

Implementación de una metodología para  
la caracterización de reactores de plasmas fríos  
usando diseño estadístico de experimentos y la  
sonda doble de Langmüir

Carlos Germán Correa Urán

Universidad EAFIT  
Escuela de Ciencias y Humanidades  
Medellín, Colombia  
2013

# Implementación de una metodología para la caracterización de reactores de plasmas fríos usando diseño estadístico de experimentos y la sonda doble de Langmüir

**Carlos Germán Correa Urán**

Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de:  
**Magister en Física Aplicada**

Asesor  
Ph. D. Juan Manuel Jaramillo  
Co asesor  
Ph. D. Diego Acosta.

Universidad EAFIT  
Escuela de Ciencias y Humanidades  
Medellín, Colombia  
2013

Nota Aceptación

---

---

Presidente de Jurado

---

Jurado

---

Jurado

---

Medellín 06 de Noviembre de 20013

A Manuel, Lina, mis padres y Hermanos.

# Agradecimientos

*NON NOBIS DOMINE, SED NOMINI TUO DA GLORIAM*

Doy gracias a Dios por darme los medios para alcanzar este logro

A mi hijo y esposa de quienes tome tiempo que les pertenecía.

A mis padres y hermanos que siempre han creído y apoyado todos mis sueños.

A mi asesor Juan Manuel Jaramillo quien dedico todas sus fuerzas y conocimientos para que este proyecto se realizara.

A los profesores de la maestría Diego, Mauricio, Álvaro, Olga, José Ignacio, Mario, Jorge que siempre han velado por impartir en todos sus alumnos la excelencia.

A mis amigos Javier, Augusto, Víctor y Yudy que me acompañaron siempre con sus importantes aportes.

A Juan Esteban, Dina y el equipo de micro ingeniería por sus consejos y camaradería.

A la Universidad EAFIT que me permitió ser parte de tan importante institución.

A Dynacad Lta por facilitarnos sus equipos y medios para la validación del software.

## Resumen

En el siguiente trabajo se presenta la implementación de una metodología para la caracterización de reactores de plasma fríos, usando el diseño estadístico de experimentos y la sonda doble de Langmüir. Se desarrolló un software llamado DEE-EAFIT para el cálculo de diseños estadísticos de experimentos y se implementó una plataforma hardware para la adquisición de los datos provenientes de una sonda doble de Langmüir insertada en un reactor de plasma frío, con el objetivo de validar las herramientas se usaron datos de literatura, un reactor de plasma tipo PACVD y para evaluar la que tan amigable es el software se desarrolló una prueba en ambiente industrial con operario no expertos.

**Palabras claves.** Diseño estadístico de experimentos, Plasma, reactor de plasma, Sonda doble de Langmüir.

## Productos

- Durante el desarrollo de este trabajo de grado se obtuvieron los siguientes resultados indirectos.
- Registró de software para la aplicación de DEE “DEE-EAFIT®”
- Registró de “software para control de sistema de medición de retracción química®” EAFIT- I&D ARGOS.
- Pedido de modelo de utilidad de sistema de medición de retracción química.
- Poster IMPLEMENTACIÓN DE UN OSCILOSCOPIO USANDO UN DSPIC Y PANTALLA  $\mu$ LCDPT32. 3 congreso nacional de ingeniería Física. Universidad EAFIT. 2012
- Poster VALIDACIÓN DE UNA INTERFACE PARA LA APLICACIÓN DEL DISEÑO ESTADÍSTICO DE EXPERIMENTOS EN EL CRECIMIENTO DE PELÍCULAS DELGADAS. Modalidad Poster. Segundo Encuentro Internacional de Investigadores en Materiales y Tecnología del Plasma – Universidad Pontificia Bolivariana. Bucaramanga 2013

# Contenido

1.	Introducción.....	1
1.1.	Motivación del trabajo de grado .....	1
1.2.	Algunos conceptos básicos .....	2
1.2.1	Plasma .....	2
1.2.2	Sonda de Langmüir. ....	4
1.2.3	Diseño Estadístico de Experimentos (DEE) .....	7
1.2.4	Factorial Completo $2^k$ ( $FC2^k$ ).....	10
1.2.5	Modelo de regresión.....	12
1.2.6	Diseño Estadístico de Experimentos Factorial Fraccionado $2^{k-p}$ (DEE FF $2^{k-p}$ )	13
2.	Estado del arte .....	16
2.1	Bibliografía .....	23
3.	Materiales y métodos.....	25
3.1	Software DEE EAFIT.....	25
3.2	Hardware.....	30
3.2.1	Sonda Doble de Langmüir .....	30
3.2.2	Sistema de adquisición de datos (DAS).....	32
3.3.1	Reactor PACVD.....	37
3.3	Metodología .....	40
3.3.1	Identificación de factores.....	41
3.3.2	Verificación con datos reportados en la literatura. ....	41
3.3.3	Sistema DAS y software. ....	41

3.3.3.1	Caracterización de los amplificadores .....	41
3.3.3.2	Diodo Zener .....	41
3.3.3.3	DAS – EAFIT Vs LabView. ....	42
3.3.3.4	Sonda Doble.....	42
3.3.4	Caracterización del reactor.....	43
3.3.5	Validación industrial. ....	45
3.4	Bibliografía .....	46
4.	Resultados.....	49
4.1	Validación con datos de literatura.....	49
4.2	Validación experimental .....	60
4.2.1	Identificación y obtención de propuesta experimental. ....	60
4.2.2	Caracterización del sistema de adquisición de datos .....	62
4.2.3	DAS – EAFIT Vs LabView. ....	67
4.2.4	Medidas del plasma con la sonda doble de Langmüir. ....	68
4.2.5	Caracterización del reactor.....	70
4.2.6	Proceso de inyección de termoplástico. ....	74
4.3	Bibliografía .....	78
5.	Conclusiones.....	79
6.	Trabajos futuros.....	80
7.	Anexo I. ....	81
8.	Anexo II Gráficas de Sonda Doble para la caracterización del reactor.....	83

## Lista de Figuras.

Figura 1.1 Diagrama reactor de plasma.....	3
Figura 1.2 Curva característica de una sonda simple.....	5
Figura 1.3 Sonda Doble de Langmüir.....	6
Figura 1.4 Curva Típica de una sonda doble de Langmüir (Tomado de (6)). .....	7
Figura 1.5 Gráficas de Efectos principales: (a) Gráfica de efectos por interacción (b) sin interacción, (c) con interacción. ....	10
Figura 1.6 Diagrama Pareto.....	11
Figura 2.1 HICP .....	20
Figura 2.2 Datos de comparación valor experimental, de los modelos RBNN, GRNN, y RSM.. .....	21
Figura 3.1 Diagrama de Flujo Programa. ....	28
Figura 3.2 Sonda doble de Langmüir. ....	30
Figura 3.3 Diagrama de conexión fuente BK. ....	31
Figura 3.4 Sistema de acondicionamiento de señal. ....	32
Figura 3.5 Circuito implementado para la adquisición de datos. ....	34
Figura 3.6 Diagrama flujo adquisición de datos. Usando la interrupción por conversión ADC terminada que provee el dsPIC se toman 100 muestras que son almacenadas y finalizado este proceso son enviadas a su destino final. ....	36
Figura 3.7 Reactor PACVD basado en un microondas casero Patente número 10-027016, (A) vista campana, (B) vista frontal, (C) malla de extracción.....	37
Figura 3.8 Distribución del reactor y esquema de conexión de la sonda doble de Langmüir. ....	39
Figura 3.9 Esquema de una maquina inyectora de termoplástico (16).....	40
Figura 3.10 Circuito Diodo Zener .....	42
Figura 3.11 A. Sonda doble de Langmüir, B. Adaptador para sonda.....	44
Figura 3.12 Columna de plasma encendida.....	44
Figura 4.1 Identificación de tipo de DEE .....	50
Figura 4.2 Solicitud de réplicas para un factorial completo. ....	51
Figura 4.3 Propuesta experimental considerando dos replicas .....	52

Figura 4.4 (A) Modelo obtenido por DEE- EAFIT y (B) Modelo reportado por Massumi. Massumi codifica las variables del modelo de la siguiente manera $X_{Ti}=T*t$ ; $X_A=A*$ y de la misma forma para el resto de los factores.....	53
Figura 4.5 Identificación del tipo de DEE para los datos tomados de X. Fan et al. .	55
Figura 4.6 Propuesta experimental realizada por el software DEE EAFIT.....	55
Figura 4.7 Propuesta experimental y datos para la variable respuesta completos....	57
Figura 4.8 Diagrama de Pareto para la obtención de esferas de alúmina en un proceso asistido por plasma.....	57
Figura 4.9 Grafico de Daniel para el porcentaje de esferoidizacion.....	58
Figura 4.10 Comparación propuesta experimental Gary S May y Costa J. Spanos Vs DEE EAFIT.....	59
Figura 4.11 Datos ingresados para la caracterización del reactor PECVD. ....	60
Figura 4.12 Identificación del tipo de DEE a realizar. ....	61
Figura 4.13 Cálculo del DEE y opción de réplicas.....	61
Figura 4.14 Respuesta característica en régimen DC de los amplificadores de aislamiento AD202JN. ....	63
Figura 4.15 Gráfico de residuales.....	63
Figura 4.16 Histograma para residuales. ....	64
Figura 4.17 Respuesta característica en régimen AC de los amplificadores de aislamiento AD202JN. ....	65
Figura 4.18 Curva de respuesta del sistema Zener/ resistencia medida por el sistema de adquisición de datos.....	66
Figura 4.19 Curvas sinusoidales obtenidas a partir del generador AGILENT. La señal adquirida mediante la tarjeta de LabView (superior), y la adquirida mediante el sistema DAS (inferior). ....	67
Figura 4.20 Curva sinusoidal a 3 kHz obtenida con el DAS implementado. ....	68
Figura 4.21 Medida de plasma en sobre la malla de extracción al interior de la cámara de proceso. ....	69
Figura 4.22 Curvas I contra V para diferentes condiciones de experimentación, A Ensayo 1, B Ensayo 2, C Ensayo 8, D Ensayo 13.....	71
Figura 4.23 Curva I-V en el reactor sin plasma.....	73

Figura 4.24 Diagrama de Pareto para los resultados obtenidos en la caracterización de un proceso de inyección de una pieza plástica. ....	76
Figura 4.25 Modelo lineal obtenido para el proceso de inyección de un aparte plástica. ....	76
Figura ..1 Gráfica de residuales .....	81
Figura ..2 Gráfico de probabilidad normal. ....	82

## Lista de Tablas

Tabla 2.1 Recetas de “wet etch” estándar y optimizada .....	18
Tabla 2.2 Respuesta estándar y optimizada .....	18
Tabla 2.3 Factores para la caracterización del HICP .....	20
Tabla 4.1 Factores de entrada seleccionados por Massumi. ....	49
Tabla 4.2 Propuesta Experimental obtenida por Massumi. ....	50
Tabla 4.3 Comparación de los valores obtenidos para los coeficientes de los factores usando el software DEE- EAFIT y los resultados reportados por el autor. ....	53
Tabla 4.4 Variables estudiadas en el proceso de obtención de esfera de aluminio mediado por plasma. ....	54
Tabla 4.5 DEE reportado por X. Fan et al . ....	56
Tabla 4.6 Propuesta experimental para la caracterización del reactor PECVD.....	62
Tabla 4.8 Factores de entrada con sus respectivos niveles para la aplicación del software DEE – EAFIT en la obtención de un menor tiempo de ciclo para la producción de una pieza plástica. ....	74
Tabla 4.9 DEE FF de resolución 3 primera replica. ....	75
Tabla 4.10 DEE FF de resolución 3 segunda replica. ....	75

# 1. Introducción

En esta sección se presentará la motivación y los objetivos planteados en este trabajo de maestría y a seguir algunos conceptos básicos.

## 1.1. Motivación del trabajo de grado

La aplicación de la metodología de Diseño Estadístico de Experimentos (DEE) para la caracterización de reactores permite encontrar las variables más influyentes en su desempeño, además se pueden proponer modelos estadísticamente válidos dentro de los dominios experimentales propuestos por el usuario-investigador.

Aunque el DEE es ampliamente usado en ambientes industriales (1), hasta el momento solo se encontró reportado en la literatura una citación para su implementación en el diseño y la caracterización de reactores de plasmas fríos; además, se hallaron algunos reportes orientados a los procesos asistidos por plasma (2), en los cuales se evidencia que por lo menos uno de los autores conoce no solo de estadística sino también la metodología de DEE de acuerdo a como se presentan el planteamiento, ejecución y desarrollo de los experimentos propuestos y el análisis de los resultados.

Con el fin de desarrollar una herramienta que le facilite al investigador, no familiarizado con el DEE, emplear y encontrar las variables más relevantes de su proceso o reactor, se planteó en este trabajo de grado el desarrollo de un software que permita implementar la metodología de Diseño Estadístico de Experimentos de acuerdo con los siguientes objetivos:

- Objetivo General
  - Diseñar e implementar una aplicación para la caracterización de reactores de plasmas fríos empleando la metodología de Diseño Estadístico de Experimentos y la sonda doble de Langmüir.
- Objetivos específicos
  - Identificar las principales variables de proceso asociados a los reactores de plasmas fríos.
  - Implementar una interface de usuario a través de la cual se pueda correr en “back-ground” un programa de Diseño Estadístico de Experimentos.

- Generar modelos matemáticos del comportamiento del reactor a partir de un análisis de superficie de respuestas.
- Validar el producto a partir de datos de la literatura y en el reactor del que se dispone en el laboratorio.

El documento se desarrolló de forma tal que en el capítulo dos se presenta el estado del arte orientado a la utilización del DEE en la caracterización de reactores de plasma frío, el capítulo tres trata de los métodos y materiales, en el capítulo cuatro se tiene la discusión de los resultados para finalmente presentar la conclusión general del trabajo así como los posibles trabajos futuros.

A continuación se describirán algunos conceptos básicos con el fin de poder leer este trabajo en forma más adecuada.

## 1.2. Algunos conceptos básicos

En esta sección se discutirá inicialmente lo que se entiende por plasma, luego se presentará la teoría sobre la sonda de Langmüir y finalmente en qué consiste el DEE.

### 1.2.1 Plasma

Se define como plasma a un gas **cuasi neutral** de partículas eléctricamente neutras y cargadas que exhiben un **comportamiento colectivo** (3).

La propiedad de cuasi neutralidad se pueden entender como el hecho de que la densidad de iones ( $n_i$ ) y la densidad de electrones ( $n_e$ ) por metro cúbico sean aproximadamente iguales, esto es  $n_i \cong n_e \cong n$ , donde  $n$  no se refiere a la densidad de partículas neutras sino al número de partículas cargadas por metro cúbico.

La propiedad de comportamiento colectivo se refiere al hecho de que las partículas que conforman el plasma al estar eléctricamente cargadas y desplazarse en el espacio unas alrededor de otras como en un fluido, pueden generar corrientes eléctricas que a su vez generan campos electromagnéticos, estos campos electromagnéticos actúan sobre partículas a distancia, lo que implica que el movimiento de cada partícula depende tanto de las condiciones locales como del estado del plasma en regiones remotas (3).

Es común clasificar el plasma entre “fríos” y “calientes” o térmicos. Esta clasificación hace alusión a que las partículas que conforman el plasma (electrones, iones y partículas neutras) tienen igual o diferente velocidad. Si las partículas de un plasma tienen igual energía cinética se dice que se trata de un plasma térmico que puede alcanzar

hasta  $10^9$  grados centígrados. Los plasmas no térmicos o “fríos” se caracterizan porque los iones y partículas neutras o especies pesadas que lo conforman tienen temperaturas cercanas a las del ambiente entre 25 y 100 °C; mientras que la temperatura eléctrica de los electrones puede ser de 5000 a  $10^5$  °C, esto implica que no se está en equilibrio térmico. Los plasmas fríos pueden obtenerse a bajas presiones ( $p < 133$  mbar) en distintos tipos de reactores.

Entre las características más importantes del plasma está su capacidad de apantallar campos eléctricos externos. Si un potencial es introducido en el plasma por medio de un electrodo, la región que lo circunda será ocupada inmediatamente por partículas cargadas de signo contrario al potencial aplicado formando una capa, como se muestra en la Figura 1.1.

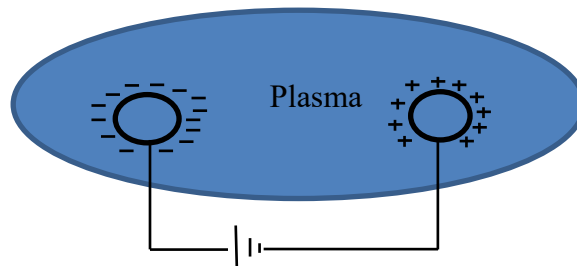


Figura 1.1 Diagrama reactor de plasma.

Si el plasma es “frío” la energía cinética de las cargas sería insignificante en comparación con la magnitud del potencial aplicado, en este caso el número de cargas que rodean a la región en donde se introdujo el potencial externo debería tener igual número de cargas que los electrodos, por tanto el potencial estaría apantallado totalmente, esto significa que una carga en un lugar remoto del plasma no se vería afectada por el campo eléctrico asociado al electrodo. Ahora, si las partículas que conforman el plasma tienen energía cinética asociada, en la capa que cubre el potencial externo existirá una región en la cual el campo eléctrico es débil y las partículas tienen la suficiente energía térmica para escapar de la acción del potencial. Esta región se ubicará a una distancia tal que la energía térmica será aproximadamente igual a la energía potencial del electrodo. La región de apantallamiento, que se podría definir como el radio de la esfera real de influencia de cada

carga dentro del plasma, se conoce como la distancia de Debye o la longitud de Debye (4) y cuya forma es

$$\lambda_D = \left( \frac{\epsilon_0 k T_e}{n e^2} \right)^{1/2} \quad (1.1)$$

Donde  $k = 1.3806504 \times 10^{-23} \text{ J/K}$  constante de Boltzmann,  $T_e$  es la temperatura electrónica,  $n$  es la densidad electrónica y  $e$  la carga del electrón. Ahora, si las dimensiones de un sistema son mucho mayores que la longitud de Debye, entonces cualquier concentración local de carga o la introducción de un potencial externo y sus consecuentes efectos serán apantallados a una distancia corta comparada con las dimensiones del sistema.

Éstos elementos definen lo que se entiende conceptualmente por plasma, ahora una forma de medir estos parámetros es empleando la sonda de Langmüir, cuya teoría se presentará a seguir.

### 1.2.2 Sonda de Langmüir.

Las sondas electrostáticas son herramientas para el diagnóstico de los plasmas. Se conocen diferentes tipos de sondas, en general se pueden clasificar según su número y forma, así, se puede hablar de sondas simples, dobles o triples, de forma esférica, cilíndrica y plana. Cada una de las posibles configuraciones trae consigo ventajas y desventajas, además de limitar el tipo de reactor en el cual es conveniente medir con ellas. A continuación se presenta un breve acercamiento a la teoría del funcionamiento de las sondas de Langmüir.

Una sonda no es más que un conductor de pequeñas dimensiones colocado dentro de una región con plasma, este electrodo es polarizado con el objetivo de coleccionar una corriente. La corriente coleccionada por la sonda depende: del potencial aplicado sobre la sonda, de las densidades y de las funciones de distribución de velocidad de las especies cargadas en el plasma.

Una vez se aplica un barrido de voltaje de polarización  $\Phi$  a la sonda y se mide la corriente  $I$  a través de ella, se puede graficar una curva característica en la cual aparecen tres regiones y dos puntos de interés que permiten determinar la constitución del plasma, esta curva se pueden ver esquematizadas en la Figura 1.2.

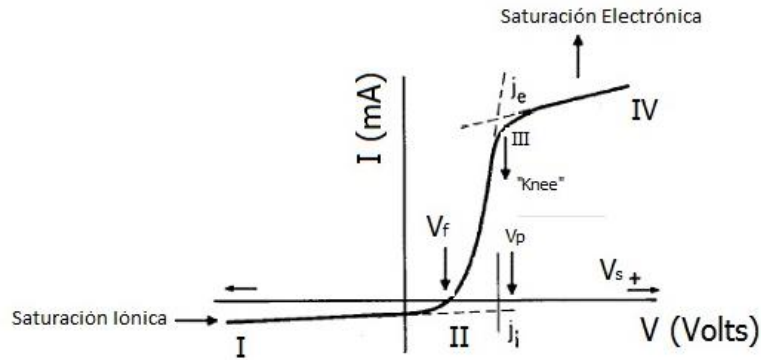


Figura 1.2 Curva característica de una sonda simple

En la curva se reconocen tres regiones. Al final de la región comprendida entre I y II se encuentra el potencial fluctuante,  $V_f$ , es el potencial aplicado a la sonda donde la corriente de iones y electrones son iguales y la corriente neta es cero. El potencial de plasma  $V_p$ , está cerca al codo ("knee") de la curva. Lejos de este punto hacia la izquierda (indicado por I en la curva), donde todos los electrones son rechazados, se tiene la corriente de saturación,  $I_{si}$ . En la extremidad derecha de la curva, región comprendida entre III y IV, el potencial es bastante positivo, los electrones son escasamente colectados. La región comprendida entre II y III permite determinar la Función de Distribución de Energía de Electrones (FDEE). En esta región intermediaria las partículas más energéticas pueden vencer el campo eléctrico impuesto por la sonda, inclusive si estas poseen una carga semejante a la de la sonda. De la curva  $I$  vs  $\Phi$ , se pueden determinar la densidad del plasma  $n_0$ , la temperatura de electrones,  $K_B T_e$ , y el potencial del plasma  $V_p$ . El análisis de la curva característica se facilita si se cumplen las siguientes hipótesis:

- Cuasi neutralidad del plasma ( $n_e = n_i$ ). Esto posibilita medir la densidad de electrones a partir de la corriente iónica en el punto de inflexión de la curva característica.
- Diámetro de la sonda es menor que o libre camino medio de las especies cargadas e despreciable frente a las dimensiones del plasma.
- La temperatura electrónica es mucho mayor que la temperatura iónica (iones positivos).
- Existe una distribución Maxwelliana de velocidades de los electrones y de los iones, lo que permite medir la temperatura iónica y electrónica, sin que sean modificadas por la presencia de la sonda.

- La corriente colectada del plasma es tan pequeña, que no perturba las propiedades del plasma en la frontera de la sonda.

La medición de las características del plasma usando una sonda de Langmüir simple ha sido discutida debido a que es una medida intrusiva y podría alterar la naturaleza local del plasma, además si el plasma es producido por medio de radiofrecuencia o microondas, estas podrían inducir corrientes parasitas debido a que la sonda es un hilo conductor expuesto a la acción de un campo electromagnético variable, provocando lecturas erradas de las diferentes características del plasma, por esta razón se desarrolló un segundo método conocido como sonda doble de Langmüir que tiene como ventajas el hecho de que no toma una corriente significativa de la región donde se mide, esto implica que no altera de manera importante el plasma.

La sonda doble de Langmüir consta de dos hilos conductores dispuesto a una distancia muy corta el uno del otro ( $\sim 0.2$  mm) (5) que están conectados por medio de una fuente de voltaje variable, ver Figura 1.3.

