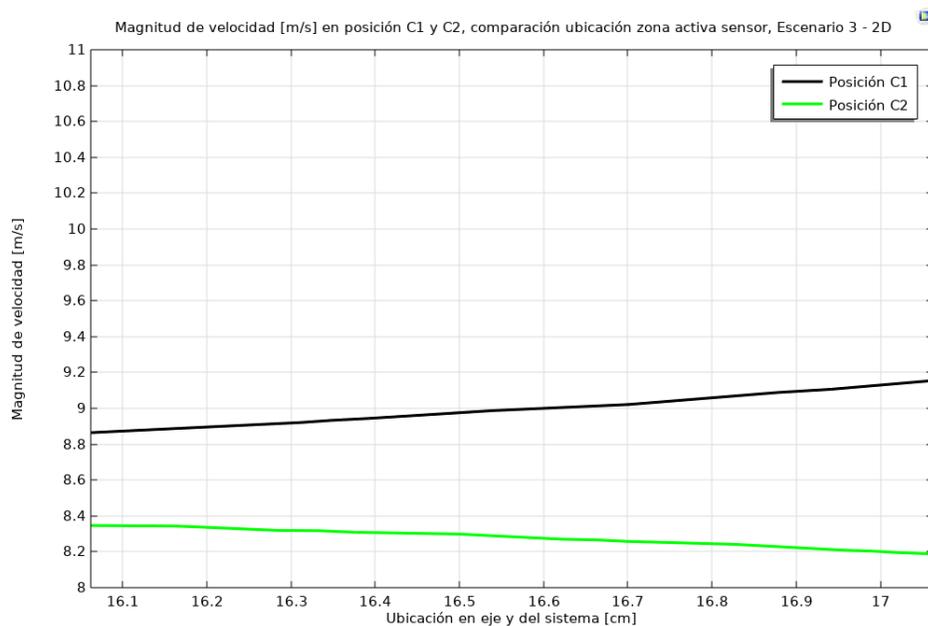


Ilustración 54: Comparación de velocidades zona calefactora sensor entre ubicaciones C1 y C2.

Además, para facilitar una comparación más precisa, se exponen las variaciones de presión y velocidad en los extremos del sector de interés, en la *Tabla 7*. Para obtener más información detallada sobre los valores y cálculos relacionados se puede consultar el *Anexo A.4*.

Tabla 7: Resumen de variación de velocidad ( $\Delta v$ ) en zona de interés para posiciones B1, B2, C1 y C2, Escenario 3.

Resumen de variaciones, Escenario 3		
Posición	Variación de velocidad ( $\Delta v$ )	Diferencia % entre posición 1 y 2
B1	0,6%	0,9%
B2	1,5%	
C1	3,2%	1,4%
C2	1,8%	

Analizando los resultados obtenidos, se puede ver que tanto en la *Ilustración 53*, como en la *Ilustración 54*, existen diferencias notorias entre las velocidades de cada posición, siendo de un 0,9% entre las posiciones ubicadas en el diámetro B (B1 y B2), y de un 1,4% en las posiciones del diámetro C (C1 y C2), tal como exponen los valores de la *Tabla 7*. Dado que se busca evaluar la alternativa de realizar medidas en simultáneo, es necesario descartar la posición B1/C1, ya que cuenta con características únicas debido a como se ve afectada por la ubicación de la zona F.

Adicionalmente, la simulación inicial realizada en 3D referente a los cortes transversales realizados en el escenario 1 (*Ilustración 20*) permite visualizar similitud entre los campos de velocidad de las posiciones que no se encuentran bajo la zona F, por lo que se trabajará bajo la suposición de que las condiciones evaluadas para la posición B2/C2 son similares para las ubicaciones propuestas para los otros sensores expuestos en la *Ilustración 55*.

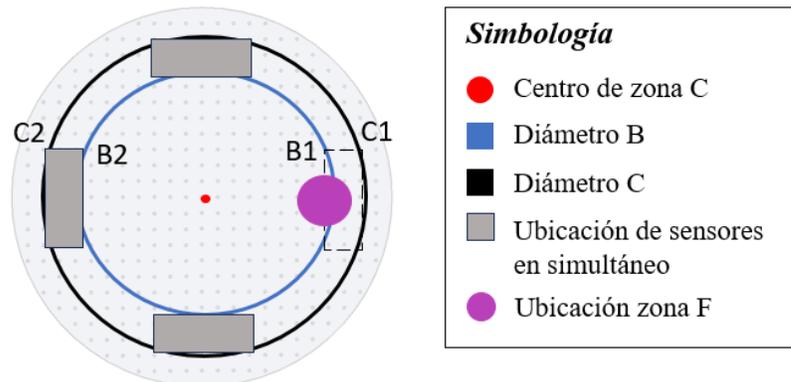


Ilustración 55: Vista superior de zona C, propuesta de ubicación de sensores.

Finalmente, y adicional a las conclusiones anteriores, se establece que es posible realizar tres mediciones en simultáneo ubicando los dispositivos según indica la *Ilustración 55*.

# Capítulo 4: Fabricación del sistema de medición

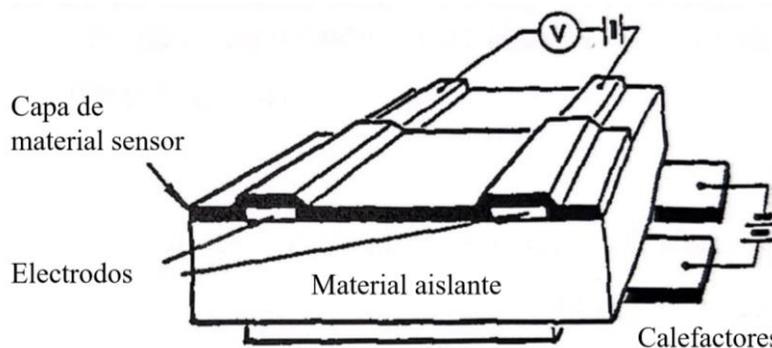
La fabricación de un sistema de medición de resistividad usando recubrimientos con propiedades de sensor de gas representa un paso fundamental en la creación de dispositivos de detección de gases altamente eficientes. En esta sección se describe en detalle el proceso de desarrollo y construcción de este sistema. Desde la elección de los materiales hasta la integración de componentes críticos, proporcionando una visión completa de la metodología de creación de un sistema que se espera sea capaz de medir con precisión y fiabilidad las propiedades eléctricas de recubrimientos como sensores de gas.

## 4.1 Componentes del sistema

### 4.1.2 Electrodo y Calefactor

Tal como se describe en la *Sección 2.4* el presente documento se centra en el desarrollo de un sensor de tipo quimiorresistivo para la medición de resistividad del óxido de estaño ante ambientes oxidantes y reductores. La mayoría de los sensores de gas basados en *SMOX* se realizan mediante el depósito de una capa sensora sobre un sustrato aislante provisto de electrodos y un calentador [21]. Los electrodos se utilizan para la lectura de la resistencia del material sensible (*SMOX*), mientras que el calefactor proporciona la temperatura de trabajo necesaria para permitir que ocurra la reacción en la superficie [38], [39].

Existen diversas formas y diseños para el montaje de estos componentes, pudiendo ser con electrodos en forma de espiral, membranas suspendidas, interdigitalizados, entre otros [38]. La *Ilustración 56* muestra una representación general de un sensor resistivo, junto a la identificación de sus elementos.



*Ilustración 56: Representación general de sensor resistivo. Adaptado de [8].*

Dentro del desarrollo de estos dispositivos, el problema sigue siendo la síntesis de materiales eficaces y su integración efectiva en un proceso de fabricación complejo. Este estudio se centra en

el sistema de medición, por lo que es de interés el desarrollo e interacción entre electrodos, material aislante y calefactores mencionados en la *Ilustración 56*.

Los electrodos y calefactores se fabrican combinando procesos de micromecanizado y película fina. Existen diversos métodos para su elaboración, entre los que se destaca la utilización de patrones fotolitográficos, especialmente debido a la resolución micrométrica obtenida en electrodos, permitiendo reducir el área sensible al gas en comparación con la serigrafía sobre sustratos cerámicos [38].

En cuanto a su material de fabricación se ha optado por el platino tanto para electrodos como para calefactores, debido a su buena estabilidad química, así como excelentes propiedades eléctricas y, por tanto, mayores respuestas ante la exposición a diferentes gases [38]. Mientras que para el material aislante se selecciona la alúmina, considerando su alta resistividad eléctrica y su gran conductividad térmica [40], además de su amplio uso y documentación en cuanto al uso en conjunto con el platino [41], [8], [13].

### **Principio de funcionamiento de calefactores**

Las resistencias calefactoras operan convirtiendo la energía eléctrica en calor mediante el *efecto Joule*. Este fenómeno se produce cuando una corriente eléctrica atraviesa un conductor y genera calor debido a las colisiones entre electrones y átomos en el material conductor. Es precisamente este proceso el que sirve de base para la fabricación del calefactor utilizado en este estudio [42].

La energía térmica ( $\Delta Q$ ) generada puede calcularse mediante la *Ecuación 11* [38].

$$\Delta Q = R \cdot I^2 \cdot \Delta t \quad \text{Ecuación 11}$$

donde:

$R$  = resistencia

$I$  = corriente a través del calefactor

$\Delta t$  = periodo de tiempo

Adicionalmente, el calor transferido por el calefactor es igual a la suma del calor cedido por conducción ( $Q_{\text{cond}}$ ), convección ( $Q_{\text{conv}}$ ), y radiación ( $Q_{\text{rad}}$ ) [38]. Luego, la ecuación presentada anteriormente puede expresarse como:

$$\Delta Q_{\text{cond}} + \Delta Q_{\text{conv}} + \Delta Q_{\text{rad}} = R \cdot I^2 \cdot \Delta t \quad \text{Ecuación 12}$$

La *Ilustración 57* representa lo anterior, donde es de interés el calor por conducción a través del dispositivo, puesto que el propósito fundamental de la presencia del calefactor es precisamente la transferencia de calor hacia la sección donde se deposita el material sensible.

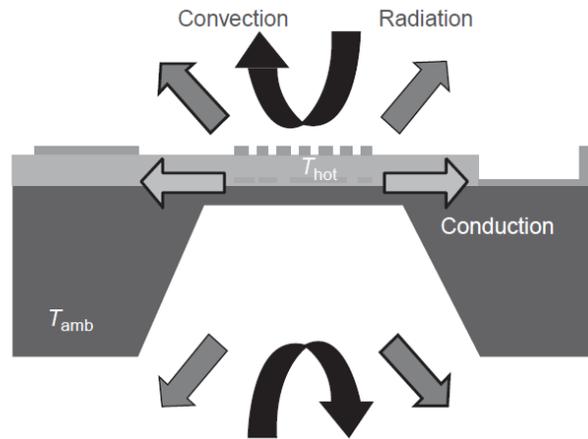


Ilustración 57: Pérdidas de calor en un dispositivo de microcalefacción: conducción, convección y radiación [38].

En este caso y para las pruebas que se desea realizar es necesario obtener una temperatura de 300 °C, para lo que se ha experimentado en el Laboratorio de Nanoestructuras y Semiconductores (LINSE) de Brasil, concluyendo que es necesaria una resistencia que se encuentre entre los valores de 100-200  $\Omega$ , por lo que se utilizará el valor objetivo promedio de 150  $\Omega$  en los cálculos realizados del estudio.

De este modo, el sistema funciona como representa la *Ilustración 9* donde, a través de contactos metálicos, se aplica un voltaje y corriente determinados (potencia), a una resistencia conocida cuya energía térmica y temperatura alcanzada fue previamente calibrada. Dando como resultado un sistema en el cual es posible mantener una temperatura objetivo estable, a la cual se está calentando el material sensible.

Por último, un factor importante a tener cuenta al momento de realizar pruebas de laboratorio es que las principales causas de fallo en el sistema dieléctrico se producen por grietas en el depósito o electromigración [38].

### **Principio de funcionamiento de electrodos**

Tal como se mencionó en la *Sección 2.4*, la transducción de los cambios en la superficie del SMOX se basa en cambios de las propiedades electrónicas del SMOX o de su superficie, que influyen en el transporte de carga dentro de la capa de detección y, por tanto, en la resistencia global medida [13].

Para la medición de esta resistencia es necesaria la presencia de electrodos aislados entre sí, que se conecten sólo y únicamente a través del material activo que cubre su superficie (capa de material sensor).

Además, los electrodos deben permitir la operación y evaluación en tiempo real del rendimiento del sensor, mediante la medición continua de la resistencia de éste, lo cual se consigue a través de contactos eléctricos y un sistema computacional desarrollado [13].

Finalmente, es relevante señalar que tanto para el calefactor como para los electrodos se utiliza un conector de tarjeta (tipo ranura) para realizar el contacto eléctrico entre el depósito de platino y el sistema de medición. El conector y sus medidas se presentan en la *Ilustración 58*.

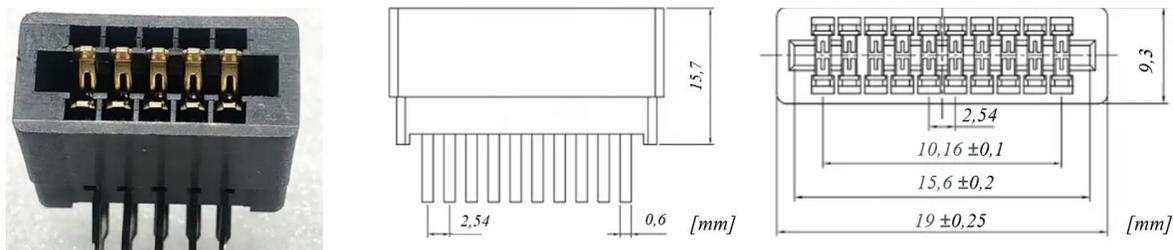


Ilustración 58: Conector de tarjeta tipo ranura utilizado para contacto eléctrico de sensores. Adaptado de [43].

### Fabricación

El proceso general de fabricación de electrodos y calefactores se resume en el diagrama de proceso de la *Ilustración 59*, dividiéndose en 4 etapas: preparación de sustrato, realización de moldes, depósito y montaje del sistema. Cada una de ellas se subdivide en operaciones para las que fue necesario definir parámetros, seleccionar materiales y equipos, caracterizar resultados, entre otros.

El resultado final es la obtención de un sensor como el expuesto en la *Ilustración 60*, cuyos componentes fueron descritos en la *Ilustración 56*.

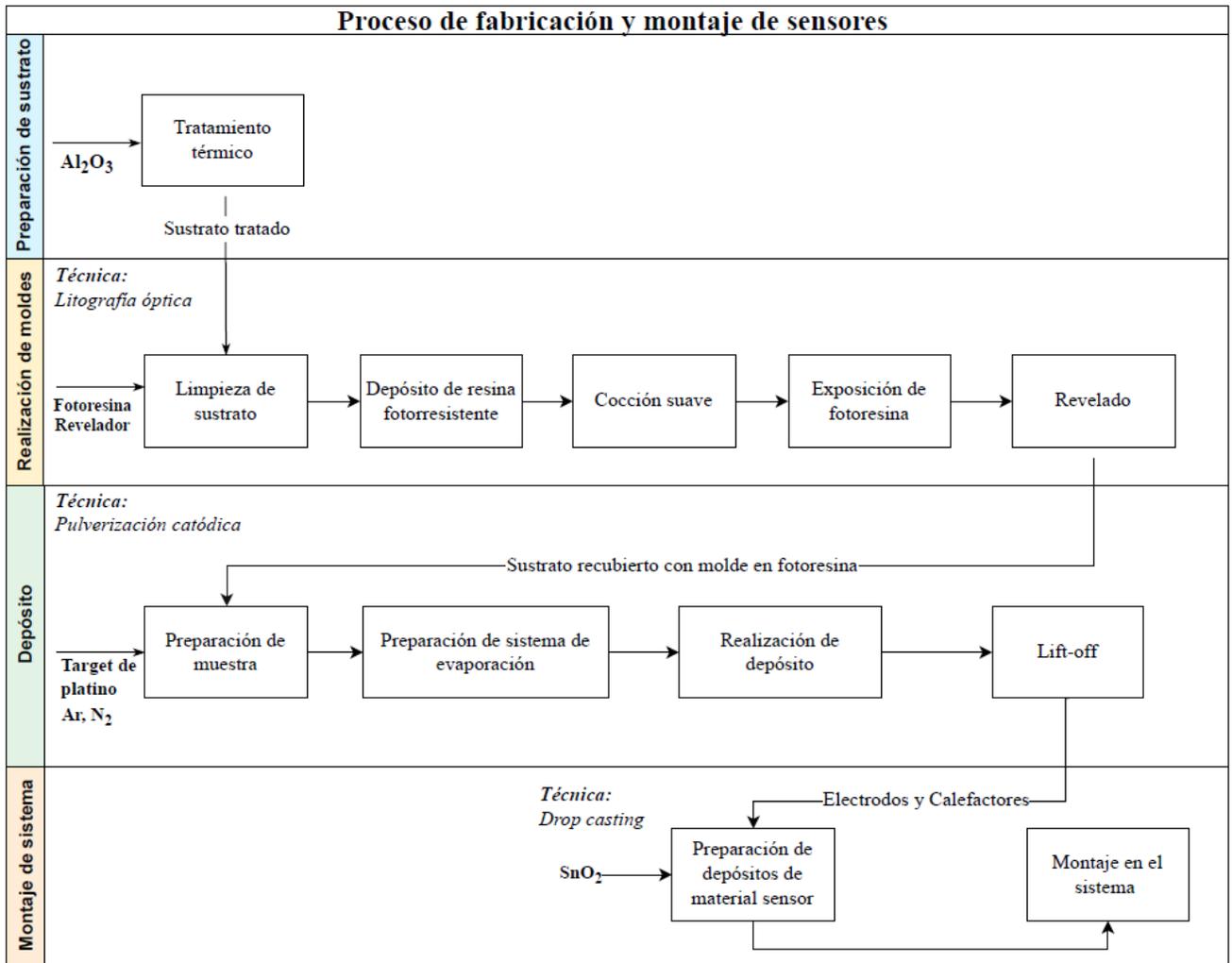


Ilustración 59: Diagrama de proceso de fabricación de sensor.

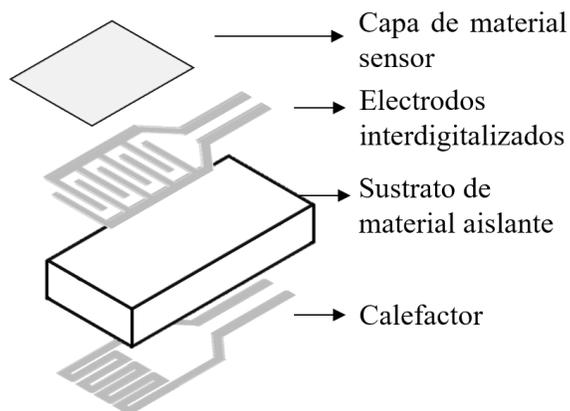


Ilustración 60: Representación de resultado final esperado para fabricación de sensor.

### 4.1.3 Sistema de gases

El sistema de medición debe contar con cilindros de aire sintético, y la mezcla diluida de los gases a medir, como por ejemplo monóxido de carbono (CO) y oxígeno (O<sub>2</sub>), los que serán necesarios para realización de pruebas del material sensor a distintas concentraciones y temperaturas.

En el presente estudio, se emplea un controlador de flujo másico (*MFC, por sus siglas en inglés*) en cada línea de gas, el que permite ajustar el flujo de forma precisa y reproducible.

### 4.1.4 Sistema computacional

El sistema computacional junto a la instalación eléctrica permite la evaluación en tiempo real del sensor, por lo que es necesario contar con un sistema diseñado a medida para la configuración y montaje utilizado.

En este caso se mencionan los requerimientos mínimos que se desean medir y/o implementar con el sistema:

- Control y monitoreo de los *MFC*, donde se incluya la calibración previa realizada.
- Controlar potencia y monitoreo de la temperatura del calefactor, incluyendo calibración previamente efectuada.
- Programación de tiempos y concentración de ciclos de gas.
- Medición y visualización en tiempo real de los valores de resistencia de los sensores.
- Almacenamiento de datos medidos.

## 4.2 Preparación del sustrato

Para emplear eficazmente el material aislante, en este caso, alúmina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), se desarrolló un protocolo de preparación para depositar sobre la superficie, puesto que existen grandes variaciones de alturas entre distintas zonas de la superficie de una misma muestra dependiendo de la región investigada [44]. Por lo que, tener en consideración el control de su rugosidad es de gran importancia para la homogeneidad, y por tanto calidad de recubrimientos obtenidos.

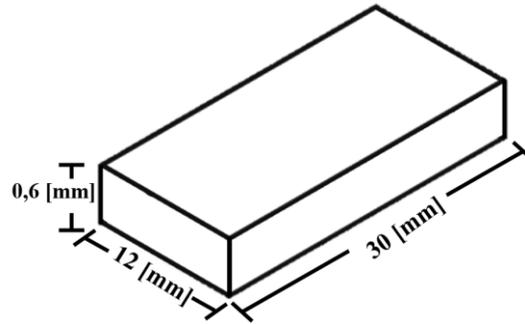
En cuanto a las alternativas para el tratamiento de la rugosidad de alúminas, diversos estudios han evaluado el efecto de la temperatura en el tamaño de grano y densificación del material. Dentro de los principales resultados se ha determinado que a medida que aumenta la velocidad de calentamiento (350 °C/min), disminuye el tamaño de grano y la densidad del material se ve afectada de forma negativa, decreciendo bruscamente [45]. Mientras que, por el contrario, al disminuir la velocidad de calentamiento (50 a 200 °C/min), se obtienen muestras de alúmina más densas y menos porosas, lo que supone un mayor valor de densidad [45], [46].

A su vez, junto al proceso de densificación o eliminación de poros se produce un crecimiento de granos, modificando la microestructura. Según [47] “*durante este proceso el tamaño de grano promedio se incrementa a medida que los granos pequeños son absorbidos por los más grandes. El crecimiento da lugar a una disminución del área total de los bordes*”, lo cual influencia la rugosidad de la muestra [48].

## 4.2.2 Metodología

Con el propósito de establecer un proceso térmico adecuado para los sustratos de alúmina empleados, se siguió la metodología que se detalla a continuación. Esto se hizo con el objetivo de lograr una superficie uniforme que fuera propicia para llevar a cabo los pasos subsiguientes en el proceso de recubrimientos y depósitos.

Los sustratos utilizados corresponden a muestras de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), cuyas dimensiones se detallan en la *Ilustración 61*, marca *Electrónica Beilong* [49].



*Ilustración 61: Dimensiones sustrato de alúmina.*

### I. Caracterización de blanco

Para obtener las condiciones iniciales previas al tratamiento térmico, es necesario caracterizar la rugosidad de los sustratos bajo la técnica de *WLI* en conjunto con el software *MountainsLab*®, programa que permite obtener valores estadísticos de la rugosidad de la muestra.

De esta forma, se determinó una línea base para comparar con los resultados posteriores.

### II. Pruebas de tratamiento térmico

Se llevaron a cabo pruebas de tratamiento térmico a diversas temperaturas (700, 800, 900, 1000, 1100 y 1200 °C). Las que se realizaron utilizando un *horno tubular compacto* marca *Nabertherm*. Cabe mencionar que este equipo ajusta automáticamente el período de enfriamiento en función de la temperatura de operación, por lo que este parámetro no se considera dentro del análisis.

#### ***Velocidad de calentamiento***

Las características de calentamiento se dividen en dos rampas, de 1 y 4 h respectivamente. La elección de este último tiempo se basa en investigaciones previas que han demostrado que la densificación (sinterización) aumenta a medida que se prolonga el tiempo de tratamiento térmico [46].

#### ***Rugosidad***

Por último, se realizó la caracterización de las muestras utilizando la técnica *WLI*, para determinar parámetros de rugosidad en los datos analizados.

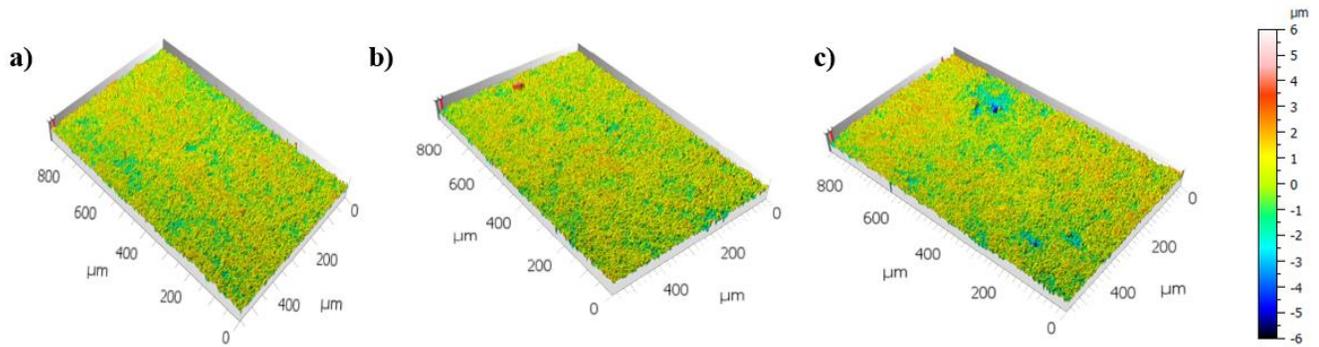
A modo de comparación se posicionaron las muestras tratadas térmicamente junto a una muestra de alúmina sin tratar (blanco), por lo que cabe mencionar que existe un espacio micrométrico entre las muestras que se deja ver en los resultados.

## 4.2.3 Resultados y discusión

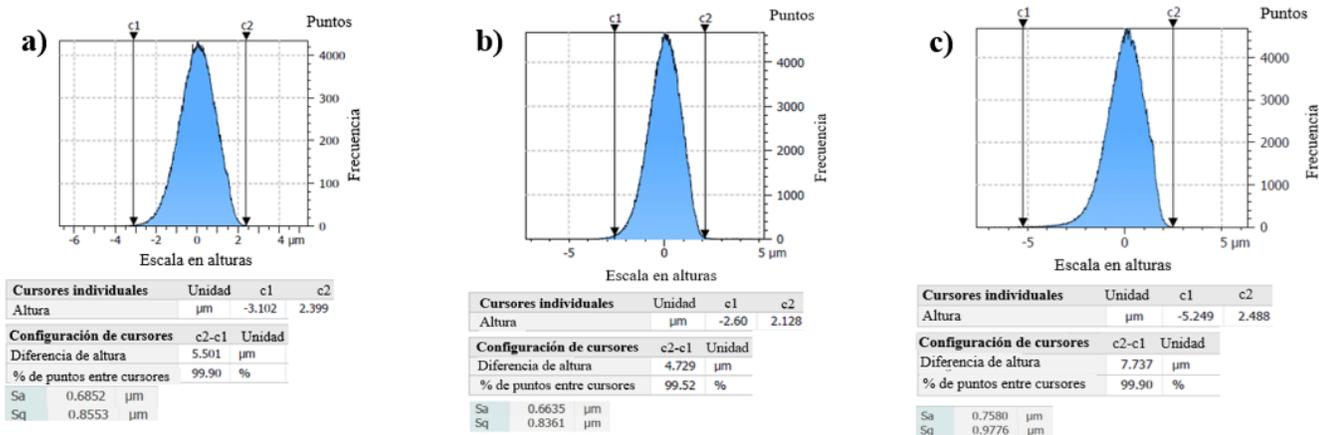
### I. Caracterización de blanco

Para la caracterización del blanco se analizó una muestra de alúmina, sin tratar térmicamente, en tres áreas diferentes, ya que, este material suele presentar fluctuaciones significativas de rugosidad dentro de una misma muestra. Además, para cada sector analizado se realizó un histograma con los datos de rugosidad de la superficie, lo que permite observar la distribución de datos y la diferencia entre el punto máximo y mínimo de la zona observada.

Los resultados obtenidos mediante WLI utilizando un objetivo con magnificación de 20X se observan en la *Ilustración 62* e *Ilustración 63*.



*Ilustración 62: Resultados WLI, analizado en software MountainsLab®. Imágenes 3D correspondientes a: a) sector 1, b) sector 2 y c) sector 3.*



*Ilustración 63: Resultados WLI, analizado en software MountainsLab®. Histogramas de datos de rugosidad correspondientes a: a) sector 1, b) sector 2 y c) sector 3.*

A primera vista, según la *Ilustración 62* los resultados obtenidos parecieran tener superficies similares. Sin embargo, analizando los datos obtenidos desde los histogramas de la *Ilustración*

63, se observa que la diferencia de altura entre el pico más alto y el punto más bajo tiene valores entre los 4,7 y 7,7  $\mu\text{m}$ . Este valor es especialmente significativo, ya que en etapas posteriores se realizarán recubrimientos de platino sobre el material para conexiones eléctricas. Por lo que cualquier disparidad en la superficie de esta magnitud podría resultar en problemas graves relacionados con la conductividad, lo que requeriría un uso excesivo de material para corregirlo. Es por esto que se propone la implementación de un tratamiento térmico con el objetivo de reducir la rugosidad de la superficie.

Además, el valor de  $S_q$ , que representa la desviación estándar de la distribución de alturas en la superficie de la muestra, permite concluir que el sustrato de alúmina exhibe una variabilidad significativa en los valores de rugosidad superficial, siendo esta cercana a 1  $\mu\text{m}$ . Por lo que, en consideración de la disparidad de datos entre las muestras, se opta por tomar un blanco de referencia para cada muestra a evaluar. De esta manera, se podrá realizar una comparación precisa utilizando datos específicos correspondientes a cada muestra.

