UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

FACULTAD DE CIENCIAS

TESIS

"CONDUCTIVIDAD TÉRMICA DE RECUBRIMIENTOS DE PENTOXIDO DE NIOBIO PRODUCIDOS POR DC MAGNETRON SPUTTERING: APLICACIONES COMO BARRERAS TÉRMICAS"

PARA OBTENER EL GRADO ACADÉMICO DE MAESTRO EN CIENCIAS EN FÍSICA

ELABORADO POR:

PABLO ISMAEL LUJAN PRADO

ASESOR:

Dr. ARTURO FERNANDO TALLEDO CORONADO

LIMA – PERÚ

2021

DEDICATORIA

Dedico este trabajo a mi familia por su eterna
paciencia y apoyo
incondicional

AGRADECIMIENTOS

Agradecimientos sinceros a la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería por la oportunidad de llevar la Maestría de Ciencias con mención en Física.
Este trabajo ha sido realizado en el laboratorio de Sputtering de la Facultad de Ciencias bajo la asesoría del profesor Dr. Arturo Fernando Talledo Coronado a quien quiero agradecer por haber dedicado su tiempo asesorándome en este trabajo. A los profesores Luyo Clemente y Henry Huanca por permitirme hacer las pruebas de SEM (Microscopio electrónico de Barrido) en su laboratorio.
Mi agradecimiento fraterno a Junior Ascencio y Bryan Cárdenas compañeros del laboratorio por toda la orientación que me han dado.

Agradecimiento al PhD Stefan Defregger especialista en Materials for Microelectronics del Materials Center Leoben Forschung en Austria por darme la oportunidad de trabajar con su instituto para la realización de pruebas de conductividad térmica en películas delgadas de pentóxido de niobio.

Mi agrademiento muy especial tambien a Dr. Lisa Mitterhuber por realizar las pruebas de conductividad térmica en su laboratorio de micromateriales del Materials Center Leoben Forschung en Austria; usando el mètodo de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) con la técnica de Laser Flash Ultrarrápido; gracias por su esfuerzo para realizar todas las pruebas y mantenerme informado de los resultados.

Mi agradecimiento al centro de computo INFOUNI de la facultad de Ingeniería Mecánica por poder usar usos laboratorios para hacer simulaciones de transferencia de calor usando el programa de Solidworks.

INDICE DE CONTENIDOS

DEDICATORIA 2
AGRADECIMIENTOS 3
INDICE DE CONTENIDOS 4
INDICE DE FIGURAS 7
INDICE DE TABLAS 11
LISTADO DE VARIABLES 12
RESUMEN 15
ABSTRACT 16
CAPITULO I 17
1. Introducción 17
CAPITULO II 18
2. Fundamento Teórico 18
2.1. Técnica de Sputtering 18
2.1.1. Procesos de fabricación del recubrimiento de pentóxido de niobio. 20
2.1.2. Usos y aplicaciones 20
2.1.3. Descripción del pentóxido de Niobio 21
2.2. Prueba de Difracción de rayos X (XRD) 22
2.3. Prueba de SEM (Microscopio electrónico de barrido) 23
2.4. Conductividad térmica 24
2.4.1. Conducción de calor 24
2.4.2. Ecuación general de difusión de calor 26
2.5. Métodos de medición para la conductividad térmica 27
2.5.1. Cálculo de conductividad térmica por el método estacionario 27
2.5.1.1. Medición de conductividad térmica por el método de paredes compuestas 27
2.5.2. Cálculo de conductividad térmica por el método de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) 29
2.5.2.1. Análisis de transmisión de calor en las muestras 30
2.5.2.2. Medición con el Método Laser Flash Ultrarrápido – Calentamiento Posterior/Detección Frontal (RF) 32
2.5.2.2.1. Medición de conductividad térmica en tres capas 35
2.5.2.2.1.1. Determinación de conductividad térmica por el Tiempo de difusión de calor areal (Areal heat diffusion time) 36

2.5.2.2.1.2. Tiempo de difusión de calor areal en una sola capa simple 42
2.5.2.2.1.3. Tiempo de difusión de calor areal en una multicapa de 3 capas. 44
2.5.2.2.2. Medición de conductividad térmica en multicapas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio 49
2.5.2.2.2.1. Aproximación por error mínimo cuadrático para cálculo de conductividad térmica de pentóxido de niobio, conductividad térmica de dióxido de silicio y resistencia de interfaces en multicapas. 55
2.5.2.2.2.2. Medición de resistencia térmica de wafer de pentóxido de niobio y dióxido de silicio en la multicapa. 56
2.6. Barreras térmicas 58
2.6.1. Simulación de transferencia de calor en SOLIDWORKS Simulation 58
2.6.2. Análisis de barreras térmicas de pentóxido de niobio sobre piezas de aluminio . 58
2.6.2.1. Análisis térmico con conducción térmica unidimensional en placa circular y cilindro hueco de aluminio 59
2.6.2.2. Aplicación de Barreras térmicas en piezas de aluminio de motor de 2 tiempos 63
CAPITULO III 65
3. Parte experimental 65
3.1. Experimentación por la técnica de Sputtering 65
3.2. Descripción del equipo 66
3.2.1. Contenedor (Cámara de Vacío) 66
3.2.2. Bombas 67
3.2.2.1. Bomba mecánica 67
3.2.2.2. Bomba turbomolecular 68
3.2.2.3. Sistemas de control y eléctrico de las bombas de vacío 69
3.2.2.3.1. Para Cámara 1 de vacío 69
3.2.2.3.2. Para Cámara 2 de vacío 69
3.2.3. Magnetrón 70
3.2.3.1. Características y componentes 70
3.2.4. Fuente de calor 71
3.3. Condiciones y parámetros para distintos sustratos 72
3.3.1. Condiciones de trabajo para recubrimientos de óxido de niobio sobre las placas de aluminio 72
3.3.2. Condiciones de trabajo para recubrimientos de óxido de niobio sobre vidrio y zafiro 73

3.4. Método de discos calientes de cobre en estado estacionario 75
3.4.1. Datos y parámetros para el cálculo conductividad térmica con discos calientes . 76
3.5. Método de medición de Termoreflectancia 77
3.5.1. Método Laser Flash Ultrarrápido – Calentamiento Posterior/Detección Frontal (RF) 77
3.5.2. Equipo de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) 78
3.5.2.1. Equipo NanoTR 78
3.5.2.1.1. Colocación y descripción de componentes para la medición de datos del equipo Nano TR 78
3.5.3. Datos de para la medición de conductividad térmica 80
CAPITULO IV 80
4. Discusión y resultados 80
4.1. Resultados de Difracción de rayos X (XRD) 80
4.2. Resultados de SEM (Microscopio electrónico de barrido) 81
4.3. Resultados de método de discos calientes de cobre 84
4.4. Resultados de conductividad térmica por el método de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) con la técnica Método Laser Flash Ultrarrápido 85
4.4.1. Resultados de conductividad térmica por el método de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) del pentóxido de niobio sobre vidrio 85
4.4.1.1. Datos calculados para el pentóxido de niobio a 26 ºC 87
4.4.1.2. Datos calculados para el pentóxido de niobio a 100 °C 88
4.4.1.3. Datos calculados para el pentóxido de niobio a 150 °C 90
4.4.1.4. Datos calculados de para el pentóxido de niobio a 200 °C 91
4.4.1.5. Relación temperatura y conductividad térmica 92
4.4.2. Resultados de conductividad térmica por el método de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) para multicapas de cromo pentóxido de niobio y dióxido de silicio 93
4.4.2.1. Resultados de medición experimental con el equipo Nano TR en multicapas sobre sustratos de vidrio. 94
4.4.2.1.1. Resultados de aproximación por mínimo error cuadrático para cálculo de conductividad térmica de pentóxido de niobio, conductividad térmica de dióxido de silicio y resistencia de interfaces en multicapas. 98
4.4.2.1.2. Resultados de medición de resistencia térmica de wafer de pentóxido de niobio y dióxido de silicio en la multicapa. 100

4.4.2.2. Resultados de medición experimental con el equipo Nano TR en multicapas sobre sustratos de zafiro. 105
4.5. Resultados de análisis de barreras térmicas de pentóxido de niobio sobre piezas de aluminio 106
4.5.1. Resultados de análisis térmico con conducción térmica unidimensional en placa circular de aluminio 106
4.5.1.1. Resultados de análisis térmico con SOLIDWORKS Simulation en una placa circular de aluminio 107
4.5.2. Resultados de análisis térmico con conducción térmica unidimensional en cilindro hueco de aluminio 109
4.5.2.1. Resultados de análisis térmico con SOLIDWORKS Simulation en un cilindro hueco 110
4.5.3. Resultados de análisis térmico con SOLIDWORKS Simulation en un pistón de aluminio con un recubrimiento de 100 µm de pentóxido de niobio 113
CONCLUSIONES 115
TRABAJOS FUTUROS 117
BIBLIOGRAFIAS 118
ANEXOS 124

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema general de la técnica de Sputtering 19
Figura 2. Estructura cristalina del óxido de niobio 21
Figura 3. Concentraciones de oxígeno para la formación de Nb_2O_5 21
Figura 4. Esquema de difracción de rayos X 22
Figura 5. Equipo de difracción de rayos X 23
Figura 6. Microscopio electrónico de barrido SEM 24
Figura 7. Conducción de calor a través de una losa de espesor Δx y sección transversal A. 25
Figura 8. Conductividad térmica en gases respecto a las temperaturas 26
Figura 9. Diagrama de conductividad térmica a través de piezas de cobre y sustrato de aluminio con recubrimiento 28
Figura 10. Curva experimental normalizada de temperatura en función del tiempo 30

Figura 11. Vista transmisión de ondas y absorción en una solo capa sobre un sustrato 31
Figura 12. Vista transmisión de ondas en 3 capas 31
Figura 13. Calentamiento de muestra por método Flash Laser 32
Figura 14. Vista de tres capas con el método de Método Laser Flash Ultrarrápido – Calentamiento Posterior/Detección Frontal (RF) (izquierda). Interface entre dos materiales distintos (derecha) 36
Figura 15. Tiempo de difusión de calor areal 37
Figura 16. Vista de calor absorbido por la capa 38
Figura 17. Vista del aumento de temperatura para la cara frontal y posterior de la capa39
Figura 18. Difusión de calor en una sola capa con variables Laplacianas 41
Figura 19. Representación de difusión de calor a través de 1 capa 43
Figura 20. Representación de difusión de calor a través de 3 capas 44
Figura 21. Vista de tres capas con interfaces G1 y G2 (izquierda); Vista de resistencias térmicas de los recubrimientos e interfaces entre capas (derecha) 45
Figura 22. Variación del tiempo de difusión de calor areal respecto al espesor 48
Figura 23. Vista de la distribución de multicapas (izquierda). Vista del wafer entre capas de 100 nm de Cromo (derecha) 49
Figura 24. Vista de multicapas con interfaces (Izquierda). Vista de resistencias térmicas de las capas y las interfaces entre capas (derecha) 50
Figura 25. Representación de difusión de calor a través de las multicapas 51
Figura 26. Regresión con mínimos cuadrados para el ajuste de curvas 55
Figura 27. a) Resistencias del wafer en multicapas, b) Resistencia térmica de capa de pentóxido de niobio, c) Resistencia térmica de capa de dióxido de silicio 56
Figura 28. a) Transferencia de calor en pared de aluminio b) Transferencia de calor en paredes de pentóxido de niobio 59
Figura 29. a) Transferencia de calor a través de las resistencias térmicas del aluminio b) Transferencia de calor a través de las resistencias térmicas del aluminio y del pentóxido de niobio 60
Figura 30. a) Transferencia de calor en cilindro hueco de aluminio b) Transferencia de calor en paredes de Nb_2O_5 62
Figura 31. Vista interna de un motor de combustión de 2 tipos (izquierda). Diagrama de Volumen vs Presión (Ciclo Otto) (derecha) 64
Figura 32. Vista de la cámara 1 de vacío para Sputtering (izquierda). Vista de la cámara 2 de vacío para Sputtering (derecha) 66

Figura 33. Vista interior de la cámara 2 de vacío (izquierda). Vista de posición de magnetrones en la cámara 1 de vacío (derecha) 67
Figura 34. Bomba de vacío mecánico para Sputtering 68
Figura 35. Bomba turbomolecular (MARCA: PFEIFFER) (izquierda). Bomba turbomolecular (MARCA: LEYBOLD) (derecha) 68
Figura 36. Sistema eléctrico y de control de la Cámara 1 de vacío 69
Figura 37. Sistema eléctrico y de control de la Cámara 2 de vacío 70
Figura 38. Vista explosionada del magnetrón (izquierda). Fuente de corriente DC para el magnetrón (derecha) 71
Figura 39. Fuente de calor 71
Figura 40. Piezas de aluminio recubiertas con oxido de niobio 72
Figura 41. Vista de muestra de multicapas sobre vidrio 73
Figura 42. Equipo de ensayo de conductividad térmica 76
Figura 43. Recubrimiento posicionado hacia abajo 76
Figura 44. Configuración RF específica para sustratos transparentes. 78
Figura 45. Configuración del equipo Nano TR 79
Figura 46. Generador de señal (izquierda). El software NanoTR/PicoTR(derecha) 79
Figura 47. Difractograma de rayos X para Aluminio 1608 recubierto de Nb_2O_5 81
Figura 48. Vista de Cross-section de 3 capas 82
Figura 49. Imagen de Cross-Section en una muestra se silicio recubierta con multicapas para sustrato de vidrio 82
Figura 50. Imagen de Cross-Section en una muestra se silicio recubierta con multicapas para sustrato de zafiro 83
Figura 51. Diagrama de conductividad térmica a través de piezas de cobre y sustrato con recubrimiento 85
Figura 52. Curvas de termoreflectancia normalizada para muestras M2, M8 y M9 86
Figura 53. Tiempo de difusión de calor areal vs espesor de pentóxido de niobio en una temperatura de 26°C 88
Figura 54. Tiempo de difusión de calor areal vs espesor de pentóxido de niobio en una temperatura de 100°C 89
Figura 55. Tiempo de difusión de calor areal vs espesor de pentóxido de niobio en una temperatura de 150°C 90
Figura 56. Tiempo de difusión de calor areal vs espesor de pentóxido de niobio en una temperatura de 200°C 91

Figura 57. Difusividad térmica vs Temperatura del pentóxido de niobio 92
Figura 58. Conductividad térmica vs temperatura del pentóxido de Niobio 93
Figura 59. Curva normalizada para la muestra X2 a 26°C 95
Figura 60. Curva normalizada para la muestra X3 a 26ºC 95
Figura 61. Curva normalizada para la muestra X4 a 26ºC 96
Figura 62. Curvas de Tiempo de difusión de calor areal vs el espesor wafer de multicapas a 26°C 97
Figura 63. Curvas de Tiempo de difusión de calor areal vs el espesor total de multicapas con $\lambda_{SiO2} = 1.3$ W/m K ; $\lambda_{Nb2O5} = 1.2$ W/m K a 26°C 98
Figura 64. Cálculo de mínimo error cuadrático en SCILAB 99
Figura 65. Curva de Tiempo de difusión de calor areal vs espesor de wafer Rs = 0.7×10^{-8} m^2 K/W , $\lambda_{SiO2} = 1.32$ W/m K y $\lambda_{Nb2O5} = 1.19$ W/m K 100
Figura 67. Porcentaje de la resistencia de wafer vs espesor del wafer 101
Figura 68. Resistencia térmica total vs espesor del wafer en escala manométrica 102
Figura 69. Resistencia térmica total vs espesor del wafer en escala micrométrica 103
Figura 70. Esquemas de capas y multicapas para la comparación de los tiempos de difusión de calor areal en estado transitorio 103
Figura 71. Tiempo de difusión de calor areal para cada tipo de capa y multicapa..... 104
Figura 72. Curva normalizada para la muestra ZP1 en 26ºC 105
Figura 73. Grafica experimental para la muestra ZP2 a 26°C 106
Figura 74. Gráfica Temperatura en K vs espesor (μm) en placa circular 107
Figura 75. Vista del cambio de temperatura a través del espesor del disco sin recubrimiento 108
Figura 76. Vista detallada de cambio de temperatura a través del espesor del disco con recubrimiento de Pentóxido de Niobio 109
Figura 77. Gráfica Temperatura en K vs espesor (μm) en placa circular 110
Figura 78. Vista del cambio de temperatura a través del espesor del cilindro sin recubrimiento térmico 111
Figura 79. Vista del cambio de temperatura a través del espesor del cilindro con recubrimiento térmico 112
Figura 80. Vista detallada del cambio de temperatura a través del espesor del cilindro con recubrimiento térmico de Nb_2O_5 112
Figura 81. Pistón con recubrimiento de Nb_2O_5 113
Figura 82. Vista de cambio de temperatura en un pistón sin recubrimiento térmico ... 114

Figura 83. Vista de cambio de temperatura en un pistón con recubrimiento térmico de Nb_2O_5 115

INDICE DE TABLAS

Tabla 1. Datos de ensayos en sustratos de placas de aluminio 72
Tabla 2. Datos de ensayos en sustratos de vidrio con recubrimiento de cromo y oxido de niobio 74
Tabla 3. Datos de ensayos en sustratos de vidrio y zafiro con recubrimientos de cromo, oxido de niobio y oxido de silicio (multicapas) 74
Tabla 4. Datos de los tiempos de recubrimientos de las multicapas sobre vidrio y zafiro para la obtención de multicapas 75
Tabla 5. Datos generales del ensayo 77
Tabla 6. Temperatura de termocuplas 77
Tabla 7. Datos de la medición en el método de TDTR 80
Tabla 8. Datos de porcentuales de materiales en multicapas 84
Tabla 9. Valores de conductividad térmica a distintas temperaturas 84
Tabla 10. Valores de espesores para cálculo de conductividad térmica 85
Tabla 11. Valores de datos para cada capa a 26°C 87
Tabla 12. Valores experimentales de tiempo de difusión de calor areal a 26ºC 87
Tabla 13. Valores de datos para cada capa a 100°C 89
Tabla 14. Valores de datos para cada capa a 150°C 90
Tabla 15. Valores de datos para cada capa a 200°C 91
Tabla 16. Valores calculados de conductividad térmica a distintas temperaturas 92
Tabla 17. Tabla de espesores de multicapas 94
Tabla 18. Tabla de Tiempo de difusión de calor areal experimental en cada muestra... 96
Tabla 19. Tabla experimental de resistencias térmicas de cada muestra 100
Tabla 20. Tabla de tiempo de difusión de calor areal experimental en cada muestra sobre zafiro 105
Tabla 21. Cargas Térmicas en un pistón con recubrimiento térmico de Nb_2O_5 114

LISTADO DE VARIABLES

ΔT: Variación de temperatura en Kelvin

d: Espesor de la capa en m

Q_{abs}: Energía total absorbida en J/m^2

Q_r: Calor trasero transmitida en J/m^2

C: Capacidad calorífica en $J/m^2\ K$

τ: Tiempo de difusión del calor en s

ρ: Densidad en kg/m^3

α: Difusividad térmica m^2/s

c: Calor especifico en $J/kg\ K$

b: Efusividad térmica en $J/(m^2\ K\ s^{0.5})$

λ: Conductividad térmica $W/m\ K$

L_1: Onda electromagnética inducida sobre la muestra

R_1: Onda reflejada de la onda L_1

T_0: Onda inducida por la bomba laser para calentar la muestra

T_1: Onda transmitida en el vidrio

C_{TR}: es el coeficiente de termoreflectancia

τ_m: Tiempo de difusión del calor a través del material transductor de Cromo en s

τ_f: Tiempo de difusión del calor a través del Pentóxido de Niobio en s

τ_s: Tiempo de difusión del calor a través del dióxido de silicio en s

Q_T: Energía total absorbida en el total de multicapa en J/m^2

Q_{Cr}: Energía absorbida por la capa de cromo en J/m^2

Q_{Nb2O5}: Energía absorbida por la capa de pentóxido de Niobio en J/m^2

C_T: Capacidad calorífica del total de multicapas en $J/K\ m^2$

C_{Cr}: Capacidad calorífica del cromo en $J/K\ m^2$

C_{Nb2O5}: Capacidad calorífica del pentóxido de Niobio en $J/K\ m^2$

c_m: Calor especifico del Cromo en $J/kg\ K$

c_f: Calor especifico del Pentóxido de Niobio en $^{J}/_{kg\ K}$

c_s: Calor especifico del Dióxido de silicio en $^{J}/_{kg\ K}$

d_m: Espesor del Cromo en m

d_f: Espesor del Oxido de Niobio en m

b_m: Efusividad térmica del Cromo en $^{J}/_{(K\ m^2\ s^{0.5})}$

d_s: Espesor del dióxido de silicio en m

b_f: Efusividad térmica del Pentóxido de Niobio en $^{J}/_{(K\ m^2\ s^{0.5})}$

α_f: Difusividad térmica del Pentóxido de Niobio en $^{m^2}/_{s}$

α_m: Difusividad térmica del cromo en $^{m^2}/_{s}$

b_s: Efusividad térmica del dióxido de silicio en $^{J}/_{(K\ m^2\ s^{0.5})}$

α_s: Difusividad térmica del dióxido de silicio en $^{m^2}/_{s}$

R_b: Resistencias de interfaces entre Cr y Nb_2O_5 o dióxido de silicio en $^{m^2\ K}/_{W}$

R_s: Resistencias de interfaces entre dióxido de silicio y pentóxido de niobio en $^{m^2\ K}/_{W}$

m_m: Masa de la capa de Cromo en kg

m_f: Masa de la capa de Pentóxido de Niobio en kg

ρ_f: Densidad del Pentóxido de Niobio $^{kg}/_{m^3}$

ρ_m: Densidad del Cromo $^{kg}/_{m^3}$

C_P: Calor especifico en $^{J}/_{kg\ K}$

α_{Cr}: Difusividad térmica del cromo en $^{mm^2}/_{s}$

λ_{Nb2O5}: Conductividad térmica del pentóxido de niobio en $^{W}/_{m\ K}$

λ_{SiO2}: Conductividad térmica del dióxido de silicio en $^{W}/_{m\ K}$

e_{Nb2O5}: Espesor de la capa del pentóxido de niobio en m

e_{SiO2}: Espesor de la capa del dióxido de silicio en m

e_T: Espesor total de multicapas en m

n: Relación entre espesores de pentóxido de niobio y dióxido de silicio

$\sum R_{ox}$: Sumatoria de resistencias de pentóxido de niobio y dióxido de silicio en $^{m^2\ K}/_{W}$

$\sum R_{int}$: Sumatoria de resistencia de interfaces en $^{m^2\ K}/_{W}$

L_t: Espesor total de la placa circular de aluminio en m

λ_{Al}: Conductividad térmica del aluminio en $^{W}/_{m\ K}$

q_r: Calor (Watts)

L: Longitud lateral del cilindro en (m)

r: Radio del cilindro (m)

q: Flujo de calor a través de las paredes en $^{W}/_{m^2}$

$\sum R_T$: Sumatoria de resistencias térmicas en serie $^{m^2\ K}/_{W}$

q''_x : Es el flujo de calor $^{W}/_{m^2}$

∇T : Es el gradiente de temperatura dT/dx

$t_{1/2}$: el tiempo medio en s

Ax_i: Tiempo de difusión de calor areal real o experimental en s

A_i: Tiempo de difusión de calor areal teórico en s

E_i: Error en para cada muestra es s

E_c: Mínimo error cuadrático en s^2

RESUMEN

En esta tesis se ha estudiado experimentalmente la conductividad térmica de nano capas y micro capas de pentóxido de niobio Nb_2O_5 con el objetivo de determinar su posible aplicación como barreras térmicas. La deposición del pentóxido de niobio se ha dado usando la técnica de Sputtering, la cual se hizo usando niobio como target y gases como: argón y oxígeno para la formación de óxido de niobio. En este trabajo hemos usado pruebas de rayos X para la confirmación del tipo de material que se ha formado en la deposición en este caso el pentóxido de niobio Nb_2O_5. Se ha realizado dos tipos pruebas para determinar experimentalmente la conductividad térmica; la primera prueba se realizó usando una resistencia térmica y discos de cobre en los cuales se han colocado termocuplas para poder ver las variaciones de las temperaturas y poder determinar el coeficiente de conductividad térmica en una micro capa de pentóxido de niobio Nb_2O_5 la cual está sobre una lámina de aluminio; el segundo método para determinar la conductividad térmica en nano capas de pentóxido de niobio Nb_2O_5 se ha usado el método Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) con la técnica de Laser Flash Ultrarrápido para la cual se han recubierto sustrato de vidrio, con lo cual hemos podido determinar de manera más exacta la conductividad térmica del pentóxido de niobio Nb_2O_5 está alrededor de 1 W m^{-1} K^{-1}. Finalmente se simuló el comportamiento térmico de capas de pentóxido de niobio en su función como barreras térmicas sobre diversas piezas de aluminio que trabajan a temperaturas del orden de 500 K. Adicionalmente Se realizó muestras usando multicapas de pentóxido de niobio Nb_2O_5 y dióxido de silicio SiO_2 y se realizó el análisis de conductividad térmica con la técnica de Laser Flash Ultrarrápido.

Palabras claves: Sputtering, conductividad térmica, barreras térmicas.

ABSTRACT

In this thesis, the thermal conductivity of nano-layers and micro-layers of niobium pentoxide Nb_2O_5 has been experimentally studied in order to determine their possible application as thermal barriers. The deposition of niobium oxide has been given using the Sputtering technique, which was done using niobium as a target and gases such as: argon and oxygen for the formation of niobium pentoxide. In this work we have used X-ray tests to confirm the type of material that has formed in the deposition, in this case the niobium pentoxide Nb_2O_5. Two types of tests have been carried out to experimentally determine the thermal conductivity; The first test was carried out using a thermal resistance and copper discs in which thermocouples have been placed to be able to see the variations in temperatures and to be able to determine the coefficient of thermal conductivity in a microlayer of niobium pentoxide Nb_2O_5 which is on a sheet of aluminum; The second method to determine the thermal conductivity in nanolayers of niobium pentoxide Nb_2O_5 has been used the Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) method with the Ultrafast Laser Flash technique for which glass substrates have been coated, for which we have been able to determine more exactly the thermal conductivity of niobium pentoxide Nb_2O_5 is around 1 W m^{-1} K^{-1}. Finally, the thermal behavior of layers of niobium pentoxide was simulated in their function as thermal barriers on various pieces of aluminum that work at temperatures of the order of 500 K. Additionally, samples were made using multilayers of niobium pentoxide Nb_2O_5 and silicon dioxide SiO_2 and Thermal conductivity analysis was performed with the Ultrafast Flash Laser technique.

Keywords: Sputtering, thermal conductivity, thermal barriers.

CAPITULO I

1. Introducción

Este trabajo tiene como objetivo determinar experimentalmente la conductividad térmica en películas delgadas de pentóxido de niobio, que se han producido por la técnica de Sputtering usando cámaras de vacío y mecanismos que se encuentran en nuestro laboratorio. Para la producción del pentóxido de niobio hemos usado un target de niobio y con la cámara de vacío pudimos obtener un vacío de 10^{-5} mbar y luego introduciendo gases de argón y oxígeno a presiones del orden de 10^{-3} mbar para poder producir plasma el cual hará que los cationes del niobio se mezclen con los iones de oxígeno para producir el pentóxido de niobio Nb_2O_5.

Usamos sustratos de láminas de aluminio de 0.3 mm para poder hacer la deposición de microcapas de óxido de niobio sobre el sustrato variando el nivel de argón y oxígeno obteniendo así la relación de presión ideal para tener películas delgadas con menor conductividad térmica. Realizamos pruebas de rayos X para determinar el tipo de óxido. Una vez obtenidas las películas delgadas sobre el sustrato realizamos la prueba de conductividad térmica usando la técnica de discos calientes, para lo cual usamos una resistencia térmica con discos de cobre, posicionando el sustrato con la película delgada en medio de los discos de cobre, con ayuda de termocuplas colocadas en medio de los discos de cobre podremos determinar el flujo de calor y también el coeficiente de conductividad térmica de la película delgada de óxido de niobio. En este caso el método de discos calientes resultó muy inexacto por la propagación de calor hacia la atmósfera y el espesor del recubrimiento que no se mantiene constante sobre la lámina de aluminio haciendo que no se pueda determinar de manera exacta el cálculo de conductividad térmica con este método.

Para determinar experimentalmente la conductividad térmicas en películas nanométricas sobre sustratos de vidrio y zafiro, hemos usado el método del Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) el cual consiste en usar un láser para elevar la temperatura de la muestra sobre sustrato y la relación entre la variación de la temperatura y la variación del índice de reflexión de la muestra, con esta relación pudimos hallar las resistencias térmicas de interfaces y la difusividad térmica; este último a su vez con la densidad del material y la capacidad calorífica del material podremos hallar la conductividad térmica del óxido de niobio la cual se encontrará alrededor de $1 W\ m^{-1} K^{-1}$.

Se ha utilizado también el método de TDTR con la técnica de Laser Flash Ultrarrápido para determinar las resistencias de interfaces entre los recubrimientos de multicapas.; para crear estas capas se han usado capas de pentóxido de niobio Nb_2O_5 y dióxido de silicio SiO_2 intercaladas entre sí. Para obtener la resistencia térmica de las interfaces fue necesario usar métodos numéricos para lo cual hemos usado un software libre llamado SCILAB.

Este trabajo se ha realizado para poder determinar el coeficiente de conductividad térmica; ya que una de las principales aplicaciones de los óxidos en diferentes campos es como barreras térmicas ya sea en componentes electrónicos como en piezas metálicas; para evitar la descomposición del sustrato por elevadas temperaturas.

También se han hecho simulaciones con SOLIDWORKS y SCILAB con las cuales podremos hacer las comparaciones de cómo se transmite el calor y cómo varía la temperatura, cuando no tienen recubrimiento y como se distribuye el calor y la temperatura en la pieza cuando ésta se recubre y se usa una capa se pentóxido de niobio como barrera o escudo térmico.

CAPITULO II

2. Fundamento Teórico

2.1. Técnica de Sputtering

La Técnica de Sputtering es un proceso físico en el que se produce la vaporización de los átomos de un material sólido denominado "blanco o target" mediante el bombardeo de éste por iones energéticos. Este es un proceso muy utilizado en la formación de películas delgadas sobre materiales, técnicas de grabado y técnicas analíticas.

La Técnica de Sputtering está causada principalmente por el intercambio de momento entre los iones y los átomos del material, debido a choques entre átomos. Aunque la primera colisión empuja a los átomos más hacia dentro en la agrupación, colisiones posteriores entre los átomos pueden tener como resultado que algunos de los átomos cerca de la superficie sean expulsados. El número de átomos expulsados de la superficie por ion incidente es el rendimiento de pulverización ("sputter yield") y es una

medida importante de la eficiencia del proceso. Algunos factores que influyen en este parámetro, son la energía de los iones incidentes, sus masas y las de los átomos del blanco y la energía de enlace del sólido. Ver figura 1. [1-5]

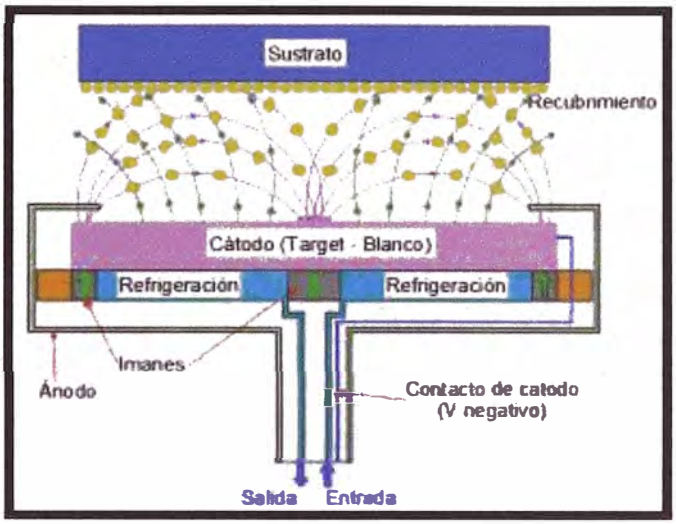


Figura 1. Esquema general de la técnica de Sputtering

En la cámara de vacío cuando se encuentre a cierta baja presión de la evaporación ocurre en condiciones de vacío entre 10^{-4} y 10^{-6} mbar se dejará entrar el gas de argón es acelerado por un campo eléctrico externo originando así la ionización de un átomo de argón y produciendo un electrón adicional.

$$Ar + e^- \rightarrow Ar^+ + 2e^-$$

Al generar el campo eléctrico producido por una fuente eléctrica directa a 400 V; el gas de argón es ionizado, formando el plasma de Ar^+. Con el campo eléctrico se acelerará los iones de argón Ar^+ hacia el blanco, ya que la carga del target o blanco es negativa; generando así el Sputtering. Los átomos que se liberan chocan con el target o blanco son transmitidos a través del plasma hacia el sustrato.

Se colocó imanes en diferentes posiciones con distintas polaridades, para aumentar el número de concentraciones de impacto por iones de Ar^+ ionizado contra el target o blanco. Aumentado las concentraciones a átomos de Ar^+ ionizado impactando con el blanco, aumentaremos el número de átomos desprendidos del target y mejoraremos la concentración y el espesor del recubrimiento de las capas en el sustrato. Se ha colocado también un sistema de refrigeración para mantener baja la temperatura en el magnetrón.

2.1.1. Procesos de fabricación del recubrimiento de pentóxido de niobio.

Los iones para el proceso de Sputtering se obtienen de un plasma que se genera en el interior de la cámara de vacío. En la práctica se usa una variedad de técnicas para modificar las propiedades del plasma, especialmente la densidad de iones, y así conseguir unas condiciones de pulverización óptimas. Entre ellas está el uso de una corriente alterna de radiofrecuencia o corriente continua, el uso de campos magnéticos (en nuestro caso imanes alrededor del magnetrón) y la aplicación de un potencial de polarización al blanco. Los átomos pulverizados, aquéllos expulsados a la fase gaseosa, no están en su estado de equilibrio termodinámico. Por tanto, tienden a condensarse de vuelta a su estado sólido al chocar con cualquier superficie en la cámara de pulverización. Esto tiene como resultado la deposición del material pulverizado en todas las superficies de la cámara. [2]

2.1.2. Usos y aplicaciones

La técnica de Sputtering se usa de forma extensiva en la industria de los semiconductores para depositar películas finas de diversos materiales sobre obleas de silicio. Se puede usar también para aplicar capas finas sobre cristal para aplicaciones ópticas, térmicas y de alta dureza. El proceso se puede llevar a cabo a temperaturas muy bajas, lo que le hace el método ideal para depositar capas, fuente y drenador en transistores de película fina, así como contactos en diodos. La Técnica de Sputtering está causada principalmente por el intercambio de momento entre los iones y los átomos del material, debido a colisiones. Aunque la primera colisión empuja a los átomos más hacia dentro en la agrupación, colisiones posteriores entre los átomos pueden tener como resultado que algunos de los átomos cerca de la superficie sean expulsados. El número de átomos expulsados de la superficie por ion incidente es el rendimiento de pulverización ("sputter yield") y es una medida importante de la eficiencia del proceso. Algunos factores que influyen en este parámetro, son la energía de los iones incidentes, sus masas y las de los átomos del blanco y la energía de enlace del sólido. Ver figura 1. [1]

2.1.3. Descripción del pentóxido de Niobio

El pentóxido de niobio es el compuesto inorgánico con la fórmula Nb_2O_5. Es un sólido insoluble incoloro que es bastante poco reactivo. Es el principal precursor de todos los materiales hechos de niobio, siendo la aplicación dominante las aleaciones, pero otras aplicaciones especializadas incluyen condensadores, niobato de litio y lente óptico. [2]

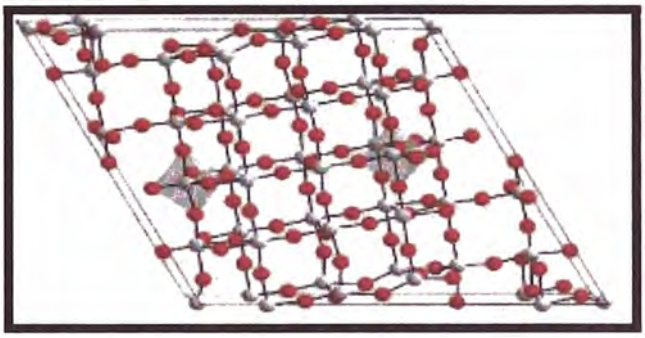


Figura 2. Estructura cristalina del óxido de niobio

Tiene muchas formas polimórficas, todas en gran parte basadas en átomos de niobio coordinados de forma octaédrica. Los polimorfos se identifican con una variedad de prefijos. La forma que se encuentra más comúnmente es el H-Nb2O5 monoclínico, que tiene una estructura compleja, con una célula unitaria que contiene 28 átomos de niobio y 70 de oxígeno, donde 27 de los átomos de niobio están coordinados octaedralmente y uno de forma tetraédrica. [2] Ver figura 2.

<u>Datos del Oxido de Niobio:</u>

<u>Fórmula:</u> Nb_2O_5

<u>Masa molar:</u> 265,81 g/mol

<u>Densidad:</u> 4,6 g/cm³

<u>Punto de fusión:</u> 1512 °C

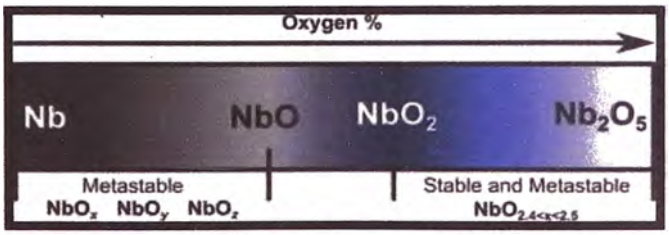


Figura 3. Concentraciones de oxígeno para la formación de Nb_2O_5

Por lo que podemos ver en la figura 3 entre mayor concentración de oxígeno se tenga mayor será la formación de Nb_2O_5 [3].

2.2. Prueba de Difracción de rayos X (XRD)

La difracción de rayos X es uno de los fenómenos físicos que se producen al interaccionar un haz de rayos X, de una determinada longitud de onda, a través de una estructura cristalina. La difracción de rayos X se basa en la dispersión coherente del haz de rayos X por parte de la materia (se mantiene la longitud de onda de la radiación) y en la interferencia constructiva de las ondas que están en fase y que se dispersan en determinadas direcciones del espacio.

El fenómeno de la difracción se da por Ley de Bragg, que predice la dirección en la que se da interferencia constructiva entre haces de rayos X dispersados coherentemente por un cristal:

$n.\lambda = 2\ d\ \text{sen}\ (\theta)$..... (1)

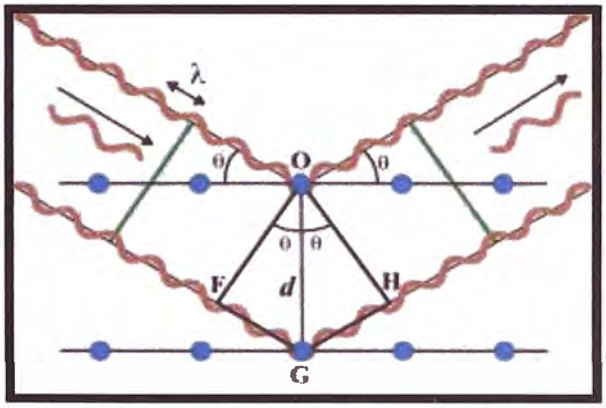


Figura 4. Esquema de difracción de rayos X

La difracción de rayos en muestra policristalina permite abordar la identificación de fases cristalinas (puesto que todos los sólidos cristalinos poseen su difractograma característico) tanto en su aspecto cualitativo como cuantitativo. Los estudios de polimorfismo, transiciones de fase, y soluciones sólidas, medida del tamaño de partícula, determinación de diagramas de fase, etc., se realizan habitualmente por difracción de rayos X. Ver figura 4.

En algunos casos, es interesante realizar el estudio de la evolución térmica de los difractogramas (termodifractometría) para conocer la evolución de la cristalinidad de la muestra, significa que la cristalización puede ir variando con forme varié el grado de temperatura de la muestra, generando distintos cambios de fase, etc.

Para la realización de la prueba en rayos X hemos usado el equipo como se muestra en la figura 5 con el cual podremos obtener graficas respecto a la intensidad y el Angulo de difracción (θ). [4]

Figura 5. Equipo de difracción de rayos X

2.3. Prueba de SEM (Microscopio electrónico de barrido)

La microscopía electrónica de barrido permite la observación y caracterización de materiales orgánicos e inorgánicos en escalas manométricas y micrométricas; además de tener la capacidad de obtener imágenes bidimensionales y tridimensionales de superficies en un amplio rango de materiales. [8]

Cuando el haz incide sobre la muestra, se producen muchas interacciones entre los electrones del mismo haz y los átomos de la muestra; puede haber, por ejemplo, electrones que reboten como las bolas de billar. Por otra parte, la energía que pierden los electrones al "chocar" contra la muestra puede hacer que otros electrones salgan despedidos (electrones secundarios), y producir rayos X, electrones Auger, etc. El más común de éstos es el que detecta electrones secundarios, y es con el que se hacen la mayoría de las imágenes de microscopios de barrido. Ver el equipo en la figura 6. [73]

Figura 6. Microscopio electrónico de barrido SEM

2.4. Conductividad térmica

La conductividad térmica es una propiedad física de los materiales que mide la capacidad de conducción de calor. En otras palabras, la conductividad térmica es también la capacidad de una sustancia para transferir la energía cinética de sus moléculas a otras adyacentes o a sustancias con las que está en contacto. La conducción se considera como la transferencia de energía de partículas más energéticas a las menos energéticas de una sustancia debido a las interacciones entre las misma.

Para la pared plana unidimensional que se muestra en la figura 7, la cual tiene una distribución de temperatura T(x), la ecuación o modelo se expresa como:

$$\lambda = \frac{q_x}{|\nabla T|} \quad \text{.....} \quad (2)$$

2.4.1. Conducción de calor

La transmisión de energía que proviene de la diferencia de temperatura entre partes adyacentes de un cuerpo se llama conducción de calor.

La ley de Fourier es fenomenológica, es decir, se desarrolla a partir de los fenómenos observados más que derivarse de los principios básicos. Por ello vemos el modelo como una generalización que se basa en numerosas pruebas experimentales. Una barra rectangular de material conocido se aísla en la superficie lateral, mientras sus extremos se mantienen a diferentes temperaturas con T1 > T2. Ver figura 7. La diferencia de

temperatura ocasiona una transferencia de calor por conducción en la dirección x positiva. Podemos medir la rapidez de transferencia de calor q_x, y buscamos determinar cómo q_x depende de las siguientes variables: ΔT, diferencia de temperatura; Δx, longitud de la barra rectangular; y A, área de la sección transversal.[6]

Imaginemos primero que mantenemos ΔT y Δx constantes y variamos A. Si hacemos esto, resulta que q_x es directamente proporcional a A. De manera similar, al mantener ΔT y A constantes, se observa que q_x varía inversamente con Δx. Finalmente, al mantener A y Δx constantes, encontramos que q_x es directamente proporcional a ΔT. [72]

El efecto colectivo es entonces:

$$q_x = \frac{\Delta Q}{\Delta t} \propto A \frac{\Delta T}{\Delta x} \quad \text{.....} \quad (3)$$

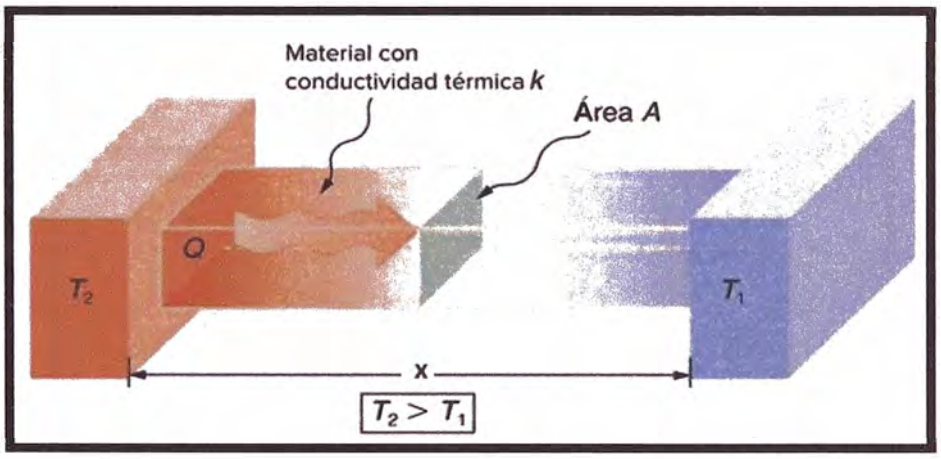


Figura 7. Conducción de calor a través de una losa de espesor Δx y sección transversal A.