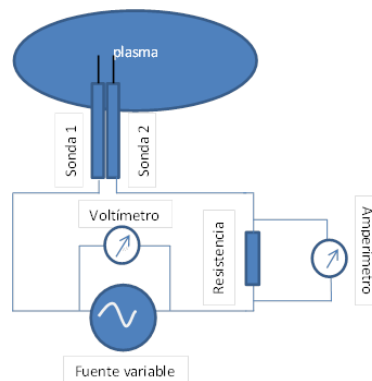


Figura 1.3 Sonda Doble de Langmüir

Asumiendo que ambas sondas tienen igual construcción (geometría, forma y extensión) entonces el mecanismo de funcionamiento es el que sigue: cuando ambas sondas son introducidas en el plasma estarán a igual potencial, por lo tanto la corriente que circula a través del circuito es igual a cero. Si la sonda uno se polariza negativamente con respecto al potencial flotante recibirá corriente de saturación iónica, si se polariza la sonda 2 negativamente con respecto al potencial flotante entonces será esta quien reciba la corriente de saturación iónica.

Dado que las sondas forman un lazo cerrado la corriente en ambas debe ser la misma (5), las cargas eléctricas que entren por la sonda uno deben salir por la sonda dos,

esto implica que el plasma no se perturba significativamente. La curva característica de una sonda doble tendrá el aspecto mostrado en la Figura 1.4. La cual es tomada del artículo de Wang (6).

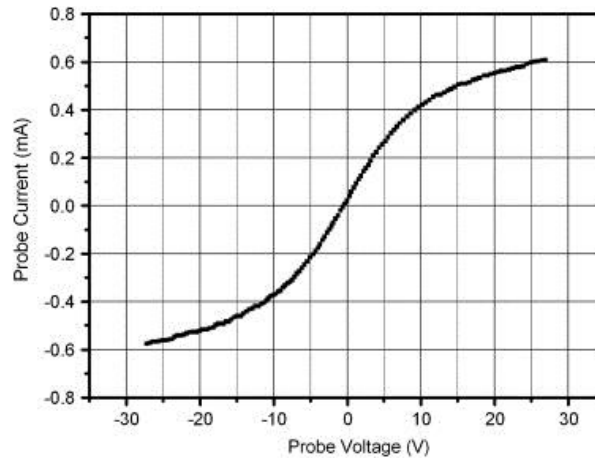


Figura 1.4 Curva Típica de una sonda doble de Langmüir (Tomado de (6)).

Se puede demostrar (5) que la expresión que modela el comportamiento observado en la sonda doble de Langmüir está dada por la ecuación 1.2.

$$I = I_{sat} \tanh\left(\frac{V}{T_e}\right) \quad (1.2)$$

Donde  $I_{sat}$  es la corriente de saturación iónica,  $V$  es el potencial entre las sondas y  $T_e$  es la temperatura electrónica. La máxima corriente que puede fluir por el circuito es la de saturación iónica lo que hace que el sistema sea más seguro que el de la sonda simple.

Es conveniente adoptar alguna metodología que permita optimizar el diseño de reactores, los procesos de obtención materiales, los procesos de recubrimientos y/o de micro fabricación empleando la tecnología de plasma. La metodología que se sugiere en este trabajo y que se considera bastante adecuada es la denominada *Diseño Estadístico de Experimentos*. A seguir se presentaran algunos conceptos básicos al respecto.

### 1.2.3 Diseño Estadístico de Experimentos (DEE)

De acuerdo con Pulido y de la Vara (1): “*el DEE es la forma más eficaz de hacer pruebas. Consiste en determinar cuáles pruebas se deben realizar y de qué manera, para obtener datos que, al ser analizados estadísticamente proporcionen evidencias objetivas que permitan responder las interrogantes planteadas*”. El DEE es una metodología

basada en útiles matemáticos y estadísticos cuyo objetivo es ayudar al investigador a establecer el procedimiento óptimo para obtener la mayor información con el menor número de pruebas y evaluar los resultados experimentales obtenidos.

En el DEE se denomina unidad experimental a la muestra que se utiliza para generar un valor representativo del resultado de la prueba.

Es importante definir lo que los autores entienden por: **variables, factores y niveles**. Por variable se entiende no solo las que se denominan como variables de respuesta sino también las variables de proceso que se conocen como factores. La variable de respuesta es una cantidad que permite conocer el efecto del cambio de los factores en cada ensayo o experimento realizado en el sistema de estudio. Los factores pueden ser controlables o no. Los factores controlables admiten estar en un nivel dado, de acuerdo a los valores que es posible fijar en el experimento, mientras que los no controlables son asociados al ruido. Los *niveles* son los diferentes valores que se asignan a cada factor estudiado, estos determinan lo que se conoce como región experimental y, en principio, las conclusiones que se obtengan del DEE sólo tienen validez sobre esta región. Una combinación de niveles de todos los factores estudiados se llama *tratamiento*. También se define el *error aleatorio* como aquel que se asocia al resultado de variaciones no predecibles durante la experimentación. Estos errores no están bajo el control del investigador. Mientras que el *error experimental* es una componente del error aleatorio que refleja los errores del investigador al ejecutar o planear el experimento.

Existen diferentes tipos de DEE entre los más usados se pueden mencionar el diseño de bloques, diseños factoriales completos, fraccionados y diseño de superficies de respuestas.

En esta sección se describirán los diseños estadísticos del tipo *factorial completo (FC)* y *factorial fraccionado (FF)*. Estos diseños permiten estudiar el efecto individual y de interacción de los factores; se pueden aumentar en caso de que se requiera mayor detalle en la exploración; se pueden correr fracciones del diseño las cuales brindan una gran cantidad de información en fases exploratorias de una investigación, además, el cálculo de los efectos se puede realizar con aritmética fundamental, en especial si cada factor tiene 2 niveles.

Un DEE factorial tiene como objetivo estudiar la influencia de varios factores a la vez sobre una o varias variables de respuesta. Los factores pueden ser cualitativos o cuantitativos. Para poder realizar el diseño se requiere que los factores admitan por lo menos dos niveles (uno mínimo y uno máximo) para cada factor.

Con el DEE factorial se corren aleatoriamente todas las posibles combinaciones que pueden formarse con los niveles de los factores a investigar. De esta manera si cada factor cuenta con dos niveles la cantidad de tratamientos a realizar será de  $2^k$ , donde k es el número de factores de interés.

Ahora, el efecto de un factor se define como el cambio observado en la variable de respuesta debido a un cambio de nivel de dicho factor. Existen efectos principales que son los cambios que sufre la media de la variable respuesta debido a la acción individual de cada factor. Se dice que dos factores tienen un efecto de interacción si el efecto de un factor depende del nivel en que se encuentra el otro. Por ejemplo, en un experimento en el que se estén determinando el rendimiento de una reacción química las condiciones de Tiempo y Temperatura se tendrán como factores del proceso. Si se encuentra que el rendimiento de la reacción (Variable de respuesta) depende de la combinación de la temperatura en su nivel máximo y del tiempo de proceso en su nivel mínimo se afirma que estos factores tienen un efecto de interacción.

Los efectos principales y de interacción se presentan gráficamente como se indica en la Figura 1.5. La Figura 1.5. (a) corresponde a los efectos principales, en ella se muestra cual es el peso de cada factor sobre la media de la variable de respuesta, así se puede apreciar cómo cambia la variable de interés dependiendo del nivel del factor. En la Figura 1.5. (b) se observan que las pendientes de los factores son iguales, luego, los factores no interactúan, mientras que en la Figura 1.5 (c) las pendientes de cada línea son diferentes, es decir, los factores interactúan (ver Figura 1.5 (c)).

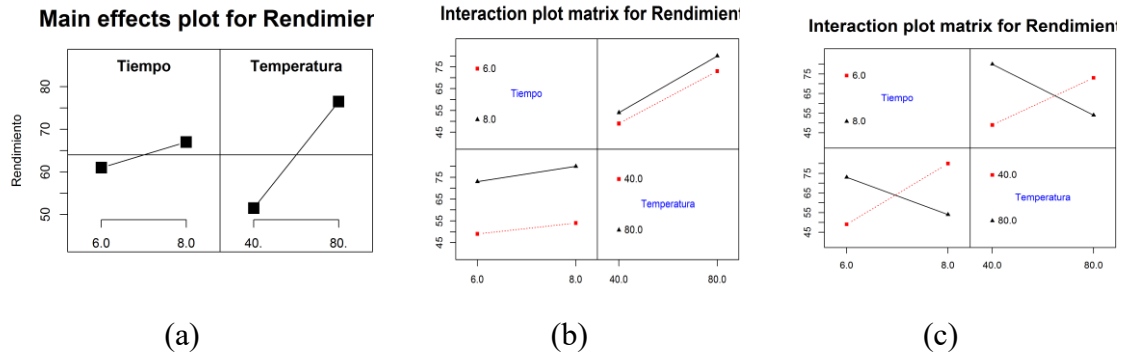


Figura 1.5 Gráficas de Efectos principales: (a) Gráfica de efectos por interacción (b) sin interacción, (c) con interacción.

Teniendo esto claro cabe preguntarse cuando se aplica un DEE Factorial completo o cuando un fraccionado. En la literatura es frecuente que se elija el tipo de DEE factorial dependiendo del número de posibles tratamientos a realizar, dados los factores, que es el tópico que se desarrollará a seguir.

### 1.2.4 Factorial Completo $2^k$ (FC $2^k$ )

Cuando se hace referencia que se tiene un FC  $2^k$  se quiere decir que existe  $k$  factores con dos niveles cada uno. Este tipo de DEE es especialmente útil si el número de los factores a estudiar está entre  $2 \leq k \leq 5$  lo que implica un numero de tratamientos entre 4 y 32.

Si se toma el caso más sencillo de dos factores con dos niveles cada uno, se tendrá un DEE factorial completo  $2^2$  que implica realizar cuatro (4) tratamientos (experimentos). Es costumbre hacer una réplica (Una corrida completa de todos los tratamientos). Para calcular los efectos de cada factor sobre la variable respuesta de interés se procede de la siguiente manera: Sean A y B los factores a estudiar, utilizando la notación de Yates (1), el efecto principal de A que es la respuesta promedio observada en el nivel alto del factor A menos la respuesta promedio en el nivel bajo del mismo factor, viene dada por la ecuación (1.3)

$$\text{efecto de A} = \frac{1}{2n} [\mathbf{a} + \mathbf{ab} - \mathbf{b} - (1)] \quad (1.3)$$

Donde  $\mathbf{n}$  es la cantidad de observaciones realizadas,  $\mathbf{a}$  es el valor total de la respuesta en el primer nivel del factor B y segundo nivel del factor A,  $\mathbf{b}$  es valor total en el primer nivel del factor A, segundo nivel del factor B,  $\mathbf{ab}$  valor total en el segundo nivel

del factor A, segundo nivel del factor B y finalmente (1) es el valor total en el primer nivel del factor A y primer nivel del segundo factor B. El efecto principal de B viene dado por la ecuación (1.4).

$$\text{efecto de B} = \frac{1}{2n} [b + ab - a - (1)] \quad (1.4)$$

El efecto de interacción de AB se expresa según la ecuación (1.5).

$$\text{efecto de AB} = \frac{1}{2n} [ab + (1) - a - b] \quad (1.5)$$

Una vez calculado los efectos de cada factor y entendiendo que son diferencias de medias de la variable de interés para cada combinación de niveles del factor, se procede a probar las siguientes hipótesis, ver ecuación (1.6), en el contexto de inferencia estadística (1):

$$\begin{aligned} H_0: \text{Efecto A} &= 0 \\ H_0: \text{Efecto B} &= 0 \\ H_0: \text{Efecto AB} &= 0 \end{aligned} \quad (1.6)$$

Cada una contra la alternativa de que el efecto sea diferente de cero, a estas hipótesis se les aplica el análisis de varianza (ANOVA).

Para determinar qué efectos son realmente importantes se puede recurrir a un enfoque gráfico, en este caso se construye un diagrama de Pareto del tipo que se presenta en la Figura 1.6. Con este diagrama se identifican cuáles son los efectos de mayor relevancia sobre la variable de interés. El diagrama de Pareto describe la realidad observada de los efectos (1).

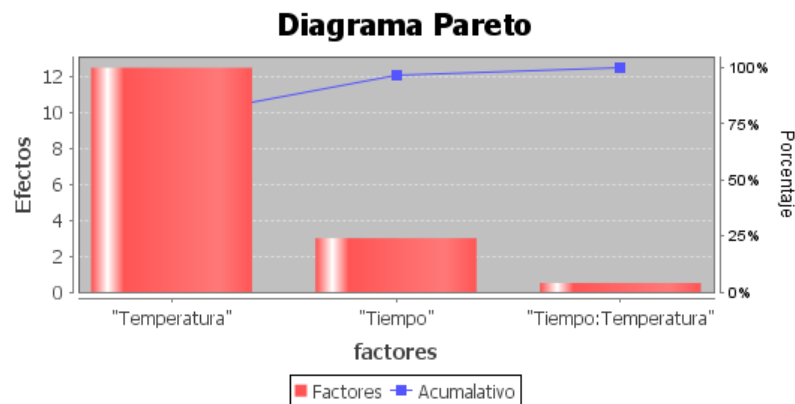


Figura 1.6 Diagrama Pareto.

Otra herramienta que facilita la identificación de los efectos significativos es el gráfico de Daniel (1) que usa los efectos como sumas de variables aleatorias por lo

que los efectos menos significativos deben seguir una distribución normal con media igual a cero y varianza constante. Si se gráfica sobre papel probabilístico normal, los que no son significativos tenderán a formar una línea recta.

Pulido y de La Vara afirman que con el Pareto y el Gráfico de Daniel muchas veces se logran detectar los efectos significativos, los cuales el ANOVA entra solo a confirmar.

### 1.2.5 Modelo de regresión

En este punto se puede plantear un modelo de regresión que ajuste los datos experimentales, con el objetivo de poder hacer predicciones sobre el valor de la variable respuesta en los diferentes valores de los factores estudiados (1), este modelo de regresión podrá ser lineal múltiple (ver ecuación (1.7)).

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_k X_k + \varepsilon \quad (1.7)$$

Donde, las  $X_1, X_2, \dots, X_k$  son las variables independientes, los coeficientes  $\beta$  son los parámetros del modelo o *coeficientes de regresión*,  $\varepsilon$  es el error aleatorio, con media cero y  $Y$  la variable de respuesta. La ecuación (1.7) representa una línea recta si  $k = 1$ , un plano si  $k = 2$  y un hiperplano en forma general (1). La interpretación de los coeficientes es la siguiente:  $\beta_0$  es la ordenada en el origen,  $\beta_j$  mide el cambio esperado de  $Y$  por cambio unitario en  $X_j$  cuando el resto de las variables independientes se mantienen fijas.

Para determinar la calidad del ajuste hecho por el modelo de regresión se realiza un análisis de residuales cuyas principales características se presentan a continuación.

Un residual se define como la diferencia del valor predicho por el modelo de regresión y el valor medido.

El análisis de residuales permite detectar si la relación entre  $X$  e  $Y$  efectivamente es lineal, si hay normalidad en los errores, si existen valores anormales, si hay varianza constante (Homocedasticidad) y si hay independencia entre los errores. Este análisis se puede realizar de forma analítica o gráfica; para efecto de este trabajo se considerara el método de análisis gráfico, ver anexo 1.

Cuando se tienen muchas variables a analizar en el proceso, se plantea un Diseño Estadístico de Experimentos Factorial Fraccionado  $2^{k-p}$ , el cual se presenta a seguir.

### 1.2.6 Diseño Estadístico de Experimentos Factorial Fraccionado $2^{k-p}$ (DEE FF $2^{k-p}$ )

En las fases exploratorias de una investigación es de interés estudiar la influencia de muchos factores con el fin de abarcar todas las posibles causas que afecten la variable respuesta. Esta consideración implica estudiar 6 o más factores a la vez, por ejemplo, si se plantea un DEE tipo FC  $2^k$  (con  $k=6$  factores) se deberán realizar mínimo 64 tratamientos; en la práctica esto no necesariamente es posible. Por lo tanto se hace necesario desarrollar una estrategia que permita realizar la menor cantidad de ensayos sacrificando información redundante o de difícil interpretación, esta técnica se conoce como DEE FF  $2^{k-p}$ , donde  $p$  es el número de factores generadores iniciales, este concepto se aclarará a continuación.

Los efectos generadores iniciales son interacciones del más alto orden posible y se utilizan para generar la fracción factorial. Esto es el efecto debido al producto de varios factores. Así si se quiere crear un factorial fraccionado del tipo  $2^{5-2}$  entonces se requerirá escoger dos interacciones de alto orden entre los efectos asociados a los 5 factores. Ejemplo. Sean A, B, C, D, E los factores en un DEE FC requeriría 32 ensayos, un DEE FF solo requeriría 8 ensayos, los efectos generadores iniciales podrían ser ABD, ACE y BCDE.

Los ensayos de un DEE FF son una fracción de las corridas de un DEE FC con igual número de factores.

En un DEE FF se considera el peso de los efectos sobre la variable respuesta, siendo los más importantes los efectos principales seguidos de los efectos producidos por las interacciones dobles, triples, cuádruples y demás.

Al realizar un DEE FF se producen dos hechos importantes el primero la pérdida de información, y el segundo la aparición de alias.

La pérdida de información es debida a que sólo se ejecuta una fracción del DEE FC y se espera que la información que se descarta se relacione con las interacciones de alto orden.

La aparición de alias, es decir, efectos iguales en la variable respuesta producidos por interacciones con nombres diferentes obliga al investigador a tener a priori una forma de interpretar cuál de los factores o interacciones se puede ignorar, esto implica suponer que solo uno de los factores o interacciones es responsable del efecto.

Los efectos que no se alcanzan a estimar se conocen como generadores de la fracción y actúan como neutros multiplicativos (1) y con estos efectos se construyen las fracciones a realizar.

Se define entonces el concepto de resolución que caracteriza la fracción de DEE y que indica que tan bien pueden estudiarse los efectos potencialmente importantes. Se conocen tres tipos de resolución: la resolución III, la cual considera que los efectos principales no son alias entre sí pero si son alias de interacciones dobles. La resolución IV considera que no existe alias entre efectos principales, ni entre efectos principales e interacciones dobles, pero que si existen alias entre interacciones dobles. La resolución V considera que existen alias entre los efectos principales y las interacciones dobles con interacciones triples o de mayor orden.

Para analizar los resultados que se obtienen al usar un FF se procede de igual manera que con un FC esto implica producir un modelo y analizar con diagrama de Pareto y de Daniel para identificar los factores más importantes.

El diagrama de Pareto es una manera práctica de identificar cuales efectos son los más grandes en cuanto a magnitud, es una representación de la realidad observada de los efectos y se usa cuando se cuenta con efectos sin estandarizar, no se consideran en este gráfico supuestos distribucionales. En el gráfico de Daniel es más difícil identificar el peso de cada factor pero señala cuales factores son activos.

## Bibliografía

1. **Pulido H.G, De La Vara, R. S.,** *Análisis y diseño de experimentos*. México DF : McGraw-Hill Interamericana, 2008.
2. *Statistical Design of Experiments For The Spheroidization of Powdered Alumina by induction Plasma Processing*. **Fan, X. Gitzhofe, F. Boulos, M.** 1998, Journal of Thermal Spray Technology, págs. 247-253.
3. **Chen, F. F.** *Introduction to plasma physics and controlled fusion*. Los Angeles : Springer, 1984.
4. —. *Lecture Notes on Langmuir Probe Diagnostics*. Korea : IEEE-ICOPS, 2005.
5. **Alpidio, G. L.** *Trabajo de Grado :Caracterización Eléctrica de un Sistema de Deposición de Películas Delgadas*. Manizales : Universidad Nacional de Colombia, 2001. NA.
6. *Role of vias frequency in adual electron ciclotrons resonances radio frequency hibrid plasma*. **Wang L. ke B. T. L. Din N. F. Chen M. D., Zhu X. D., Zhou H. Y., Wen X . H.**

## 2. Estado del arte

El DEE fue introducido por Ronald A Fisher en 1935 en Inglaterra e influyo drásticamente en aplicaciones agrícolas ya que permitió la obtención de resultados dicientes a partir de muestras pequeñas (1). En 1951, George E. Box desarrolló la metodología de superficie de respuesta trabajando en la industria química de Inglaterra, después de lo cual el DEE se convierte en una herramienta de uso frecuente en los ambientes industriales (1). El impulso más grande que recibe la metodología se da en la década de los años 80, debido al éxito obtenido por las empresas japonesas en control de calidad, donde el DEE es utilizado para resolver problemas de fondo y para diseñar mejores productos (1). En la actualidad existe una multitud de software que se ofrecen como herramientas para la aplicación del DEE en ambientes industriales y académicos, entre ellos se pueden mencionar:

- *Data Desk* de *Data Description, Inc* (2) el cual es un software comercial estadístico de propósitos generales, se caracteriza por tener una interface de usuario amigable y estar optimizado para la exploración y visualización de información estadística. Para su uso no requiere un conocimiento profundo de estadística.
- EXCEL es un paquete de Microsoft y que con un buen manejo de estadística y conocimiento del uso del programa puede usarse para el cálculo de DEE y otras aplicaciones de estadística, recordando que es un software de propósitos generales, requiere licencia comercial (3).
- MINITAB de Minitab Inc igual que los anteriores es un software de propósitos generales pero a diferencia de EXCEL es específico para aplicaciones estadísticas, requiere licencia comercial para su uso, el costo anual de la licencia es de 3649 euros a Enero de 2013. Es un paquete ampliamente documentado y de común uso en ambientes industriales, presenta una interface amigable y una gran variedad de ejemplos que ilustran como realizar los cálculos e interpretar los datos, requiere un conocimiento básico de estadística para su utilización (4).
- R es un software de libre distribución. Es un proyecto de licencia GNU, R fue inicialmente escrito por Robert Gentleman y Ross Ihaka del departamento de

estadística de la universidad de Auckland, después se les unieron un grupo de colaboradores que hicieron crecer el proyecto (1). Se puede descargar de [www.r-project.org](http://www.r-project.org) , está diseñado como un ambiente para la computación y visualización de gráficos estadísticos, requiere de un conocimiento medio en estadística y la interface consiste de una consola para la ejecución de comandos, lo que dificulta su utilización para usuarios neófitos en el uso de sistemas computacionales no gráficos (5) .

- SAS software del instituto SAS, es un programa comercial creado bajo el lenguaje SAS para la ejecución de una gran cantidad de cálculos estadísticos, optimizados para las aplicaciones en ambientes de negocios, cuenta con una gran capacidad de manejo de datos, requiere un nivel medio de conocimientos en estadística para su uso, cuenta con una interface amigable e igual que R requiere la ejecución de comandos (6).

Los software anteriormente mencionados son de propósitos generales en los cuales se pueden llevar a cabo el cálculo de DEE además, son herramientas de gran poder y cuentan con muchas prestaciones. En el mercado también se pueden encontrar programas específicos como Design-Expert de Stat-Ease, Inc. (7) Este es un paquete estadístico comercial para el cálculo de DOE (Design Of Experiments), cuenta con una interface amigable, muestra el efecto de cada factor en la variable respuesta de interés mediante un sistema de colores facilitando su interpretación.