## II. Pruebas de tratamiento térmico

### **Velocidad de calentamiento**

Como se menciona en la *Sección 4.2*, se realizan pruebas a 6 temperaturas diferentes, para las que se detalla en el *Anexo B* las rampas de temperaturas y tiempos empleados, lo que permite calcular las velocidades de calentamiento expuestas en la *Tabla 8*.

*Tabla 8: Velocidades de calentamiento en tratamiento térmico de alúminas.*

Identificación de muestra	Temperatura final [°C]	Velocidad de calentamiento rampa 1 [°C/min]	Velocidad de calentamiento rampa 2 [°C/min]
#A1700	700	4,60	1,45
#A1800	800	5,25	1,67
#A1900	900	6,21	1,88
#A11000	1000	7,07	2,08
#A11100	1100	7,80	2,29
#A11200	1200	8,77	2,50

De los valores de velocidad utilizados se espera que las muestras de alúminas obtenidas posterior a los tratamientos térmicos sean más densas y menos porosas, puesto que se encuentran en un orden considerablemente menor (1,45-2,50 °C/min) al mencionado en la *Sección 4.2.2*, donde se indica que a grandes velocidades de calentamiento (350°C/min) la densidad del material decrece bruscamente.

### **Rugosidad**

Para el análisis de la superficie se seleccionó cada sección por separado (blanco y muestra tratada), lo que permite obtener los valores característicos diferenciadamente. Cabe mencionar lo indicado en la *Sección 4.2.2*, respecto a que existe un espacio micrométrico entre el blanco y la muestra tratada que se deja ver en las figuras de la *Ilustración 64*.

La técnica es realizada utilizando un objetivo con magnificación de 20X.

A continuación, se detallan los resultados obtenidos para las caracterizaciones correspondientes en cada caso. En la *Tabla 9* se especifican los valores de la desviación estándar de la distribución de alturas de la muestra ( $S_q$ ), mientras que en la *Tabla 10* se exponen los valores de la media aritmética de rugosidad de la muestra ( $S_a$ ). En ambos casos acompañados del cálculo de disminución porcentual de los valores entre blanco y muestra tratada.

*Tabla 9: Resultados análisis de rugosidad de superficie de blanco vs. muestra tratada térmicamente. Desviación estándar de distribución de alturas de la muestra ( $S_q$ ).*

Identificación de muestra	Desviación estándar de la distribución de alturas ( $S_q$ )		Diferencia porcentual blanco/muestra [%]
	Muestra sin tratamiento térmico ( <i>Blanco</i> ) [ $\mu\text{m}$ ]	Muestra tratada térmicamente [ $\mu\text{m}$ ]	
#A1700	5,54	1,28	76,89
#A1800	6,81	1,49	78,12
#A1900	5,89	1,00	83,02
#A11000	5,21	0,85	83,69
#A11100	5,59	0,78	86,05
#A11200	7,29	0,81	88,89

*Tabla 10: Resultados análisis de rugosidad de superficie de blanco vs. muestra tratada térmicamente. Media aritmética de rugosidad de la muestra ( $S_a$ ).*

Identificación de muestra	Media aritmética de rugosidad ( $S_a$ )		Diferencia porcentual blanco/muestra [%]
	Muestra sin tratamiento térmico ( <i>Blanco</i> ) [ $\mu\text{m}$ ]	Muestra tratada térmicamente [ $\mu\text{m}$ ]	
#A1700	4,53	1,03	77,26
#A1800	5,55	1,12	79,81
#A1900	4,73	0,79	83,30
#A11000	4,24	0,69	83,73
#A11100	4,52	0,62	86,28
#A11200	5,94	0,58	90,24

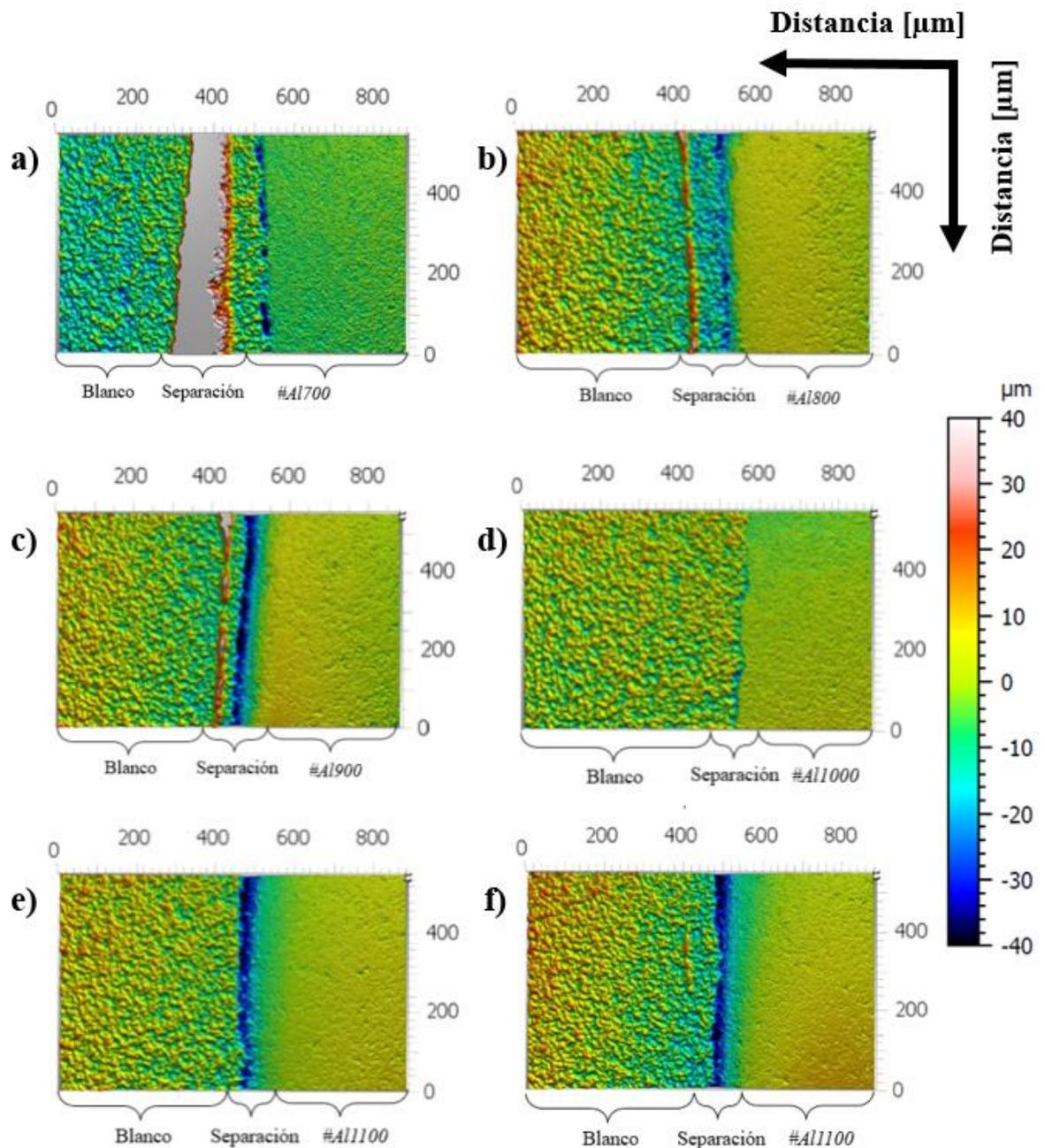
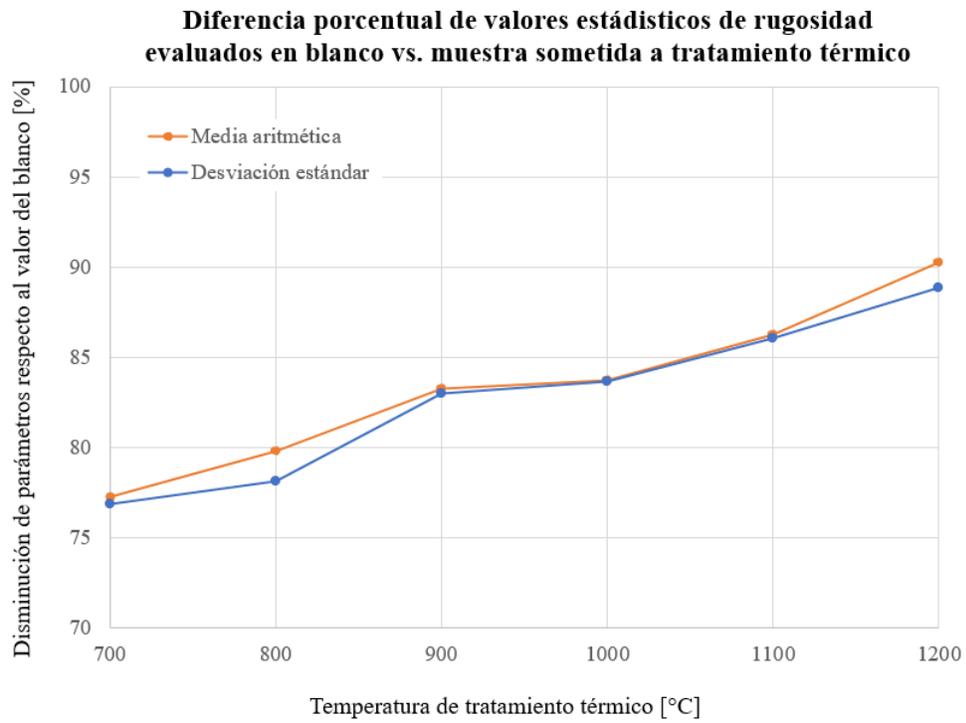


Ilustración 64: Resultado de tratamiento térmico en muestras a distintas temperaturas a)700°C, b)800°C, c)900°C, d)1000°C, e)1100°C, f)1200°C. Para cada una en el sector izquierdo se ubica alúmina sin tratamiento (blanco) y sector derecho alúmina tratada. Realizado mediante técnica WLI en software MountainsLab®.

Como resumen de los análisis de superficie presentados, se confecciona el gráfico expuesto en la *Ilustración 65*, que exhibe la diferencia porcentual de valores estadísticos de rugosidad evaluados en cada muestra tratada en comparación con su blanco respectivo.

Se puede observar que tanto la desviación estándar como la media aritmética disminuyen a medida que se incrementa la temperatura de tratamiento térmico. Cuya diferencia porcentual entre el blanco y la muestra tratada, es la más alta al llegar a los 1200 °C, obteniendo una diferencia por-

centual de desviación estándar de distribución de alturas de la muestra de un 88,89% y una diferencia en la media aritmética de 90,24%.



*Ilustración 65: Gráfico resumen de diferencia porcentual evaluada en valores estadísticos de superficie en pruebas de tratamiento térmico.*

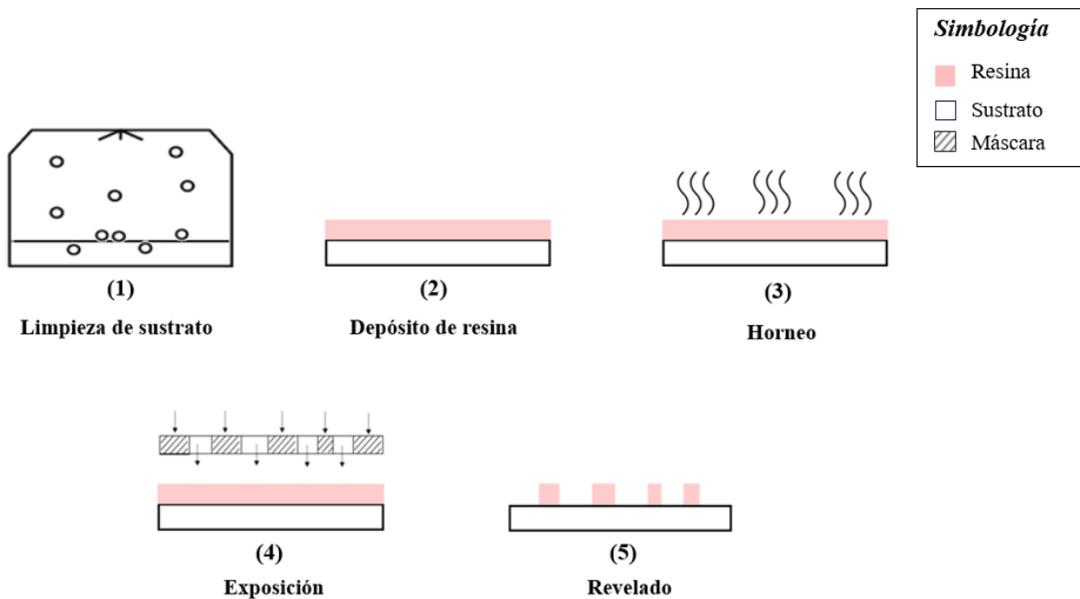
Se observa que el tratamiento térmico aplicado a los sustratos de alúmina cambia la rugosidad de las muestras. La reducción de los valores analizados, y por tanto el aumento de diferencia porcentual entre las muestras tratadas térmicamente a 1200°C y su respectivo blanco, señala con claridad que la elección de la temperatura y velocidad de crecimiento fue acertada, logrando así una disminución considerable en la rugosidad de la superficie.

### 4.3 Litografía óptica

La litografía es una de las técnicas más importantes para fabricar estructuras a microescala, por lo que suele utilizarse en la industria electrónica para la producción de dispositivos semiconductores de microchip. Dependiendo del tipo de fuente de energía utilizado, las técnicas litográficas se clasifican en distintas categorías: fotolitografía, litografía electrónica, litografía de rayos X y litografía iónica [50], [51].

La fotolitografía es un método óptico empleado para transferir un patrón a un sustrato, permitiendo definir contornos o estructuras en su superficie con el propósito de modificar y ajustar sus propiedades para llevar a cabo funciones específicas [52], [53]. Permite obtener pequeños dispositivos o microestructuras cuyo principal uso suelen ser los circuitos integrados de semiconductores o sistemas nanoelectromecánicos [53]. Además, tiene usos en la industria e investigaciones relacionadas a la óptica, fotónica, biotecnología, sensorica y obtención de superficies con características especiales.

Un proceso litográfico óptico típico contiene varios pasos para fabricar el dispositivo [51], [52], [50] presentados en la *Ilustración 66*.



*Ilustración 66: Esquema de proceso litográfico.*

Cabe destacar que es preciso efectuar todos los procesos en una *sala limpia* ya que la presencia de pequeñas partículas de polvo u otros contaminantes pueden dañar el correcto funcionamiento del dispositivo fabricado [53].

## 4.3.2 Metodología

En esta sección se presenta la metodología por cada etapa de preparación mencionada en la *Ilustración 66*. Para mayor detalle acerca del protocolo de procedimiento dirigirse al Anexo C.1.

El objetivo de utilización de esta técnica es la fabricación de moldes o máscaras para electrodos y calefactores, que posteriormente serán sometidos a un proceso de pulverización catódica.

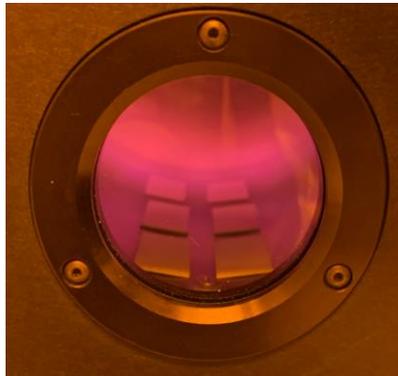
Los principales insumos utilizados son:

- **Fotoresina:** S1811 G2-1 QT (Positiva), marca *Rohm and Hass Electronic Materials*.
- **Revelador:** Solución de Hidróxido de tetrametilamonio pentahidratado ( $C_4H_{23}NO_6$ ) diluido en agua destilada a distintas concentraciones.
- **Sustrato:** Alúmina ( $Al_2O_3$ ), tamaño 30 x 12 mm tratada térmicamente a  $1200^\circ C$  como se expone en la *Sección 4.2*.

### I. Limpieza de sustrato

Esta etapa se lleva a cabo mediante el uso de plasma (*plasma cleaning*), ya que se ha demostrado que es un método confiable, eficaz, económico y seguro para preparar superficies. La limpieza con plasma de oxígeno permite eliminar aceites y grasas a nivel nanométrico [54].

En este caso, se utiliza el equipo *Plasma Cleaner PDC-002* de *Harrick Plasma*, cuyo color característico para el plasma de aire se observa en la *Ilustración 67*.



*Ilustración 67: Plasma cleaning de sustratos.*

### II. Depósito de resina fotoresistente

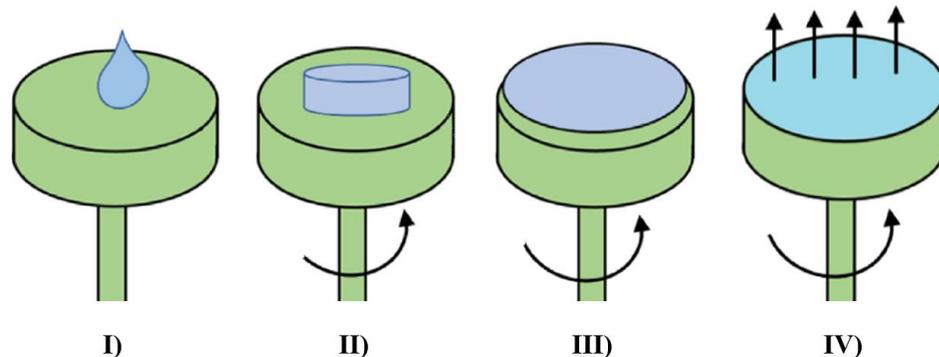
La impregnación del sustrato con resina puede llevarse a cabo con variadas técnicas [52], tales como:

- *Spin coating* (recubrimiento por rotación)
- *Spray coating* (recubrimiento por pulverización)
- *Dip coating* (recubrimiento por inmersión)

En este caso, la aplicación de interés corresponde al *spin coating* o recubrimiento por rotación, el cual a través de la centrifugación se utiliza en la fabricación de películas finas

(del orden de nanómetros a micras) para el depósito uniforme de revestimientos de materiales orgánicos sobre superficies planas [52]. El equipo utilizado corresponde a un *spin coater* marca *Laurell*, modelo *WS-400BZ-6NPP/LITE*.

Cabe mencionar que, al funcionar a través de la centrifugación, el espesor de la película depositada viene determinado por la velocidad del centrifugado y viscosidad del material. Por lo que, a mayor viscosidad o menor velocidad del proceso, mayor espesor de la película [50]. El proceso de *spin coating* consta de cuatro pasos [52], expuestos en la *Ilustración 68* y descritos posteriormente:



*Ilustración 68: Proceso de spin coating o recubrimiento por rotación, en el cual se muestran los procesos de I) Depósito, II) y III) Centrifugado y IV) Evaporación. Adaptado de [52].*

Se posiciona la fotoresina en el plato giratorio mediante una pipeta pasteur desechable (I) y se inicia el proceso de centrifugado (II), el cual se acelera hasta las revoluciones necesarias dependiendo del material. Esto permite que la solución aplicada se distribuya uniformemente debido a la fuerza centrípeta (III), al mismo tiempo que su velocidad provoca una reducción gradual del espesor de la capa.

Durante todo el proceso, se produce una evaporación homogénea del disolvente, facilitada por la rápida rotación (IV). Los compuestos altamente volátiles son eliminados, mientras que los de menor volatilidad se depositan en la superficie del sustrato [52].

Se debe tener en consideración que la eficiencia del proceso es muy baja en términos de pérdida de material, puesto que, en general, el 95%-98% del material se desprende y se elimina durante el proceso y sólo el 2%-5% del material se dispersa sobre el sustrato [52].

Además, las revoluciones necesarias para realizar la impregnación del sustrato con resina dependen del material, por lo que es necesario determinar los parámetros de velocidad de centrifugado para obtener una distribución uniforme de la fotoresina *S1811 G2-1 QT* sobre la superficie. Para lo anterior se recurre a interpolaciones entre valores conocidos de acuerdo a fichas técnicas, y análisis bajo la técnica de *WLI* utilizando un objetivo con magnificación de 20X, en conjunto con el software *MountainsLab®*.

### III. Horneo

Tras el recubrimiento por centrifugado, la película se somete a un horneado suave, necesario para eliminar los compuestos no evaporados del disolvente, los que podrían interferir en el proceso posterior [50].

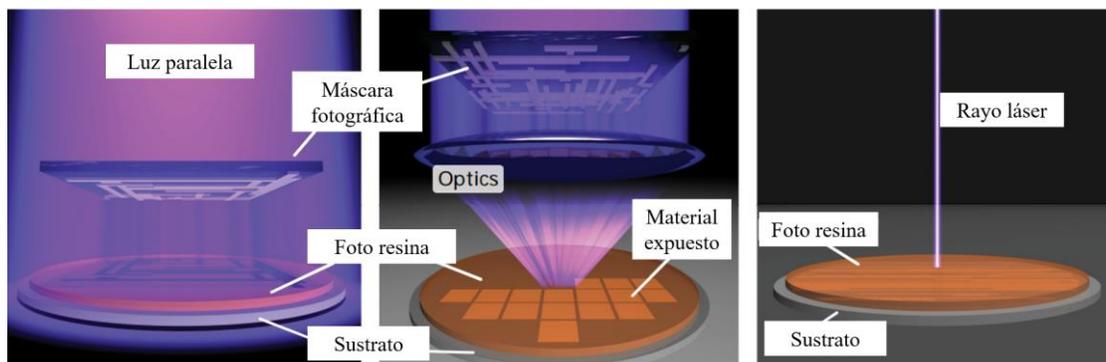
Las temperaturas y tiempo de horneado dependen del material y su espesor. El proceso puede ser realizado en un horno por convección o por inducción en una placa calefactora llamada *hotplate*.

En este caso se emplea la placa calefactora marca *Fisher Scientific* serie *Isotemp*, para la cual se utiliza una *cámara de imagen térmica* marca *ULIRvision* modelo *TI175*, que permite comprobar la homogeneidad de temperaturas en su superficie y definir el lugar donde posicionar el sustrato que se someterá al horneado.

A continuación, fue necesario definir el tiempo y temperatura de horneado de la muestra impregnada en fotoresina para establecer las condiciones óptimas que aseguren un proceso satisfactorio posteriormente. Para lo anterior se utilizó un montaje con el *hotplate* junto a una *termocupla* tipo varilla marca *YCT* modelo *YC-711D*, lo que permitió definir el tiempo de cocción en función de la temperatura utilizada.

### IV. Exposición de la fotoresina

La irradiación de la fotoresina se realiza mediante un patrón de luz ultravioleta intenso, para el cual existen diversas técnicas, tales como: proyección directa con alineador de máscara, exposición escalonada de superficies parciales mediante óptica de reducción, escritura directa por láser, respectivamente expuestas en la *Ilustración 69* [55].



*Ilustración 69: Métodos más habituales para la exposición de capas fotorresistentes, izquierda: proyección directa con alineador de máscara, centro: exposición escalonada de superficies parciales mediante óptica de reducción, derecha: escritura directa por láser [55].*

En este punto es importante diferenciar los comportamientos entre las resinas positivas y negativas, ya que esta exposición provoca un cambio químico que modifica las propiedades, cambiando la solubilidad del sector irradiado y permitiendo que este pueda ser eliminado en el caso de una resina positiva, mediante una solución especial llamada revelador o *developer*. Mientras que, en el caso de una resina negativa, la exposición provoca que la región no sea soluble en el revelador [50], [52], [51].

La dosis de exposición utilizada dependerá de cada material y cuanto mayor espesor tenga la película, mayor será la dosis necesaria para el resultado óptimo del proceso [50].

En este caso, se utiliza la escritura directa por láser, considerando su alto nivel de precisión para el orden micrométrico del diseño a realizar. El proceso se realiza a través del equipo *MLA-100 Alineador sin máscara de sobremesa*, el cual se utiliza paralelamente conectado a un computador con el software *HIMT MLA*, que permite introducir toda la información necesaria para realizar el diseño sobre el sustrato.

Una vez dicho lo anterior, y dado que la resina *S1811 G2-1 QT* es positiva, se establece que, al exponer distintas zonas según el diseño seleccionado, se producirá una reacción química que permite que la resina sea soluble en ese sector. Por lo que, es necesario determinar el diseño de electrodos y calefactores adecuados para una correcta exposición y obtención del diseño en la fotoresina, acción que se realizó mediante la plataforma de *AutoCAD®*.

Adicionalmente, se definió el nivel de exposición al cual se someterá la resina, el que se basa en los datos obtenidos en la ficha técnica [56] y pruebas de laboratorio.

#### V. Revelado

El proceso de revelado o *developing*, suele llamarse “disolución”, en el caso de resistencias negativas, y “grabado”, para resistencias positivas [50]. Existen diversas técnicas, entre las que se encuentran los revelados húmedos, seco, químico-seco y fisicoquímico.

En este estudio se utiliza el *developing* húmedo, proceso en el cual el sustrato se sumerge en una solución química (inmersión) o esta se pulveriza sobre él [50]. Luego, las características de la fotoresina hacen que el área expuesta a la luz sea fácilmente eliminada con un disolvente orgánico [53].

Las principales ventajas del revelado húmedo son su alta selectividad y reproducibilidad, obtención de superficie de grabado con baja rugosidad (suave) y su velocidad de revelado es controlable con la concentración del agente revelador [50].

La superficie de las muestras resultantes depende del tiempo de revelado y la agitación sobre los resultados obtenidos, dado que los productos de reacción pueden funcionar como una barrera entre el revelador y la superficie del material [50], tal como se muestra en la *Ilustración 70*.

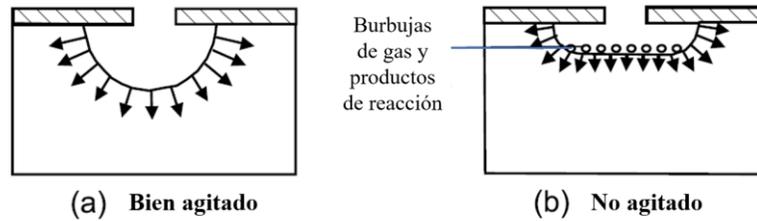


Ilustración 70: Perfil del revelado húmedo: (a) bien agitado y (b) no agitado; las longitudes de las flechas representan las velocidades de revelado. Adaptado de [50].

En este caso, se utilizó el *developing* húmedo, bajo técnica por determinar, con una solución química (revelador) compuesta por hidróxido de tetrametilamonio pentahidratado ( $C_4H_{23}NO_6$ ) en agua destilada a distintas concentraciones.

Las caracterizaciones necesarias para verificar la calidad del recubrimiento se llevaron a cabo mediante *SEM*, utilizando el equipo marca *Phenom ProX*.

El insumo  $C_4H_{23}NO_6$  se presenta como material particulado y para la preparación de la solución se debe determinar la concentración que permita cumplir la función de revelar el diseño expuesto. El pesaje del material se realizó con una balanza marca *Shimadzu* modelo *TX223L*.

En cuanto a la manipulación de la sustancia, debe realizarse dentro de una cámara de guantes, para permitir su manejo dentro de una atmósfera inerte (argón), dado que el material es higroscópico. Posteriormente, y una vez masada la cantidad de material a utilizar, se retira de la cámara, se diluye y agita con agua destilada dentro de un vaso precipitado.

### 4.3.3 Resultados y discusión

A continuación, se presentan los resultados de la definición de parámetros y discusiones de la fabricación del molde para electrodos y calefactores en las etapas correspondientes de la metodología para la realización del proceso de litografía óptica descrito previamente.

#### I. Parámetros proceso spin coater

De acuerdo con la ficha técnica de la resina utilizada [56], la máxima uniformidad de recubrimiento se alcanza normalmente entre las velocidades de centrifugado entre 3500 y 5500 rpm.

Además, es necesario tener en cuenta que el uso de perfiles de aceleración con rampas pronunciadas y una meseta corta intermedia como la mostrada en la *Ilustración 71* contribuye a lograr películas más gruesas y uniformes [57]. Por lo tanto, se implementó una rampa de tiempos específica para llevar a cabo pruebas a diversas velocidades en la meseta, cuyos valores se muestran en la *Tabla 11*.

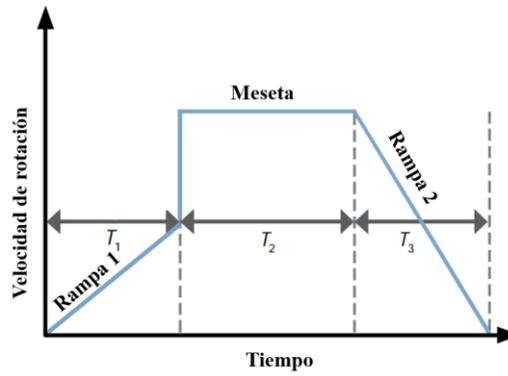


Ilustración 71: Perfil de tiempos y velocidades utilizado para recubrimiento por rotación. Adaptado de [57].

Tabla 11: Pruebas de spin coating para diferentes velocidades en la meseta intermedia.

Parámetro	Rampa 1	Meseta	Rampa 2
Velocidad [rpm]	Desde 0 a 500	a) 3500 b) 4000 c) 4500 d) 5000 e) 5500 De 500 a	Desde velocidad en meseta a 0
Tiempo [s]	30	40	30

Las muestras obtenidas de las pruebas descritas se exponen en la *Ilustración 72*.