En el límite de una losa de espesor infinitesimal, dx, entre cuyas caras hay una diferencia de temperatura, obtenemos la ley fundamental de la conducción de calor. [72]

$$\frac{dQ}{dt} = q_x = \lambda A \left|\frac{dT}{dx}\right| = \lambda A |\nabla T| \quad \text{.....} \quad (4)$$

En la ecuación 4, dQ/dt se interpreta como rapidez de transmisión de calor a través del área A. Si aceptamos que el flujo de calor es una cantidad vectorial, es posible escribir un planteamiento más general de la ecuación de conducción (ley de Fourier) como sigue:

$$q'' = -\lambda \Delta T = -\lambda \left(i \frac{\partial T}{\partial x} + j \frac{\partial T}{\partial y} + k \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad \text{.....} \quad (5)$$

2.4.2. Ecuación general de difusión de calor

Uno de los objetivos principales en un análisis de conducción es determinar el campo de temperatura en un medio que resulta de las condiciones impuestas sobre sus fronteras. Es decir, deseamos conocer la distribución de temperaturas, que representa cómo varía la temperatura con la posición en el medio. Una vez que se conoce esta distribución, el flujo de calor por conducción en cualquier punto en el medio o en la superficie se calcula a partir de la ley de Fourier.

Considere un medio homogéneo dentro del cual no hay movimiento de volumen (advección) y en el que la distribución de temperaturas T (x, y, z) se expresa en coordenadas cartesianas. Al seguir la metodología de aplicar la conservación de la energía, definimos primero un volumen de control infinitesimalmente pequeño (diferencial), dx· dy· dz, como se muestra en la figura 8. [6,7]

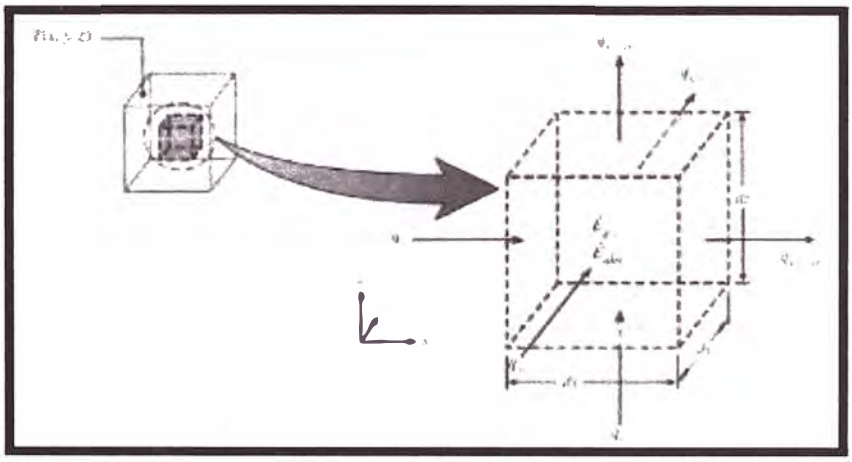


Figura 8. Conductividad térmica en gases respecto a las temperaturas

La rapidez de conducción de calor se evalúa a partir de la ley de Fourier,

$$\frac{\partial}{\partial x}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x}\right) + \frac{\partial}{\partial y}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial y}\right) + \frac{\partial}{\partial z}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z}\right) + \dot{q} = \rho\, C_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad \text{.....} (6)$$

$$\frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\dot{q}}{\lambda} = \frac{1}{\alpha}\frac{\partial T}{\partial t} \quad \text{.....} (7)$$

$\alpha = \lambda/\rho Cp$ es la difusividad térmica. Con frecuencia son posibles simplificaciones adicionales de la forma general de la ecuación de calor. [7]

$$\frac{\partial}{\partial x}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x}\right) + \frac{\partial}{\partial y}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial y}\right) + \frac{\partial}{\partial z}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z}\right) + \dot{q} = 0 \quad \text{.....} (8)$$

Además, si la transferencia de calor es unidimensional (por ejemplo, en la dirección x) y no hay generación de energía, la ecuación 8 se reduce:

$$\frac{\partial}{\partial x}\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x}\right) = 0 \quad (9)$$

$$\lambda \frac{\partial T}{\partial x} = cte = q''_x \quad (10)$$

La implicación más importante de este resultado es que en condiciones unidimensionales de estado estable, sin generación de energía, el flujo de calor es una constante en la dirección de transferencia (dq''/ dx =0).

2.5. Métodos de medición para la conductividad térmica

Conocer los valores de la conductividad térmica y difusividad térmica de un material es relevante ya que a través de ellas podemos saber si un material puede ser utilizado como aislante térmico o no, y que tan rápido este puede enfriarse, además estos parámetros son de gran significación para la selección de materiales que serán utilizados para barreras térmicas, por ello es importante conocer algunas formas de medir y conocer estas propiedades. [8]

2.5.1. Cálculo de conductividad térmica por el método estacionario

También conocido como el "método del flujo lineal"; este método fundamentalmente consiste en un "potenciómetro térmico", en el cual el flujo de calor dQ/dt se introduce longitudinalmente en uno de los extremos del material de sección transversal A, con los términos T1 y T2 se determina el gradiente de temperatura producido, ΔT, a lo largo de la muestra, cuando se alcanza la condición de estado estacionario. Ver Figura.9.
El flujo de calor es directamente proporcional a este gradiente y está dado por la ecuación (4):

$$\frac{dQ}{dt} = \dot{Q} = q''_x A = \lambda A \frac{dT}{dx} = -\lambda A \nabla T \quad (11)$$

2.5.1.1. Medición de conductividad térmica por el método de paredes compuestas

En la gráfica de conductividad podremos ver cómo es la variación de temperatura y como esta va cayendo dependiendo el tipo de material el cual atraviese.

Se irán hallando las temperaturas en cada límite de cada pieza de material estas son: T1, T2, T3, T4, T5 y T6.

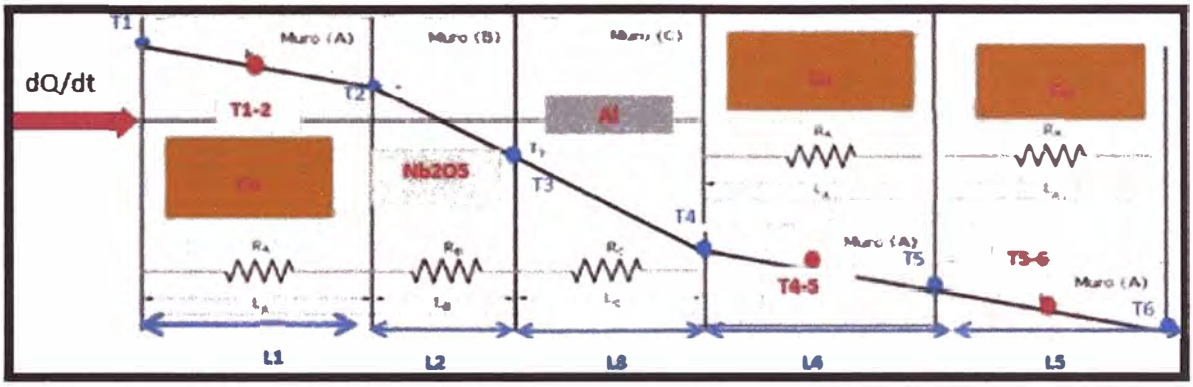


Figura 9. Diagrama de conductividad térmica a través de piezas de cobre y sustrato de aluminio con recubrimiento

$$\dot{Q}_K = \frac{T1-T2}{\left(\frac{L1}{\lambda_{Cu}\,A}\right)} = \frac{T2-T3}{\left(\frac{L2}{\lambda_{Nb2O5}\,A}\right)} = \frac{T3-T4}{\left(\frac{L3}{\lambda_{Al}\,A}\right)} = \frac{T4-T5}{\left(\frac{L4}{\lambda_{Cu}\,A}\right)} = \frac{T5-T6}{\left(\frac{L5}{\lambda_{Cu}\,A}\right)} \quad \text{.....} (12)$$

En el ensayo para poder hallar el flujo de calor usamos la ecuación 12 de los puntos que nos dan las dos termocuplas que están conectadas a los cobres que se encuentran en la parte superior sobre el sustrato como se ve en la Figura 43. En la ecuación 12 se verá el cálculo del flujo de calor denominado con $\dot{Q}_K$este calor debe mantenerse constante ya que se ha considerado el experimento como un estado estacionario.

$$\dot{Q}_K = \frac{T_{4-5}-T_{5-6}}{\left(\frac{(L5+L4)}{\lambda_{Cu}\cdot A.2}\right)} \quad \text{.....} (13)$$

Por la forma de la recta L5 deducimos que:

$T_5+T_6= 2T_{5-6}$

$T_5-T_6= \dot{Q}_K \frac{L5}{\lambda_{Cu}\,A}$

Con las ecuaciones 13 y 12 podremos determinar los valores de T_5 y T_6

$$T_5=0.5\dot{Q}_K \frac{L5}{(\lambda_{Cu}\,A)} + T_{5-6} \quad \text{.....} (14)$$

$$T_6= -0.5\dot{Q}_K \frac{L5}{\lambda_{Cu}\,A} + T_{5-6} \quad \text{.....} (15)$$

Por la forma de la recta L4 deducimos que:

$T_4+T_5= 2T_{4-5}$

$T_4-T_5= \dot{Q}_K \frac{L4}{\lambda_{Cu} A}$

Con la ecuación 14 podremos determinar los valores de T_4

$T_4=0.5\dot{Q}_K \frac{L4}{(\lambda_{Cu} A)} + T_{4-5}$ ..... (16)

Con las ecuaciones 15 podremos determinar los valores de T_3

$T_3=0.5\dot{Q}_K \frac{L3}{(\lambda_{Al} A)} + T_4$ ..... (17)

Por la forma de la recta L1 deducimos que:

$T_1+T_2= 2T_{1-2}$

$T_1-T_2= \dot{Q}_K \frac{L1}{\lambda_{Cu} A}$

Con las ecuaciones 15 y 16 podremos determinar los valores de T_1 y T_2

$T_1=0.5\dot{Q}_K \frac{L1}{(\lambda_{Cu} A)} + T_{1-2}$ ..... (18)

$T_2= -0.5\dot{Q}_K \frac{L1}{(\lambda_{Cu} A)} + T_{1-2}$ ..... (19)

Con todos los valores hallados podemos determinar el λ_{Nb2O5} (coeficiente de conductividad térmica del óxido de niobio) en la ecuación 20.

Entre la T_2 y T_3 tenemos que:

$$\dot{Q}_K = \frac{T_2-T_3}{\left(\frac{(L_2)}{\lambda_{Nb2O5} \cdot A}\right)}$$

$\lambda_{Nb2O5} = \frac{\dot{Q}_K L_2}{(A(T_2-T_3))}$ ..... (20)

Con el valor de las temperaturas T_2 y T_4 se podrá calcular la conductividad térmica del pentóxido de niobio usando paredes de cobre.

2.5.2. Cálculo de conductividad térmica por el método de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR)

La técnica de este método se basa en el monitoreo de ondas que se generan con un láser pulsado. El calentamiento localizado de un material creará un aumento de temperatura localizado, que induce estrés térmico. Esta acumulación de tensión en una región localizada provoca un pulso de deformación acústica. En una interfaz, el pulso estará sujeto a un estado de transmitancia / reflectancia, y las características de la interfaz pueden

ser monitoreadas con las ondas reflejadas. Una sonda láser detectará los efectos de las ondas reflejas al detectar el efecto piezo-óptico. C_{TR} es el coeficiente de termoreflectancia. [9- 16,21]

Termoreflectancia: $\frac{\Delta R}{R} = \frac{1}{R}\frac{\partial R}{\partial T}\Delta T = C_{TR}\,\Delta T$..... (21)

Para realizar las mediciones se prende la bomba laser la cual hará aumentar la temperatura en el material transductor; habrá una variación en la reflectancia del material transductor en la cara opuesta en el caso se usen más de una capa.

En el caso que se use una capa se puede calcular usando el tiempo medio hallado en la figura 10. Usualmente se hace la medición usando este método para un material opaco que se usa como en un material transductor cuando se usen en multicapas.

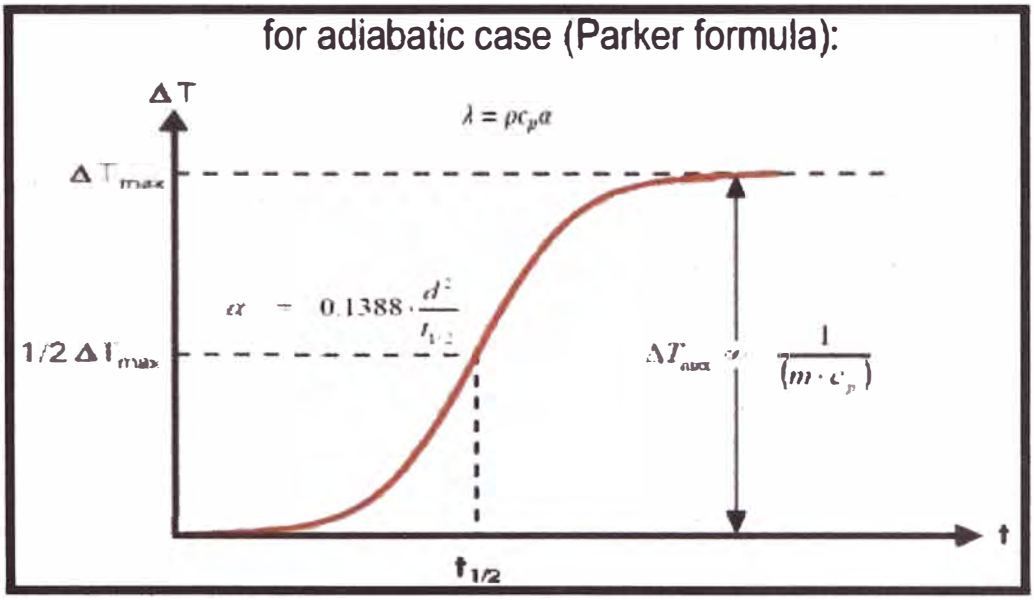


Figura 10. Curva experimental normalizada de temperatura en función del tiempo

Las mediciones se ajustaron mediante una solución analítica y el resultado de la adaptación es la difusividad térmica apara una sola capa opaca:

$$\alpha = 0.1388\,\frac{d^2}{t_{1/2}} = \frac{\lambda}{Cp\,\rho} \text{.....} (22)$$

2.5.2.1. Análisis de transmisión de calor en las muestras

Para la transmisión de calor en con el Método Laser Flash Ultrarrápido – Calentamiento Posterior/Detección Frontal (RF) en el caso de una sola capa la cual debe ser opaca ya que se necesita que no haya radiación trasmitida y que el calor generado sea absorbido por el material. Como se ve la figura 11. [24]

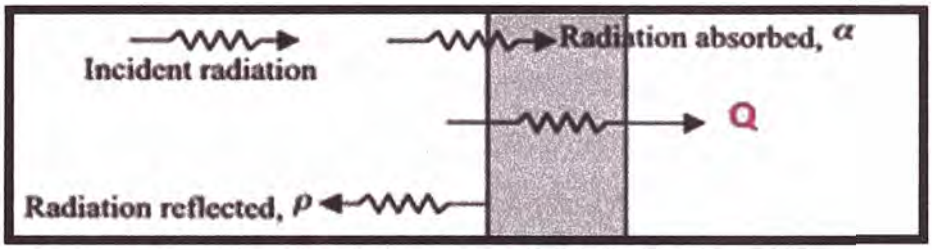


Figura 11. Vista transmisión de ondas y absorción en una solo capa sobre un sustrato

Para la transmisión de calor en el caso de tres capas se debe tener en cuenta que el calentamiento laser se da en la parte de debajo de la muestra. El cromo de la base generará que haya reflexión, pero no transmisión lo que hace que el material tenga absorción que hará que el material eleve su temperatura; habiendo trasmisión de calor a través de la conducción de la capa de cromo a hasta la siguiente capa de pentóxido de niobio hasta llevar a la otra capa transductora de cromo en la parte superior. La razón de utilizar este método de 3 capas es que la capa de pentóxido de niobio tiene un alto índice de trasmisión por lo que se perdería calor por trasmisión de radiación y hará menos precisa el cálculo de conductividad térmica. Ver figura 12. [11,53,24,37,57]

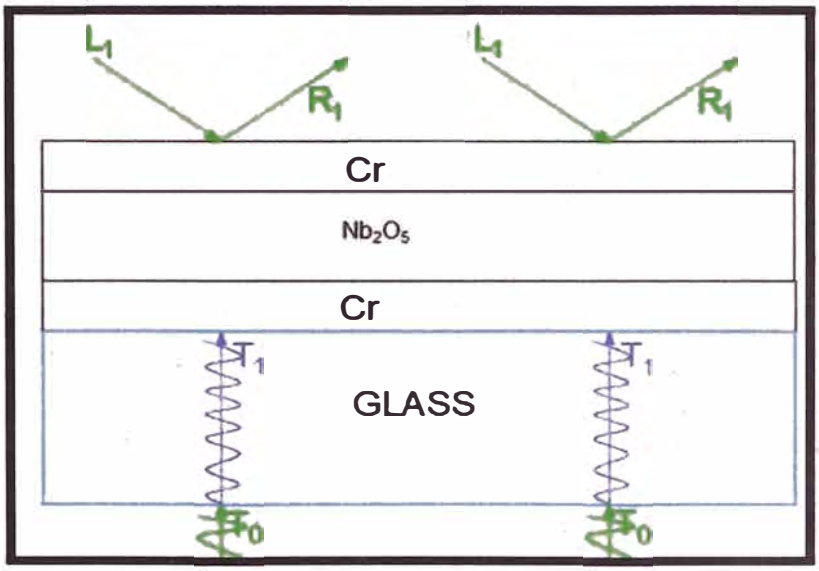


Figura 12. Vista transmisión de ondas en 3 capas

La radiación que pasa a través del vidrio se trasmite a través del vidrio. El intercambio de energía por radiación térmica viene dado por la siguiente ecuación 23:

$\gamma + T + R = 1$ ..... (23)

Donde γ representa la componente de absorción, R la reflectancia y T la transmitancia. Una superficie perfectamente opaca no transmite la radiación incidente ($T = 0$; $\gamma + R = 1$) de onda. Por otro lado, un reflector perfecto refleja toda la radiación incidente, es decir ($R = 1$; $\gamma = T = 0$). Para objetos reales, T, γ, R y varían con la longitud de onda. En la primera capa de vidrio $R = 1$ todo se transmite y no hay reflexión por esta razón para poder el Método Laser Flash Ultrarrápido – Calentamiento Posterior/Detección Frontal (RF) se debe usar un sustrato transparente (que la reflectancia sea 0 y su transmitancia sea 1 para que el calor se transmita a la siguiente capa de cromo. [37]

2.5.2.2. Medición con el Método Laser Flash Ultrarrápido – Calentamiento Posterior/Detección Frontal (RF)

Cuando se mide la difusividad térmica con el método flash láser, la cara frontal de una muestra plana se mantiene constante La temperatura se calienta uniformemente por pulsos de luz como se muestra en figura. 13. [15,22,25,28]

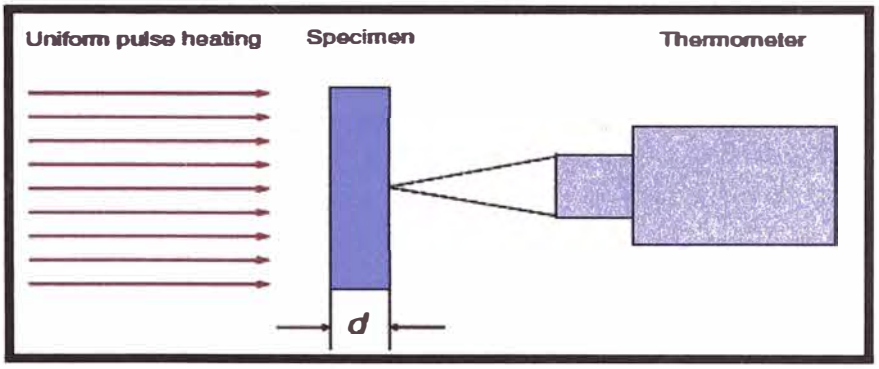


Figura 13. Calentamiento de muestra por método Flash Laser

El calor se difunde unidimensionalmente desde la cara frontal de la muestra calentada a la cara posterior, y finalmente la temperatura de toda la muestra se vuelve uniforme.

Debido a que la tasa de cambio de temperatura de la cara posterior de la muestra es proporcional a su difusividad térmica e inversamente proporcional al cuadrado de su

espesor. La difusividad se puede calcular a partir del espesor de la muestra y el tiempo de difusión del calor. Se supone que las siguientes condiciones ideales:

1) La duración del pulso láser es insignificante en comparación con el tiempo de difusión del calor.
2) La muestra es adiabática al medio ambiente.
3) La cara frontal de la muestra se calienta uniformemente.
4) El cambio de temperatura de la cara posterior de la muestra es medido con precisión.
5) La muestra es densa, uniforme y opaca.
6) El cambio en la difusividad térmica después de un aumento en la temperatura de la muestra después del calentamiento por pulsos es despreciable.

Bajo los supuestos mencionados anteriormente, se calienta por pulsos de luz a densidad de energía uniforme, el cambio de temperatura ∇T. delta

$$\nabla\lambda\,\nabla T \text{ deltas} + (\text{sumideros y fuentes internas}) = C_p\rho\frac{\partial T}{\partial t} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (24)$$

Si aquí no hay sumideros y fuentes internas

$$\nabla\lambda\,\nabla T = C_p\rho\frac{\partial T}{\partial t} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (25)$$

Para materiales homogéneos cuya conductividad térmica es casi independiente de la temperatura podemos tratar λ como una constante. Podemos escribir la ecuación 25 como:

$$\lambda\,\nabla^2 T = C_p\rho\frac{\partial T}{\partial t} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (26)$$

Donde $\alpha = \frac{\lambda}{C_p\rho}$ es la difusividad térmica. Para una dimensión de flujo de calor.

$$\nabla^2 T = \frac{C_p\rho}{\lambda}\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{\alpha}\frac{\partial T}{\partial t} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (27)$$

$$\alpha\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{\partial T}{\partial t} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (28)$$

Las condiciones adiabáticas en las caras de los recubrimientos de espesor “d” da como resultado en los límites.

$$\frac{\partial T(0,t)}{\partial t} = \frac{\partial T(d,t)}{\partial t} = 0 \qquad t > 0 \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (29)$$

La solución de la ecuación 28 con la temperatura definida en el recubrimiento con una posición x está dado por la ecuación 30.

$$T(x,t) = \frac{1}{d}\int_0^d f(x')\,dx' + \frac{2}{d}\sum_{n=1}^{\infty} e^{-n^2\pi^2\alpha t/d^2} \cos\frac{n\pi x}{d}\int_0^d f(x')\cos\frac{n\pi x'}{d}dx' \ldots\ldots (30)$$

La función f(x) representa el campo de temperatura en el recubrimiento resultando de un pulso corto de energía Q instantáneamente absorbida en una pequeña profundidad "g" en la capa de superficie delgada distribuida en el plato en el instante t = 0

$$f(x) = \begin{cases} \frac{Q}{\rho C_p g} & 0 \le x \le g \\ 0 & g < x < d \end{cases} \qquad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (31)$$

Para simplificar el valor de la temperatura de capa es asumido cero. Para estas condiciones iniciales, de la ecuación 30 se transforma en:

$$T(x,t) = \frac{Q}{d\rho C_p}\left[1 + 2\sum_{n=1}^{\infty} e^{-n^2\pi^2\alpha t/d^2} \cos\frac{n\pi x}{d}\,\frac{\sin(n\pi g/d)}{n\pi g/d}\right] \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (32)$$

Para simplificar se toma el radio g/d suficientemente pequeño de modo que la aproximación $\sin(n\pi g/d) \approx n\pi g/d$ puede ser válida.

$$T(x,t) = \frac{Q}{d\rho C_p}\left[1 + 2\sum_{n=1}^{\infty}(-1)^n e^{-n^2\pi^2\alpha t/d^2}\right] \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (33)$$

Después de un tiempo infinito, la temperatura de la cara trasera se reducirá al primer miembro entre corchetes.

$$T_{max} = \frac{Q}{d\rho C_p} \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (34)$$

Para la práctica, es útil relacionar la difusividad térmica con el aumento porcentual de la temperatura de la cara posterior

$$V(d,t) = \frac{T(L,t)}{T_{max}} = 1 + 2\sum_{n=1}^{\infty}(-1)^n e^{-n^2\pi^2\alpha t/d^2} \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (36)$$

Para cuando $\frac{T(d,t)}{T_{max}} = 0.5$ es la relación para hallar el tiempo medio en la curva normalizada. Ver figura 10.

Cambiamos la variable $\pi^2\alpha t/_{d^2} = w$

$-0.25=\sum_{n=1}^{\infty}(-1)^n\, e^{-n^2 w}$ ..... (37)

Despejamos la difusividad térmica con respecto a w obteniendo:

$\alpha = \frac{wd^2}{\pi^2 t}$..... (38)

Con la ecuación 37 hallamos el valor de w:

$w = \ln 3.9345 = 1.3697838$

Podemos despejar el factor de corrección visto en la ecuación 22 y teniendo el valor de w determinamos que:

$F_{01/2} = \frac{w}{\pi^2}$; $F_{01/2} = 0.1387881 \approx 0.1388$

$\alpha = 0.1388\frac{d^2}{t}$..... (39)

La constante 0.1388 en la ecuación (39) puede ir variando, dependiendo de la calibración del equipo que se use. De esta manera se comprueba la ecuación 22. Ver figura 10.

2.5.2.2.1. Medición de conductividad térmica en tres capas

Se hará la medición de conductividad térmica del óxido de niobio usando dos capas como materiales transductores; en este caso se ha usado al cromo como material transductor; ya que si se usaba al pentóxido de niobio, que tiene índice de trasmisión mayor a cero; no se podría ver la variación del índice de reflexión de manera correcta; por ello se coloca cromo en la base entre el vidrio y la capa de pentóxido para que haya absorción de calor por la radiación emitida; por ello en este caso se ha hecho el análisis de conductividad en tres capas para de esta forma poder hallar la conductividad térmica de la capa del medio conociendo; la conductividad térmica, densidad y el calor especificado de capas. Ver figura 14. [28,29,54]

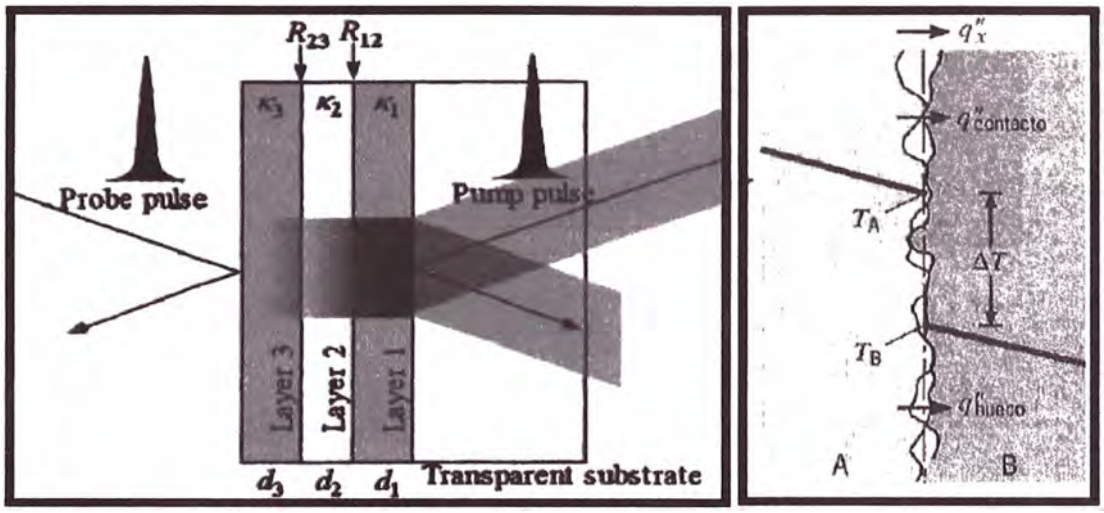


Figura 14. Vista de tres capas con el método de Método Laser Flash Ultrarrápido – Calentamiento Posterior/Detección Frontal (RF) (izquierda). Interface entre dos materiales distintos (derecha)

En la figura 14 se verá cómo se calienta la muestra la muestra a través de las capas usando una bomba laser, como vemos entre capas habrá interfaces y estas generarán resistencias térmicas como son R_{12} y R_{23} estas resistencias térmicas estarán determinadas por la forma de deposición que se ha generado las capas ya sea de forma regular o irregular. Ver figura 14 lado derecho. La resistencia de interfaces está definida por la ecuación 40. [54,37,40]

$$R_{t,c}^{n} = \frac{T_A - T_B}{q_x''} \quad (40)$$

2.5.2.2.1.1. Determinación de conductividad térmica por el Tiempo de difusión de calor areal (Areal heat diffusion time)

El tiempo de difusión de calor areal se define como el área delimitada por la línea horizontal a la altura del aumento máximo de temperatura y por la curva de respuesta de temperatura transitoria en la cara posterior después del calentamiento por pulsos, como se muestra en la figura 14. [54]

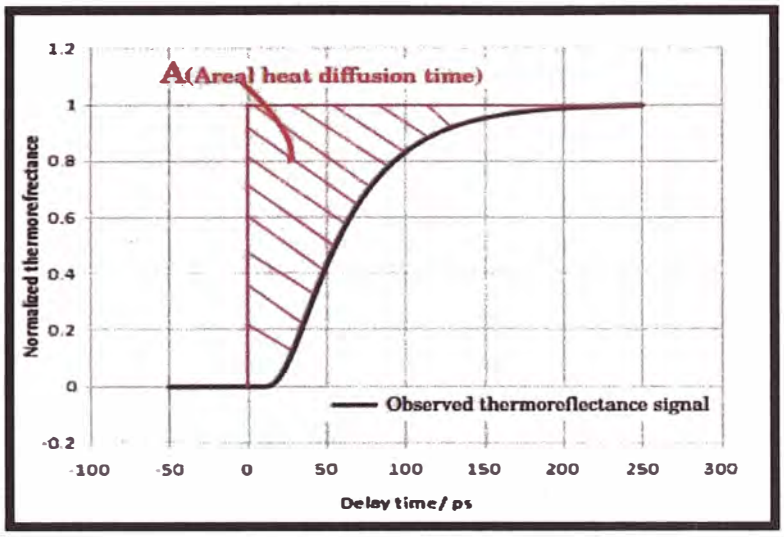


Figura 15. Tiempo de difusión de calor areal

Al intentar determinar la difusividad térmica de una capa no metálica o una película delgada como un semiconductor, es necesario para preparar la muestra de la manera que se muestra en la figura 45. En detalle, la muestra es una estructura de tres capas incluyendo una película no metálica cuyas propiedades térmicas se desconocen, una primera película metálica dispuesta en un lado de la película no metálica, y una segunda dispuesta en la parte inferior. Esto para hallar tiempo de difusión de calor areal en la muestra como se muestra en la figura 15. Usando la ecuación 41 haciendo cambios de variables en la ecuación podremos hallar el tiempo de difusión de calor areal para una sola capa metálica.

El tiempo de difusión de calor areal se calcula utilizando la siguiente ecuación cuando la temperatura se normaliza con el aumento máximo de temperatura ΔT_{max}.
T_r: Función de variación de temperatura trasera en la muestra en Kelvin

$$\Delta T = T_r = \Delta T_{max} \cdot \left[1 + 2\sum_{n=1}^{\infty}(-1)^n \exp\left(-(n\pi)^2 \frac{t}{\tau}\right)\right] \quad (41)$$

$$V(d,t) = \frac{\Delta T}{\Delta T_{max}} = \frac{T_r(t)}{\Delta T_{max}} \quad (42)$$

La curva normalizada estará definida por la función $V(d,t)$ como se ve en la ecuación 42. En el método de TDTR usando la técnica de Laser Flash Ultrarrápido se hará que el calor generado por la bomba laser sea igual a $Q = 1\ {}^{J}/_{m^2}$, ya que este calor ha sido generado por las pulsaciones de calor definidas como $\delta(t)$ como se ve en la figura 14 y 16; este

calor ha sido absorbido por completo por la capa sin que haya transferencia de calor por convección ya que se trabaja en el vacío y en un estado transitorio, por lo que el calor trasmitido trasero será igual a cero.

Usando la teoría de balance de energía en un estado estable se tiene que:

$Q_{abs} = Q$ ..... (43)

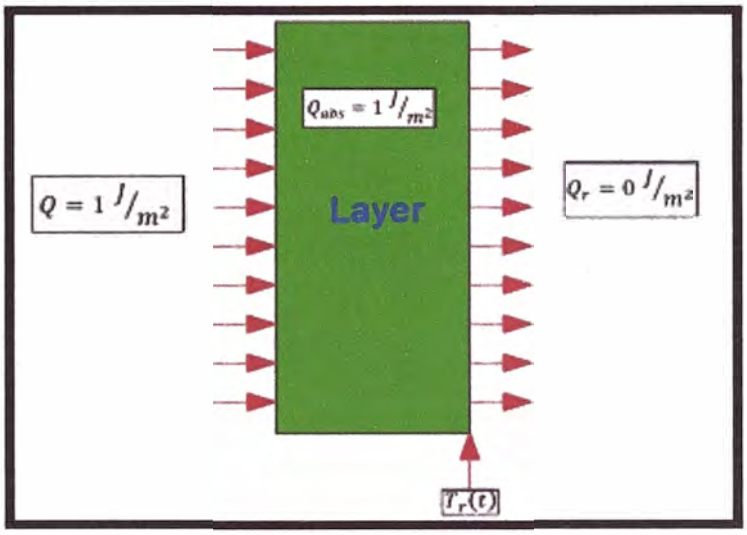


Figura 16. Vista de calor absorbido por la capa

Una vez que se halla pasado el estado transitorio de calentamiento de la muestra, se encontrará que la variación de calor máxima hallado el estado transitorio que puede ser hallado de la siguiente manera:

$Q = C.\Delta T_{max}$

$C = c\rho d\ ;\ \tau = d^2/\alpha;\quad b = \sqrt{\lambda c\rho}\ ;\quad b\sqrt{\tau} = d\rho c$

$\Delta T_{max} = Q/C = \frac{Q}{d\rho c} = \frac{1}{b\sqrt{\tau}}$..... (44)

Definimos el tiempo de difusión de calor areal como:

$A = \int_0^{\infty}[1 - V(d,t)]dt$..... (45)

Usando la ecuación 44 y 45 tenemos:

$$\Delta T = T_r(t) = \frac{1}{b\sqrt{\tau}}.\left[1 + 2\sum_{n=1}^{\infty}(-1)^n \exp\left(-(n\pi)^2\frac{t}{\tau}\right)\right]$$

$V(d,t) = b\sqrt{\tau}.T_r(t)$

Usando transformadas de Laplace tenemos que las funciones se expresan de la siguiente forma:

$$\tilde{T}(\xi) = \int_0^{\infty} T_r\,(t)\exp(-\xi t)\,dt \qquad (46)$$

Usando la ecuación 45 y 46 hallamos el tiempo de difusión de calor areal:

$$A = \int_0^{\infty}\left[1 - b\sqrt{\tau}.\,T_r(t)\right]dt = \lim_{\xi\to 0}\left[\frac{1}{\xi} - b\sqrt{\tau}.\,\tilde{T}_r(\xi)\right] \qquad (47)$$

$$\tilde{T}_r(\xi) = \frac{1}{b\sqrt{\tau}}\left[\frac{1}{\xi} + 2\sum_{n=1}^{\infty}\frac{(-1)^n}{\xi+(n\pi)^2\frac{1}{\tau}}\right] = \frac{1}{b\sqrt{\xi}}\operatorname{csch}(\sqrt{\xi\tau}) \qquad (48)$$

Haciendo aproximaciones y usando las sumatorias de Taylor

$$\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \approx \frac{\sqrt{\xi\tau_m}}{1!} + \frac{\left(\sqrt{\xi\tau_m}\right)^3}{3!} + \cdots$$

Se halla que el valor del tiempo de difusión de calor areal en una capa usando las series de Fourier:

$$A = \lim_{\xi\to 0}\left[\frac{1}{\xi} - \sqrt{\frac{\tau_m}{\xi}}.\left[\frac{1}{\frac{\sqrt{\xi\tau_m}}{1} + \frac{\left(\sqrt{\xi\tau_m}\right)^3}{6}}\right]\right] = \frac{\tau}{6} \qquad (49)$$

Para el cálculo general en una y más capas juntas se hará el análisis usando la función de Green con respecto a la variación de la temperatura con respecto del tiempo asumiendo pulso de calor en cada lado de las caras de las capas como se ve en la figura 17. [15]

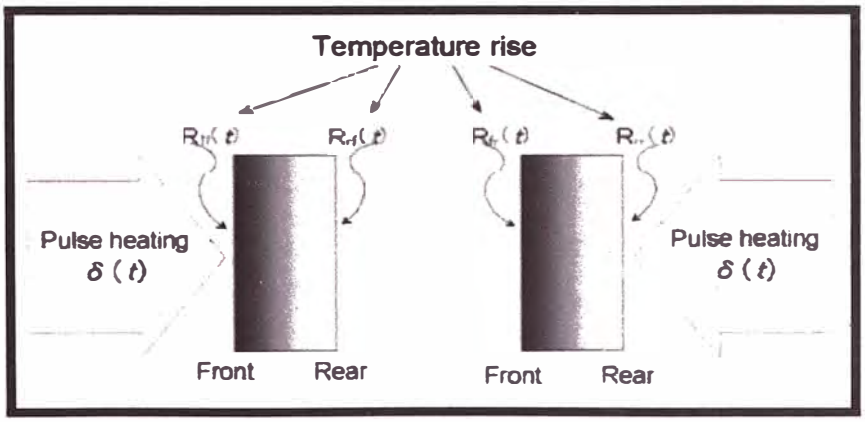


Figura 17. Vista del aumento de temperatura para la cara frontal y posterior de la capa

La respuesta a la temperatura del material semi-infinito después de que se representa el calentamiento por impulso de la superficie sólida en el tiempo t' es representada por la función de Green:

$$G(x,t|0,t') = \frac{1}{b\sqrt{\pi(t-t')}} \exp\left[\frac{x^2}{4\alpha(t-t')}\right] \quad (50)$$

Donde "x" es la distancia de la superficie de observación y "t" es el tiempo de observación. Cuando la superficie frontal de una placa paralela se calienta por pulsos de luz, la distribución de temperatura transitoria a través de la placa viene dada por la función de Green:

$$G(x,t|0,t') = \frac{1}{c\rho d}\left[1 + 2\sum_{n=1}^{\infty} \cos\frac{n\pi x}{d} \exp\left(-(n\pi)^2 \frac{t-t'}{\tau}\right)\right] \quad (51)$$

La respuesta de temperatura del punto x en el tiempo t en relación con la función arbitraria f (t) expresa como la siguiente integral de convolución.

$$T(x,t) = \int_{-\infty}^{t} G(x,t|0,t') f(t')\, dt' \quad (52)$$

Como se muestra en la figura 17, cuando la temperatura de estado estable de una placa paralela es constante, T_0 la respuesta de temperatura en ambas caras en el tiempo "t" está representada por las siguientes ecuaciones bajo la densidad de flujo de calor entrante $q_f(t)$ en la cara frontal y $q_r(t)$ en la cara trasera:

$$T(t) = To + \int_0^t R(t-t')q(t')dt' \quad (53)$$

$$To = \begin{bmatrix} T_0 \\ T_0 \end{bmatrix} ;\ T(t) = \begin{bmatrix} T_f(t) \\ T_r(t) \end{bmatrix} ;\ R(t) = \begin{bmatrix} R_{ff}(t) & R_{fr}(t) \\ R_{fr}(t) & R_{rr}(t) \end{bmatrix};\ q(t) = \begin{bmatrix} q_f(t) \\ q_r(t) \end{bmatrix}$$

Donde R(t) es la matriz de función de respuesta al impulso de una placa paralela adiabática al medio ambiente y $R_{ij}(t)$ es el aumento de temperatura en la cara i en el tiempo t después del calentamiento por impulso en la cara j en el tiempo 0. Los subíndices i y j representan la parte delantera f (front) y r (rear) cara trasera respectivamente. [30]

$$T_f(t) = To + \int_0^t (R_{ff}(t-t')q_f(t') + R_{fr}(t-t')q_f(t'))dt' \quad (54)$$

$$T_r(t) = To + \int_0^t (R_{rf}(t-t')q_r(t') + R_{rr}(t-t')q_r(t'))dt' \quad (55)$$

Se puede suponer que la temperatura inicial T_0 es cero por simplicidad sin perder la generalidad. Las ecuaciones (54) y (55) se simplifican en el espacio transformado de Laplace. La transformada de Laplace de f(t) se expresa como $\tilde{f}(\xi)$ definida como la siguiente ecuación con el parámetro de Laplace. [56]

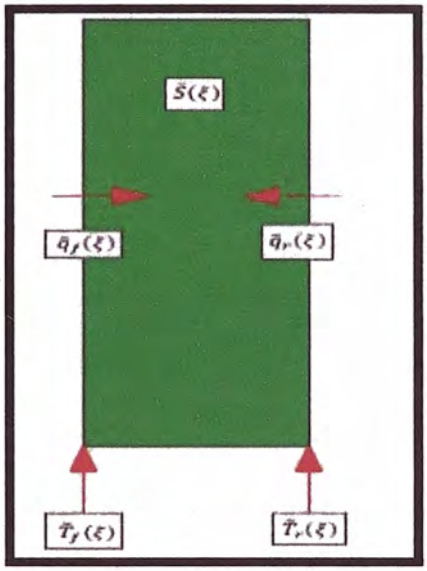


Figura 18. Difusión de calor en una sola capa con variables Laplacianas

$$\tilde{T}(\xi) = \tilde{R}(\xi).\tilde{q}(\xi) \quad (56)$$

$$\tilde{R}(\xi) = \begin{bmatrix} \tilde{R}_{ff}(\xi) & \tilde{R}_{fr}(\xi) \\ \tilde{R}_{rf}(\xi) & \tilde{R}_{rr}(\xi) \end{bmatrix}$$

Dado que la función de Green de una sola capa uniforme se expresa como en la ecuación 56 los elementos de la matriz de respuesta al impulso se expresan como:

$$R_{ff}(t) = R_{rr}(t) = \frac{1}{c\rho d}\left[1 + 2\sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(-(n\pi)^2 \frac{t}{\tau}\right)\right] \quad (57)$$

$$R_{fr}(t) = R_{rf}(t) = \frac{1}{c\rho d}\left[1 + 2\sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-(n\pi)^2 \frac{t}{\tau}\right)\right] \quad (58)$$

Usando la transformada de Laplace de las ecuaciones 57 y 58.

$$\tilde{R}_{ff}(\xi) = \tilde{R}_{rr}(\xi) = \frac{1}{c\rho d}\left[\frac{1}{\xi} + 2\sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{\xi + (n\pi)^2 \frac{1}{\tau}}\right] = \frac{1}{b\sqrt{\xi}} \coth(\sqrt{\xi\tau}) \quad (59)$$

$$\tilde{R}_{fr}(\xi) = \tilde{R}_{rf}(\xi) = \frac{1}{c\rho d}\left[\frac{1}{\xi} + 2\sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{\xi + (n\pi)^2 \frac{1}{\tau}}\right] = \frac{1}{b\sqrt{\xi}} \operatorname{csch}(\sqrt{\xi\tau}) \quad (60)$$

Como se muestra en la figura 18, esta ecuación se transforma en una expresión de matriz de 2x2 que relaciona el par de la densidad del flujo de calor y la temperatura en la cara frontal con la de la superficie trasera como sigue.

$$\begin{bmatrix} \tilde{T}_f(\xi) \\ \tilde{T}_r(\xi) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \tilde{R}_{ff}(\xi) & \tilde{R}_{fr}(\xi) \\ \tilde{R}_{rf}(\xi) & \tilde{R}_{rr}(\xi) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \tilde{q}_f(\xi) \\ \tilde{q}_r(\xi) \end{bmatrix} \quad \text{.....} \quad (61)$$

Cabe señalar que $\tilde{q}_f(\xi)$ y $-\tilde{q}_r(\xi)$ son vectores para la misma dirección haciendo que el flujo de calor valla en la misma dirección.

$$\begin{bmatrix} -\tilde{q}_r(\xi) \\ \tilde{T}_r(\xi) \end{bmatrix} = \tilde{S}(\xi) \begin{bmatrix} \tilde{q}_f(\xi) \\ \tilde{T}_f(\xi) \end{bmatrix} \quad \text{.....} \quad (62)$$

$$\tilde{S}(\xi) = \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\tau\xi} & -b\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\tau\xi} \\ \frac{-1}{b\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\tau\xi} & \cosh\sqrt{\tau\xi} \end{bmatrix} \quad \text{.....} \quad (63)$$

Sabemos que para el análisis de TDTR con la Técnica Laser Flash Ultrarrápido el calor generado por la radiación $Q = 1\ {}^{J}/_{m^2}$ sobre la muestra, la misma ha sido generada por pulsaciones de calor, como se ve en la figura 16. Estas pulsaciones son definidas por la $\delta(t)$ llamada función delta de Dirac. Entre una de sus propiedades más importantes tenemos la ecuación 64. Por sus propiedades, la función delta de Dirac se emplea en física para modelizar fuerzas que actúan durante un breve lapso de tiempo.

$$Q = \int_0^\infty q_f(t)\ dt$$

$$1 = \int_0^\infty q_f(t)\ dt\ ;\ q_f(t) = \delta(t) \quad \text{.....} \quad (64)$$