En general los software para realizar el DEE se pueden encontrar como paquetes de un producto general o como aplicaciones específicas para cierto tipo de DEE. En el primer caso la aplicación de DEE implica un manejo adecuado de la teoría y del software, además de la adquisición de una licencia comercial de un alto costo, igual en el caso de software específico, la licencia comercial es costosa y se aplica a un grupo específico de DEE.

El uso del DEE para procesos asistidos por plasma ha sido reportado por Gary, Jiahua and Costas (8), que propusieron un DEE del tipo factorial fraccionado donde las interacciones debidas a los efectos de alto orden no fueron consideradas, teniendo así un factorial fraccionado  $2^{6-1}$ , lo que conlleva a 32 corridas experimentales en vez de 64 si se

considerará un factorial completo. La respuesta que se obtuvo de estos experimentos fue un modelo de superficie cuadrática, donde algunos de los efectos de segundo orden tienen que ver con las características del reactor empleadas por los investigadores, sin embargo se encontró una receta optimizada que permite incrementar la tasa de remoción de material, la selectividad y la anisotropía mientras se minimizaba la uniformidad. Una comparación entre la receta estándar (std) y la optimizada (optd) se presenta en la Tabla 2.1.

<b>Parámetros</b>	<b>Receta Standard</b>	<b>Receta Optimizada</b>
Potencia de RF (W)	300	300
Presión (mtorr)	280	300
Espaciamiento de los electrodos (cm)	1.5	1.2
Flujo del CCl <sub>4</sub> (sscm)	130	150
Flujo del He (sscm)	130	50
Flujo del O <sub>2</sub> (sscm)	15	20

Tabla 2.1 Recetas de “wet etch” estándar y optimizada

Después de haber optimizado la receta para la remoción de material, se llevaron otra serie de experimentos cuyo resultado se presenta en la Tabla 2.2. En esta las dos últimas columnas el porcentaje de mejoramiento en la respuesta la remoción de materiales (“etch”), consecuencia de la respuesta de optimización y la significancia estadística de ésta optimización basado en el “student t statistic” (1).

<b>Parámetros std</b>	<b>Std</b>	<b>Opt</b>	<b>% cambio</b>	<b>Significancia</b>
Rata de remoción (A/min)	3660	4467	22.0	0.03
No uniformidad (%)	10.66	10.09	-5.3	0.56
Selectividad al óxido	9.58	20.10	109.8	0.01
Selectividad al resiste	2.99	5.07	69.6	0.00

Tabla 2.2 Respuesta estándar y optimizada

Sin duda alguna la metodología ha sido exitosa en la mejora de los resultados que se buscaban.

El equipo de Botharai (9) propuso el método Taguchi para estudiar la síntesis de nanocristales de SiC empleando plasma. Ellos consideraron cuatro parámetros tales como: presión, temperatura, tiempo y tasa de calentamiento. Las propiedades de salida fueron la rugosidad de las muestras, la fractura a la fatiga, la dureza y la morfología. El diseño de experimentos mostró que todos los factores afectan las propiedades medidas significativamente, es decir la temperatura, el tiempo, la presión y la rata de calentamiento contribuyen todos con un 25% en la variación de la densidad y la dureza. Para la fractura

a la rigidez, la contribución debida a la temperatura de síntesis fue marginalmente mayor que la contribución de los otros tres factores. Lo que se puede concluir de este proceso, es que los cuatro factores son importantes experimentalmente y deben ser controlados en la misma proporción.

Prasad et. al (10). Después de desarrollar una descripción de los conceptos más importantes de los diferentes tipos de DEE (Factorial, RSM, Central Composite Design, Box-Behnken Design, Taguchi Methode) y de analizar las ventajas y desventajas del uso de la metodología como DOE para el diseño y optimización de experimentos. Presentan una revisión del estado del arte acerca de la aplicación del DEE en la experimentación con la soldadura asistida por plasma o “ARC WELDING”. Ellos identifican como factores de entrada más recurrentes en todos los reportes, la corriente de soldadura, la velocidad del proceso, el voltaje de arco y el flujo de gas. Entre las variables de respuesta estudiadas se encuentra la geometría de la deposición. Concluyen que los diseños factoriales son de gran ayuda para identificar los factores y las interacciones con mayor influencia en la variable de respuesta.

Byungwhan y Sungjin (11) usan un DEE tipo factorial 24 para caracterizar una fuente de plasma por inducción o HICP (hemispherical inductively coupled plasma) en donde el objetivo es modelar un proceso asistido por plasma mediante distintas técnicas estadísticas como redes neuronales basadas en funciones radiales y superficie de repuesta. Los factores de entrada seleccionados fueron la potencia de la fuente, la presión, la posición del el sistema de posicionamiento de las muestras y la velocidad de flujo de Cl<sub>2</sub>. Además, reportan el uso de una sonda de Langmüir para medir las variables de interés en el plasma. En la Figura 2.1 se puede apreciar un esquema del HICP y del sistema de sonda de Langmüir.

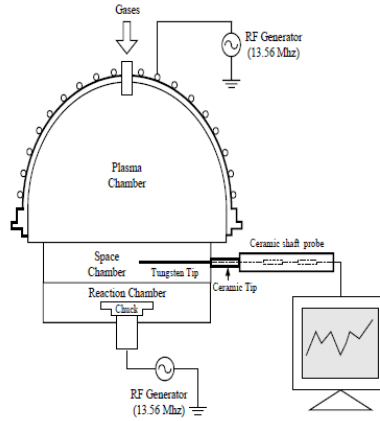


Figura 2.1 HICP Tomado de (11)

En la Tabla 2.3 se pueden observar los valores de los parámetros de entrada considerados. Cada atributo fundamental del plasma fue usado como variable respuesta, y las propiedades medidas con la sonda de Langmüir fueron la densidad electrónica, la temperatura electrónica y el potencial de plasma.

Factores	Rangos	Unidades
Potencia de la fuente	700-900	Watts
Presión	5-10	mTorr
Posición Chuck	30-90	Mm
Cl2	60-120	sccm

Tabla 2.3 Factores para la caracterización del HICP

Para desarrollar el experimento, los autores utilizaron una sonda que constaba de un hilo de tungsteno de 0.18 mm de diámetro por 6 mm de largo, filtraron los efectos de corrientes inducidas a ésta mediante la adaptación de un inductor de 20  $\mu$ H que se inserta de forma radial y se le polariza con una fuente que varía de -100 V a 100 V. El potencial de plasma fue determinado como el punto de intersección de dos líneas tangentes que pasan por debajo y por encima de la región de la curva ajustada conocida como “codo”, la temperatura electrónica se determinó como la tangente de la curva  $\ln(I)$  vs.  $V$ , y la densidad electrónica fue hallada usando la ecuación (2.1).

$$N_e = \frac{I(V_p)}{A_p} \left\{ \frac{2\pi m_e}{e^3 k T_e} \right\}^{1/2} \quad (2.1)$$

Cómo se usó un DEE FF se realizaron 16 ensayos por parámetro de respuesta para obtener los datos necesarios y entrenar las redes neuronales con el fin de encontrar el

modelo óptimo. Se usaron tres técnicas a saber la BPNN (Backpropagation Neural Network), la RBFN (Radial Basics Function Network) y la RSM (Response Surface Method). Se compararon los modelos obtenidos por cada método contra el valor experimental y se encontraron que los modelos aproximan de una manera adecuada el comportamiento experimental del proceso. Ver Figura 2.2.

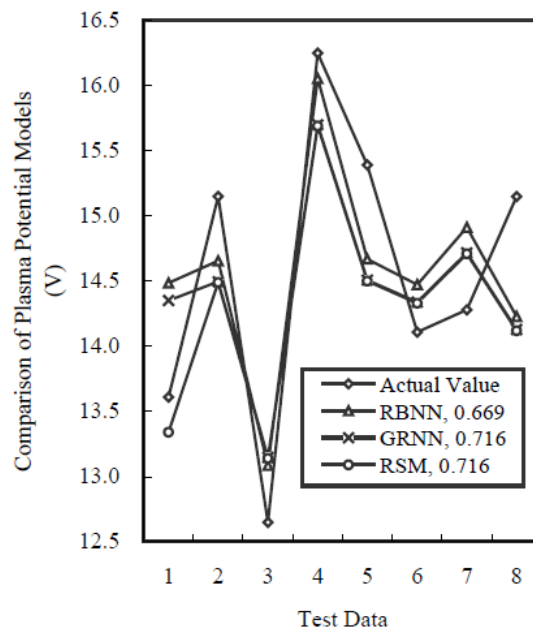


Figura 2.2 Datos de comparación valor experimental, de los modelos RBNN, GRNN, y RSM. Tomado de (11).

De acuerdo con la Figura 2.2, el modelo obtenido mediante la técnica de superficie de respuesta (RSM), dio un error de predicción de 0,716 y los modelos basados en redes neuronales (RBNN, GRNN) en promedio arrojaron un valor de 0,669; 0,716 respectivamente. De acuerdo con esto se puede asumir que la RBNN es una técnica adecuada y ella en sí misma es una metodología adecuada para dar cuenta de los modelos iniciales de un determinado proceso.

De estos trabajos reportados en la literatura se puede concluir que la metodología de DEE es válida para la modelación, donde, por primeros principios debido al número de variables y la relación entre ellas no sea de fácil manejo.

Simplifica sin sesgar la obtención de modelos de procesos en los cuales los sistemas son tipo caja negra y al investigador no le resultan importantes las dinámicas internas del proceso.

Actualmente se sigue empleando la metodología de DEE con el fin de minimizar algunas cantidades y optimizar otras en diferentes procesos asistidos por plasma, sin embargo ninguna de ellas está enfocada al diseño de los reactores o al plasma en sí, y los diferentes investigadores emplean software comerciales (6), (7) lo que los obliga a tener conocimiento sobre el Diseño Estadístico de Experimentos.

Este trabajo se centrará en el desarrollo de una aplicación de DEE del tipo Factorial Completo (FC)  $2^k$  y Factorial Fraccionado (FF)  $2^{k-p}$ , dado su impacto en los ambientes industriales por su eficacia y versatilidad, y por su relativa economía a nivel de número de ensayos. Además, de acuerdo con la literatura se encuentra que este tipo de DEE es el que se necesita llevar a cabo para poder encontrar los parámetros de proceso relevantes.

## 2.1 Bibliografía

1. **Humberto Gutierrez Pulido, Román de la Vara Salazar.** *Análisis y diseño de experimentos.* México DF : McGraw-Hill Interamericana, 2008.
2. **Data Description, Inc.** <http://www.datadesk.com/>. [En línea] 01 de 01 de 2013. [Citado el: 01 de 17 de 2013.] 2013.
3. **Microsoft.** office. [En línea] Microsoft, 01 de 01 de 2013. [Citado el: 17 de 01 de 2013.] <http://office.microsoft.com/es-es/excel-help/leer-los-terminos-de-licencia-para-software-de-microsoft-HA001234081.aspx>.
4. **Minitab Inc.** Minitab. [En línea] Minitab Inc, 01 de 01 de 2012. [Citado el: 17 de 01 de 2013.] <https://store.minitab.com/781/catalog/category.6864/language.es/currency.USD/?id=Px8eaZHLqm>.
5. **R Foundation.** The R Project for Statistical Computing. [En línea] R Foundation, 01 de 01 de 2010. [Citado el: 17 de 01 de 2013.] <http://www.r-project.org/index.html>.
6. **SAS Institute Inc.** sas. the power to know. [En línea] SAS Institute Inc, 01 de 01 de 1976. [Citado el: 17 de 01 de 2013.] <http://www.sas.com/>.
7. **Stat-Ease, Inc.** stat-ease. statistics made ease. [En línea] Stat-Ease, Inc., 01 de 01 de 2008. [Citado el: 17 de 01 de 2013.] <http://www.statease.com/index.html>. 612.378.9449.
8. *Statistical experimental design in plasma etch modeling.* **May, G.S., Huang, J. y Spanos, C.J.** 2, s.l. : IEEE, Mayo de 1991, Semiconductor Manufacturing, IEEE Transactions on , Vol. 4, págs. 83-98.
9. *Design of Experiment Approach for Sintering.* **M. G. Bothara, P. Vijay, S. V. Atre, S.- J. Park.** 2, mayo de 2009, Science of SINTERING, Vol. 41, págs. 125-133. 10.2298.
10. *Application of design of experiments to plasma Arc Welding Process: a review.* **PRASAD, K. Siva y RAO, Ch. Srinivasa and RAO, D. Nageswara.** 1, 2012, J. Braz. Soc. Mech. Sci. & Eng, Vol. 34, págs. 75-81. 1678-5878.

11. *Modeling of Process Plasma Using a Radial*. **Byungwhan Kim, Sungjin Park.**  
4, KOREA : s.n., Diciembre de 2000, ICASE: The Institute of Control, Automation  
and Systems Engineers, Vol. 2, págs. 268-274.

### 3. Materiales y métodos.

En este trabajo existen dos grandes componentes a saber: primero el componente hardware conformado por la tarjeta de adquisición de datos y la sonda doble de Langmüir, segundo el componente software conformado por la aplicación de escritorio denominada DEE EAFIT. Estas dos componentes forman la estructura de la metodología propuesta para la caracterización del plasma obtenido en un reactor de plasma frío.

A continuación se describe el software, se presentan los equipos y materiales usados para su validación y se detallan el sistema de adquisición de datos.

#### 3.1 Software DEE EAFIT.

El objetivo del software es proporcionar una interface amigable de bajo costo para la aplicación de la metodología de Diseño Estadístico de Experimentos (DEE). Este objetivo se consiguió usando elementos de programación de fuente abierta. La interface creada corre en segundo plano y oculto al usuario el software R (1). Para el desarrollo de la plataforma se usó el lenguaje de programación JAVA de ORACLE.Corp (2), lo que permite programación orientada a objetos, portabilidad y una gran documentación. Como entorno de desarrollo se usó NETBEANS 7.0.1 de ORACLE.Corp. El entorno, la máquina virtual, y la versión de R son compatibles y están basadas en una arquitectura de 32 bits.

La versión de R usada para la implementación del software DEE EAFIT es: R versión 2.15.1 (2012-06-22) -- "Roasted Marshmallows" Copyright (C) 2012 The R Foundation for Statistical Computing; ISBN 3-900051-07-0; Plataforma: i386-pc-mingw32/i386 (32-bit).

En las diferentes fuentes bibliográficas consultadas se identificaron dos librerías de uso común con la capacidad de calcular los diseños estadísticos de experimentos requeridos para este trabajo. Estas dos librerías son la FrF2 y la librería QUALITY TOOLS. Se eligió la librería FrF2 debido a que incluye una función para la creación de modelos lineales de fácil manipulación, además de proveer de matrices de salida con los factores y niveles reales y no bajo notación de Yates. La librería FrF2 fue construida por Ulrike Groemping (3), la versión usada para este trabajo es la 1.6-2 de 2012-08-14

compatible con versiones de R superior a la 2.13.0. La librería se puede descargar de la dirección <http://cran.r-project.org/web/packages/FrF2/index.html>.

La librería FrF2 provee un método con múltiples entradas configurables que permiten por medio de un comando ejecutar un DEE Factorial Completo (FC) o fraccionado (FF). Dentro de los parámetros básicos que requiere el método están el número de factores, el número de corridas, la resolución del DEE, los nombres de los factores y los niveles entre otros. También es posible obtener los gráficos del DEE, de Daniel, de efectos principales y de interacción. Estos gráficos pueden ser exportados como imágenes con formatos tipo GIF. Además, cuando se genera un DEE FF o FC se pueden exportar como archivos (.HTML) para abrir con un explorador o (.RDA), o si se desea con R o como un archivo de texto (.txt).

Adicionalmente, se implementó la librería JRI (4) que es una interface entre JAVA/R y tiene la capacidad de correr R en un hilo de JAVA. En la actualidad JRI es parte de una librería conocida como rJava que se denomina interface de bajo nivel entre R y JAVA. Es importante anotar que JRI puede correr R desde JAVA, mientras que rJAVA puede correr JAVA desde R. La librería JRI que más tarde se unió con rJAVA fue creada en el instituto de matemáticas de la universidad de Augsburg (5) y provee métodos para ejecutar comandos desde Java en R. Estos comandos pueden ser ejecutados usando la clase provista por la librería llamada Rengine (6), esta clase es la interface entre una instancia de R y la máquina virtual de JAVA (JVM). Como R no soporta operación multihilo solo se puede correr una instancia de R mediante una aplicación multihilo. R puede ser usado de dos maneras mediante JAVA: la primera consiste en que JAVA invoca alguna de las bibliotecas de R y al terminar de usarla cierra R. La segunda implica una operación de evento cíclico, esto quiere decir que R permanece atento a ser invocado por JAVA en todo instante, independiente de la biblioteca que se esté usando, hasta que el programa es completamente ejecutado. Para el caso de esta aplicación se implementó el modo de operación de eventos cíclicos.

Todos los métodos asociados a esta librería (FrF2) usan enteros tipo largo (LONG). Los métodos de la librería JRI son llamados internamente por R e invocan el correspondiente control (handler) desde el controlador de ciclo.

El programa fue construido siguiendo la metodología MVC (Modelo-Vista-Controlador) (7), que consta de una estructura de clases que cumplen funciones específicas. Las clases pertenecientes al Modelo de la metodología MVC, se encargan de gestionar la lógica y los datos del programa. Entre estas clases se encuentran las que deben implementar la librería JRI y dentro de sus funciones están:

- Iniciar sesión de R,
- Crear los comandos en el formato adecuado,
- Guardar copia de los datos de entrada salida.

Las clases asociadas a la Vista (de la metodología MVC), son las encargadas de:

- Generar el entorno grafico que interactúa con el usuario.

Las clases que pertenecen al tipo Controlador (de la metodología MVC), se encargan de coordinar la acción de la interface de usuario y la ejecución de la lógica del programa y responden a:

- Los eventos surgidos en la interface de usuario,
- La activación de botones y la confirmación de diálogos.

En la Figura 3.1 se presenta el diagrama de flujo del software y en él se puede apreciar las diferentes tareas que se ejecutan durante el funcionamiento del programa.

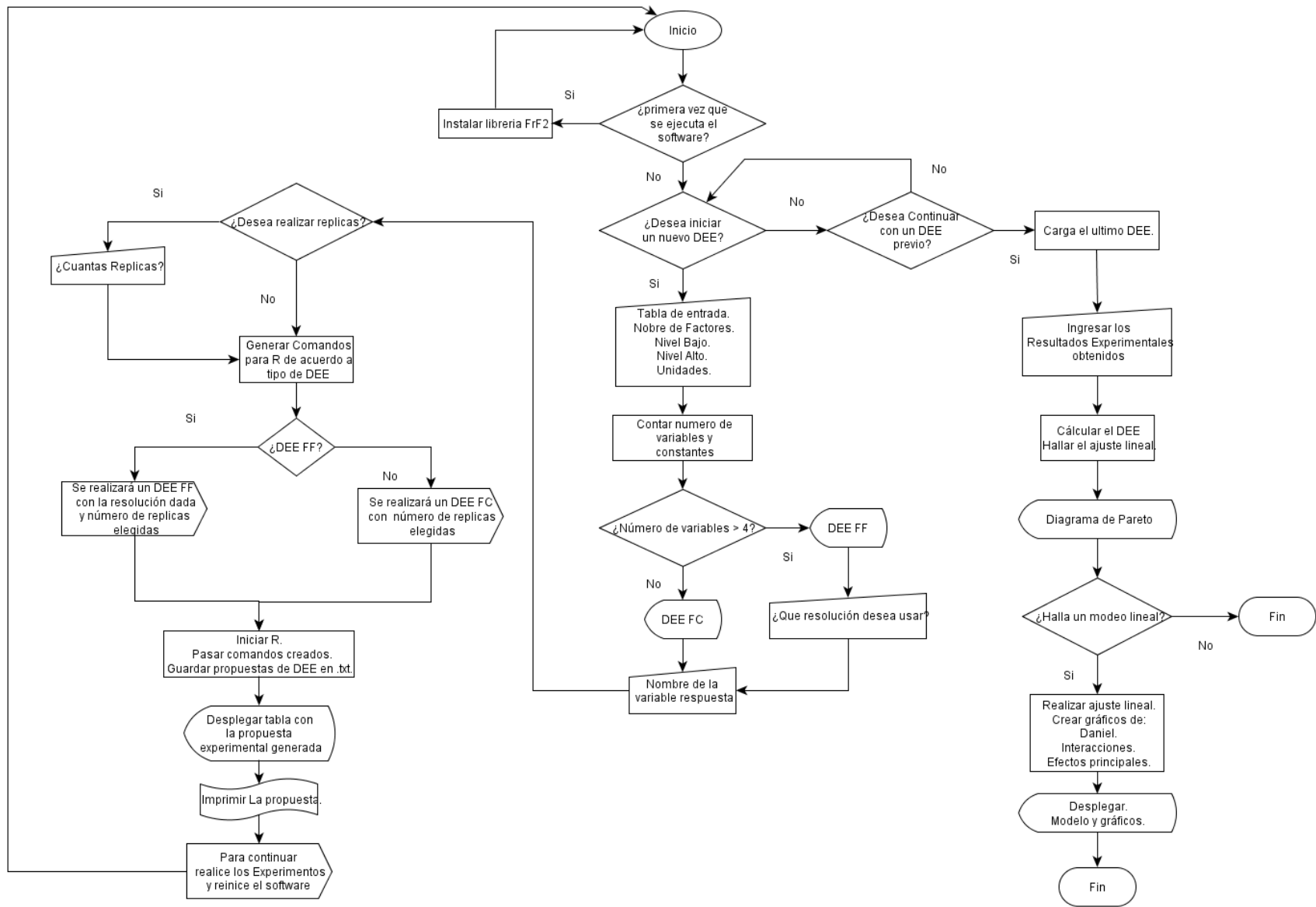


Figura 3.1 Diagrama de Flujo Programa.

En este diagrama se aprecia que existen varias acciones las cuales parten de preguntar si el software se utiliza por primera vez o no.

i) Si la respuesta es positiva:

JAVA inicia R y crea un comando que le ordena a R descargar e instalar la librería FRF2. Hecho esto, se le solicita al usuario reiniciar el Software. Cuando el usuario reinicia el software de nuevo, se genera la misma pregunta al respecto si es primera vez que se utiliza el programa.

ii) Si la respuesta es negativa:

El programa le pregunta al usuario si desea hacer un nuevo DEE o si desea continuar con el anterior. Si desea hacer un nuevo DEE se procede a generar la tabla de entrada para que el usuario ingrese el nombre y los valores de los factores a estudiar. A seguir, el programa cuenta el número de factores y constantes que el usuario ingreso previamente. Hecho esto, el software identifica si el DEE es un Factorial completo o Fraccionado y dependiendo de la respuesta genera el comando correspondiente e inicia R y le pasa como argumento el comando respectivo. Este diseño se almacena en un archivo de texto plano (.txt) en el directorio raíz donde se instala la aplicación. Se procede seguidamente a finalizar la sesión de R y a desplegar la propuesta experimental calculada. A continuación, el software le pregunta al usuario si desea tener dicha propuesta en forma impresa y en este punto se cierra la aplicación y se espera que el usuario haga los experimentos correspondientes y complete la tabla.