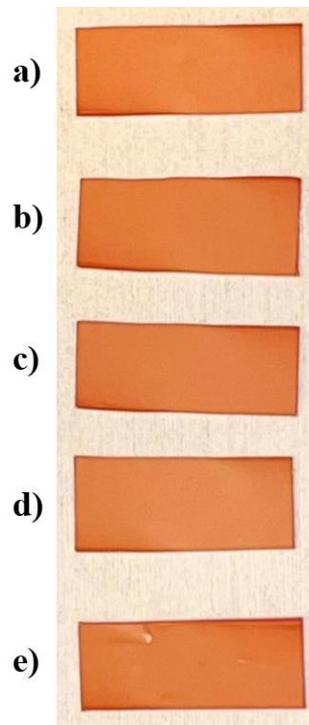
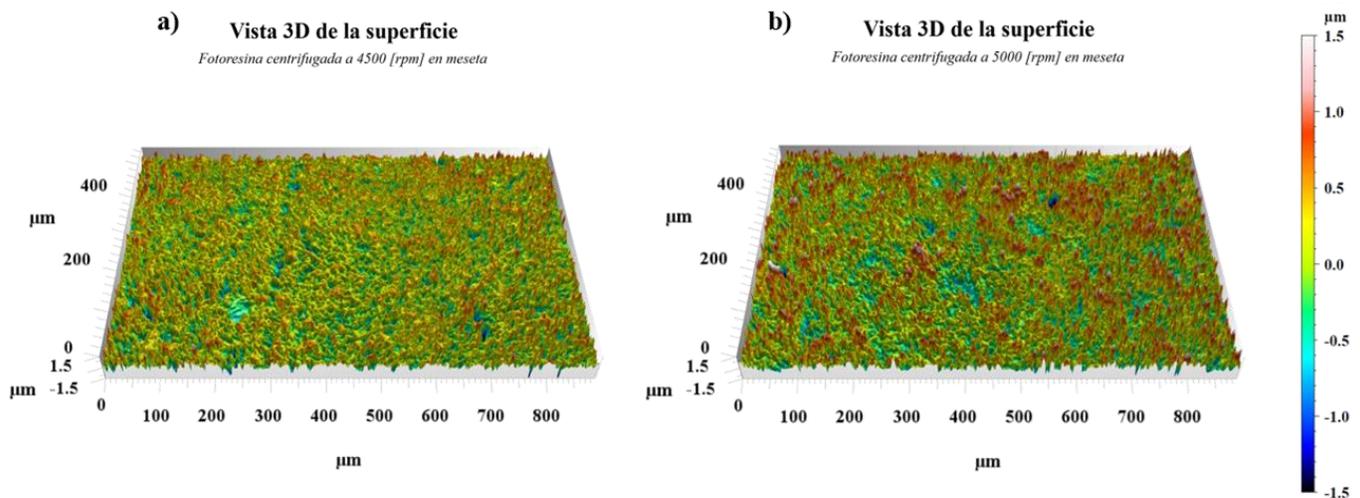


Ilustración 72: Pruebas de recubrimiento por centrifugación: a) 3500 rpm, b) 4000 rpm, c) 4500 rpm, d) 5000 rpm y e) 5500 rpm.

En términos cualitativos, se puede concluir que todas las muestras centrifugadas exhiben áreas de mayor concentración de resina en los bordes superior derecho e inferior izquierdo. Sin embargo, en las muestras de 4500 y 5000 rpm, esta concentración parece disminuir. Además, se establece que la centrifugación a 5500 rpm no resulta eficaz, ya que la alta velocidad provoca puntos donde la resina no se deposita correctamente.

Dado lo anterior, se realizaron pruebas mediante la técnica *WLI* a los casos de 4500 y 5000 rpm, para estudiar las características de superficie y poder seleccionar la velocidad que permita obtener un espesor homogéneo sobre toda el área de la muestra, considerando que de este modo existen menos posibilidades de quemar sectores de resina debido a un horneado diferenciado en la superficie (de acuerdo a lo especificado en la *Sección 4.3.2*).

Los resultados del análisis se presentan en la *Ilustración 73 a)* para la resina centrifugada a 4500 rpm y *b)* para la de 5000 rpm. Además, la *Tabla 12* muestra la desviación estándar de la distribución de alturas de la muestra ( $S_q$ ) en ambos casos. La técnica fue realizada utilizando un objetivo con magnificación de 20X en el equipo *MFT-5000 Tribometer* junto a su posterior tratamiento digital de los datos en el software *MountainsLab®*, cuyas herramientas permiten obtener los datos expuestos a continuación.



*Ilustración 73: Vista 3D de topografía de superficie en sustrato con fotoresina centrifugada: a) 4500 [rpm] y b) 5000 [rpm] mediante técnica WLI realizado en software MountainsLab®.*

*Tabla 12: Desviación estándar de distribución de alturas ( $S_q$ ) en las superficies estudiadas.*

	Muestra a 4500 [rpm]	Muestra a 5000 [rpm]
Desviación estándar de distribución de alturas de la superficie ( $S_q$ ) [ $\mu\text{m}$ ]	0,357	0,447

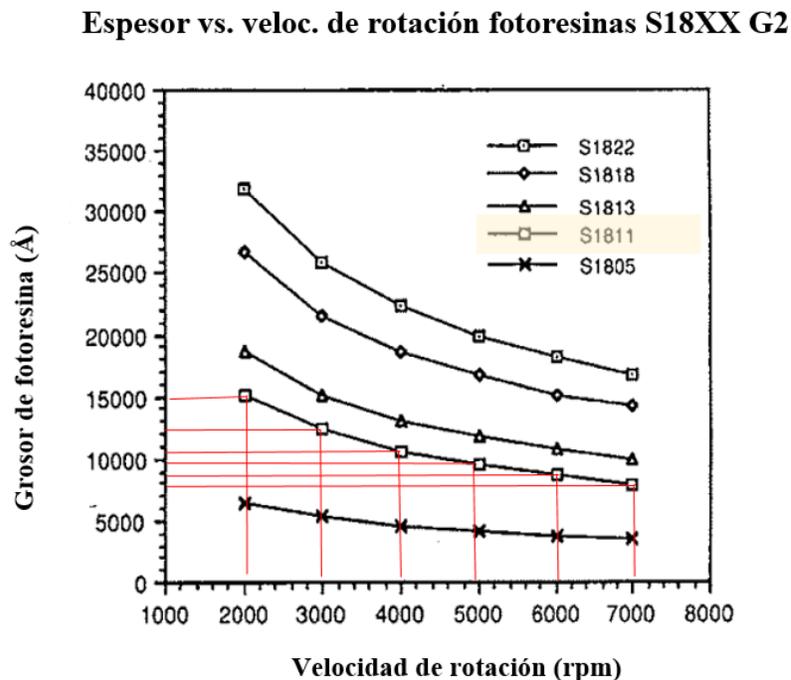
Analizando los resultados obtenidos, en cuanto a la homogeneidad del depósito, se aprecia en ambas figuras de la *Ilustración 73* una gran variedad de colores, lo que refleja la variabilidad de alturas en la superficie según la escala que allí se establece. Sin embargo, y como se manifiesta en la *Tabla 12*, la desviación estándar de los datos de altura en la superficie es mayor en el caso centrifugado a 5000 rpm, presentando un valor de aproximadamente 0,1  $\mu\text{m}$  mayor que el caso realizado a 4500 rpm.

En consideración de lo anterior, se determina que la velocidad a utilizar en la meseta es de 4500 rpm, puesto que la menor desviación en la distribución de alturas de su superficie se traducirá en mayor homogeneidad del depósito realizado sobre ella.

## II. Parámetros proceso de soft bake

### a) Determinación de temperatura de horneado

Tal como fue mencionado en la sección previa, la homogeneidad de la superficie obtenida es muy relevante para el proceso de horneado, ya que de acuerdo a ésta se define la temperatura necesaria y suficiente para hornear la fotoresina. Por lo que, se utilizaron los valores presentes en la ficha técnica [56], específicamente el gráfico de espesores de película vs. velocidad de centrifugado (*Ilustración 74*) para elaborar una línea de tendencia, expuesta en la *Ilustración 75*, cuya ecuación permite interpolar un valor de espesor de resina para la velocidad de centrifugación seleccionada.



*Ilustración 74: Gráfico de espesores de película vs. velocidad de centrifugado. Adaptado de [56].*

### Grosor vs. veloc. de rotación fotoresina S1811 G2

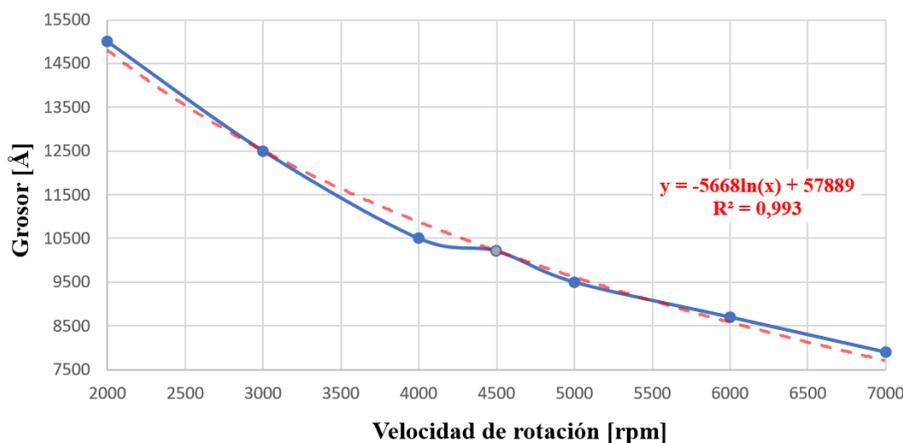


Ilustración 75: Línea de tendencia e interpolación de valores para spin coating con resina S1811 G2.

De acuerdo a lo anterior, se define la *Tabla 13* con el valor interpolado según la ecuación definida para la línea de tendencia presente en la *Ilustración 75*.

Tabla 13: Interpolación de valor para spin coating de fotoresina.

Veloc. de rotación [rpm]	Espesor de fotoresina [µm]
2000	1,50
3000	1,25
4000	1,05
<b>Interpolación</b>	
4500	1,02
5000	0,95
6000	0,87
7000	0,79

Por lo tanto, se espera que el espesor obtenido sea alrededor de los 1,02 µm para la resina centrifugada a 4500 rpm.

Luego, de acuerdo a los datos expuestos en la ficha técnica respecto de la resina S1813, la temperatura necesaria para un espesor de 12300 Å son 115°C [56], asumiendo una relación lineal dado que las resinas son similares, se realizó el cálculo de temperatura necesario en el caso de la resina S1811 según la *Ecuación 13* y el dato de espesor calculado anteriormente.

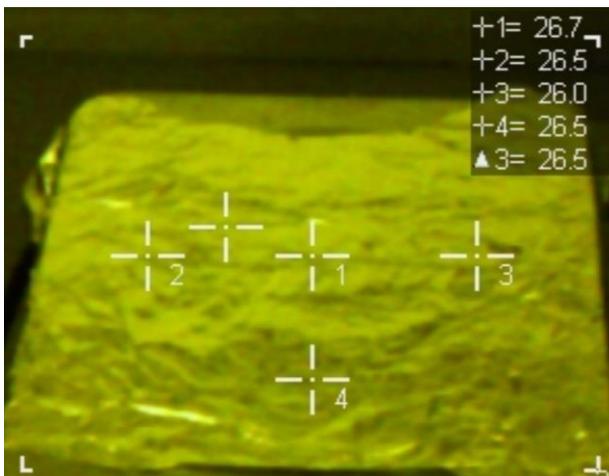
$$T_{soft-bake,S1811} = \frac{Espesor_{S1811} \cdot T_{soft-bake,S1813}}{Espesor_{S1813}} \quad \text{Ecuación 13}$$

$$T_{soft-bake,S1811} = \frac{10200 [\text{Å}] \cdot 115[^\circ\text{C}]}{12300 [\text{Å}]} = 95,37 [^\circ\text{C}]$$

Según los resultados obtenidos, la temperatura para el proceso de cocción suave de la resina S1811 será de aproximadamente 95,4°C, valor que se debe verificar en las etapas posteriores de este apartado.

#### ***b) Determinación de ubicación de sustrato en hotplate***

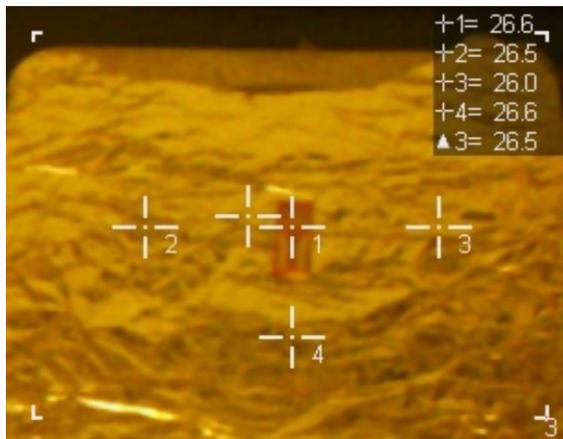
Considerando que es necesario conseguir un proceso reproducible, se desea establecer la posición de el o los sustratos en la placa calefactora asegurando que se encuentren a la misma temperatura. Por lo tanto, fue necesario determinar la homogeneidad de este parámetro en el *hotplate*, para lo que se utilizó una cámara térmica y el equipo descrito en la *Sección 4.3.2* seteado a 40°C, obteniendo los resultados de la *Ilustración 76*.



*Ilustración 76: Resultados de cámara térmica sobre hotplate.*

Observando la distribución de temperaturas, se determina que el sustrato se posicionará en el centro del *hotplate*, dado que es el lugar con mayor temperatura. Adicionalmente, se decide que se calentaran sólo un sustrato a la vez, ya que el equipo, a pesar de presentar valores bastante similares, no presenta homogeneidad en su superficie, lo que provocará dificultades en la reproducibilidad del proceso.

Posteriormente se dispone el sustrato en el centro para evaluar el cambio de temperatura sobre la superficie recubierta con fotoresina, obteniendo los resultados de la *Ilustración 77*.



*Ilustración 77: Resultados de cámara térmica sobre hotplate con sustrato recubierto en fotoresina.*

Se determina que existe una diferencia de  $1^{\circ}\text{C}$  entre la temperatura del hotplate y la superficie impregnada en la posición seleccionada. Por lo que la diferencia entre los  $40^{\circ}\text{C}$  se- teados en el equipo y la temperatura medida en la resina es de  $13,4^{\circ}\text{C}$ , lo que es válido cuando el sustrato ya se ha calentado por más de 2 minutos a la misma temperatura.

### *c) Determinación de tiempo de cocción de fotoresina*

Respecto al tiempo de horneado, se realizaron diversas pruebas midiendo con una termo- cupla sobre el sustrato, durante ciertos rangos de tiempo y utilizando el montaje expuesto en la *Ilustración 78*. De esta forma fue posible determinar el tiempo necesario para obte- ner la temperatura de  $95,4^{\circ}\text{C}$  calculada.



*Ilustración 78: Montaje prueba determinación de tiempos de cocción.*

De acuerdo a las pruebas realizadas, se define que para alcanzar los 95,4°C, es necesario configurar el *hotplate* a 108,8°C, sin embargo, y dado que sólo se pueden fijar valores múltiplos de 5, se comenzó con 105°C en el *hotplate*.

Los resultados de la primera prueba se muestran en la *Tabla 14* a continuación:

*Tabla 14: Resultados prueba 1 con hotplate a 105°C.*

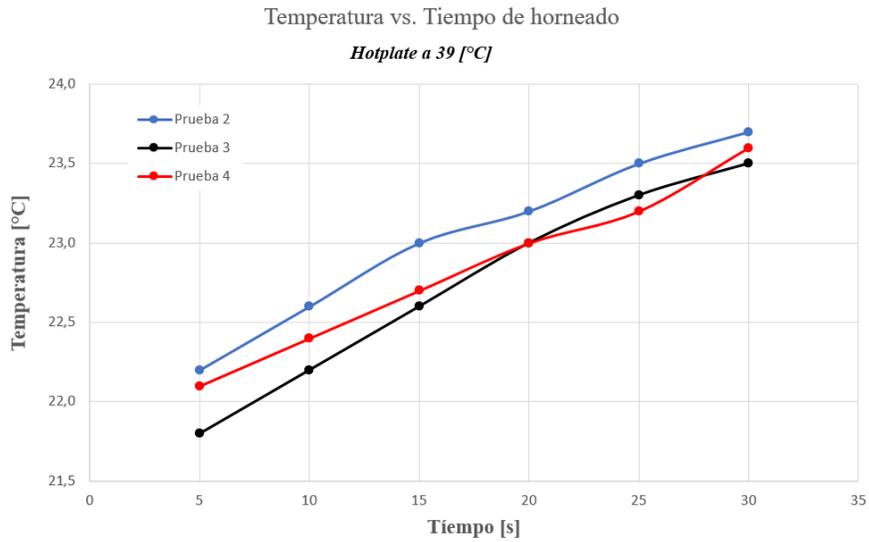
<b>T [°C]</b>	<b>Tiempo [s]</b>
22,9	0
25,3	30
26,9	40
28,7	50
30,9	60
33,3	70
35,2	80
36,9	90
80,0	1500 (25 min.)
91,4	2100 (35 min.)

Respecto al análisis cualitativo del comportamiento de la fotoresina, se observó un cambio de color a un rojo más intenso cercano a los 25°C, lo que en etapas posteriores se verificó que no era el efecto esperado, puesto que al realizar el revelado no fue posible retirar la resina adherida al sustrato (*Ilustración 79*).



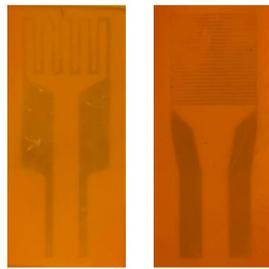
*Ilustración 79: Fotoresina adherida al sustrato en el proceso de revelado.*

Dado lo anterior, se buscó determinar la temperatura óptima a la cual la resina se comporte según lo deseado, es decir, se revele por completo el diseño final en la etapa de revelado. Efectuando ensayos adicionales, se evaluaron muestras reduciendo el tiempo de horneado para observar sus cambios a temperaturas cercanas a los 25°C (con el *hotplate* configurado a 39°C), temperatura en la que se observó el cambio de color mencionado. Los resultados se exponen en el gráfico de la *Ilustración 80*, el cual incluye las 4 pruebas adicionales cuyos resultados se encuentran en el *Anexo C.2*.



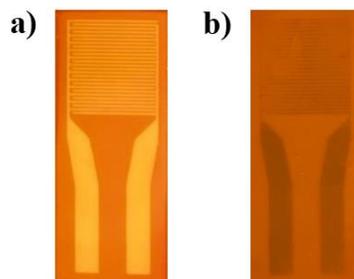
*Ilustración 80: Gráfico de Temperatura vs. Tiempo de cocción suave de fotoresina, tres pruebas con el equipo seteado a 39 [°C].*

Los resultados de las pruebas nuevamente resultan en resina adherida al sustrato, pero esta vez si fue posible retirar parte del material, obteniendo muestras mas claras en cuanto al color de la resina.



*Ilustración 81: Fotoresina adherida al sustrato luego del proceso de revelado.*

Dado que resultado final de la muestra sigue siendo insatisfactorio, se realizó el proceso completo de litografía para dos muestras sometidas a horneado durante 20 y 30 s respectivamente, consiguiendo resinas expuestas a un promedio de 23°C y 23,6°C, cuyos resultados se muestran en la *Ilustración 82*.



*Ilustración 82: Muestras sometidas a cocción suave a con hotplate seteado a 39[°C] con diferentes tiempos, a) 20[s]; b) 30[s].*

En la figura es posible observar una gran diferencia entre ambos resultados, obteniendo el escenario óptimo en el caso expuesto a horneado suave durante 20 s, a diferencia del caso realizado durante 30 s, donde se observa la resina adherida al sustrato.

En consideración de los resultados obtenidos, se establece que el tiempo y temperatura óptima para la resina utilizada, son 20 s sobre el *hotplate* setado a 39°C, obteniendo una temperatura de 23°C sobre el sustrato.

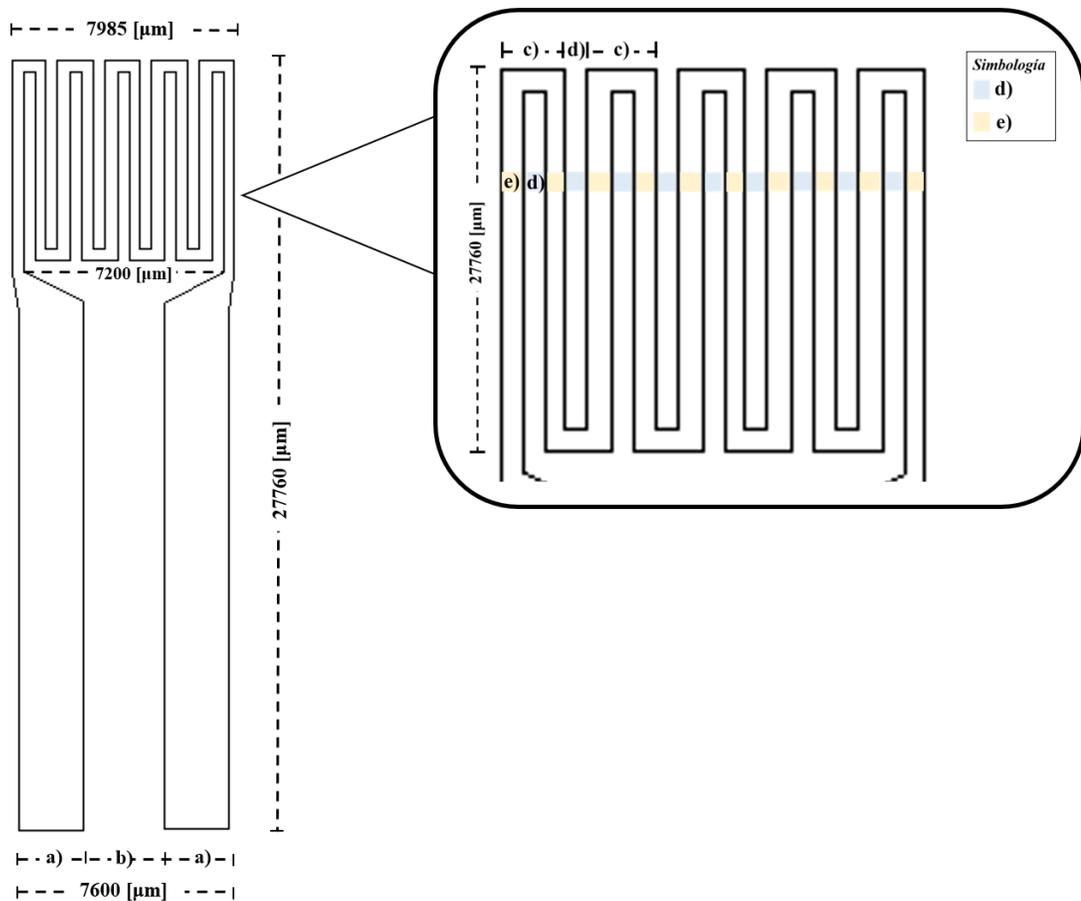
Como observación adicional y dado los resultados presentados, es de suma importancia verificar la temperatura de la sala previo a comenzar el proceso de litografía, puesto que si se encuentra a temperaturas superiores a los 23°C el proceso se verá afectado.

### III. Parámetros proceso de exposición

Para el proceso de exposición es necesario determinar el diseño a emplear junto a la dosis de exposición necesaria para revelar este mismo.

#### Diseño de calefactor

El calefactor fue diseñado en la plataforma de *AutoCAD*® de acuerdo con las especificaciones de la *Ilustración 83*, junto a la *Tabla 15*.

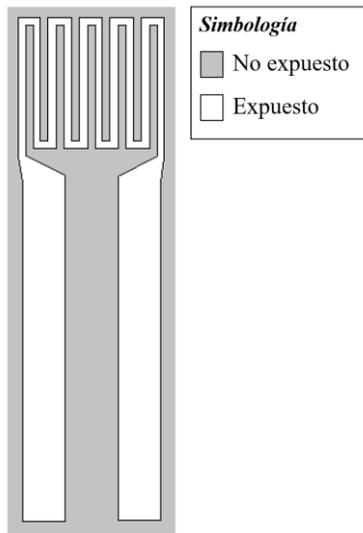


*Ilustración 83: Medidas diseño de calefactor realizado en AutoCAD®.*

Tabla 15: Medidas calefactor diseñado en AutoCAD®.

Medida	Valor [ $\mu\text{m}$ ]
a)	2340
b)	2920
c)	1265
d)	415
e)	425

Cabe mencionar que la exposición es de escritura directa por láser, por lo que se expondrá el diseño tal como muestra la *Ilustración 84*.



*Ilustración 84: Forma de exposición del diseño de calefactor en litografía óptica con escritura directa por láser.*

Se realizaron múltiples ajustes a este diseño para lograr el resultado definitivo que se muestra anteriormente en la *Ilustración 84*. Estas modificaciones se llevaron a cabo con el propósito de satisfacer las especificaciones requeridas para las etapas subsiguientes del proceso.

#### *Diseño de electrodo*

El electrodo se diseñó en la plataforma de *AutoCAD®* de acuerdo con las medidas especificaciones de la *Ilustración 85* junto a la *Tabla 16*.

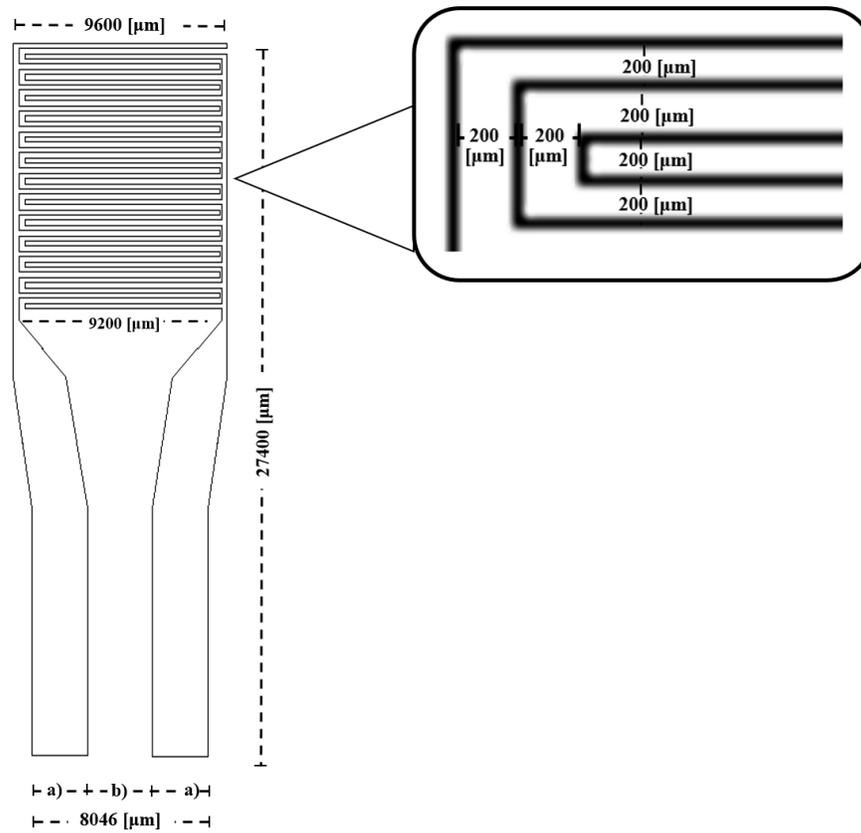
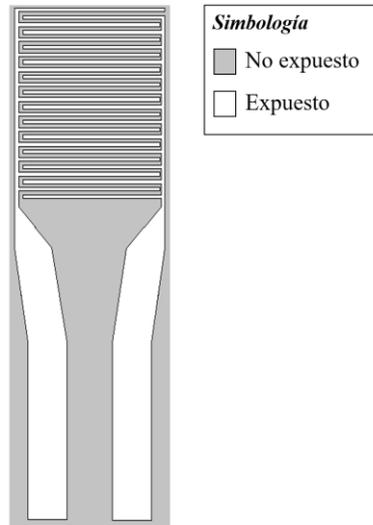


Ilustración 85: Medidas diseño de electrodo realizado en AutoCAD®.

Tabla 16: Medidas electrodo diseñado en AutoCAD®.

Medida	Valor [μm]
a)	2543
b)	2960

Por último, dado que la exposición es de escritura directa por láser el diseño se expondrá como muestra la *Ilustración 86*.



*Ilustración 86: Forma de exposición del diseño de electrodo en litografía óptica con escritura directa por láser.*

El diseño presentado se fundamenta en modelos previos empleados en LINSE de Brasil. No obstante, se aplicaron cambios a estos modelos, basados en la dimensión de la zona de electrodos, destinado a medir la resistencia del material sensor. Se incrementó el número de mediciones de resistencia en este sector, cuyos valores son promediados, permitiendo así obtener una estimación más representativa del comportamiento del material sensor depositado.

#### ***Cálculo de dosis de exposición de la fotoresina***

Los datos proporcionados en la ficha técnica relativa a la fotoresina S1813 indican que, según [56], la dosis de exposición adecuada para un espesor de película de 1,23  $\mu\text{m}$  es de 150  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ . Por lo tanto, considerando que el grosor calculado para los recubrimientos es de 1,02  $\mu\text{m}$  y que la dosis de exposición utilizada varía en función del espesor de la película, requiriendo mayor dosis en películas de mayor espesor, se realizaron pruebas con la dosis mencionada asumiendo que se lograría la exposición completa de la fotoresina.