Como se vio en la figura 16 el calor trasero es igual a cero por lo que no va a haber presencia de radiación generado por la muestra en la parte trasera.

$$0 = \int_0^\infty q_r(t)\ dt\ ;\ q_r(t) = 0 \quad \text{.....} \quad (65)$$

Cuando se use la transformada de Laplace en $q_f(t)$ y $q_r(t)$:

$$\tilde{q}_f(\xi) = L\{\delta(t)\} = 1;\ \tilde{q}_r(\xi) = L\{0\} = 0 \quad \text{.....} \quad (66)$$

2.5.2.2.1.2. Tiempo de difusión de calor areal en una sola capa simple

Para el análisis de conductividad térmica de una sola capa metálica usando la matriz $\tilde{S}(\xi)$ se necesita hallar el tiempo de difusión de calor areal. Usando la ecuación 63 y la matriz 2x2 denominada $\tilde{S}(\xi)$. Se hará el análisis térmico en una sola capa con funciones laplacianas como se muestra en la figura 19. [15]

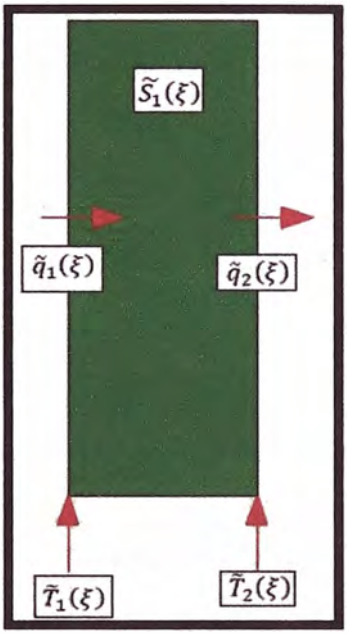


Figura 19. Representación de difusión de calor a través de 1 capa

Usando las ecuaciones 66, 62 y 63 tenemos:

$$\begin{bmatrix}\tilde{q}_2\\ \tilde{T}_2\end{bmatrix} = \tilde{S}_1(\xi)\begin{bmatrix}\tilde{q}_1\\ \tilde{T}_1\end{bmatrix}; \quad \tilde{q}_1 = 1 \quad ; \quad \tilde{q}_2 = 0$$

$$\tilde{S}_1(\xi) = \begin{bmatrix}\cosh\sqrt{\xi\tau_m} & -b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m}\\ \frac{-1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m}\end{bmatrix}$$

Haciendo un cambio de variable para analizar la matriz

$$\begin{bmatrix}1\\ \tilde{T}_1\end{bmatrix} = \begin{bmatrix}a & b\\ c & d\end{bmatrix}\begin{bmatrix}0\\ \tilde{T}_2\end{bmatrix}; \tilde{T}_2 = {}^{1}/_{b} \; ; \tilde{T}_r(\xi) = \tilde{T}_2; \; b = b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m}$$

$$A = \lim_{\xi\to 0}\left[\frac{1}{\xi} - b_m\sqrt{\tau_m}.\tilde{T}(\xi)\right]$$

$$A = \lim_{\xi\to 0}\left[\frac{\tau_m}{6+\xi\tau_m}\right] = \frac{\tau_m}{6} \quad \text{.....} \quad (67)$$

Una vez calculado el Tiempo difusión de calentamiento areal "A" lo reemplazamos en el tiempo de difusión de calor τ_m y podremos obtener la difusividad térmica α_m en función de A. [32-35]

$$\tau_m = d^2/\alpha_m; \; \alpha_m = d^2/\tau_m; \alpha_m = d^2/(6A) \quad \text{.....} \quad (68)$$

La conductividad térmica será:

$$\lambda = \rho_m c_m \alpha_m = \frac{\rho c_m d^2}{6A} \quad \text{.....} (69)$$

2.5.2.2.1.3. Tiempo de difusión de calor areal en una multicapa de 3 capas.

Para el cálculo de conductividad térmica de un semiconductor o dieléctrico se debe hallar el tiempo de difusión de calor areal "A" en tres capas. En nuestro caso se usará dos capas de cromo y una capa de pentóxido de niobio entre ellas. [20,57]

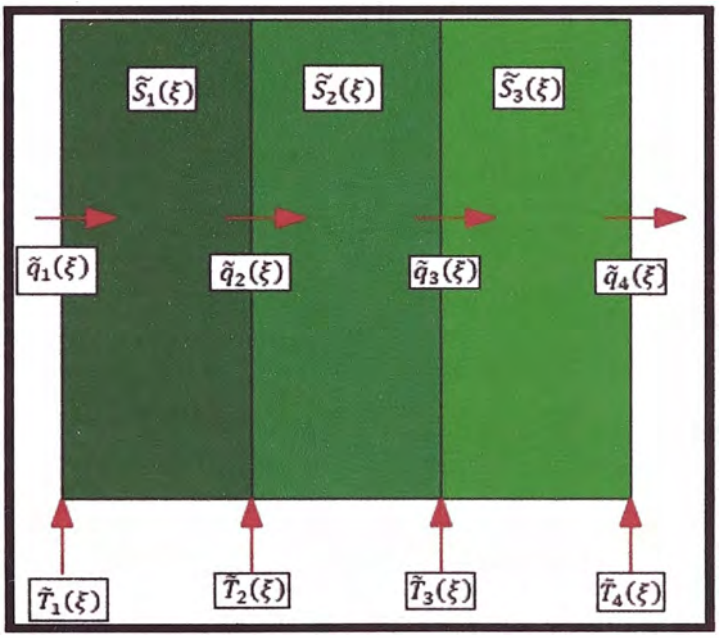


Figura 20. Representación de difusión de calor a través de 3 capas

En la figura 21 lado derecho se podrán observar las interfaces G1 y G2 las cuales generarán resistencia térmica de interfaces que se considerarán en el análisis de conductividad de calor para poder hallar la conductividad térmica y afectara en el cálculo de calor transitivo en la muestra. [40-57]

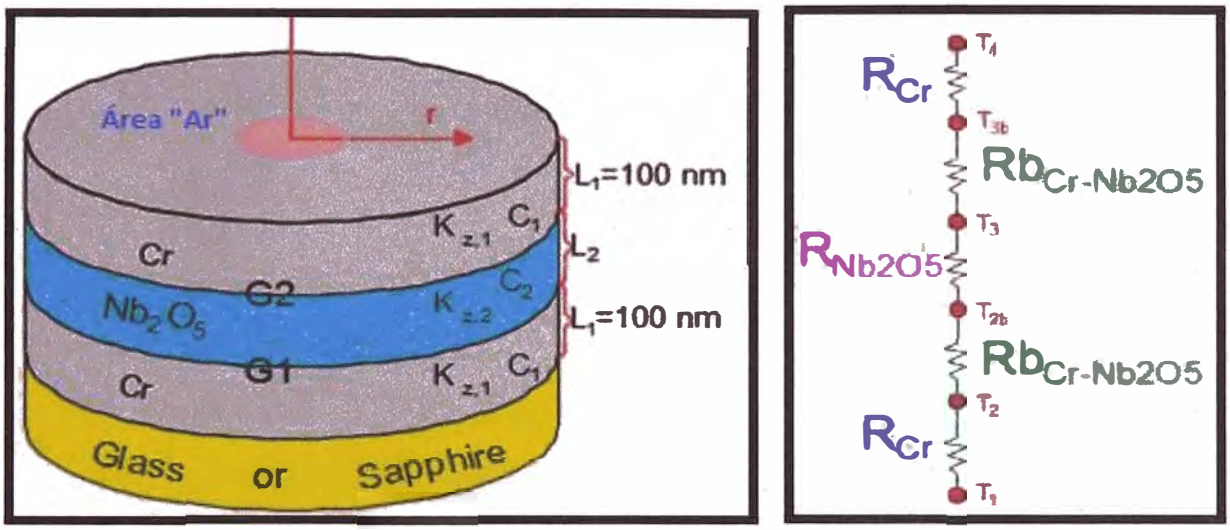


Figura 21. Vista de tres capas con interfaces G1 y G2 (izquierda); Vista de resistencias térmicas de los recubrimientos e interfaces entre capas (derecha)

En la figura 21 lado izquierdo se podrá ver la visualizar las resistencias térmicas que se generará en cada capa y en cada interface [40]. Para poder determinar el calor transmitido $\tilde{q}_3$ se debe considerar la resistencia de la interface y la matriz de 2x2 denominada $\tilde{S}_2(\xi)$ se determinará según la figura 21:

$$\begin{bmatrix}\tilde{q}_3\\ \tilde{T}_3\end{bmatrix} = \tilde{S}_2(\xi)\begin{bmatrix}\tilde{q}_2\\ \tilde{T}_2\end{bmatrix};$$

$$\tilde{S}_2(\xi) = \begin{bmatrix}\cosh\sqrt{\xi\tau_f} & -b_f\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_f}\\ \frac{-1}{b_f\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_f} & \cosh\sqrt{\xi\tau_f}\end{bmatrix} x \begin{bmatrix}1 & 0\\ -R_b & 1\end{bmatrix} \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (70)$$

La estructura de tres capas se deposita sobre un sustrato transparente. Una matriz 2 x 2 denominada $\tilde{S}(\xi)$ para la estructura de la película de tres capas como se ve en la figura 21 se puede expresar usando la siguiente ecuación como:

$$\begin{bmatrix}\tilde{q}_2\\ \tilde{T}_2\end{bmatrix} = \tilde{S}_1(\xi)\begin{bmatrix}\tilde{q}_1\\ \tilde{T}_1\end{bmatrix}; \quad \begin{bmatrix}\tilde{q}_3\\ \tilde{T}_3\end{bmatrix} = \tilde{S}_2(\xi)\begin{bmatrix}\tilde{q}_2\\ \tilde{T}_2\end{bmatrix}; \quad \begin{bmatrix}\tilde{q}_4\\ \tilde{T}_4\end{bmatrix} = \tilde{S}_3(\xi)\begin{bmatrix}\tilde{q}_3\\ \tilde{T}_3\end{bmatrix};$$

$$\tilde{S}_1(\xi) = \begin{bmatrix}\cosh\sqrt{\xi\tau_m} & -b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m}\\ \frac{-1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m}\end{bmatrix}$$

$$\tilde{S}_3(\xi) = \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_m} & -b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \\ \frac{-1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ -R_b & 1 \end{bmatrix}$$

$$\begin{bmatrix} \tilde{q}_4 \\ \tilde{T}_4 \end{bmatrix} = \tilde{S}(\xi) \begin{bmatrix} \tilde{q}_1 \\ \tilde{T}_1 \end{bmatrix}$$

$$\tilde{S}(\xi) = \tilde{S}_3(\xi) x \tilde{S}_2(\xi) x \tilde{S}_1(\xi)$$

$$\tilde{S}(\xi) = \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_m} & -b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \\ \frac{-1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ -R_b & 1 \end{bmatrix} x$$

$$\begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_f} & -b_f\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_f} \\ \frac{-1}{b_f\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_f} & \cosh\sqrt{\xi\tau_f} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ -R_b & 1 \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_m} & -b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \\ \frac{-1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m} \end{bmatrix}$$

$$\begin{bmatrix} \tilde{q}_1 \\ \tilde{T}_1 \end{bmatrix} = \tilde{S}(\xi)^{-1} \begin{bmatrix} \tilde{q}_4 \\ \tilde{T}_4 \end{bmatrix}; \quad \tilde{q}_1 = 1 \quad ; \quad \tilde{q}_4 = 0$$

$$\tilde{S}(\xi)^{-1} = \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_m} & b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \\ \frac{1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ R_b & 1 \end{bmatrix} x$$

$$\begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_f} & b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \\ \frac{1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_f} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ R_b & 1 \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_m} & b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \\ \frac{1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m} \end{bmatrix}$$

..... (71)

Haciendo aproximaciones y usando las sumatorias de Taylor

$$\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \approx \frac{\sqrt{\xi\tau_m}}{1!} + \frac{(\sqrt{\xi\tau_m})^3}{3!} + \cdots \; ; \quad \cosh\sqrt{\xi\tau_m} \approx 1 + \frac{(\sqrt{\xi\tau_m})^2}{2!} + \cdots$$

$$\tilde{S}(\xi)^{-1} = \begin{bmatrix} 1 + \frac{\xi\tau_m}{2} & b_m\xi\sqrt{\tau_m}\left(1 + \frac{\xi\tau_m}{6}\right) \\ \frac{\sqrt{\tau_m}}{b_m}\left(1 + \frac{\xi\tau_m}{6}\right) & 1 + \frac{\xi\tau_m}{2} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ R_b & 1 \end{bmatrix} x$$

$$\begin{bmatrix} 1 + \frac{\xi\tau_f}{2} & b_f\xi\sqrt{\tau_f}\left(1 + \frac{\xi\tau_f}{6}\right) \\ \frac{\sqrt{\tau_f}}{b_f}\left(1 + \frac{\xi\tau_f}{6}\right) & 1 + \frac{\xi\tau_f}{2} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ R_b & 1 \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 + \frac{\xi\tau_m}{2} & b_m\xi\sqrt{\tau_m}\left(1 + \frac{\xi\tau_m}{6}\right) \\ \frac{\sqrt{\tau_m}}{b_m}\left(1 + \frac{\xi\tau_m}{6}\right) & 1 + \frac{\xi\tau_m}{2} \end{bmatrix} =$$

$$\begin{bmatrix} a & b \\ c & d \end{bmatrix}$$ ..... (72)

Haciendo un cambio de variable para analizar la matriz

$$\begin{bmatrix}1\\ \tilde{T}_1\end{bmatrix} = \begin{bmatrix}a & b\\ c & d\end{bmatrix}\begin{bmatrix}0\\ \tilde{T}_4\end{bmatrix}; \tilde{T}_4 = {}^{1}/_{b} \; ; \; \tilde{T}_r(\xi) = \tilde{T}_4$$

Para hallar el tiempo de difusión de calor areal para las tres capas está definida por:

$$A = \int_0^\infty [1 - V(d,t)]dt$$

$$V(d,t) = \frac{\Delta T}{\Delta T_{max}} = \frac{T_r(t)}{\Delta T_{max}}; \quad Q_T = 1 \; {}^{J}/_{m^2}$$

$\Delta T_{max} = Q_T/C_T = 1/C_T$ en Kelvin

$V(d,t) = C_T . T_r(t)$.....(73)

Con una capacidad calorífica C_T en ${}^{J}/_{K\,m^2}$ para tres capas se consideran como un solo cuerpo teniendo la misma área de contacto A_r entre capas como se ve en la figura 21 lado izquierdo, con la ecuación de balance de energía en un equilibrio térmico, se podrá calcular la capacidad calorífica de toda la multicapa:

$$Q_T = Q_{Cr} + Q_{Nb2O5} + Q_{Cr}$$

$$C_T . \Delta T_{max} = C_{Cr}\Delta T_{max} + C_{Nb2O5}\Delta T_{max} + C_{Cr}\Delta T_{max}$$

$$C_T = C_{Cr} + C_{Nb2O5} + C_{Cr}$$

$$C_T = \frac{c_m m_m}{A_r} + \frac{c_f m_f}{A_r} + \frac{c_m m_m}{A_r}$$

$$C_T = d_m \rho_m c_m + d_f \rho_f c_f + d_m \rho_m c_m$$

$C_T = b_m\sqrt{\tau_m} + b_f\sqrt{\tau_f} + b_m\sqrt{\tau_m}$.....(74)

Se halla el tiempo de difusión de calor areal en función de las efusividades y los tiempos de difusión de calor de las distintas capas usando las ecuaciones 45, 74 y 73.

$$A = \int_0^\infty \left[1 - \left(b_m\sqrt{\tau_m} + b_f\sqrt{\tau_f} + b_m\sqrt{\tau_m}\right). T_r(t)\right]dt$$

$= \lim_{\xi \to 0} \left[\frac{1}{\xi} - (b_m\sqrt{\tau_m} + b_f\sqrt{\tau_f} + b_m\sqrt{\tau_m}). \tilde{T}_r(\xi)\right]$ .....(75)

Con el uso de la efusividad térmica $b_i = \sqrt{\lambda_i c_i \rho_i} = c_i \rho_i \sqrt{\alpha_i}$; $\tau_i = {d_i}^2/\alpha_i$

$$A = \frac{b_m\sqrt{\tau_m}\left(\frac{4}{3}\tau_m + \tau_f\right) + b_f\sqrt{\tau_m}\left(\tau_m + \frac{1}{6}\tau_f\right) + 2b_m b_f R_b \tau_m^{1/2}\tau_f^{1/2} + 2R_b b_m^2 \tau_m}{2b_m\sqrt{\tau_m} + b_f\sqrt{\tau_f}}$$

$$= \frac{\left(c_m d_m + \frac{4}{3}c_f d_f\right)\frac{d_m^2}{\alpha_m} + \left(\frac{c_m^2 d_m^2}{c_f d_f} + c_m d_m + \frac{1}{6}c_f d_f\right)\frac{d_f^2}{\alpha_f}}{2c_m d_m + c_f d_f} + \frac{2R_b c_m d_m (c_m d_m + c_f d_f)}{2c_m d_m + c_f d_f}$$

Haciendo un cambio de variable tenemos:

$$B = \frac{2c_m d_m (c_m d_m + c_f d_f)}{2c_m d_m + c_f d_f};\ D = \frac{\left(c_m d_m + \frac{4}{3}c_f d_f\right)\frac{d_m^2}{\alpha_m}}{2c_m d_m + c_f d_f};\ E = \frac{\left(\frac{c_m^2 d_m^2}{c_f d_f} + c_m d_m + \frac{1}{6}c_f d_f\right)d_f^2}{2c_m d_m + c_f d_f}$$

$$A = D + E\left(\frac{1}{\alpha_f}\right) + B(R_b) \quad \text{.....(76)}$$

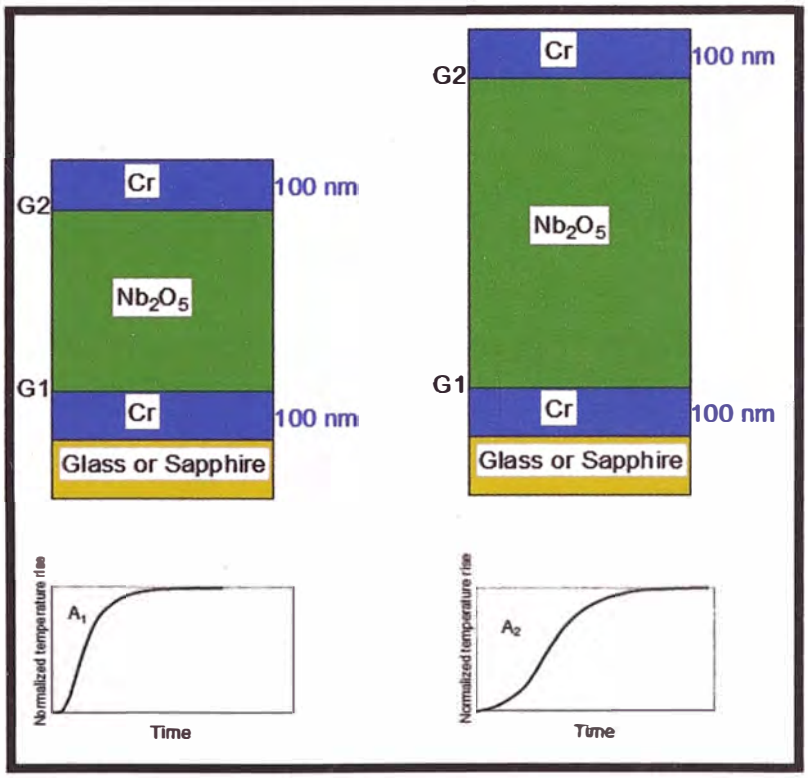


Figura 22. Variación del tiempo de difusión de calor areal respecto al espesor

Para hacer el cálculo de la difusividad térmica del pentóxido de niobio entre dos capas de cromo; se debe hacer muestras con distintos espesores para poder calcularlo de manera más exacta y poder también calcular la resistencia entre las interfaces G1 y G2 las cuales son representadas como Rb. Como se ve en la figura 21 lado izquierdo. Se puede ver que, al comparar dos muestras consecutivas de distintos espesores, comparando el Tiempo de difusión de calor areal. Usando la ecuación 121. Para poder determinar de manera correcta

la conductividad térmica de un material no metálico y transparente se necesitan por lo menos dos muestras con distintos espesores para poder obtener distintos valores de las variables A, B, D de la ecuación 76.

$$A_1 = D_1 + E_1\left(\frac{1}{\alpha_f}\right) + B_1(R_b) \quad ; \quad A_2 = D_2 + E_2\left(\frac{1}{\alpha_f}\right) + B_2(R_b)$$

$$\begin{bmatrix} 1/\alpha_f \\ R_b \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} E_1 & B_1 \\ E_2 & B_2 \end{bmatrix}^{-1} \begin{bmatrix} A_1 - D_1 \\ A_2 - D_2 \end{bmatrix} \quad \text{.....(77)}$$

Con la ecuación 77 se podrá calcular la difusividad térmica α_f del pentóxido de niobio y la resistencia de interfaces R_b. A su vez con la difusividad térmica se podrá calcular la conductividad térmica:

$$\lambda = \rho c_f \alpha_f \quad \text{.....(78)}$$

2.5.2.2.2. Medición de conductividad térmica en multicapas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio

Se ha trabajado en multicapas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio con distintos espesores, para poder observar las curvas normalizadas con los tiempos máximos viendo el comportamiento de la variación de temperatura con respecto del tiempo en un wafer compuesto con 10 periodos de una capa de pentóxido de niobio y una capa de dióxido de silicio. Ver figura 23. [15,18,23,24,35,36]

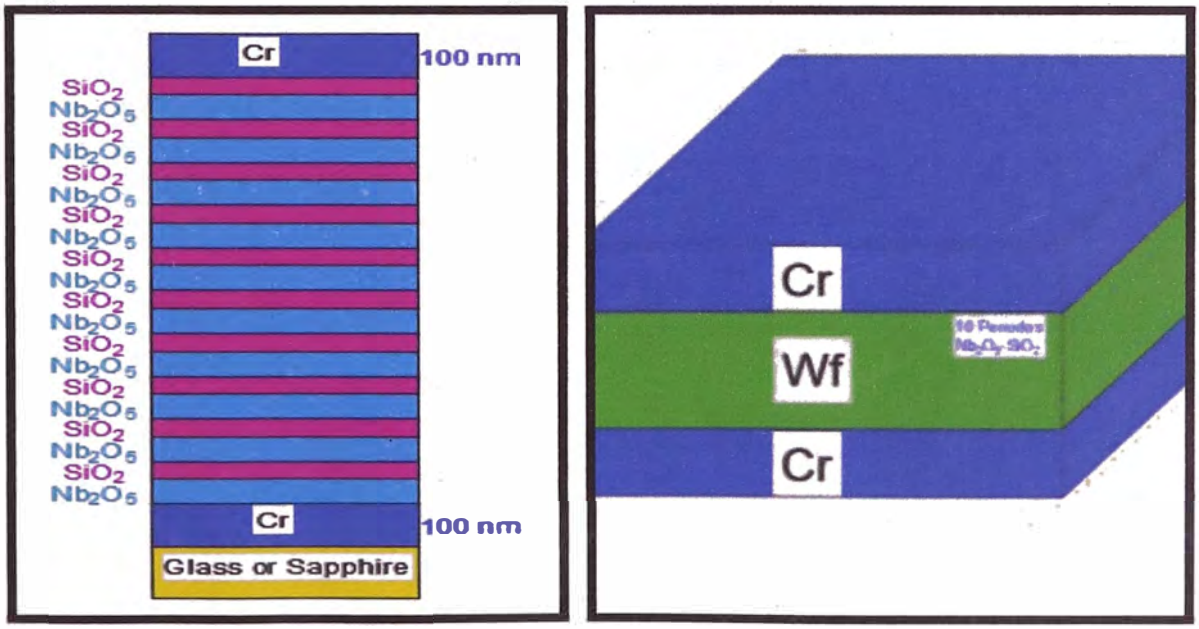


Figura 23. Vista de la distribución de multicapas (izquierda). Vista del wafer entre capas de 100 nm de Cromo (derecha)

En la figura 24 lado izquierdo a se ve un esquema de las interfaces denotadas como G1, G2, G3…, G21; estas interfaces generarán resistencias térmicas como se ve en la figura 24 lado derecho. [24,25,26,38]

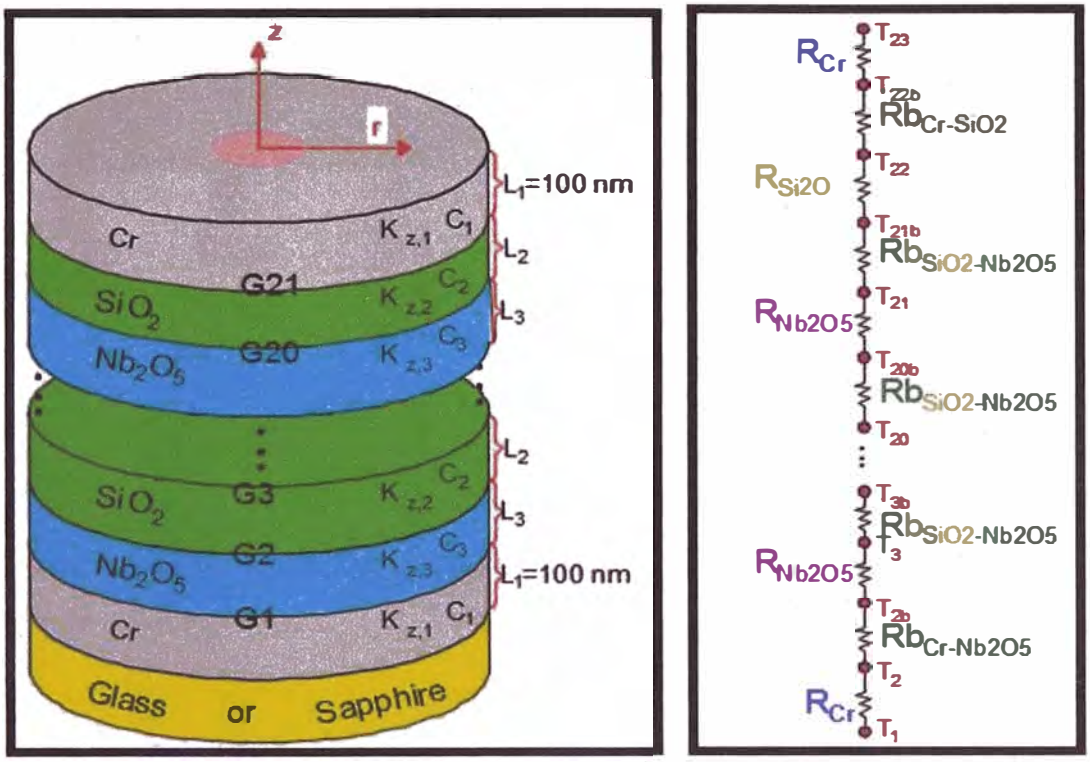


Figura 24. Vista de multicapas con interfaces (Izquierda). Vista de resistencias térmicas de las capas y las interfaces entre capas (derecha)

En la figura 25 se puede ver la difusión de calor a través de las multicapas, generado un calor transitorio en cada capa con una matriz 2 x 2 denominada $\tilde{S}(\xi)$. [56-62]

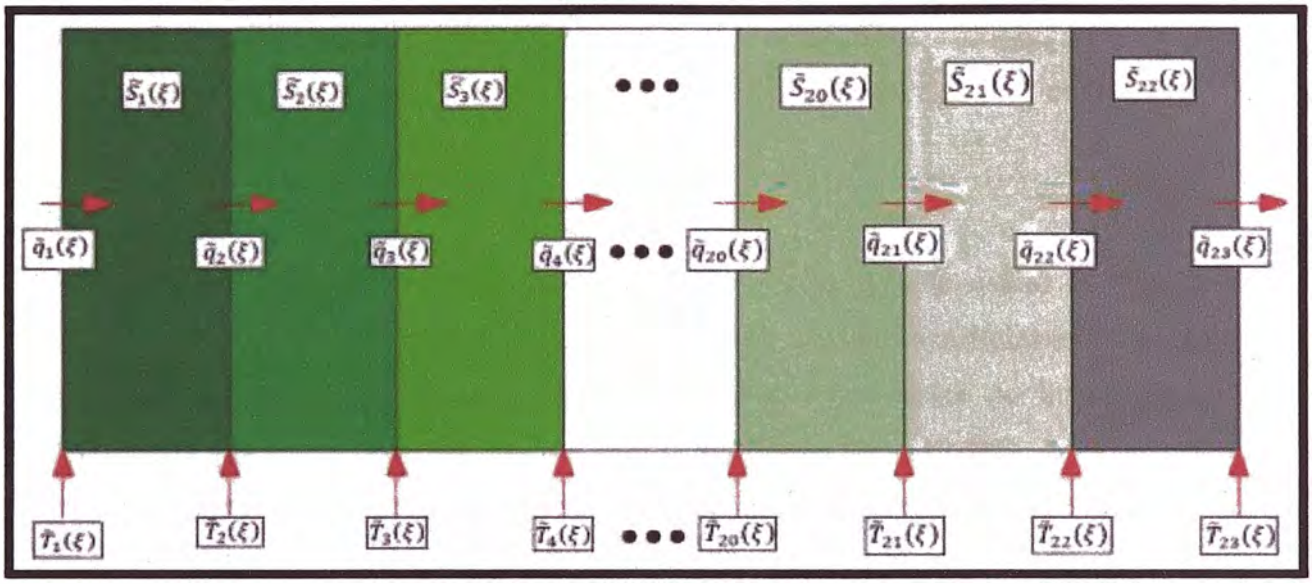


Figura 25. Representación de difusión de calor a través de las multicapas

Aquí, la matriz 2 x 2 denominada $\tilde{S}(\xi)$ para las multicapas de 20 capas de óxido y dos capas de cromo en los extremos usamos la ecuación 79 podremos para determinar la el valor $\tilde{T}_r(\xi)$ para luego hallar el valor del tiempo de área de calentamiento de difusión A con la ecuación 82.

$$\begin{bmatrix}\tilde{q}_1\\ \tilde{T}_1\end{bmatrix} = \tilde{S}(\xi)^{-1}\begin{bmatrix}\tilde{q}_{23}\\ \tilde{T}_{23}\end{bmatrix}; \quad \tilde{q}_1 = 1 \quad ; \quad \tilde{q}_{23} = 0$$

$$\begin{bmatrix}1\\ \tilde{T}_1\end{bmatrix} = \begin{bmatrix}a & b\\ c & d\end{bmatrix}\begin{bmatrix}0\\ \tilde{T}_{23}\end{bmatrix}; \ \tilde{T}_{23} = {}^{1}/_{b} \ ; \tilde{T}_r(\xi) = \tilde{T}_{23} \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (79)$$

Usamos las resistencias que se generaran en las interfaces para poder generar la matriz 2 x 2 denominada como $\tilde{S}(\xi)$ ver figura 25; consideramos las variables Rb como resistencias de interfaces entre cromo y pentóxido de niobio o dióxido de silicio, Rs como resistencias de interfaces entre dióxido de silicio y pentóxido de niobio.

$$\tilde{S}(\xi) = \begin{bmatrix}\cosh\sqrt{\xi\tau_m} & -b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m}\\ \frac{-1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m}\end{bmatrix} x \begin{bmatrix}1 & 0\\ -R_b & 1\end{bmatrix} x$$

$$\begin{bmatrix}\cosh\sqrt{\xi\tau_s} & -b_s\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_s}\\ \frac{-1}{b_s\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_s} & \cosh\sqrt{\xi\tau_s}\end{bmatrix} x \begin{bmatrix}1 & 0\\ -R_s & 1\end{bmatrix} x \begin{bmatrix}\cosh\sqrt{\xi\tau_f} & -b_f\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_f}\\ \frac{-1}{b_f\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_f} & \cosh\sqrt{\xi\tau_f}\end{bmatrix} x$$

$$\begin{bmatrix}\cosh\sqrt{\xi\tau_s} & -b_s\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_s}\\ \frac{-1}{b_s\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_s} & \cosh\sqrt{\xi\tau_s}\end{bmatrix} x \begin{bmatrix}1 & 0\\ -R_s & 1\end{bmatrix} x \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots x \begin{bmatrix}1 & 0\\ -R_s & 1\end{bmatrix} x$$

$$\begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_f} & -b_f\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_f} \\ \frac{-1}{b_f\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_f} & \cosh\sqrt{\xi\tau_f} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ -R_b & 1 \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_m} & -b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \\ \frac{-1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m} \end{bmatrix}$$

..... (80)

Las resistencias térmicas pueden considerarse iguales ya que se usado la técnica de Sputtering para poder generar es las capas bajo las mismas condiciones de presión, temperatura, corriente y voltaje; haciendo que estas resistencias de interfaces sean mínimas y se pueden considerar iguales ya se realizaron de la misma manera, y para simplificar nuestro análisis y poder usar los métodos numéricos las consideraremos las mismas. Se analizará las resistencias de interface de forma constante desde G1 y G21. Ver figura 24. [58]

$R_s = R_b$

$$\tilde{S}(\xi) = \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_m} & -b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \\ \frac{-1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ -R_s & 1 \end{bmatrix} x$$

$$\left\{ \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_s} & -b_s\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_s} \\ \frac{-1}{b_s\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_s} & \cosh\sqrt{\xi\tau_s} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ -R_s & 1 \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_f} & -b_f\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_f} \\ \frac{-1}{b_f\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_f} & \cosh\sqrt{\xi\tau_f} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ -R_s & 1 \end{bmatrix} \right\}^{10}$$

$$x \begin{bmatrix} \cosh\sqrt{\xi\tau_m} & -b_m\sqrt{\xi}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} \\ \frac{-1}{b_m\sqrt{\xi}}\sinh\sqrt{\xi\tau_m} & \cosh\sqrt{\xi\tau_m} \end{bmatrix} \text{..... (81)}$$

Hallamos el tiempo de área de calentamiento de difusión A para las multicapas usando las ecuaciones 73 y 75 para multicapas tenemos:

$$A = \int_0^\infty \left[1 - \left(b_m\sqrt{\tau_m} + 10b_f\sqrt{\tau_f} + 10b_s\sqrt{\tau_s} + b_m\sqrt{\tau_m}\right).T_r(t)\right]dt \text{..... (82)}$$

$$A = \lim_{\xi\to 0}\left[\frac{1}{\xi} - \left(2b_m\sqrt{\tau_m} + 10b_f\sqrt{\tau_f} + 10b_s\sqrt{\tau_s}\right).\tilde{T}_r(\xi)\right]$$

Se usarán los dos primeros términos ya que los demás términos se irán eliminando conforme se realice la derivación y se remplace $\xi = 0$ en el límite para hallar A.

$$\tilde{S}(\xi)^{-1} = \begin{bmatrix} 1 + \frac{\xi\tau_m}{2} & b_m\xi\sqrt{\tau_m}\left(1 + \frac{\xi\tau_m}{6}\right) \\ \frac{\sqrt{\tau_m}}{b_m}\left(1 + \frac{\xi\tau_m}{6}\right) & 1 + \frac{\xi\tau_m}{2} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ R_s & 1 \end{bmatrix} x$$

$$\left\{\begin{bmatrix} 1+\frac{\xi\tau_f}{2} & b_f\xi\sqrt{\tau_f}\left(1+\frac{\xi\tau_f}{6}\right) \\ \frac{\sqrt{\tau_f}}{b_f}\left(1+\frac{\xi\tau_f}{6}\right) & 1+\frac{\xi\tau_f}{2} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ R_s & 1 \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1+\frac{\xi\tau_s}{2} & b_s\xi\sqrt{\tau_s}\left(1+\frac{\xi\tau_s}{6}\right) \\ \frac{\sqrt{\tau_s}}{b_s}\left(1+\frac{\xi\tau_s}{6}\right) & 1+\frac{\xi\tau_s}{2} \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ R_s & 1 \end{bmatrix}\right\}^{10}$$

$$x \begin{bmatrix} 1+\frac{\xi\tau_m}{2} & b_m\xi\sqrt{\tau_m}\left(1+\frac{\xi\tau_m}{6}\right) \\ \frac{\sqrt{\tau_m}}{b_m}\left(1+\frac{\xi\tau_m}{6}\right) & 1+\frac{\xi\tau_m}{2} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} a & b \\ c & d \end{bmatrix} \quad \text{..... (83)}$$

Se usarán métodos numéricos usando valores constantes y variables para poder hallar el tiempo difusión de calor areal (A) para las multicapas; se trabajará con los valores conocidos del cromo, pentóxido de niobio y los valores teóricos conocidos del dióxido de silicio para hallar el tiempo de difusión y efusividad de los distintos materiales a la temperatura de 26°C.

Datos del cromo:

$\alpha_{Cr} = 26.8\ {}^{mm^2}/_{s}$; $C_{P-Cr} = 448\ {}^{J}/_{kg\,K}$; $\rho_{Cr} = 7190\ {}^{kg}/_{m^3}$

$d_m = 100$ nm

Datos del pentóxido de niobio [74]:

$\lambda_{Nb2O5} = 1.1\ {}^{W}/_{m\,K}$; $C_{P-Nb2O5} = 501\ {}^{J}/_{kg\,K}$; $\rho_{Nb2O5} = 4300\ {}^{kg}/_{m^3}$

Datos del dióxido de silicio:

Para los valores del dióxido de silicio se ha tomado valores teóricos conocidos. [19, 75]

$\lambda_{SiO2} = 1.4\ {}^{W}/_{m\,K}$; $C_{P-SiO2} = 1000\ {}^{J}/_{kg\,K}$; $\rho_{SiO2} = 2200\ {}^{kg}/_{m^3}$

Para un cálculo mucho más rápido y eficiente se ha usado el software SCILAB el cual es un software libre; con el cual se han generado programas colocando los datos de los materiales como valores constantes variando los espesores de las capas y la resistencia de interfaces. El programa generado se podrá ver en el anexo 8.

$$A = \lim_{\xi\to 0}\left[\frac{1}{\xi} - \left(2b_m\sqrt{\tau_m} + 10b_f\sqrt{\tau_f} + 10b_s\sqrt{\tau_s}\right).\frac{1}{b}\right] \quad \text{..... (84)}$$

En el programa hecho en SCILAB ha sido posible hallar el valor de "b" tomando valores constantes de los materiales y espesores de 10.9 nm de dióxido de silicio y 32.56 nm de

pentóxido de niobio para la muestra X2 como se ve en el anexo 8. Con un valor de resistencia de interfaces de $R_s = 2 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$.

$$A = \lim_{\xi \to 0} \left[\frac{b - (2b_m\sqrt{\tau_m} + 10b_f\sqrt{\tau_f} + 10b_s\sqrt{\tau_s})\xi}{\xi b} \right] \quad \text{.....(85)}$$

La variable "b" es un polinomio de grado 36 sin coeficiente de grado cero por lo que en A se puede simplificar la variable ξ. Generando así una división de polinomios:

$$B = \frac{b - (2b_m\sqrt{\tau_m} + 10b_f\sqrt{\tau_f} + 10b_s\sqrt{\tau_s})\xi}{\xi} \quad \text{.....(86)}$$

$$A = \lim_{\xi \to 0} \left[\frac{B}{b} \right] \quad \text{.....(87)}$$

Al usar las propiedades de la función de Laplace en una división de polinomios se puede derivar el numerador y al denominador (teorema de Hospital) con respecto de ξ.

$$A = \lim_{\xi \to 0} \left[\frac{dB/d\xi}{d(b)/d\xi} \right] \quad \text{..... (88)}$$

Una vez derivado los polinomios del numerador y el denominador se reemplazan $\xi = 0$ obteniendo los coeficientes de grado cero de cada polinomio del numerador y del denominador hallando así el tiempo de difusión de calor areal A.

$$A = \frac{0.000000437587008}{1.58546408} = 2.75999320 \times 10^{-7} seg$$

Analizamos las curvas de tiempo de difusión de calor areal variando según el valor de la resistencia de interfaces para lo cual tomamos diversos valores los cuales son: $R_s = 4 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$, $R_s = 3 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$, $R_s = 2 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$, $R_s = 1.5 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$, $R_s = 1 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$, $R_s = 0 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$, variando los valores del tiempo de difusión de calor areal; para comparar y definir curvas de tiempo de difusión de calor areal con respecto al espesor, se usan variables como son: A_4, A_3, A_2, $A_{1.5}$, $A_{0.5}$, A_0 para cada resistencia de interface respectivamente.

2.5.2.2.2.1. Aproximación por error mínimo cuadrático para cálculo de conductividad térmica de pentóxido de niobio, conductividad térmica de dióxido de silicio y resistencia de interfaces en multicapas.

La técnica de mínimos cuadrados se usa comúnmente en el ajuste de curvas. Muchos otros problemas de optimización pueden expresarse también en forma de mínimos cuadrados. Para encontrar la curva que mejor se ajuste a la tendencia general de crecimiento de los datos, se utilizan técnicas de regresión con mínimos cuadrados. Que consisten en minimizar los errores entre los modelos de ajuste y los datos. Ver Figura 26.

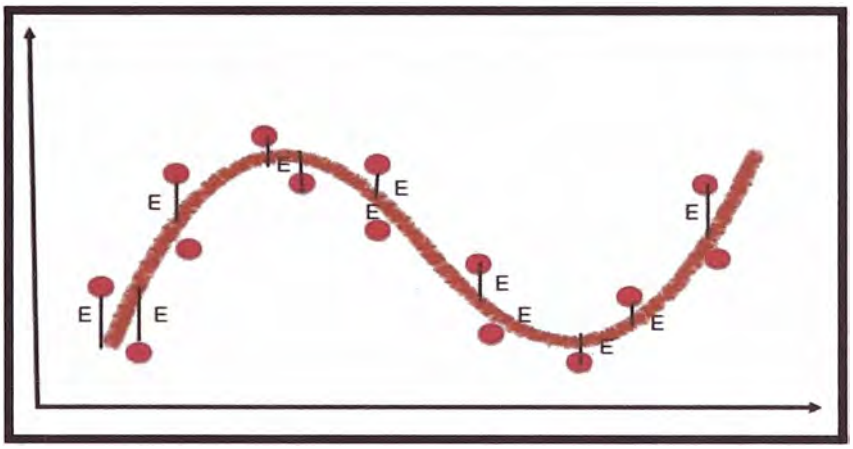


Figura 26. Regresión con mínimos cuadrados para el ajuste de curvas

Se podrá estimar estos parámetros al compararlos con el valor experimental del tiempo de difusión de calor experimental definida "Ax", hallando así su error "E" como se ve en la ecuación 135. Se hallará el error para cada muestra.

$$E_i = |Ax_i - A_i| \quad \text{.....(89)}$$

Una vez encontrado el error para cada muestra analizamos el error cuadrático "Ec" el cual está definido como la suma de cuadrados de los errores encontrados como se ve la ecuación 89. Se debe hallar el valor mínimo error cuadrático. Para esto se debe elegir los valores de los parámetros de $\lambda_{Nb2O5}, \lambda_{SiO2}, R_s$ para obtener el Ec y luego compararlos para obtener el mínimo valor. La combinación de parámetros que nos dé el mínimo error cuadrático serán los mejores valores estimados.

$$E_c = \sum_{i=1}^{n} (E_i)^2 = \text{mínimo} \quad \text{.....(90)}$$

2.5.2.2.2.2. Medición de resistencia térmica de wafer de pentóxido de niobio y dióxido de silicio en la multicapa.

Usando la figura 27 (a) podemos ver que las resistencias térmicas generadas por las capas de pentóxido de niobio, dióxido de silicio y las resistencias de interfaces se encuentran en serie, analizándolo en un sistema estacionario podemos hallar la resistencia térmica total del wafer sumando todas las resistencias como se ve en la ecuación 95. [65]

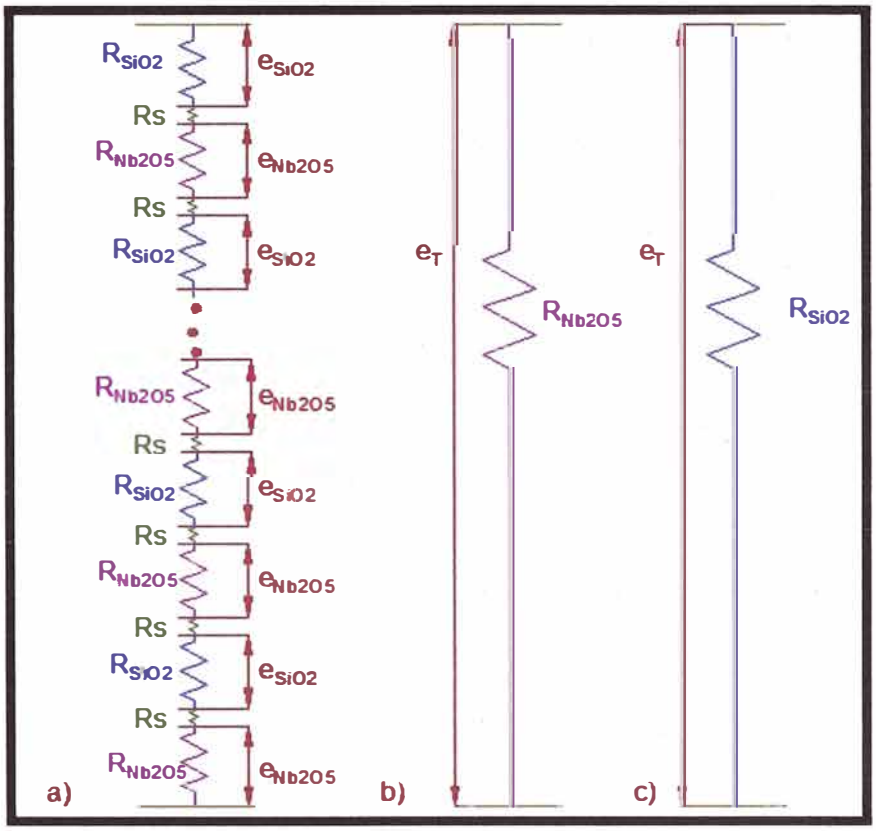


Figura 27. a) Resistencias del wafer en multicapas, b) Resistencia térmica de capa de pentóxido de niobio, c) Resistencia térmica de capa de dióxido de silicio

La suma de espesores de las capas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio:

$e_T = 10\, e_{Nb2O5} + 10\, e_{SiO2}$ .....(91)

La relación entre los espesores de las capas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio:

$n = e_{SiO2}/e_{Nb2O5}$

Se calcula la resistencia térmica del wafer:

$Rt = \sum R_{ox} + \sum R_{int}$ .....(92)

La sumatoria de resistencias generadas por las capas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio se pueden calcular de la siguiente manera:

$$\sum R_{ox} = \frac{10 \text{ x } e_{Nb2O5}}{\lambda_{Nb2O5}} + \frac{10 \text{ x } e_{SiO2}}{\lambda_{SiO2}} \quad \text{.....(93)}$$

Las resistencias térmicas de interfaces se pueden obtener sumando las resistencias térmicas en cada interface, asumiendo que las resistencias térmicas son iguales y se tiene 19 interfaces dentro wafer de multicapas como se ve en la figura 21 lado izquierdo desde G2 hasta G20.

$$\sum R_{int} = 19R_s \quad \text{.....(94)}$$

Reemplazando tenemos que la resistencia térmica generada dentro del wafer será:

$$Rt = \frac{e_T}{(1+n)}\left[\frac{1}{\lambda_{Nb2O5}} + \frac{n}{\lambda_{SiO2}}\right] + 19R_s \quad \text{.....(95)}$$

Para la comparación de resistencias térmicas totales con capas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio tenemos:

- Para la generación de resistencia térmica en una capa de pentóxido de niobio como se ve en la figura 27(b) se usará la ecuación 96.

$$Rt = \frac{e_T}{\lambda_{Nb2O5}} \quad \text{.....(96)}$$

- Para la generación de resistencia térmica en una capa de pentóxido de niobio como se ve en la figura 27(c) se usará la ecuación 97.

$$Rt = \frac{e_T}{\lambda_{SiO2}} \quad \text{.....(97)}$$

2.6. Barreras térmicas

Los recubrimientos de barrera térmica (TBC por sus siglas en inglés) son sistemas de materiales avanzados que generalmente se aplican a superficies metálicas que operan a temperaturas elevadas, como turbinas de gas o partes de motores de autos y aviones, como una forma de gestión del calor de escape.
En nuestro caso usaremos al pentóxido de niobio como material fundamental para la creación de barreras térmicas sobre materiales metálicos de distintos usos y haremos los cálculos pertinentes para ver las variaciones de calor que se dan a través de las paredes de las piezas a usar. [66-68]

Estos revestimientos de materiales aislantes térmicos de 12 μm y 100 μm de espesor por cada forma de óxido para generar las capas, sirven para aislar componentes de cargas térmicas grandes y prolongadas que pueden soportar una diferencia de temperatura apreciable, entre las aleaciones que soportan la carga y la superficie del revestimiento.