Después de que el usuario tiene las variables de respuesta, ingresa al software, quien de nuevo hace la pregunta si es primera vez que se va a usar. La respuesta lógica es que no y a seguir el software pregunta de nuevo si es un nuevo DEE en cuyo caso la respuesta es negativa. En este punto el software carga el último diseño calculado que se encuentra en el archivo de texto en el directorio raíz. Desplegada la matriz de entrada el usuario completa esta matriz con las variables respuestas. El software inicia R y pasa como argumento un comando (en este comando va la información de los experimentos con las variables respuesta) para que calcule el modelo de regresión lineal y obtenga los respectivos gráficos.

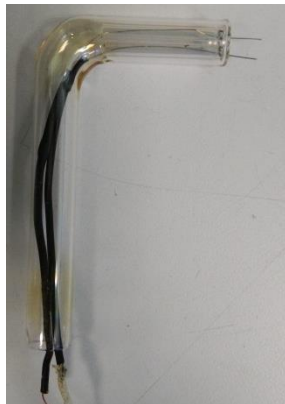
A continuación se detallara la parte correspondiente a la construcción del hardware. Se muestra el desarrollo de la sonda doble de Langmüir y el sistema necesario para la adquisición de datos.

### 3.2 Hardware

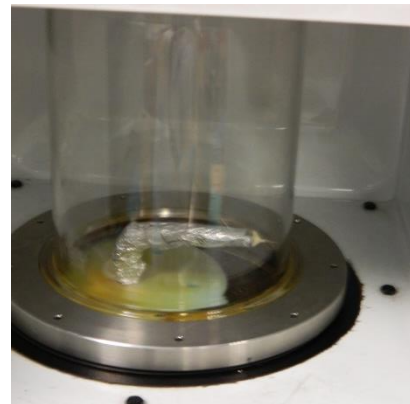
El hardware construido consta de dos elementos básicos, el sistema de adquisición de datos y el sensor. El sensor interactúa con el plasma y es el responsable de proveer una señal eléctrica medible, ésta es convertida en un voltaje a través del sistema de acoplamiento para luego ser adquirida por el sistema de adquisición de datos, el cual representa su magnitud de manera digital para su posterior tratamiento y análisis.

#### 3.2.1 Sonda Doble de Langmüir

Para la construcción de la sonda doble se usó alambre de tungsteno adquirido en Midwest TungstenDevice Incorporate lote 10145, especificaciones 195.48 mg, T.S 0.2567N/mm<sup>2</sup>. Se tomaron dos alambres de  $10.0 \pm 0.1$  mm de longitud y 0.0100 pulgadas de diámetro dispuestos en un capilar de vidrio como se muestra en la Figura 3.2 (a), teniendo en cuenta que cuando fue necesario se apantallo el capilar con una lámina de aluminio, ver Figura 3.2(b).



(a)



(b)

Figura 3.2 Sonda doble de Langmüir.

En la Figura 3.2 (a) se puede observar que los dos hilos conductores o sondas están recubierto por un aislante de fibra de vidrio lo que evita la generación de cortocircuitos, además, en la parte superior la sonda cuenta con dos capilares de vidrio de diámetro 3 mm Y separados aproximadamente  $5.0 \pm 0.1$  mm a partir de sus centros. Estos sirven como

soporte mecánico para las sondas. Los hilos fueron cortados usando una herramienta de corte fino tratando de generar secciones transversales lo más regulares posibles. En la Figura 3.2 (b) se aprecia el acople hecho en teflón para mantener la sonda en la posición deseada. El apantallamiento de la sonda se conecta con la malla de extracción de iones para obtener una equipotencial entre ellos y de esta manera evitar corrientes espurias inducidas por el campo eléctrico dentro de la cavidad. La sonda se conecta a una fuente de BK Precisión 7216B la cual puede suministrar un voltaje de 0 a 60 voltios con pasos de 0,2 voltios en cada salida. Para generar el rango de voltaje requerido para la polarización de la sonda se conectan las dos salidas de la fuente como un arreglo de fuentes de voltaje en serie, esto es, conectando el terminal de referencia de una de las salidas con el terminal de voltaje positivo de la otra. El diagrama de conexión se muestra en la Figura 3.3. Esta fuente funciona como circuito de polarización de la sonda.

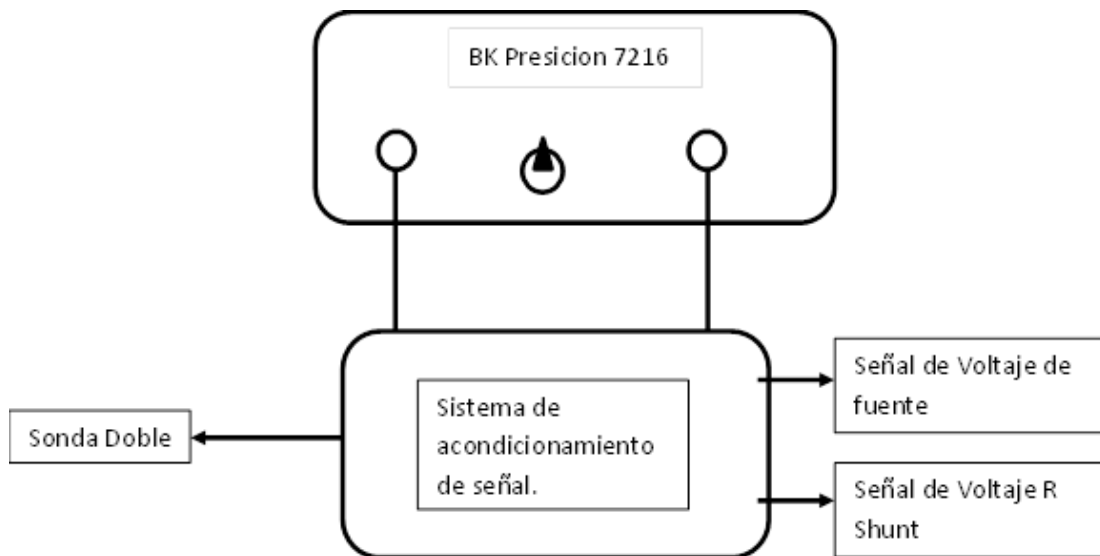


Figura 3.3 Diagrama de conexión fuente BK.

Con las conexiones indicadas en la Figura 3.3 se obtuvo un rango de variación de -60 a 60 voltios DC. Este voltaje se varía manualmente usando el control que provee la fuente.

La sonda se acoplo inductivamente al sistema de adquisición usando amplificadores de aislamiento AD202 de la empresa Analog Device (8). Con el objetivo

de acondicionar todos los voltajes del sistema se implementaron divisores de voltajes para garantizar que la salida de la sonda estuviera en los niveles indicados y no provocar daños al sistema. La Figura 3.4 presenta el circuito implementado y en este las resistencias de película de carbón tienen valores de  $R1=8.2\text{ k}\Omega$  y  $R2=680\ \Omega$   $\frac{1}{2}$  Watt, con precisión de 5%, la resistencia de película de carbón  $R3=8.6\Omega$   $\frac{1}{2}$  Watt de precisión de 5% actúa como resistencia shunt (9).

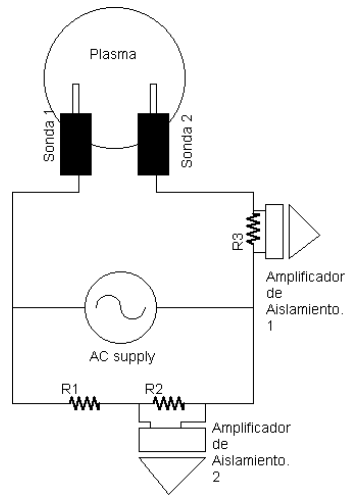


Figura 3.4 Sistema de acondicionamiento de señal.

Los amplificadores de aislamiento están alimentados por una fuente basada en un regulador de voltaje LM2596-V-S-C, esta fuente puede suministrar una salida de  $12 \pm 0.05\text{ V}$  dc a 3A.

Dado que el sistema de adquisición solo puede recibir señales de 0 a 5 voltios en el momento en el cual se invierte la polarización los terminales de las sondas se deben intercambiar manualmente para evitar daños en el sistema de adquisición.

### 3.2.2 Sistema de adquisición de datos (DAS)

El objetivo es adquirir la señal eléctrica análoga proveniente de la sonda. El principal componente del circuito es un dsPIC30F4011. Este chip es un procesador de 16 bits, 20 pines I/O programables, 16 pines ADC, con resolución de 10 bits, dos UART y puede operar hasta 30 MIPS(10).

El DAS cuenta con una fuente de voltaje independiente de referencia KEPCO TDK FMP5-2K (11) que puede entregar  $5.000 \pm 0.001$  V dc a  $2.0 \pm 0.1$ A, el rizo es ajustable. Esta fuente alimenta el dsPIC y una pantalla gráfica denominada  $\mu$ LCD.

Como medio para desplegar los datos se implementaron dos opciones: la primera el uso de una  $\mu$ LCD 32 PT de 4D System (12), la segunda es enviar los datos vía protocolo RS232 al computador y desplegarlos mediante una interface gráfica implementada en JAVA. Los dos sistemas operan gracias a la posibilidad de tener dos puertos UART en el dsPIC. La Figura 3.5 presenta el diagrama del circuito de adquisición de datos.

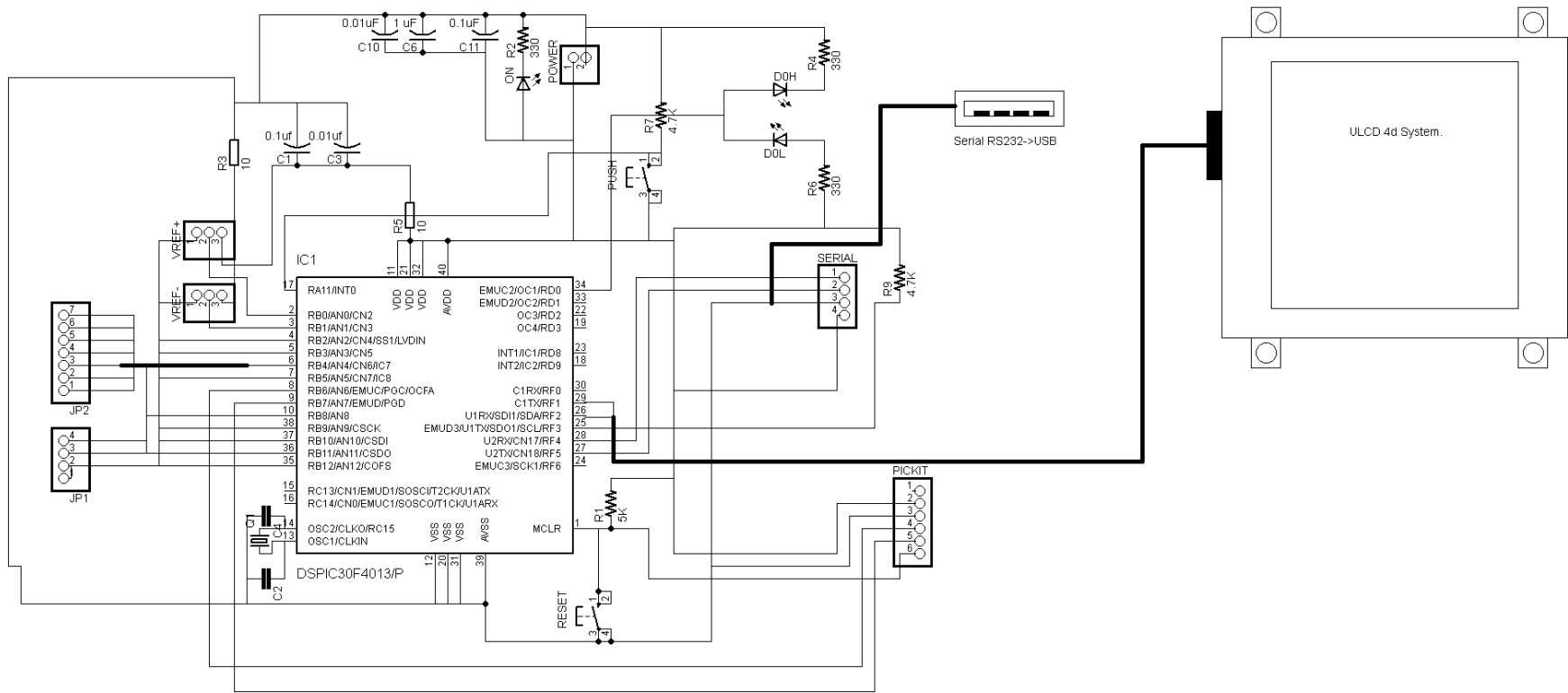


Figura 3.5 Circuito implementado para la adquisición de datos.

El DAS funciona de la siguiente manera: una vez la señal de la sonda doble de Langmüir esta acondicionada por el sistema de acople, la señales enviada a la entrada analógica, la cual es leída por el conversor análogo digital y codificada a un valor entre 0 y 1023. El valor digital de la señal de entrada se transmite vía UART a una terminal serial (PC o  $\mu$ LCD 32 PT) donde es procesada para desplegar su valor en una escala de 0 a 5 voltios, que es el rango de medida, si se usa como referencia la alimentación del dsPIC.

La comunicación con el PC se realiza usando un cable conversor serial a USB (13), este cable genera un puerto virtual que es reconocido por la aplicación en java como un COM.

La interface de usuario hecha en java adquiere los datos y los despliega a pedido de éste. Para realizar la conexión con el puerto serial se usa el paquete RXTX desarrollado por Oracle Inc. (7).

El dispositivo funciona según el diagrama de flujo que se muestra en la Figura 3.6. En el esquema se puede apreciar que se toman 100 muestras del puerto análogo digital, lo que garantiza un uso adecuado de la memoria del dsPIC, se convierten y se almacenan en un buffer que, una vez se llena, es enviado mediante el puerto serial al PC o a una  $\mu$ LCD 32 PT para ser procesado y desplegado al usuario.

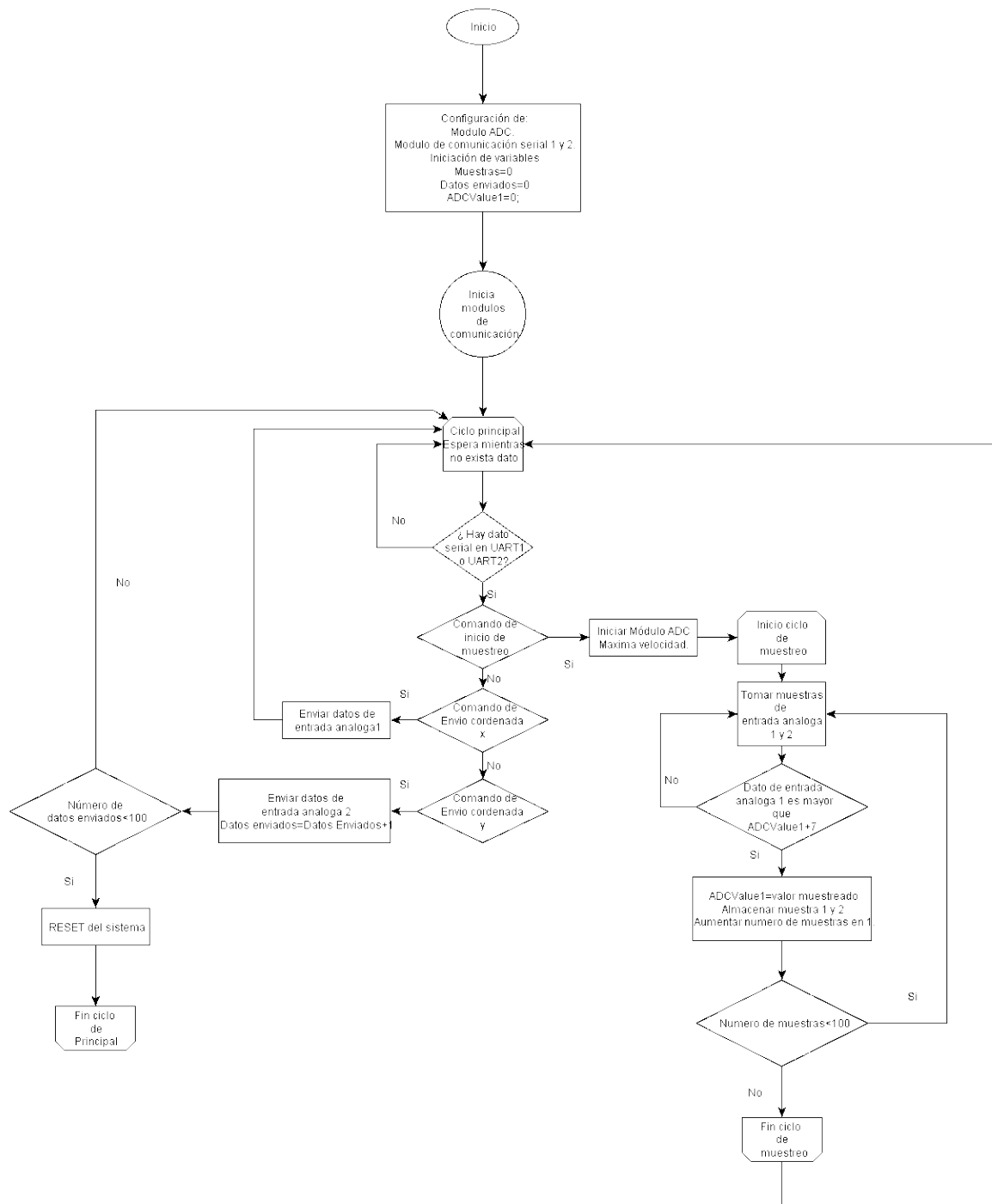


Figura 3.6 Diagrama flujo adquisición de datos. Usando la interrupción por conversión ADC terminada que provee el dsPIC se toman 100 muestras que son almacenadas y finalizado este proceso son enviadas a su destino final.

La metodología de validación será enfocada a los sistemas de plasma en cumplimiento del objetivo de este trabajo, aunque el software desarrollado permite ser empleado en diferentes aplicaciones. Inicialmente se realiza una validación en base a datos de la literatura y a continuación se aplica el método a una situación de laboratorio en un reactor PACVD y finalmente con el objetivo de evaluar que tan amigable es el software para un usuario no experto se realiza una prueba en una fábrica de piezas plásticas para motos.

A continuación se detallan cada uno de los sistemas usados para la validación.

### 3.3.1 Reactor PACVD

Para validar la metodología se realizaron pruebas en un reactor PACVD desarrollado por el grupo GEMA<sup>1</sup> de la Universidad EAFIT (14). Este reactor se construyó a partir de un horno microondas casero marca Samsung modelo AMW614ST el cual contiene un magnetrón de 1200 Watts de potencia a 2.45 GHz. En el interior del microondas hay una campana de borosilicato la cual descansa sobre un empaque de viton que está ubicado en la parte superior de un sistema de extracción de iones y este a su vez descansa sobre un recipiente hecho en acero no magnético.

En la Figura 3.7 se observa el reactor y la disposición de algunos de sus componentes.

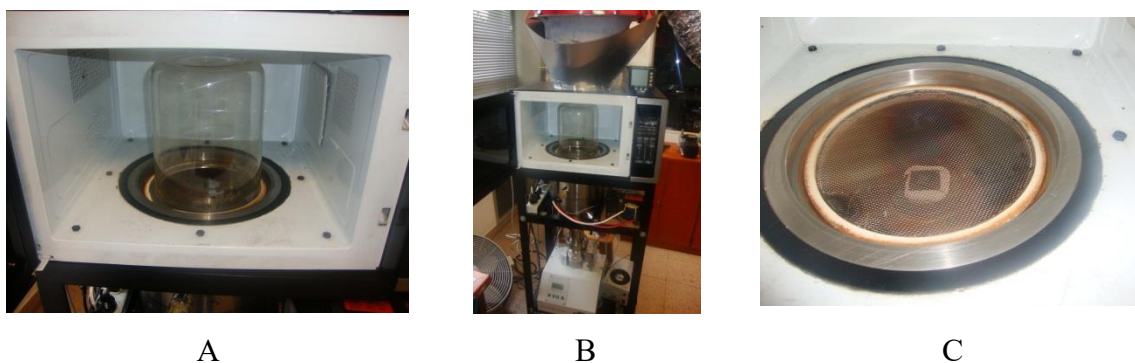


Figura 3.7 Reactor PACVD basado en un microondas casero Patente número 10-027016, (A) vista campana, (B) vista frontal, (C) malla de extracción.

A la campana de borosilicato se le denomina cámara de plasma, mientras que al recipiente de acero cámara de proceso. En la cámara de procesos se encuentra el puerto de entrada para los gases, el puerto para la bomba de vacío, los puertos para los medidores de

vacío y las conexiones eléctricas de un horno para calentar muestras que se encuentra en la parte inferior de esta cámara de proceso y debajo justamente del portasubstratos. El campo electromagnético generado por el magnetrón interactúa con el gas (en la cámara de plasma) y de esta forma se genera el plasma bajo unas condiciones de vacío ( $10^{-3}$  Torr), obtenidas por medio de una bomba PFEIFFER VACUUM modelo TMU 071P con capacidad de 60L/s. La muestra puede ser calentada por medio de una resistencia entre 30 y 300 °C. El sistema de extracción de iones formado por dos mallas que se polarizan con voltajes entre -70 y -190 voltios DC hacen incidir las partículas cargadas sobre el sustrato. El flujo de gas es controlado mediante un Mass Flow Sierra 810 de 50 sscm. El argón se utilizó como el gas precursor en los ensayos.

En la Figura 3.8 se observa el esquema de distribución de los componentes en el interior del reactor.