El resultado obtenido utilizando la dosis de 150  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  se observa en la *Ilustración 87*.



*Ilustración 87: Prueba de exposición con dosis de 150  $[\text{mJ}/\text{cm}^2]$ .*

A raíz de los resultados obtenidos se concluye que la aplicación de una dosis de 150  $\text{mJ}/\text{cm}^2$  permitió que toda la resina del diseño expuesto fuera soluble en el revelador, retirando la fotoresina en el sector deseado.

#### IV. Parámetros proceso de revelado

Uno de los reveladores comerciales conocidos para el tipo de resina utilizada es el *MF-319 Developer* marca *SHIPLEY*, el cual según su ficha técnica [58] y lo comprobado con material presente en el laboratorio, tiene una vida útil limitada que además se ve afectada según su forma de almacenamiento. Por tanto, se decidió elaborar una solución reveladora que pueda ser preparada al instante en que se necesite, garantizando así su eficacia en cualquier momento.

##### a) Determinación de la concentración de solución reveladora

Dado que el compuesto principal del desarrollador comercial es el hidróxido de tetrametilamonio ( $C_4H_{13}NO_6$ ), se preparó una solución con hidróxido de tetrametilamonio pentahidratado ( $C_4H_{23}NO_6$ ), presente en el mercado, como se describe en la *Sección 4.3.2* y utilizando 100 mL de agua destilada.

Inicialmente se desarrollaron cálculos preliminares para obtener una estimación inicial de concentración de la solución, esto dado que sólo se conoce la composición porcentual de agua y tetrametilamonio del desarrollador comercial, sin embargo, no se especifica si está definida como % peso/peso (%p/p) o % volumen/volumen (%v/v).

Los valores de composición expuestos en la ficha de seguridad [73] estipulan que el desarrollador comercial se compone de 95-99% agua y 5-1% hidróxido de tetrametilamonio. Tomando en consideración que la solución tiene un gran porcentaje de agua, se asumió que la densidad de la mezcla es similar al agua, valor conocido de  $1\text{ g/ml}$ .

Para realizar una evaluación inicial se ajustan los valores en la mitad de los rangos establecidos, es decir, asumiendo una composición de un 97% de agua y 3% de  $C_4H_{23}NO_6$  y realizando cálculos tanto para %p/p como %v/v. Tomando como supuesto que la cantidad de  $C_4H_{23}NO_6$  agregado es despreciable en comparación al volumen de agua utilizado, por lo que el volumen de solución se mantiene en 100 mL para los cálculos.

##### Asumiendo que la composición está dada en %p/p

Se calcula la masa de solución utilizando la *Ecuación 14*:

$$M_{\text{solución}} = V_{\text{solución}} \cdot \rho_{\text{solución}} \quad \text{Ecuación 14}$$

$$M_{\text{solución}} = 100 \text{ [mL]} \cdot 1 \left[ \frac{\text{g}}{\text{mL}} \right] = 100 \text{ [g]}$$

Por lo tanto, las masas de cada compuesto fueron de 97 g de agua destilada y 3 g de  $C_4H_{23}NO_6$ .

Asumiendo que la composición está dada en %v/v

Al considerar 100 mL de solución, tomando en cuenta los porcentajes 97% de agua destilada y 3% de  $C_4H_{23}NO_6$ , los volúmenes de cada compuesto fueron de 97 mL de agua destilada y 3 mL de  $C_4H_{23}NO_6$ .

Luego, para calcular la masa de  $C_4H_{23}NO_6$  fue necesario considerar su densidad de 1,83 g/mL [74], con lo que se calcula según la Ecuación 14:

$$M_{C_4H_{23}NO_6} = 3 [mL] \cdot 1,83 \left[ \frac{g}{mL} \right] = 5,49 [g]$$

Obteniendo en este caso una masa de 5,49 g para el hidróxido de tetrametilamonio pentahidratado.

Pruebas de concentración

Teniendo en cuenta los cálculos realizados, se procedió a realizar las pruebas a distintas concentraciones, se adicionó una tercera prueba de 6,4 g, equivalente a 3,5% en %v/v, en caso de que la concentración calculada no fuera suficiente.

Los ensayos fueron realizados bajo la técnica de inmersión durante 2 minutos agitando constantemente, buscando obtener las mismas condiciones en las 3 soluciones. El diseño expuesto se simplificó a sólo un cuadrado dentro de otro para poder observar con mayor facilidad la acción del desarrollador, los resultados obtenidos se exponen en la *Tabla 17* e *Ilustración 88* para distintas concentraciones de la solución.

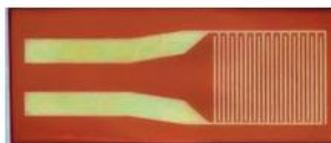
*Tabla 17: Resultados obtenidos de ensayos de concentración de revelador a distintas concentraciones.*

	Solución A	Solución B	Solución C
Masa de $C_4H_{23}NO_6$ [g]	3,0	5,49	6,4
Imagen de la muestra revelada	 a)	 b)	 c)

*Ilustración 88: Resultados de prueba de concentraciones de revelador con distintas masas de  $C_4H_{23}NO_6$ : a) 3[g]; b) 5,49[g]; c) 6,4 [g].*

Al analizar los resultados se advierte inmediatamente que la concentración utilizada en la solución C es demasiado alta para las muestras, dado que retiró la resina prácticamente en su totalidad. Asimismo, el sustrato inmerso en la solución B también presentó zonas fuera del diseño expuesto en las que la resina fue retirada. Sin embargo, deja ver la mayor parte del diseño revelado en comparación a las otras muestras. Por último, la solución A pareciera no presentar la concentración suficiente para revelar el diseño, por lo que éste apareció en la superficie, pero no es solubilizado en el sector de interés.

Dado que las tres pruebas realizadas fueron insatisfactorias, se realizó un ensayo adicional, considerando que la concentración deseada se encuentre entre los valores de la solución A y B, debido a lo anteriormente discutido. Por lo tanto, se decidió llevar a cabo un ensayo con una cantidad de 1 gramo menor que la empleada en la solución B, es decir, 4,49 g, ya que esta concentración fue la más cercana a obtener el efecto deseado. El resultado se muestra en la *Ilustración 89*.



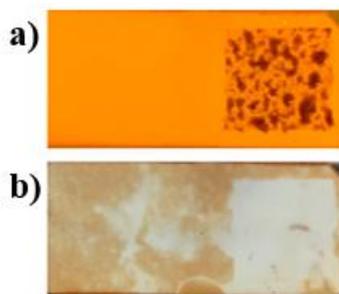
*Ilustración 89: Prueba de concentración de revelador con 4,49 [g] de  $C_4H_{23}NO_6$ .*

Esta vez, fue posible ver como el diseño se reveló correctamente, por lo que se seleccionó la solución con 4,49 g de  $C_4H_{23}NO_6$  con 100 mL de agua destilada que se utilizó como revelador en el proceso.

#### ***b) Selección de técnica reveladora***

Tal como indica la *Sección 4.3.2*, el *developing* húmedo puede realizarse bajo la técnica de inmersión (utilizada en los apartados anteriores) o efectuando una pulverización de la solución química sobre el sustrato.

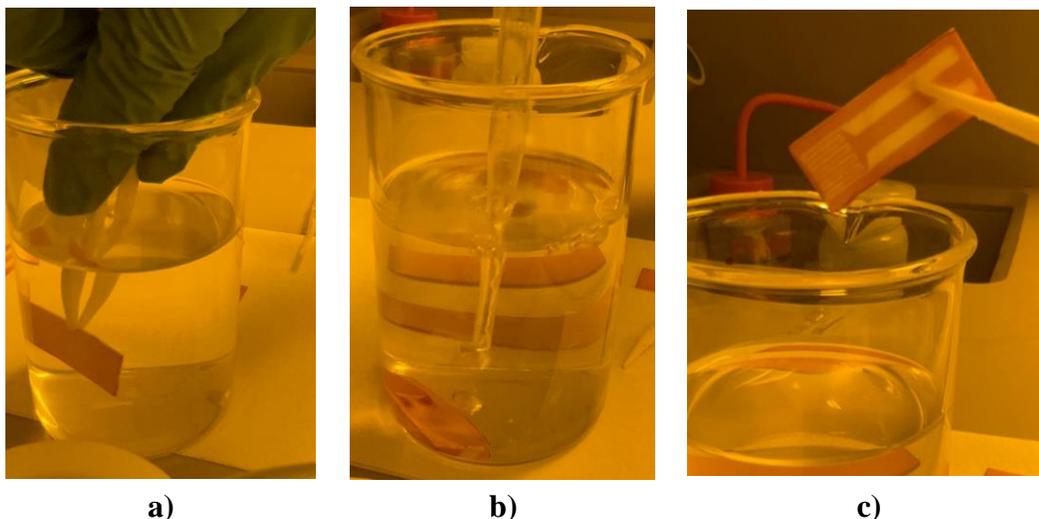
A continuación, se presenta una prueba de pulverizado (*Ilustración 90*) que se realizó para verificar si la técnica permite obtener muestras con mejor calidad de revelado, en comparación al utilizado anteriormente.



*Ilustración 90: Prueba de pulverizado de solución química sobre sustrato, a) pulverizado; b) resultado final.*

Observando los resultados obtenidos, fue evidente observar que son insatisfactorios, probablemente debido a la forma en que fue ejecutada la técnica, ya que, por falta de equipos se realizó con un frasco rociador en lugar de utilizar un *equipo de revelado por pulverización*, por lo que la velocidad de salida y tamaño de gota del rociado pudo ser muy agresiva para el sustrato.

Respecto al proceso de inmersión utilizado en todas las pruebas anteriores, se realizó de acuerdo a lo expuesto en la *Ilustración 91*, donde se sumerge el sustrato (a) y se generan burbujas comprimiendo repetidamente una pipeta pasteur desechable (b), hasta observar que el diseño aparece y queda sin restos de resina sobre el sector de interés (c).



*Ilustración 91: Proceso de revelado: a) inmersión en solución química; b) agitación; c) resultado final.*

Al observar las imágenes previas, se pudo apreciar resultados exitosos en la muestra tratada mediante la técnica de inmersión en solución química, logrando un revelado completo del diseño y exhibiendo uniformidad tanto en la región disuelta como en la fotoresina no expuesta. En contraste, el sustrato pulverizado con la solución presentó superficies irregulares y manchadas debido a una distribución no homogénea y agresiva de la solución sobre la muestra.

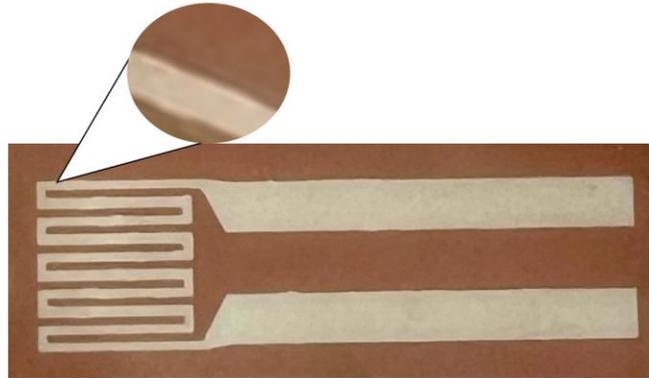
Basado en los resultados obtenidos, se optó por emplear la técnica de inmersión, además de destacar su mayor capacidad de reproducibilidad (sobre más de 30 muestras) en cuanto a la exposición del sustrato a la solución.

### ***c) Determinación tiempo de revelado***

De acuerdo con lo mencionado en la *Sección 4.3.2*, se considera que el tiempo de revelado y la agitación fueron parámetros relevantes en los resultados obtenidos. Por esta razón, se procedió a evaluar el proceso de revelado en tres intervalos de tiempo distintos. Se llevó a cabo esta evaluación empleando la técnica de inmersión, acompañada de una agitación constante durante el periodo establecido. Esta evaluación tuvo como propósito discernir el momento idóneo para retirar el sustrato y lograr resultados eficaces. También,

buscó determinar cuándo la resina comienza a degradarse, haciendo que la muestra ya no sea utilizable.

Dado que los detalles que se pretenden identificar son prácticamente imperceptibles a simple vista, se utilizó *SEM*, donde todas las imágenes fueron tomadas sobre el área que se representa en el acercamiento de la *Ilustración 92*. Considerando que, en las micrografías obtenidas, el color negro representa la fotoresina y el blanco el sustrato de alúmina (*Ilustración 93*).

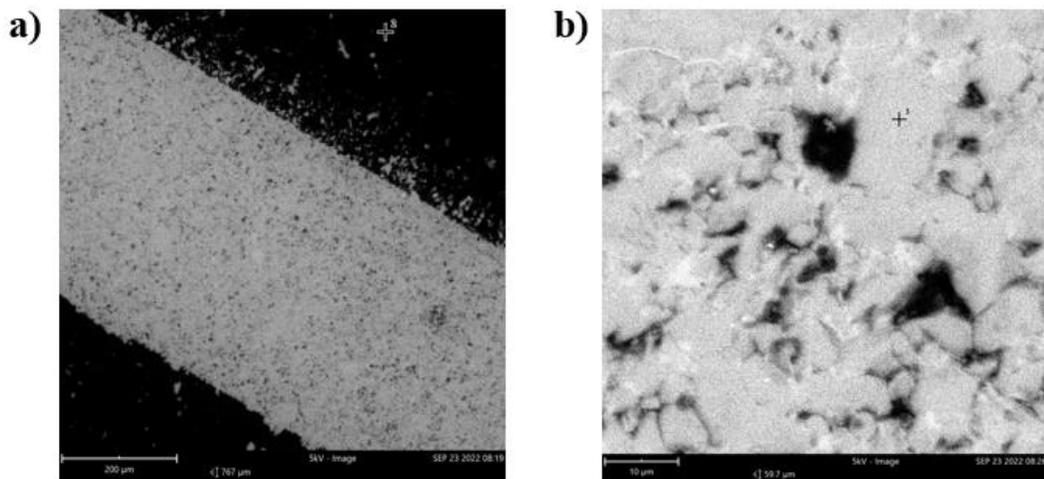


*Ilustración 92: Referencia de sector a estudiar en micrografías SEM.*

Los periodos de tiempo empleados junto a sus resultados respectivos se muestran a continuación:

#### *Inmersión por 60 segundos*

La *Ilustración 93 a)* presenta la micrografía del sector analizado con el objetivo de brindar mejor comprensión de su morfología. Sin embargo, para las siguientes muestras, solo se proporciona un enfoque detallado de la zona de interés, tal como muestra la *Ilustración 93 b)*.

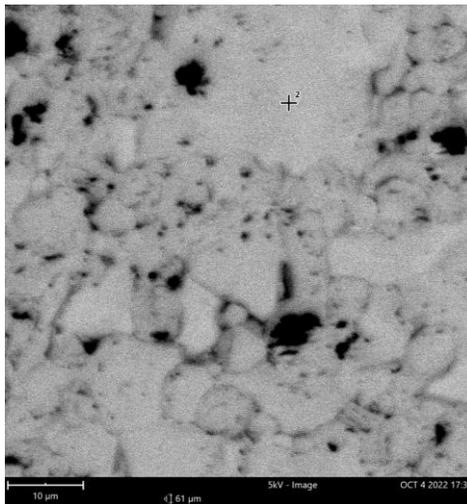


*Ilustración 93: Sector analizado inmerso durante 60[s] en solución reveladora: a) vista general, b) enfoque detallado de la zona de interés.*

Analizando los resultados obtenidos, la *Ilustración 93 a)* muestra que fue posible observar residuos de resina (zonas con contraste negro) a lo largo de todo el sector que debería estar libre de resina, es decir, totalmente revelado. Al aumentar la magnificación de la zona de interés, algunos restos de resina fueron detectados con un tamaño del orden de los 10  $\mu\text{m}$ , lo que podría causar problemas en la conductividad del material que se fabricará con este molde.

#### *Inmersión por 120 segundos*

La inmersión realizada durante 120 s genera el resultado mediante *SEM* observado en la *Ilustración 94*.

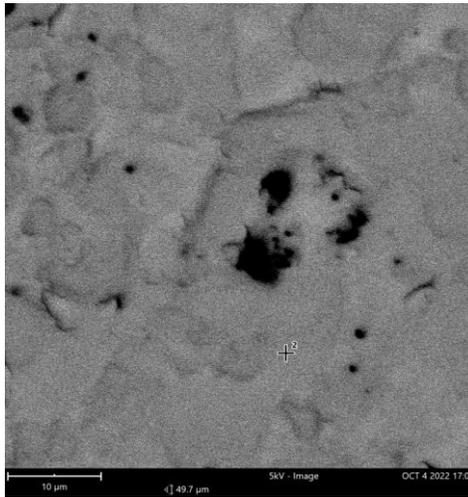


*Ilustración 94: Enfoque detallado de la zona de interés, inmersa durante 120 [s] en solución reveladora.*

La *Ilustración 94* muestra claramente la persistencia de restos de resina en sectores no deseados. Sin embargo, el tamaño de estos disminuye considerablemente al aumentar el tiempo de revelado, obteniendo un tamaño promedio de 3  $\mu\text{m}$  (*para mayor detalle de cálculo de promedio de datos ir a Anexo C.3*)

#### *Inmersión por 180 segundos*

Finalmente, la inmersión realizada durante 180 s genera el resultado observado mediante *SEM* y presentado en la *Ilustración 95*.



*Ilustración 95: Enfoque detallado de la zona de interés, inmersa durante 180 [s] en solución reveladora.*

Discutiendo los resultados, se distingue un cambio notorio en la presencia de restos de resina, a la vez de una disminución evidente en su tamaño, obteniendo un promedio de 1,9  $\mu\text{m}$  (*para mayor detalle de cálculo de promedio de datos ir a Anexo C.3*).

Resumiendo los resultados obtenidos de los tres ensayos, se consideró que el mejor escenario es la inmersión realizada por 180 segundos, además de mencionar que el tamaño obtenido de 1,9  $\mu\text{m}$  promedio para los restos de resina se considera despreciable en comparación al tamaño del sector de interés en el sustrato revelado.

Por último, cabe mencionar que, considerando la evaluación cualitativa de los resultados, no es recomendable revelar el sustrato por más de 180 segundos, puesto que la resina comienza a degradarse en sectores donde es necesario que permanezca homogénea. Tal como se observa en la *Ilustración 96*.

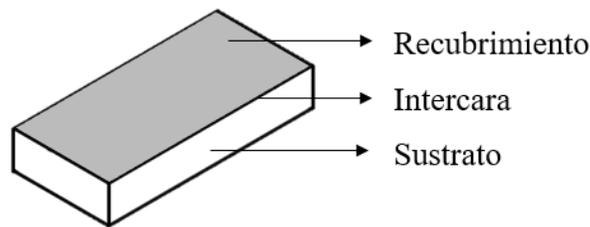


*Ilustración 96: Sustrato con resina revelada durante 4 minutos (240 s).*

## 4.4 Pulverización catódica

### 4.4.2 Capas delgadas

Las capas o películas delgadas se definen como sistemas bidimensionales con área superficial mucho mayor a sus dimensiones volumétricas [40]. Uno de los mayores logros de la tecnología de capas delgadas ha sido su contribución al desarrollo de los dispositivos y circuitos integrados de microelectrónica [59]. Particularmente en esta situación, su aplicación en sensores resulta de gran interés. Los sensores son componentes empleados en variados sectores industriales y están sujetos a requisitos específicos que deben cumplirse para garantizar un rendimiento adecuado, por lo que resulta conveniente considerar el sistema recubrimiento/sustrato, y analizar separadamente cada una de las regiones del conjunto [59].



*Ilustración 97: Representación de sistema recubrimiento/intercara/sustrato.*

Tomando en consideración la *Ilustración 97*, se analizarán las características y requisitos necesarios para cada sector, identificándolos como: I) recubrimiento, II) intercara y III) sustrato.

- i. **Recubrimiento:** es necesario que cuente con buena estabilidad en contacto con la atmósfera, además de que el material y características del recubrimiento reúnan las propiedades necesarias para la función a realizar, tales como conductividad, resistividad eléctrica, entre otros [59]. Requisitos que, como se describe en la *Sección 4.1.2*, se cumplen con el platino.
- ii. **Intercara:** es fundamental que exista adherencia entre el recubrimiento y el sustrato [59].
- iii. **Sustrato:** el material es seleccionado en función de su aplicación, pudiendo tener un papel activo o de soporte de la película [59]. En este caso, su función es de soporte permitiendo aislar eléctricamente ambas caras del sensor.

### 4.4.3 Técnica de pulverización catódica o *sputtering*

Dentro de las múltiples técnicas para el depósito de películas delgadas, se destaca la pulverización catódica o *sputtering*. Este método de deposición en fase de vapor surgió como respuesta a las limitaciones encontradas en otras técnicas. Puesto que, debido a la direccionalidad de la trayectoria de los átomos adsorbidos y la dificultad para controlar la velocidad de operación, otros enfoques presentaban desafíos en términos de uniformidad en el espesor de las capas depositadas [60].

Según [60], “la técnica de *sputtering* se basa en el bombardeo intenso de un material con los iones producidos en una descarga eléctrica en forma de plasma. Cuando la energía de los iones incidentes es suficientemente elevada, la interacción con la superficie del material hace que los átomos de la superficie sean arrancados para pasar a la fase vapor”.

Uno de los grandes avances del desarrollo de la técnica mencionada es la variante conocida como *sputtering* con magnetrón o *magnetron sputtering*, basada en la utilización de campos magnéticos sobre la superficie del material a pulverizar (cátodo). La presencia del campo magnético afecta la trayectoria de las especies presentes en el plasma produciendo un plasma más localizado y eficiente, confinando los electrones secundarios y generando un aumento de colisiones con los iones positivos de la descarga, obteniendo como resultado un aumento de la eficiencia de ionización y, por lo tanto, tasas de depósito mayores [60]. En la *Ilustración 98* se presenta un esquema de funcionamiento del sistema magnetrón *sputtering* ya descrito.

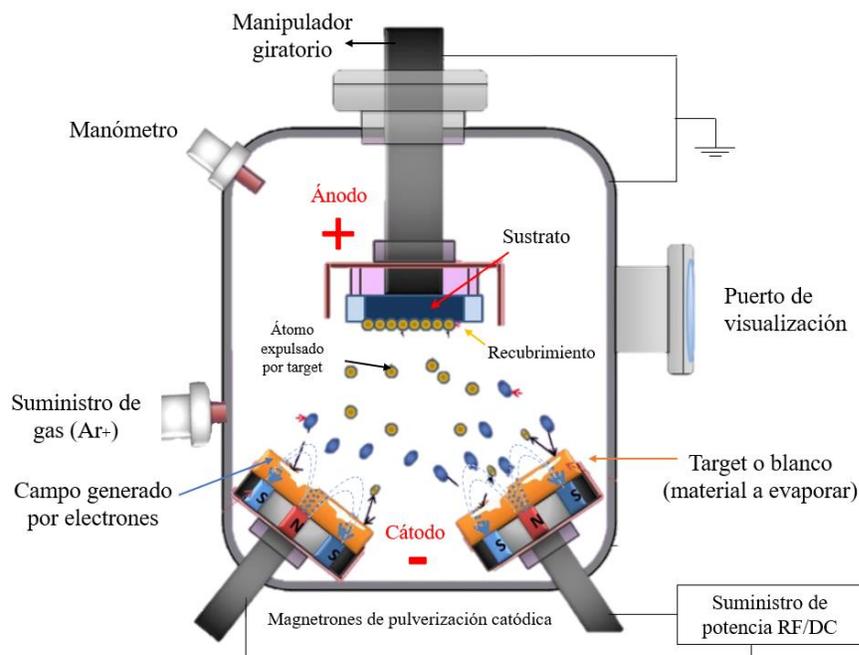


Ilustración 98: Esquema de funcionamiento Magnetron Sputtering. Adaptado de [61].

Dentro de las ventajas que destacan de esta técnica cabe mencionar la capacidad de generar depósitos a temperatura baja, es decir, no requiere calentar el sustrato; presenta buena

adherencia de la película depositada, requisito fundamental para la zona de la intercara mencionada en la *Sección 4.3.2*. Adicionalmente, lo que define a la técnica de sputtering como una de las técnicas más avanzadas y con mejores características para efectuar el depósito de materiales en forma de capa delgada, es su buen control sobre la tasa de erosión del blanco, que, por consiguiente, influye directamente en la tasa de deposición del material [60].

#### 4.4.4 Metodología

La utilización de la técnica de pulverización catódica tiene como finalidad la fabricación de componentes de los dispositivos de acuerdo con las características descritas en la *Sección 4.1.2*, para lo que se utiliza como sustrato los moldes elaborados en la *Sección 4.3*.

A continuación, se describe la metodología de las etapas necesarias para llevar a cabo la correcta fabricación de películas delgadas de platino mediante *magnetron sputtering*. *Para mayor detalle acerca del protocolo de procedimiento dirigirse al Anexo D*.

##### *I. Sistema recubrimiento/intercara/sustrato*

En consideración de lo mencionado en la *Sección 4.4.2*, se emplean materiales con un rendimiento bien establecido y previamente documentado. Por lo tanto, los componentes principales utilizados en cada área son:

**Recubrimiento:** target o blanco formado por un disco sólido de platino (Pt), diámetro: 2,54 cm, espesor: 0,64 cm, peso: 69 g, fabricado en *Joyería Helmlinger*.

**Sustrato:** Alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), tamaño 3 x 1,2 cm, tratada térmicamente y con diseño realizado en resina *S1811 G2-1 QT* bajo técnica de litografía óptica descrita en la *Sección 4.3*.

En cuanto a la formación de la intercara, existen numerosos reportes en los que se evidencia la compatibilidad platino/alúmina [41], [8], [13].

##### *II. Preparación de la muestra*

Para ingresar una muestra a la cámara de vacío, se adhiere la muestra con cinta *kapton* al portamuestras del equipo, siempre utilizando guantes y pinzas para no contaminar el sustrato con sales o agentes orgánicos. Una vez posicionada la muestra, se limpia la superficie soplando nitrógeno (99,5% de pureza) para impurezas residuales que pudieran estar adheridas a la superficie.

Finalmente, se ingresa a la cámara siguiendo el protocolo descrito en el *Anexo D*.

##### *III. Definición de parámetros de operación y evaporación*

Después de introducir la muestra, y como primera etapa, se establecieron los parámetros (intensidad de plasma) realizar el depósito del material sobre el sustrato de alúmina.

Se utilizó la fuente de corriente continua (*DC*, por sus siglas en inglés) marca *Power Mag Technologies*, modelo *Maxim 1500 DC Magnetron Power Supply*.

### ***Definición de parámetros de plasma***

Las condiciones empleadas en las pruebas realizadas fueron ajustadas mediante estudios de *WLI* en las muestras evaporadas, para lo que se utilizó el equipo *MFT-5000 Tribometer*, utilizando un objetivo con magnificación de 20X, junto al software *MountainsLab*®, mencionados en la *Sección 4.3*.

Para la operación del magnetrón se definieron los parámetros de:

- Flujo de argón ( $F_a$ )
- Presión ( $p$ )
- Revoluciones por minuto de operación de la bomba (rpm)
- Potencia del generador de radiofrecuencia ( $P$ )

El flujo de argón (Ar) empleado, fue regulado mediante *una fuente de alimentación y lectura del controlador de caudal* marca *mks*.

### ***Cálculo de velocidad de crecimiento de capa de platino***

La tasa de crecimiento de la capa de platino, bajo las condiciones fijadas, fue determinada mediante pruebas preliminares de tiempos de depósito a 70 y 90 minutos bajo condiciones de plasma estables y definidos.

### ***Cálculo de espesor de recubrimiento y tiempo de evaporación***

Utilizando los valores conocidos de las medidas del calefactor descrito en la *Sección 4.3*, el valor de resistividad específica del platino y la resistencia objetivo promedio de  $150 \Omega$ , se calculó el espesor de recubrimiento necesario para cumplir dichos requerimientos.

Una vez determinado el espesor, se utiliza la tasa de crecimiento calculada para establecer el tiempo de depósito necesario para llevar a cabo el recubrimiento.

### ***Recocido***

El recocido se plantea como una alternativa para disminuir el tiempo de depósito y mejorar las condiciones eléctricas del material, para lo que se realizan pruebas a 400, 500, 600 y 650°C durante periodos de tiempo entre 1 y 2 horas. Por último, se caracteriza la muestra seleccionada para medir su espesor mediante *WLI*.

## ***IV. Proceso de Lift-off***

El proceso de lift-off se basa en el mecanismo de funcionamiento que plantea la técnica de *revelado o developing* realizado en la *Sección 4.3*.

En esta instancia, el procedimiento se utilizó para eliminar la resina y el platino que no forman parte del diseño final, es decir, todo lo relacionado con el molde empleado en etapas previas (secciones con resina en la etapa anterior). Para este propósito, se empleó la técnica de inmersión en solvente químico, concretamente *1-metil-2-pirrolidona* de la marca *EMPLURA*®, el cual demostró ser eficaz en la eliminación tanto de la resina como del material de recubrimiento depositado sobre esta.

Por último, es importante subrayar la relevancia de la agitación durante el proceso para evitar que los productos de reacción formen una barrera entre la solución y la superficie del material.

El proceso de *lift-off* realizado bajo inmersión en *1-metil-2-pirrolidona* se realizó de acuerdo a los siguientes pasos:

- 1) Sumergir el sustrato evaporado utilizando una pinza de teflón.
- 2) Generar burbujas comprimiendo repetidamente una pipeta pasteur desechable hasta observar que se retira completamente el recubrimiento no deseado, es decir, queda sólo el diseño del calefactor o electrodo sobre el sustrato de alúmina.
- 3) Retirar sustrato de la solución y limpiar con acetona para retirar restos de platino y/o solución.