2.6.1. Simulación de transferencia de calor en SOLIDWORKS Simulation

SOLIDWORKS Simulation cuenta con análisis térmicos que nos permite predecir el comportamiento del calor en nuestros diseños y así poder hacer cambios en la geometría de nuestros diseños, en el tipo de material, o en cualquier factor físico que esté alterando las condiciones de trabajo de nuestros productos.

Los análisis térmicos son relativamente fáciles de realizar, pero son difícil de medir físicamente, especialmente cuando se trata de componentes internos. Es por eso que la validación virtual nos facilita mucho las cosas, este nos muestras una serie de resultados como lo son temperatura, gradiente de temperatura, flujo de calor, etc.

2.6.2. Análisis de barreras térmicas de pentóxido de niobio sobre piezas de aluminio

Se verá análisis de piezas de aluminio con una conducción unidimensional de estado estable para lo cual se ha considerado que distintas formas geométricas como son: placas circulares y cilindros para poder ver la transferencia de calor a través de estas piezas. Al

final también se verá como es el paso de calor a través de una pieza de aluminio llamada pistón en una cámara de combustión interna la cual está expuesto a altas temperaturas y altas presión para los cuales se podrá observar la variación de temperatura y el paso de calor será menor.

2.6.2.1. Análisis térmico con conducción térmica unidimensional en placa circular y cilindro hueco de aluminio

Para el caso de barreras térmicas en paredes se podrá ver que usando un análisis unidimensional de estado estable para los cuales se usarán temperatura en dos extremos o las dos caras opuestas usando esto podemos hacer una comparación entre los tipos de flujos de calor en piezas con recubrimiento y sin recubrimiento para ello usaremos la ecuación 9 y 10. Ver figura 28.

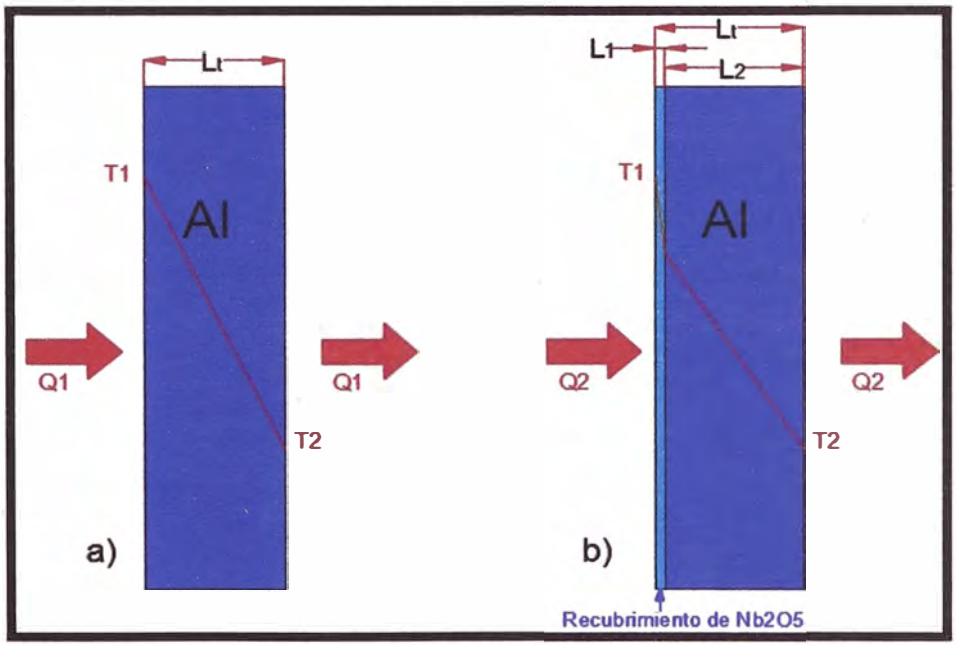


Figura 28. a) Transferencia de calor en pared de aluminio b) Transferencia de calor en paredes de pentóxido de niobio

La conducción unidimensional de estado estable en una pared plana sin generación interna de calor, el flujo de calor es una constante e independiente de x. También se consideran que las paredes no presentan rugosidades y por consiguiente no presentaran resistencias de interfaces.

$$\frac{d}{dx}\left(\lambda\frac{dT}{dx}\right) = 0$$

$$\frac{dQ}{dt} = q_1 = \frac{\lambda_{Al}}{AL_t}(T_1 - T_2) \quad \text{(98)}$$

La resistencia térmica generada por la pared de aluminio en la placa circular se puede calcular con la ecuación 98.

$$R_{Al} = \frac{L_t}{\lambda_{Al}} \quad \text{(99)}$$

La ecuación 100 servirá para poder calcular el flujo de calor a través de la pared de aluminio. Ver grafica 29.a

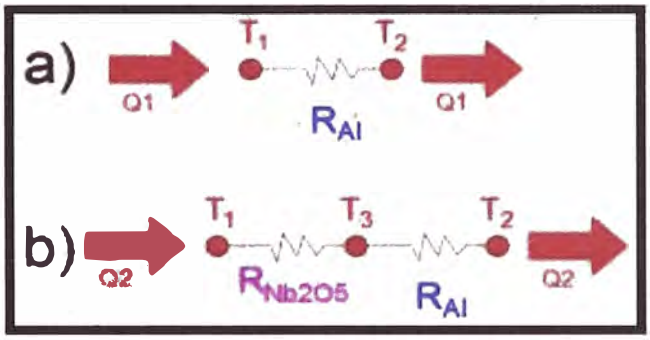


Figura 29. a) Transferencia de calor a través de las resistencias térmicas del aluminio b) Transferencia de calor a través de las resistencias térmicas del aluminio y del pentóxido de niobio

De manera general para el cálculo del flujo de calor a través de múltiples paredes se puede calcular como:

$$q_x = \frac{T1 - T2}{\sum R_T} \quad \text{(100)}$$

Con la ecuación 100 se podrá calcular el calor total transferido a través de la placa de aluminio con pentóxido de niobio como se ve en la figura 29.b que estará determinada por:

$$q_2 = \frac{T_1 - T_2}{\frac{L_1}{A\lambda_{Nb2O5}} + \frac{L_2}{A\lambda_{Al}}} \quad \text{(101)}$$

Asumiendo conductividades térmicas del pentóxido de niobio y del aluminio de 1 $^{W}/_{mK}$ y 232 $^{W}/_{mK}$ respectivamente haciendo la comparación de sus coeficientes de conductividad térmica tenemos que:

$$\lambda_{Al} > \lambda_{Nb2O5}$$

$$\frac{1}{A\lambda_{Nb2O5}} > \frac{1}{A\lambda_{Al}}$$

$$\frac{L_1}{A\lambda_{Nb2O5}} + \frac{L_2}{A\lambda_{Al}} > \frac{L_1}{A\lambda_{Al}} + \frac{L_2}{A\lambda_{Al}}$$

$$\frac{L_1}{A\lambda_{Nb2O5}} + \frac{L_2}{A\lambda_{Al}} > \frac{L_t}{A\lambda_{Al}}$$

$$\frac{T_1 - T_2}{\frac{L_t}{A\lambda_{Al}}} > \frac{T_1 - T_2}{\frac{L_1}{A\lambda_{Nb2O5}} + \frac{L_2}{A\lambda_{Al}}} \quad \text{.....} \quad (102)$$

$$q_1 > q_2$$

Para el análisis unidimensional de estado estable tenemos que las variaciones en cada extremo de la pared se pueden dar cuenta que al colocar la diferencia de temperatura en los casos a y b de la figura 29 vemos que el calor q_2 es menor que q_1 por lo cual inferimos que al colocar una capa de pentóxido de niobio servirá como un barrera térmica o escudo térmico; que disminuirá la conducción de calor cuando se usa la barrera térmica. Con la ecuación 102 podremos generar gráficas para comparar la variación de temperatura con respecto al espesor que atraviesa el flujo de calor.

Para el caso de otra forma geométrica que es el cilindro hueco, se puede ver las barreras térmicas en paredes internas, se podrá ver que usando un análisis unidimensional de estado estable para los cuales se usarán temperaturas dentro y fuera del cilindro usando esto podemos hacer una comparación entre los tipos de flujos de calor en piezas con recubrimiento y sin recubrimiento para ello usaremos la ecuación 9 y 10. Para poder determinar el calor conducid a través del cilindro.

Para condiciones de estado estable sin generación de calor por sumidero, la forma apropiada de la ecuación de calor es:

$$\frac{1}{r}\frac{d}{dr}\left(\lambda r \frac{dT}{dr}\right) = 0 \quad \text{.....} \quad (103)$$

La rapidez a la que se conduce la energía a través de cualquier superficie cilíndrica en el sólido se expresa como:

$$\frac{dQ}{dt} = q_r = \lambda A_l \frac{dT}{dr} = \lambda(2\pi Lr)\frac{dT}{dr} \quad (104)$$

Usando la teoría de resistencias térmicas podemos hallar el flujo de calor en un cilindro hueco de las figuras 30 a)

$$R_c = \frac{\ln(r_2/r_1)}{2\pi L\lambda} \quad (105)$$

$$q_1 = \frac{T1-T2}{R_c} = \frac{T_1-T_2}{\frac{\ln(r_2/r_1)}{2\pi\lambda_{Al}L}} \quad (106)$$

Con la ecuación 104 se podrá calcular el calor total transferido a través de paredes cilíndricas de aluminio con pentóxido de niobio que estará determinada por:

$$q_2 = \frac{T_1-T_2}{\frac{\ln(r_3/r_1)}{2\pi L\lambda_{Nb2O5}}+\frac{\ln(r_2/r_3)}{2\pi L\lambda_{Al}}} \quad (107)$$

Esta ecuación 107 se puede hallar el flujo de calor como se ve la Figura 55 b) con el recubrimiento de pentóxido de niobio de la pared interna.

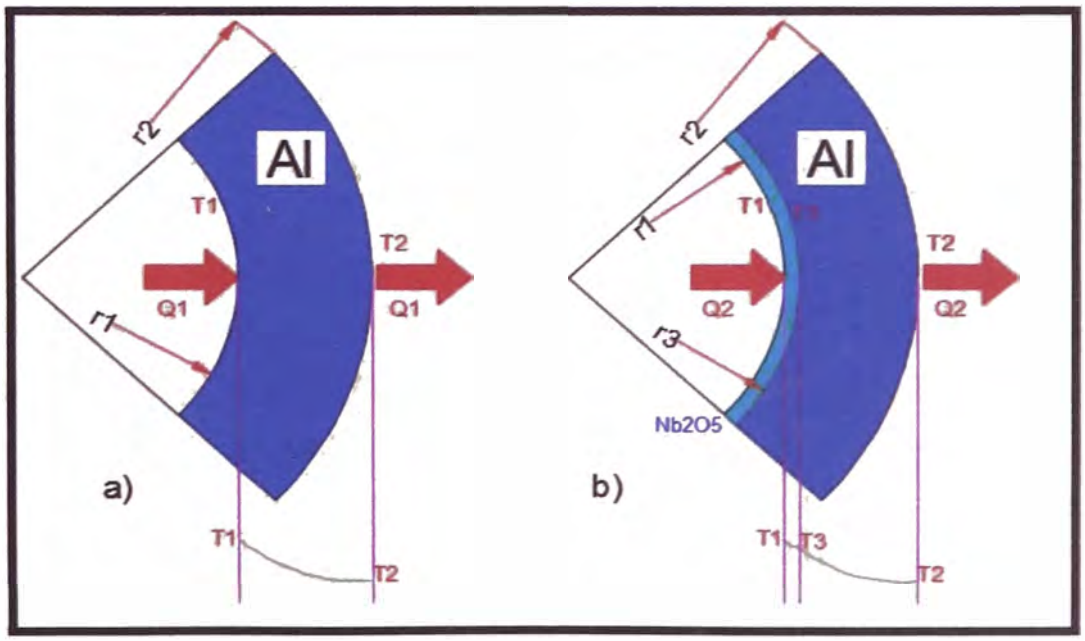


Figura 30. a) Transferencia de calor en cilindro hueco de aluminio b) Transferencia de calor en paredes de Nb_2O_5

Sabiendo las conductividades térmicas del pentóxido de niobio y del aluminio de 1 $^{W}/_{m\,K}$ y 232 $^{W}/_{m\,K}$ respectivamente haciendo la comparación de sus coeficientes de conductividad térmica en un cilindro hueco tenemos que:

$$\lambda_{Al} > \lambda_{Nb2O5}$$

$$r_2 > r_3 > r_1$$

$$\frac{r_2}{r_3} > 1\ ;\ \ln(r_2/r_3) > 0;\ \frac{r_3}{r_1} > 1\ ,\ \ln(r_3/r_1) > 0;\ \frac{r_2}{r_1} > 1\ ;\ \ln(r_2/r_1) > 0$$

$$\frac{\ln(r_3/r_1)}{2\pi L\lambda_{Nb2O5}} > \frac{\ln(r_3/r_1)}{2\pi L\lambda_{Al}}$$

$$\frac{\ln(r_3/r_1)}{2\pi L\lambda_{Nb2O5}} + \frac{\ln(r_2/r_1)}{2\pi L\lambda_{Al}} > \frac{\ln(r_3/r_1)}{2\pi L\lambda_{Al}} + \frac{\ln(r_2/r_3)}{2\pi L\lambda_{Al}}$$

$$\frac{T_1 - T_2}{\frac{\ln(r_2/r_1)}{2\pi L\lambda_{Al}}} > \frac{T_1 - T_2}{\frac{\ln(r_3/r_1)}{2\pi L\lambda_{Nb2O5}} + \frac{\ln(r_2/r_3)}{2\pi L\lambda_{Al}}} \quad \text{.....} \quad (108)$$

$$q_1 > q_2$$

Con esta comparación podemos concluir que el flujo de calor por área cuando se coloca el pentóxido de niobio, es menor que cuando no lo lleva; por lo que el pentóxido de niobio puede actuar como una barrera o escudo térmico. Con la ecuación 108 podremos generar gráficas para comparar la variación de temperatura con respecto al espesor que atraviesa el flujo de calor.

2.6.2.2. Aplicación de Barreras térmicas en piezas de aluminio de motor de 2 tiempos

Se dará una aplicación al pentóxido de niobio como barrera térmica en una pieza de un motor de dos tiempos que genera una potencia de 2 HP con un cilindro de combustión con aletas de enfriamiento como se muestra en la figura 31 lado derecho. Con un sistema de activación de chispa generado por una bujía para generar la explosión en la cámara de combustión. Por lo cual sabemos que el ciclo de combustión es el ciclo Otto y con el podremos hacer el análisis térmico sobre la pieza de aluminio que en este caso solo se analizará el pistón con un recubrimiento de 100 um de espesor de pentóxido de niobio. [64-68]. Las barreras térmicas se han estado usando en piezas de motores de combustión, motores de reacción y turbinas de gas ya que estos componentes están expuestos a una

alta temperatura y pueden sufrir desgaste en el uso, por la variación brusca de temperatura a través de las piezas. También sirven para mejorar la eficiencia de los motores los cuales tienen grandes pérdidas generadas por la transferencia de calor. En este caso se verá como varía la temperatura a través de una pieza para la generación de movimiento en un motor de combustión interna ya que los motores actuales tienen una baja eficiencia de alrededor de 30 % con pérdidas de fricción y calor de 70%.

Para el análisis de los motores de encendido por chispa se debe usar el ciclo de Otto con el cual se podrá hacer un análisis teórico del uso y funcionamiento del motor de combustión. [64]

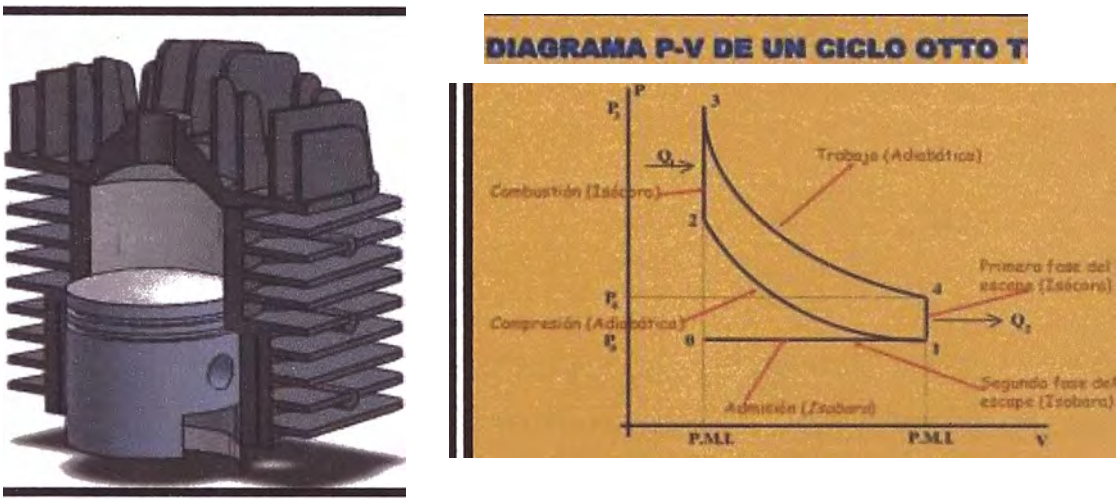


Figura 31. Vista interna de un motor de combustión de 2 tipos (izquierda). Diagrama de Volumen vs Presión (Ciclo Otto) (derecha)

El ciclo de Otto es muy completo con la parte teórica para la determinación del trabajo generado por el motor de combustión, pero en la práctica tiene sus limitaciones. El trabajo teórico generado por el motor se verá como la diferencia de calor generado y liberado en las etapas de combustión y escape de gases.

W teórico= Q_1- Q_2

Pero en la práctica; el modelo del ciclo de Otto toma distintas consideraciones que no se aplican en la práctica como en la fase de compresión y expansión del pistón dentro de la cámara de combustión; se toma que son fases adiabáticas sin generación de calor; lo cual no puede ser posible ya que todos los materiales tienen conductividad de calor y no

existen materiales adiabáticos. Otra perdida, se podría considerar en las perdidas por fricción generadas por movimiento del pistón en el cilindro el cual generará calor y se transmitirá a través del pistón y del cilindro.

El trabajo real va hacer determinado restando el trabajo generado según el ciclo de Otto menos el calor perdido por la fricción y la conducción de calor entre las piezas de la cámara se combustión del motor

W real= W teórico – W perdido
W perdido= Qcond + Qconv+ Qrad + Qfric + Qo

Qcond: Calor por conducción
Qconv: Calor por convección
Qrad: Calor por radiación
Qfric: calor por fricción
Qo: Otros tipos de calor

Se puede ver que existen muchas pérdidas por la conducción de calor y fricción entre piezas. Para poder reducir las pérdidas por conducción de calor y mantener las piezas por más tiempo, disminuyendo el desgaste por la variación de temperatura; se usarán barreras térmicas en la parte interna del motor de combustión como se muestra en la figura 31 lado izquierdo.

CAPITULO III

3. Parte experimental

3.1. Experimentación por la técnica de Sputtering

Para la experimentación hemos usado como sustratos planchos de aluminio circulares de 49 mm de diámetro con 0.3 mm de espesor como sustratos. Para las multicapas se hicieron muestras con sustratos de vidrio y zafiro, para las nanocapas de cromo, dióxido de silicio y pentóxido de niobio haciendo el análisis de cálculo de conductividad térmica usando el método de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) con la técnica Laser Flash

Ultrarrápido [3]. Hemos usados sustratos de silicio para determinar los espesores en las muestras. Se usaron parámetros de presión para los gases de argón y oxígeno para generar las capas de pentóxido de niobio en el caso de recubrimiento sobre la pieza de aluminio circular; en el caso de sustratos de vidrio y zafiro para la generación de multicapas de cromo, pentóxido de niobio y dióxido de silicio.

3.2. Descripción del equipo

3.2.1. Contenedor (Cámara de Vacío)

Esta estructura de acero de 2mm de espesor será donde se tendrá la interacción del sustrato con el magnetrón esta estructura debe ser de manera curvada para resistir las grandes presiones de vacío que deseamos aplicar dentro ella, en su base habrá una plancha circular con un jebe para evitar que el aire ingrese cuando se realice el vacío con las bombas. Se han usado dos cámaras de vacío. Ver Figura 32.

Figura 32. Vista de la cámara 1 de vacío para Sputtering (izquierda). Vista de la cámara 2 de vacío para Sputtering (derecha)

En la camára 1 de vacio se realizaron los recubrimientos de pentóxido de niobio sobre palcas de aluminio de 0.3 mm.de espesor y los recubrimiento de multicapas de pentóxido de niobio, dióxido de silicio y dos capas de cromo.ya que en esta cámara de vacio se pueden usar mas de dos magnetron a la vez lo cual fue ideal para la creación de multicapas sobre vidrio y zafiro. Ver Figura 32 lado izquierdo.

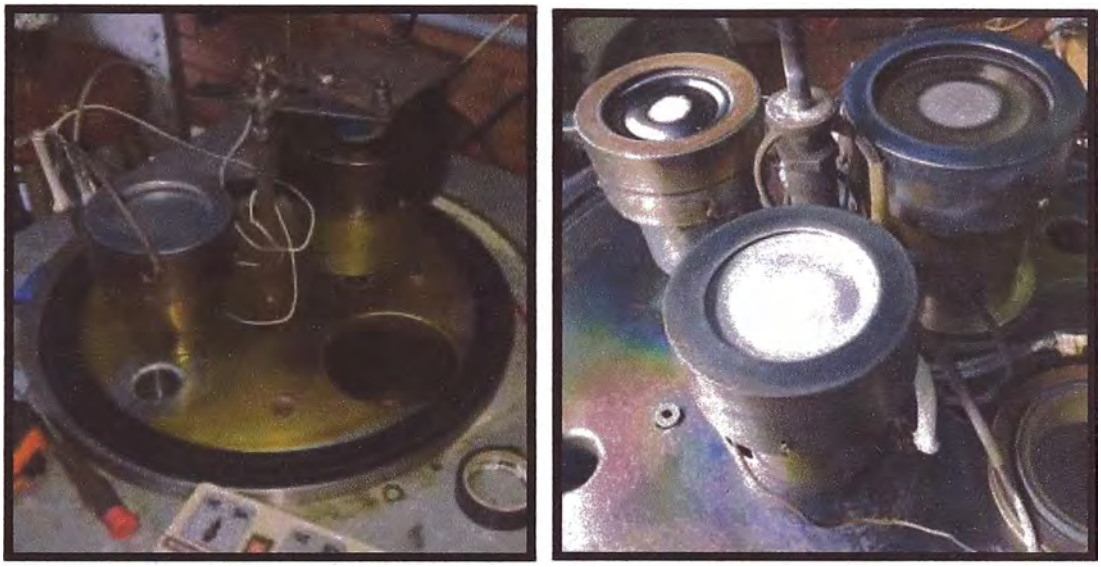


Figura 33. Vista interior de la cámara 2 de vacío (izquierda). Vista de posición de magnetrones en la cámara 1 de vacío (derecha)

En la Figura 33 en el lado izquierda podremos ver el posicionamiento de las muestras y del magnetrón en la cámara 2 de vacío, podemos ver un portamuestras que también es una resistencia térmica para poder calentar la cámara 2 de vacío; y se puede ver que solo se pueden usar como máximo dos magnetrones en este caso se usaron un magnetrón de cromo de 3 pulgadas y un magnetrón de niobio de 4 pulgas para poder formar multicapas de pentóxido de Niobio y las dos capas de 100 nm de Cromo.

En la figura 33 en el lado derecha se puede ver la disposición de los magnetrones para poder realizar el recubrimiento de multicapas. En este caso podemos ver un magnetrón con target de niobio de 4 pulgadas, un magnetrón con target de cromo de 4" y un magnetrón con target de silicio de 3". Con ellos ha sido posible obtener las dos capas de cromo, las diez capas pentóxido de niobio y las diez capas de dióxido de silicio. Esta distribución fue usada en la cámara 1 de vacío

3.2.2. Bombas

3.2.2.1. Bomba mecánica

La bomba mecánica usada en el proceso de Sputtering, con esta bomba se iniciará el proceso de vacío ya que con esta bomba podremos alcanzar una presión de 10^{-2} mbar por lo cual es muy importante en el uso de la técnica de Sputtering. Su Marca es PFEIFFER,

su modelo es Duo M10. Esta bomba es usada tanto en la cámara 1 y 2 de vacío. Ver figura 34.

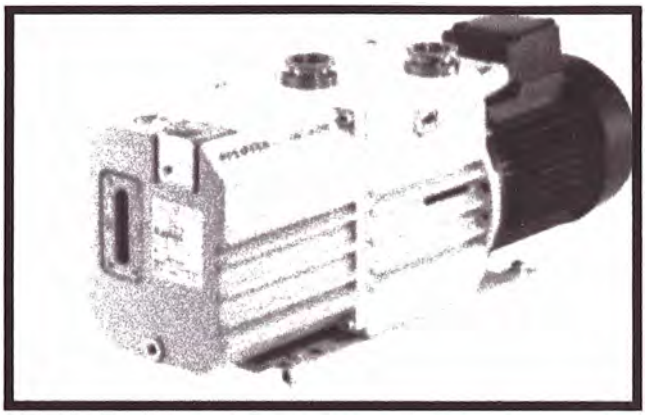


Figura 34. Bomba de vacío mecánico para Sputtering

3.2.2.2. Bomba turbomolecular

La bomba de marca PFEIFFER se encenderá luego que se realice el vaciado usando la bomba mecánica con esta bomba se alcanzaran presiones de hasta 10^{-3} m bar deberá estar prendida tanto en el proceso de desorción y recubrimiento de la pieza metálica usando el magnetrón. Esta bomba es usada en la cámara 1 y 2 de vacío. Su sistema de refrigeración, es a través de un sistema de ventilación de aire. Ver figura 35 lado izquierdo.

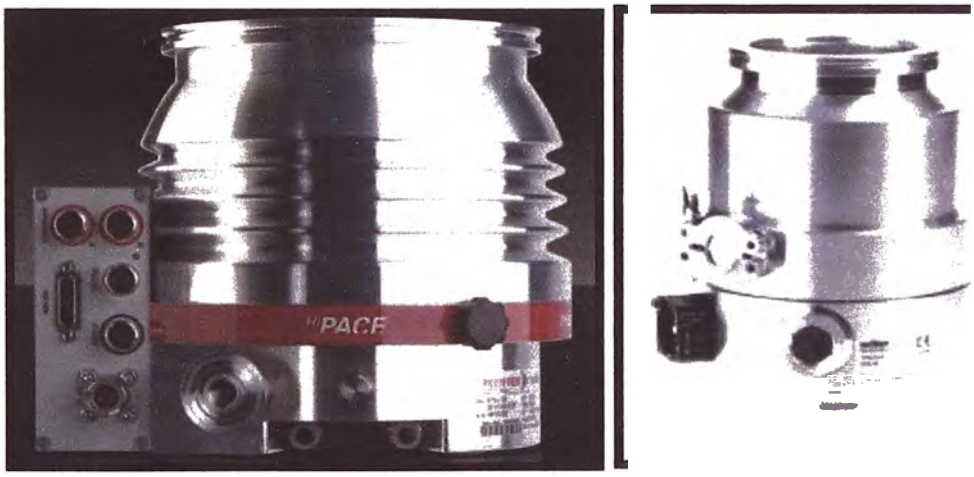


Figura 35. Bomba turbomolecular (MARCA: PFEIFFER) (izquierda). Bomba turbomolecular (MARCA: LEYBOLD) (derecha)

Esta bomba de marca LEYBOLD se encenderá luego que se realice el proceso de desorción usan se debe usar prendiendo la bomba de agua para que le de refrigeración. Esta bomba se usa en el último proceso para alcanzarla presión adecuada de 10^{-6}m bar, y

debe estar encendida cuando se dé recubrimiento de la pieza metálica. Esta bomba es usada solo en la cámara 1 de vacío ya que al tener mayor volumen se necesita una bomba extra para alcanzar los niveles bajos de presión. Esta bomba necesita un sistema de refrigeración usado con agua para mantener su temperatura baja. Ver figura 35 lado derecho

3.2.2.3. Sistemas de control y eléctrico de las bombas de vacío

3.2.2.3.1. Para Cámara 1 de vacío

Para el control de la Bomba turbomolecular 1 (MARCA: PFEIFFER) tenemos:

- **Tacómetro:** la cual medirá las RPM de la bomba de vacío. Ver figura 36.

Para el control de la Bomba turbomolecular 2 (MARCA: LEYBOLD) tenemos:

- **Fuente de voltaje**: con la cual podremos encender la bomba de vacío.

Para el control de la presión tenemos:

- **Vacuómetro:** con el cual podremos medir el nivel de presión en el sistema y poder regularlo. Ver figura 36.

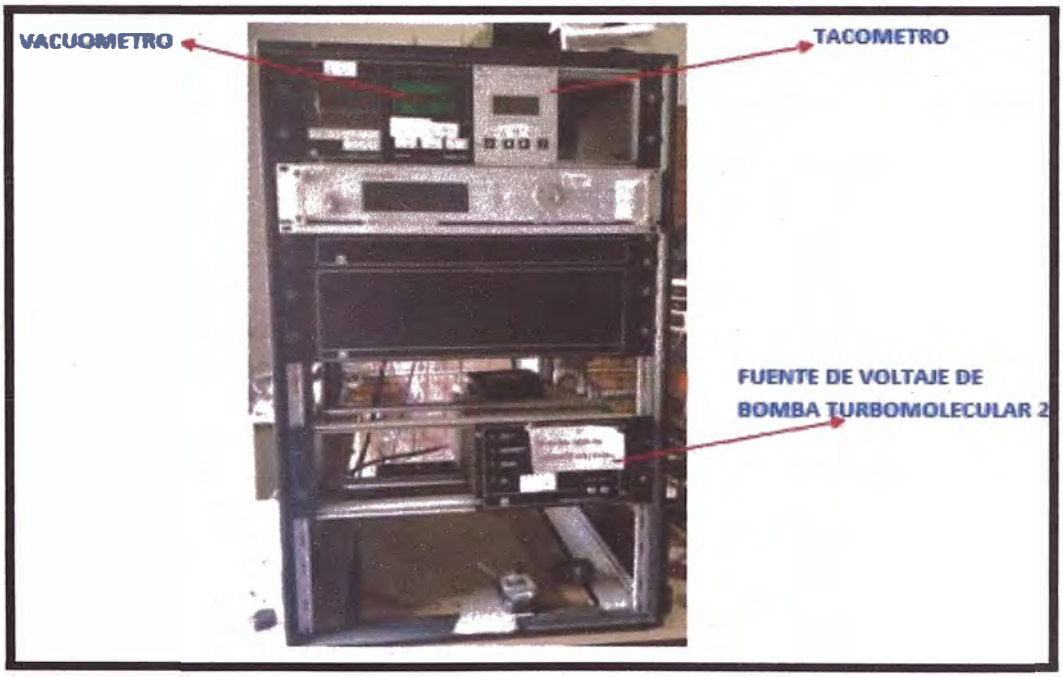


Figura 36. Sistema eléctrico y de control de la Cámara 1 de vacío

3.2.2.3.2. Para Cámara 2 de vacío

Para el control de la Bomba turbomolecular tenemos:

Fuente de voltaje: con la cual podremos encender la bomba de vacío turbomolecular. Ver figura 37.

Para el control de la presión tenemos:

- **Flujómetros de O_2 y Ar**: con los cuales podremos medir el nivel de presión de O_2 y Ar en el sistema y poder regularlo. Las unidades que se usas son sccm "Standard Cubic Centimeter per Minute" (centímetros cúbicos estándar por minuto). Ver figura 37.

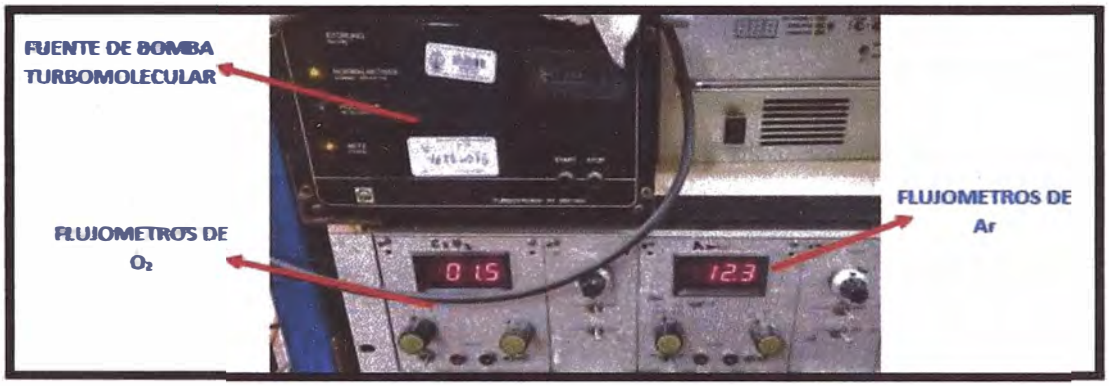


Figura 37. Sistema eléctrico y de control de la Cámara 2 de vacío

3.2.3. Magnetrón

3.2.3.1. Características y componentes

El magnetrón es la pieza fundamental en la técnica de Sputtering. El magnetrón está compuesto principalmente por un juego de imanes permanentes, un cátodo, un ánodo y un sistema de enfriamiento, tal como se muestra en la Figura 38 lado izquierdo. El blanco es polarizado negativamente con el fin de atraer los iones de los átomos de argón. El campo magnético se genera por medio de unos imanes permanentes colocados en la parte posterior de cátodo refrigerado. Para el control del magnetrón usaremos una fuente de corriente continua en la cual podremos medir el amperaje, voltaje necesario para la activación del magnetrón. Se ha usado corrientes de 500 mA y 423 V. Ver figura 38 lado derecho.

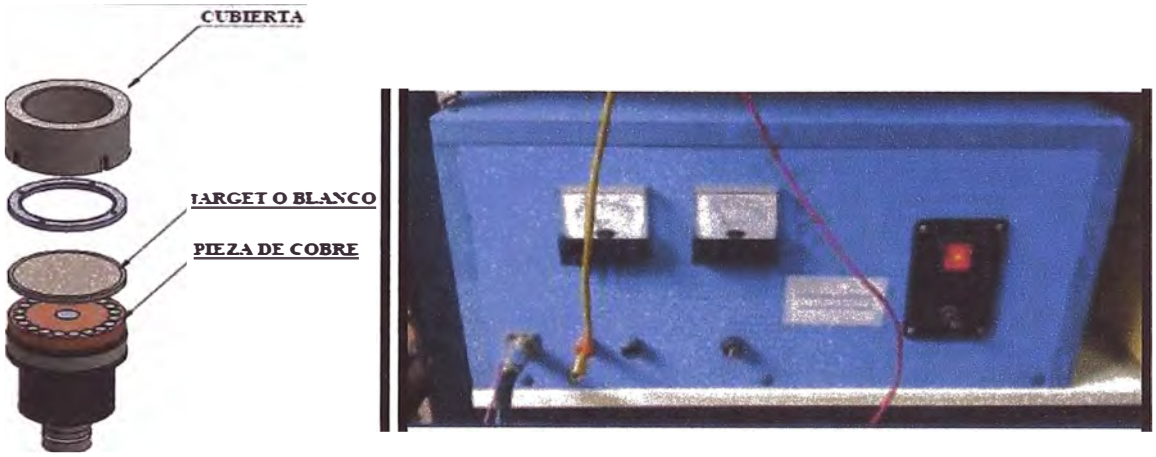


Figura 38. Vista explosionada del magnetrón (izquierda). Fuente de corriente DC para el magnetrón (derecha)

3.2.4. Fuente de calor

Se ha usado una fuente de calor para trabajar la muestra a una temperatura de entre 400 °C y 350 °C con este fin se han usado resistencias eléctricas térmicas para obtener la temperatura adecuada para tener unas capas uniformes sobre los sustratos. Ver figura 39.

Figura 39. Fuente de calor

3.3. Condiciones y parámetros para distintos sustratos

3.3.1. Condiciones de trabajo para recubrimientos de óxido de niobio sobre las placas de aluminio

Para las primeras muestras se trabajó sobre placas de aluminio de 0.3 mm y el recubrimiento de óxido de niobio sobre el aluminio dejo la capa de la muestra de color blanco como se muestra en la figura 40. Con ella se ha trabajado el método de cálculo de conductividad térmica con placas calientes.

Figura 40. Piezas de aluminio recubiertas con oxido de niobio

Para la elaboración de la capa de óxido se han tenido en cuenta los siguientes parámetros como se muestra en la Tabla 1. Los cuales son: Presión de argón para formar el plasma, presión de Oxígeno para formación del óxido, tiempo de recubrimiento para saber qué tan gruesa es la capa de óxido, el voltaje, corriente y temperatura los cuales influirán en el crecimiento de la capa de óxido de niobio

Nº Muestra	Presión de Ar (10^{-3} mBar)	Presión de O_2 (10^{-4} mBar)	Tiempo (hr)	Voltaje(V)	Corriente (m Amp)	Temperatura C°
1	6	8.9	2.00	430	500	400
2	6	8.9	2.00	430	500	400
3	6	8.9	2.00	430	500	400
4	6	8.9	0.83	430	500	400
5	6	8.9	3.10	430	500	400
6	6	8.9	2.00	430	500	400
7	6	8.9	2.00	430	500	400
8	6	8.9	2.00	430	500	400
9	6	8.9	24.69	430	500	400
10	6	8.9	24.69	430	500	400
11	6	8.9	6.00	430	500	400
12	6	8.9	6.00	430	500	400
13	6	8.9	2.00	430	500	400

Tabla 1. Datos de ensayos en sustratos de placas de aluminio

3.3.2. Condiciones de trabajo para recubrimientos de óxido de niobio sobre vidrio y zafiro

En la figura 41 se puede ver la muestra de vidrio o zafiro en la cuales se han colocado capas de óxido de niobio, oxido de silicio y las dos capas de cromo de 100 nm. Se ven de ese color plateado ya que se ha usado el cromo para recubrir la primera y última capa de la muestra. Esta muestra es cuadrada de 18mm x 18 mm con 1mm de espesor. Estas medidas se han dado para poder medir la conductividad térmica usando el Método TDTR (Time Domain Thermal Reflectance).

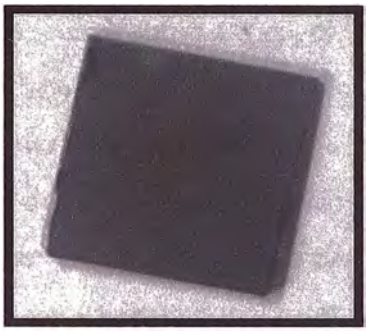


Figura 41. Vista de muestra de multicapas sobre vidrio

Se han realizado muestras en vidrio para poder realizar las pruebas usando el método de TDTR (Time Domain Thermal Reflectance) para ello se ha usado capas de cromo y oxido de niobio. Estas muestras fueron realizadas en la cámara 2 de vacío, ya que solo se necesitaban solo dos magnetrones, como se ve en la Figura 37, para generar las capas de cromo y oxido de niobio, se usaron flujómetros para poder medir el ingreso de los gases de oxígeno y argón; para la formación de plasma y las capas de cromo y de óxido de niobio. Se han mantenido los flujos de argón en 12 sccm y de oxígeno en 1.5 sccm para 7 muestras y se ha cambiado los flujos en las 2 últimas muestras. Como se ve en la tabla 2. [33]

Mº	Ar (sccm)	O_2 (sccm)	Tiempo Layer 1 Cr	Tiempo Layer Nb_2O_5	Tiempo Layer 2 Cr	%Ar	%O_2
1	12.3	1.5	4 min	3.75 min	4 min	86.50%	13.50%
2	12.3	1.5	4 min	7.5 min	4 min	86.50%	13.50%
3	12.3	1.5	4 min	12.21 min	4 min	86.50%	13.50%
4	12.3	1.5	4 min	15 min	4 min	86.50%	13.50%
5	12.3	1.5	4 min	18.75 min	4 min	86.50%	13.50%
6	12.3	1.5	4 min	42.85 min	4 min	86.50%	13.50%
7	12.3	1.5	4 min	64.28 min	4 min	86.50%	13.50%
8	12.3	1	4 min	7.5 min	4 min	90.00%	10.00%
9	12.3	2	4 min	7.5 min	4 min	82.50%	17.50%

Tabla 2. Datos de ensayos en sustratos de vidrio con recubrimiento de cromo y oxido de niobio

Se han realizado muestras de multicapas sobre zafiro, en nuestro caso estas muestras están denominadas como ZP1 y ZP2. Para las demás muestras se ha usado vidrio como sustrato los cuales los hemos denominado: X1, X2, X3, X4. Para realizar esta muestras con multicapas de cromo, pentóxido de niobio y dióxido de silicio; se han usado la cámara 1 de vacío ya que se necesitaba usar tres magnetrones para generar multicapa como se ve en la Figura 23 y hemos usado parámetros constantes para cada tipo de sustrato; para realizar las muestras solo hemos variado los tiempos de recubrimiento para generar capas de distintos grosores en oxido de niobio y oxido de silicio, manteniendo constante los 100 nm de las capas de cromo que actúan como material transductor. Ver Tabla 3.

Nº	Muestra	Presión de Ar (10^{-3} mbar)	Presión de Ar (10^{-4} mbar)	Tiempo (minutos)	Voltaje (V)	Corriente (A)	Temperatura (C°)
1	ZP1	5.6	9.4	31.5'	430	500 mA	400
2	ZP2	5.6	9.4	25'36"	430	500 mA	400
3	X1	6	8.9	15'45"	430	500 mA	400
4	X2	6	8.9	7'54"	430	500 mA	400
5	X3	6	8.9	39'24"	430	500 mA	400
6	X4	6	8.9	78'48"	430	500 mA	400

Tabla 3. Datos de ensayos en sustratos de vidrio y zafiro con recubrimientos de cromo, oxido de niobio y oxido de silicio (multicapas)

En la tabla 4 se puede observar los distintos tiempos usados para el recubrimiento de las multicapas en las muestras de vidrio y zafiro; para obtener diversos espesores de óxido de niobio y oxido de silicio intercalados uno después de otro.