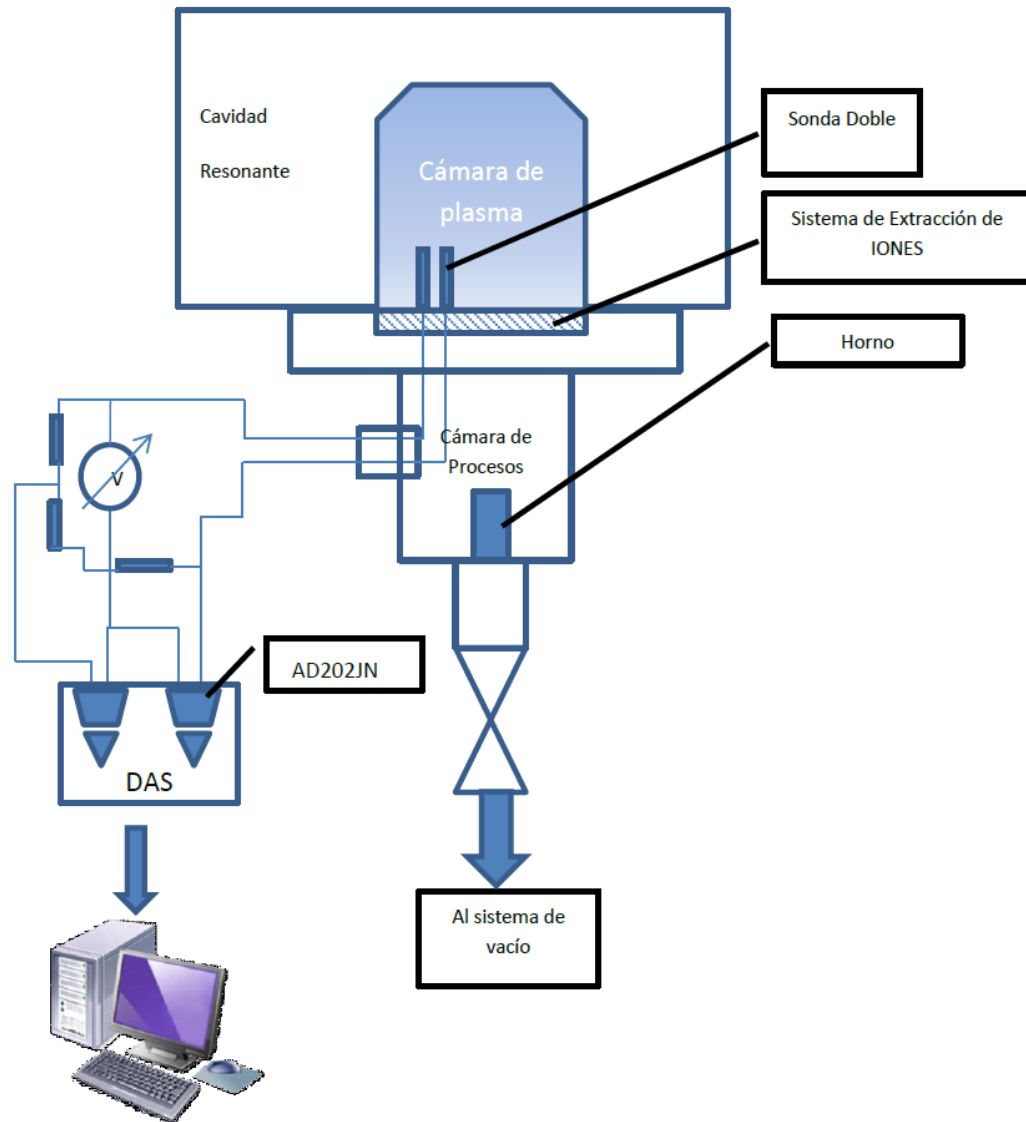


Figura 3.8 Distribución del reactor y esquema de conexión de la sonda doble de Langmüir.

En la Figura 3.8 además de mostrarse la distribución espacial del reactor utilizado, también se aprecia la disposición de la sonda, el sistema de adaptación de voltaje, el acople inductivo y el sistema de adquisición y despliegue de información. La sonda fue utilizada para medir el plasma tanto en la cámara de plasma como en la de proceso. La malla de extracción de iones fuera de llevar estos hasta la muestra cumple un segundo papel importante que es apantallar las microondas evitando de ese modo que en la cámara de procesos exista esta radiación.

De forma paralela a la caracterización del reactor de plasma se utilizó el software en un sistema de extrusión de plástico ubicado en las instalaciones de la empresa DYNACAD Ltda (15). En este sistema se buscó optimizar los tiempos de producción de una pieza plástica.

Para realizar esta validación se usó una Máquina inyectora de termoplásticos easy-9000 EUROING y como material para la pieza se usó un Copolímero de Impacto. En la Figura 3.9 se muestra un esquema de la máquina inyectora.

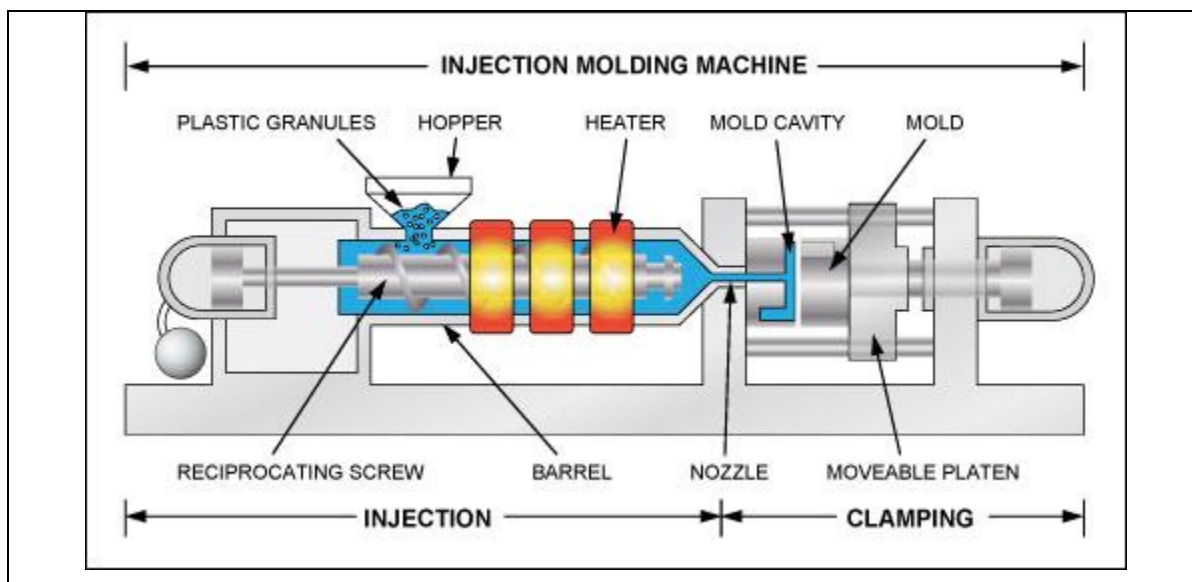


Figura 3.9 Esquema de una máquina inyectora de termoplástico (16).

En la Figura 3.9 se aprecia que la máquina consta de diversas cámaras a través de las cuales se calienta y extruye el plástico para finalmente ser moldeado.

Esta máquina permite monitorear y controlar hasta 60 variables de proceso, controlar el tiempo de residencia del material y cada cámara puede ser monitoreada independientemente.

A seguir se explica la manera de proceder para validar la metodología propuesta de acuerdo con los objetivos planteados en este trabajo.

### 3.3 Metodología

La validación de la metodología se realizó teniendo en cuenta primero el desempeño del software, segundo el sistema DAS (sistema de adquisición de datos) y tercero que tan amigable (“user friendly”) y en qué medida puede ser usado por un usuario no experto.

### **3.3.1 Identificación de factores.**

Para determinar cuáles son los factores de mayor peso en los reactores de plasma se tomaron del estado del arte aquellos que figuraran con mayor frecuencia.

### **3.3.2 Verificación con datos reportados en la literatura.**

Del estado del arte se consideraron los artículos que más se acercaran a los objetivos propuestos, y los datos de estos trabajos se introdujeron en el software DEE EAFIT, a seguir se ejecutó este y se obtuvieron las propuesta experimentales, las cuales se compararon con las reportadas en la literatura. Luego, se tomaron los resultados de cada corrida reportada para completar la matriz de respuesta y de esta manera obtener los modelos y poder compararlos. Cabe resaltar que los autores en los artículos elegidos, no reportan el uso del software R.

### **3.3.3 Sistema DAS y software.**

Para caracterizar la metodología propuesta en el reactor PACVD descrito anteriormente se procedió de la siguiente manera, teniendo en cuenta que inicialmente se buscó validar el hardware en sus partes y finalmente como un todo, es decir el DAS como sistema de adquisición de datos.

#### **3.3.3.1 Caracterización de los amplificadores**

Para la caracterización del sistema de adquisición de datos se procedió de la siguiente forma, primero se estudió el comportamiento en régimen AC y DC de los amplificadores de aislamiento utilizados para desacoplar la referencia del reactor del plasma, para esto se midió la linealidad de la respuesta de los amplificadores a una señal DC. El comportamiento en AC de los amplificadores se estudió al aplicar una señal sinusoidal y una cuadrada con una amplitud de 3,87 Vpp y una frecuencia entre 0 y 5 kHz provenientes de un generador de señales AGILENT 33220 A.

#### **3.3.3.2 Diodo Zener**

Se espera que la respuesta del sistema de plasma sea aproximado a la respuesta de un diodo (17). Por eso es importante observar el comportamiento del sistema de adquisición junto con los amplificadores de aislamiento en régimen DC y muestreando simultáneamente dos entradas análogas. Para este fin, se implementó un circuito

compuesto por una resistencia de  $100 \Omega$  en serie con un diodo ZENER de referencia BZX55C8V2. La función de esta resistencia es limitar la corriente que pasa a través del circuito. La Figura 3.10 presenta el circuito implementado.

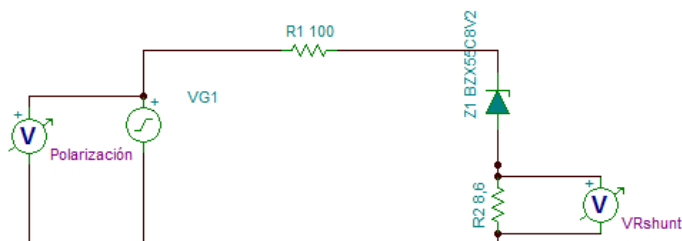


Figura 3.10 Circuito Diodo Zener

El circuito compuesto por el diodo y la resistencia se activó empleando una fuente BK precisión 7216. Con la fuente se realizó un barrido desde -60 a 60 voltios DC con pasos de 0.2 voltios. Para determinar la validez de la medida se realizó una simulación del circuito empleando el software TINA-TI V9 de Designsoftware y distribuido por Texas Instrument (18) y se compararon los valores característico de voltaje Zener para este tipo de diodo.

### 3.3.3.3 DAS – EAFIT Vs LabView.

A partir de un generador de señales AGILENT 302 se generó una onda sinusoidal. Esta señal se midió usando la tarjeta de adquisición NI USB 6008 de LabView (19) y el sistemas DAS implementado. La señal de entrada a los dos sistemas de adquisición de datos fue de 1 kHz con una amplitud de 3.87 voltios. Ambos sistemas de adquisición tomaron la señal después de que esta pasa por los amplificadores de aislamiento.

### 3.3.3.4 Sonda Doble

Se realizó una medida del plasma dentro de la campana del reactor para verificar el funcionamiento del sistema de sonda-fuente de polarización y sistema de adquisición, para tal fin se dispuso la sonda como se indica la Figura 3.2.

Una vez realizado el acople de la sonda se elegirá una condición de operación del reactor de forma tal que coincida con algunas de las corridas propuestas por el software.

Para calcular los parámetros del plasma se procede de la siguiente manera (20), primero se ajusta una línea en la zona de saturación iónica, luego se extrapola para obtener el valor de la corriente de saturación Iónica, en la zona de transición se ajusta una línea al conjunto de datos para obtener la pendiente, esta pendiente da información acerca de la temperatura electrónica. Con la pendiente de la curva y la corriente de saturación se usa la expresión 3-1 para determinar la temperatura electrónica del plasma.

$$\frac{dI}{dV} = I_{I,sat} \frac{e}{2kT_e} \quad 3-1$$

Para determinar la densidad electrónica se parte de la temperatura electrónica y de la corriente de saturación iónica y se emplea la expresión 3-2.

$$n = I_{I,sat} \frac{e}{A} \sqrt{\frac{kT_e}{m_i}} \quad 3-2$$

Donde  $A$  es la sección transversal de la sonda,  $m_i$  es la masa del ion de Argón, que fue el gas utilizado,  $k$  es la constante de Boltzman y  $T_e$  la temperatura electrónica.

Cabe resaltar que en esta parte de la propuesta de maestría se está validando la metodología y no discutiendo las características de un proceso específico o el sistema de plasma con que se realiza dicho proceso; sin embargo, se tiene en cuenta para dicha validación la experiencia y las indicaciones del usuario (lugar donde se deseen hacer las mediciones-posicionar la sonda, los factores relevantes, la variable respuesta, entre otras) del reactor en cuestión.

### 3.3.4 Caracterización del reactor.

Con la propuesta experimental obtenida en el apartado 3.2.2 se inició el procedimiento de caracterización del reactor usando la sonda doble de Langmüir (ver Figura 3.11 (A)), para lo cual se implementó un acople que permitió sostener la sonda sobre la muestra en el interior del reactor (Figura 3.11 (B)), la presión de fondo alcanzada para todos los ensayos fue máximo de  $8 \times 10^{-3}$  mBar, la presión de trabajo oscila entre  $1 \times 10^{-2}$  mBar para condiciones de flujo de 10 sccm y  $8 \times 10^{-2}$  mBar para flujos de entrada de 50 sccm. El gas que se utilizó para la obtención del plasma fue Argón.

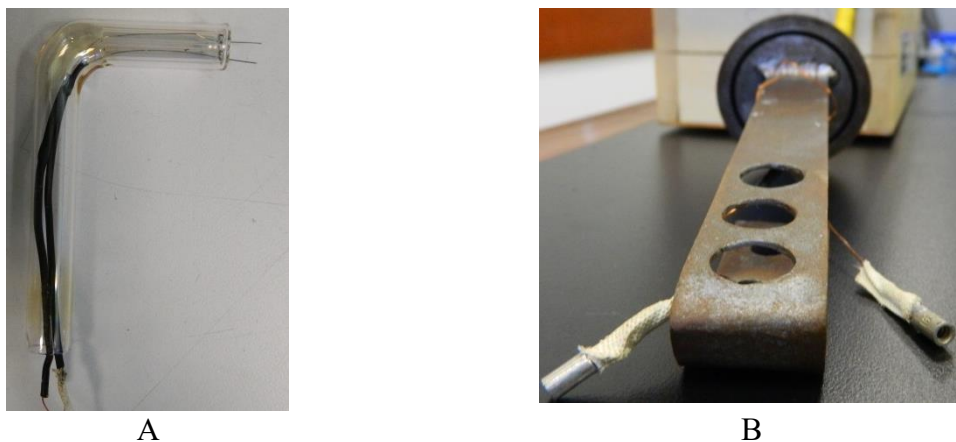


Figura 3.11 A. Sonda doble de Langmüir, B. Adaptador para sonda.

Una vez instalada la sonda doble de Langmüir se empleó el sistema de adquisición y la fuente de voltaje para llevar a cabo las mediciones.

Cada medición se realizó de la siguiente manera: primero se alcanza la presión de fondo establecida, después se calienta el porta muestras, se polariza la malla, se escoge la cantidad de flujo y se elige la potencia de trabajo todo lo anterior según lo indicado en el plan experimental, Además, el barrido de voltaje se realiza manualmente partiendo desde -60 voltios hasta 60 voltios y el sistema de adquisición es programado para que tome una medida cada vez que el voltaje de polarización aumenta en 2 voltios. La medición se realiza siempre y cuando la columna de plasma este encendida como se muestra en la Figura 3.12.



Figura 3.12 Columna de plasma encendida.

### 3.3.5 Validación industrial.

En la aplicación del software a nivel industrial se aprovechó un proceso establecido para una pieza plástica, se identificaron los factores que intervenían en el proceso y sus niveles. Dado que la maquina permite monitorear y variar hasta 60 parámetros diferentes que intervienen en el proceso de inyección térmica de la pieza, se escogió con el criterio de un experto los 7 de mayor relevancia que influían en el tiempo de ciclo de proceso, que es la variable respuesta que se requiere optimizar. Todo lo anterior fue ejecutado por un usuario con nociones básicas de estadística. A manera de indicador se le pidió al operario de la maquina obtener un tiempo de ciclo para misma pieza usando el método habitual, este obtuvo un tiempo de ciclo de 30 segundos.

En la siguiente sección se presentan los resultados obtenidos y su análisis.

### 3.4 Bibliografía

1. **R Foundation.** The R Project for Statistical Computing. [En línea] R Foundation, 01 de 01 de 2010. [Citado el: 17 de 01 de 2013.] <http://www.r-project.org/index.html>.
2. **Oracle. Corp.** JAVA. [En línea] Oracle Corp, 01 de 01 de 2012. [Citado el: 17 de 01 de 2013.] [http://www.java.com/es/download/faq/whatis\\_java.xml](http://www.java.com/es/download/faq/whatis_java.xml).
3. **Groemping, Ulrike.** Fractional Factorial designs with 2-level factors. *Package 'FrF2'*. s.l. : Ulrike Groemping, 14 de 08 de 2012.
4. **RForge.net.** JRI - Java/R Interface. [En línea] RForge.net, 15 de 03 de 2007. [Citado el: 17 de 01 de 2013.] <http://www.rforge.net/JRI/>.
5. Institut für Mathematik der Universität Augsburg. *JRI documentation*. [En línea] Institut für Mathematik der Universität Augsburg, 13 de 06 de 2006. [Citado el: 17 de 01 de 2013.] [http://stats.math.uni-augsburg.de/JRI/p\\_index.shtml](http://stats.math.uni-augsburg.de/JRI/p_index.shtml).
6. **Rforge, Project.** JRI - Java/R Interface. [En línea] R-Project.org, 01 de 01 de 2010. [Citado el: 11 de 02 de 2013.] <http://www.rforge.net/org/docs/>.
7. **Oracle Corp.** Java SE Application Design With MVC. [En línea] Oracle Corp., 03 de 2007. [Citado el: 17 de 01 de 2013.] <http://www.oracle.com/technetwork/articles/javase/index-142890.html>.
8. **Semiconductor, National.** National semiconductor Corporation. [En línea] 01 de 01 de 2012. [Citado el: 10 de 02 de 2012.] <http://www.ti.com/lit/ds/symlink/lm1875.pdf>.
9. *Plasma Potential and Langmuir Probe Measurements in the Near-field Plume of the NASA-300M Hall Thruster.* **Daniel A. Herman, Rohit Shastry, Wensheng Huang, George C. Soulas, and Hani Kamhawi.** 20120018046, Cleveland, OH, 44135 : American Institute of Aeronautics and Astronautics, July 29, 2012. WBS 215133.05.02.03.
10. **Microchip Technology incorp.** Microchip . [En línea] 01 de 01 de 2004. [Citado el: 10 de 02 de 2012.] <http://ww1.microchip.com/downloads/en/devicedoc/70138c.pdf>.

11. **KEPCO, INC.** kepcopower. [En línea] KEPCO, INC, 01 de 01 de 2013. [Citado el: 11 de 02 de 2013.] <http://www.kepcopower.com/fmp.htm>.
12. **4D Systems Pty Ltd.** 4dsystems. [En línea] 4D Systems Pty Ltd, 01 de 01 de 2012. [Citado el: 12 de 02 de 2013.] <http://www.4dsystems.com.au/prod.php?id=210>.
13. **suconel.** suconel suministros y controles electronicos. [En línea] 01 de 01 de 2012. [Citado el: 10 de 02 de 2012.] [http://www.suconel.com/t\\_suconel/default.asp](http://www.suconel.com/t_suconel/default.asp).
14. **Mauricio Arroyave Franco, Juan Manuel Jaramillo Ocampo.** *reactor dual asistido por plasma generado por microondas para ataque ionico y deposición de materiales. 2256-4314* colombia, 01 de 12 de 2012. Modelo de utilidad.
15. **DYNACAD.** dynacadtechnology. [En línea] DYNACAD, 01 de Enero de 2013. [Citado el: 28 de 10 de 2013.] <http://www.dynacadtechnology.com/Contacto.html>.
16. maxim integrated. [En línea] maxim integrated, 01 de 01 de 2013. [Citado el: 28 de 10 de 2013.] <http://www.maximintegrated.com/app-notes/index.mvp/id/4717>.
17. *Diode calibration of a Langmuir probe system for measurement of electron energy distribution functions in a plasma.* **DeJoseph, C.A., Jr. y Demidov.** 8, s.l. : IEE, 2005, Review of Scientific Instruments, Vol. 76. 10.1063/1.2006287.
18. DesignSoftware . [En línea] DesignSoft, 01 de 01 de 2013. [Citado el: 29 de 10 de 2013.] <http://www.designsoftware.com/home/English/&>.
19. **Instruments, National.** National Instruments Logo. [En línea] National Instruments, 01 de 01 de 2013. [Citado el: 29 de 10 de 2013.] <http://sine.ni.com/nips/cds/view/p/lang/es/nid/201986>.
20. **R. L. Stenzel, J. M. Urrutia.** Typical Double Probe Trace and its Evaluation. [En línea] The Regents of the University of California, 5 de Marzo de 1997. [Citado el: 29 de 10 de 2013.] <http://www.physics.ucla.edu/plasma-exp/180E-W97/DprobeAnalysis.html>.



## 4. Resultados

En esta sección se presentan y discuten los resultados obtenidos al validar la metodología propuesta para caracterizar reactores de plasma fríos, la cual consiste del software (DEEE\_EAFIT) y el hardware (Sonda de Langmüir). Como se indicó en el Capítulo de Materiales y Métodos, mediante datos de literatura y en el reactor de plasma construido en la Universidad EAFIT se validó el software y el hardware y con una empresa del sector de termoplásticos junto con un usuario no formado en DEE se validó que tan amigable es el software.

A seguir se describirán los resultados obtenidos en el orden como se fue validando la metodología.

### 4.1 Validación con datos de literatura

En el artículo de Massumi (1) se planteó un diseño factorial completo y un factorial fraccionado para la especificación de Cr (VI)/Cr (III) en aguas ambientales. Inicialmente, los factores que el autor estudia se presentan en la Tabla 4.1

Factores	Máximo	Mínimo	Unidades
Temperatura (T)	70	100	°C
Tiempo (t)	4	1	min
A (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	0.9	0.5	ml
R (R-6G)	1.1	0.8	ml

Tabla 4.1 Factores de entrada seleccionados por Massumi.

De acuerdo con el número de factores, es claro que se tiene un Factorial Completo. En la última fila R (R-6G) indica la concentración del medio de contraste. El autor en su artículo genera una matriz de ensayos siguiendo la notación de Yates, la cual se muestra en la Tabla 4.2.

Tratamientos	T	t	A	R
1	-	-	-	-
2	+	-	-	-
3	-	+	-	-
4	+	+	-	-
5	-	-	+	-
6	+	-	+	-
7	-	+	+	-
8	+	+	+	-
9	-	-	-	+
10	+	-	-	+
11	-	+	-	+
12	+	+	-	+
13	-	-	+	+
14	+	-	+	+
15	-	+	+	+
16	+	+	+	+

Tabla 4.2 Propuesta Experimental obtenida por Massumi.

Tomando la información de la Tabla 4.1 se le entrega al DEE-EAFIT estos mismos valores con el fin de que el software obtenga la propuesta del DEE correcto, esto es el software debe proponer un Factorial Completo (FC). El resultado se puede apreciar en la Figura 4.1.