#### V. Evaluación de proceso alternativo: Fuente de corriente alterna (RF)

Para complementar el estudio y observar el efecto del tipo de fuente sobre los depósitos de platino, se utilizó un generador de radiofrecuencia de corriente alterna (*RF por sus siglas en inglés*) marca *Kurt J. Lesker Company* modelo *R301*.

Considerando que la fuente de corriente alterna tiene una naturaleza de operación diferente a la *DC*, fue necesario redefinir los parámetros, utilizando todos los pasos anteriormente mencionados con la ayuda de valores de referencia de bibliografía [64-67].

Se establecen tanto el tiempo de depósito como de recocido con el objetivo de obtener la misma resistencia resultante del proceso realizado con la fuente *DC*. Cuyo resultado final fue verificado caracterizando el espesor de la muestra mediante *WLI*.

### 4.4.5 Resultados y discusión

#### I. Definición de parámetros de operación

Como primera etapa, se establecieron las condiciones óptimas para realizar el depósito de platino sobre los sustratos de alúmina.

Se utilizó la fuente *DC*, junto a los parámetros utilizados en [62], expuestos en la *Tabla 18*, para realizar pruebas de plasma y tasa de crecimiento de la capa de platino, cuyos resultados son presentados a continuación.

Tabla 18: Parámetros referenciales para evaporación de platino con fuente DC [62].

Parámetros evaporación [62]	
Parámetro	Valor
Presión (p)	0,53 [Pa]
Potencia (P)	20,1 [W]
Veloc. de crecimiento ( $V_{\text{crec}}$ )	1,5 [nm/min]
Diámetro de blanco ( $D_{\text{Pt}}$ )	5,08 [cm]

Luego de múltiples pruebas en laboratorio, se logró un encendido estable del plasma conforme a las condiciones establecidas en la *Tabla 19*.

Tabla 19: Parámetros de evaporación fuente DC Power Mag Technologies.

Parámetros evaporación	
Parámetro	Valor
Flujo de argón ( $F_a$ )	20,1 [sccm]
Presión (p)	0,786 [Pa]
RPM (rpm)	33000 [rpm]
Potencia (P)	20,1 [W]
Diámetro de blanco ( $D_{\text{Pt}}$ )	2,54 [cm]
Distancia sustrato-target	8 [cm]

Siguiendo los parámetros especificados, se efectuaron dos experimentos sobre un sustrato de silicio durante 90 y 70 minutos para calcular la tasa de depósito del platino bajo las condiciones dadas.

Estos ensayos fueron sometidos a un análisis utilizando la técnica de *WLI*, con el propósito de determinar el espesor de la capa depositada. Para la caracterización de su superficie se utilizó la plataforma de *MountainsLab®*, cuyo espesor obtenido es el resultado del promedio de tres perfiles de profundidad extraídos y medidos como se muestra en la *Ilustración 99* e *Ilustración 100* (Para más detalle dirigirse a Anexo D.2).

### Medición de distancias – Muestra evaporada 90 min.

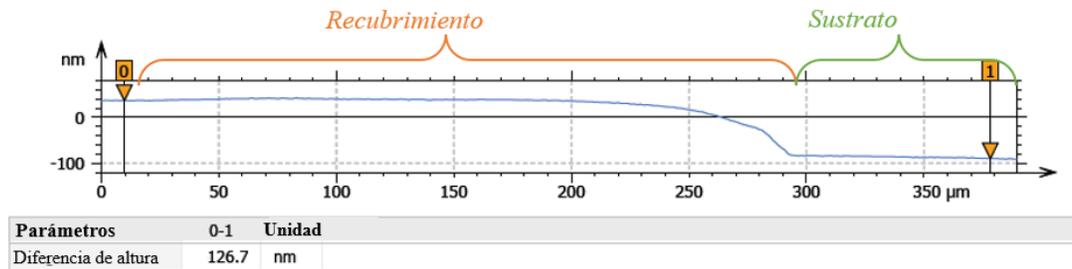


Ilustración 99: Espesor de recubrimiento en depósito durante 90 min. con fuente DC.

### Medición de distancias – Muestra evaporada 70 min.

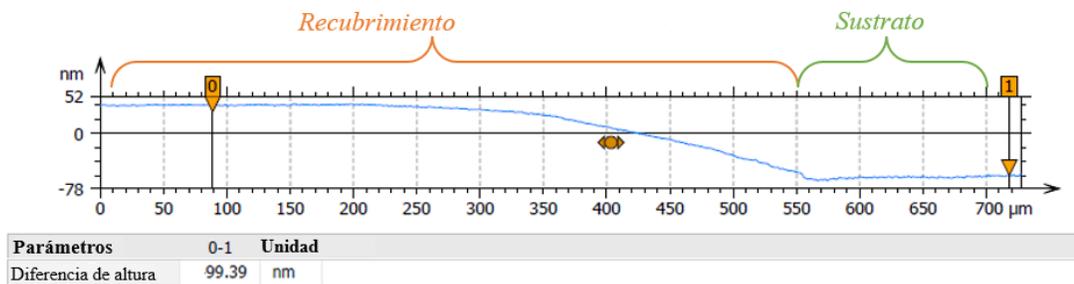


Ilustración 100: Espesor de recubrimiento evaporación durante 70 min. con fuente DC.

Los resultados promediados indican valores de 124,4 nm para la muestra depositada durante 90 minutos y 100,05 nm para la de 70 minutos (para cálculo de los valores ver Anexo D.2).

En consideración de los resultados obtenidos, se calculó la tasa de crecimiento del recubrimiento de platino en las muestras utilizando la Ecuación 15.

$$V_{\text{crec}} = \frac{\text{Espesor evaporado [nm]}}{\text{Tiempo [min]}} \quad \text{Ecuación 15}$$

Luego, aplicando la ecuación en ambos casos se obtiene:

$$\text{Caso 90 min.} \rightarrow V_{\text{crec}} = \frac{124,4 \text{ [nm]}}{90 \text{ [min]}} = 1,38 \left[ \frac{\text{nm}}{\text{min}} \right]$$

$$\text{Caso 70 min.} \rightarrow V_{\text{crec}} = \frac{100,05 \text{ [nm]}}{70 \text{ [min]}} = 1,42 \left[ \frac{\text{nm}}{\text{min}} \right]$$

Dado que los valores obtenidos son cercanos, se seleccionó el promedio como la tasa de crecimiento del recubrimiento de platino a las condiciones mencionadas resultando 1,4 nm/min aproximadamente.

## II. Espesor de recubrimiento y tiempo de depósito según requisito de calefactor

La utilización de la técnica de *sputtering* tiene como finalidad la fabricación de electrodos y calefactores según ciertos requisitos. Específicamente en el caso del calefactor, es necesario que se obtenga un valor de resistencia entre los 100 y 200  $\Omega$ .

Para llevar a cabo esto, fue requerido determinar el espesor adecuado del circuito que satisface el valor de resistencia buscado. En primer lugar, es esencial considerar la fórmula de resistencia que se presenta en la *Ecuación 16*, y referirse al esquema de la *Ilustración 101*, que señala la región correspondiente al "circuito".

$$R = \rho_E \cdot \frac{L}{A} \quad \text{Ecuación 16}$$

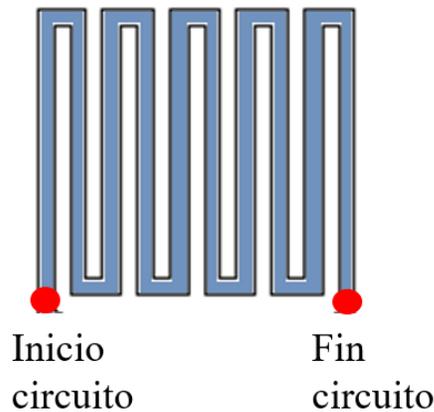
donde:

R = resistencia

$\rho_E$  = resistividad específica

L = largo

A = área



*Ilustración 101: Sector superior de calefactor correspondiente a circuito donde se define resistencia. .*

Considerando que las medidas del sector indicado son conocidas, se procede a utilizar la *Ecuación 16* presentada para calcular la relación L/A para un valor promedio de resistencia de 150  $\Omega$ , considerando que la resistividad específica del platino corresponde a  $10,6 \cdot 10^{-8} \Omega m$  según [63].

$$\frac{L}{A} = \frac{R}{\rho_E} = \frac{150 [\Omega]}{10,6 \cdot 10^{-8} [\Omega m]} = 1,415 \cdot 10^9 \left[ \frac{1}{m} \right]$$

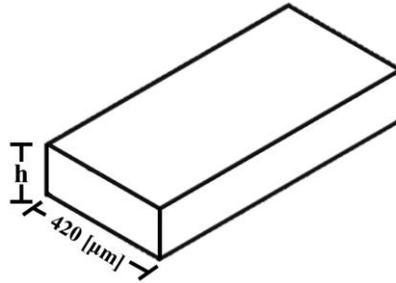
El valor de L se calcula de acuerdo a los valores conocidos de las medidas del circuito descritos en la *Sección 4.3.3*. Siendo L la suma de los largos a través del recorrido trazado por el calefactor, luego:

$$L = 278260 [\mu m] = 0,27 [m]$$

Como en este caso se busca el espesor del recubrimiento, se calcula el área en función del resultado obtenido y el valor de L conocido como se muestra a continuación:

$$A = \frac{L}{\frac{R}{\rho_E}} = \frac{0,27 [m]}{1,415 \cdot 10^9 \left[\frac{1}{m}\right]} = 1,908 \cdot 10^{-10} [m^2]$$

Dado que en cada espacio del circuito existe un crecimiento de recubrimiento como el representado en la *Ilustración 102*, se tomó un ancho promedio de 420  $\mu\text{m}$  para calcular el espesor (h) aproximado del recubrimiento deseado, según la *Ecuación 17*.



*Ilustración 102: Representación para cálculo de espesor de recubrimiento deseado.*

$$h = \frac{A}{\text{ancho}}$$

*Ecuación 17*

$$h = \frac{1,908 \cdot 10^{-10} [m^2]}{0,00042 [m]} = 4,54 \cdot 10^{-7} [m] = 454 [nm]$$

Por lo que, tomando en consideración la tasa del depósito calculada de 1,4 nm/min, junto al espesor de 454 nm calculado, el tiempo necesario para generar el depósito del material que cumpla los requisitos son aproximadamente 5,4 horas (324,29 minutos).

Dado que el valor obtenido se considera un intervalo de tiempo prolongado para el funcionamiento del equipo, teniendo en cuenta los consumos de gases, de energía y el desgaste del equipo, surgió la necesidad de explorar una alternativa que permitiera cumplir con el requisito de resistencia del material sin la necesidad de un tiempo de depósito tan extenso.

### III. Alternativa: Recocido

Los recubrimientos pueden ser modificados por el proceso de recocido, específicamente en el caso del platino, a medida que se aumenta la temperatura de tratamiento, éste se ve afectado por la nucleación y crecimiento de nuevos granos que pueden fundirse y aglomerarse o se reconfiguran en estructuras más estables, lo que provoca superficies más rugosas debido a la formación de microcanales e islas en el material [76].

El caso de la fundición es de especial interés en aplicaciones electrónicas, dado que disminuye la resistencia del material. Por lo que se propuso realizar el procedimiento de eva-

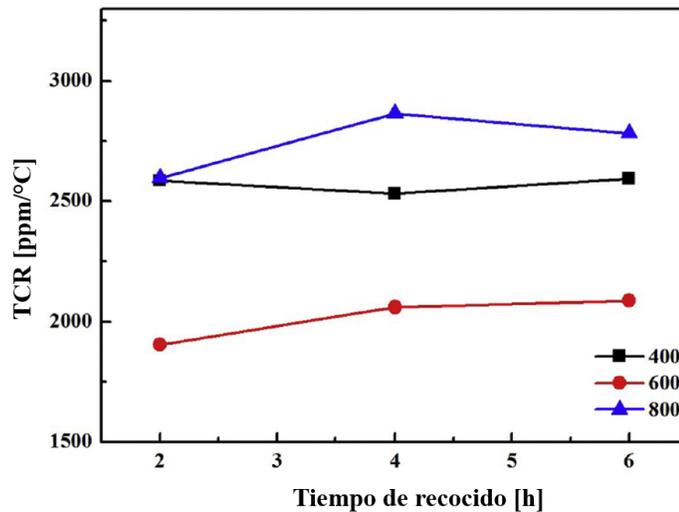
poración bajo las condiciones definidas en la *Tabla 19*, durante 90 min, y evaluar distintas temperaturas y tiempos de recocido de calefactores, con la finalidad de verificar el cambio en su resistencia previo y posterior al tratamiento térmico. Los resultados se observan en la *Tabla 20*.

*Tabla 20: Prueba de temperaturas y tiempo de recocido.*

Identificación	$R_{inicial}$ [ $\Omega$ ]	Tiempo recocido [h]	Temperatura [ $^{\circ}\text{C}$ ]	$R_{final}$ [ $\Omega$ ]	Disminución de resistencia [%]
#DC6	1100	2	400	560	49%
#DC7	920	1	400	480	48%
#DC8	630	2	500	233	63%
#DC9	1080	1	500	385	64%

Analizando los resultados fue posible verificar que el tratamiento térmico aplicado efectivamente produce un cambio notable en la resistencia del calefactor, y que prácticamente no existe diferencia de resultados al aplicar el recocido por más tiempo a las mismas condiciones.

Esto último concuerda con lo estipulado en [76] acerca del coeficiente de resistencia a la temperatura (*TCR*, por sus siglas en inglés) de capas delgadas de platino sobre alúmina posterior a un tratamiento térmico, el cual se ve levemente afectado por tiempos de recocido mayores, como se muestra en la *Ilustración 103*.



*Ilustración 103: Curvas TCR de los PTRs (platinum thin film resistance) fabricados sobre  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tras diferentes tiempos de recocido a 400 °C, 600 °C, 800 °C. Adaptado de [76].*

Adicionalmente, se nota que, al aumentar la temperatura del tratamiento, el porcentaje de *disminución de resistencia* se hace mayor, por lo que se verifica con dos temperaturas adicionales durante el mismo periodo de tiempo, obteniendo los resultados de la *Tabla 21*.

Tabla 21: Prueba de temperatura de recocido.

Identificación	$R_{inicial}$ [ $\Omega$ ]	Tiempo recocido [h]	Temperatura [ $^{\circ}$ C]	$R_{final}$ [ $\Omega$ ]	Disminución de resistencia [%]
#DC10	630	1	600	167	73%
#DC11	398	1	650	102	74%

Considerando que la variación del porcentaje de disminución de resistencia fue mínima entre ambas temperaturas, y contemplado lo mencionado en [76] acerca de la creación de ranuras y/o islas de material a temperaturas superiores de recocido, se define el tratamiento térmico a 600°C, obteniendo una disminución de un 73% de la resistencia inicial al realizar el tratamiento de recocido durante una hora.

Teniendo en cuenta lo previamente expuesto y dado que la resistencia obtenida se encuentra dentro del rango deseado (100-200  $\Omega$ ), se considera que el recocido es un método efectivo para disminuir el intervalo de tiempo calculado anteriormente (5,4 horas). Además, y debido a la fundición y aglomeración de sus granos superficiales, permitió obtener la resistencia deseada a menor tiempo de depósito.

#### IV. *Proceso de Lift-off*

El proceso de *lift-off* realizado bajo inmersión en 1-metil-2-pirrolidona se realizó según lo descrito en la *Sección 4.4.4*.

Las muestras antes de llevar a cabo la técnica de desprendimiento, es decir con el recubrimiento realizado con pulverización catódica, lucieron tal como se muestra en la *Ilustración 104 a)*, una vez completado el procedimiento de *lift-off*, su aspecto fue modificado según lo representado en la *Ilustración 104 b)*.

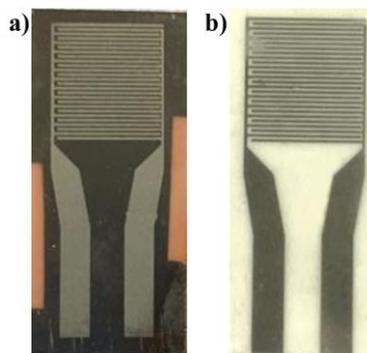


Ilustración 104: a) sustrato con recubrimiento de platino por técnica de pulverización catódica; b) sustrato expuesto a proceso de *lift-off*.

No existieron mayores precauciones en esta etapa, la resina recubierta con platino se desprende de manera fácil y rápidamente obteniendo una excelente calidad del diseño final.

### Proceso alternativo

Como se indica en la Sección 4.4.4, se evaluó un proceso alternativo al proceso de pulverización catódica usando una fuente *DC*, en el cual fue empleado una fuente de alimentación de radiofrecuencia (*RF*).

Para utilizar la fuente mencionada fue necesario redefinir los parámetros de operación y depósito utilizando la metodología empleada anteriormente. Por consiguiente, se tomaron como referencia los valores de variables aplicados en [64-67] para la evaporación, utilizando la técnica de *magnetron sputtering* con fuente *RF*. Donde se utilizaron presiones de trabajo entre 0,4 y 0,8 mTorr y se destaca la recomendación de no emplear este parámetro con un valor superior a 0,9 mTorr, ya que la calidad del recubrimiento se ve comprometida [65].

Luego de múltiples pruebas en laboratorio, se logró plasma estable y conforme a las condiciones establecidas en la Tabla 22.

Tabla 22: Parámetros de evaporación Fuente RF, Kurt J. Lesker Company.

Parámetros evaporación	
Parámetro	Valor
Flujo de argón ( $F_a$ )	15 [sccm]
Presión ( $p$ )	0,67 [Pa]
RPM ( $rpm$ )	20500 [rpm]
Potencia ( $P$ )	40 [W]
Diámetro de blanco ( $D_{Pt}$ )	2,54 [cm]
Distancia sustrato-target -	8 [cm]

Posteriormente, para alcanzar una resistencia similar a la obtenida con la prueba #DC10 (167  $\Omega$ ), y el mismo porcentaje de disminución de resistencia (73%), se realizaron múltiples iteraciones en el laboratorio, determinando que es necesario evaporar la muestra durante 6 horas a las condiciones previamente mencionadas, y seguidamente aplicar el tratamiento de recocido durante 6 horas a 600°C obteniendo los resultados expuestos en la Tabla 23.

Tabla 23: Tiempo de recocido con fuente RF.

Identificación	$R_{inicial}$ [ $\Omega$ ]	Tiempo recocido [h]	Temperatura [°C]	$R_{final}$ [ $\Omega$ ]	Disminución de resistencia [%]
#RF2	1820	6	600	163,8	73%

Comparando el tiempo de depósito necesario para obtener el mismo resultado en términos de resistencia, entre la fuente *DC* y *RF*, se evidenció una gran diferencia (4 horas aprox.),

lo que no se considera óptimo en términos de operación debido a los gastos energéticos y de consumo ya mencionados.

Esto puede relacionarse con la naturaleza de la técnica de magnetron sputtering en corriente continua (*DC*), que ha demostrado excelentes resultados para materiales objetivo eléctricamente conductores. Por otro lado, la pulverización catódica usando radiofrecuencia (*RF*) es apropiada para diversos tipos de materiales, incluyendo conductores, aislantes y semiconductores [60]. Sin embargo, en este estudio se ha comprobado que esta última técnica presenta limitaciones significativas en términos de las tasas de deposición alcanzables [60], [68]. Cuyas razones podrían deberse a la falta de electrones secundarios atrapados sobre el objetivo (debido al potencial eléctrico alternado), lo que define una menor tasa de deposición. Esto podría explicar el tiempo adicional necesario para alcanzar las mismas condiciones eléctricas del depósito en el caso de la evaporación con una fuente de tipo *RF*.

Adicionalmente, se ha demostrado que ambas técnicas impactan de manera diferente en la morfología del material [69], [70]. Puesto que, la constante alternación de potencial eléctrico presente en la evaporación por corriente *RF* genera mayores colisiones entre las especies del plasma, estas disminuyen su energía cinética impidiendo una buena difusión de los átomos (adátomos) del material al momento de llegar al sustrato, lo que genera mayores defectos como amorfisidad y porosidad en la capa delgada resultante. Esta diferencia podría justificar la extensión del proceso a 6 horas de recocido a 600°C, en contraposición a al tiempo necesario para el procedimiento previamente realizado con la fuente *DC*, con el objetivo de mejorar aquellos defectos con el tratamiento térmico.

Por lo que, en consideración de todo lo anterior se podría concluir que la técnica de *magnetron sputtering* en *DC* resulta más eficiente en este caso de estudio. Esto posibilita obtener recubrimientos con un espesor adecuado para cumplir con una resistencia cercana a los 160  $\Omega$ , en tiempos acotados.

# Capítulo 5: Montaje del sistema de medición

## 5.1 Sistema general

Como se ha señalado previamente, el sistema de medición se compone de sensores, sistema de gas y computacional, todos interconectados mediante conexiones eléctricas y/o conductos de gas. El esquema de montaje y la instrumentación global se presenta en la *Ilustración 105*, incluyendo los componentes que se detallan a continuación y que se describen en las secciones posteriores.

<b>Sistema de gas</b>	<b>Sistema computacional</b>
3 cilindros de gas	Cableado eléctrico
3 controladores de flujo másico (MFC)	Computador
6 válvulas de retención	3 conectores de tarjeta tipo ranura
3 válvulas de bola	
1 válvula de compuerta	
1 manómetro	
1 tubo burbujeador de gas	
Manguera de nylon	
Tubos de acero inoxidable	

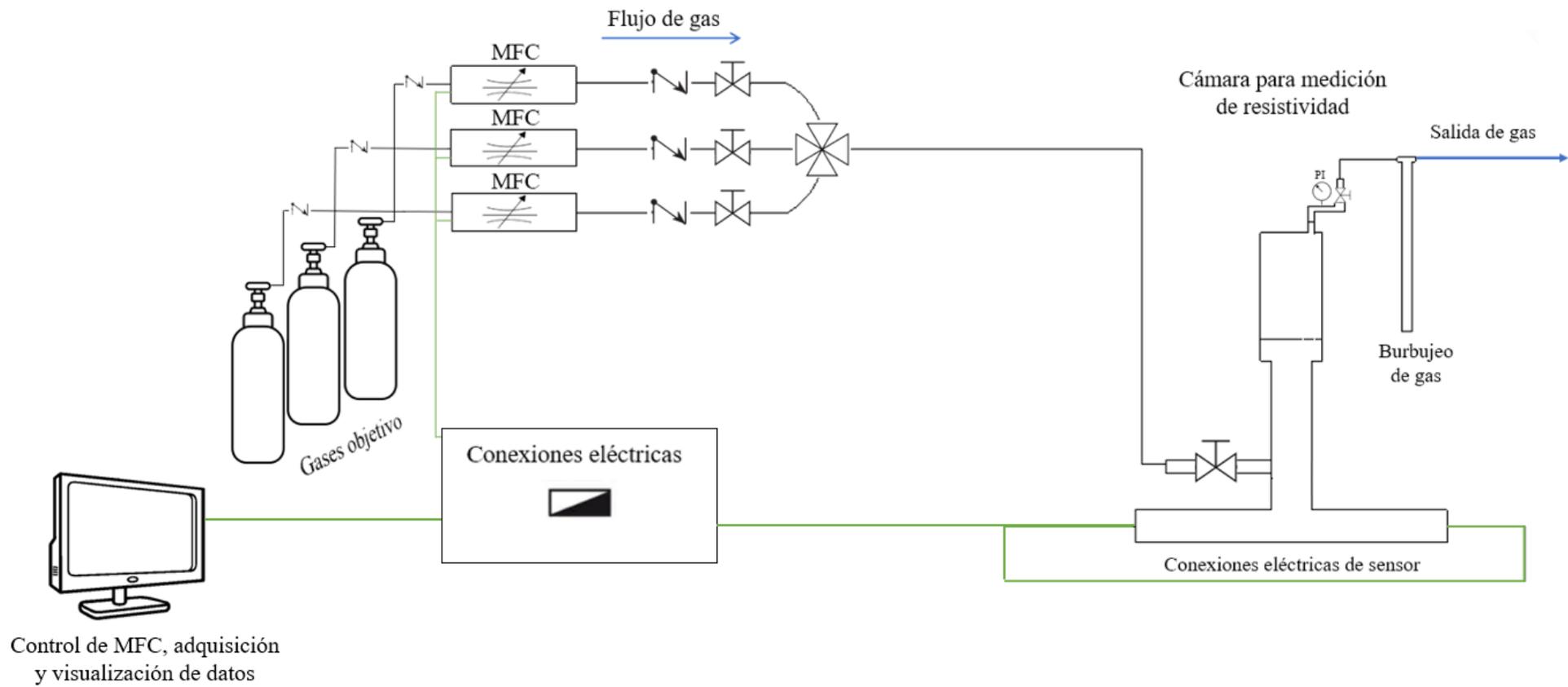


Ilustración 105: Diagrama de montaje e instrumentación general.

## 5.2 Red de gases

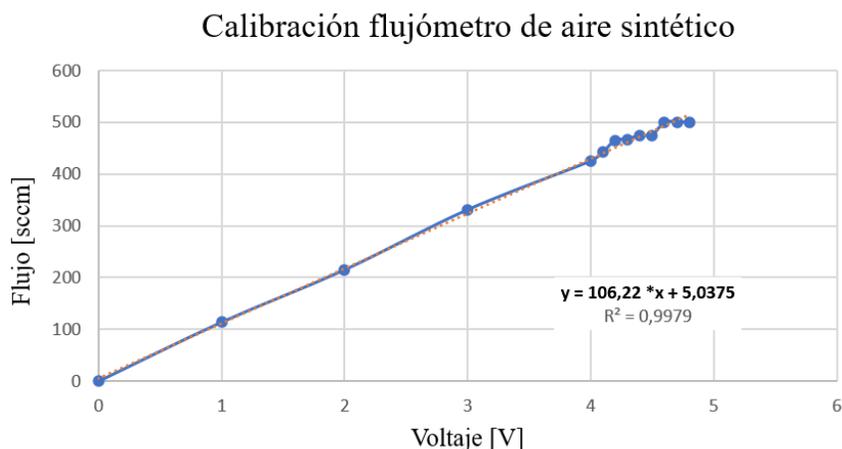
El sistema de gas empleado se constituye de tres cilindros de gas, los cuales se enlazaron con controladores de flujo másico (*MFC*) mediante conductos de acero inoxidable. Cada uno de estos conductos dispone de su respectiva válvula de retención para prevenir el retroceso del fluido en las tuberías. Luego de los *MFC*, nuevamente se encuentra una válvula de retención, esta vez acompañada de una válvula de bola en cada línea de gas. Estos componentes se ensamblan mediante una unión cruz de acero inoxidable.

La salida del ensamblaje se dirige desde su salida hacia la entrada del sistema de medición a través de una manguera de nylon, y se conecta al sistema mediante tuercas y férulas de acero inoxidable. La entrada se compone de una válvula de compuerta, la que, a través de un tubo de acero inoxidable, se divide en dos secciones:

- Sección superior: abarcando el sistema de medición y salida de gases. El sistema de medición corresponde a la cámara diseñada en el *Capítulo 3*, mientras que el sistema de limpieza y salida de gases se compone de un tubo burbujeador de gas por el cual salen los gases utilizados en la cámara de pruebas y son introducidos en agua generando burbujas, antes de ser liberados al sistema de ventilación.
- Sección inferior: comprendiendo las conexiones eléctricas desde el conector de tarjeta (donde se insertan los sensores) hacia el sistema de conexiones eléctricas hasta el sistema de conexiones eléctricas. Este último se conecta a un computador con software que habilita el control de los *MFC* y la adquisición y visualización de datos.

### 5.2.2 Calibración de flujómetro

La calibración del controlador de flujo másico correspondiente al equipo *MFC GE50A* marca *MKS*, el cual tiene un rango de 5 a 500 sccm, fue realizada con un *caudalímetro digital volumétrico de burbujas* marca *SUPELCO*. Los resultados obtenidos se exponen en la *Ilustración 106*, donde además se incluye la ecuación de tendencia lineal de la medición del flujo de gas en conjunto al voltaje aplicado al controlador.



*Ilustración 106: Calibración de flujómetro de aire sintético.*

La Ecuación 18 presentada a continuación fue considerada un "valor de entrada" a utilizar en la programación del software computacional para controlar el MFC de aire sintético.

$$y = 106,22 \cdot x + 5,0375 \qquad \text{Ecuación 18}$$

Donde “y” representa el flujo de gas en centímetros cúbicos por minuto (sccm) y “x” el voltaje aplicado en volts (v).

## 5.3 Conexiones eléctricas y sistema computacional

### 5.3.1 Calibración de calefactores

Para verificar si los calefactores fabricados cumplen con su objetivo de alcanzar los 300°C cuando tienen una resistencia entre 100-200 Ω (como se menciona en la Sección 4.1.2), se sometió uno de ellos a pruebas en LINSE de Brasil, donde existe un sistema computacional y electrónico verificado y operativo para monitoreo de sensores. A continuación, se presentan los resultados obtenidos en la Tabla 24.

*Tabla 24: Resultados obtenidos de calefactor sometido a prueba en LINSE de Brasil.*

Parámetro	Valor
Resistencia (R)	104,2 [Ω]
Corriente (I)	162 [mA]
Voltaje (V)	32,64 [V]
Temperatura (T)	300,2 [°C]

Por lo que a partir de los resultados se deduce que los calefactores fabricados cumplieron con el requisito final de llegar a la temperatura de 300°C.