Nº	Layer	ZP1 (minutos)	ZP2 (minutos)	X1 (minutos)	X2 (minutos)	X3 (minutos)	X4 (minutos)
1	Cr	1'10"	1'10"	4	4	4	4
2	SiO_2	3	2	3	2	1	4
3	Nb_2O_5	3	2	3	2	1	4
4	SiO_2	3	2	3	2	1	4
5	Nb_2O_5	3	2	3	2	1	4
6	SiO_2	3	2	3	2	1	4
7	Nb_2O_5	3	2	3	2	1	4
8	SiO_2	3	2	3	2	1	4
9	Nb_2O_5	3	2	3	2	1	4
10	SiO_2	3	2	3	2	1	4
11	Nb_2O_5	3	2	3	2	1	4
12	SiO_2	3	2	3	2	1	4
13	Nb_2O_5	3	2	3	2	1	4
14	SiO_2	3	2	3	2	1	4
15	Nb_2O_5	3	2	3	2	1	4
16	SiO_2	3	2	3	2	1	4
17	Nb_2O_5	3	2	3	2	1	4
18	SiO_2	3	2	3	2	1	4
19	Nb_2O_5	3	2	3	2	1	4
20	SiO_2	3	2	3	2	1	4
21	Nb_2O_5	3	2	3	2	1	4
22	Cr	1'10"	1'10"	4	4	4	4

Tabla 4. Datos de los tiempos de recubrimientos de las multicapas sobre vidrio y zafiro para la obtención de multicapas

3.4. Método de discos calientes de cobre en estado estacionario

Para hallar la conductividad térmica del Pentóxido de Niobio hemos usado el método estacionario dando un flujo de calor constante en el tiempo a través de una resistencia eléctrica térmica de forma cuadrada de 91.3 Ω la cual generará calor a la cara de uno de las piezas de cobre el cual a su vez generará una variación de temperatura en su otra cara para lo cual el calor se ira transmitiendo de una material a otro haciendo que el calor pase a través del recubrimiento de pentóxido de Niobio con el cual podremos calcular el valor de su coeficiente de conductividad térmica. Luego que las temperaturas se mantengan estables a cierta temperatura la fuente de calor se apagará para hacer el análisis estacionario sin fuente de calor. Ver figura 42.

Este ensayo está compuesto por las siguientes componentes:

La resistencia térmica: con un valor de 91.3 Ω

- La base cerámica
- La fuente de voltaje la cual nos dará un rango de voltaje de 60, 120, 220 voltios
- Termocuplas son fundamentales para poder determinar la variación de temperatura entre materiales.
- Un ventilador el cual se usará para mantener constante la temperatura que disipa el calor al ambiente.

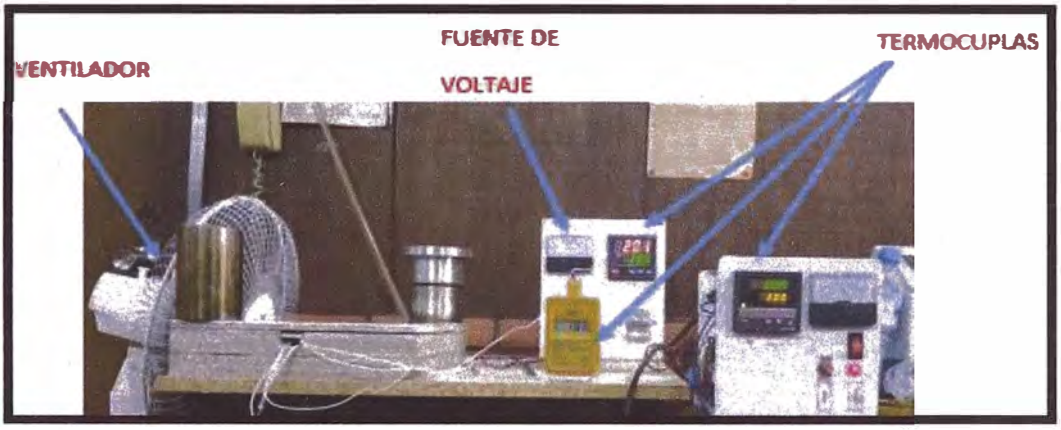


Figura 42. Equipo de ensayo de conductividad térmica

3.4.1. Datos y parámetros para el cálculo conductividad térmica con discos calientes

Al poner el recubrimiento hacia el lado de abajo podremos determinar el coeficiente de conductividad térmico sabiendo las tres temperaturas medias que se obtendrán de las termocuplas. Ver figura 43.

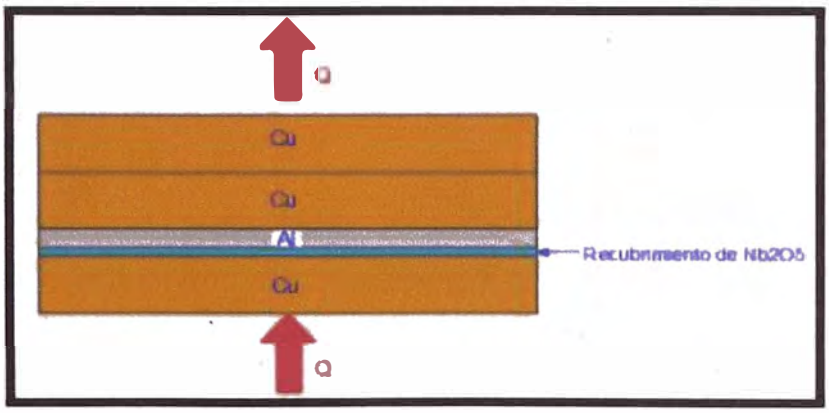


Figura 43. Recubrimiento posicionado hacia abajo

Habrá datos de los cuales permanezcan constantes como serán el:

Los espesores de las piezas: L_1, L_2, L_3, L_4, L_5

El área de contacto entre piezas: A

Temperatura de termocuplas: T_{1-2}, T_{4-5}, T_{5-6}

DATOS DE ENSAYO		
L1=	4.5	mm
L3=	0.3	mm
L4=	5	mm
L5=	5	mm
λ Cu=	387.5	W/(m.K)
λ Al=	236	W/(m.K)
d=	49	mm
A=	0.00188574	m^2

Tabla 5. Datos generales del ensayo

Se usará unas muestras de 12um de espesor para poder calcular la conductividad térmica del óxido de niobio, en distintas temperaturas entre 87 y 150 °C como se ve en la tabla 6.

N° Pruebas	L2(um)	T1-2(°C)	T4-5(°C)	T5-6(°C)
1	12	149	137	132
2	12	116	111	108
3	12	101	81	77
3	12	87	80	76
4	12	103	91	87
5	12	107	85	81

Tabla 6. Temperatura de termocuplas

3.5. Método de medición de Termoreflectancia

3.5.1. Método Laser Flash Ultrarrápido – Calentamiento Posterior/Detección Frontal (RF)

El hecho de que las propiedades termofísicas de las capas finas difieran considerablemente de las del mismo material con mayor grosor requiere de una técnica que supere las limitaciones del método clásico Láser Flash (LFA). El llamado método laser flash ultrarrápido también es conocido como el método de calentamiento posterior/detección frontal. La difusividad térmica medida es la componente perpendicular a través del grosor de la superficie de la muestra. El láser pulsado irradia la parte trasera de la muestra. En la figura 44 se ve cómo se verá la conductividad térmica de un material el cual se encontrará entre dos capas como materiales transductores los

cuales se conoce sus propiedades físicas por un análisis térmico hecho previamente. Con este es posible calcular la conductividad térmica haciendo un análisis de 3 capas.

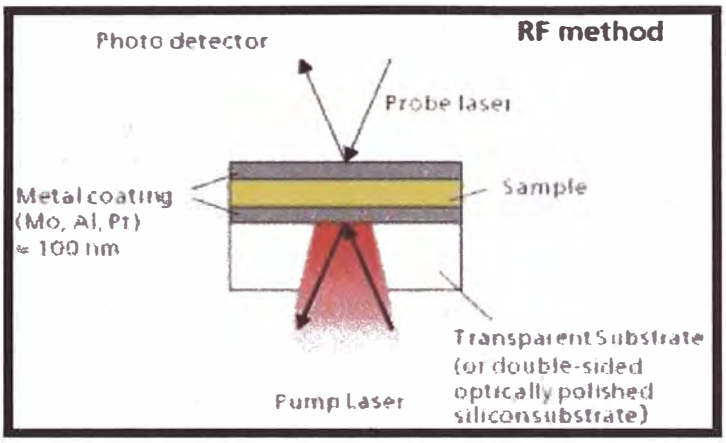


Figura 44. Configuración RF específica para sustratos transparentes.

3.5.2. Equipo de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR)

3.5.2.1. Equipo NanoTR

La vanguardista tecnología de tratamiento de la señal del NanoTR permite realizar medidas de alta velocidad. Con este equipo de termoreflectancia se irradia la muestra periódicamente cada 20 μs con un pulso de láser de 1 ns de anchura de pulso. La respuesta resultante en temperatura se aplica a un láser CW (láser de onda continua, sonda láser). Gracias a una integración de alta velocidad de señales repetitivas se puede obtener una relación señal/ruido excelente. El equipo NanoTR cumple las normas JIS R 1689, JIS R 1690, y es trazable SI para el patrón de tiempo de difusión de calor de capas finas (RM1301-a), suministrado por AIST.

3.5.2.1.1. Colocación y descripción de componentes para la medición de datos del equipo Nano TR

Para el uso del método de TDTR se deberá usar diferentes implementos como se ve en la figura 45 y 46 para poder medir la conductividad térmica en las películas delgadas entre estos equipos tenemos:

1. Bomba Laser (Pump Laser): con la cual podemos generar luz a diferentes amplitudes para poder determinar la reflectancia en los materiales.

2. Sonda laser (Probe laser): con el que se podrá detectar la amplitud exacta que está saliendo de la bomba laser
3. Convertidor de AC a DC: para cambiar el tipo de corriente y para entender mejor la señal.
4. Photo detector: con él se podrá ver o detectar las ondas reflectadas y de esta manera determinar las distintas características en material.
5. Generador de señal (Signal generator): es el controlador de todo el equipo en el podremos poner y controlar los datos.

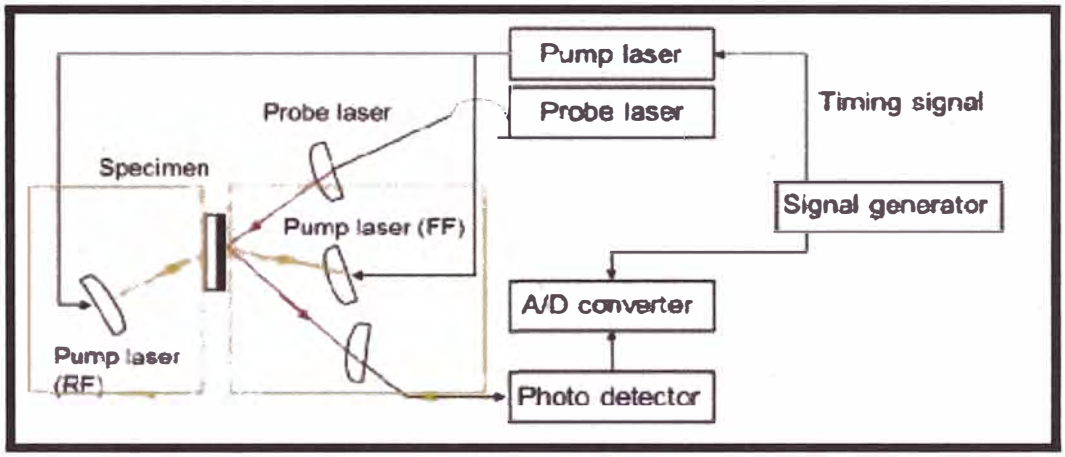


Figura 45. Configuración del equipo Nano TR

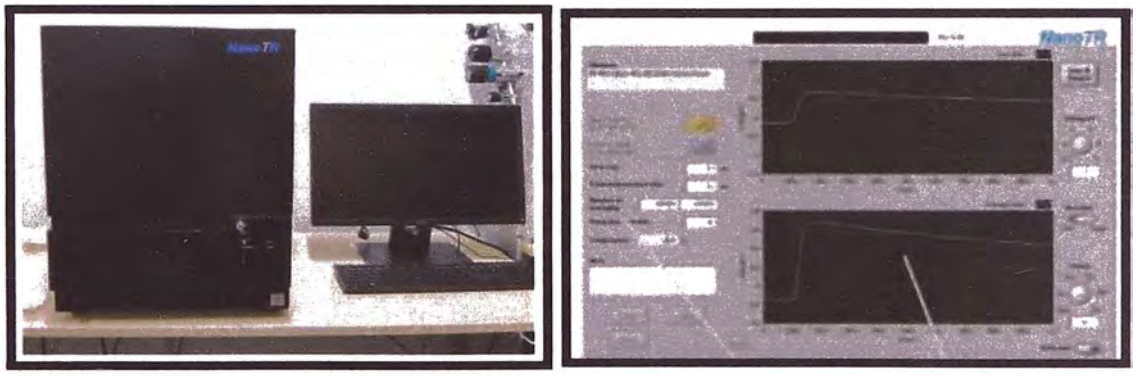


Figura 46. Generador de señal (izquierda). El software NanoTR/PicoTR(derecha)

6. Software: Visualización In-situ y análisis de 100,000 disparos

   El vanguardista software de análisis/medida del NanoTR/PicoTR tiene una interfaz de usuario fácil de manejar que permite una determinación precisa de las propiedades térmicas de las capas finas. El enfoque del haz del láser se puede ajustar a través del software y se puede obtener una imagen CCD.

   El software NanoTR/PicoTR opera con Microsoft Windows.

La gráfica muestra que con un tiempo de medida de 1 μs se puede obtener una curva. Ver figura 46 lado derecho

3.5.3. Datos de para la medición de conductividad térmica

Para realizar las pruebas de conductividad térmica se han tomado los siguientes datos de los instrumentos en el equipo Nano TR de Marca NETZSCH; las cuales se encuentran en su manual de uso (ver tabla 7):

λ_{Pump} (wavelength of the pump laser): Longitud de onda de la bomba laser
λ_{Probe} (wavelength of the probe laser): Longitud de onda de la sonda laser
P_{Pump} (heating power of pump laser): Potencia calorífica de la bomba laser
$Ø_{Pump}$ (diameter of the pump beam): diámetro del haz de bomba
$Ø_{Probe}$ (diameter of the probe beam): diámetro del haz de la sonda
t_p (pulse width of the pump beam): ancho de pulso del haz de la bomba
T_p (repetition time of pump laser, max. Measurement time): tiempo de repetición de la bomba láser

	λ_{pump} $[nm]$	λ_{Probe} $[nm]$	P_{pump} $[mW]$	P_{Probe} $[mW]$	ϕ_{pump} $[\mu m]$	ϕ_{probe} $[\mu m]$	$t_p[s]$	$T_p[s]$
Nano TR	1550	775	25	0.2	100	50	1.10^{-9}	2.10^{-5}

Tabla 7. Datos de la medición en el método de TDTR

CAPITULO IV

4. Discusión y resultados

4.1. Resultados de Difracción de rayos X (XRD)

En la figura 47 se muestra el difractograma de una muestra, en él resaltan cuatro picos, los cuales pertenecerán al aluminio para los ángulos 64.68° ,77.86°, 44.2° y 37.94° lo cual comprueba que el material del sustrato es el aluminio. Ver el anexo 1.

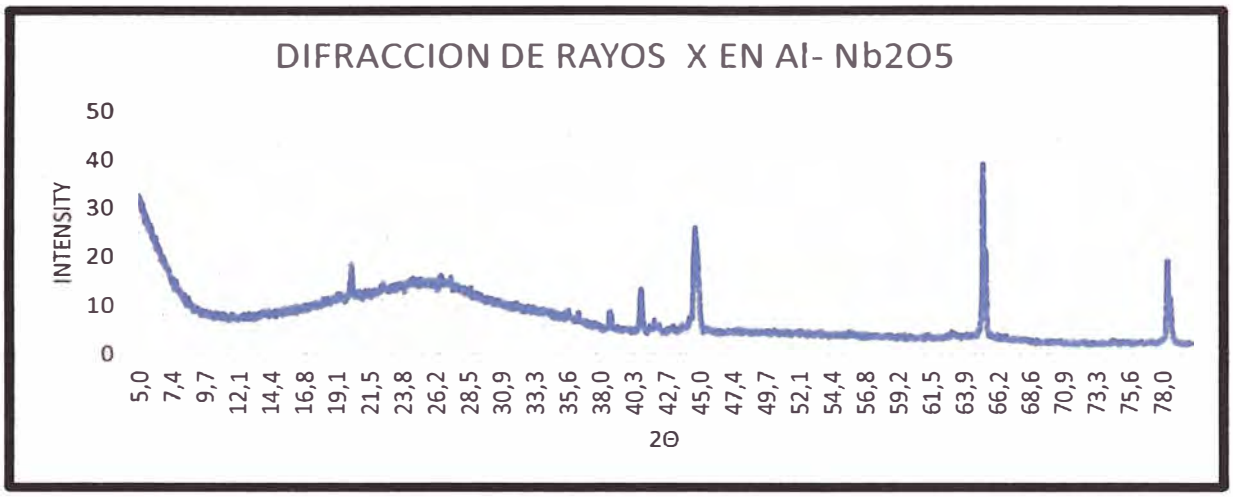


Figura 47. Difractograma de rayos X para Aluminio 1608 recubierto de Nb_2O_5

En la gráfica de difracción de rayos x vemos que solo habrá picos más altos en los ángulos del aluminio por lo cual su estructura es cristalizada con [220], [200], [111] pero como no se tiene picos más altos en la gráfica 47 pertenecientes al óxido de niobio cristalizado entonces se puede comprobar que el Óxido de niobio que se ha depositado sobre el aluminio es una estructura amorfa y es el pentóxido de niobio.

4.2. Resultados de SEM (Microscopio electrónico de barrido)

En las muestras de vidrio para el cálculo de conductividad térmica del pentóxido de niobio, se debió calcular el espesor de las capas, por lo cual, se usó un sustrato de silicio para poder determinar el espesor de las multicapas y ver los distintos espesores en las multicapas de 2 capas de cromo y una capa de pentóxido de niobio. Con los espesores podremos saber las tasas de deposición para que las multicapas tengan un espesor uniforme. Con el tiempo de deposición de la tabla 4 para la muestra M4 tenemos que para los 100nm de cromo a 4 minutos podremos saber que su tasa de deposición es de 25nm por minuto, para la tasa de deposición del pentóxido de niobio tenemos que para 700 nm se ha generado en 15 minutos será de 46.6 nm por minuto. Ver figura 48.

Con los espesores definidos se podrá hacer el proceso de mediciones de la conductividad térmica usando el método Time Domain Thermal Reflectance (TDTR). [54]

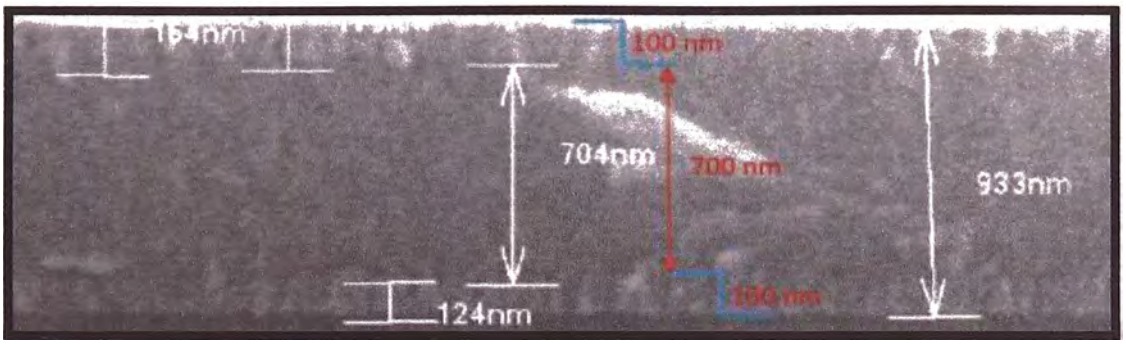


Figura 48. Vista de Cross-section de 3 capas

Para el cálculo de deposición en multicapas usando capas de cromo, pentóxido de niobio y dióxido de silicio sobre vidrio; así como la deposición de pentóxido de niobio sobre las placas circulares de aluminio como se ve en las figuras 40 y 41 se puede determinar con la sabiendo los tiempos de deposición para cada capa. Con la figura 49 podemos ver que para 100 nm de cromo se han necesitado 4 minutos por lo que podemos saber que su tasa de deposición es de 4 nm por minuto; para la 48.84 nm de pentóxido de niobio se han necesitado 3 minutos por lo que su tasa de deposición es de 16.28 nm por minuto. Por último, para la capa de dióxido de silicio se tiene un espesor de 16.35 nm en 3 minutos por lo que su tasa de deposición es de 5.45 nm por minuto. [20,40]

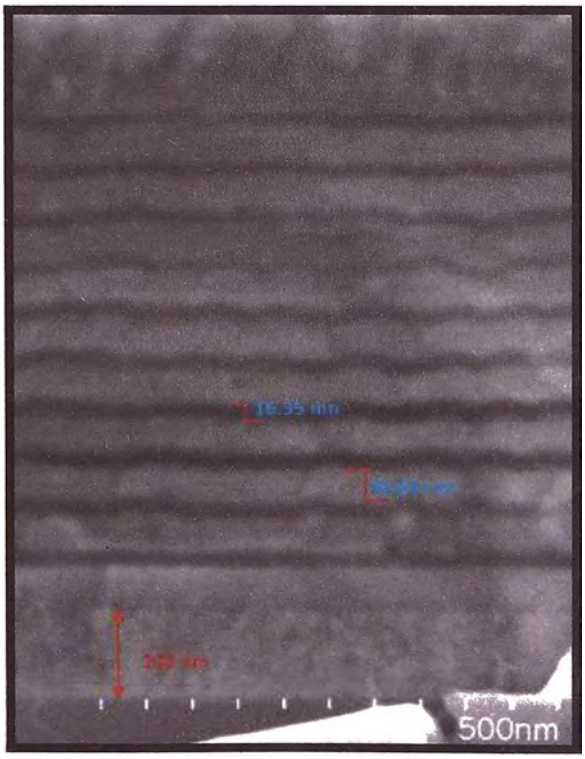


Figura 49. Imagen de Cross-Section en una muestra se silicio recubierta con multicapas para sustrato de vidrio

Para la determinación de las tasas de deposición de las multicapas de cromo, pentóxido de niobio y dióxido de silicio sobre zafiro debemos usar la imagen en cross- section de la figura 50 en la cual el espesor para la capa de cromo es de 472nm en 5.5 minutos podemos determinar una tasa de deposición de 8.58 nm por minuto, en la capa de pentóxido de niobio con un espesor de 24.3 nm en 3 minutos su tasa de deposición será de 8.1 nm por minuto. Por último, para la capa de dióxido de silicio de 17.7 nm de espesor en 3 minutos su tasa de deposición será de 5.9 nm por minuto. [36,40,55]

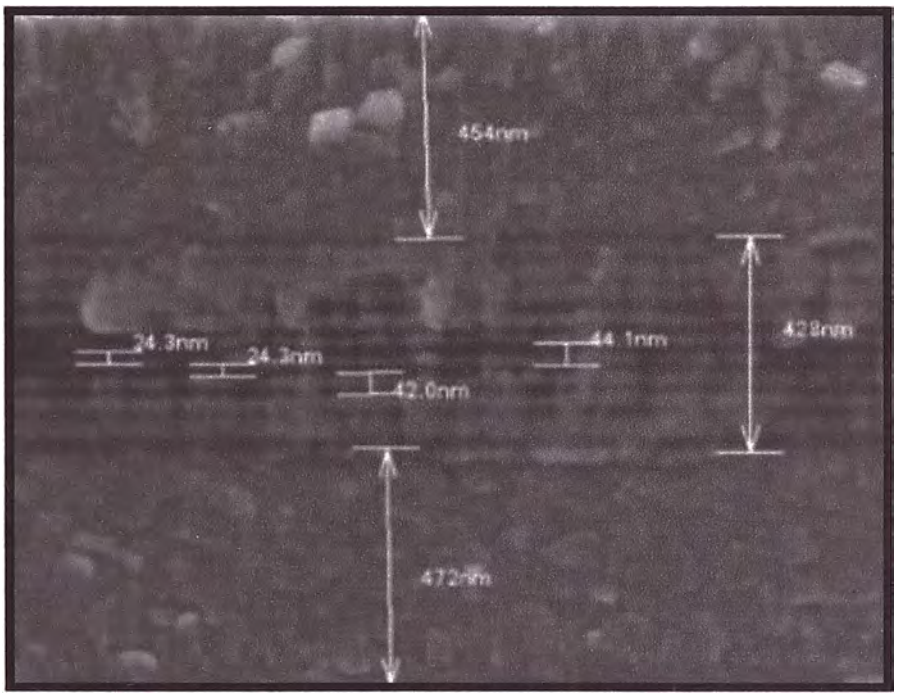


Figura 50. Imagen de Cross-Section en una muestra se silicio recubierta con multicapas para sustrato de zafiro

Se puede ver en la tabla 8 que los niveles de porcentaje de materiales que se encuentran en una muestra de vidrio con multicapas de óxido de niobio, cromo, oxido de silicio. Para ellos vemos en la tabla que los mayores porcentajes lo ocupan el oxígeno (42%), silicio (9.27%), niobio (17.06%) y cromo (25.62%). Podemos confirmar la presencia de cromo, óxido de silicio y oxido de niobio en las multicapas. Se puede ver los picos de porcentajes en el anexo 2.

Element	At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	rel. error [%] (1 sigma)
Oxígeno	8	26161	42.31	42.94	69.79	4.78	11.30
Silicio	14	33595	9.27	9.40	8.71	0.42	4.52
Niobio	41	34361	17.06	17.31	4.84	0.65	3.80
Calcio	20	5652	2.36	2.39	1.55	0.09	3.97
Cromo	24	42015	25.62	26.00	13.00	0.71	2.77
Sodio	11	1042	0.96	0.97	1.10	0.09	9.03
Magnesio	12	825	0.46	0.47	0.50	0.05	10.90
Aluminio	13	1272	0.52	0.52	0.51	0.05	9.60
		Sum	98.55	100.00	100.00		

Tabla 8. Datos de porcentuales de materiales en multicapas

4.3. Resultados de método de discos calientes de cobre

Con los valores dados en la tabla 6 se puede calcular la conductividad térmica de la capa de pentóxido de niobio usando las ecuaciones 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19 y 20. Como se ve en la tabla 9.

En los valores calculados no son muy exactos y no siguen una línea de tendencia apropiada, por lo que se concluye que, no se puede hallar un valor exacto para la conductividad térmica usando este método, ya que sabemos por la bibliografía que la conductividad térmica debería estar alrededor de 1 $^{W}/_{m\ K}$. Anexo 3

Nº Pruebas	Q4-6 (Watts)	T1 (°C)	T2 (°C)	T3 (°C)	T4 (°C)	T5 (°C)	T6 (°C)	λ (W/m K)
1	730.72	151.25	146.75	139.99	139.5	134.5	129.5	0.68813294
2	438.43	117.35	114.65	112.79	112.5	109.5	106.5	1.50448989
3	584.57	102.8	99.2	83.39	83	79	75	0.23535467
4	584.57	88.8	85.2	82.39	82	78	74	1.32576261
5	584.57	104.8	101.2	93.39	93	89	85	0.47656063
6	584.57	108.8	105.2	87.39	87	83	79	0.20891914

Tabla 9. Valores de conductividad térmica a distintas temperaturas

Como se ven en la figura 51 la conductividad térmica para el pentóxido de niobio está muy disperso y no se puede hallar con exactitud, ni tiene una línea de tendencia con respecto a la temperatura.

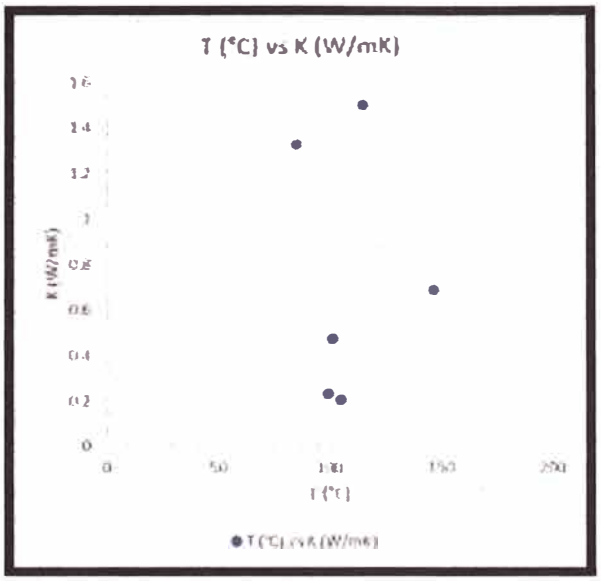


Figura 51. Diagrama de conductividad térmica a través de piezas de cobre y sustrato con recubrimiento

4.4. Resultados de conductividad térmica por el método de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) con la técnica Método Laser Flash Ultrarrápido

4.4.1. Resultados de conductividad térmica por el método de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) del pentóxido de niobio sobre vidrio

Para el cálculo de conductividad térmica y la resistencia de interfaces del pentóxido de niobio se ha elegido distintos espesores. Estos espesores se han hallado usando la tabla 4 y las tasas de deposición halladas en la sección 4.2. Los diversos espesores de pentóxido de niobio se ven en la tabla 10.

M°	Cr Layer 1	Nb_2O_5 layer	Cr Layer 2	% Ar	$\%O_2$
1	100 nm	175 nm	100 nm	86.5%	13.5%
2	100 nm	350 nm	100 nm	86.5%	13.5%
3	100 nm	570 nm	100 nm	86.5%	13.5%
4	100 nm	700 nm	100 nm	86.5%	13.5%
5	100 nm	875 nm	100 nm	86.5%	13.5%
6	100 nm	2000 nm	100 nm	86.5%	13.5%
7	100 nm	3000 nm	100 nm	86.5%	13.5%
8	100 nm	>350 nm	100 nm	90.0%	10.0%
9	100 nm	~350 nm	100 nm	82.5%	17.5%

Tabla 10. Valores de espesores para cálculo de conductividad térmica

Vemos que cuando se hace el análisis térmico experimental se necesita para hallar la curva normalizada se toma 3 muestras M2, M8 Y M9 para poder comparar los tiempos de área de calentamiento de difusión y los tiempos máximos vemos que para las muestras M2 y M9 son semejantes ya que se han generado casi con el mismo espesor cuando se ha se ha disminuido el porcentaje de argón en 4% por lo que el espesor es casi igual entre ellos. Pero cuando ha aumentado el argón en 3.5% vemos que el espesor será mayor a 350 nm por lo que los tiempos de difusión de calor areal y los tiempos máximos serán muy diferentes entre sí. Ver figura 52. [32-35,54]

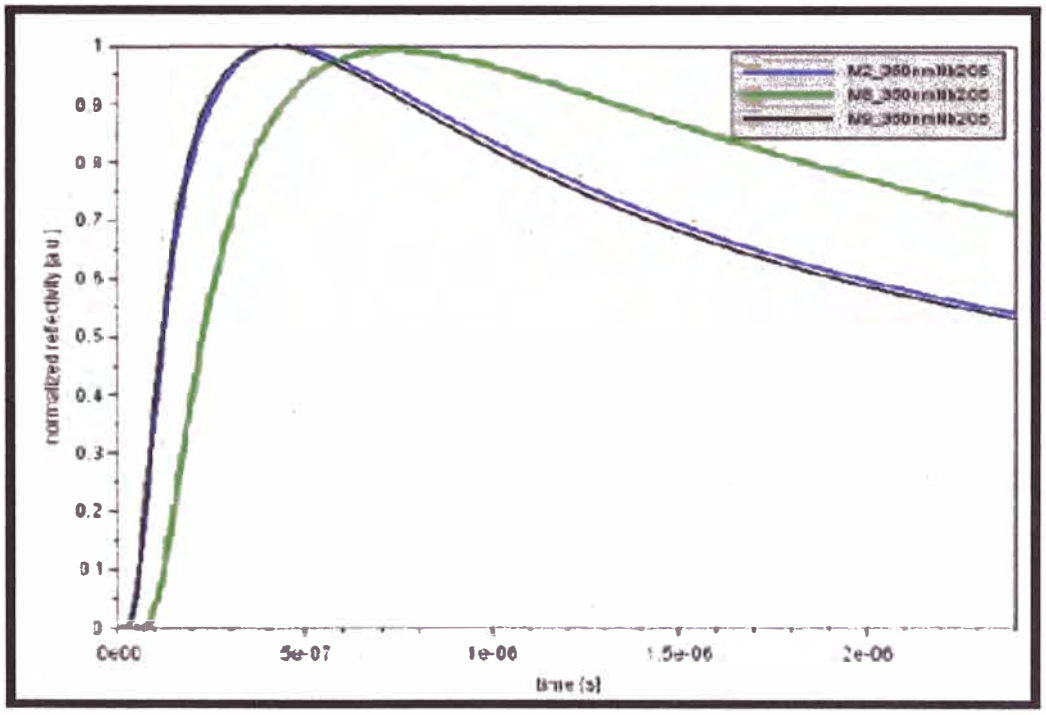


Figura 52. Curvas de termoreflectancia normalizada para muestras M2, M8 y M9

Para hacer las pruebas de conductividad térmica hemos elegido la relación de porcentajes de 86.5% de Ar y 13.5% de O_2; se hicieron muestras con distintos espesores de pentóxido de niobio, las cuales son: M1, M2, M3, M4, M5, M6 y M7. Las muestras M6 y M7 se hicieron las pruebas de conductividad térmica en 3 capas, pero los espesores son demasiado grandes por lo que no se genera variación en el índice de reflexión sobre la capa superior de cromo, por lo que solo se analizaron las muestras M1, M2, M3, M4 y M5 con distintos espesores. Se analizarán las muestras en distintas temperaturas que son de: 26°C, 100°C, 150°C y 200°C. Determinando los distintos valores de difusividad térmica y conductividad de calor a distintas temperaturas. [33]

4.4.1.1. Datos calculados para el pentóxido de niobio a 26 °C

Con la ecuación 78 se pondrá como datos como calor específico, difusividad térmica y espesor de las capas de cromo, como se ve la difusividad térmica y el calor específico en el cromo y del pentóxido de niobio, cambiarán dependiendo de la temperatura como se ve en la tabla 11.

	1. Layer	2. Layer	3.Layer
Name	Cr	Nb_2O_5	Cr
Thickness [nm]	100	175-700	100
Density [kg/m³]	7190	4300[2]	7190
Specific Heat [J/kgK]	448[1]	501[3]	448[1]
Thermal diffusivity [mm²/s]	26.8[1]	has to be calculated	26.8[1]

Tabla 11. Valores de datos para cada capa a 26°C

En la tabla 12 se ve como el tiempo de área de calentamiento de difusión según el espesor de pentóxido de niobio para las muestras M1, M2, M3, M4 y M5 a una temperatura de 26 °C usando la ecuación 76 podemos relacionar 2 tiempos de difusión de difusión de calor areal (A), hallando así la difusividad térmica, la resistencia de interfaces y por consíguete la conductividad térmica. [17]

Mº	Nb_2O_5 (nm)	A_{Real} (10^{-7} seg)
M1	157	0.73590181
M2	350	1.38799514
M3	570	2.77181519
M4	700	4.57117909
M5	875	5.46511594

Tabla 12. Valores experimentales de tiempo de difusión de calor areal a 26°C

Como se ve en la gráfica 53 se generará una línea de tendencia no se intercepta o se acerca mucho al origen con lo que podemos concluir que presentará resistencia térmica de interfaces. Se podrán ver los tiempos de difusión de difusión de calor areal (A) vs espesores a distintas temperaturas de 26ªC, 100°C, 150°C, 200 °C. El valor de difusividad

térmica del pentóxido de niobio será de $\alpha = 3.818 \times 10^{-7}\ {}^{m^2}/_{s}$,la resistencia de interfaces es de $R_s = 3 \times 10^{-8}\ {}^{m^2\ K}/_{W}$;la conductividad térmica se halla usando la ecuación 78 teniendo el valor de $\lambda = 0.8225\ {}^{W}/_{m\ K}$. Ver anexo 4.

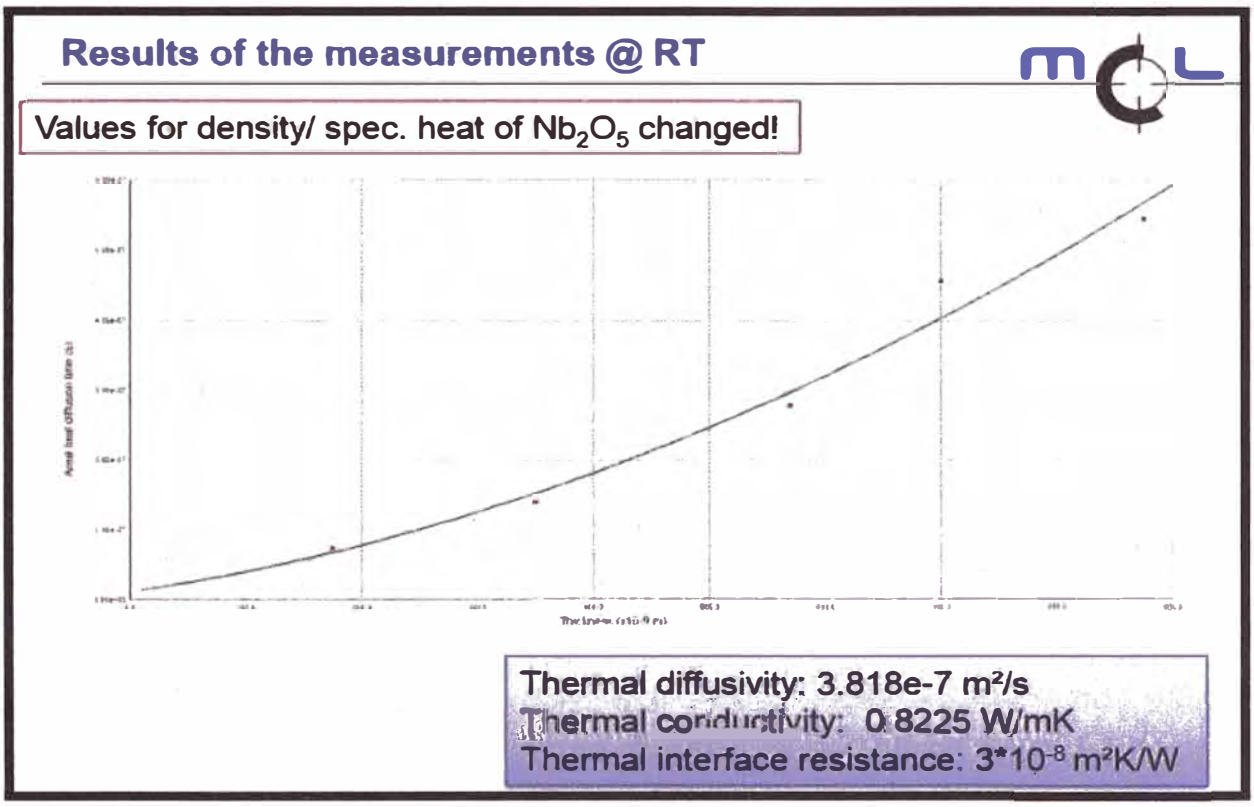


Figura 53. Tiempo de difusión de calor areal vs espesor de pentóxido de niobio en una temperatura de 26°C

4.4.1.2. Datos calculados para el pentóxido de niobio a 100 °C

Los datos usados para el calculo de conductividad termica del pentoxido de niobio a 100°C se ven en la tabla 13, vemos que los valores de calor especifico y difusividad termica cambia con respecto a la temperatura anterior.

	1. Layer	2. Layer	3.Layer
Name	Cr	Nb_2O_5	Cr
Thickness [nm]	100	175-700	100
Density [kg/m³]	7190	4300[2]	7190
Specific Heat [J/kgK]	489[1]	536[3]	489[1]
Thermal diffusivity [mm²/s]	22.94[1]	has to be calculated	22.94[1]

Tabla 13. Valores de datos para cada capa a 100°C

El valor de difusividad térmica del pentóxido de niobio será de $\alpha = 3.753 \times 10^{-7}\ {}^{m^2}/_{s}$,la resistencia de interfaces es de $R_s = 2 \times 10^{-8}\ {}^{m^2\,K}/_{W}$;la conductividad térmica se halla usando la ecuación 78 teniendo el valor de $\lambda = 0.865\ {}^{W}/_{m\,K}$. Ver figura 54. Ver anexo 5.

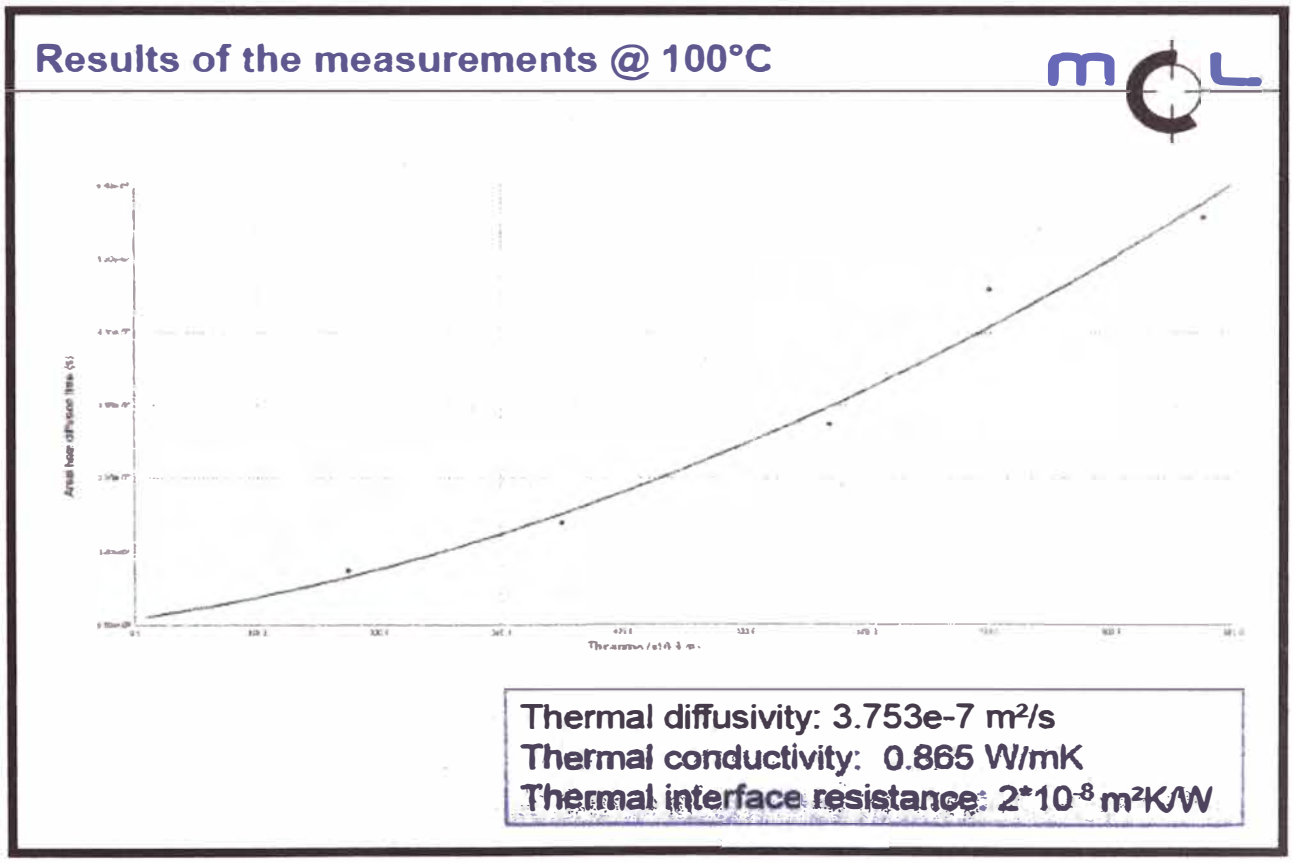


Figura 54. Tiempo de difusión de calor areal vs espesor de pentóxido de niobio en una temperatura de 100°C

4.4.1.3. Datos calculados para el pentóxido de niobio a 150 °C

Los datos usados para el calculo de conductividad termica del pentoxido de niobio a 150°C se ven en la tabla 14, vemos que los valores de calor especifico y difusividad térmica cambia con respecto a la temperatura anterior.