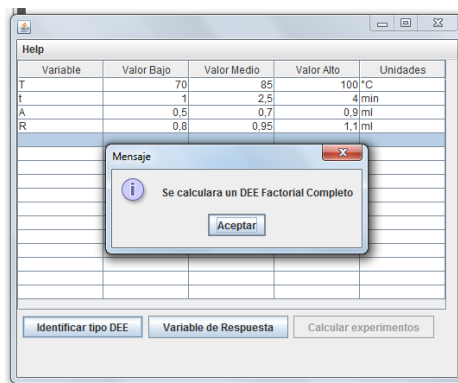


Figura 4.1 Identificación de tipo de DEE

Seguidamente el software DEE-EAFIT pregunta si es posible realizar replicas, teniendo en cuenta que el autor realiza una repetición del DEE para obtener un total de 32 corridas, 16 de la primera replica y 16 de la segunda, se le indica en forma afirmativa al software DEE-EAFIT cuántas réplicas se desean. En la Figura 4.2 se observa el detalle en el cual el software indica que en principio solo se necesitarían 16 ensayos, esto considerando una repetición , dado que el autor realiza dos entonces se seleccionan dos para obtener un total de 32 corridas

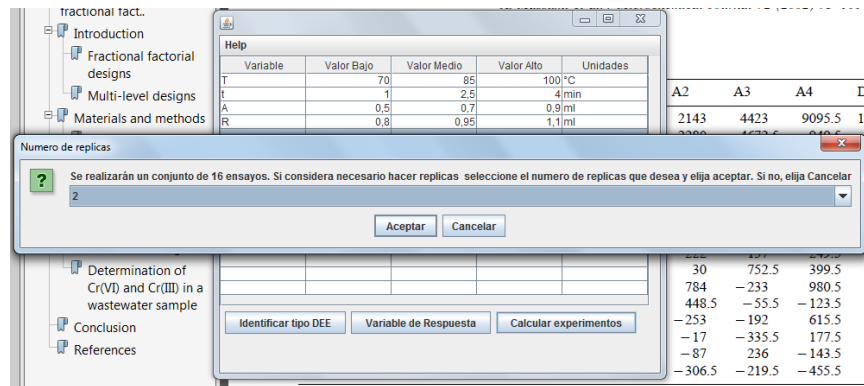


Figura 4.2 Solicitud de réplicas para un factorial completo.

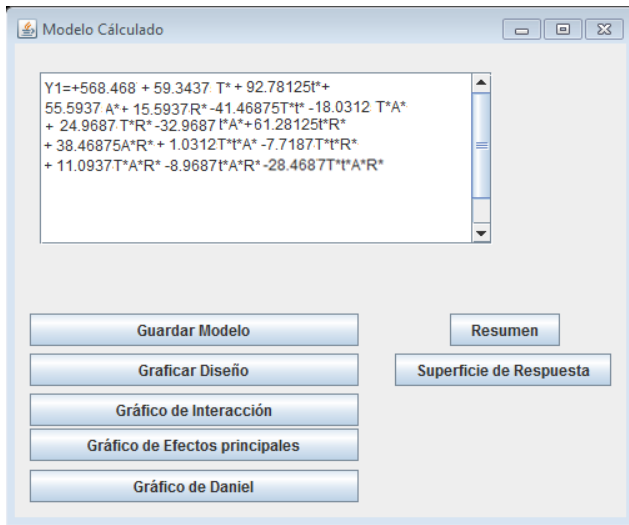
De acuerdo con la información suministrada por el usuario (hacer dos réplicas), el software plantea las corridas experimentales que se indican en la Figura 4.3.

Ensayo	T	t	A	R	Y1
8	70.0	1.0	0.5	1.1	
9	70.0	4.0	0.9	1.1	
10	70.0	4.0	0.5	0.8	
11	100.0	1.0	0.5	0.8	
12	100.0	1.0	0.9	0.8	
13	100.0	4.0	0.5	1.1	
14	70.0	1.0	0.5	0.8	
15	100.0	4.0	0.9	1.1	
16	70.0	4.0	0.9	0.8	
17	100.0	1.0	0.9	0.8	
18	70.0	4.0	0.5	1.1	
19	100.0	1.0	0.9	1.1	
20	100.0	4.0	0.9	1.1	
21	70.0	1.0	0.5	1.1	
22	100.0	1.0	0.5	0.8	
23	70.0	4.0	0.9	1.1	
24	100.0	4.0	0.9	0.8	
25	100.0	4.0	0.5	1.1	
26	70.0	4.0	0.5	0.8	
27	70.0	1.0	0.9	0.8	
28	100.0	4.0	0.5	0.8	
29	100.0	1.0	0.5	1.1	
30	70.0	1.0	0.9	1.1	
31	70.0	1.0	0.5	0.8	
32	70.0	4.0	0.9	0.8	

Figura 4.3 Propuesta experimental considerando dos replicas

Comparando la Figura 4.3 con la Tabla 4.2 se observa que ambas propuestas son iguales. Se debe tener en cuenta que el signo menos en la tabla obtenida por Massumi corresponde al valor mínimo del factor en cada ensayo y el signo + al máximo. El orden de las corridas o ensayos no es igual en las dos tablas, esto se debe precisamente a la naturaleza aleatoria de las pruebas.

En la Figura 4.4 se presentan el modelo obtenido por Massumi y el DEE-EAFIT. De hecho, usando los resultados reportados en el artículo, se realizó una ejecución completa del software y se obtuvo el modelo que se presenta en la Figura 4.4.



A

$$\hat{y} = 568.469 + (-82.938/2)X_{Tt} + (-56.938/2)X_{TtAR} + (-65.938/2)X_{tA} + (-36.063/2)X_{TA} + (27.625/2)X_{TAR} + (31.1875/2)X_R + (76.9375/2)X_{AR} + (49.9375/2)X_{TR} + (122.563/2)X_{tR} + (111.188/2)X_A + (118.688/2)X_T + (185.688/2)X_t$$

B

Figura 4.4 (A) Modelo obtenido por DEE- EAFIT y (B) Modelo reportado por Massumi. Massumi codifica las variables del modelo de la siguiente manera  $X_{Tt}=T*t$ ;  $X_A=A*$  y de la misma forma para el resto de los factores.

Factor	Obtenido	Reportado	Diferencia porcentual (%)
Intercepto	568,468	568,469	0,000175911
T/ $X_T$	59,3437	59,344	0,000505527
T/ $X_t$	92,78125	92,844	0,067586489
A/ $X_A$	56	55,594	0,000539627
R/ $X_R$	15,5937	15,59375	0,000320641
Tt/ $X_{Tt}$	41,46875	41,469	0,00060286
TA/ $X_{TA}$	18,0312	18,0315	0,001663755
TR/ $X_{TR}$	24,9687	24,96875	0,00020025
tA/ $X_{tA}$	32,9687	32,969	0,000909946
tR/ $X_{tR}$	61,28125	61,2815	0,000407953
AR/ $X_{AR}$	38,46875	38,46875	0
TtAR/ $X_{TtAR}$	28,4687	28,469	0,001053778

Tabla 4.3 Comparación de los valores obtenidos para los coeficientes de los factores usando el software DEE- EAFIT y los resultados reportados por el autor.

De acuerdo con la nomenclatura de Massumi XT es el equivalente de T en este trabajo y XTAR es codificado como T:A:R, y así sucesivamente. Al comparar los valores del modelo planteado por Massumi, Figura 4.4 y el DEE-EAFIT, por ejemplo el primer

coeficiente obtenido por DEE-EAFIT fue +567.0625 mientras que el obtenido por Massumi fue +568.469 , el coeficiente obtenido por DEE-EAFIT para el factor T fue +59.3437 y el de Massumi para XT fue +59.344, para el XTtAR el autor encontró un valor de 28.469 y para el software este valor corresponde a TtAR=-28.4687. En este caso específico se puede observar la alta coincidencia entre los valores obtenidos por el software y los obtenidos por Massumi, cabe anotar que el coeficiente que el autor reporta para el factor XTAR es erróneo dado que si se usan los datos suministrados en el artículo por él mismo el coeficiente para ese factor es de 11.0938; también es evidente que existe un error de edición dado que en el modelo reportado considera el producto del efecto de dos combinaciones de factores diferentes. En la Tabla 4.3 se puede observar que las diferencias porcentuales entre los coeficientes obtenidos usando el software y los reportados por el autor no superan el 1 por ciento.

X.Fan et al (2) aplicaron la metodología de DEE para identificar la variable de mayor importancia en la obtención de esferas de alúmina en procesos de pulverización, mediados por plasma (esferoidización o globulización). Los factores considerados fueron:

- La posición del inyector de polvo en la cámara de plasma;
- la velocidad de pulverización;
- la presión en la cámara y la velocidad de flujo del gas de carga.

En la Tabla 4.4 se pueden ver los factores y sus correspondientes niveles bajos y altos.

Factores	Nivel bajo	Nivel Alto
Posición inyector (Zp) (cm)	14	17
Velocidad de pulverización (mp)(g/min)	10	30
Presión en la cámara (P) (Torr)	200	500
velocidad de flujo del gas de carga (Ql) (L/min)	2.3	6.9

Tabla 4.4 Variables estudiadas en el proceso de obtención de esfera de aluminio mediado por plasma.

Dado que el número de factores a estudiar es igual a cuatro el autor plantea un DEE del tipo FC, y no considera replicas. La variable de respuesta esperada es el porcentaje de esferoidización. Con los valores de la Tabla 4.4 se introducen los mismos factores y sus niveles en el software DEE-EAFIT y como se puede apreciar en la Figura 4.5 el software DEE- EAFIT identifica el tipo de DEE como un DEE FC.

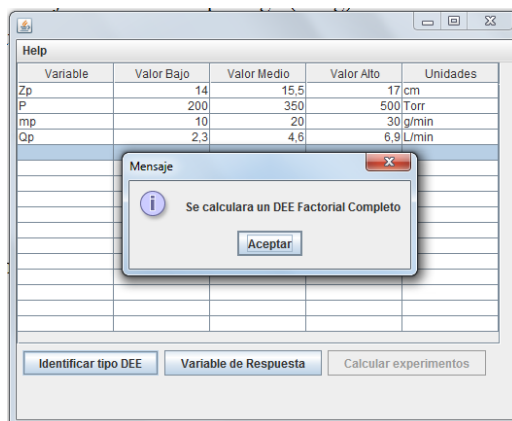


Figura 4.5 Identificación del tipo de DEE para los datos tomados de X. Fan et al.

En la Figura 4.6 se observa la propuesta experimental realizada por el software.

Ensayo	Zp	P	mp	Qp	porcentaje...
1	14.0	500.0	10.0	2.3	
2	14.0	500.0	10.0	6.9	
3	14.0	200.0	30.0	2.3	
4	17.0	200.0	30.0	6.9	
5	17.0	200.0	10.0	6.9	
6	14.0	500.0	30.0	2.3	
7	14.0	200.0	10.0	6.9	
8	17.0	200.0	30.0	2.3	
9	14.0	200.0	10.0	2.3	
10	14.0	200.0	30.0	6.9	
11	17.0	500.0	30.0	2.3	
12	17.0	200.0	10.0	2.3	
13	17.0	500.0	10.0	2.3	
14	14.0	500.0	30.0	6.9	
15	17.0	500.0	10.0	6.9	
16	17.0	500.0	30.0	6.9	

Figura 4.6 Propuesta experimental realizada por el software DEE EAFIT.

En la Tabla 4. se presenta la propuesta experimental realizada por el autor.

$Z_p$ (cm)	$P_p$ (torr)	$m_p$ (g/min)	$Q_p$ (L/min)
14	200	10	2.3
17	200	10	2.3
14	500	10	2.3
17	500	10	2.3
14	200	30	2.3
17	200	30	2.3
14	500	30	2.3
17	500	30	2.3
14	200	10	6.9
17	200	10	6.9
14	500	10	6.9
17	500	10	6.9
14	200	30	6.9
17	200	30	6.9
14	500	30	6.9
17	500	30	6.9

Tabla 4.5 DEE reportado por X. Fan et al.

Al comparar la Tabla 4. con la Figura 4.6 se puede observar que la propuesta hecha por el software es igual a la reportada por ejemplo la fila 3 de la Tabla 4. es equivalente a la corrida número 1 que se presenta en la Figura 4.6.

A seguir se completa la segunda etapa del software que consiste en llenar la matriz de ensayo con las variables respuesta con el fin de que el DEE-EAFIT calcule el modelo lineal. En la Figura 4.7 se puede apreciar la tabla completa, que consta de la propuesta experimental y los resultados de cada ensayo para el porcentaje de esferoidización de la alúmina.

Ensayo	Zp	P	mp	Qp	porcentaje...
1	14.0	500.0	10.0	2.3	92.6
2	14.0	500.0	10.0	6.9	89.0
3	14.0	200.0	30.0	2.3	95.9
4	17.0	200.0	30.0	6.9	81.7
5	17.0	200.0	10.0	6.9	99.9
6	14.0	500.0	30.0	2.3	92.1
7	14.0	200.0	10.0	6.9	95.1
8	17.0	200.0	30.0	2.3	77.7
9	14.0	200.0	10.0	2.3	93.9
10	14.0	200.0	30.0	6.9	96.8
11	17.0	500.0	30.0	2.3	89.3
12	17.0	200.0	10.0	2.3	97.9
13	17.0	500.0	10.0	2.3	92.4
14	14.0	500.0	30.0	6.9	94.1
15	17.0	500.0	10.0	6.9	98.5
16	17.0	500.0	30.0	6.9	86.0

Figura 4.7 Propuesta experimental y datos para la variable respuesta completos.

Después de haber completado la tabla con las variables de respuesta se le pide al software continuar para este entrega primero el diagrama de Pareto, el cual se puede apreciar en la Figura 4.8

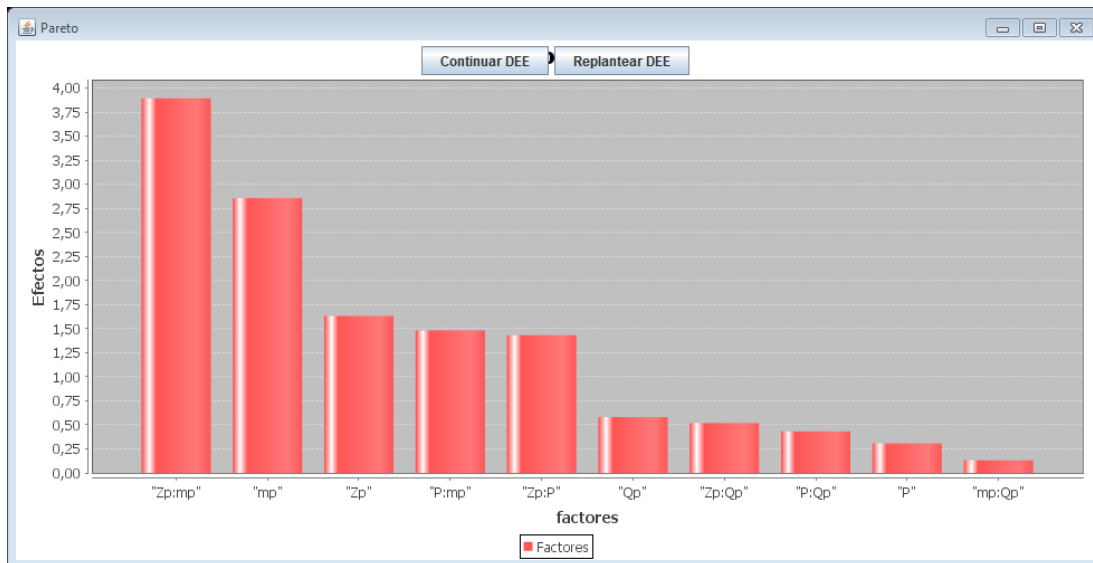


Figura 4.8 Diagrama de Pareto para la obtención de esferas de alúmina en un proceso asistido por plasma.

De acuerdo con este diagrama, se concluye que la interacción de la posición del inyector con la velocidad de pulverización es el factor de mayor relevancia sobre el aumento del porcentaje de esferoidización de la alúmina en el polvo. Este resultado coincide con el análisis realizado por los autores los cuales concluyen que la velocidad de pulverización y la posición del inyector son los factores que afectan de manera drástica el porcentaje de esferoidización, además se puede observar que su interacción es la responsable del mayor efecto, también se puede concluir que la presión en la cámara no

actúa de manera independiente sobre el porcentaje de esferoidización, lo que está completamente de acuerdo con el autor. En la Figura 4.9 se observa el gráfico de Daniel para la variable respuesta, en él se identifican los factores  $Zp: mp$  y  $mp$  como los de mayor significancia esto es, se alejan más del comportamiento lineal, coincidiendo con el gráfico de Pareto.

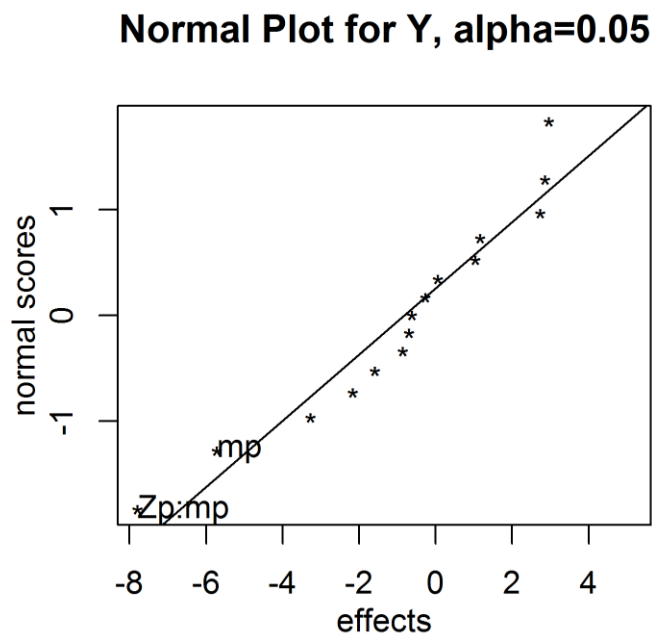


Figura 4.9 Grafico de Daniel para el porcentaje de esferoidización.

En este punto los autores plantean un diseño tipo RSM para la obtención de un modelo cuadrático. En este caso, de acuerdo con la metodología planteada, el DEE-EAFIT no considera en la actualidad el diseño RSM, por este motivo no hay una comparación en este punto, dado que esta parte del desarrollo del software se dejó para trabajos futuros.

Otros autores muestran el uso del DEE en procesos asistidos por plasma en los cuales los DEE son del tipo Factorial Fraccionado (FF). Con estos artículos la validación no es posible dado que al considerar una cantidad de ensayos superiores a 25, el software plantea una corrida experimental aleatoria, la cual no necesariamente coincide con la propuesta por los autores, lo que impide asociar las variables de respuesta a las respectivas corridas. A modo de ejemplo si se tiene un proceso en el cual es de interés estudiar la

importancia de 6 factores, como en el caso reportado por Gary S May y Costa J. Spanos (3) entonces se consideraría un DEE del tipo FC con 2<sup>6</sup> factores lo que produciría una propuesta experimental compuesta por 64 corridas. Este número de ensayos no siempre es factible de realizarse dados factores asociados a costos de pruebas y tiempo de realización. En estos casos se realizan un DEE FF, donde estas fracciones son conjuntos de pruebas escogidas aleatoriamente del conjunto de ensayos que resultaría de hacer un FC. En la Figura 4.10 se pueden apreciar el DEE FF propuesto por el software DEE EAFIT y el reportado por Gary S May y Costa J. Spanos, donde se puede apreciar que algunas corridas coinciden y otras no.

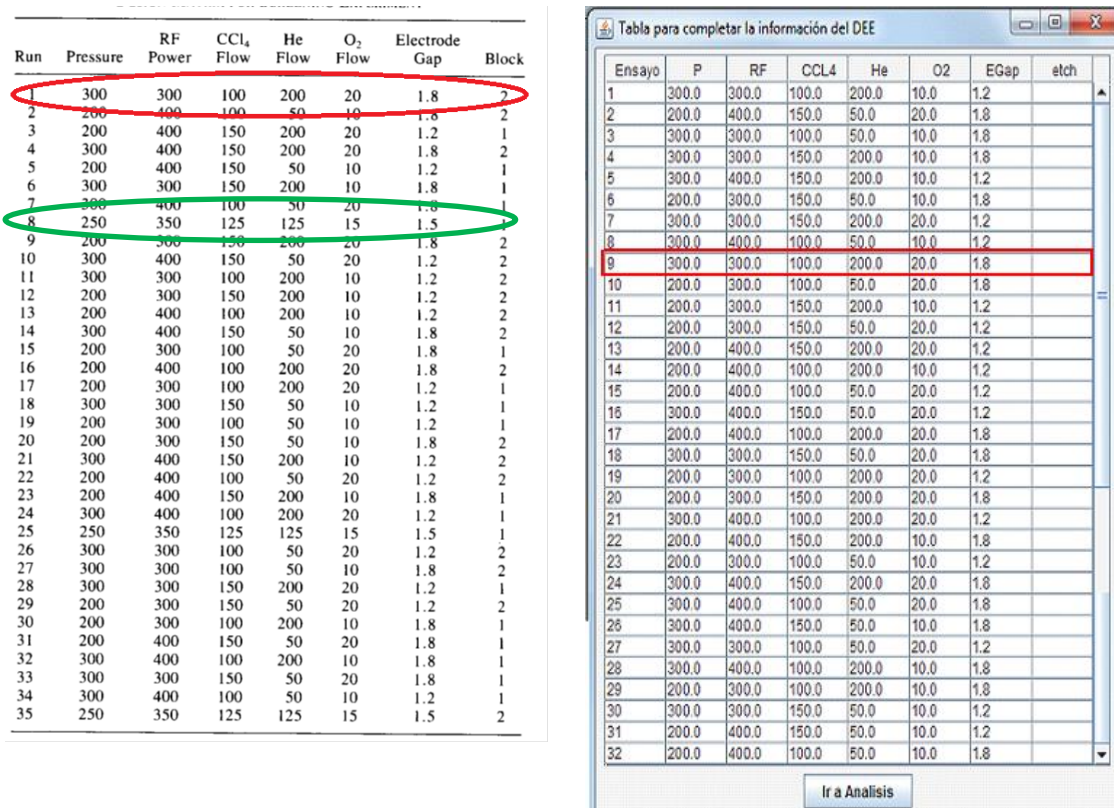


Figura 4.10 Comparación propuesta experimental Gary S May y Costa J. Spanos Vs DEE EAFIT.

De la anterior figura, se ha resaltado, la corrida N° 9 sugerida por el DEE-EAFIT, la cual se corresponde con la corrida N°1 propuesta por Gary et. al., sin embargo, la corrida 8 de Garay no se encuentra en la propuesta realizada por el DEE-EAFIT.

Como las propuestas no coinciden en un cien por ciento, no es posible usar los resultados reportados por los autores para validar la segunda fase del software. Pero el



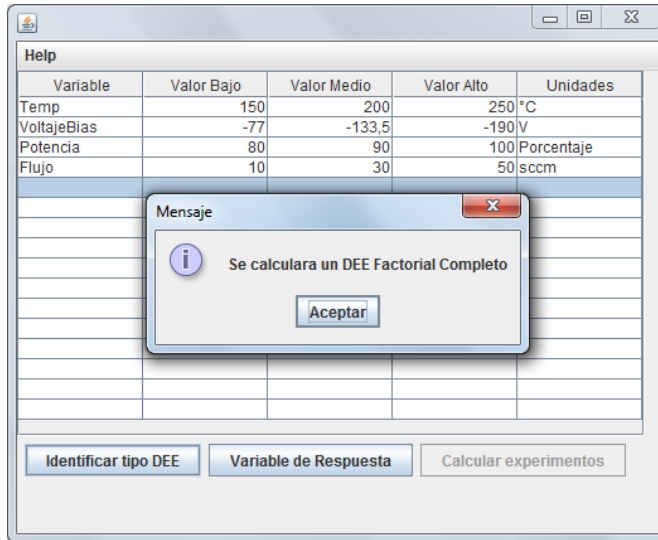


Figura 4.12 Identificación del tipo de DEE a realizar.