Posteriormente, y como se explicó antes en las *Limitaciones*, no se llevó a cabo una evaluación del desempeño de los sensores utilizando dicho sistema. No obstante, a través de conexiones eléctricas, fue factible realizar una calibración preliminar de los calefactores para tener una noción del comportamiento bajo las condiciones de voltaje y corriente que presenta actualmente el sistema.

Se compararon dos calefactores previamente recubiertos con Pt considerando el tipo de fuente utilizada en su fabricación (*DC* y *RF*), realizados bajo los parámetros especificados en la *Tabla 19* y *Tabla 22* respectivamente. El sistema actual no permitió la modificación de la corriente por lo que esta se encuentra fija a un valor de 120 mA.

### *Muestras evaporadas en corriente continua (DC)*

*Tabla 25: Resultados calibración calefactor #DC10.*

<b>Muestra: #DC10</b>	
<i>Resistencia: 167 [<math>\Omega</math>]</i>	
<b>Voltaje [V]</b>	<b>Temperatura [<math>^{\circ}</math>C]</b>
0	21,2
16,7	33,0
17,59	35,5
18,48	37,5
19,38	39,7
20,27	42,2

*Tabla 26: Resultados calibración calefactor #DC13.*

<b>Muestra: #DC13</b>	
<i>Resistencia: 165 [<math>\Omega</math>]</i>	
<b>Voltaje [V]</b>	<b>Temperatura [<math>^{\circ}</math>C]</b>
0	22,5
16,7	31,6
17,59	33,5
18,48	35,4
19,38	37,4
20,27	39,4

## Muestras evaporadas en corriente alterna (RF)

Tabla 27: Resultados calibración calefactor #RF2.

<b>Muestra: #RF2</b>	
<i>Resistencia: 163,8 [<math>\Omega</math>]</i>	
<b>Voltaje [V]</b>	<b>Temperatura [<math>^{\circ}</math>C]</b>
0	21,2
16,7	32,6
17,59	34,6
18,48	36,6
19,38	38,8
20,27	41,0

Tabla 28: Resultados calibración calefactor #RF7.

<b>Muestra: #RF7</b>	
<i>Resistencia: 159 [<math>\Omega</math>]</i>	
<b>Voltaje [V]</b>	<b>Temperatura [<math>^{\circ}</math>C]</b>
0	22,9
16,7	36,0
17,59	38,8
18,48	42,0
19,38	44,4
20,27	47,4

Al analizar los resultados adquiridos, es evidente que las instalaciones eléctricas actuales no brindaron las condiciones idóneas para el funcionamiento eficiente del calefactor. El sistema alcanza un voltaje máximo de 20,27 V, lo cual equivale al 62,10% de la tensión necesaria para su operación óptima, como se demostró en las pruebas realizadas en LIN-SE. Esta discrepancia es significativa y tiene un impacto en las mediciones debido a la relación cuadrática entre el calor generado por los calefactores y la corriente eléctrica que los atraviesa, según lo establecido en la *Ecuación 11* o efecto Joule.

Finalmente, se puede afirmar que, hasta el momento y con el sistema actual, es factible alcanzar temperaturas cercanas a 40-50 $^{\circ}$ C mediante el suministro de 20,27 V y 0,12 A, variando en función de la resistencia específica del calefactor bajo evaluación.

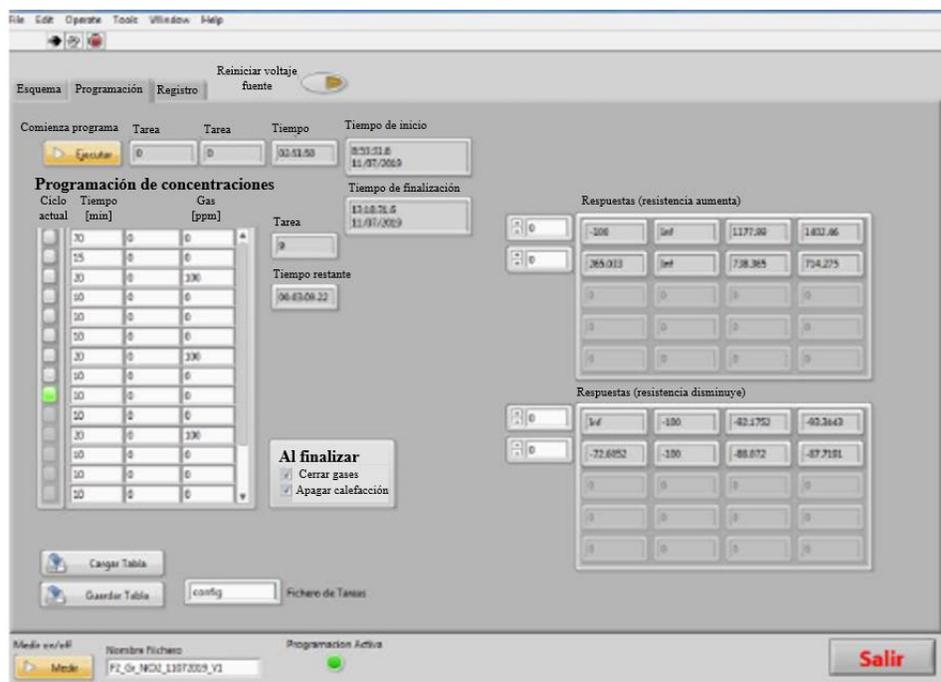
### 5.3.2 Funciones previstas

En relación a las operaciones previstas para el sistema computacional, previamente detalladas en la *Sección 4.1.4*, a continuación, se detallan los datos esenciales para su ejecución.

- Control y monitoreo de *MFC*: debe incluirse en la programación del sistema la calibración de la *Sección 5.2.2* para el caso del aire sintético.
- Controlar potencia y monitoreo de la temperatura del calefactor: debe incorporar en la programación del sistema la calibración de la *Sección 5.2.2* e incorporar un método que permita controlar la potencia (voltaje x corriente) para los calefactores.

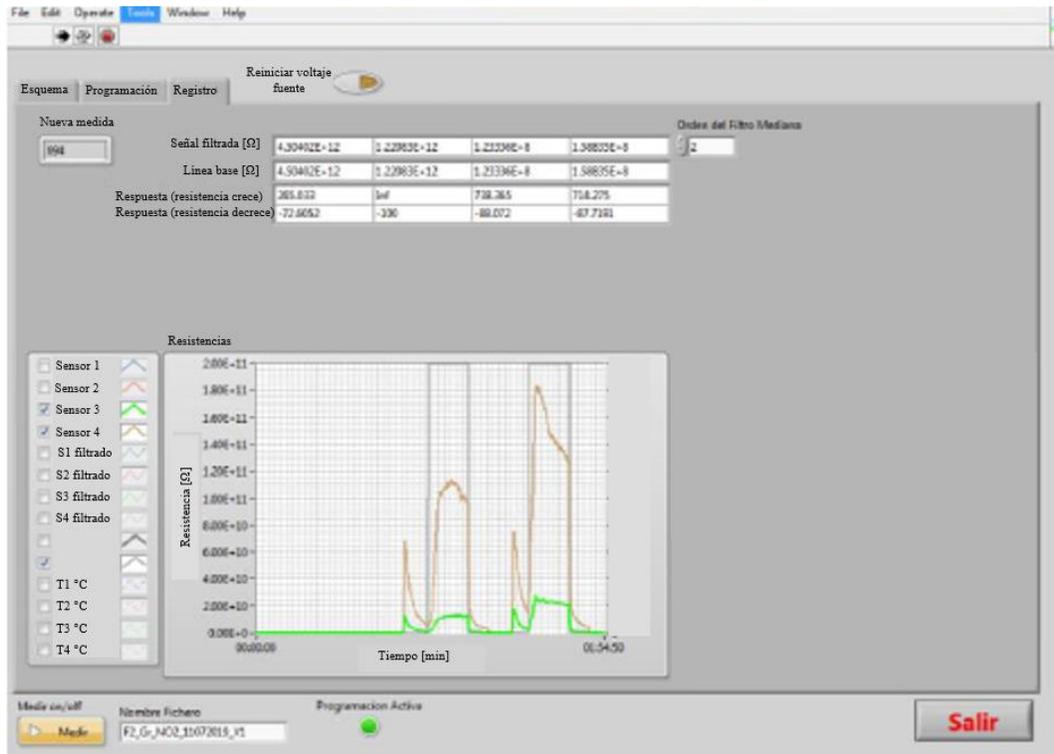
Para las siguientes consideraciones es necesario mencionar que se plantea la realización del software basado en el entorno *LabView®*, puesto que se recomienda para aplicaciones que requieren análisis de datos, reportes automatizados y acceso remoto para realizar pruebas [71].

- Programación de tiempos y concentración de ciclos de gas: se desea pasar un flujo de aire sintético para estabilizar las resistencias medidas en los electrodos del sensor. Una vez estabilizada, se fijan ciclos en los cuales se deja pasar una corriente del gas a medir a una concentración fija por un determinado tiempo. La interfaz debiera verse como muestra la *Ilustración 107*, basada en un entorno creado para medición de gases en [72].



*Ilustración 107: Ejemplo de interfaz para programación de tiempos y concentración de gases en ciclos, software de control y medida basado en LabView®. Adaptado de [72].*

- Medición y visualización en tiempo real de los valores de resistencia de los sensores: para monitorear el comportamiento del sensor se espera que el software permita visualizar los valores de las resistencias medidas en los sensores, como se muestra en la *Ilustración 108*.



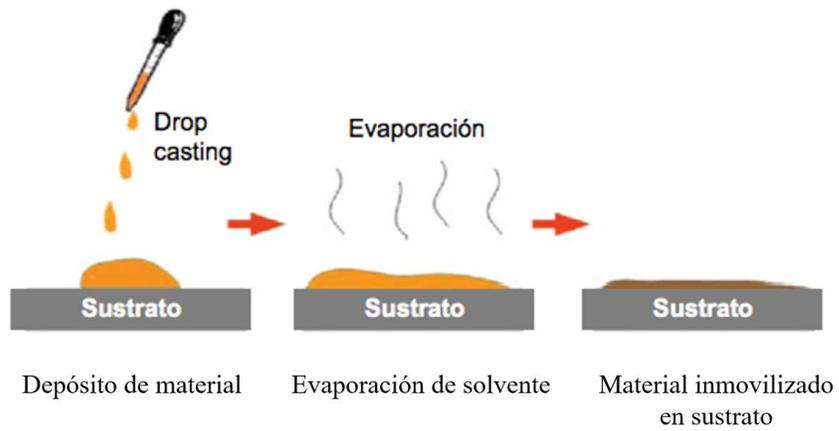
*Ilustración 108: Ejemplo de interfaz de gráficas en tiempo real de medición de resistencias de sensores que genera el software de control y medida basado en LabView®. Adaptado de [72].*

- Almacenamiento de datos medidos: se espera que todos los datos mencionados y ejemplificados en relación a la plataforma *LabView®* puedan ser almacenados en un archivo de texto o *Excel*.

## 5.4 Depósito de material sensor

El depósito del material sensible se realiza mediante la técnica de *drop casting*, usualmente utilizada en la fabricación de películas delgadas o recubrimientos. El método, expuesto en la *Ilustración 109*, consiste en depositar una pequeña proporción de una dispersión de nanopartículas sobre un sustrato utilizando una micropipeta. Luego se introduce el sustrato en una estufa para permitir la evaporación del disolvente empleado, permitiendo que el material quede inmovilizado sobre el sustrato [72]. Para mayor detalle acerca de la metodología empleada dirigirse a *Anexo E* donde se detalla la metodología del depósito utilizando  $\text{SnO}_2$ .

Cabe destacar que, a pesar de su elevado espesor, el recubrimiento por *drop casting* ha dado lugar a sensores muy estables, reproducibles y con buena sensibilidad [38].



*Ilustración 109: Proceso de drop casting de material sensor [72].*

## Capítulo 6: Conclusiones

Mediante el estudio y experimentación desarrollados en el presente documento, se logró llevar a cabo los objetivos planteados para el diseño y fabricación de una cámara que permite medir la resistividad en películas sensoras de gas.

En relación al objetivo de diseño de la cámara, se logró llevar a cabo un diseño detallado y desarrollo de simulaciones mediante el programa *COMSOL Multiphysics®*. Como resultado, se presentan cambios drásticos y notables en la fluidodinámica del sistema. Al considerar perfiles de flujo y variables como velocidad y presión en las situaciones analizadas, se determinó que la configuración óptima implica la presencia de 21 perforaciones en el corte longitudinal del sector de entrada de aire hacia la zona de medición de resistividad de las películas sensoras, con una longitud de 10 cm en esta última. Asimismo, se establece que, dadas las condiciones fluidodinámicas, la película sensora debe ubicarse en la cara orientada hacia el centro del sistema, mientras que el calefactor se coloca en el lado opuesto. Considerando la asimetría en la salida de gases de la cámara de medición, se concluye que es factible llevar a cabo la medición simultánea de 3 sensores, asegurando así igualdad en las condiciones de velocidad y presión.

En lo que respecta a la producción del sensor, que involucra tanto los electrodos como los calefactores, se trata de un procedimiento de alta complejidad, compuesto por diversas fases, técnicas y operaciones, todas las cuales deben ser ejecutadas con precisión para asegurar un resultado exitoso.

Se determina que la adecuada preparación de la alúmina, es un paso crítico e imprescindible para iniciar el proceso de fabricación de sensores. Esto se basa en el notable impacto observado en la rugosidad de las muestras analizadas, logrando valores mínimos al someter el sustrato a un tratamiento térmico de 1200°C, con una disminución porcentual de 88,89% de la desviación estándar de distribuciones de altura de la superficie en comparación con el sustrato no tratado térmicamente.

Respecto a la técnica de litografía óptica, empleada para la fabricación de moldes que posteriormente son sometidos al proceso de pulverización, se determinó que los parámetros establecidos tras rigurosas pruebas en laboratorio son apropiados para llevar a cabo la técnica con alta reproducibilidad de resultados. Las variables definidas permiten obtener una desviación estándar de distribuciones de altura de la superficie de 0,36  $\mu\text{m}$ , cuyo posterior proceso de cocción es realizado durante 20 s a una temperatura de 23°C sobre el sustrato. Es crucial destacar que este último resultado tiene una relevancia significativa en el desarrollo de la técnica, ya que la exposición de la muestra a temperaturas superiores podría comprometer los resultados finales del proceso.

En cuanto a la implementación de la técnica de pulverización catódica o sputtering magnetrón, se determinó que los parámetros establecidos ofrecen un entorno de plasma estable y adecuado para la creación de recubrimientos de platino uniformes sobre los moldes fabricados, presentando una tasa de crecimiento de recubrimiento de 1,2 nm/min. No obstante, se requiere un tiempo estimado de 5,4 h para alcanzar el espesor de recubrimiento requerido que cumpla con la resistencia buscada. Por consiguiente, se vuelve crucial la fase de recocido del material para lograr el resultado

deseado en un intervalo de tiempo viable. Esto permite reducir el tiempo de evaporación a solo 90 min mediante un proceso de recocido de 1 h a 600°C.

Por otro lado, a partir de los resultados obtenidos, se deduce que hay una disparidad notable en los tiempos de evaporación necesarios entre la fuente *DC* y *RF*. Específicamente, la última requiere aproximadamente 4 horas adicionales para alcanzar los mismos resultados en términos de resistencia. Este análisis conduce a la conclusión de que, en este escenario específico, la técnica de sputtering por magnetrón en modo *DC* exhibe mayor eficiencia. Facilita la obtención de recubrimientos con un espesor adecuado para alcanzar una resistencia cercana a los 160  $\Omega$ , en plazos razonables, lo cual es necesario para satisfacer los requisitos establecidos por el sistema en proceso de fabricación

Por último, respecto al montaje y configuración del sistema de medición, resulta crucial la elaboración de un software personalizado, cuyo diseño eléctrico establezca las condiciones óptimas para la operación eficaz tanto de la lectura de la resistividad en el material sensor, a través de los electrodos, como de la regulación de la temperatura, realizada mediante la conexión al calefactor. Dado que el aporte del diseño eléctrico a los resultados es sustancial y de importancia significativa a los resultados obtenidos.

Finalmente, se considera que el trabajo realizado es satisfactorio y sienta las bases para el desarrollo y posterior prueba de la cámara diseñada para medir la resistividad en materiales sensores de gas, como el dióxido de estaño. Se ofrecen protocolos y metodologías reproducibles que serán de gran utilidad en la fabricación de sensores futuros. Asimismo, se aporta conocimiento fundamental sobre el comportamiento fluidodinámico en el interior del sistema de medición y cómo esto podría afectar las mediciones realizadas en los sensores. Por lo que se considera que el conocimiento proporcionado es de gran valor y contribuye significativamente al avance en el campo de la detección de gases y la caracterización de materiales sensores.

# Nomenclatura

## Abreviaciones

CFD	: Computational Fluid Dynamics (Dinámica de fluidos computacional)
DC	: Direct current (corriente directa)
DNS	: Direct Numerical Simulation (Simulación Numérica Directa)
IUPAC	: International Union of Pure and Applied Chemistry (Unión Internacional de Química Pura y Aplicada)
LES	: Large Eddy Simulations (Simulación de grandes vórtices)
MFC	: Mass Flow Controller (Controlador de flujo másico)
SEM	: Scanning Electron Microscope (Microscopía electrónica de barrido)
RF	: Radiofrequency (Radiofrecuencia)
RPM	: Revoluciones por minuto
RANS	: Reynolds Averaged Navier Stokes Equations (Navier Stokes promediado por Reynolds)
SMOX	: Semiconductor Metal-Oxide Based Sensors (Sensores de óxidos metálicos semiconductores)
TCR	: Temperature Coefficient of Resistance (Coeficiente de resistencia a la temperatura)
WLI	: White Light Interferometry (Interferometría de luz blanca)

## Romana

$\vec{g}$	: Aceleración de gravedad, [m/s <sup>2</sup> ]
$z$	: Altura, [cm]
$A$	: Área, [cm <sup>2</sup> ]
$c$	: Constante
$Q_{cond}$	: Calor asociado a conducción, [J]
$Q_{conv}$	: Calor asociado a convección, [J]
$Q_{rad}$	: Calor asociado a radiación, [J]
$R_0$	: Condición de referencia de resistencia, [ $\Omega$ ]
$I$	: Corriente, [A]
$S_q$	: Desviación estándar de distribuciones de altura en la superficie [ $\mu\text{m}$ ]
$D$	: Diámetro, [cm]
$e^-$	: Electrones
$E_F$	: Energía de fermi, [J/K]
$E_{vac}$	: Energía de vacío, [J/K]
$Q$	: Energía térmica, [J]
$E_{A,surf}$	: Estado aceptor superficial
$F_a$	: Flujo de argón, [sccm]
$\Phi$	: Función de trabajo, [J]
$\vec{F}$	: Fuerza, [N]
$E_g$	: Hueco energético
$L$	: Largo, [cm]

$S_a$	: Media aritmética de valores de rugosidad de la muestra [ $\mu\text{m}$ ]
$Re$	: Número de Reynolds
$Ma$	: Número de Mach
$h^+$	: Orificios de banda de valencia
$P$	: Potencia, [W]
$p$	: Presión, [Pa]
$p_g$	: Presión parcial de gas objetivo, [Pa]
$R$	: Resistencia, [ $\Omega$ ]
$R_{gas}$	: Resistencia ante presencia de analito, [ $\Omega$ ]
$S$	: Señal de sensor en estado estacionario
$T$	: Temperatura, [ $^{\circ}\text{C}$ ]
$t$	: Tiempo, [s]
$\vec{V}$	: Vector de velocidad, [m/s]
$s$	: Velocidad del sonido en el aire, [m/s]
$v_{crec}$	: Tasa de crecimiento de depósitos, [nm/min]
$v_{lineal}$	: Velocidad lineal, [m/s]
$V$	: Voltaje, [V]

## Griega

$\rho$	: Densidad, [ $\text{kg}/\text{m}^3$ ]
$\rho_E$	: Resistividad específica, [ $\Omega \cdot m$ ]
$\vec{\tau}$	: Tensor de esfuerzos
$\mu_d$	: Viscosidad dinámica, [ $\text{kg}/\text{m}\cdot\text{s}$ ]

## Química

$SO_2$	: Dióxido de azufre
$CO_2$	: Dióxido de carbono
$SnO_2$	: Dióxido de estaño
$TiO_2$	: Dióxido de titanio
$C_4H_{13}NO_6$	: Hidróxido de tetrametilamonio
$C_4H_{23}NO_6$	: Hidróxido de tetrametilamonio pentahidratado
$CH_4$	: Metano
$CO$	: Monóxido de carbono
$ZnO$	: Óxido de zinc
$NO_x$	: Óxido nitroso
$O_{2,gas}$	: Oxígeno atmosférico gaseoso
$O_O$	: Oxígeno de red
$O_3$	: Ozono
$O_2^{-2}$	: Peróxido
$C_3H_8$	: Propano
$H_2S$	: Sulfuro de hidrógeno
$O_2^-$	: Superóxido
$V_O^{+2}$	: Vacancias de oxígeno superficial

## Símbolos

$\nabla$  : Operador gradiente  
 $\nabla \cdot$  : Operador divergencia

# Bibliografía

- [1] Rothschild, A., & Tuller, H. L. (2006). Gas sensors: New materials and processing approaches. *Journal of Electroceramics*, 17(2–4), 1005–1012. <https://doi.org/10.1007/s10832-006-6737-y>
- [2] Paladiya, C., & Kiani, A. (2018). Nano structured sensing surface: Significance in sensor fabrication. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 268, 494–511. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2018.04.085>
- [3] Aswal, D. K., & Gupta, S. K. (2007). Science and technology of chemiresistor gas sensors. [https://books.google.com/books/about/Science\\_and\\_Technology\\_of\\_Chemiresistor.html?hl=es&id=bMRubqYylHgC](https://books.google.com/books/about/Science_and_Technology_of_Chemiresistor.html?hl=es&id=bMRubqYylHgC)
- Choudhary MP & Garg V. (2013). Causes, Consequences and Control of Air Pollution. *Control of Air Pollution*, 1(t 2013).
- [4] [https://www.researchgate.net/publication/279202084\\_Causes\\_Consequences\\_and\\_Control\\_of\\_Air\\_Pollution?enrichId=rgreq-aa0298b576e3c06ce6199dccab9c1078-XXX&enrichSource=Y292ZXJOYWdlOzI3OTIwMjA4NDtBUzoyNDcwODUxMDY3MjQ4NjRAMTQzNTkyMTA4ODIyM A%3D%3D&el=1\\_x\\_3&\\_esc=publicationCoverPdf](https://www.researchgate.net/publication/279202084_Causes_Consequences_and_Control_of_Air_Pollution?enrichId=rgreq-aa0298b576e3c06ce6199dccab9c1078-XXX&enrichSource=Y292ZXJOYWdlOzI3OTIwMjA4NDtBUzoyNDcwODUxMDY3MjQ4NjRAMTQzNTkyMTA4ODIyM A%3D%3D&el=1_x_3&_esc=publicationCoverPdf)
- [5] Lin, Z., Song, W., & Yang, H. (2012). Highly sensitive gas sensor based on coral-like SnO<sub>2</sub> prepared with hydrothermal treatment. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 173, 22–27. <https://doi.org/10.1016/j.snb.2012.04.057>
- [6] Lee, D. D., & Lee, D. S. (2001). Environmental gas sensors. *IEEE sensors journal*, 1(3), 214–224.
- [7] DeBoer, J. (2004). *Evaluation Methods for Porous Silicon Gas Sensors*. 1–163.
- [8] Monreal, G., Javier, F. (1992). Estudio y realización de sensores para CO basados en la modulación de la conductividad eléctrica del semiconductor SnO<sub>2</sub>. Universidad Complutense de Madrid.
- [9] Liu, X., Cheng, S., Liu, H., Hu, S., Zhang, D., & Ning, H. (2012). A Survey on Gas Sensing Technology. *Sensors*, 12(7), 9635–9665. MDPI AG.
- [10] V. von der T. Jonathan Woetzel, Jaana Remes, Brodie Boland, Katrina Lv, Suveer Sinha, Gernot Strube, John Means, Jonathan Law, Andrés Cadena, SMART CITIES : DIGITAL SOLUTIONS FOR A MORE LIVABLE FUTURE, (2018).
- [11] T. Nam, T.A. Pardo, Conceptualizing Smart City with Dimensions of Technology, People, and Institutions, (2011) 282–291, <https://doi.org/10.1145/2037556.2037602>.
- [12] Fraden, J. (1994). *Handbook of modern sensors*. (Quinta edición)
- [13] Degler, D. (2017) Spectroscopic insights in the gas detection mechanism of tin dioxide based gas sensors, <http://dx.doi.org/10.15496/publikation-19211>.
- [14] G. Korotcenkov, Metal oxides for solid-state gas sensors: What determines our choice?, *Materials Science and Engineering: B*, Volumen 139, 2007, Páginas 1-23, <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2007.01.044>.
- [15] Wilson, Denise & Hoyt, Sean & Janata, Jiri & Booksh, Karl & Obando, Louis. (2002). Chemical Sensors for Portable, Handheld Field Instruments. *Sensors Journal, IEEE*. 1. 256 – 274, doi:10.1109/7361.983465.
- [16] Il-Doo Kim, Avner Rothschild, Harry L. Tuller, Advances and new directions in gas-sensing devices, *Acta Materialia*, Volume 61, Issue 3, 2013, Pages 974-1000, ISSN 1359-6454, <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.041>.
- [17] Hulanicki, A., Glab, S. & Ingman, F. (1991). Chemical sensors: definitions and classification. *Pure and Applied Che-*

mistry, 63(9), 1247-1250. <https://doi.org/10.1351/pac199163091247>

- [18] K. W. Kolasinski, *Surface Science - Foundations of Catalysis and Nanoscience*, 3era edición. John Wiley & Sons Ltd., 2012.
- [19] N. Yamazoe, K. Shimano, *1-Fundamentals of semiconductor gas sensors*, *Semiconductor Gas Sensors*, 2020, pp. 3-38, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102559-8.00001-X>.
- [20] Haiping He, *Metal oxide semiconductors and conductors*, In *Metal Oxides, Solution Processed Metal Oxide Thin Films for Electronic Applications*, Elsevier, 2020, Páginas 7-30, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814930-0.00002-5>.
- [21] N. Bârsan, M. Huebner, U. Weimar, *2-Conduction mechanism in semiconducting metal oxide sensing films: impact on transduction*, *Semiconductor Gas Sensors*, Woodhead Publishing, 2020, pp. 39-69, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102559-8.00002-1>.
- [22] J.G. Webster, G. Neri, N. Donato, *Resistive Gas Sensors*, *Wiley Encycl. Electr. Electron. Eng.* (2016) 1–12. <https://doi.org/10.1002/047134608x.w8337>.
- [23] Castellan, Gilbert W. (1974). *Fisicoquímica*. Addison-Wesley.
- [24] Carrizalez, G. I. *Ciencia e ingeniería de los materiales - Askeland, Donald R.; Wright, We.* (pp. 680–700).
- [25] *COMSOL Multiphysics Reference Manual*. (n.d.). *Doc.comsol.com*. Accedido 16 abril 2023, desde [https://doc.comsol.com/5.5/doc/com.comsol.help.comsol/COMSOL\\_ReferenceManual.pdf](https://doc.comsol.com/5.5/doc/com.comsol.help.comsol/COMSOL_ReferenceManual.pdf)
- [26] Rönsch, S.; Köchermann, J.; Schneider, J.; Matthischke, S. 2016. *Global Reaction Kinetics of CO and CO2 Methanation for Dynamic Process Modeling*. *Chem Eng Technol.* <https://doi.org/10.1002/ceat.201500327>
- [27] J. Cervantes. *Apuntes de introducción al estudio del flujo turbulento*. Universidad Nacional Autónoma de México.
- [28] Usera, G. (2001). *Simulación numérica de grandes vórtices*. Universidad de la República. <https://www.colibri.udelar.edu.uy/jspui/bitstream/20.500.12008/22656/1/Us01.pdf>
- Sánchez, J. (2004). *Simulación numérica directa en paralelo de las ecuaciones de Navier-Stokes en flujos con capa límite desprendida. Aplicaciones en instalaciones deportivas con gradas cubiertas*. Departamento de Ingeniería del Diseño, Universidad de Sevilla. <https://biblus.us.es/bibing/proyectos/abreproy/3718/fichero/Parte+I%252FCapitulo+2.pdf>
- [30] Demarco Bull, R. (2008). *Estudio numérico del transporte turbulento de cortinas de aire en impacto para el confinamiento de un escalar activo*. Disponible en <https://repositorio.uchile.cl/handle/2250/101934>
- [31] Martínez, J. *Flujo compresible*. Universidad de Oviedo. <https://www.kimerius.com/app/download/5780666637/Flujo+compresible.pdf>
- [32] Bird, B., Stewart, W y Lightfoot, E. 2002. *Transport Phenomena. Second edition*. Madison, Jhon Wiley & Sons, Inc.
- [33] Granados-Tinajero, Sergio. (2018). *Física y Antestesia (primera parte). Anestesia en México, Volumen 30 (3), 6-19*. [http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2448-87712018000300006&lng=es&nrm=iso&tlng=es](http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2448-87712018000300006&lng=es&nrm=iso&tlng=es)
- [34] White, F. M. (2020). *Mecánica de fluidos* 5ta edición.