	1. Layer	2. Layer	3.Layer
Name	Cr	Nb_2O_5	Cr
Thickness [nm]	100	175-700	100
Density [kg/m³]	7190	4300[2]	7190
Specific Heat [J/kgK]	496[1]	555[3]	496[1]
Thermal diffusivity [mm²/s]	22.73[1]	has to be calculated	22.73[1]

Tabla 14. Valores de datos para cada capa a 150°C

El valor de difusividad térmica del pentóxido de niobio será de $\alpha = 3.641 \times 10^{-7}\ {}^{m^2}/_{s}$,la resistencia de interfaces es de $R_s = 2 \times 10^{-8}\ {}^{m^2\,K}/_{W}$;la conductividad térmica se halla usando la ecuación 78 teniendo el valor de $\lambda = 0.869\ {}^{W}/_{m\,K}$. Ver figura 55. Ver anexo 6.

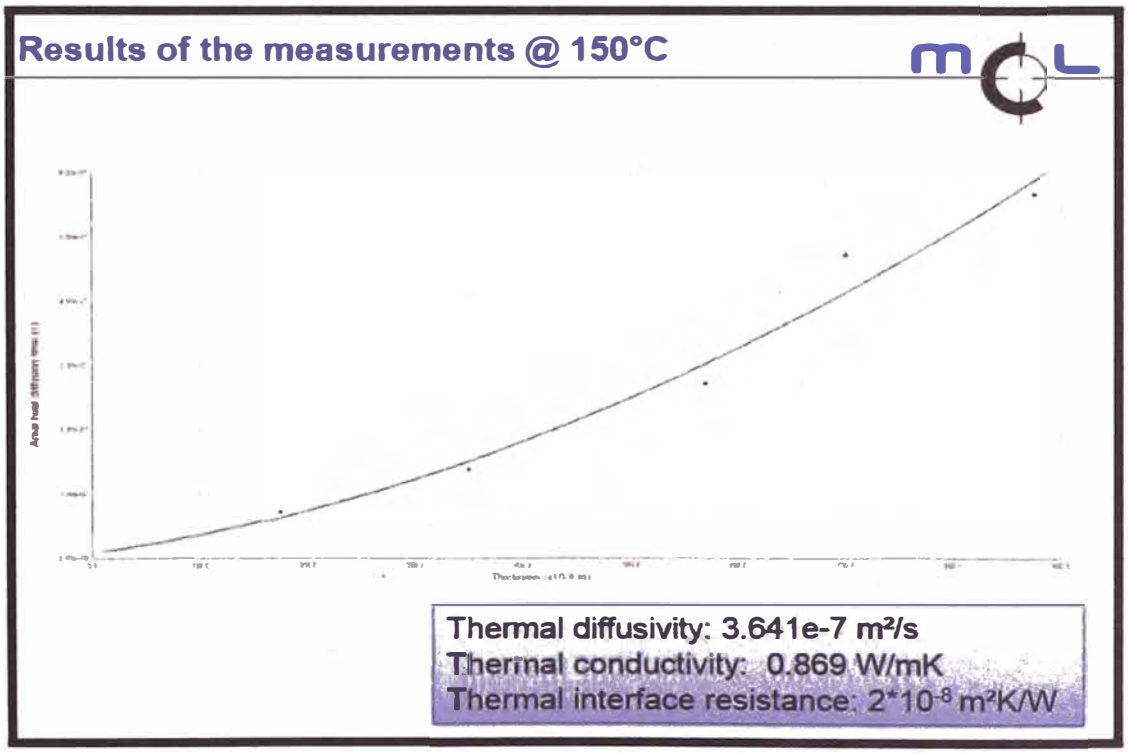


Figura 55. Tiempo de difusión de calor areal vs espesor de pentóxido de niobio en una temperatura de 150°C

4.4.1.4. Datos calculados de para el pentóxido de niobio a 200 °C

Los datos usados para el calculo de conductividad termica del pentoxido de niobio a 200°C se ven en la tabla 15, vemos que los valores de calor especifico y difusividad termica cambia con respecto a la temperatura anterior.

	1. Layer	2. Layer	3.Layer
Name	Cr	Nb_2O_5	Cr
Thickness [nm]	100	175-700	100
Density [kg/m³]	7190	4300[2]	7190
Specific Heat [J/kgK]	504[1]	571[3]	504[1]
Thermal diffusivity [mm²/s]	22.08[1]	has to be calculated	22.08[1]

Tabla 15. Valores de datos para cada capa a 200°C

El valor de difusividad térmica del pentóxido de niobio será de $\alpha = 3.653 \times 10^{-7}\ {}^{m^2}/_{s}$,la resistencia de interfaces es de $R_s = 2 \times 10^{-8}\ {}^{m^2\,K}/_{W}$; la conductividad térmica se halla usando la ecuación 78 teniendo el valor de $\lambda = 0.8969\ {}^{W}/_{m\,K}$. Ver figura 56. Ver anexo 7.

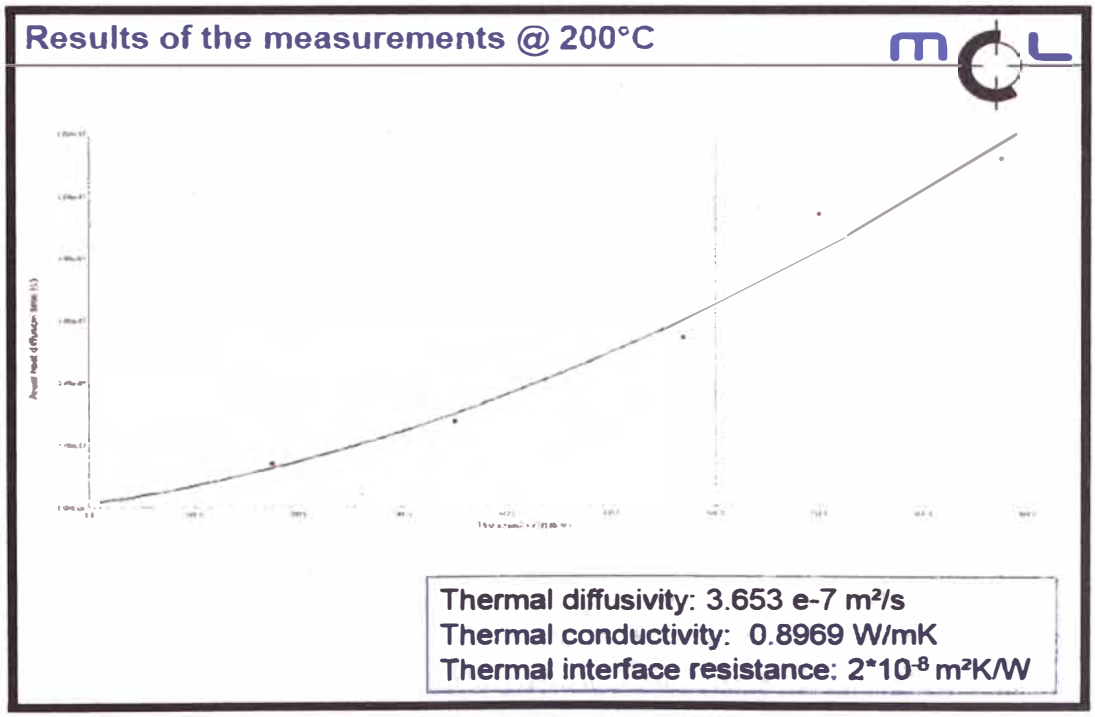


Figura 56. Tiempo de difusión de calor areal vs espesor de pentóxido de niobio en una temperatura de 200°C

4.4.1.5. Relación temperatura y conductividad térmica

En la tabla 16 se puede ver los distintos valores de la difusividad térmica, conductividad térmica y resistencia de interfaces a distintas temperaturas. Se ve que la conductividad térmica tiene una tendencia creciente con respecto a la a la temperatura. Se puede observar que el coeficiente de conductividad térmica se encuentra en los valores de 0.82 y 0.9 $^{W}/_{m\,K}$ por lo cual podemos confirmar que se encuentra en el rango de los óxidos, encontrándose en valores cercanos a 1 $^{W}/_{m\,K}$ como nos indica las características generales de pentóxido de niobio.

Temperature [°C]	Thermal diffusivity [m²/s]	Thermal conductivity [W/mK]	Thermal interface resistance [m²K/W]
26	3.818e-7	0.82	3e-8
100	3.753e-7	0.87	2e-8
150	3.641e-7	0.87	2e-8
200	3.653e-7	0.90	2e-8

Tabla 16. Valores calculados de conductividad térmica a distintas temperaturas

La difusividad térmica tiene un error aproximado de 7%. La conductividad térmica fue calculada usando la medida de difusividad térmica multiplicada por el calor específico y la densidad del material. En la figura 57 se ve la como difusividad térmica varía según la temperatura. [32]

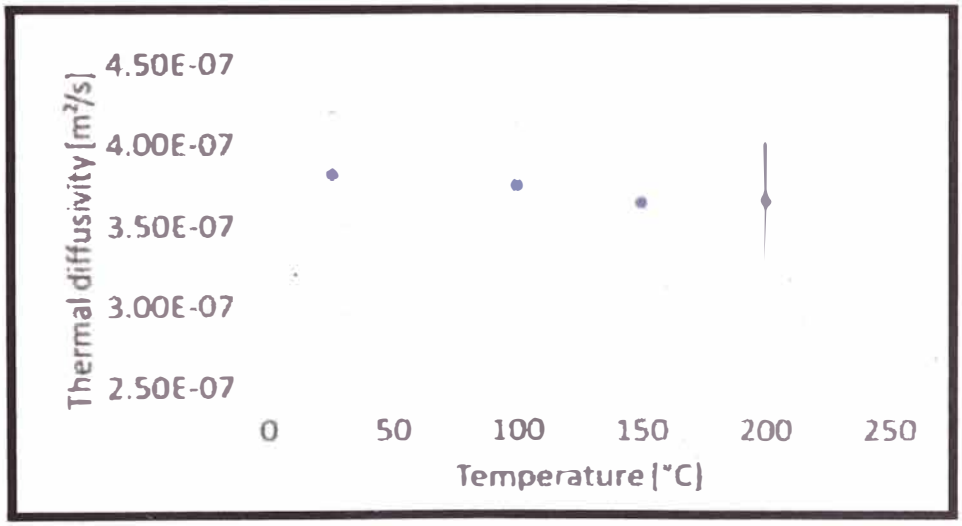


Figura 57. Difusividad térmica vs Temperatura del pentóxido de niobio

En la figura 58 se ve la variación de la conductividad térmica según la temperatura pudiendo obtener una línea de tendencia según la temperatura y la conductividad térmica la cual está definida por λ=0.0004T+0.6971 donde λ es la conductividad térmica y T es la temperatura en grados Kelvin.

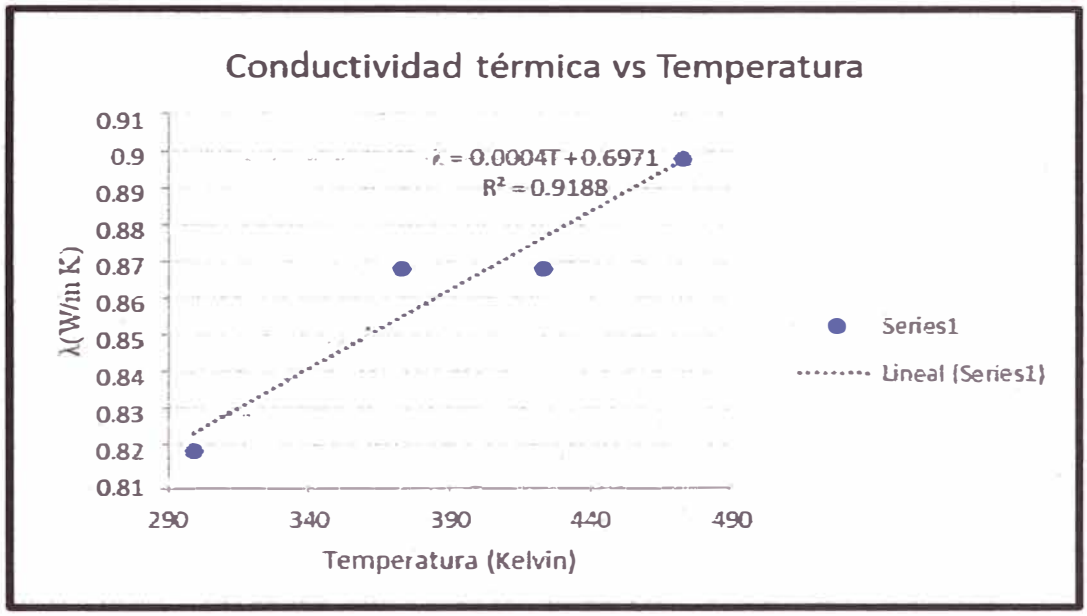


Figura 58. Conductividad térmica vs temperatura del pentóxido de Niobio

4.4.2. Resultados de conductividad térmica por el método de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) para multicapas de cromo pentóxido de niobio y dióxido de silicio

Se tomarán espesores que se han colocado sobre vidrio como se ve en la tabla 17 para poder analizar la variación o diferencia entre los valores teóricos y los experimentales. Se analizarán las muestras X1, X2, X3 y X4 los cuales sus espesores del dióxido de silicio y del pentóxido de niobio están en relación de 1 a 2.98 respectivamente. [31,55]

N°	Layer	ZP1 (espesor)	ZP2 (espesor)	X1 (espesor)	X2 (espesor)	X3 (espesor)	X4 (espesor)
1	Cr	100nm	100nm	100nm	100nm	100nm	100nm
2	SiO_2	17.7 nm	11.8 nm	16.35nm	10.9nm	5.45nm	21.8nm
3	Nb_2O_5	24.3nm	16.2nm	48.84nm	32.56nm	16.28nm	65.12nm
4	SiO_2	17.7 nm	11.8 nm	16.35nm	10.9nm	5.45nm	21.8nm
5	Nb_2O_5	24.3nm	16.2nm	48.84nm	32.56nm	16.28nm	65.12nm
6	SiO_2	17.7 nm	11.8 nm	16.35nm	10.9nm	5.45nm	21.8nm
7	Nb_2O_5	24.3nm	16.2nm	48.84nm	32.56nm	16.28nm	65.12nm
8	SiO_2	17.7 nm	11.8 nm	16.35nm	10.9nm	5.45nm	21.8nm
9	Nb_2O_5	24.3nm	16.2nm	48.84nm	32.56nm	16.28nm	65.12nm
10	SiO_2	17.7 nm	11.8 nm	16.35nm	10.9nm	5.45nm	21.8nm
11	Nb_2O_5	24.3nm	16.2nm	48.84nm	32.56nm	16.28nm	65.12nm
12	SiO_2	17.7 nm	11.8 nm	16.35nm	10.9nm	5.45nm	21.8nm
13	Nb_2O_5	24.3nm	16.2nm	48.84nm	32.56nm	16.28nm	65.12nm
14	SiO_2	17.7 nm	11.8 nm	16.35nm	10.9nm	5.45nm	21.8nm
15	Nb_2O_5	24.3nm	16.2nm	48.84nm	32.56nm	16.28nm	65.12nm
16	SiO_2	17.7 nm	11.8 nm	16.35nm	10.9nm	5.45nm	21.8nm
17	Nb_2O_5	24.3nm	16.2nm	48.84nm	32.56nm	16.28nm	65.12nm
18	SiO_2	17.7 nm	11.8 nm	16.35nm	10.9nm	5.45nm	21.8nm
19	Nb_2O_5	24.3nm	16.2nm	48.84nm	32.56nm	16.28nm	65.12nm
20	SiO_2	17.7 nm	11.8 nm	16.35nm	10.9nm	5.45nm	21.8nm
21	Nb_2O_5	24.3nm	16.2nm	48.84nm	32.56nm	16.28nm	65.12nm
22	Cr	100nm	100nm	100nm	100nm	100nm	100nm

Tabla 17. Tabla de espesores de multicapas

4.4.2.1. Resultados de medición experimental con el equipo Nano TR en multicapas sobre sustratos de vidrio.

Se hicieron pruebas de Método Laser Flash Ultrarrápido para las muestras de X1, X2, X3 y X4 se pudieron generar las curvas normalizadas de reflectividad como en las figuras 59, 60 y 61; calculando el tiempo de difusión de calor areal "A" para lo cual podremos hacer la comparación de con la figura 112 para poder estimar el valor de la resistencia de interfaces entre capas. Las curvas normalizadas se han generado a la temperatura de 26 °C para lo cual podremos ver el área debajo de las curvas con respecto al eje y se podrá calcular el tiempo de difusión de calor areal.

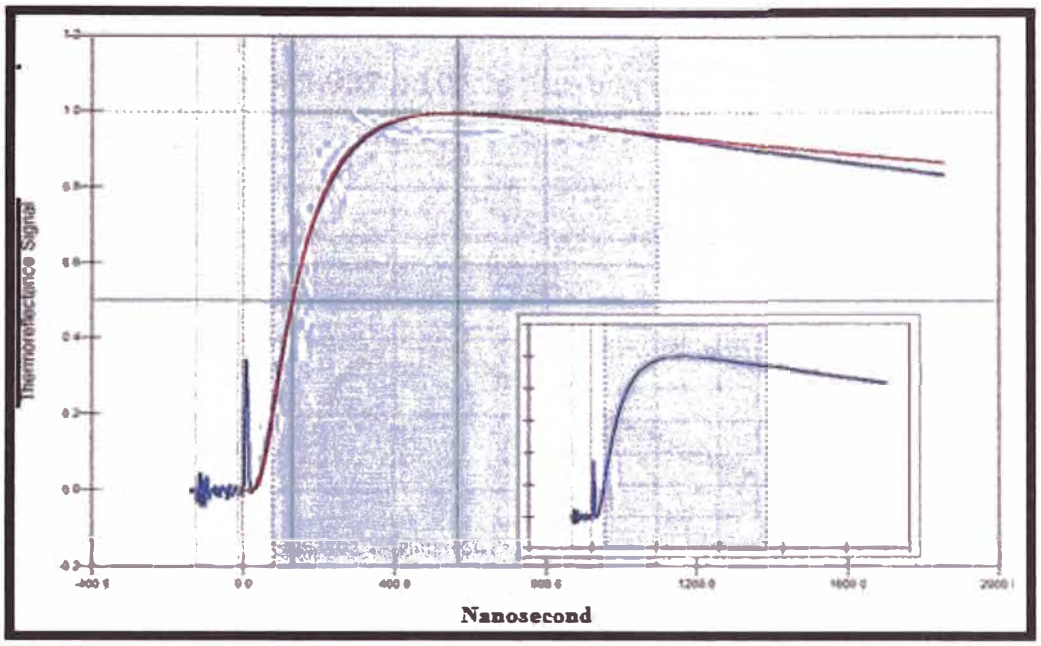


Figura 59. Curva normalizada para la muestra X2 a 26°C

En la figura 59 con la curva normalizada, se pudo calcular el valor del tiempo de difusión de calor areal, el cual es A= 5.598 x 10^{-8} s para un espesor del wafer de 434.6 nm como se ve en la tabla 18.

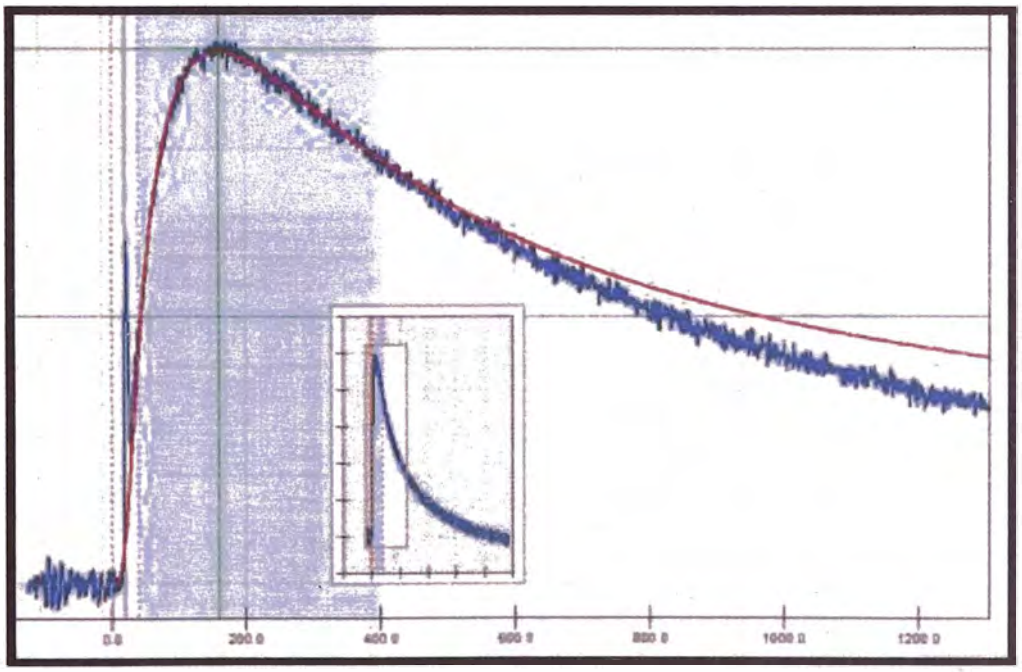


Figura 60. Curva normalizada para la muestra X3 a 26°C

En la figura 60 con la curva normalizada, se pudo calcular el valor del tiempo de difusión de calor areal, el cual es A= 3.937×10^{-7} s para un espesor del wafer de 869.2 nm como se ve en la tabla 18.

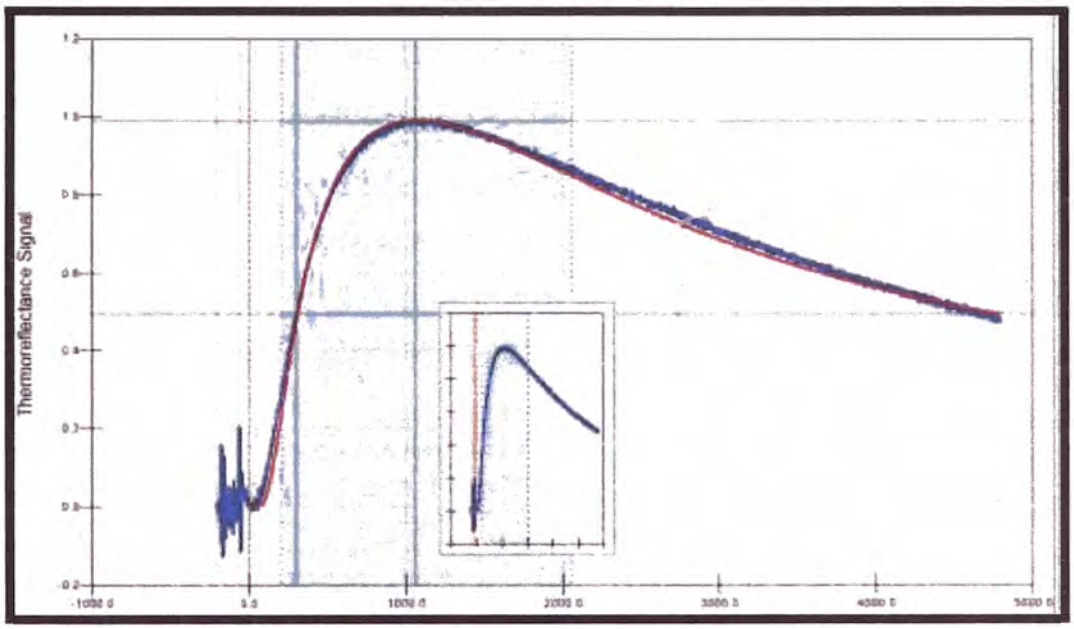


Figura 61. Curva normalizada para la muestra X4 a 26°C

En la tabla 18 se ha comparado los espesores de los wafer de las multicapas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio con el tiempo de difusión de calor areal para las muestras X1, X2, X3 y X4.

Sample	Layers	Overall thickness [nm]	Areal heat diffusion time [s]
X1	10 layers of Nb2O5(48.84 nm) / 10 layers of Si2O (16.35 nm)	651.9	3.819e-007
X2	10 layers of Nb2O5(32.56 nm) / 10 layers of Si2O (10.9 nm)	434.6	1.630e-007
X3	10 layers of Nb2O5(16.28 nm) / 10 layers of Si2O (5.45 nm)	217.3	5.598e-008
X4	10 layers of Nb2O5(65.12 nm) / 10 layers of Si2O (21.8 nm)	869.2	3.937e-007

Tabla 18. Tabla de Tiempo de difusión de calor areal experimental en cada muestra

Para poder estimar de manera más exacta los valores de conductividad térmica del pentóxido de niobio y dióxido de silicio los cuales elegimos como de $\lambda_{SiO2} = 1.3\ {}^{W}/_{m\ K}$ y $\lambda_{Nb2O5} = 1.2\ {}^{W}/_{m\ K}$,como los valores experimentales del tiempo de difusión de calor areal hallados en el equipo Nano TR como se ve en la tabla 18, podremos confirmar se estos valores pueden ser usados en el análisis al comparar, sí estos generan una curva cuando $R_s = 0\ {}^{m^2\ K}/_{W}$, el cual es un valor teórico cuando no existe resistencias de interfaces pero experimentalmente sabemos que $R_s \neq 0$ y que las resistencias de interfaces existen y son mayores a cero; por lo que los valores experimentales deben estar siempre por encima de esta curva. Ver figura 62. [19]

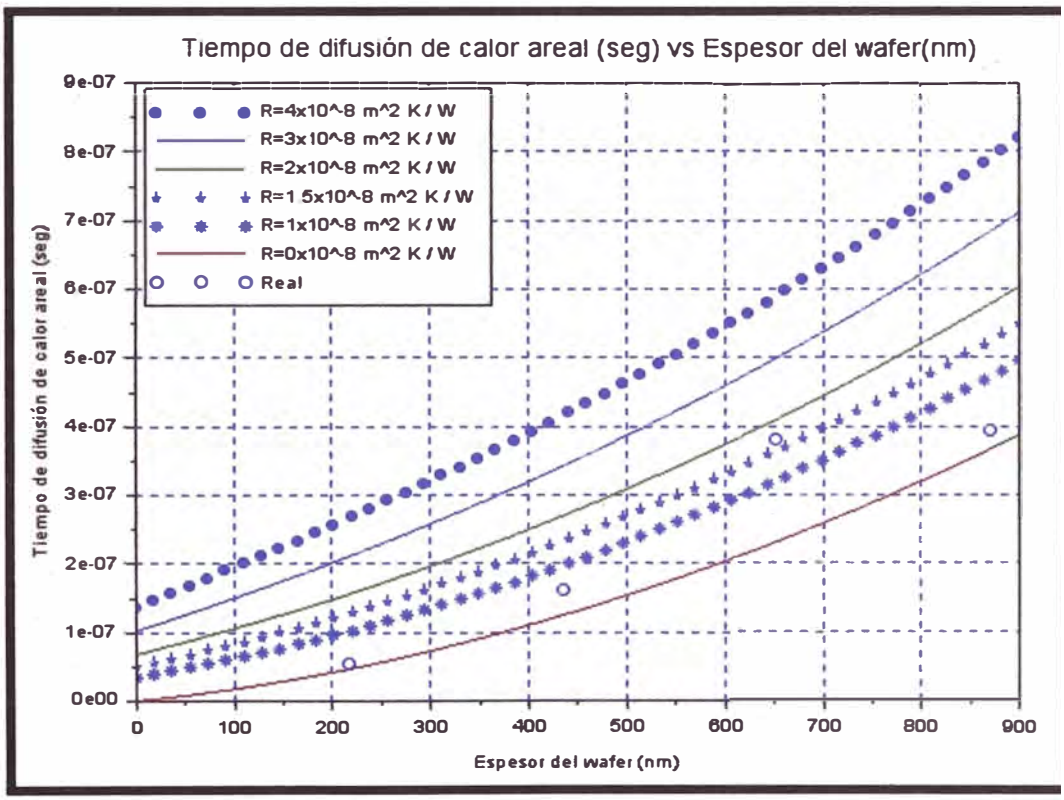


Figura 62. Curvas de Tiempo de difusión de calor areal vs el espesor wafer de multicapas a 26°C

Como vemos en la figura 63 los cuatro puntos de para las muestras X1, X2, X3 y X4 generando una línea de tendencia punteada de color rojo; al ver los límites entre los que se encuentran la línea podemos estimar la resistencia de interfaces entre capas la cual tendrá un valor entre $R_s = 1x\ 10^{-8}\ {}^{m^2\ K}/_{W}$. Se han realizado las curvas de tiempo de

difusión de calor areal para distintos valores del coeficiente de conductividad térmica del pentóxido de niobio y dióxido de silicio; ya que para el análisis matemático, hemos asumido un valor teórico, pero en la experimentación este puede ser ligeramente menor o mayor, porque se eligió los valores de $\lambda_{SiO2} = 1.3\,{}^{W}/_{m\,K}$ y $\lambda_{Nb2O5} = 1.2\,{}^{W}/_{m\,K}$; vemos que la variación es mínima y que la resistencia térmica de interfaces aún se puede estimar en $R_s = 1x\,10^{-8}\ m^2\,{}^{K}/_{W}$.

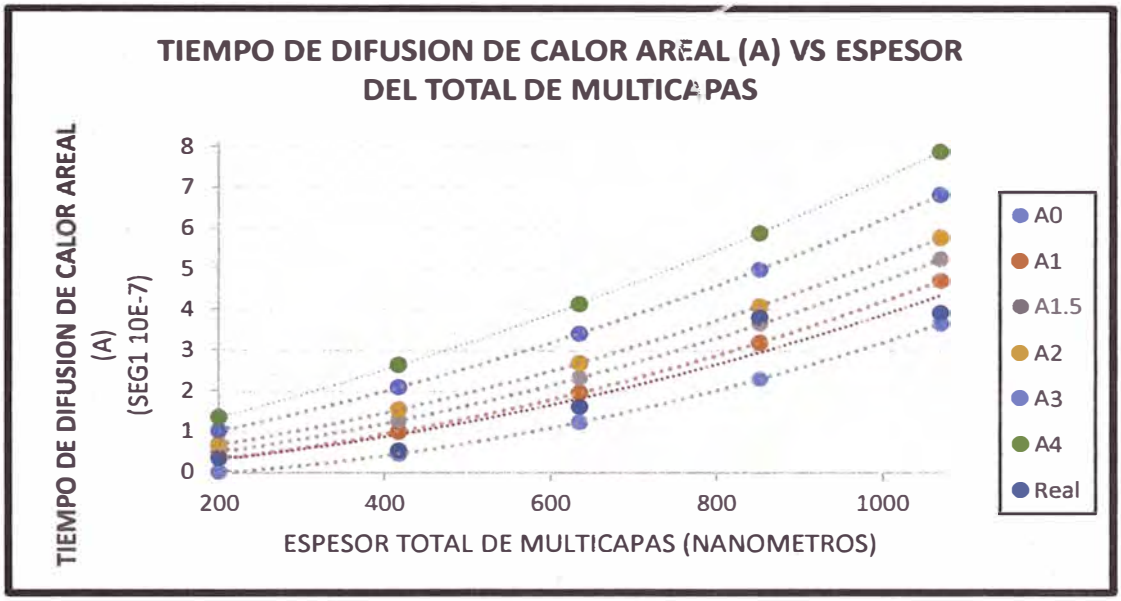


Figura 63. Curvas de Tiempo de difusión de calor areal vs el espesor total de multicapas con $\lambda_{SiO2} = 1.3\ {}^{W}/_{m\,K}$; $\lambda_{Nb2O5} = 1.2\ {}^{W}/_{m\,K}$ a 26°C

4.4.2.1.1. Resultados de aproximación por mínimo error cuadrático para cálculo de conductividad térmica de pentóxido de niobio, conductividad térmica de dióxido de silicio y resistencia de interfaces en multicapas.

Tomando los datos experimentales de la tabla 18 para multicapas son:

$wf = \{651.9, 434.6, 217.3, 869.2\}$ espesores de wafer en nanómetros

$Ax = \{3.819x10^{-7},\ 1.63x10^{-7},\ 0.5598x10^{-7},\ 3.937x10^{-7}\}$ los tiempos de difusión de calor areal experimental en segundos.

Se hallará el error para cada una de las cuatro muestras respecto al tiempo de difusión areal teórico (A) asumiendo valores de λ_{Nb2O5}, λ_{SiO2} y R_s. Usando las ecuaciones

podremos hallar el mínimo error cuadrático. Usando las ecuaciones 89 y 90 tenemos que al analizar 4 muestras. Se han tomado los siguientes valores:

- Para los valores de conductividad térmica de pentóxido de niobio elegimos valores cercanos a $\lambda_{Nb2O5} = 1\ {}^{W}/_{m\ K}$ según la bibliografía del pentóxido de niobio; $\lambda_{SiO2} = 0.8 - 1.4\ {}^{W}/_{m\ K}$ [75]; resistencia de interfaces se tomarán valores en $10^{-8}\ m^2\ {}^{K}/_{W}$

$\lambda_{Nb2O5} = \{0.8, 0.81, 0.82, , \ldots, 1.14, 1.15, 1.16, 1.17, 1.18, 1.19, 1.2\}$= 41 elementos
$\lambda_{SiO2} = \{0.8, 0.81, 0.82, , \ldots, 1.34, 1.35, 1.36, 1.37, 1.38, 1.39, 1.4\}$= 61 elementos
$R_s = \{0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1, 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5\}$=16 elementos

Se analizaron las 40016 combinaciones distintas para poder determinar el mínimo error cuadrático.

```
ans  =
 "Minimo error cuadrático"
ans  =
  1.093D-14
ans  =
 "knb/coeficiente de conductividad termica del pentoxido de niobio"
ans  =
  1.19
ans  =
 "ksi/coeficiente de conductividad termica del dioxido de silicio"
ans  =
  1.32
ans  =
 "resistencia de interfaces minima en 10^-8 m^2 K "
rb  =
  0.7000000
ans  =
 "numero de combinaciones posibles"
com  =
  40016.
```

Figura 64. Cálculo de mínimo error cuadrático en SCILAB

Una vez obtenido los valores de conductividad térmica del pentóxido de niobio $\lambda_{Nb2O5} = 1.19\ {}^{W}/_{m\ K}$ y dióxido de silicio $\lambda_{SiO2} = 1.32\ {}^{W}/_{m\ K}$, así como la resistencia de interfaces $R_s = 0.7 \times 10^{-8}\ m^2\ {}^{K}/_{W}$ se puede generar la Curva de tiempo de calor areal como el mejor ajuste con el mínimo error cuadrático; el cual es de $E_c = 1.093 \times 10^{-14}\ s^2$ como se ve en la figura 65.

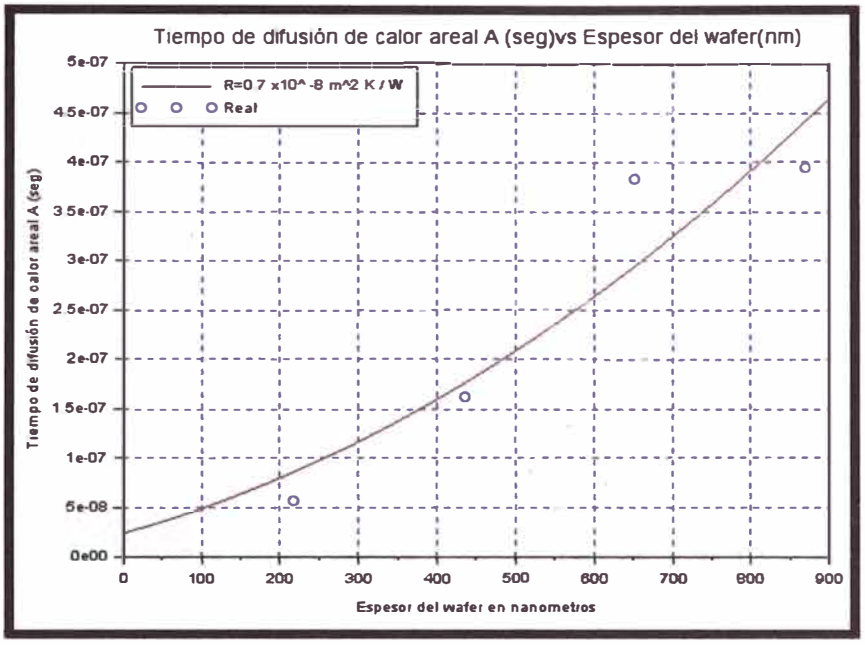


Figura 65. Curva de Tiempo de difusión de calor areal vs espesor de wafer $R_s = 0.7\,x10^{-8}\ m^2\,K/_W$, $\lambda_{SiO2} = 1.32\ W/_{m\,K}$ y $\lambda_{Nb2O5} = 1.19\ W/_{m\,K}$

4.4.2.1.2. Resultados de medición de resistencia térmica de wafer de pentóxido de niobio y dióxido de silicio en la multicapa.

Usando los valores de las muestras X1, X2, X3 y X4 podemos los valores de $\sum R_{ox}$, $\sum R_{int}$, Rt , se hallará que porcentaje de la resistencia total wafer perteneces a la resistencia térmica total el wafer (%Rt). En la tabla 22 se muestran los valores calculados con $R_s = 0.7\ x\ 10^{-8}\ m^2\,K/_W$ el cual se ha podido estimar en la sección 4.4.2.1. [40]

M9	SiO_2 (nm)	Nb_2O_5 (nm)	Wafer (nm)	ΣRox (m^2K/W)	ΣRint (m^2K/W)	ΣRt (m^2K/W)	ΣRint=%Rt
X1	16.35	48.84	651.9	5.3428E-07	1.33E-07	6.6728E-07	19.93%
X2	10.9	32.56	434.6	3.5619E-07	1.33E-07	4.8919E-07	27.19%
X3	5.45	16.28	217.3	1.7809E-07	1.33E-07	3.1109E-07	42.75%
X4	21.8	65.12	869.2	7.1238E-07	1.33E-07	8.4538E-07	15.73%

Tabla 19. Tabla experimental de resistencias térmicas de cada muestra

En la figura 67 se podrá ver las curvas de como varia el porcentaje de la resistencia térmica del wafer % Rt, perteneciente a la sumatoria de resistencias de interfaces usando la ecuación 143. Se analizaron a para distintos valores de Rs los cuales son: $R_s =$

$0.7 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$, $R_s = 1 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$, $R_s = 1.5 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$, ya que como vimos anteriormente la resistencia de interfaces se encuentra en el valor de $0.7 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$ generando una curva de color rojo como se ve en la figura 67. De la curva deducimos la importancia de las resistencias térmicas de interfaces en la escala de los nanómetros entre más pequeño sea, que se encuentre entre 0 a 1000 nm de espesor, mayor será el nivel de porcentaje perteneciente a las resistencias de interfaces; pero esta irá disminuyendo conforme más grande se hagan los espesores de las capas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio cual a su vez harán que el espesor del wafer sea mayor.

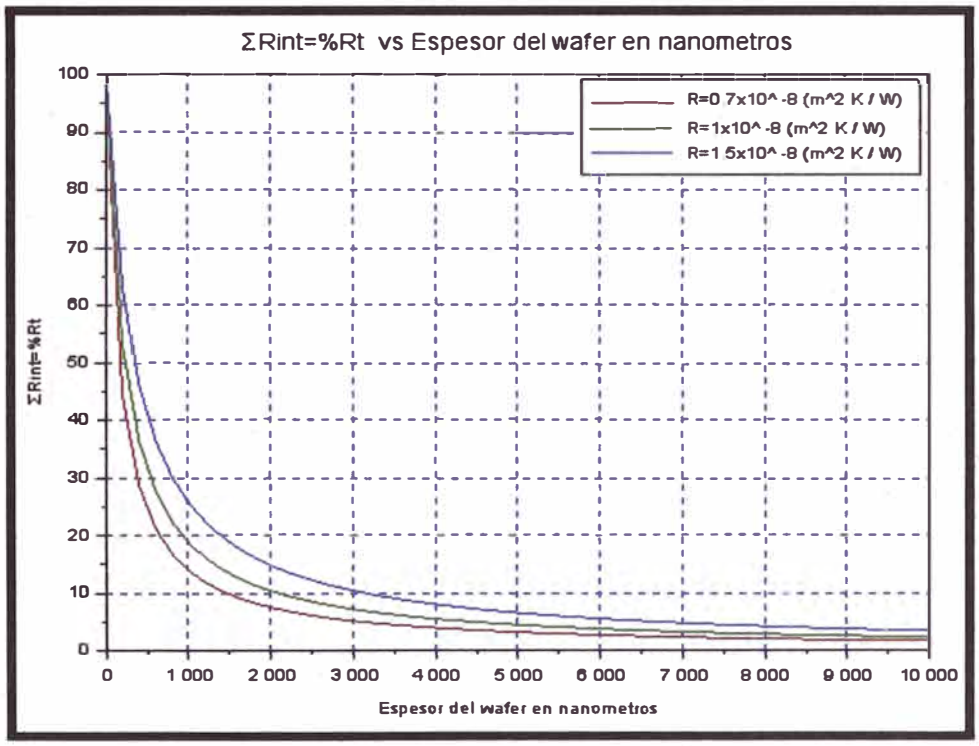


Figura 67. Porcentaje de la resistencia de wafer vs espesor del wafer

En la figura 124 se ve el valor de las resistencias totales para multicapas de pentoxido de niobio y dioxido de silicio; resistencia termica total de una capa de pentoxido de niobio y resistencia termica total de una capa de dioxido de silicio. Como se vio en la figura 52. Para determinar estas funciones se han usado las ecuaciones 143, 144 y 145.

En la recta de color roja representará la resistencia termica total de las multicapas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio con los siguientes valores: $\lambda_{Nb2O5} = 1.19\ W/_{m\ K}$, $\lambda_{SiO2} = 1.32\ W/_{m\ K}$ y $R_s = 0.7 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$ los cuales se hallaron en la seccion 4.4.2.1.1. con los mismos parametros se hicieron las rectas celestes y verdes para las capas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio respectivamente.

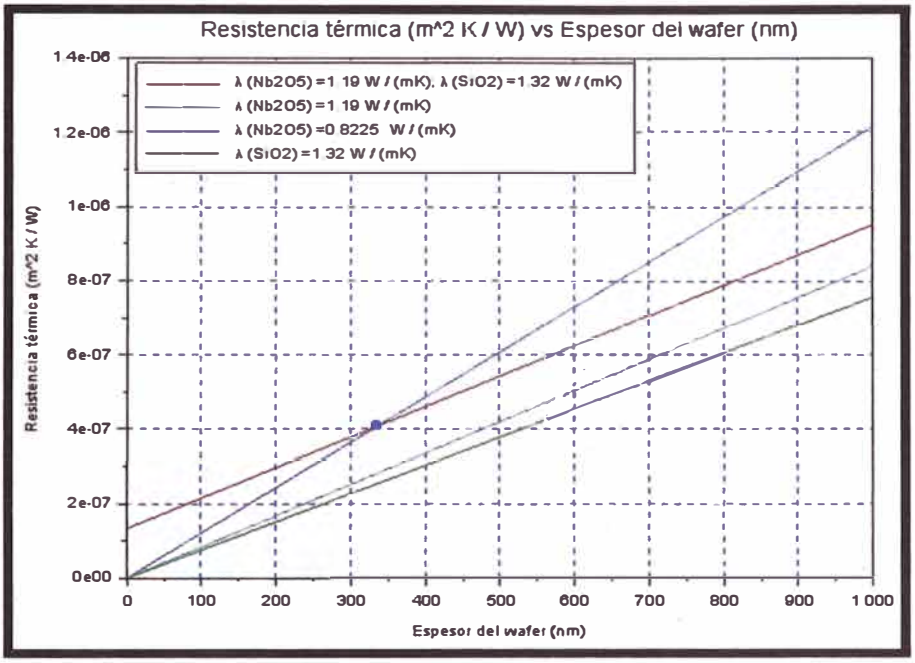


Figura 68. Resistencia térmica total vs espesor del wafer en escala manométrica

Al comparar las rectas de la figura 68 podemos determinar que a escala manométrica el wafer de multicapas genera una resistencia térmica total mayor que la capa de pentóxido de niobio y la capa de dióxido de silicio con los mismos parámetros de conductividad térmica, esto se debe a la presencia de resistencia térmica de interfaces entre los materiales en el wafer de multicapas. Se ve también que al comparar las rectas rojas y azul se ve que estas se interceptan en un punto como se ve que la figura 68; esto nos indica que el wafer de multicapas será mayor hasta cuando el espesor de sea igual a 335.66 nm de espesor después de ese punto la resistencia térmica de la capa de pentóxido de niobio será mayor a la del wafer de multicapa; esto se debe a que su $\lambda_{Nb2O5} = 0.8225\ {}^{W}/_{m\ K}$ es menor que las demás haciendo que su pendiente sea mayor

Si se continúa analizado las rectas entrando a la escala micrométrica como se ve en la figura 69, vemos que en un punto la resistencia térmica total de la capa de pentóxido de niobio será mayor a la resistencia térmica total del wafer en multicapas cuando estos tienen los mismos parámetros, esto se debe a que la resistencia térmica de interfaces permanece constante y mientras mayor sea el espesor, menor valor será el porcentaje de la resistencia de interfaces respecto al porcentaje total de resistencia como se vio en la figura 67.