A seguir se añade el nombre de la variable respuesta que se medirá y se indica al software que se quiere seguir con el cálculo del DEE.

Una vez se realiza esta acción el programa presenta el número de corridas experimentales que se realizarán y le permite al usuario agregar el número de réplicas que desee, ver Figura 4.13.

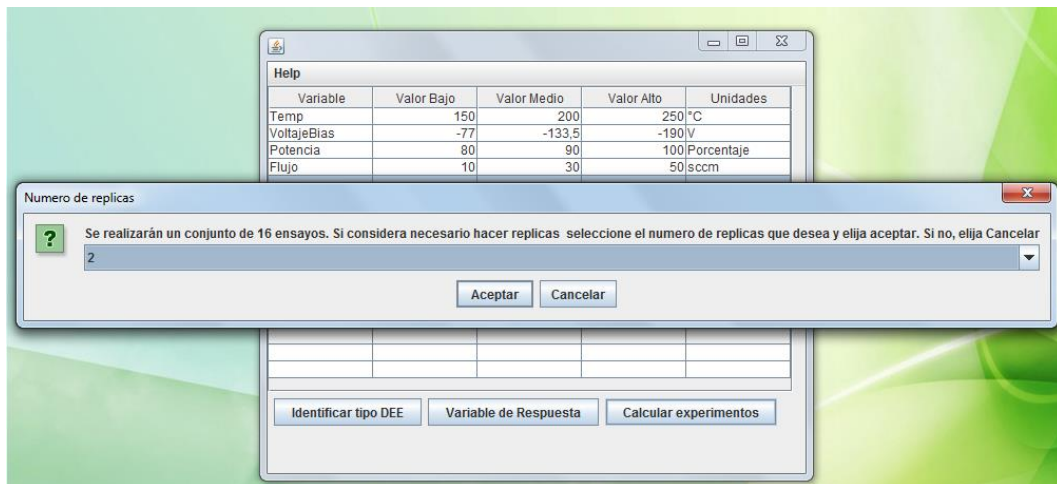


Figura 4.13 Cálculo del DEE y opción de réplicas.

En este caso específico se decidió realizar solo una corrida con 16 ensayos. La propuesta experimental se presenta en la Tabla 4.6.

Ensayo	Temp	VoltajeBias	Potencia	Flujo	densidad
1	250.0	-77.0	100.0	50.0	
2	150.0	-190.0	80.0	50.0	
3	250.0	-190.0	80.0	10.0	
4	150.0	-190.0	80.0	10.0	
5	150.0	-77.0	100.0	10.0	
6	250.0	-77.0	100.0	10.0	
7	150.0	-190.0	100.0	50.0	
8	150.0	-77.0	80.0	50.0	
9	150.0	-190.0	100.0	10.0	
10	250.0	-77.0	80.0	50.0	
11	150.0	-77.0	100.0	50.0	
12	250.0	-190.0	100.0	50.0	
13	250.0	-190.0	100.0	10.0	
14	150.0	-77.0	80.0	10.0	
15	250.0	-77.0	80.0	10.0	
16	250.0	-190.0	80.0	50.0	

Tabla 4.6 Propuesta experimental para la caracterización del reactor PACVD.

Definidas las corridas y teniendo en cuenta la experticia del investigador en este reactor se pasó a caracterizar el Hardware, con el fin de tener certeza que los valores de variable de respuesta obtenidos son correctos. Esta caracterización se describe a seguir.

#### 4.2.2 Caracterización del sistema de adquisición de datos

En la Figura 4.14 se presenta el comportamiento de los amplificadores de aislamiento trabajando en régimen DC entre 0 y 5 V.

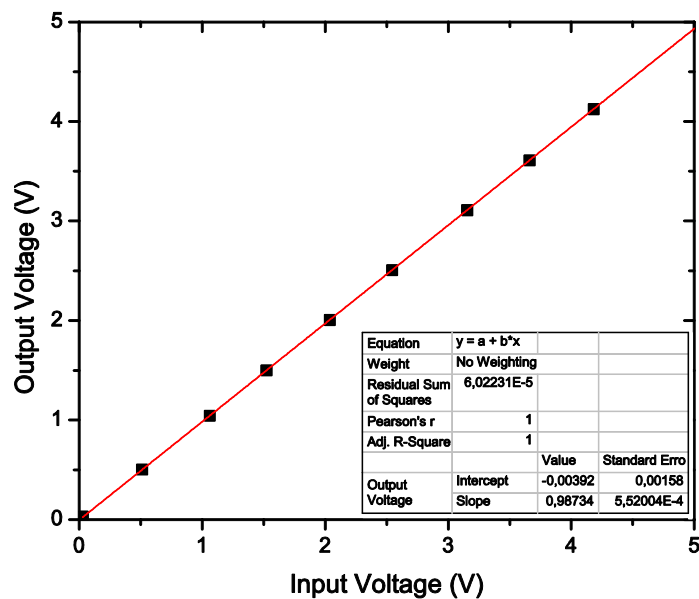


Figura 4.14 Respuesta característica en régimen DC de los amplificadores de aislamiento AD202JN.

Se observa de la figura anterior que los amplificadores presentan un comportamiento lineal ( $R^2=1$ ) en DC.

En la Figura 4.15 se observa el gráfico de residuales para los datos obtenidos en la caracterización de los amplificadores.

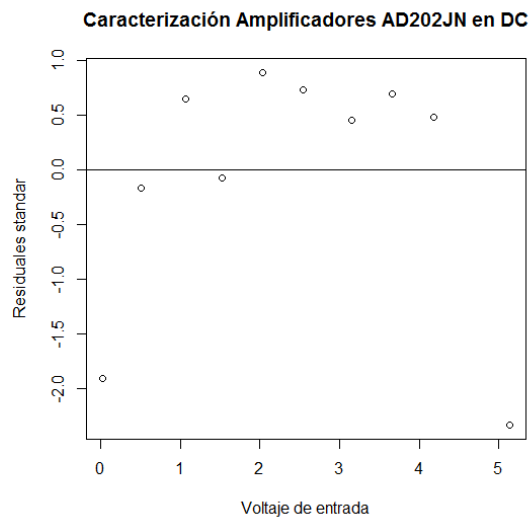


Figura 4.15 Gráfico de residuales

Se observa de la gráfica de normalidad que los puntos no caen sobre una línea recta y se puede detectar un outlier en el extremo inferior izquierdo. Similarmente el histograma que se presenta en la Figura 4.16 no es simétrico con un pico central y también muestra un outlier. En conclusión no hay normalidad de los errores.

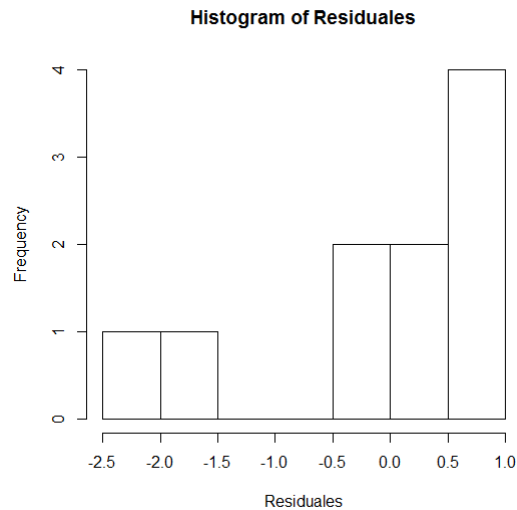


Figura 4.16 Histograma para residuales.

Dada su linealidad y su capacidad para desacoplar las referencias de los circuitos los hace ideales para las aplicaciones en las cuales se deben desacoplar la referencia del sistema de medición de la referencia del sistema de estudio.

En la Figura 4.17 se presentan algunas curvas de respuesta de los amplificadores en régimen AC.

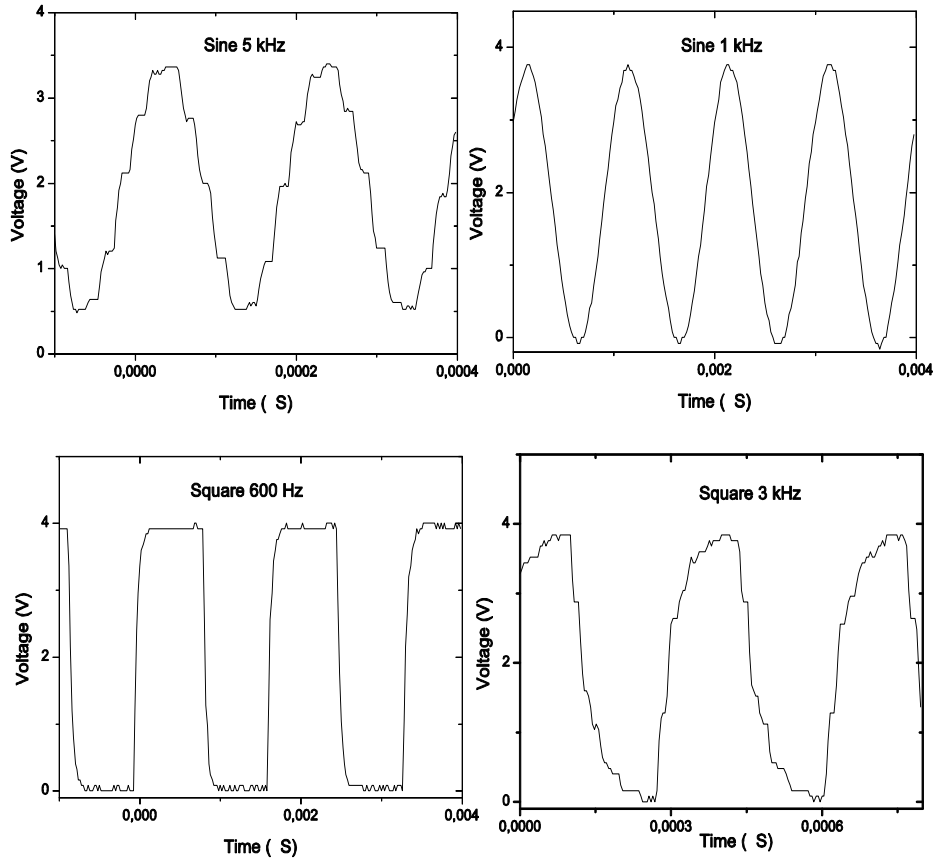


Figura 4.17 Respuesta característica en régimen AC de los amplificadores de aislamiento AD202JN.

Se puede apreciar en la Figura 4.17 que el rendimiento de los amplificadores se ve seriamente afectado por la frecuencia de la señal de entrada. El generador entrega una señal de entrada con un voltaje pico-pico de 3.87 voltios a medida que la frecuencia de esta señal aumenta desde 0.0Hz hasta 5.0 kHz. La amplitud pico-pico de la señal de salida se ve reducido en una forma importante pasando de 3.87 voltios a 2.65 voltios a 5 kHz. Esto se puede explicar si se observa la curva característica presentada por el fabricante de la variación del valor CMR (Commom Mode Rejection) del amplificador con el cambio de frecuencia de la señal de entrada pasando de 90 dB a 60 Hz a menos de 65 dB a 5 kHz.

También se observa de la figura que el amplificador tiende a distorsionar las señales cuadradas a frecuencias relativamente bajas (600 Hz). Esto es debido al limitado “slew-rate” del amplificador, es decir a la “inercia” del sistema.

Dado que el reactor caracterizado usa microondas a una frecuencia de 2.45 GHz para generar el plasma, el comportamiento de los amplificadores como filtro para altas frecuencias resulta ser adecuado siempre y cuando se trabajen en el régimen DC.

La Figura 4.18, presenta los resultados obtenidos a partir del circuito compuesto por una resistencia de 100  $\Omega$  en serie con un diodo ZENER y la simulación del circuito.

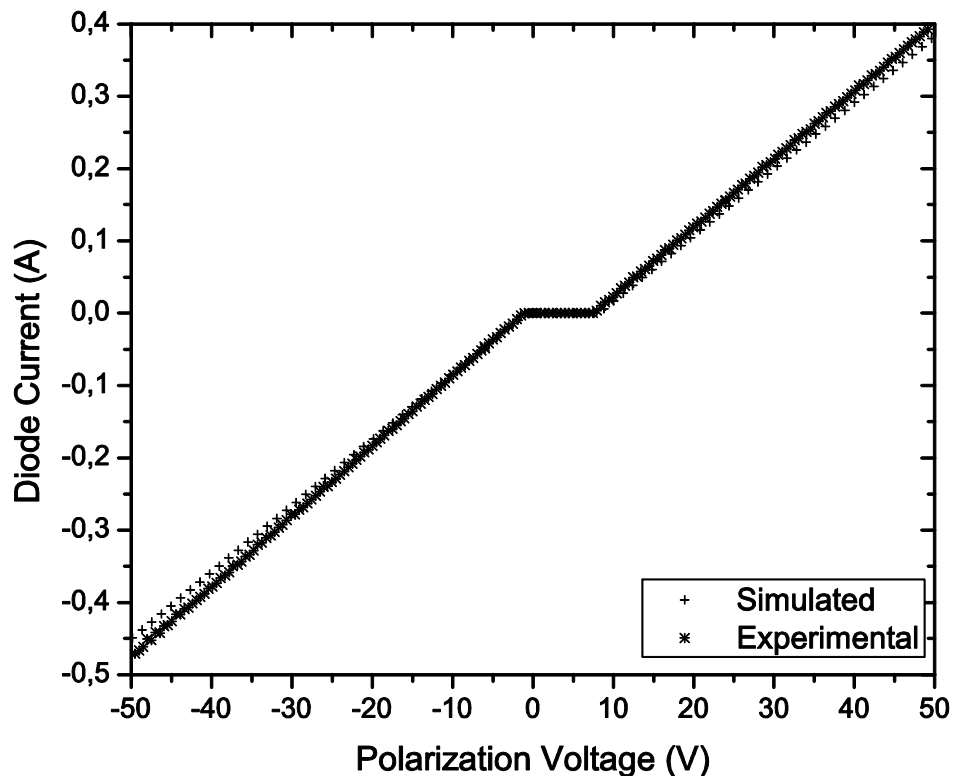


Figura 4.18 Curva de respuesta del sistema Zener/ resistencia medida por el sistema de adquisición de datos.

De la Figura 4.18 Se observa que no hay diferencias significativas entre la curva obtenida por el sistema de adquisición y la curva teórica. De acuerdo con la gráfica el voltaje Zener característico simulado es de 7,48 voltios y el experimental es de 7,62 voltios, mientras que el valor reportado por el fabricante para esta referencia es de  $8,2 \pm 0,5$  voltios. El error relativo entre el voltaje medido y el simulado es de 2%. Además construyendo un intervalo de confianza para la diferencia de medias de la corriente obtenida mediante la simulación y el montaje experimental se encuentra que el intervalo de confianza es

$[-0.022, 0.107]$  . Ahora como este intervalo contiene al 0 se puede afirmar con una confianza del 95% que no hay diferencia significativa entre la simulación y los datos obtenidos por el sistema de medición. Se puede considerar que el sistema DAS reproduce de manera adecuada la curva característica del diodo y que su error no es significativo. El error se debe a la precisión de la resistencia y la incertidumbre del diodo, dada por el fabricante.

De otro lado se observa en la Figura 4.18 que los datos experimentales conservan la curva teórica del sistema lo que permite afirmar que el DAS está en capacidad de adquirir las señales tanto de corriente como de voltaje en forma simultánea.

#### 4.2.3 DAS – EAFIT Vs LabView.

En la Figura 4.19 se presenta las curvas obtenidas por los diferentes sistemas de adquisición para una señal de entrada a 1 kHz y una amplitud de 3.87 Vpp, ambos sistemas de adquisición tomaron la señal después de que esta pasa por los amplificadores de aislamiento.

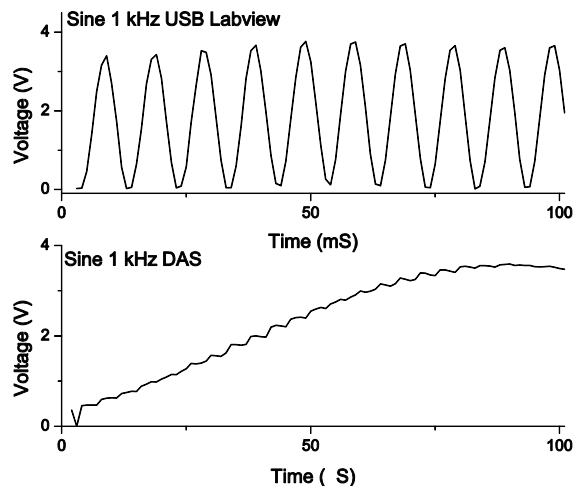


Figura 4.19 Curvas sinusoidales obtenidas a partir del generador AGILENT. La señal adquirida mediante la tarjeta de LabView (superior), y la adquirida mediante el sistema DAS (inferior).

El sistema de adquisición de LabView tiene una tasa de muestreo máxima de 10 k muestras por segundo lo que implica que para 100 muestras se tomaría 0.01 s, el periodo de la señal es de 0.001 s, en la Figura 4.19 se pueden apreciar aproximadamente 10 periodos,

lo que implica un tiempo de adquisición igual a 0.01 s. El DAS implementado en 100 muestras alcanza a adquirir aproximadamente  $\frac{1}{4}$  de periodo lo que implica una tasa de muestreo de 40 K muestras por segundo. El DAS ve limitado su alcance en frecuencia dado el uso de los amplificadores de aislamiento.

En la Figura 4.20 se puede observar una señal sinusoidal a 3 kHz muestreada con el DAS.

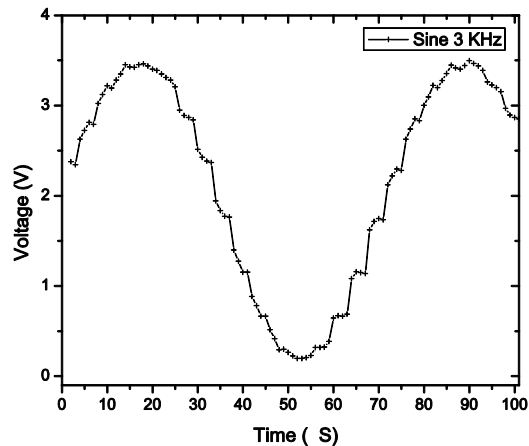


Figura 4.20 Curva sinusoidal a 3 kHz obtenida con el DAS implementado.

En esta figura se puede apreciar además el efecto de distorsión que causa el uso de los amplificadores de aislamiento cuando la frecuencia de la señal se acerca al máximo valor de su ancho de banda.

Una vez caracterizado el sistema de adquisición de datos se procedió a realizar una medición de las características del plasma en la campana del reactor.

#### 4.2.4 Medidas del plasma con la sonda doble de Langmüir.

Se realizó una medida del plasma dentro de la campana del reactor para verificar el funcionamiento del sistema de sonda- fuente de polarización y sistema de adquisición, para tal fin se dispuso la sonda como se indicó en el Capítulo de Materiales y Métodos.

La condición experimental que se eligió es la que se corresponde con el ensayo 1 de la propuesta experimental, es decir Temperatura igual a 250 °C, voltaje bias de -77

voltios, flujo de 50 sccm y potencia al 100 por ciento. En la Figura 4.21 se muestra la curva obtenida de la medición del plasma en la campana del reactor.

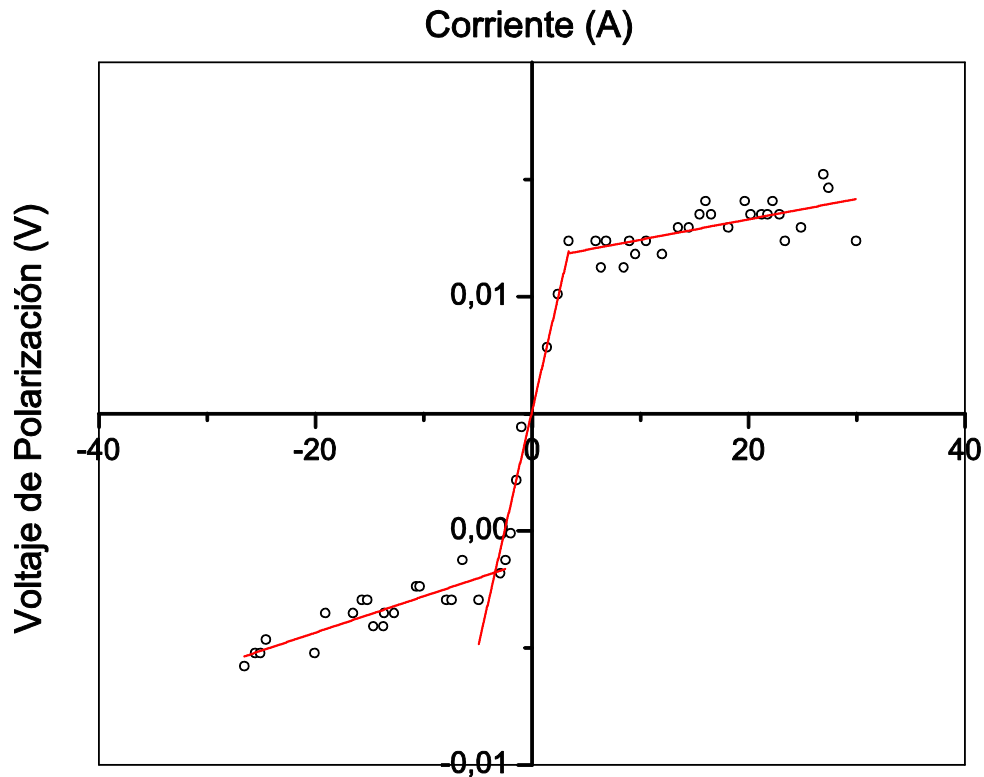


Figura 4.21 Medida de plasma en sobre la malla de extracción al interior de la cámara de proceso.

De acuerdo con esta curva se encontró que la temperatura electrónica del plasma es de 1.8 keV, lo que está en concordancia con el trabajo de UCLA (4).

La corriente de saturación medida fue aproximadamente de 0,012 A y la densidad electrónica  $n$  fue de  $1.3 \times 10^5 \text{ cm}^{-3}$  valor que se acerca a los reportados por Camargo et al (5) en la caracterización de un sistema semejante donde reportan densidades de  $n = 1.26 \times 10^5 \text{ cm}^{-3}$ . Con estos datos se verifica el funcionamiento adecuado del sistema de adquisición acoplado con los amplificadores de aislamiento y la sonda doble de Langmüir construida.

De esta forma se puede decir que el sistema desarrollado para adquirir los datos se comporta en forma adecuada y se puede proceder a desarrollar las corridas experimentales

propuestas por el software DEE-EAFI para el mismo reactor y ubicadas donde el experimentador responsable de este índice. Esto será el tema de la siguiente sección.

#### 4.2.5 Caracterización del reactor.

Las curvas corriente voltaje de algunos ensayos se muestran en la Figura 4.22, el resto de curvas se presenta en el Anexo I.