- Sotomayor, D. *Tablas de propiedades del aire. Simulación numérica intercambiador de calor flujo transversal aleteado anexos*.  
 [35] [https://tesis.pucp.edu.pe/repositorio/bitstream/handle/20.500.12404/5421/SOTOMAYOR\\_DENIS\\_SIMULACION\\_NUMERICA\\_INTERCAMBIADOR\\_CALOR\\_FLUJO\\_TRANSVERSAL\\_ALETEADO\\_ANEXOS.pdf?sequence=2&isAllowed=y](https://tesis.pucp.edu.pe/repositorio/bitstream/handle/20.500.12404/5421/SOTOMAYOR_DENIS_SIMULACION_NUMERICA_INTERCAMBIADOR_CALOR_FLUJO_TRANSVERSAL_ALETEADO_ANEXOS.pdf?sequence=2&isAllowed=y)
- [36] *Speed of Sound Calculator*. Disponible en: [https://www.weather.gov/epz/wxcalc\\_speedofsound](https://www.weather.gov/epz/wxcalc_speedofsound) [Accedido: 11-jul-2023].
- [37] P. J. LaNasa y E. L. Upp, “Basic Flow Measurement Laws”, *Fluid Flow Measurement*. Elsevier, pp. 19–29, 2014. doi: 10.1016/b978-0-12-409524-3.00002-2.
- [38] D. Briand, J. Courbat, *13-Micromachined semiconductor gas sensors*, *Semiconductor Gas Sensors*, Woodhead Publishing, 2020, pp. 413-459, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102559-8.00002-1>.
- [39] Lin, G. M., Dai, C. L., & Yang, M. Z. (2013). A zirconium dioxide ammonia microsensor integrated with a readout circuit manufactured using the 0.18  $\mu\text{m}$  CMOS process. *Sensors (Switzerland)*, 13(3), 3664–3674. <https://doi.org/10.3390/s130303664>
- [40] García Méndez, M. 2019. *Estudio de la difusión térmica entre películas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Al*. Tesis de Maestría en Ciencias. Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada <http://cicese.repositorioinstitucional.mx/jspui/handle/1007/2870>
- [41] J. D. Wrbanek y K. L. H. Laster. (2005) *Preparation and analysis of platinum thin films for high temperature sensor applications*. NASA. <https://ntrs.nasa.gov/citations/20050061011>
- [42] P. Valero Martínez, «Desarrollo e implementación de un calentador para sistemas de microperfusión», Universidad Miguel Hernández de Elche, 2020.
- [43] 805 Type Slot Card Edge Connector 10p Right Angle Pin. Alibaba.com. [En línea]. Disponible en: [https://www.alibaba.com/product-detail/805-type-slot-card-edge-connector\\_1600386521355.html](https://www.alibaba.com/product-detail/805-type-slot-card-edge-connector_1600386521355.html). [Accedido: 31-ago-2023].
- [44] N. Roussel et al., “Highly Dense, Transparent  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramics From Ultrafine Nanoparticles Via a Standard SPS Sintering”, *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 96, n° 4. Wiley, pp. 1039–1042, mar. 15, 2013. doi: 10.1111/jace.12255.
- [45] Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y YAG con funcionalidad óptica. CSIC - Centro de Investigación en Nanomateriales y Nanotecnología, 2009.
- [46] *Evaluación de la influencia del tamaño de partícula y el tiempo de tratamiento térmico sobre las características físico-mecánicas de un compuesto de alúmina sinterizada infiltrada con un vidrio de lantano*. *Dyna*, vol. 74, núm. 152, 2007, pp. 159-165.
- [47] Suarez, M. (2009). *Materiales cerámicos policristalinos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y YAG con funcionalidad óptica*. Universidad de Oviedo.
- [48] H. A. Torres-Muro, A. Talledo-Coronado, R. Machorro-Mejía, J. Ordoñez-Miranda, y M. E. Guevara-Vera, “Efecto de la temperatura del sustrato en la rugosidad e índice de refracción en el visible e infrarrojo cercano de películas delgadas de nitruro de tantalio”, n° 61. Universidad Nacional de Colombia, pp. 37–61, jul. 05, 2020. doi: 10.15446/mo.n61.86003.
- [49] *Sustrato cerámico de alúmina*. Aliexpress.com. Accedido 5 de septiembre, 2023, desde [https://es.aliexpress.com/item/32999165415.html?spm=a2g0o.order\\_list.order\\_list\\_main.99.7443194d1qg52t&gatewayAdapt=glo2esp](https://es.aliexpress.com/item/32999165415.html?spm=a2g0o.order_list.order_list_main.99.7443194d1qg52t&gatewayAdapt=glo2esp)

- [50] Nguyen, N. y Wereley, S. 2006. *Fundamentals and Applications of Microfluidics Second Edition*.
- [51] J. P. Singh et al., "Fabrication of Magnetic Tunnel Junctions", *Advanced Applications in Manufacturing Engineering*. Elsevier, pp. 53–77, 2019. doi: 10.1016/b978-0-08-102414-0.00002-1.
- [52] B. S. Yilbas, A. Al-Sharafi, y H. Ali, "Surfaces for Self-Cleaning", *Self-Cleaning of Surfaces and Water Droplet Mobility*. Elsevier, pp. 45–98, 2019. doi: 10.1016/b978-0-12-814776-4.00003-3.
- [53] Agulló-Rueda, F. Albella, J.M. Capítulo 23: Aplicaciones en microelectrónica y fotónica. *Capas delgadas y modificación superficial de materiales*. Consejo superior de investigaciones científicas
- [54] Plasma cleaning, Henniker plasma [Online]. Disponible: <https://plasmatreatment.co.uk/pt/plasma-technology-overview/plasma-cleaning>. [Accedido: 25-Julio-2023].
- [55] MicroChemicals GmbH. Basics of Microstructuring, Exposure of Photoresists. Microchemicals.com. [En línea]. Disponible en: [https://www.microchemicals.com/technical\\_information/exposure\\_photoresist.pdf](https://www.microchemicals.com/technical_information/exposure_photoresist.pdf). [Accedido: 12-Mayo-2023].
- [56] Microposit S1800 series photo resists. SHIPLEY. Universidad Estatal de Luisiana. <https://www.lsu.edu/camd/files/ShipleY1800Series.pdf>
- [57] MicroChemicals. Spin-coating. Microchemicals.com. [En línea]. Disponible en: [https://www.microchemicals.com/technical\\_information/spin\\_coating\\_photoresist.pdf](https://www.microchemicals.com/technical_information/spin_coating_photoresist.pdf). [Accedido: 27-Junio-2023].
- [58] Microposit MF-319 Developer. SHIPLEY. Disponible en: <https://www.lsu.edu/camd/files/ShipleY1800Series.pdf>
- [59] Albella, J.M. Introducción: Ciencia y tecnología de capas delgadas. Consejo superior de investigaciones científicas
- [60] Albella, J.M. Capítulo 5: Depósito mediante pulverización catódica ("sputtering"). Consejo superior de investigaciones científicas
- [61] UHV Magnetron Sputtering. AdNaNotek. [En línea]. Disponible en: <http://adnanotw.weebly.com/30913255112866623556magnetron-sputtering.html>. [Accedido: 8-ago-2023].
- [62] J. S. Agustsson et al. Growth, coalescence, and electrical resistivity of thin Pt films grown by dc magnetron sputtering on SiO<sub>2</sub>. *Applied surface science*, vol. 254, n.o 22, pp. 7356-7360, 2008.
- [63] Georgia State University, «Table of Resistivity», Gsu.edu. [En línea]. Disponible en: <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/Tables/rstiv.html>. [Accedido: 23-ago-2023].
- [64] Kawamura, M., Mashima, T., Abe, Y., & Sasaki, K. (2000). Formation of ultra-thin continuous Pt and Al films by RF sputtering. *Thin Solid Films*, 377–378, 537–542. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(00\)01304-3](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(00)01304-3)
- [65] S. F. Meyer, E. J. Hsieh, y R. J. Burt. R.F. magnetron sputtering of thick platinum coatings on glass microspheres. *Thin Solid Films*, vol. 72, n.o 2, pp. 373-378, 1980.
- [66] V. Matolín et al.. Platinum-doped CeO<sub>2</sub> thin film catalysts prepared by magnetron sputtering. *Langmuir*, vol. 26, n.o 15, pp. 12824-12831, 2010.
- [67] Jialiang Zhang et al. (1997). Microstructure and Temperature Coefficient of Resistance of Platinum Films. *Japanese Journal of Applied Physics*, vol 36, n.o. 2R.
- [68] Kim, Jaemin y otros. (2020). "Efecto de las películas delgadas IGZO fabricadas mediante pulverización catódica de RF

y CC pulsada sobre las características de TFT. " *Ciencia de materiales en el procesamiento de semiconductores*, 120.

- [69] T Bui, Mathieu Halbwx, Jean-Pierre Vilcot. (2021). "Comparación de la pulverización catódica de CC y RF de ZnSnN<sub>2</sub>: efecto sobre las propiedades estructurales, ópticas y eléctricas." *Journées Nationales du PhotoVoltaire, Fédération de recherche du PhotoVoltaire, FedPV*.
- [70] F. Kurdesau, G. Khripunov, A. F. da Cunha, M. Kaelin, y A. N. Tiwari, "Comparative study of ITO layers deposited by DC and RF magnetron sputtering at room temperature", *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 352, n° 9–20. Elsevier BV, pp. 1466–1470, jun. 2006. doi: 10.1016/j.jnoncrysol.2005.11.088.
- [71] ¿Qué es LabVIEW?. National Instruments. [www.ni.com](http://www.ni.com), 04-may-2023. [En línea]. Disponible en: <https://www.ni.com/es/shop/labview.html>. [Accedido: 28-ago-2023].
- [72] I. Sanz, PREPARACIÓN DE SENSORES DE GASES BASADOS EN GRAFENO PARA LA DETECCIÓN DE CONTAMINANTES ATMOSFÉRICOS», *Universidad Politécnica de Madrid*, 2019.
- [73] University of Alberta nanoFAB knowledge base. Microposit MF-319. [ualberta.ca](http://ualberta.ca). [En línea]. Disponible en: <https://confluence.nanofab.ualberta.ca/display/NFCORE/Microposit+MF-319>. [Accedido: 02-abril-2023].
- [74] Avantor. Tetrametilamonio hidróxido pentahidrato. VWR. [En línea]. Disponible en: <https://es.vwr.com/store/product/2347690/tetrametilamonio-hidroxido-pentahidrato-98>. [Accedido: 24-may-2023].
- [75] NTHU-Institute of Photonic Technologies, «Laurell spin coater WS-400BZ-6NPP».
- [76] Lin, X., Zhang, C., Yang, S., Guo, W., Zhang, Y., Yang, Z., & Ding, G. (2019). The impact of thermal annealing on the temperature dependent resistance behavior of Pt thin films sputtered on Si and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> substrates. *Thin Solid Films*, 685, 372–378. <https://doi.org/10.1016/J.TSF.2019.06.036>

# Anexos

## Anexo A: Diseño de sistema de medición

### A.1. Ecuaciones aplicadas en simulación

La siguiente sección presenta el detalle de las ecuaciones utilizadas para la simulación realizada en el programa *COMSOL Multiphysics®* a las cuales se hace referencia en la *Sección 3.2.3*.

#### *Ecuación de Conservación de Masa*

La ecuación de conservación de masa, también conocida como ecuación de continuidad, es una expresión de:

$$\begin{array}{l} \text{Variación temporal de masa} \\ \text{contenida en un volumen} \\ \text{diferencial} \end{array} + \begin{array}{l} \text{Flujo neto de masa a través de las} \\ \text{paredes de un elemento diferencial} \\ \text{(en todas las direcciones)} \end{array} = 0$$

Lo cual se puede expresar algebraicamente como las siguientes ecuaciones:

- **Variación temporal de masa contenida en volumen diferencial**

$$\frac{dm}{dt} = \frac{d(\rho \cdot dV)}{dt} = \frac{d(\rho \cdot dxdydz)}{dt} = \frac{d\rho}{dt} \cdot dxdydz \quad \text{Ecuación A-1}$$

- **Flujo neto de masa a través de las paredes de elemento diferencial**

$$\left( \frac{d\rho u}{dx} + \frac{d\rho v}{dy} + \frac{d\rho w}{dz} \right) \cdot dxdydz = \nabla \cdot (\rho \vec{V}) \quad \text{Ecuación A-2}$$

Por lo tanto, la ecuación de conservación de masa se puede expresar como indica la *Ecuación 8* presentada en la *Sección 3.2.3*.

$$\frac{d\rho}{dt} + \nabla \cdot (\rho \vec{V}) = 0$$

#### *Ecuación de Balance de cantidad de momentum*

El balance de la cantidad de movimiento en n sistema inercial (no acelerado) está descrito por:

Masa • Cambio de velocidad = Fuerzas que actúan sobre el fluido en el tiempo

El producto de la masa y la velocidad del objeto se define como momentum, determinado por la expresión izquierda del balance, el cual se puede expresar como indica la *Ecuación A-3*.

- **Momentum**

$$\text{Momentum} = \rho \cdot \frac{D\vec{V}}{Dt} = \rho \cdot \left[ \frac{d\vec{V}}{dt} + (\vec{V} \cdot \nabla)\vec{V} \right] = \frac{d}{dt}(\rho\vec{V}) + \nabla \cdot (\rho\vec{V}\vec{V}) \quad \text{Ecuación A-3}$$

donde:

$\frac{d}{dt}(\rho\vec{V})$  Representa el cambio de velocidad en el tiempo

$\nabla \cdot (\rho\vec{V}\vec{V})$  Corresponde al término convectivo de la ecuación de Navier-Stokes

- **Fuerzas que actúan sobre el fluido**

Las fuerzas se pueden definir como:

$$\text{Fuerzas actuando sobre el fluido} = -\nabla p + \nabla \cdot (\vec{\tau}) + \rho\vec{g} + \vec{F} \quad \text{Ecuación A-4}$$

donde:

$-\nabla p$  = gradiente de presión

$\nabla \cdot (\vec{\tau})$  = transporte viscoso

$\rho\vec{g}$  = fuerza de gravedad

$\vec{F}$  = otras fuerzas

Por lo tanto, la ecuación de balance de cantidad de momentum se puede expresar como indica la *Ecuación 9* presentada en la *Sección 3.2.3*.

$$\frac{d}{dt}(\rho\vec{V}) + \nabla \cdot (\rho\vec{V}\vec{V}) = -\nabla p + \nabla \cdot (\vec{\tau}) + \rho\vec{g} + \vec{F}$$

Adicionalmente, el transporte viscoso para un fluido newtoniano se expresa a través del tensor de esfuerzos, que en este caso estará determinado por la siguiente expresión:

$$\vec{\tau} = \mu \left[ (\nabla\vec{V} + \nabla\vec{V}^T) - \frac{2}{3} \nabla \cdot \vec{V} I \right] \quad \text{Ecuación A-5}$$

donde:

$\mu$  = viscosidad

$I$  = tensor unitario

$$\frac{2}{3} \nabla \cdot \vec{V} I = \text{efecto de la dilatación del volumen}$$

## A.2. Configuraciones simuladas

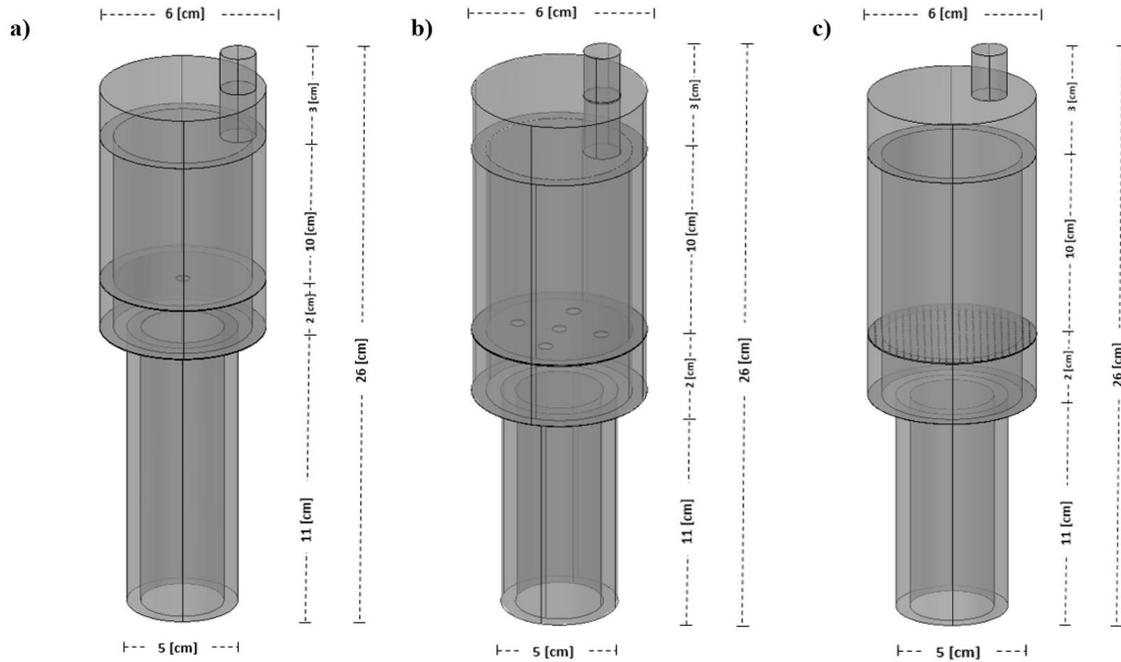
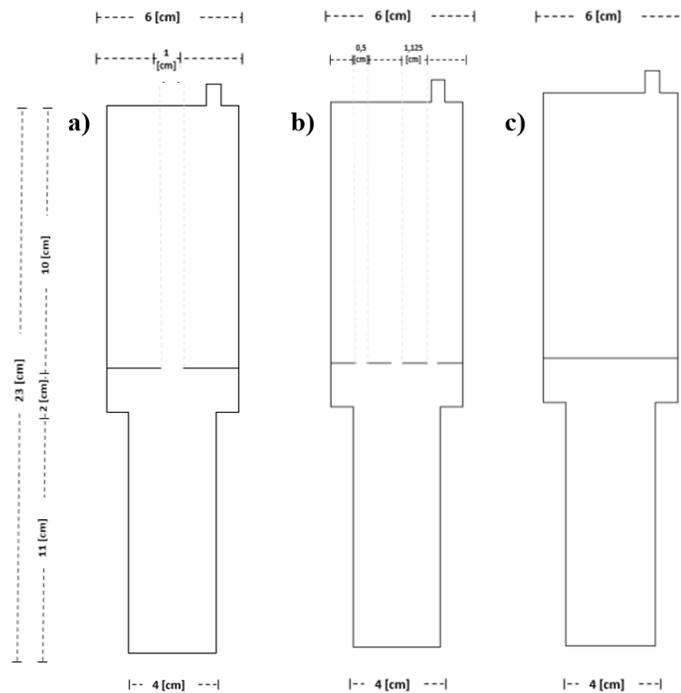


Ilustración A-1: Perspectivas tridimensionales: a) Escenario 1, b) Escenario 2, c) Escenario 3.



### A.3. Variación de parámetros en distintos escenarios

A continuación, se calculan las variaciones de presión y velocidad, a las cuales se hace referencia en *Sección 3.3.8*, para cada una de las posiciones entre los extremos del sector de interés, para los escenarios 3, 4 y 5, cuyos resultados se muestran en las *Tablas A-1, A-2 y A-3* a continuación:

Tabla A-1: Variación de presión ( $\Delta P$ ) y velocidad ( $\Delta v$ ) entre los 16 y 17 [cm] de la configuración, Escenario 3.

Escenario 3					Variación de presión ( $\Delta P$ )	Variación de velocidad ( $\Delta v$ )
Posición A						
Ubicación en el eje y	[cm]	16,020	17,064			
Presión	[Pa]	115930,069	115932,111	0,002%	0,9%	
Velocidad	[m/s]	9,174	9,091			
Posición B					Variación de presión ( $\Delta P$ )	Variación de velocidad ( $\Delta v$ )
Ubicación en el eje y	[cm]	16,003	17,005			
Presión	[Pa]	115927,085	115925,476	0,001%	0,6%	
Velocidad	[m/s]	9,206	9,266			
Posición C					Variación de presión ( $\Delta P$ )	Variación de velocidad ( $\Delta v$ )
Ubicación en el eje y	[cm]	16,070	17,076			
Presión	[Pa]	115926,638	115920,757	0,005%	3,2%	
Velocidad	[m/s]	8,866	9,160			

Tabla A-2: Variación de presión ( $\Delta P$ ) y velocidad ( $\Delta v$ ) entre los 16 y 17 [cm] de la configuración, Escenario 4.

Escenario 4					Variación de presión ( $\Delta P$ )	Variación de velocidad ( $\Delta v$ )
Posición A						
Ubicación en el eje y	[cm]	16,002	17,079			
Presión	[Pa]	115885,830	115886,599	0,001%	1,0%	
Velocidad	[m/s]	9,171	9,081			
Posición B					Variación de presión ( $\Delta P$ )	Variación de velocidad ( $\Delta v$ )
Ubicación en el eje y	[cm]	16,052	17,04453721			
Presión	[Pa]	115875,100	115866,720	0,007%	3,5%	
Velocidad	[m/s]	9,464	9,807			
Posición C					Variación de presión ( $\Delta P$ )	Variación de velocidad ( $\Delta v$ )
Ubicación en el eje y	[cm]	16,017	17,066			
Presión	[Pa]	115869,329	115851,017	0,016%	7,2%	
Velocidad	[m/s]	9,525	10,263			

Tabla A-3: Variación de presión ( $\Delta P$ ) y velocidad ( $\Delta v$ ) entre los 16 y 17 [cm] de la configuración, Escenario 5.

Escenario 5					Variación de presión ( $\Delta P$ )	Variación de velocidad ( $\Delta v$ )
Posición A						
Ubicación en el eje y	[cm]	16,113	17,013			
Presión	[Pa]	115997,942	115999,837	0,002%	1,2%	
Velocidad	[m/s]	9,088	8,984			
Posición B					Variación de presión ( $\Delta P$ )	Variación de velocidad ( $\Delta v$ )
Ubicación en el eje y	[cm]	16,152	17,042			
Presión	[Pa]	115997,596	115997,759	0,0001%	0,3%	
Velocidad	[m/s]	9,091	9,067			
Posición C					Variación de presión ( $\Delta P$ )	Variación de velocidad ( $\Delta v$ )
Ubicación en el eje y	[cm]	16,014	17,119			
Presión	[Pa]	115999,190	115996,604	0,002%	1,4%	
Velocidad	[m/s]	8,772	8,895			

## A.4. Variación de parámetros en distintas posiciones de zona de interés

A continuación, se calculan las variaciones de velocidad, a las cuales se hace referencia en la *Sección 3.3.9*, para las posiciones B1, B2, C1 y C2, cuyos resultados se muestran en la *Tabla A-4*.

*Tabla A-4: Variación de velocidad ( $\Delta v$ ) entre posiciones B1, B2, C1 y C2 en determinación para mediciones en simultaneo en la configuración. Escenario 3 seleccionado.*

Escenario 3				
		<b>Posición B1</b>		<b>Variación de velocidad (<math>\Delta v</math>)</b>
Ubicación en el eje y	[cm]	16,003	17,005	0,6%
Velocidad	[m/s]	9,206	9,266	
		<b>Posición B2</b>		<b>Variación de velocidad (<math>\Delta v</math>)</b>
Ubicación en el eje y	[cm]	16,003	17,005	1,5%
Velocidad	[m/s]	8,782	8,646	
		<b>Posición C1</b>		<b>Variación de velocidad (<math>\Delta v</math>)</b>
Ubicación en el eje y	[cm]	16,070	17,076	3,2%
Velocidad	[m/s]	8,866	9,160261254	
		<b>Posición C2</b>		<b>Variación de velocidad (<math>\Delta v</math>)</b>
Ubicación en el eje y	[cm]	16,070	17,076	1,8%
Velocidad	[m/s]	8,347	8,196	

## Anexo B: Tratamiento térmico de sustratos

A continuación, se presentan las rampas de calentamiento para cada alúmina estudiada en la *Sección 4.2.3*, además de los cálculos de velocidades de calentamiento resultantes en cada caso y sus caracterizaciones realizadas a través de *WLI* utilizando un objetivo con magnificación de 20X.

Cabe mencionar que el horno tubular utilizado calcula por defecto el tiempo de enfriamiento según la temperatura de operación empleada, por lo que sólo se hace referencia a las rampas de calentamiento.

### Muestra #Al700

Alúmina tratada a una temperatura final de 700°C

*Tabla B-1: Tratamiento térmico alúmina, temperatura final 700[°C]*

<b>Tiempo [h]</b>	<b>Temperatura inicial [°C]</b>	<b>Temperatura final [°C]</b>	<b>Velocidad de calentamiento [°C/min]</b>
1	74	350	4,60
4	350	700	1,45

### Muestra #Al800

Alúmina tratada a una temperatura final de 800°C

*Tabla B-2: Tratamiento térmico alúmina, temperatura final 800[°C]*

<b>Tiempo [h]</b>	<b>Temperatura inicial [°C]</b>	<b>Temperatura final [°C]</b>	<b>Velocidad de calentamiento [°C/min]</b>
1	85	400	5,25
4	400	800	1,67

### Muestra #Al900

Alúmina tratada a una temperatura final de 900°C

*Tabla B-3: Tratamiento térmico alúmina, temperatura final 900[°C]*

<b>Tiempo [h]</b>	<b>Temperatura inicial [°C]</b>	<b>Temperatura final [°C]</b>	<b>Velocidad de calentamiento [°C/min]</b>
1	77	450	6,21
4	450	900	1,88

### Muestra #A11000

Alúmina tratada a una temperatura final de 1000°C

*Tabla B-4: Tratamiento térmico alúmina, temperatura final 1000[°C]*

<b>Tiempo [h]</b>	<b>Temperatura inicial [°C]</b>	<b>Temperatura final [°C]</b>	<b>Velocidad de calentamiento [°C/min]</b>
1	76	500	7,07
4	500	1000	2,08

### Muestra #A11100

Alúmina tratada a una temperatura final de 1100°C

*Tabla B-5: Tratamiento térmico alúmina, temperatura final 1100[°C]*

<b>Tiempo [h]</b>	<b>Temperatura inicial [°C]</b>	<b>Temperatura final [°C]</b>	<b>Velocidad de calentamiento [°C/min]</b>
1	82	550	7,80
4	550	1100	2,29

### Muestra #A11200

Alúmina tratada a una temperatura final de 1200°C

*Tabla B-6: Tratamiento térmico alúmina, temperatura final 1200[°C]*

<b>Tiempo [h]</b>	<b>Temperatura inicial [°C]</b>	<b>Temperatura final [°C]</b>	<b>Velocidad de calentamiento [°C/min]</b>
1	74	600	8,77
4	600	1200	2,50

# Anexo C: Litografía Óptica

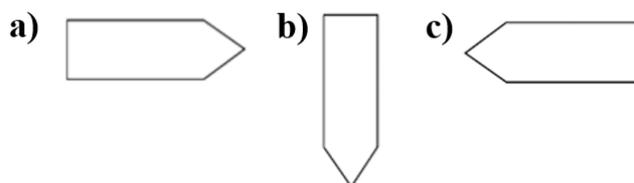
## C.1. Protocolo de procedimiento

A continuación, se presenta el procedimiento de operación en cada paso de la metodología del proceso de litografía óptica:

### 1) Limpieza de sustrato

Tiempo aproximado: 10 minutos.

- 1) Introducir las muestras en la cámara de vacío, con la sección a limpiar hacia arriba, las muestras no deben tocarse entre sí.
- 2) Juntar la puerta del equipo
- 3) Encender la bomba, lo que hará que la puerta se selle.
- 4) Poner la válvula en posición cerrada, como indica la *Ilustración C-1 b*).



*Ilustración C-1: Posiciones de válvula de equipo Plasma Cleaner PDC-002, Harrick Plasma.*

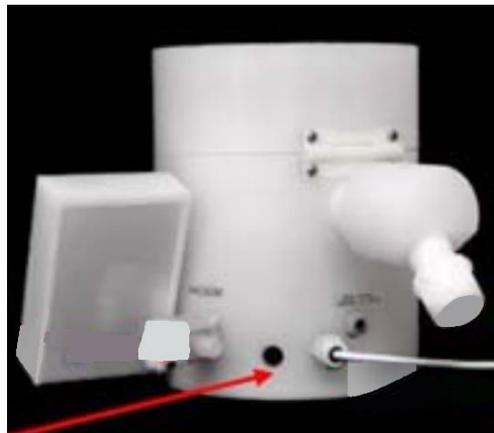
- 5) Realizar proceso de vacío durante 1 minuto con válvula cerrada.
- 6) Encender plasma en posición “Hi” y dejar válvula en posición semi-abierta, como indica la *Ilustración C-1 c*), durante 8 minutos.
- 7) Una vez finalizados los 8 minutos de funcionamiento de plasma se cierra la válvula (Posición b)) y luego se abre lentamente para que el aire no entre de golpe, dejando la válvula en la posición indicada en la *Ilustración C-1 a*).

### 2) Depósito de resina fotorresistente

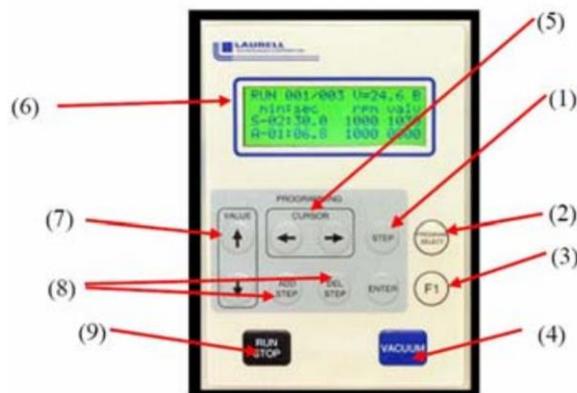
Tiempo aproximado: 5 minutos.