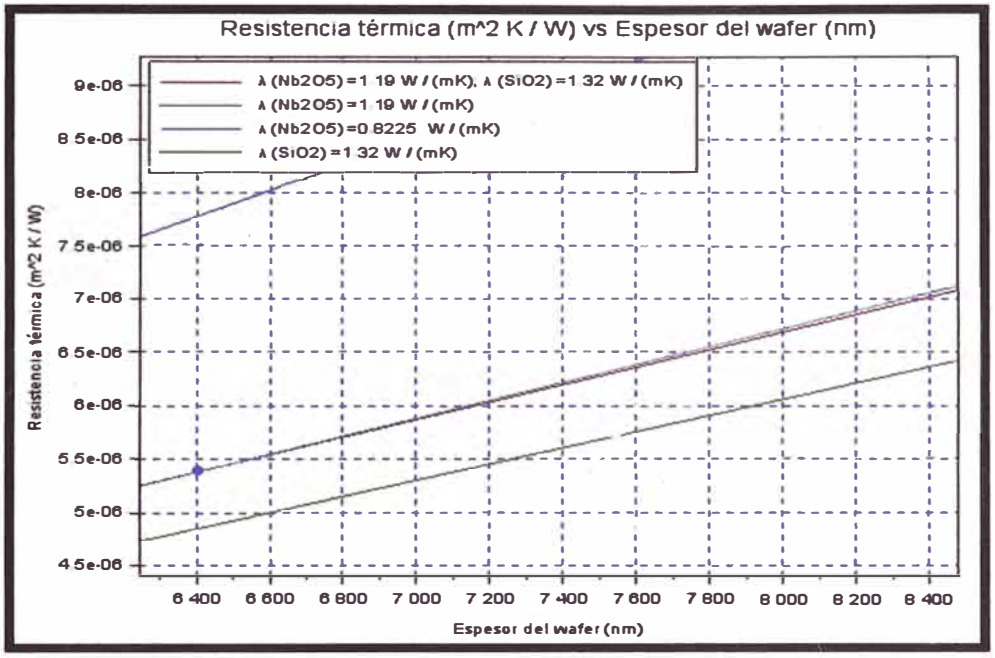


Figura 69. Resistencia térmica total vs espesor del wafer en escala micrométrica

Se calculó de tiempo de difusión de areal en tres capas y en multicapas como se ve en la figura 69. Se usará este método para comparar los tiempos de calor areal ya que estos serán mayores entre mayor sean las resistencias térmicas totales que ralentizan el paso del calor, en este caso se mantendrá el valor de la resistencia térmica de interfaces $R_b = 0.7 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_W$ para todas las multicapas y capas.

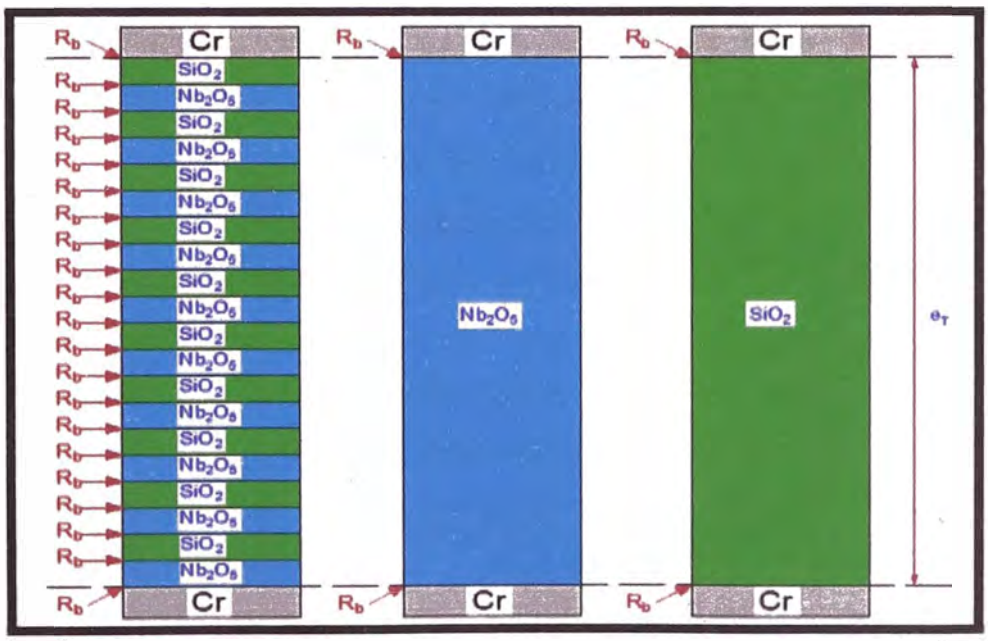


Figura 70. Esquemas de capas y multicapas para la comparación de los tiempos de difusión de calor areal en estado transitorio

Al generar las curvas de tiempo de difusión de calor areal para cada tipo de capa y multicapa como se ve en la figura 71 vemos que el tiempo de difusión de calor areal en el wafer de multicapas en mayor que de las otras capas individuales de pentóxido de niobio y dióxido de silicio en la escala de los nanómetros cuando estos tienen los mismos parámetros de conductividad térmica $\lambda_{Nb2O5} = 1.19\ {}^{W}/_{m\,K}$, $\lambda_{SiO2} = 1.32\ {}^{W}/_{m\,K}$ y $R_s = 0.7 \times 10^{-8}\ m^2\ {}^{K}/_{W}$.

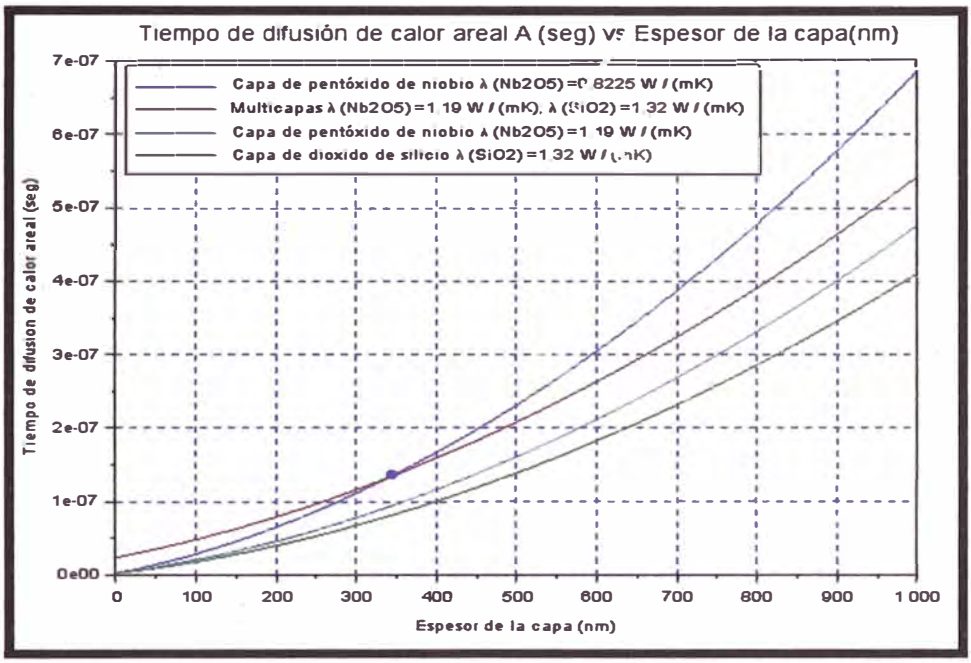


Figura 71. Tiempo de difusión de calor areal para cada tipo de capa y multicapa

En la figura 71 se ve que cuando se comparan las curvas de tiempo de difusión de calor areal para el wafer de multicapas y la capa de pentóxido de calor con $\lambda_{Nb2O5} = 0.8225\ {}^{W}/_{m\,K}$, se ve que el tiempo de difusión de calor areal será mayor para la wafer de multicapas hasta el punto donde se intersectan las curvas que será en 345 nm, después de este punto el tiempo de difusión de calor de la capa de pentóxido de niobio será mayor al del wafer de multicapas. Sabemos que entre mayor sea la resistencia térmica total mayor el tiempo de difusión de calor areal por lo que las curvas deberían cruzarse en el mismo punto, pero al comparar los puntos hallados en las figuras 71 y 68 vemos una diferencia de 9.33 nm, esta diferencia se debe a que en el estado transitorio se han considerado las dos capas de cromo y las 2 resistencias de interfaces que se generadas por las capas de cromo las cuales generaran un aumento de la resistencia térmica, haciendo que las curvas se interceptan un poco más hacia la derecha causando una diferencia de 9.33 nm.

4.4.2.2. Resultados de medición experimental con el equipo Nano TR en multicapas sobre sustratos de zafiro.

Se ha recubierto sustratos de zafiro para su análisis de multicapas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio como se vio en la figura 41 con espesores distintos como se ve en la tabla 20; las muestras de zafiro están definidas como ZP1 y ZP2.

Sample	Layers	Overall thickness [nm]	Areal heat diffusion time [s]
ZP1	10 layers of Nb2O5(24 3 nm) / 10 layers of Si2O (17.7 nm)	420	1.303e-007

Sample	Layers	Overall thickness [nm]	Thermal diffusivity [m²/s]
ZP2	10 layers of Nb2O5(16.2 nm) / 10 layers of Si2O (11.8 nm)	280	not measureable

Tabla 20. Tabla de tiempo de difusión de calor areal experimental en cada muestra sobre zafiro

De forma experimental se pudo hallar la curva normalizada como se ve en la figura 72 para la muestra ZP1 con un espesor de wafer de 420 nm calculando el tiempo de difusión de calor areal "A". Las curvas normalizadas se han generado a una temperatura de 26 °C.

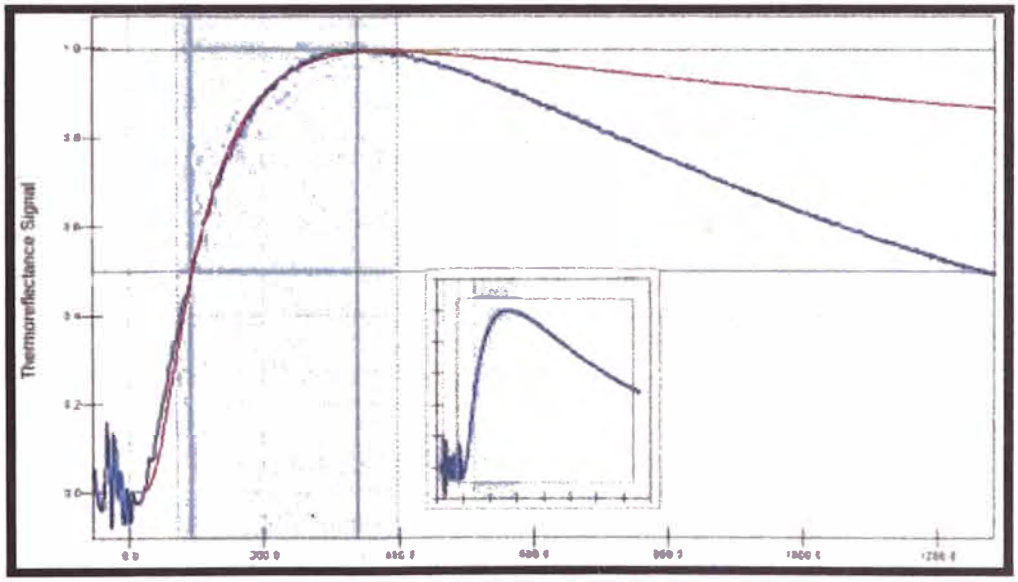


Figura 72. Curva normalizada para la muestra ZP1 en 26°C

En la figura 132 se puede ver puede ver que no es posible obtener la curva normalizada usando la técnica Laser Flash Ultrarrápido para la muestra ZP2, una de las razones es que

no se ha podido obtener capas uniformes y las interfaces entre capas son muy pronunciadas, por esta razón en importante hacer la deposición de los materiales tomando valores de presión, temperatura, voltaje y corriente de manera constante para todo el proyecto. No se puede calcular de manera exacta solo con la medida de ZP1.

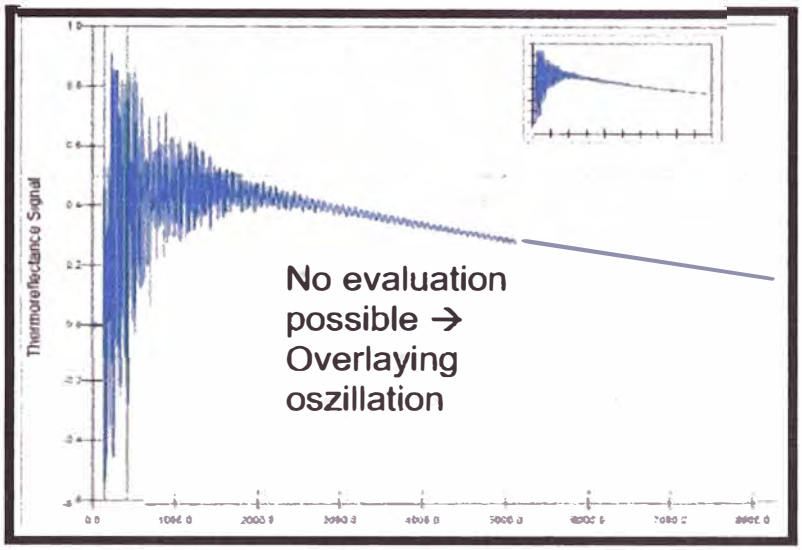


Figura 73. Grafica experimental para la muestra ZP2 a 26°C

4.5. Resultados de análisis de barreras térmicas de pentóxido de niobio sobre piezas de aluminio

Se analizará los resultados de usar el pentóxido de niobio como barrera térmica sobre piezas de aluminio como se vio en el fundamento teórico de barreras térmicas en la sección 2.6. asumiendo que la conductividad térmica de pentóxido de niobio es de 1 $^{W}/_{m\,K}$. [66]

4.5.1. Resultados de análisis térmico con conducción térmica unidimensional en placa circular de aluminio

En la figura 74 se ve las curvas de variación de temperatura vs espesor para compararlos cuando las piezas circulares que están sin recubrimiento (curva de color rojo) y con recubrimiento (curva de color azul), tomaremos temperatura inicial de 526.3 K y temperatura final de 510.5 K y las dimensiones de la placa circular de aluminio según el anexo 11; vemos que la diferencia entre las pendientes para las distintas piezas. En la curva azul en la primera sección se verá la caída de temperatura en el recubrimiento de pentóxido de niobio, en la segunda sección se verá la sección del aluminio y como varia

hasta llegar a la temperatura de 510.5 K; al hacer la comparación de curvas podemos ver que el recubrimiento térmico de pentóxido de niobio ayudará a poder disminuir la temperatura dentro del pentóxido de niobio lo cual hará que el calor de conducción que atraviesa el material disminuya.

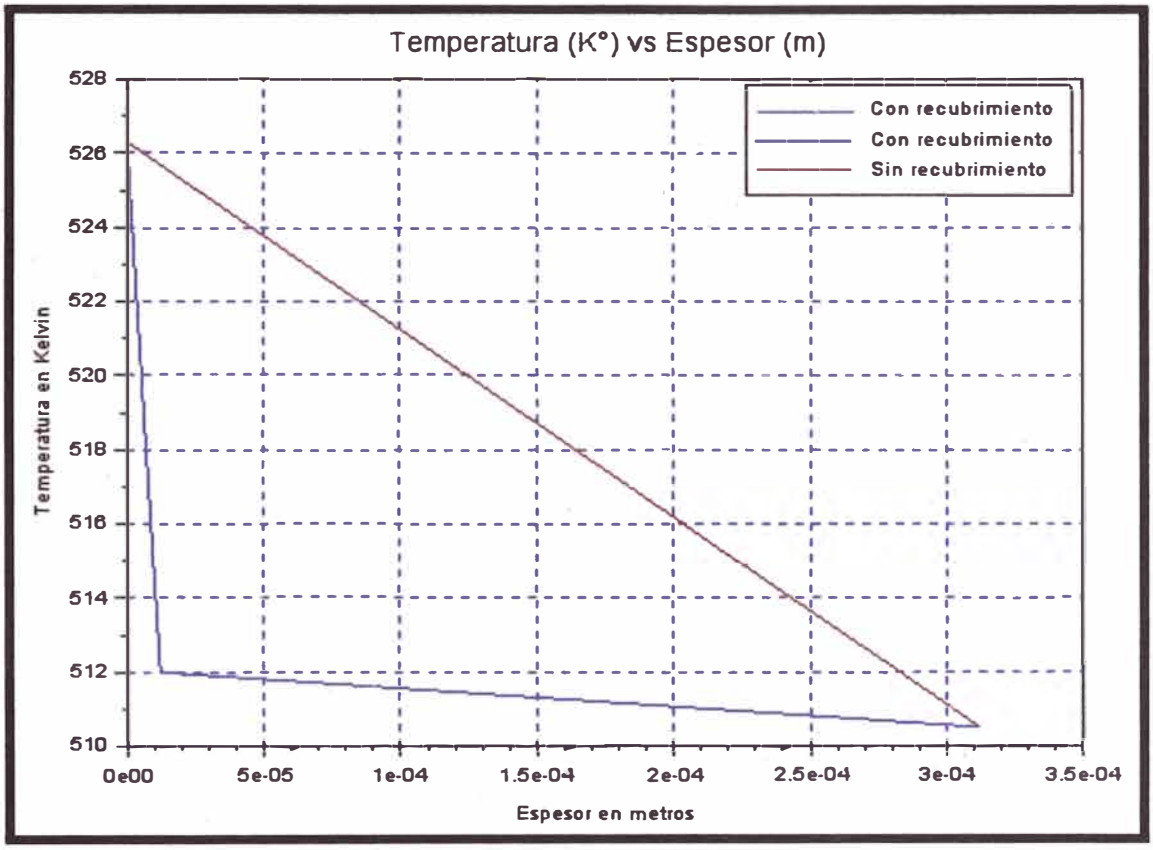


Figura 74. Gráfica Temperatura en K vs espesor (μm) en placa circular

Los resultados generados por el programa en SCILAB usado en el anexo 9 para poder hallar la temperatura T_3=511.99 K en la interface entre las capas de pentóxido de niobio y el material de aluminio. Podremos hallar el flujo de calor cuando la pieza esta sin recubrir q_1=22523.778 Watts y cuando el material está recubierto el flujo de calor será q_2=2214.4801 Watts por lo podemos concluir que la capa de 12.1833 μm de pentóxido de niobio hará que el flujo de calor disminuya cuando se recubre la pieza.

4.5.1.1. Resultados de análisis térmico con SOLIDWORKS Simulation en una placa circular de aluminio

Para poder ver la variacion de tenperatura en cada espesor de la placa circular se ha usado el Solidworks Simulation con este programa se verá que la temperatura pasa de forma diferente a traves de una pieza son recubrimiento a una pieza con recubrimiento de pentoxido de niobio, la cual hará que la mayor variación de temperatura a traves del espesor se encontrará en la capa de pentóxio de niobio.

En la figura 75 se puede ver el análisis térmico en SOLIDWORKS que se realizó en una placa de circular de 50 mm de diámetro con un espesor de 0.31 mm, con ello podremos hacer una comparación de análisis térmico con una pieza recubierta. Ver Anexo 11. En la figura 75 se observa cómo es el cambio de temperatura a través del espesor de la placa de aluminio en las caras de las placas se ha trabajado con temperaturas de 526.3 K a 510.5 K en las caras de la placa de aluminio. Vemos que la variación de temperatura se va mantiene como lo vimos en la figura 29 a).

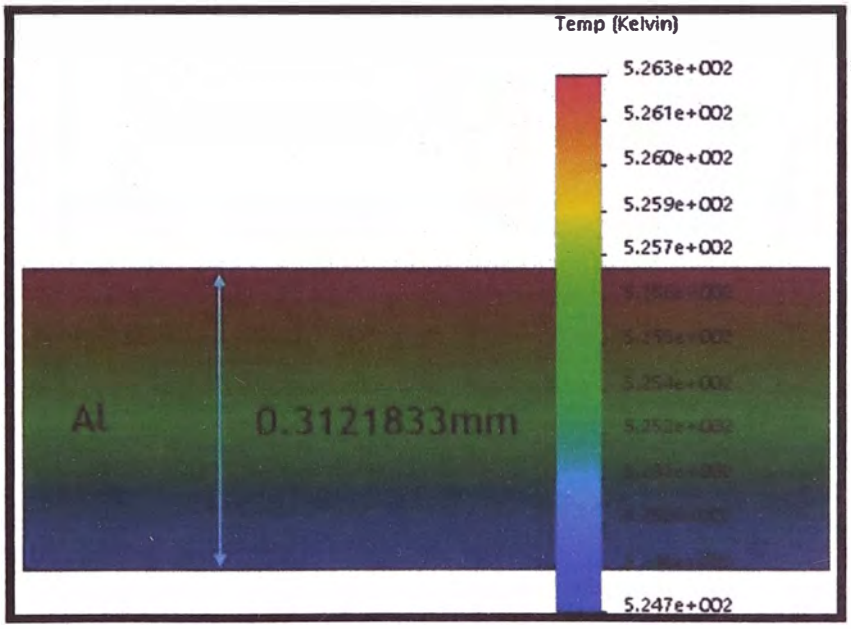


Figura 75. Vista del cambio de temperatura a través del espesor del disco sin recubrimiento

En la figura 76 se observa cómo es el cambio de temperatura a través del espesor de la placa de aluminio con un recubrimiento de Pentóxido de Niobio de 12.1833 μm; haciendo una vista de acercamiento se puede ver que la mayor variación de temperatura va a ocurrir en el recubrimiento de pentóxido de niobio, por los colores podemos ver que la temperatura va a tener un gran cambio cuando pasa de la capa de óxido a la placa de

aluminio. Esta variación ya lo habíamos visto en la Figura 29 b); comprobando que el calor conducción en mucho menor cuando se tiene el recubrimiento como se ha demostrado en la ecuación 102.

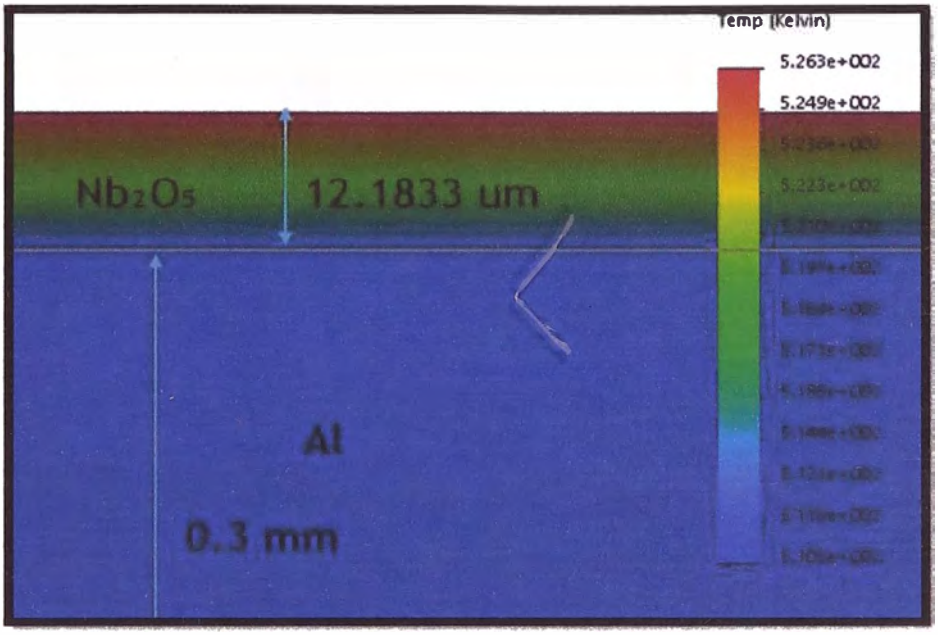


Figura 76. Vista detallada de cambio de temperatura a través del espesor del disco con recubrimiento de Pentóxido de Niobio

4.5.2. Resultados de análisis térmico con conducción térmica unidimensional en cilindro hueco de aluminio

En la figura 77 se ve las curvas de variación de temperatura vs espesor para compararlos cuando las piezas están sin recubrimiento (curva de color rojo) y con recubrimiento (curva de color azul), tomaremos temperatura inicial de 623 K y temperatura final de 473 K y las dimensiones del cilindro según el anexo 10; vemos que la diferencia entre las pendientes para las distintas piezas. En la curva azul en la primera sección se verá la caída de temperatura en el recubrimiento de pentóxido de niobio, en la segunda sección se verá la sección del aluminio y como varia hasta llegar a la temperatura de 473 K; al hacer la comparación de curvas podemos ver que el recubrimiento térmico de pentóxido de niobio ayudará a poder disminuir la temperatura dentro del pentóxido de niobio lo cual hará que el calor de conducción que atraviesa el material disminuya.

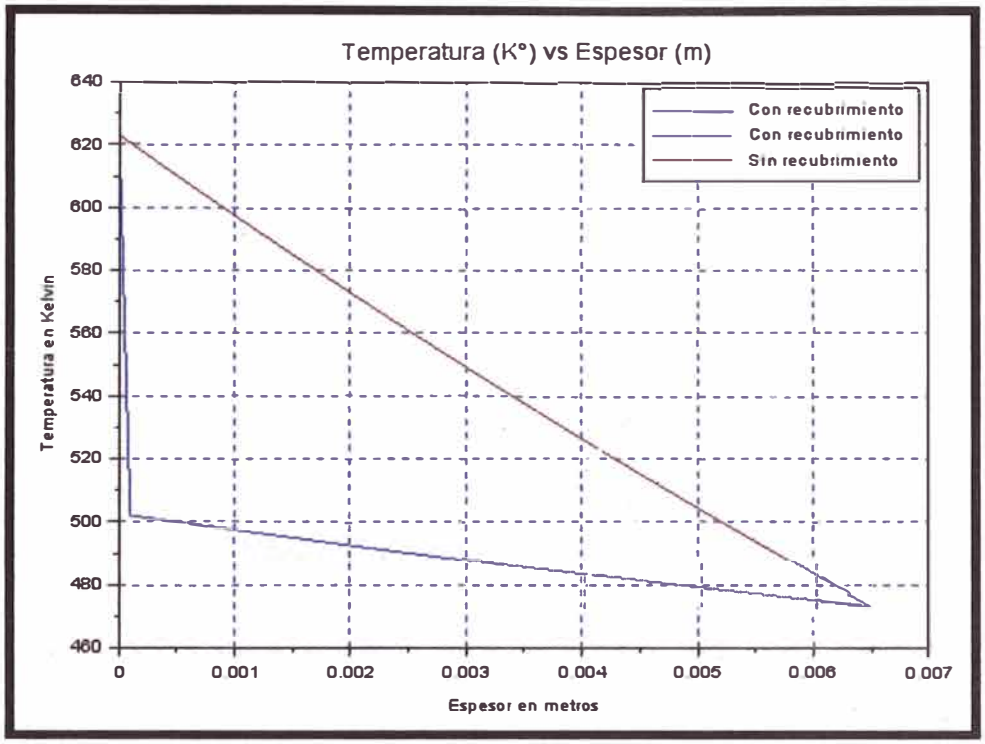


Figura 77. Gráfica Temperatura en K vs espesor (μm) en placa circular

En la figura 77 se ve los resultados generados por el programa usado en SCILAB en el anexo 10 para poder hallar la temperatura T_3=501.97 K en la interface entre las capas de pentóxido de niobio y el material de aluminio. Podremos hallar el flujo de calor cuando la pieza esta sin recubrir q_1=74233.594 Watts y cuando el material está recubierto, el flujo de calor será q_2=14594.621 Watts por lo podemos concluir que la capa de 100 micras de pentóxido de niobio hará que el flujo de calor disminuya cuando se recubre la pieza.

4.5.2.1. Resultados de análisis térmico con SOLIDWORKS Simulation en un cilindro hueco

En el análisis del SOLIDWORKS Simulation podremos ver la variación de temperatura a través del espesor del cilindro hueco, como se ve en la figura 143(a) el recubrimiento térmico de pentóxido de niobio se encontrará en la parte interna del cilindro la cual estará representada de color blanco en la figura. El análisis se hará en un cilindro de 60 mm de diámetro externo y 47 mm de diámetro interno con una longitud lateral de 81.5 mm y el espesor del pentóxido de niobio será 100 μm. Ver Anexo 12.

En la figura 144 se observa cómo es el cambio de temperatura a través del espesor de la placa de aluminio en las caras de las placas se ha trabajado con temperaturas de 623 K a

473 K en las caras internas y externas del cilindro hueco. Vemos que la variación de temperatura logarítmica como lo vimos en la figura 30 a).

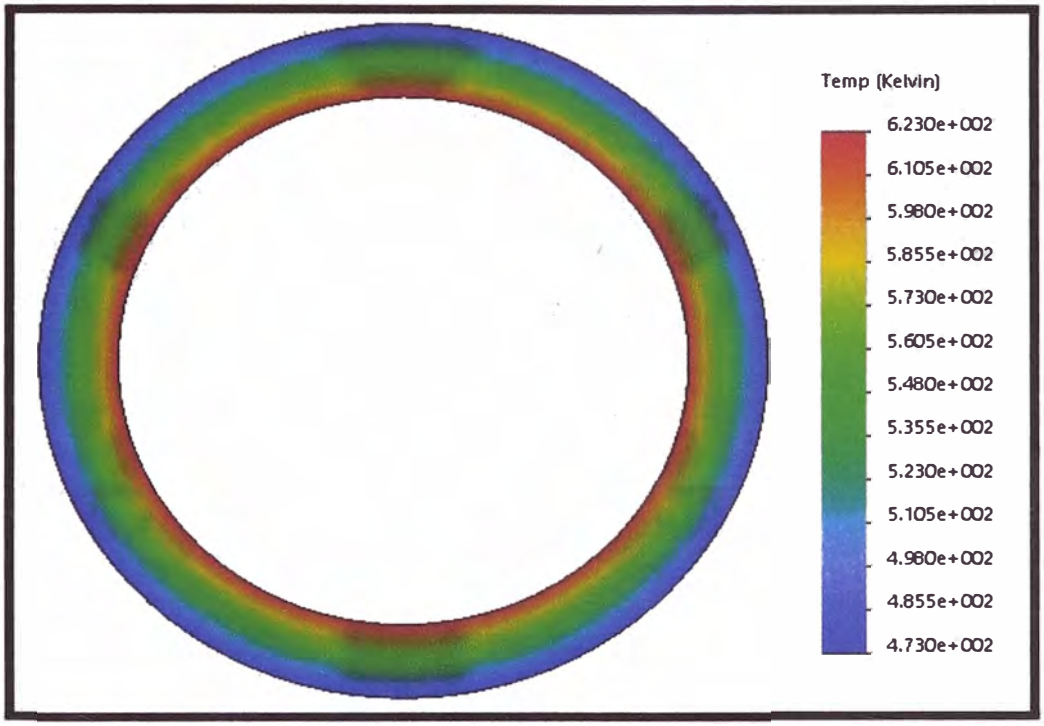


Figura 78. Vista del cambio de temperatura a través del espesor del cilindro sin recubrimiento térmico

Se ha realizado el análisis térmico para poder ver el cambio de temperatura en el espesor de un cilindro hueco con un recubrimiento interno de pentóxido de niobio a 100 μm para poder ver el cambio de temperatura que se da y poder compararlo con el análisis térmico del cilindro hueco sin recubrimiento. Para esto se ha colocado las mismas temperaturas de 623 K a 473 K en las caras internas y externas del cilindro hueco. Ver Figura 79.

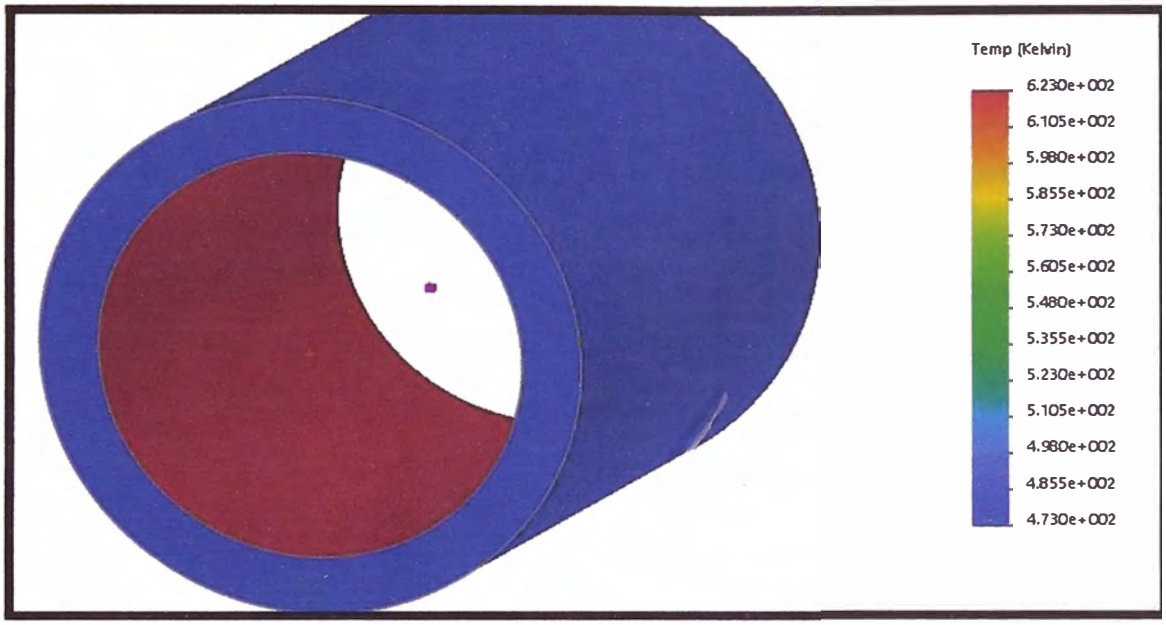


Figura 79. Vista del cambio de temperatura a través del espesor del cilindro con recubrimiento térmico

Como se ve en las figuras 79 y 80 la variación de calor se ha vuelto mucho más uniforme en la capa de pentóxido de niobio de 100 μm será donde halla la mayor variación de temperatura. Luego la temperatura dentro de la pieza de aluminio se mantiene más estable como se vio en la figura 80 por lo que podemos concluir que el recubrimiento de 100 μm de pentóxido de niobio generará una barrera térmica para el cilindro hueco.

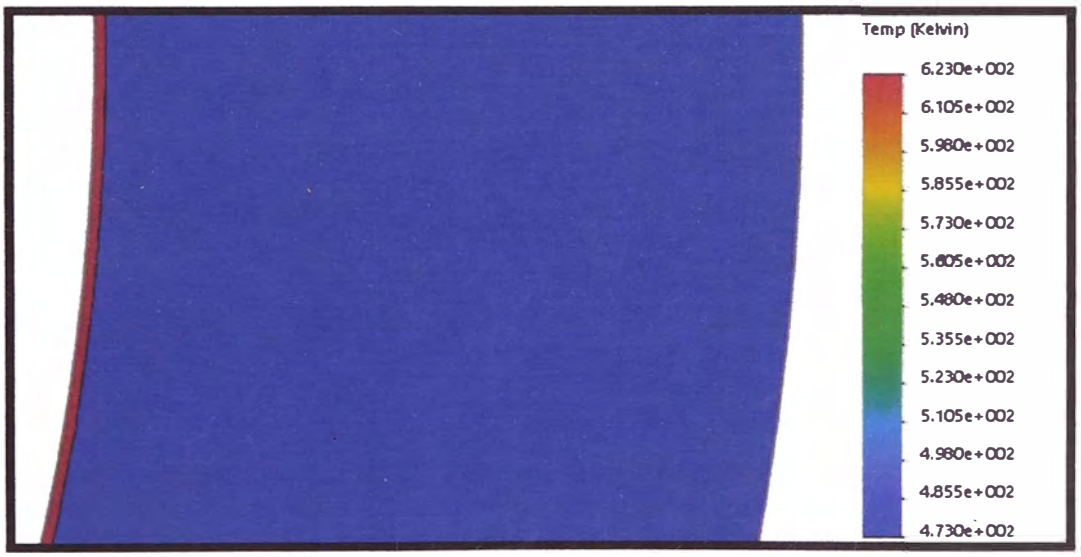


Figura 80. Vista detallada del cambio de temperatura a través del espesor del cilindro con recubrimiento térmico de Nb_2O_5

4.5.3. Resultados de análisis térmico con SOLIDWORKS Simulation en un pistón de aluminio con un recubrimiento de 100 μm de pentóxido de niobio

En nuestro caso de aplicación de barreras térmicas se hará un análisis térmico de un pistón con recubrimiento de 100 μm en la parte superior del pistón como se ve en la Figura 81. Se tomará distintas cargas térmicas para el análisis térmico como son temperaturas en la parte superior e inferior del pistón y un flujo de calor generado por la combustión. Este análisis térmico no será con un flujo de calor estable producido por la variación de temperaturas en el pistón sino un análisis de calor transitorio porque hay un calor entrante producido por la combustión. Las dimensiones del pistón se ven el anexo 13.

Figura 81. Pistón con recubrimiento de Nb_2O_5

Las cargas térmicas usadas se podrán ver en la tabla 21 para poder saber en qué partes del pistón han sido aplicadas para el análisis térmico. Se usaron temperaturas de 620 K y 298 K para las partes superior e inferior del pistón respectivamente y un flujo de calor en la parte superior que se encuentra en contacto con la combustión se coloca un flujo de calor de 1000 W/m^2. Se van a mantener estas temperaturas límites ya que el pistón tiene una refrigeración por aceite cada vez que desciende cuando se está en la fase de expansión.

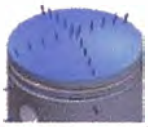
Nombre de carga	Cargar imagen	Detalles de carga
Temperatura-1		Entidades: 1 cara(s) Temperatura: 620 Kelvin
Temperatura-2		Entidades: 7 cara(s) Temperatura: 298 Kelvin
Flujo de calor-1		Entidades: 1 cara(s) Flujo de calor Valor: 10000 W/m^2

Tabla 21. Cargas Térmicas en un pistón con recubrimiento térmico de Nb_2O_5

En la figura 82 se ve como es el cambio de temperatura través del pistón sin recubrimiento térmico; vemos que la variación de calor en la parte superior se mantiene; el flujo de calor entrante hará que la variación se mantenga y no descienda tan rápidamente. [67]

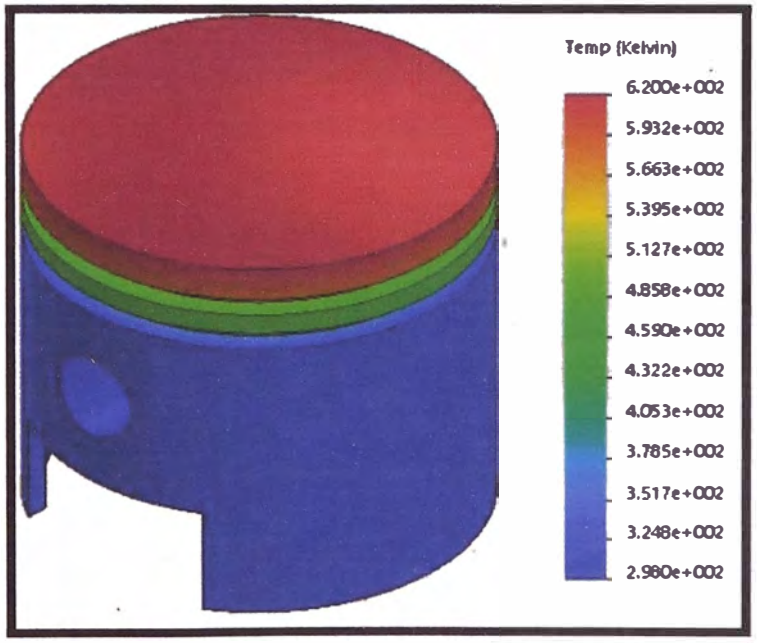


Figura 82. Vista de cambio de temperatura en un pistón sin recubrimiento térmico

En la figura 83 se ve como hay un quiebre en el cambio de temperatura producido por el recubrimiento térmico de 100 μm de Pentóxido de Niobio ubicado en la parte superior del pistón, vemos por los espectros de colores como la varia la temperatura a de un color

rojizo a uno verde por lo cual comparando con la figura 82 sin recubrimiento térmico se concluye que el recubrimiento de pentóxido de niobio funciona en como barrera o escudo térmico en el pistón del motor de dos tiempo, haciendo que el pistón no esté expuesto a estas altas temperaturas; reduciendo la conducción calor en pérdidas para el motor y aumentando la resistencia y durabilidad del pistón de aluminio.

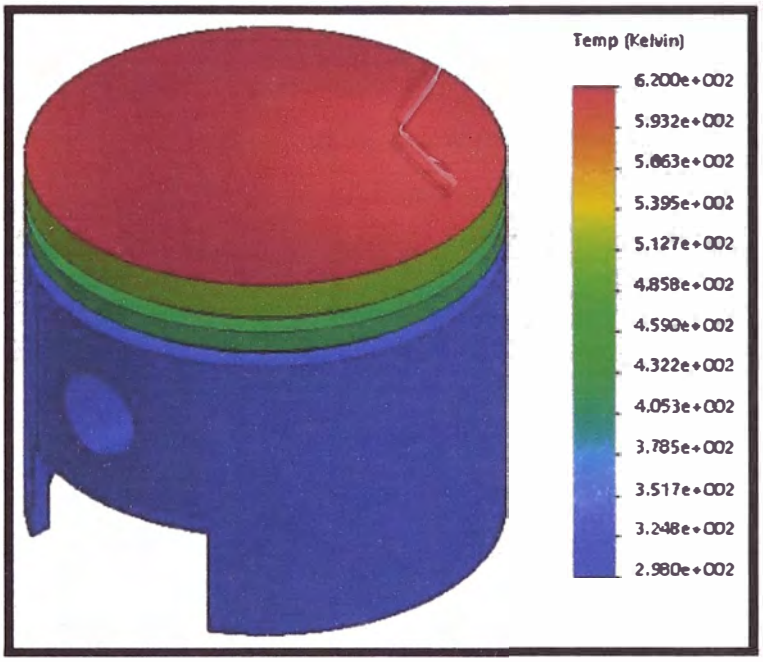


Figura 83. Vista de cambio de temperatura en un pistón con recubrimiento térmico de Nb_2O_5

CONCLUSIONES

1. En las pruebas de rayos X es importante poder identificar los puntos máximos de intensidad, para poder determinar las orientaciones del recubrimiento y con qué tipo de óxido estamos trabajando
2. Es necesario poder hacer las pruebas del SEM (Microscopio electrónico) para poder determinar el nivel de espesor con el que se ha recubierto las muestras, ya que sin estos no se podrá determinar con la mayor exactitud la conductividad térmica del pentóxido de niobio y los porcentajes del nivel de los materiales.
3. Para poder obtener un buen recubrimiento es necesario usar varios parámetros como son: presión de Nitrógeno, distancia del Magnetrón al sustrato, tiempo de

recubrimiento, tiempo de calentamiento de la muestra, niveles de voltaje y amperaje para el uso del magnetrón.

4. El método de los discos calientes de cobre para determinar la conductividad térmica del óxido de niobio es ineficiente en recubrimientos con espesores en micras; ya que no se puede tener una medida exacta.
5. Para hacer el cálculo de conductividad térmica usando el método de Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) con la técnica de Laser Flash Ultrarrápido; para capas no metálicas y transparentes, se deben usar capas transductoras en nuestro caso serán capas de cromo de 100 nm y en el medio las capas de pentóxido de niobio o las multicapas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio.
6. El método Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) con la técnica de Laser Flash Ultrarrápido; es el más eficiente para el cálculo de conductividad térmica en nanocapas, ya que se ha podido determinar con mucha más exactitud la conductividad térmica del pentóxido de niobio es 0.8225 $^{W}/_{m\ K}$ a 26 °C; el cual es cercano de 1 W/m.K.
7. Las resistencias de interfaces entre capas se deben tomar en cuenta para el análisis de conductividad térmica en nanocapas, ya que influyen en el cálculo de medición de coeficiente de conductividad térmica del pentóxido de niobio.
8. La conductividad térmica y difusividad térmica del pentóxido de niobio varía según la temperatura usada en la experimentación.
9. Para el análisis de conductividad térmica en multicapas se ha estimado que la conductividad térmica del dióxido de silicio es 1.32 $^{W}/_{m\ K}$; la conductividad térmica del pentóxido de niobio es 1.19 $^{W}/_{m\ K}$ y una resistencia térmica de interfaces es de $0.7 \times 10^{-8}\ m^2\ K/_{W}$ con el menor error cuadrático $E_c = 1.093 \times 10^{-14}\ s^2$ a 26 °C.
10. El porcentaje de la suma de resistencias de interfaces en el wafer de multicapas respecto a la resistencia total del wafer es mayor a escala manométrica y va disminuyendo entre más aumenta el espesor del wafer. Ver figura 123.
11. La resistencia térmica total del wafer de multicapas es mayor a la resistencia térmica formado por capas individuales de pentóxido de niobio y dióxido de silicio cuando estos tienen los mismos parámetros de conductividad térmica, esto gracias al número de resistencia de interfaces en el wafer de multicapas; pero solo a escala manométrica. Ver figura 68.

12. Se debe usar programas de cálculo matemáticos, en nuestro caso se usó el software SCILAB para generar estos programas, pudiendo calcular los tiempos de difusión de calor areal para distintos espesores de multicapas.
13. Vemos que entre mayor sea las resistencias de interfaces mayor será el tiempo de difusión de calor areal en multicapas. Ver figura 62.
14. Se llega a la conclusión que es necesario realizar más de una muestra con distintos espesores totales de multicapas manteniendo la relación de espesores de las capas de pentóxido de niobio y dióxido de silicio en recubrimientos y zafiro, para poder determinar con mayor exactitud el valor de la resistencia de interface y las conductividades térmicas del pentóxido de niobio y el dióxido de silicio.
15. Se ha comprobado que el pentóxido de niobio puede ser usar como una barrera o escudo térmico comparando los flujos de calor en forma teórica en diversas piezas de aluminio con diversas formas geométricas.
16. Se ha comprobado a través del análisis de simulación en SOLIDWORKS como afecta la variación de temperatura cuando se usa un recubrimiento térmico de pentóxido de niobio; comparándolo con un análisis térmico de piezas sin recubrir y llegando a la conclusión de que es posible usar al pentóxido de niobio como barrera o escudo térmico sabe piezas de aluminio.
17. En la aplicación como barrera térmica en una pieza de motor de combustión interna se comprueba gracias al análisis térmico realizado en SOLIDWORKS que comparando la pieza cuando tiene un recubrimiento térmico y cuando está ausente. Viendo que en verdad el recubrimiento térmico en la pieza es muy efectiva y pudiendo funcionar como barrera térmica para disminuir las perdidas conducción de calor en el motor y aumentado la durabilidad de la pieza en el tiempo.

TRABAJOS FUTUROS

1. Se realizarán pruebas de conductividad térmica del dióxido de silicio usando el método Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) con la técnica de Laser Flash Ultrarrápido, para tener un valor más exacto de la conductividad térmica del dióxido de silicio.
2. Se realizarán estudios más detallados de la conductividad térmica de multicapas a escala manométrica generando más muestras para su análisis y poder estimar un valor

más exacto para las resistencias de interfaces; realizando pruebas de conductividad térmica a distintos grados de temperatura.

3. Se analizarán más multicapas con distintos tipos de óxidos usando el método Time Domain Thermal Reflectance (TDTR) con la técnica de Laser Flash Ultrarrápido.
4. Se hará un análisis más profundo de las propiedades de las barreras térmicas usando óxidos, se estudiará propiedades como expansión o dilatación térmica, estrés térmico, presión sobre las capas entre otros.

BIBLIOGRAFIAS

1. Petrov I, Hultman L, Sundgren J E, Greene J E, Petrov I, Hultman L and Sundgren J (1996) Polycrystalline TiN films deposited by reactive bias magnetron sputtering: Effects of ion bombardment on resputtering rates, film composition, and microstructure Polycrystalline TiN films deposited by reactive bias magnetron sputtering: Effects of ion 265
2. Niobium oxides and niobates physical properties: Review and prospects, C.NicoT.MonteiroM.P.F.Graça (2016).
3. Rossnagel S M (2003) Thin film deposition with physical vapor deposition and related technologies *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.* **21** S74. (2013)
4. R. Guinebretiëre, X-ray Diffraction by Polycrystalline Materials, ISTE Ltd. (2007).
5. Colm O'Leary B.Sc., Tesis de Master en Ingenieria, Design, Construction and Characterisation of a Variable Balance Magnetron Sputtering System, Dublin City University, (1999).
6. Fundamentos de transferencia de calor. Frank P Incropera, David P. De Witt, Cuarta Edicion (1999)
7. Transferencia de calor y masa. Un enfoque práctico. Yunus Cengel. Tercera Edicion 2007)
8. Apuntes de transmisión del calor. Agustin Martin Domingo. Departamento de física e instalaciones. (2011)
9. Thermoreflectance by Pulsed Light Heating NanoTR/PicoTRThermophysical Analysis of Thin Films: Thermal Diffusivity, Thermal Effusivity, Thermal Conductivity and Interlayer Thermal Resistance. Catalogo NETZSCH [s.a.]

10. Y. Ezzahri and a. Shakouri, "Application of network identification by deconvolution method to the termal analysis of the pump-probe transient thermoreflectance signal," Rev. Sci. Instrum., vol. 80, no. 7, p. 74903, (2009).
11. Lee, S.-M., & Cahill, D. G. (1997). Heat transport in thin dielectric films. Journal of Applied Physics, 81(6), 2590–2595. doi:10.1063/1.363923.
12. A study of coating mechanical and optical losses in viewof reducing mirror thermal noise in gravitational wavedetectors. R Flaminio, J Franc, C Michel, N Morgado, L Pinard, B Sassola. (2010)
13. Thermal Difusivity, Y S. Toulouklan, R.W. Powell, C.Y. Ho, M. C. Nioolsou
14. Conduction of Heat in Solids By H.S. Carslaw (Emeritus Profesor of Matematics in the University of Sydney) and J.C. Jaeger (Professor of Geophysics in the Australian National University). Second Edition. (1959)
15. Analysis of One-dimensional Heat Diffusion after Light Pulse Heating by the Response Function Method. Gaosheng Wei,2 Xinxin Zhang,2,3 Fan Yu,2 and Kui Chen2.(2009)
16. Thermoreflectance Technique for ThermalProperties Measurement of Micro/NanoscaleCantilever Beams, Mirza M. Elahi University of New Mexico (2017).
17. Diffuson-driven Ultralow Thermal Conductivity in Amorphous Nb2O5 Thin Films. Zhe Cheng1, Alex Weidenbach2, Tianli Feng3, 4, M. Brooks Tellekamp2, Sebastian Howard5, Matthew J. Wahila5, Bill Zivasatienraj2, Brian Foley1, Sokrates T. Pantelides3, 4, Louis F.J. Piper5, 6, William Doolittle2, Samuel Graham1. (2019)
18. Heat transfer through nanoscale multilayered thermal barrier coatings atelevated temperaturas. D. Josella,□, J.E. Bonevicha,T.M.Nguyena, R.N. Johnsonb (2015)
19. Measurement of thermal conductivity of silicon dioxide thin films using a 3ω methodTsuneyuki Yamane, Naoto Nagai, Shin-ichiro Katayama, and Minoru Todoki.doi: 10.1063/1.1481958 (2002).
20. Analysis on thermal properties of tin doped indium oxide films by picosecondthermoreflectance measurementTakashi Yagi, Kimiaki Tamano, Yasushi Sato, Naoyuki Taketoshi, Tetsuya Baba, and Yuzo Shigesato. doi: 10.1116/1.1872014. (2005)
21. Assessment of Thermal Properties via NanosecondThermoreflectance MethodRichard Garrelts, Amy Marconnet & Xianfan Xu. DOI: 10.1080/15567265.2015.1078425. (2015)

22. Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity Journal of Applied Physics 32, 1679 (1961); https://doi.org/10.1063/1.1728417
23. Thermal property measurement for thermal barrier coatings using pulsed termal imaging – multilayer analysis method. https://doi.org/10.1063/1.4940564. (2016)
24. Filtros ópticos de multicapas dieléctricas usando películas delgadas producidas por técnicas dc magnetrón Sputtering. Brayan Anderson Atoccsa Aguilar. (2019)
25. Simultaneous measurement of thermal conductivity and heat capacity by flashthermal imaging methodsN. Tao, X. L. Li, and J. G. Sun. doi: 10.1063/1.4985633. (2017)
26. A comparative experimental study on the cross-plane thermal conductivities of nano-constructed Sb2Te3/(Cu, Ag, Au, Pt) thermoelectric multilayer thin films Gang Yang1,2,3, Jiahui Pan5, Xuecheng Fu4, Zhiyu Hu1,2,3*, Ying Wang4 Zhimao Wu1,2,3, Erzhen Mu1,2,3, Xue-Jun Yan5 and Ming-Hui Lu5,6. (2018)
27. Uncertainty analysis of thermoreflectance measurements Jia Yang, Elbara Ziade, and Aaron J. Schmidt doi: 10.1063/1.4939671. (2016)
28. Analysis of heat flow in layered structures for time-domainthermoreflectanceDavid G. Cahill. doi: 10.1063/1.1819431. (2004)
29. Heat Transfer in Semitransparent Solids. R Viskanta. School of Mechanical Engineering, Purdue University, West Lafayette, Indiana; and E.E. Anderson, Department of Mechanical Engineering, South Dakota School of Mines and Techonogy, Rapid City, South Dakota. (1975)
30. Transformadas Integrales, Jose S. Cánovas Peña, 2 de octubre de (2014).
31. Ni/Ti reactive multilayers for joining, André João Cavaleiro Leitão de Carvalho, A thesis presented for the degree of Doctor of Philosophy in Mechanical Engineering, branch of Nanomaterials and Microfabrication. [s.a]
32. Thermal Diffusivity Measurements on Insulation Materials with the Laser Flash Method1 Gaosheng Wei,2 Xinxin Zhang,2,3 Fan Yu,2 and Kui Chen2. (2006).
33. Method for Obtaining Thermal Conductivity from Modified Laser Flash Measurement, Bochuan Lin, School of Engineering, University of Alabama at Birmingham, Birmingham, AL 35294. (2005)
34. A method of calculating thermal diffusivity and conductivity for irregularly shaped specimens in laser flash analysis. Jerzy Szałapak1, Konrad Kiełbasiński, Jakub Krzemiński, Anna Młożniak, Elżbieta Zwierkowska, Małgorzata Jakubowska1, Radosław Pawłowski. (2015)

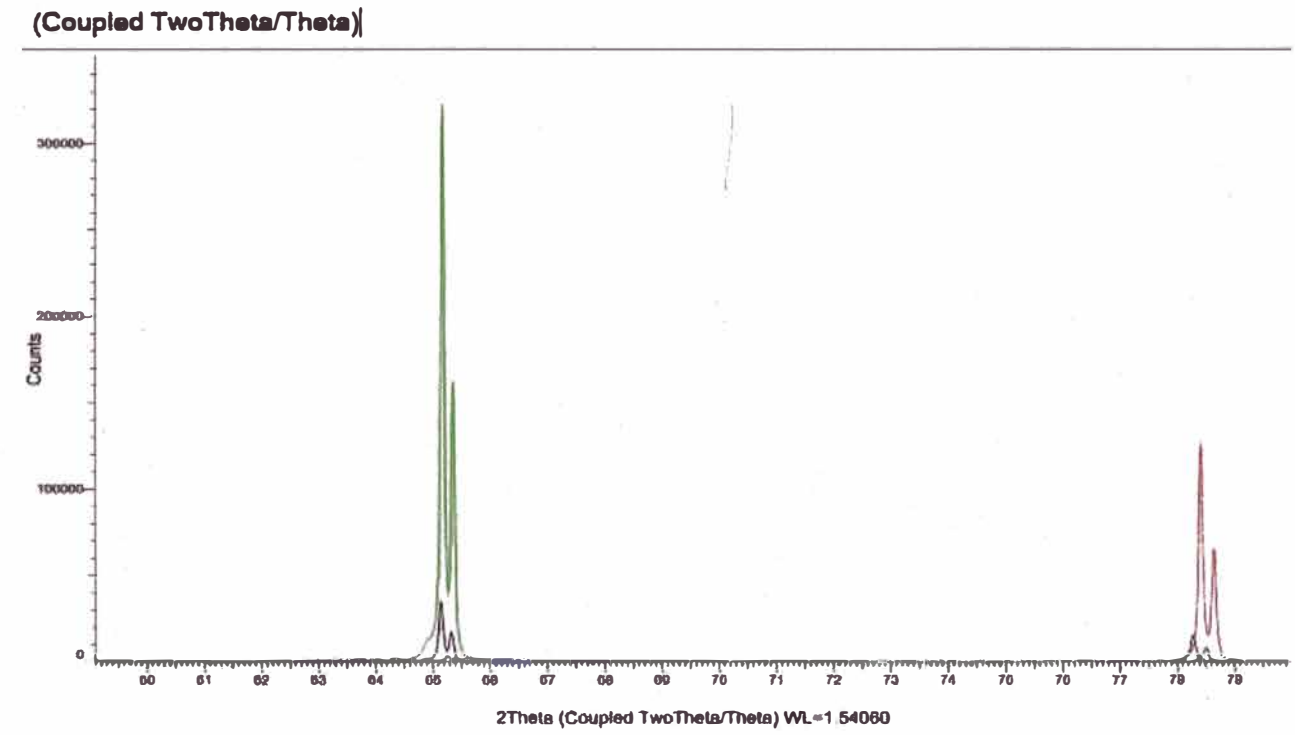
35. Structure Function Analysis of Temperature-Dependent, Thermal Properties of Nm-Thin Nb_2O_5, Lisa Mitterhuber *, Elke Kraker and Stefan Defregger. (2019)
36. Graphene–Multilayer Graphene Nanocomposites as Highly Efficient Thermal Interface Materials, Khan M. F. Shahil† and Alexander A. Balandin (2012).
37. Extending the flash method to measure the thermal diffusivity of semitransparent solids. Agust´ın Salazar1, Arantza Mendioroz1, Estibaliz Apiñaniz, Christophe Pradere, Frédéric Noél and Jean-Christophe Batsale3. (2014)
38. A flash characterisation method for thin cylindrical multilayered composites based on the combined front and rear faces thermograms Loys Duquesne, Christophe Lorrette, Christophe Pradere, Gérard L. Vignoles, Jean-Chrıstophe Batsale. (2016)
39. Simulating the opto-thermal processes involved in laser induced self-assembly of surface and sub-surface plasmonic nano-structuring D.V. Bellas , D. Toliopoulos , N. Kalfagiannis , A. Siozios , P. Nikolaouc, P.C. Kelires , D.C. Koutsogeorgis b,P. Patsalas d, E. Lidorikis. (2017)
40. Thermal Interface Materials: Historical Perspective, Status, and Future Directions By Ravi Prasher. (2006)
41. Anisotropic Thermal Diffusivity Measurement Using the Flash Method, Robert L. McMasters∗, Virginia Military Institute, Lexington, Virginia. (2014)
42. Graphene – Multilayer Graphene Nanocomposites as Highly Efficient Thermal Interface Materials, Khan M. F. Shahil and Alexander A. Balandin. (2012)
43. New Laser-Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity of Isotropic and Anisotropic Thin Films, Yoshio Waseda. (1991)
44. An Analytical Multiple-Temperature Model for Flash Laser Irradiation on Single-Layer Graphene Anca M. Buca 1, Mihai Oane 2, Ion N. Mihailescu 2 , Muhammad Arif Mahmood 1,2 , Bogdan A. Sava 2 and Carmen Ristoscu 2. (2020)
45. Measurements of thermophysical property of thin films by light pulse heating thermoreflectance methods, Tetsuya Baba, Kazuko Ishikawa, Takashi Yagi, Naoyuki Taketoshi (2007)
46. Theory and verification of a method for parameter-free laser-flash diffusivity measurement of a single-side object. Denys Moskal, Jirˇí Martan, Vladislav Lang, Michal Švantner,Jirí Skála, Jirí Tesarˇ (2016).
47. Materials Science of Thin Films, Deposition & Structure, Milton Ohring, second edition.(2001)

48. Nanoparticle Tedhnology Handbook by Masuo Hosokawa, Kiyoshi, Mako Naito, Toyokazu Yokoyama. (2007)
49. Thin Flim Laser Flash,TF-LFA, Laser Flash Analysis LFA 1000. LINSES, Thermal Análisis. Manual. [s.a.]
50. Light Pulse Heating Thermoreflectance Methods for Thermophysical Propert Measurements of Thin Films, Tetsuya BABA, Material Properties and Metrological Statistics Division, NMIJ, AIST. (2008)
51. Application of the laser flash diffusivity method to thin high termal conductivity materials L. Kehoe, P.V. Kelly, G.M. Crean.[s.a.]
52. Thermal Conductivity, by D.P.H. Hasselman and J. R. Thomas Jr., Virginia Polytechnic Institute and State University Blacksburg, Virginia. (1989)
53. Application of laser flash method to penetrative materials for measurement of thermal diffusivity, Katsunori Inoue. (1988)
54. Thermal Diffusivity Measurements on Two-Layered and Three-Layered Systems with the Laser-Flash Method, Jürgen Hartmann. (1993)
55. Thermal Diffusivity Measurements of Thin Films and Muitilayered Composites, I. Hatta. (1990)
56. Use of the Laplace Transformation for data reduction in the Flash Method of Mesuaring Thermal Diffusivity, Gembarovit and R. E. Taylor. [s.a.]
57. Laser thermoreflectance for semiconductor thin films metrology, P. Gailly, J. Hastanin, C. Duterte, Y. Hernandez, J.-B. Lecourt, A. Kupisiewicz P.-E. Martin and K. Fleury-Frenette.. (2012).
58. Thermal Conductivity and Thermal Cyclic Fatigue of Multilayered $Gd_2Zr_2O_7$/YSZ Thermal Barrier Coatings Processed by Suspension Plasma Spray, Satyapal Mahade, Nicholas Curry, Stefan Björklund, Nicolaie Markocsan, Per Nylén, Department of Engineering Science, University West, Sweden, Treibacher Industrie AG, Austria. (2015).
59. Measurement Techniques for Thermal Conductivity and Interfacial Thermal Conductance of Bulk and Thin Film Materials, Dongliang Zhao, Xin Qian (2016)
60. Unconventional flash technique for the identification of multilayer termal diffusivity tensors, Elissa El Rassy, Yann Billaud, Didier Saury. (2020)
61. Thermal effusivity of metallic thin films: Comparison between 1d multilayer analytical model and 2d numerical model using comsol. J. Tesar, N. Semmar1. (2007).

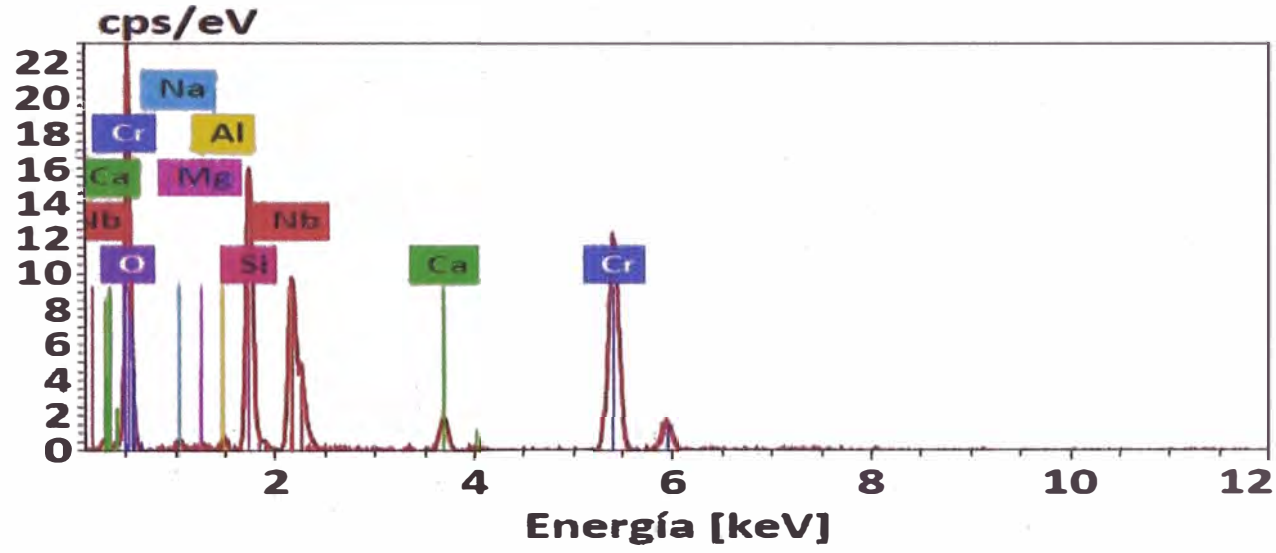
62. Reactive Multilayers Fabricated by Vapor Deposition (Review) D.P. Adams, Sandia National Laboratories, Albuquerque, New Mexico. (2015)
63. Measurement of Thermal Diffusivity of Li_2TiO_3 Pellets by the Laser Flash Method and Comparison with Finite Element Simulation. Paritosh Chaudhuri. (2014)
64. Motores de combustion interna I. Ing. Jim Palomares Anselmo. (2007)
65. Mesuarement Method of Thermal Propierties-Thermal Conductivity of TBC Using the Flash Method with Multi-Layer Model, Megumi Akoshima. (2013)
66. Barreras térmicas y nuevos materiales. Freddy Fernández-Rojas, Eduardo Rondón, Carlos J. Fernández-Rojas, Keyffer J. Salas P., Víctor J. García (2012)
67. Análisis termoestructural de un pistón de motor de combustión interna con recubrimiento térmico. Erick Fournier Aldape, Oscar Tenango Pirin, Yahir de Jesús Mariaca Beltrán y Luis Alberto Rodríguez Picón. (2020).
68. Estudio de barreras térmicas usadas en materiales aeroespaciales. Martínez-García Amaury 1, Bermúdez-Reyes Bárbara, Arizmendi-Morquecho Ana María, Herrera-Ramírez José Martín, y Vargas-Bernal Rafael. (2013)
69. Ultrafast thermoreflectance techniques for measuring thermal conductivity and interface thermal conductance of thin films. Jie Zhu, Dawei Tang, Wei Wang, Jun Liu, Kristopher W. Holub. (2010)
70. Sucesiones y series. Eduardo Espinoza Ramos. 3° Edición. Pag.125 (2007).
71. Optical Characterization of Thermal Transport from the Nanoscale to the Macroscale. By Aaron Jerome Schmidt at the Massachusetts Institute of Technology. (June 2008).
72. Barreras termicas y nuevos materiales, Universidad de los Andes, Eduardo de J. Rondón, B. (2004).
73. Los sistemas terrestres y sus implicaciones medioambientales. Ministerio de Educación. Ibáñez, Carlos Ayora (2004).
74. Temperature stability of sputtered niobium–oxide films, by S. Venkataraj, R. Drese, Ch. Liesch, O. Kappertz, R. Jayavel, and M. Wuttig (2002).
75. Size effects on the thermal conductivity of amorphous silicon thin films. Jeffrey L. Braun,Christopher H. Baker, Mirza Elahi, Kateryna Artyushkova, Thomas E. Beechem,Pamela M. Norris, Zayd C. Leseman, John T. Gaskins, and Patrick E. Hopkins. (2016)

ANEXOS

ANEXO 1: CURVAS DE DIFRACCION DE RAYOS X EN 2 MUESTRAS

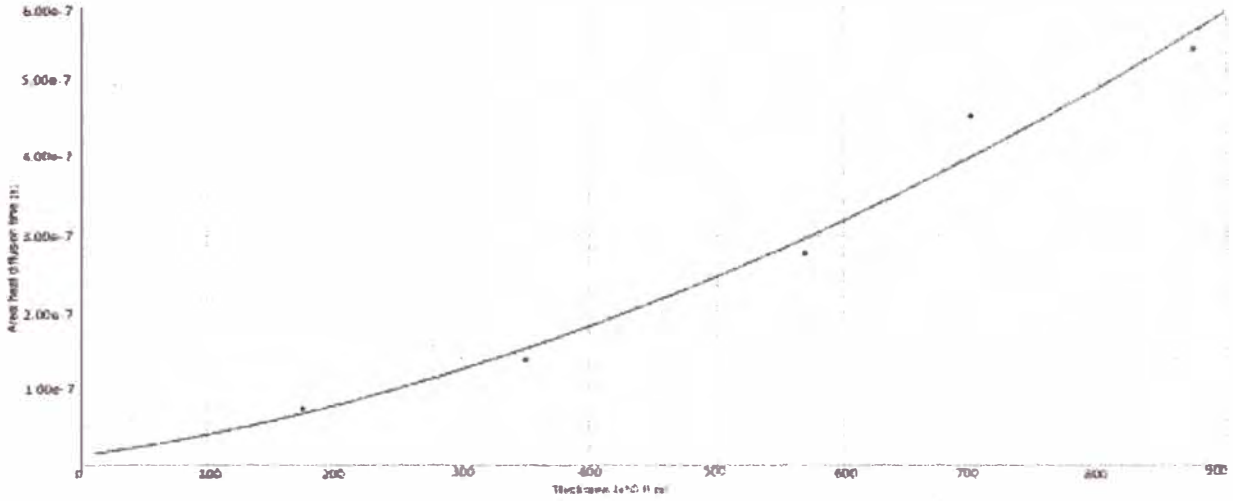


ANEXO 2: CURVAS DE NIVELES DE ENERGIA VISTA EN PRUEBAS REALIZADAS EN EL SEM

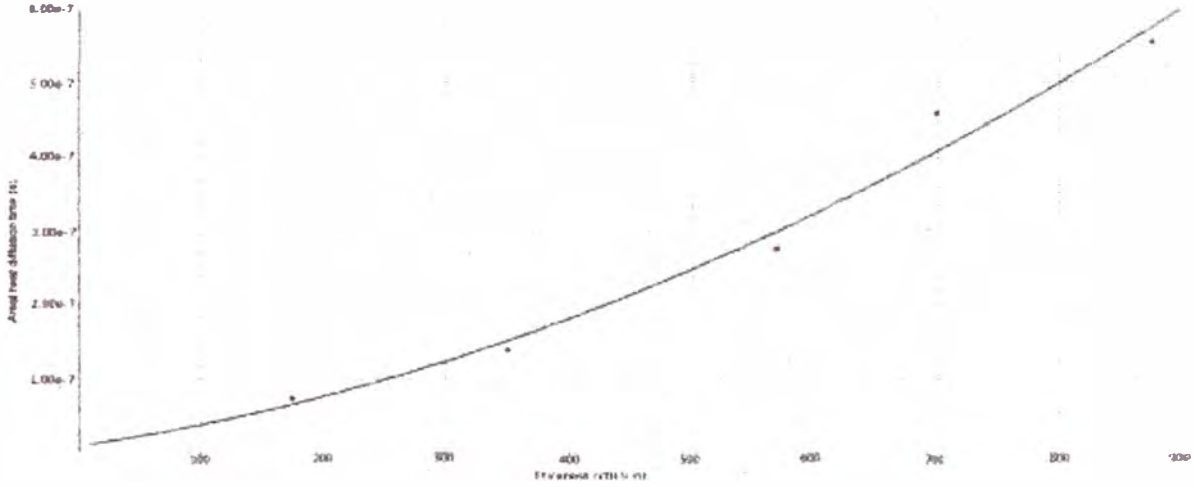


ANEXO 3: FOTOS DE LOS DATOS DE LAS TERMOCUPLAS PARA EL METODO DE DISCOS CALIENTES

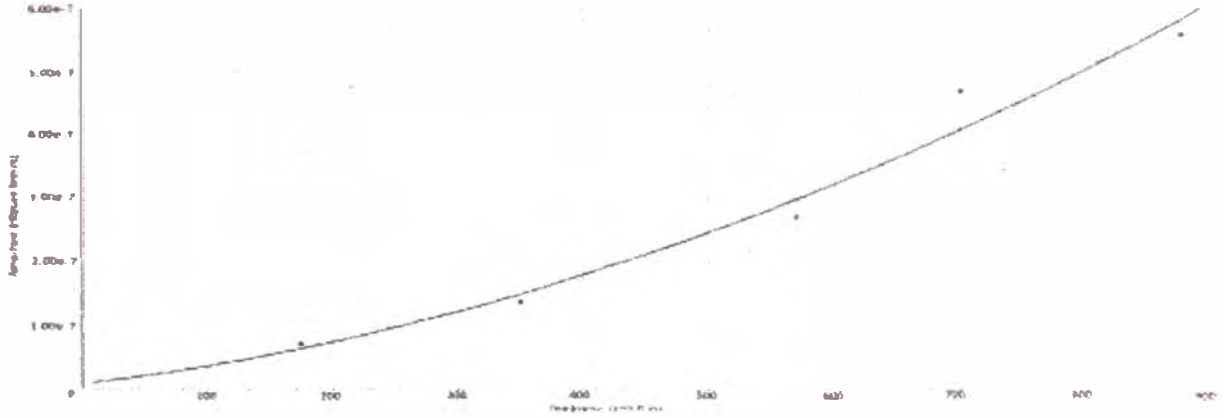
ANEXO 4: TIEMPO DE DIFUSIÓN DE CALOR AREAL (s) VS ESPESOR (nm) A 26 ºC DEL PENTOXIDO DE NIOBIO



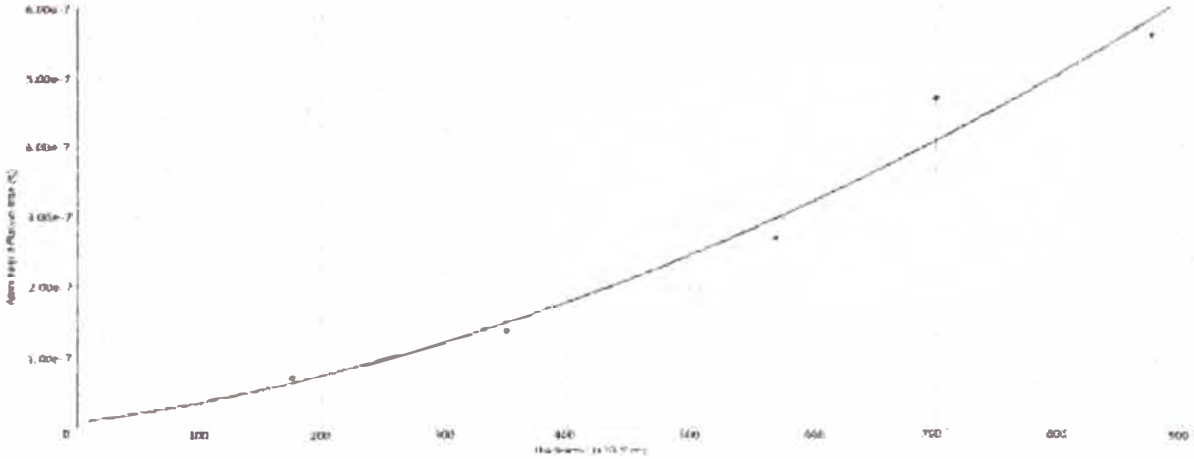
ANEXO 5: TIEMPO DE DIFUSIÓN DE CALOR AREAL (s) VS ESPESOR (nm) A 100 ºC DEL PENTOXIDO DE NIOBIO



ANEXO 6: TIEMPO DE DIFUSIÓN DE CALOR AREAL (seg) VS ESPESOR (nm) A 150 ºC DEL PENTOXIDO DE NIOBIO



ANEXO 7: TIEMPO DE DIFUSIÓN DE CALOR AREAL (seg) VS ESPESOR (nm) A 200 °C DEL PENTOXIDO DE NIOBIO



ANEXO 8: PROGRAMA EN SCILAB PARA CALCULO DE TIEMPO DE DIFUSIÓN DE CALOR AREAL

```
nb2o5=32.56//espesor del pentoxido de niobio en
nanometros
si02=10.9//espesor del dioxido de silicio en
nanometros
R=2*1D-8;// resistencia de interfaces
// Cromo
dm=100*1D-9;//espesor del cromo
am=26.8*1D-6;// difusividad del cromo
cm=448;//calor especifivo del cromo a 26°c
pm=7190;// densidad del cromo
bm=cm*pm*sqrt(am)//efusividad del cromo
tm=dm**2/am// tiempo de difusion de calor del
cromo
rtm=sqrt(tm)// raiz del tiempo de difusion del cromo

// datos del pentoxido de niobio
df=nb2o5*1D-9;//espesor del pentoxido de niobio
kf=1.1;// conductividad termica del pentoxido de
niobio
cf=501;//calor especifivo del pentoxido de niobio a
26°c
pf=4300;// densidad del pentoxido de niobio
af=kf/pf/cf;// difusividad del pentoxido de niobio
bf=cf*pf*sqrt(af)//efusividad del pentoxido de niobio
tf=df**2/af// tiempo de difusion de calor del
pentoxido de niobio
rtf=sqrt(tf)// raiz del tiempo de difusion del pentoxido
de niobio

// datos del dioxido de silicio
ds=si02*1D-9;//espesor del dioxido de silicio
ks=1.4;// conductividad termica del dioxido de silicio
cs=1000;//calor especifivo del dioxido de silicio 26°c
ps=2200;// densidad del dioxido de silicio
as=ks/ps/cs;// difusividad del dioxido de silicio
bs=cs*ps*sqrt(as)//efusividad del dioxido de silicio
ts=ds**2/as// tiempo de difusion de calor del dioxido
de silicio
rts=sqrt(ts)// raiz del tiempo de difusion del dioxido
de silicio
// Realizar las matrices de cuadripolo
x=poly(0,'e')
A=[1+x*tm/2,bm*x*rtm*(1+x*tm/6);rtm/bm*(1+x*t
m/6),1+x*tm/2]*[1,0;R,1];
B=[1+x*ts/2,bs*x*rts*(1+x*ts/6);rts/bs*(1+x*ts/6),1
+x*ts/2]*[1,0;R,1];
C=[1+x*tf/2,bf*x*rtf*(1+x*tf/6);rtf/bf*(1+x*tf/6),1+
x*tf/2]*[1,0;R,1];
E=(C*B)**10;
Se=A*E*[1+x*tm/2,bm*x*rtm*(1+x*tm/6);rtm/bm*
(1+x*tm/6),1+x*tm/2];
clc;
// hallar el b de la matriz cuadripolo S(e)
b=Se(1,2);//SERA LA FILA 1 DE LA COLUMNA 2
DE LA MATRIZ Se
clc;
A1=(b-(2*bm*rtm+10*bf*rtf+10*bs*rts)*x);
A2=A1/x;
dvA1=derivat(A2);//en el limite se deriva el
numerador
dvA3=derivat(b);//en el limite se deriva el
denominador
// reemplazamos el e=0 para el limite laplaciano
c=horner(dvA1,0);//hallamos el coeficiente de grado
0
d=horner(dvA3,0);//hallamos el coeficiente de grado
0
clc
Af=c/d
clc
nb2o5//espesor del pentoxido de niobio en
nanometros
si02//espesor del dioxido de silicio en nanometros
Af// TIEMPO DE AREA DE DIFUSION DE CALOR
EN SEGUNDOS
```

ANEXO 9: PROGRAMA EN SCILAB PARA GRAFICA DE TEMPERATURA VS ESPESOR EN MICRAS EN PLACA CIRCULAR

```
// variación de temperatura con respecto al espesor
en placa circular
T1=526.3// EN KELVIN
T2=510.5// EN KELVIN
L1=0.0121833*1D-3;// metros
L2=0.3*1D-3;//metros
A=0.00188574//m2
Knb2o5=1;//W/mK de pentoxido de niobio
Kal=236;//W/mK de aluminio
q2=(T1-T2)/((L1/(Knb2o5*A)+L2/(Kal*A)));
q1=(T1-T2)/((L2+L1)/(A*Kal));
T3=T1-q2*(L1/(Knb2o5*A));
function y=f(x)
  if x<=L1;
    then
    y=T1-q2*(x/(Knb2o5*A));
  end
 endfunction
s=linspace(0,L1,1000);
plot(s,f,'b');
//-----------------------------------------------
function w=g(a)
     if a<=L2+L1;
    then
    w=T3-q2*(a-L1)/(Kal*A);
    end
 endfunction
d=linspace(L1,L2+L1,1000);
plot(d,g,'b');
//-----------------------------------------------
function u=t1(r)
     if r<=L2+L1;
    then
    u=T1-q1/(Kal*A)*r;
    end
 endfunction
r1=linspace(0,L2+L1,1000);
plot(r1,t1,'r');
xgrid(2,1,3);
xlabel("Espesor en metros");
ylabel("Temperatura en Kelvin");
legend('Con recubrimiento','Con recubrimiento','Sin
recubrimiento');
title("Temperatura (K°) vs Espesor (m)",
"fontsize",3)
a.auto_clear='on'; //Permite que la nueva grafica
borre la actual
clf(1)
clc
L1// espesor del recubrimiento en metroz
T3// temperatura en la interface en K°
q1// FLUJO DE CALOR EN PLACA CIRCULAR SIN
RECUBRIMIENTO EN WATTS
q2// FLUJO DE CALOR EN PLACA CIRCULAR
CON RECUBRIMIENTO EN WATTS
```

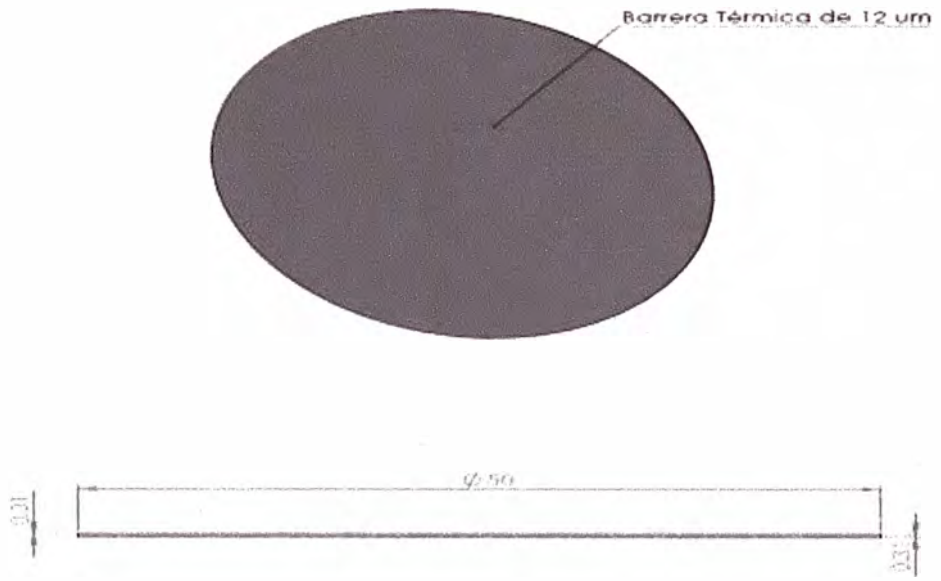
ANEXO 10: PROGRAMA EN SCILAB PARA GRAFICA DE TEMPERATURA VS ESPESOR EN MICRAS EN CILINDRO HUECO

```
// variación de temperatura con respecto al espesor
en cilindro hueco
e1=100*1D-6;// metro
ec=6.5*1D-3-e1;//metro
r1=(60-6.5*2)/2*1D-3;//metro
r2=(60)/2*1D-3;//metro
r3=r1+e1//metro
L=81.5*1D-3//metro
T1=623// EN KELVIN
T2=473// EN KELVIN
Knb2o5=1;//W/mK de pentoxido de niobio
Kal=236;//W/mK de aluminio

q1=(T1-T2)/(log(r2/r1)/(2*%pi*L*Kal));
q2=(T1-
T2)/(log(r3/r1)/(2*%pi*L*Knb2o5)+log(r2/r3)/(2*%
pi*L*Kal));
T3=T1-q2*log(r3/r1)/(2*%pi*L*Knb2o5)

function y=f(x)
  if x<=e1;
    then
    y=T1-q2*log((r1+x)/r1)/(2*%pi*L*Knb2o5);
  end
 endfunction

s=linspace(0,e1,1000);
plot(s,f,'b');
function w=g(a)
     if a<=e1+ec;
    then
    w=T3-q2*log((r3+a-e1)/r3)/(2*%pi*L*Kal);
    end
 endfunction

d=linspace(e1,e1+ec,1000);
plot(d,g,'b');
function u=t1(r)
     if r<=e1+ec;
    then
    u=T1-q1*(log((r1+r)/r1)/(2*%pi*L*Kal));
    end
 endfunction
r5=linspace(0,e1+ec,1000);
plot(r5,t1,'r');
xgrid(2,1,3);
xlabel("Espesor en metros");
ylabel("Temperatura en Kelvin");
title("Temperatura (K°) vs Espesor (m)",
"fontsize",3)
legend('Con recubrimiento','Con recubrimiento','Sin
recubrimiento');
a.auto_clear='on'; //Permite que la nueva grafica
borre la actual
a.auto_clear='on'; //Permite que la nueva grafica
borre la actual
```

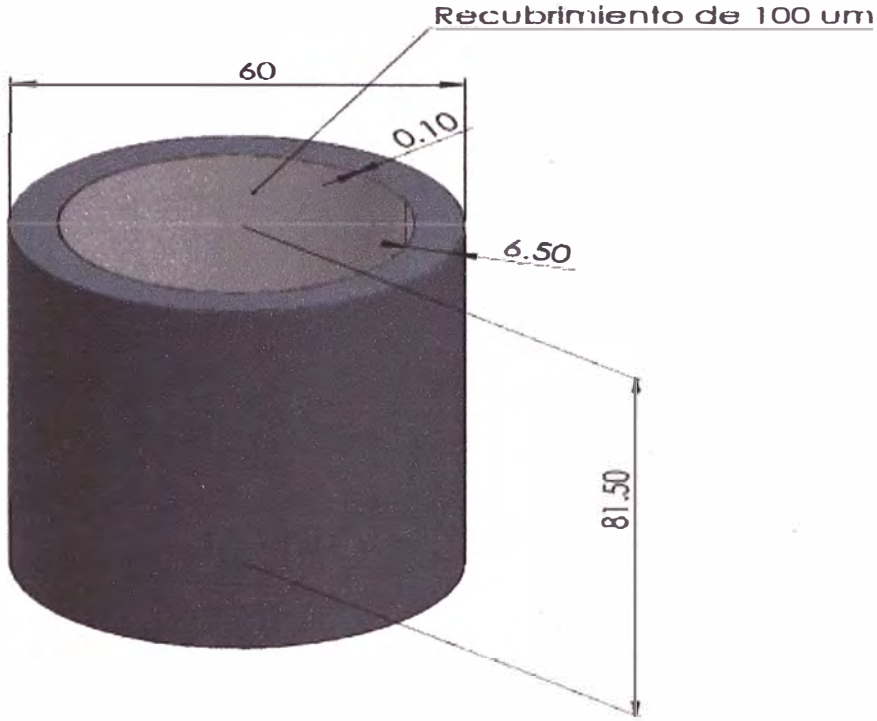
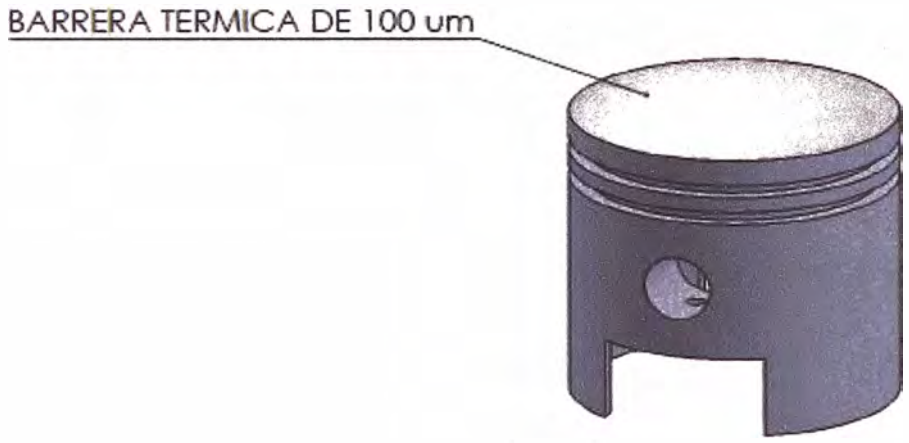
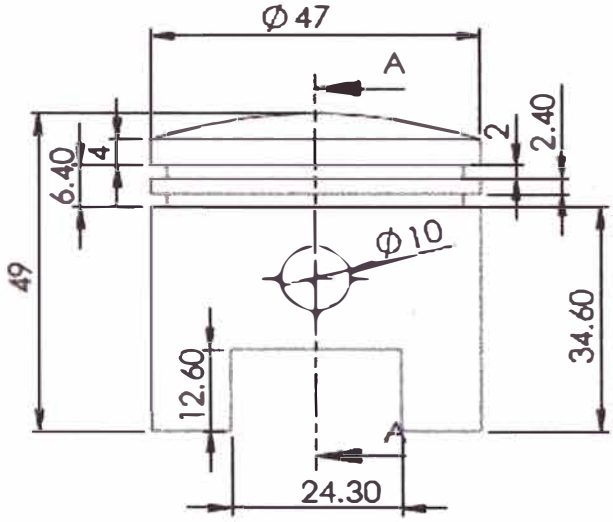
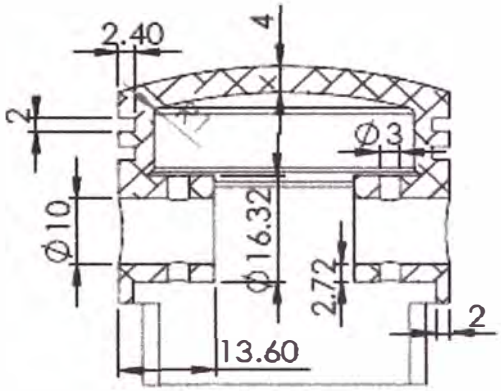
```
clf(1)
clc
e1// espesor del recubrimiento en metros
T3// temperatura en la interface en K°
```

```
q1// FLUJO DE CALOR EN CILINDRO HUECO
SIN RECUBRIMIENTO EN WATIS
q2// FLUJO DE CALOR EN CILINDRO HUECO
CON RECUBRIMIENTO EN WATI
```

ANEXO 11: DIMENSIONES DE PLACA CIRCULAR CON BARRERA TERMICA DE OXIDO DE NIOBIO



ANEXO 12: DIMENSIONES DE CILINDRO HUECO CON BARRERA TERMICA INTERNA DE OXIDO DE NIOBIO



ANEXO 13: DIMENSIONES DE PISTON CON BARRERA TERMICA DE OXIDO DE NIOBIO