- 1) Previo a encender el equipo, es necesario abrir el paso de aire, puesto que, sin él, no hay succión de parte del equipo.
- 2) Se enciende el equipo, con el botón indicado en la *Ilustración C-2*.
- 3) Definir programa que se utilizará para realizar el depósito por centrifugación, para esto se selecciona el botón “Program select” número (2) en *Ilustración C-3*, hasta encontrar un programa que se encuentre vacío.
- 4) Luego, y teniendo en cuenta la *Ilustración C-3*, se utilizará el panel de visualización (6) para seleccionar la configuración a emplear escogiendo “F1” (3), seguido de “Step” (1), y

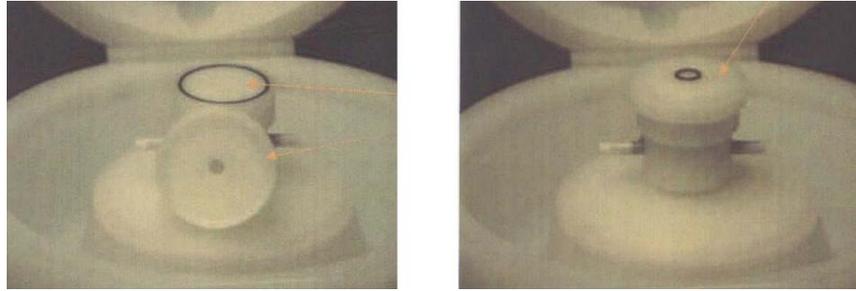
- utilizando los botones (7) y (5) para establecer los valores de [rpm] a utilizar para el primer paso.
- 5) Para establecer la configuración del paso siguiente se selecciona “Add step” (8) y se vuelve a utilizar los botones (7) y (5).
  - En caso de querer eliminar un paso se utiliza el botón “Del Step”, también asociado a (8).
  - 6) Una vez finalizada la configuración se selecciona “F1” (3) nuevamente.
  - 7) Disponer el adaptador señalado en la *Ilustración C-4*, sobre el centro del equipo, y encima se posiciona la muestra a recubrir.
  - 8) Una vez acomodada se pulsa el botón “Vacuum” (4), el que se encarga de succionar la muestra para evitar que ésta se mueva de su posición, se sugiere verificar que la muestra no se mueva en este punto).
  - 9) Depositar la resina sobre el sustrato con una pipeta desechable.
  - 10) Posteriormente, se cierra la tapa del equipo y se selecciona el botón “Run/Stop” (9), lo que da inicio al proceso de recubrimiento por centrifugado.
  - 11) Una vez finalizado, levantar la tapa y volver a pulsar el botón “Vacuum” (4), para liberar la muestra.
  - 12) Por último, y una vez que se hayan recubierto todas las muestras deseadas, se debe limpiar el equipo con acetona para evitar que la resina se seque y quede adherida al equipo.



*Ilustración C-2: Vista trasera del equipo, indicación a botón de encendido del equipo. Adaptado de [75].*



*Ilustración C-3: Panel de control de spin coater Laurell, modelo WS-400-6NPP [75].*



*Ilustración C-4: Adaptador para posicionar muestra pequeña en spin coater [75].*

### **3) Cocción suave**

*Tiempo aproximado: 25 segundos*

- 1) Previo a realizar la cocción suave de la muestra se debe encender el equipo y setearlo a 39 [°C] mínimo 2 minutos antes del proceso. Además, debe ser realizado bajo campana de extracción.
- 2) Recubrir la superficie del hotplate con papel aluminio para evitar que las muestras se peguen debido a la resina que podría quedar en sus costados.
- 3) Se utilizan pinzas de teflón para posicionar la muestra en el centro del hotplate, lo que evita rayones en la fotoresina.
- 4) Realizar el proceso de cocción suave durante 20 segundos.
- 5) Retirar la muestra nuevamente con pinzas de teflón.

### **4) Exposición de la fotoresina**

*Tiempo aproximado: 25 segundos*

Para poder realizar la exposición con un diseño predefinido es necesario “cargar” el diseño en el sistema, lo cual consta de ciertos pasos a seguir descritos a continuación:

- 1) Una vez realizado el diseño deseado en la plataforma de AutoCAD®, o cualquiera de su preferencia que permita guardar en formato dxf, se debe guardar en la carpeta “designs” del escritorio del computador conectado al equipo de litografía.
- 2) Abrir el programa “HIMT MLA” que permite la conexión entre el equipo y el computador, cuya pantalla de inicio se muestra en la *Ilustración C-5*.

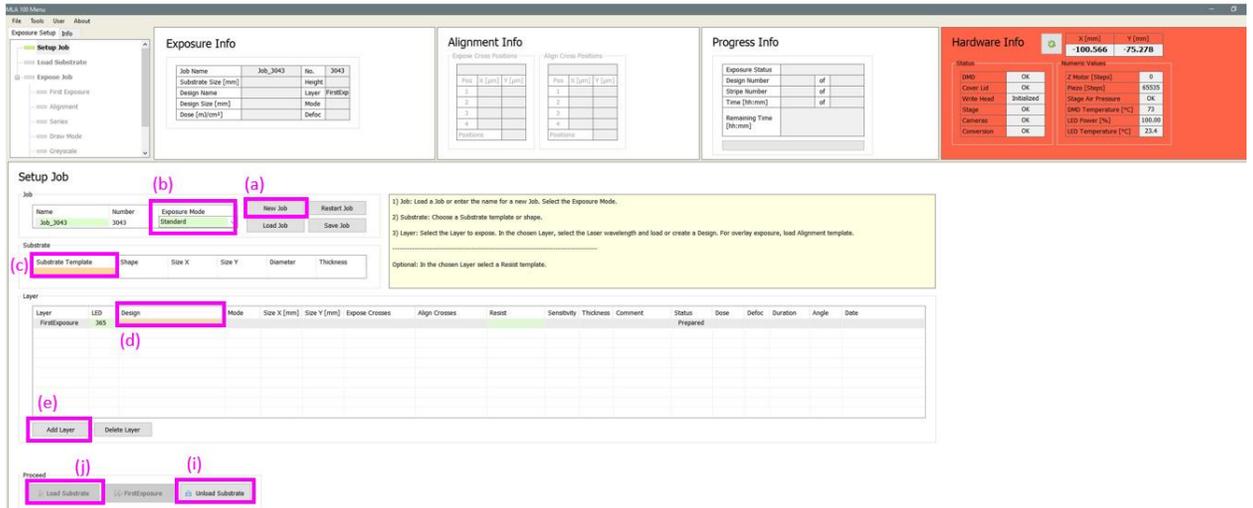


Ilustración C-5: Pantalla de inicio programa HMT MLA.

- 3) Verificar que el cuadro de la esquina superior derecha identificado como “Hardware Info” no detecte problemas, para asegurar el correcto funcionamiento del proceso. En caso de que se detecte error, reiniciar el programa o el computador si este persiste.
- 4) Hacer click en “New Job” identificado como (a) en la *Ilustración C-5*.
- 5) Seleccionar “Exposure Mode” y fijarlo en el modo *Standard*, sección (b).
- 6) Seleccionar el sustrato a utilizar haciendo doble clic en “Substrate Template”, sección (c), en este caso  $Al_2O_3$ .
- 7) Hacer doble clic en “Design”, sección (d), y seleccionar el diseño en caso de que ya se haya utilizado antes, posteriormente dirigirse a paso 14. De lo contrario, continuar con paso 8.
- 8) Como se trata de un nuevo diseño se debe ingresar al sistema, para esto se selecciona “Add Layer”, sección (e).
- 9) Realizar doble clic en “Design” y luego en “Convert Design”, se abrirá una ventana emergente.

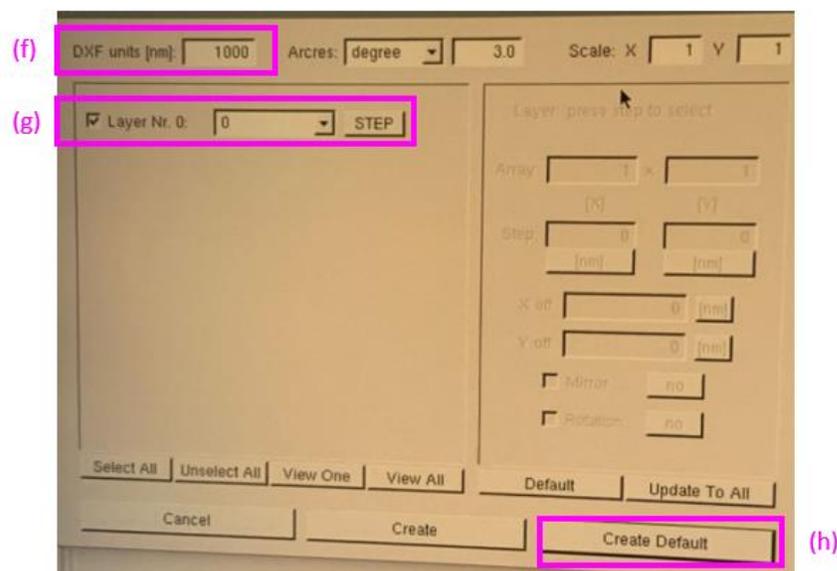
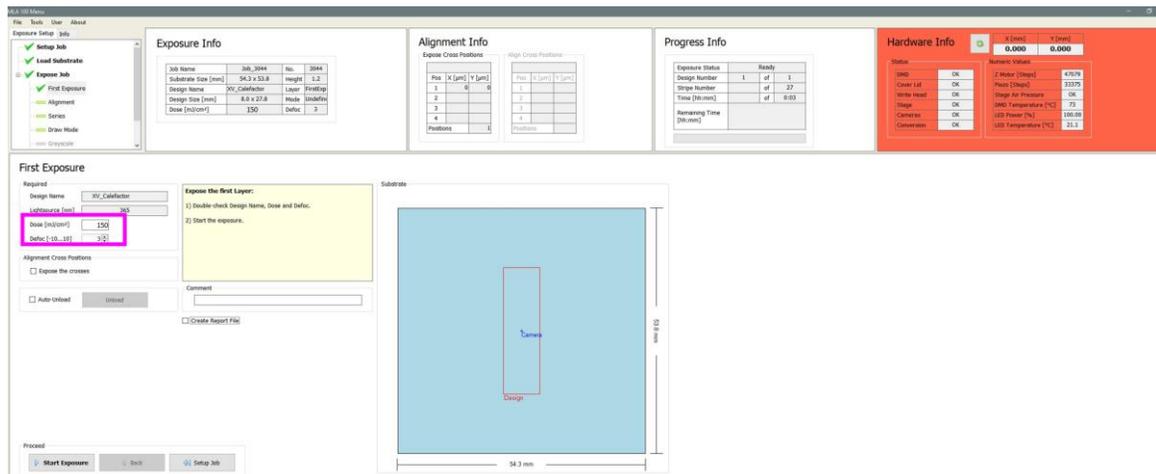


Ilustración C-6: Pantalla de inicio programa HMT MLA.

- 10) Seleccionar “New” y luego escribir el nombre del nuevo diseño.
- 11) Luego, seleccionar “Add”, posteriormente “dxF” y finalmente buscar y seleccionar archivo con el diseño a realizar.
- 12) Por último, verificar que las unidades utilizadas sean correctas, sección (f) de la *Ilustración C-6* y seleccionar “Layer Nr.” (sección (g)) en cero, ya que el diseño se realiza en una capa.
- 13) Seleccionar “Create Default”, sección (h) y seleccionar el nuevo diseño creado.
- 14) Una vez seleccionado el diseño, se vuelve a la pantalla de inicio, donde se debe seleccionar la resina utilizada, sección (i) de la *Ilustración C-5*.
- 15) Seleccionar “Load Substrate”, sección (j) en *Ilustración C-5*, y cargar el sustrato en el equipo, verificando que el interruptor de vacío esté encendido para asegurar que la muestra no se mueva durante el proceso.
- 16) Desde este momento se siguen las instrucciones de la pantalla hasta llegar al último paso, cuya interfaz se muestra en la *Ilustración C-7*.



*Ilustración C-7: Interfaz de exposición de diseño.*

- 17) Se selecciona la dosis a utilizar y defoc 3 (este valor viene definido para el equipo, verificar que siempre esté en 3).
- 18) Luego, se selecciona “Start Exposure”.
- 19) Una vez terminada la exposición, se apaga el interruptor de vacío y se retira la muestra.

## 5) Revelado

*Tiempo aproximado: 5 minutos.*

Previo a la realización de este proceso, debe encenderse la campana extractora y trabajar con el vidrio lo más abajo posible, para evitar contacto con el solvente. Luego, se comienza el procedimiento:

- 1) Se introduce el sustrato expuesto dentro de la solución reveladora, utilizando pinzas de teflón y dejando el sector con fotoresina hacia arriba.
- 2) Se forman burbujas utilizando una pipeta desechable.
- 3) El procedimiento anterior se realiza durante 3 minutos o hasta que se vea que el diseño está correctamente revelado. Esto último puede ocurrir si existen errores al pesar la cantidad de material a diluir o al utilizar agua destilada en exceso, modificando la concentración.

## C.2. Determinación de tiempos de horneado de fotoresina

*Tabla C-1: Pruebas para determinación de tiempos de cocción de fotoresina.*

<b>Tiempo [s]</b>	<b>Temperatura [°C]</b>		
	<b>Prueba 2</b>	<b>Prueba 3</b>	<b>Prueba 4</b>
5	22,2	21,8	22,1
10	22,6	22,2	22,4
15	23	22,6	22,7
20	23,2	23	23
25	23,5	23,3	23,2
30	23,7	23,5	23,6

### C.3. Determinación de tiempo de revelado

El promedio de tamaños de manchas de resina presentes en la *Ilustración 94* e *Ilustración 95* fue calculado a través del programa *ImageJ*, obteniendo los datos presentados a continuación:

#### Inmersión durante 120 segundos

Tabla C-2: Tamaños de trazas de resina tras inmersión durante 120 [s] en revelador. .

<b>Tamaño de residuo de resina [<math>\mu\text{m}</math>]</b>
6,862
5,055
3,783
1,813
2,120
2,071
2,520
2,007
2,913
1,437
<b>Promedio</b>
<b>3 [<math>\mu\text{m}</math>]</b>

#### Inmersión durante 180 segundos

Tabla C-3: Tamaños de trazas de resina tras inmersión durante 180 [s] en revelador. .

<b>Tamaño de residuo de resina [<math>\mu\text{m}</math>]</b>
6,303
3,404
1,400
0,806
1,265
1,150
1,807
0,856
0,986
1,961
<b>Promedio</b>
<b>1,9 [<math>\mu\text{m}</math>]</b>

# Anexo D: Pulverización catódica

## D.1. Protocolo de procedimiento, magnetron sputtering

A continuación, se presenta el procedimiento de operación para la evaporación con magnetron sputtering utilizando un blanco de platino de 1 pulgada de acuerdo a lo establecido en la *Sección 4.4*.

El equipo se compone de:

- Bombas: turbomolecular y mecánica
- Chillers o enfriadores, uno para cada bomba
- Panel de control general, el cual se presenta en la *Ilustración D-1* y se describe a continuación:



*Ilustración D-1: Panel de control general sistema de pulverización catódica. .*

- **Sección 1:** compuesta por indicadores de agua y vacío, controladores de bomba mecánica, indicador de encendido general, panel de cátodo frío y obturadores.
- **Sección 2:** fuente RF, utilizada en este estudio y descrita en la *Sección 4.4*.
- **Sección 3:** panel de control de gases, correspondiente a fuente de alimentación y lectura del controlador de caudal marca mks.
- **Sección 4:** fuente DC, utilizada en este estudio y descrita en la *Sección 4.4*.
- **Sección 5:** fuentes DC y RF extra.
- **Secciones anexas:** compuesta por sistema de rotación utilizado en el presente estudio y sensor de presión interior de la cámara.

Para la realización del proceso se cuenta con tres pasos cruciales, los que se describen a continuación:

### **1) Proceso de apagado e ingreso de muestra**

*Tiempo aproximado: 20-30 minutos.*

Dado que el magnetrón sputtering corresponde a un equipo de alto vacío, siempre se encontrará encendido a una presión base de aproximadamente  $3 \cdot 10^{-7}$  [torr], razón por la cual es necesario contar con un proceso de apagado previo al ingreso de la muestra.

- 1) Apagar la bomba turbomolecular.
- 2) Una vez que la bomba turbomolecular haya desacelerado (0 rpm) se puede apagar la bomba mecánica.
- 3) Cuando la presión esté cercana a 1,6 [torr], cerrar válvula de compuerta al 50% y abrir cilindro de nitrógeno.
- 4) Abrir válvula de venteo lentamente, una vez llegado a los 100 [torr] soltar válvula completamente para dejar salir el gas hasta llegar hasta 260 [torr] aprox.
- 5) Cerrar válvula de venteo y abrir con grúa.

Una vez abierta la cámara no olvidar utilizar elementos que cubran los antebrazos y guantes, para proteger el interior de la cámara de cualquier elemento que pudiera dañar el vacío.

- 6) Retirar el portamuestras del interior y cerrar la cámara momentáneamente.
- 7) Depositar le portamuestras sobre un paño sin pelusa o aluminio y pegar las muestras que desea evaporar con la ayuda de pinzas y kapton.
- 8) Soplar muestras con nitrógeno para asegurar que no existen depósitos de elementos sobre la muestra.
- 9) Abrir la cámara e ingresar el portamuestras nuevamente a su posición.
- 10) Cubrir la muestra con el obturador para evitar contaminación.
- 11) Cerrar la cámara asegurando que todo el diámetro superior calce perfectamente con el inferior, para evitar fugas al hacer el vacío.

### **2) Proceso de vacío**

*Tiempo aproximado: 30 minutos activos- 3 horas inactivas.*

- 1) Una vez ingresada la muestra, abrir completamente la válvula de compuerta.
- 2) Encender bomba mecánica y esperar hasta que led de vacío se encienda.
- 3) Una vez encendido, se puede iniciar la bomba turbomolecular, previamente seteada a 47000 [rpm], necesarios para llegar a la presión base.
- 4) Encender chiller de bomba turbomolecular, en este punto esperar hasta que llegue a una presión del orden de  $10^{-5}$  [torr] para asegurar que no existan fugas o esperar alrededor de 3 horas para que se realice un buen vacío antes de comenzar a evaporar.

### 3) Preparación del depósito

Tiempo aproximado: depende del recubrimiento que se desea preparar.

- 1) Encender chiller de bomba mecánica y pantalla de cámara.
- 2) Setear bomba turbomolecular a parámetros establecidos para la evaporación.
- 3) Encender sistema de rotación.
- 4) Abrir cilindro de argón y válvula que permite su entrada a la cámara.
- 5) Cerrar válvula de compuerta al 50%.
- 6) Fijar parámetros de flujo de argón y encender el flujómetro utilizando el panel de la Sección

#### En caso de utilizar fuente DC

- 7) Una vez inundada la cámara con argón, encender la fuente DC utilizando el “*Interruptor de encendido*” identificado en la *Ilustración D-2*, y fijar los parámetros a utilizar con el “*Botón de selección*” y la “*perilla de ajuste paramétrico*”.



Ilustración D-2: Descripción de panel de fuente DC.

- 8) Posteriormente prender la fuente con el “*Botón de habilitación/standby*”.
- 9) Estabilizar la presión a utilizar cerrando o abriendo la válvula de compuerta.
- 10) Esperar unos segundos para la estabilización del plasma y descubrir la muestra abriendo el obturador.
- 11) Realizar el depósito por el tiempo establecido.
- 12) Una vez terminado, cerra el obturador y apagar la fuente utilizada.
- 13) Cerrar cilindros de aire.
- 14) Apagar chiller de bomba mecánica, sistema de rotación, pantalla y volver a paso 1) Proceso de apagado e ingreso de muestra.

### En caso de utilizar fuente RF

- 7) Una vez inundada la cámara con argón, encender la fuente RF utilizando el botón rojo identificado en la *Ilustración D-3*, y fijar los parámetros a utilizar con los “*Botones de control*”.



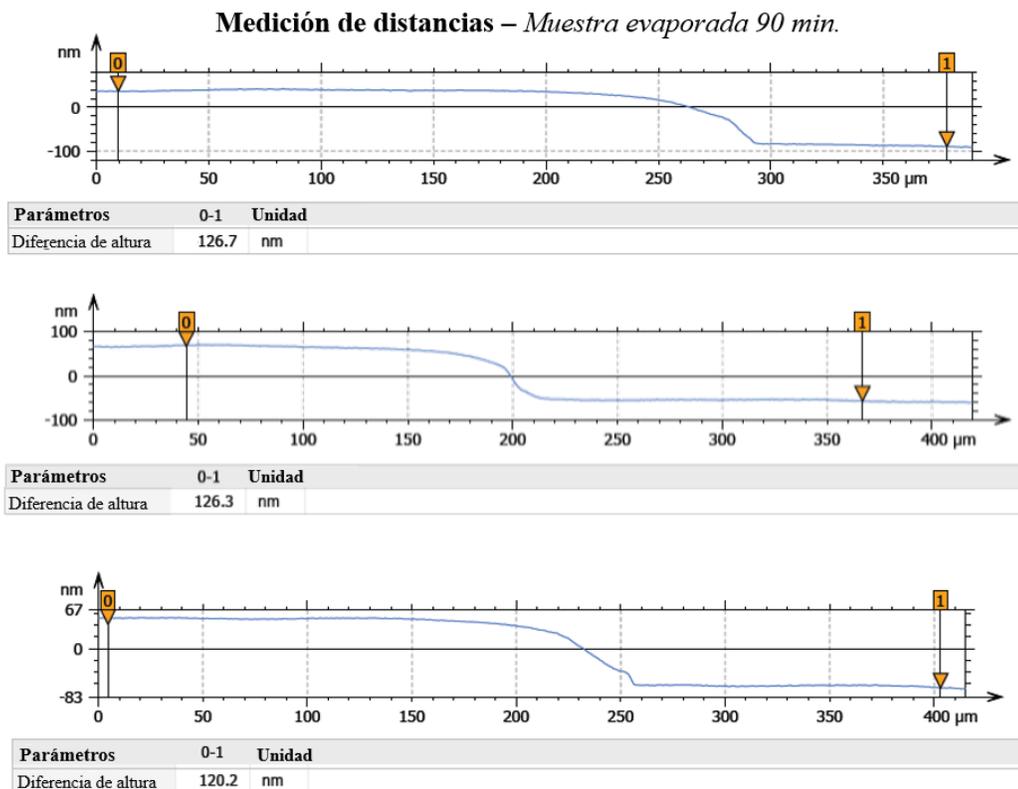
*Ilustración D-3: Descripción de panel de fuente DC. .*

- 8) Posteriormente prender la fuente con el “*Botón de encendido*” y verificar que la corriente de referencia (REF) este en cero usando las perillas TUNE (“*Perilla de ajuste grueso*”) y LOAD (“*Perilla de ajuste fino*”).
- 9) Estabilizar la presión a utilizar cerrando o abriendo la válvula de compuerta.
- 10) Esperar unos segundos para la estabilización del plasma y descubrir la muestra abriendo el obturador.
- 11) Realizar el depósito por el tiempo establecido.
- 12) Una vez terminado, cerra el obturador y apagar la fuente utilizada.
- 13) Cerrar cilindros de aire.
- 14) Apagar chiller de bomba mecánica, sistema de rotación, pantalla y volver a paso 1) Proceso de apagado e ingreso de muestra.

## D.2. Determinación de tasa de depósito con fuente DC

Los resultados presentados en la *Ilustración D-4* e *Ilustración D-5* fueron obtenidos mediante el análisis de los datos obtenidos por técnica WLI y procesados en el software *MountainsLab*®.

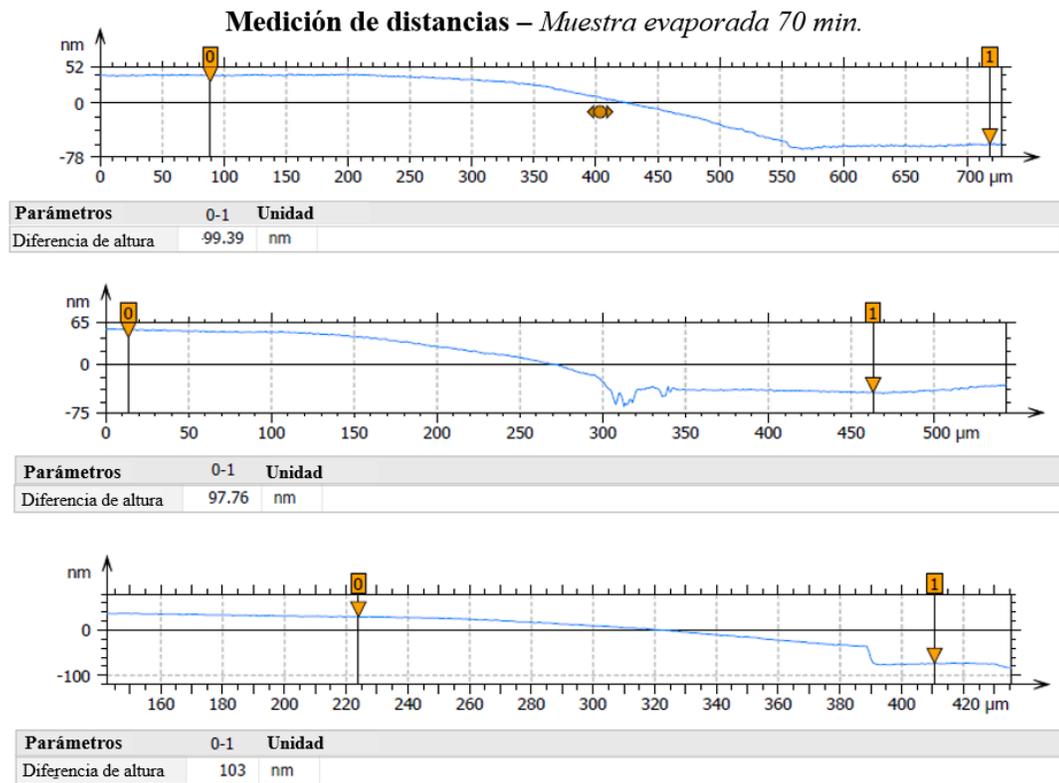
### Depósito de 90 minutos



*Ilustración D-4: Espesor medido en muestra depositada durante 90 minutos.*

Se obtiene un promedio de 124,4 nm de espesor en la muestra depositada durante 90 minutos.

## Depósito de 70 minutos



*Ilustración D-5: Espesor medido en muestra depositada durante 70 minutos.*

Se obtiene un promedio de 100,05 nm de espesor en la muestra depositada durante 70 minutos.

# Anexo E: Drop Casting

Como se menciona en la *Sección 5.4*, la técnica utilizada para el depósito del material sensor, en este caso  $\text{SnO}_2$ , es el *drop casting*.

Para ello son necesarios los siguientes materiales:

- Micropipeta
- Puntas de micropipeta
- Sensor donde se depositará el material
- Material sensor ( $\text{SnO}_2$ )
- Cinta kapton
- Cartón, hojas de papel o alguna superficie donde adherir los sustratos con kapton
- Tijeras
- Pinzas

Considerando que la cantidad de material utilizado en la técnica dependerá de la cantidad de muestras y área a recubrir se debe tener en cuenta que en este caso el área de interés es de  $100 \text{ mm}^2$ .

Además, luego de variadas pruebas en el laboratorio se calcula que con una gota de  $25 \mu\text{l}$  se cubre el área de  $100 \text{ mm}^2$  deseada.

Los pasos a seguir para el depósito de 4 sustratos se detallan a continuación:

- 1) Pesar  $12,5 \text{ mg}$  de  $\text{SnO}_2$ .
- 2) En un tubo eppendorf realizar solución con los  $12,5 \text{ mg}$  de  $\text{SnO}_2$  y  $500 \mu\text{l}$  de isopropanol.
- 3) Sonicar durante 15 minutos o hasta que esté completamente disuelto.
- 4) Disponer los sustratos sobre un papel y pegarlos con cinta kapton, dejando libre sólo el área de interés donde se ubican los electrodos. Tal como muestra la *Ilustración E-1*.



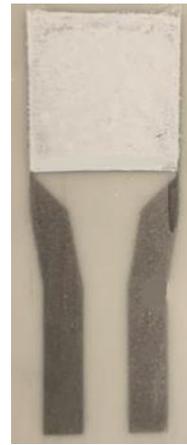
*Ilustración E-1: Aplicación de cinta kapton a sustrato para depositar material mediante técnica de drop casting.*

- 5) Sacar disolución del sonicador y aplicar, utilizando una micropipeta, una gota de  $25 \mu\text{l}$  sobre el área de los electrodos.

- 6) Esperar a que la gota de disperse y se seque, nuevamente aplicar otra gota. Repetir el proceso hasta haber aplicado de 3 a 4 gotas sobre la superficie. La muestra debiera verse como muestra la *Ilustración E-2*.
- 7) Una vez secas, retirar cinta kapton, los sensores deberían verse como muestra la *Ilustración E-3*.



*Ilustración E-2: Muestra depositada con kapton alrededor.*



*Ilustración E-3: Muestra depositada lista para ingresar a cámara.*

- 8) Por último, se ingresan los sustratos a 400°C en estufa, lo que permite la inmovilización del material sobre la superficie.