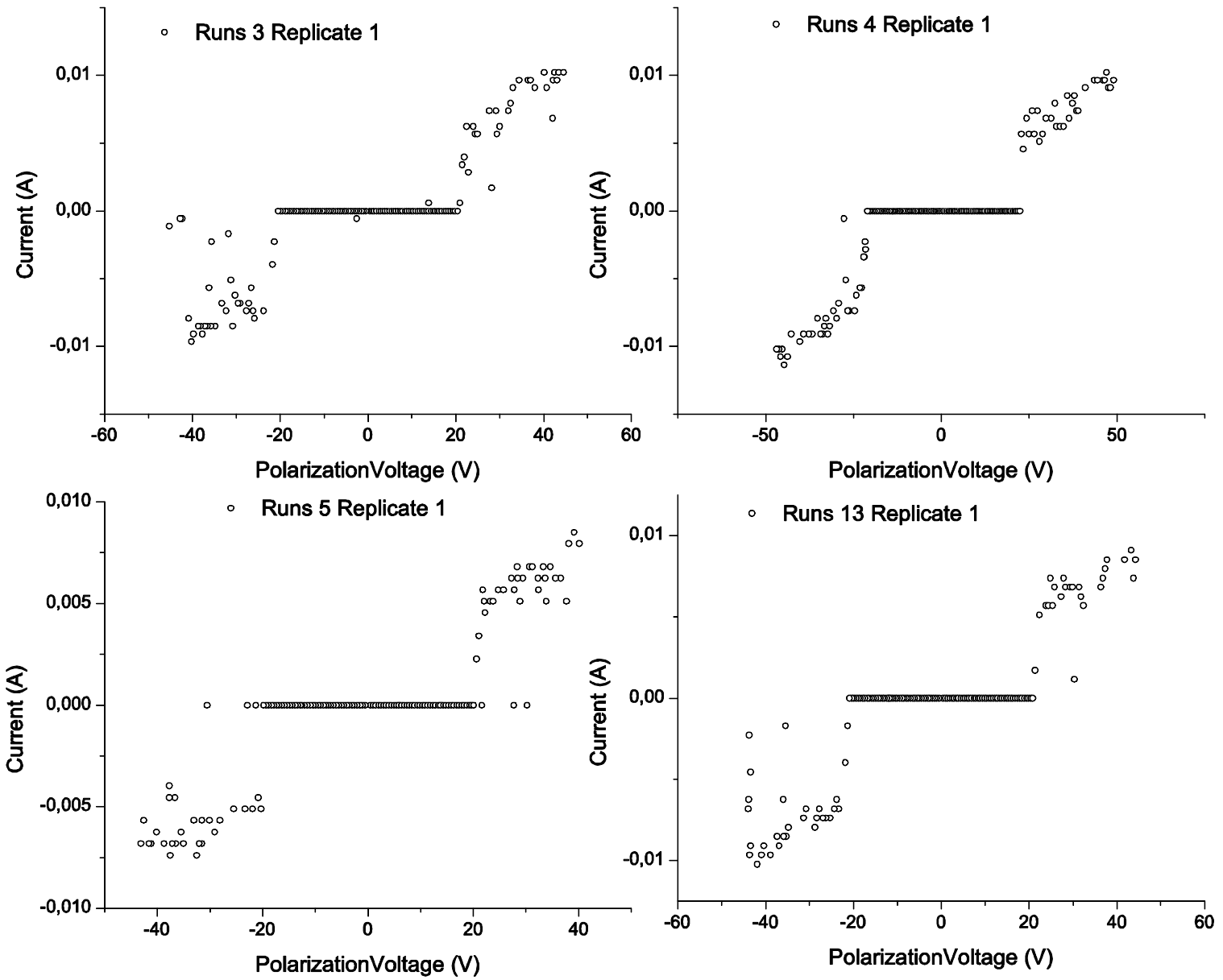


Figura 4.22 Curvas I contra V para diferentes condiciones de experimentación, A Ensayo 1, B Ensayo 2, C Ensayo 8, D Ensayo 13.

En la Figura 4.22 se puede apreciar que así se varíen las condiciones de funcionamiento del reactor la forma y magnitud de las curvas se conserva, es importante resaltar que las curvas son simétricas y que se requiere de una diferencia de potencial superior a  $|20|$  voltios en la sonda para lograr obtener una señal de corriente. En las Figura 4.22 A, B y C, también se pueden observar algunos valores que no conservan la tendencia creciente o decreciente de la corriente según la polarización, esto podría deberse a condiciones irregulares de la carga (ya sean iones y/o electrones) en la cámara de procesos que es el lugar en donde se está realizando la medida, sin embargo indica una fluctuación importante del entorno espacial donde se encuentra la sonda o en su defecto hay ruido electromagnético en dicho entorno, el cual se refleja en la medida. Con el fin de excluir la hipótesis de que hay ruido en el sistema de medida y que este podría estar apantallando el plasma en dicha región, se diseñó el siguiente experimento: Mantener la sonda doble de Langmüir en la misma posición anterior, es decir encima del portamuestras que se encuentra sobre el horno, mantener la presión de fondo en  $8 \times 10^{-3}$  mBar; el voltaje de polarización de las mallas de extracción en 250 V; la temperatura de la muestra a 250 °C; el flujo de argón a 50 sccm y la presión de trabajo en  $7 \times 10^{-2}$  mbar. Adicionalmente no se encenderá el magnetron de tal forma que no se generará plasma en la cámara de plasma y de esta forma se asegurará que no se tiene en dicha cámara microondas. El resultado de este experimento se puede observar en la Figura 4.23

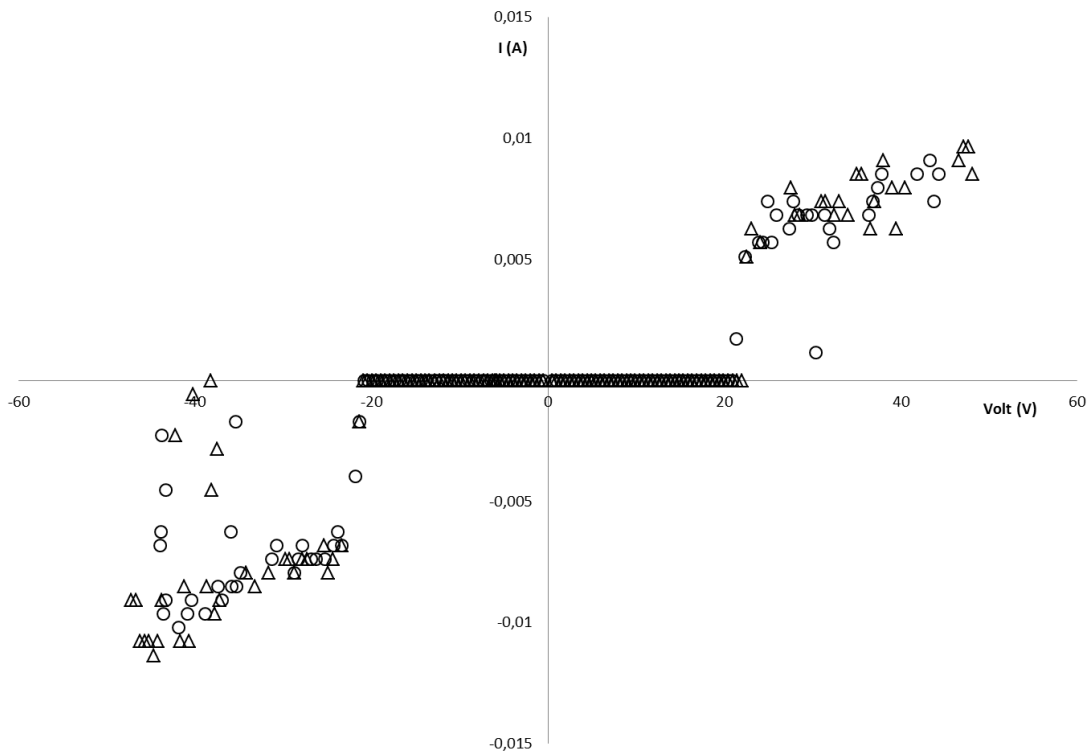


Figura 4.23 Curva I-V en el reactor sin plasma.

Se observa que la curva obtenida bajo las condiciones en que no se ha encendido el plasma y las muestras tomadas cuando se enciende son similares bajo las condiciones dadas en el reactor y la disposición de la sonda en la cámara de proceso. Se puede observar además que la corriente entre -20 y 20 voltios es cero y que a partir de este voltaje de polarización aparece una corriente aproximadamente constante de 0,01 amperios. Esto parece indicar que en la cámara de procesos el plasma es incipiente y no parece ser afectado significativamente por la variación de ninguno de los parámetros elegidos como factores de entrada. Los datos de corriente detectados por la sonda podrían deberse a la ionización producida por los electrones generados por la resistencia del horno la cual se encuentra a 250°C y ayudado por el campo eléctrico generado por la diferencia de potencial entre el sistema de extracción de iones y el portasubstratos.

De hecho el gas al interior de la cámara de proceso debe sufrir algún grado de ionización dado que se observa una corriente a partir de ciertos valores de polarización de la sonda, además, de acuerdo la curva de Paschen a la presión de trabajo ( $2 \times 10^2$  mBar)

dada se necesitarían por lo menos 200 voltios para generar un rompimiento dieléctrico, lo que generaría un aumento en la corriente entre las sondas.

Por lo anterior y teniendo en cuenta que en las gráficas no existe una región de transición, es imposible calcular la temperatura electrónica y con ello la densidad electrónica del plasma en esa región, también el sistema es incapaz de decir que tipo de ionización se tiene y si la corriente se debe a iones o a electrones.

A continuación se presenta el uso de la metodología en una aplicación industrial para la fabricación de partes plásticas de motos. Específicamente se busca que un usuario poco conocedor del DEE puede emplear dicha metodología en forma más o menos natural.

#### 4.2.6 Proceso de inyección de termoplástico.

Como se indicó en el Capítulo de Métodos y Materiales al tiempo de realizar la caracterización del reactor de plasma se llevó a cabo la caracterización de un proceso de inyección de termo plástico usando una máquina de inyección automatizada, un molde comercial de una parte plástica y como material un Copolímero de Impacto. Los factores y los respectivos niveles se pueden observar en la Tabla 4.7

Factores	Nivel Bajo	Nivel Alto
Temperatura de la boquilla (°C)	285	295
Presión de inyección (bar)	20	34
Velocidad de inyección (%)	35	65
Presión de mantenimiento (bar)	30	56
Velocidad de mantenimiento (%)	30	50
tiempo de mantenimiento (S)	2	5
tiempo de enfriamiento (S)	10	20

Tabla 4.7 Factores de entrada con sus respectivos niveles para la aplicación del software DEE – EAFIT en la obtención de un menor tiempo de ciclo para la producción de una pieza plástica.

En este proceso se planteó DEE FF de resolución 4 es decir 16 ensayos con una réplica para un total de 32 ensayos.

En la Tabla 4.9 se muestran las corridas y los resultados obtenidos para las dos replicas realizadas.

Temp. Boquilla	Presion Iny.	Velocidad Iny.	Presion Mantto.	Velocidad Mantto	Tiempo Mantto	Tiempo Enfr.	Tiempo de ciclo
285	20	35	56	50	5	10	22,5
285	20	65	56	30	2	20	29,5
285	34	35	30	50	2	20	28,8
285	34	65	30	30	5	10	21
295	20	35	30	30	5	20	31,8
295	34	65	56	50	5	20	31
295	20	65	30	50	2	10	18,5
295	34	35	56	30	2	10	18,3

Tabla 4.8 DEE FF de resolución 3 primera replica.

Temp. Boquilla	Presion Iny.	Velocidad Iny.	Presion Mantto.	Velocidad Mantto	Tiempo Mantto	Tiempo Enfr.	Tiempo de ciclo
285	20	35	56	50	5	10	22,5
285	20	65	56	30	2	20	28,7
285	34	35	30	50	2	20	28,4
285	34	65	30	30	5	10	21,1
295	20	35	30	30	5	20	31,7
295	34	65	56	50	5	20	31
295	20	65	30	50	2	10	18,6
295	34	35	56	30	2	10	18,4

Tabla 4.9 DEE FF de resolución 3 segunda replica.

Con los datos se procedió a obtener un diagrama de Pareto Figura 4.24 que indica los factores de mayor influencia sobre la media.

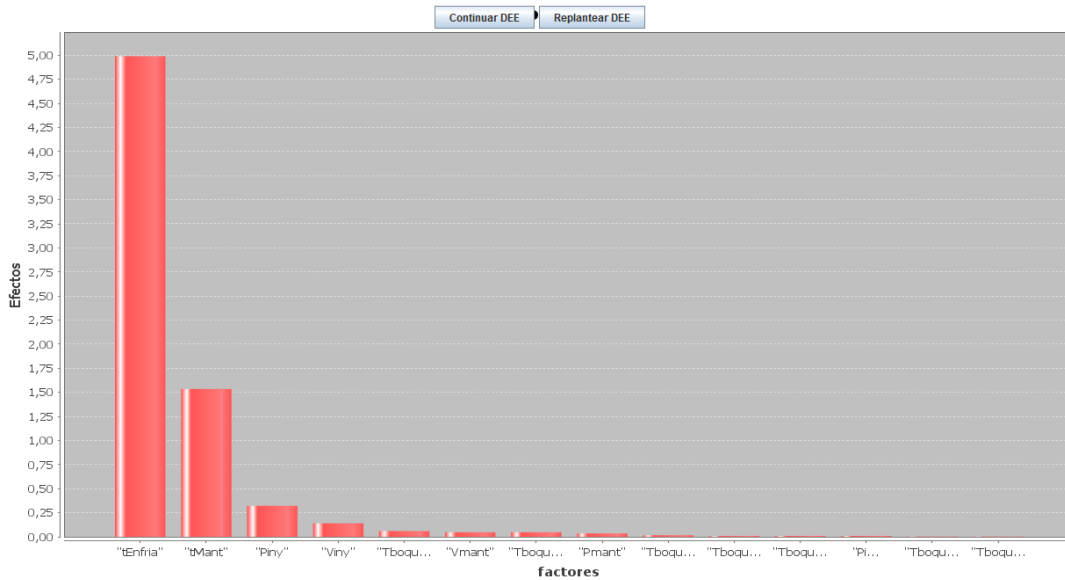


Figura 4.24 Diagrama de Pareto para los resultados obtenidos en la caracterización de un proceso de inyección de una pieza plástica.

En esta gráfica se puede apreciar que los factores que aportan de manera significativa sobre la respuesta media son el tiempo de enfriamiento, el tiempo de mantenimiento y la presión de inyección.

Continuando con el proceso se le pide al software que genere un modelo lineal que relacione la variable respuesta con los factores estudiados este modelo se puede apreciar en la Figura 4.25

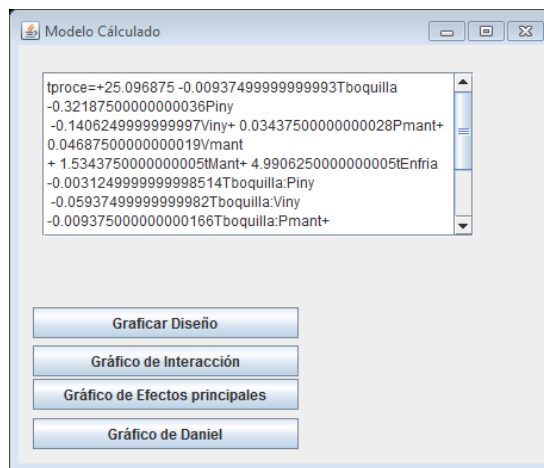


Figura 4.25 Modelo lineal obtenido para el proceso de inyección de un aparte plástica.

El procedimiento entero fue realizado por un usuario no entrenado en DEE, quien pudo hallar las variables de mayor peso en la duración del ciclo tomando en cuenta el diagrama de Pareto.

El DEE en la actualidad se está desarrollando para llegar a la fase de superficie de respuesta con el objetivo de optimizar el tiempo de ciclo.

Como resultado parcial se puede afirmar que el usuario solo necesito de una introducción breve al uso de la plataforma lo que indica que el software es amigable.

### 4.3 Bibliografía

1. *Speciation of Cr(VI)yCr(III) in environmental waters by fluorimetric method using central composite, full and fractional factorial design.* **A. Massumi, N.M. Najafi, H. Barzegari.** 1, Tehran, Iran: Elsevier Science B.V., 2002, Microchemical Journal, Vol. 72 . 0026-265.
2. *Statistical Design of Experiments for the Spheroidization of Powdered Alumina by Induction Plasma Processing.* **X. Fan, E Gitzhofer, and M. Boulos.** 2, s.l. : Journal of Thermal Spray Technology, 1998, Vol. 7, págs. 247-252. 1059-9630.
3. *Statistical Experiments Design in Palsma Etch Modeling .* **Spanos, Gary S. May and Costas J.** 2, s.l. : IEEE Transaction on Semiconductor Manufacturing, 1991, Vol. 4. 0894-6507/91/0500-0083.
4. **R. L. Stenzel & J. M. Urrutia .** Physics 180E. [En línea] 5 de Marzo de 1997. [Citado el: 27 de Septiembre de 20133.] <http://www.physics.ucla.edu/plasma-exp/180E-W97/DprobeAnalysis.html>.
5. *Diseño conceptual de una sonda Langmüir para caracterización de plasmas fríos mediante diseño estadístico de experimentos.* **Victor Hugo Camargo Suarez1, Diego Andrés Acosta Maya2, Juan Manuel Jaramillo O.** 67, Medellin: Universida de Antioquia, Junio de 2013, Revista Facultad de Ingenieria Universidad de Antioquia, págs. 76-88.

## 5. Conclusiones

Con respecto al objetivo que hace referencia a Identificar las principales variables de proceso asociados a los reactores de plasmas fríos, se identificó que la presión, la potencia, el flujo y la temperatura son los parámetros más relevantes y estudiados en los procesos asistidos por plasmas fríos.

Se generó una aplicación llamada DEE EAFIT y que en la actualidad está registrado ante la superintendencia de la república de Colombia, el cual corre en “background” el software estadístico R y cuya interface se desarrolló usando JAVA, lo que garantiza portabilidad y bajos costos.

Se desarrolló una metodología compuesta por un software y hardware la cual permite la caracterización de reactores de plasmas fríos empleando la metodología de Diseño Estadístico de Experimentos y la sonda doble de Langmüir junto con su sistema de adquisición de datos, el cual cumple con los requisitos de portabilidad.

El software mostró que corre en forma adecuada y es confiable al validar este con datos de la literatura.

La metodología se implementó en un reactor de plasma tipo CVD, pero no fue posible obtener una curva característica del plasma en este reactor que permitiera desarrollar un modelo sobre este sistema específico.

## 6. Trabajos futuros

Como trabajos futuros se podrían plantear entre otros:

La generación de reportes “inteligentes” basados en los datos proporcionados por el usuario para reducir la necesidad de conocimientos en estadística y evitar de esta forma que el usuario deba interpretar resultados estadísticos.

La implementación de otros tipos de DEE tales como RMS, DEE Taguchi, Mezclas los cuales expandirían las posibilidades y aplicaciones del software y permitirían el uso del software en otros campos de la aplicación.

Implementar el software como una aplicación en la nube, lo que permitiría mayor número de usuarios y procesos.

Acoplar, en el mismo circuito, el sistema de polarización de la sonda doble de Langmüir con el sistema de adquisición además de desarrollar una fuente automatizada para la polarización de la sonda.

## 7. Anexo I. Rutinas para Análisis de residuales.

El supuesto de Normalidad puede ser comprobado realizando un gráfico de los residuos, ahora si los residuos siguen una distribución normal, cuando se grafican tienden a quedar alineados en una línea recta, si claramente no se alinean se concluye que el supuesto de normalidad no es correcto. En R se puede realizar esta gráfica mediante la siguiente rutina.

Primero se obtiene una regresión lineal, se calculan los residuales asociados esa regresión, luego se grafican, este gráfico fue asociado a la interface. En la Figura 7.1.

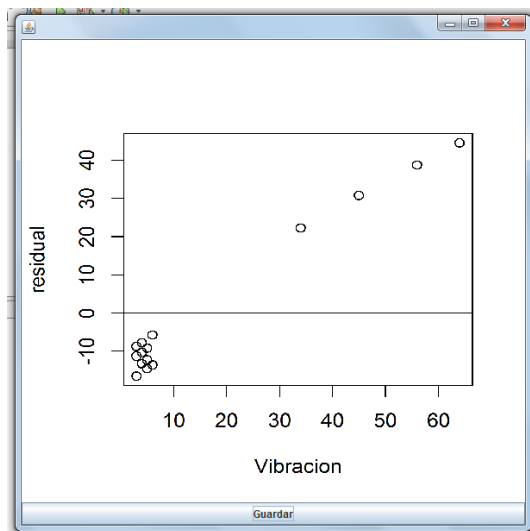


Figura 7.1 Gráfica de residuales

El Gráfico de probabilidad sirve para verificar visualmente si los datos siguen una distribución de probabilidad específica. A continuación se muestra un ejemplo del código necesario para realizar este procedimiento en R.

```
>eruption.lm = lm(eruptions ~ waiting, data=faithful)
>eruption.stdres = rstandard(eruption.lm)
>qqnorm(eruption.stdres, ylab="Standardized Residuals", xlab="Normal Scores", main="Old Faithful Eruptions")
> qqline(eruption.stdres)
> hist(eruption.stdres)
```

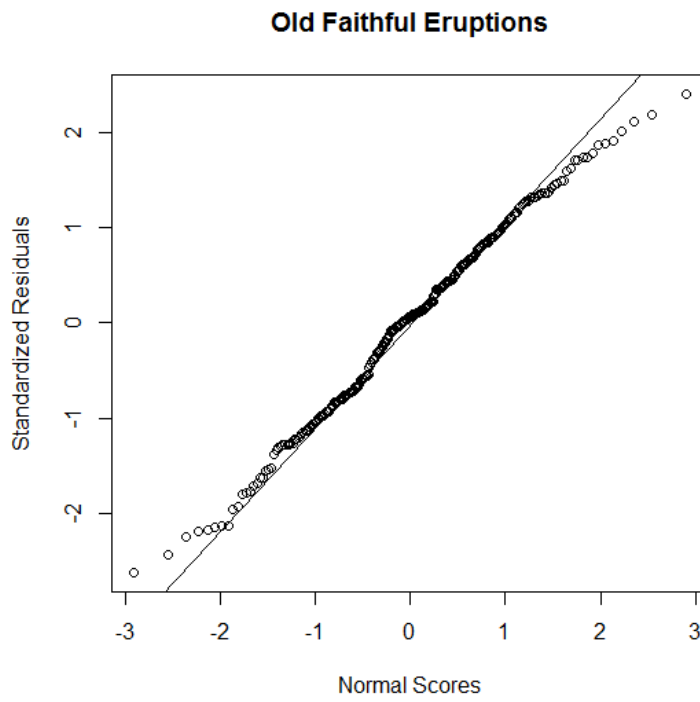


Figura 2 Gráfico de probabilidad normal.

## 8. Anexo II Gráficas de Sonda Doble para la caracterización del reactor.

Curvas de corriente voltaje para los diferentes ensayos.

Abreviaturas:

T: temperatura. ( $^{\circ}\text{C}$ )

VB: Voltaje Bias. (V)

F: Flujo de gas. (sccm)

P: Potencia. (W)

T: 250.0

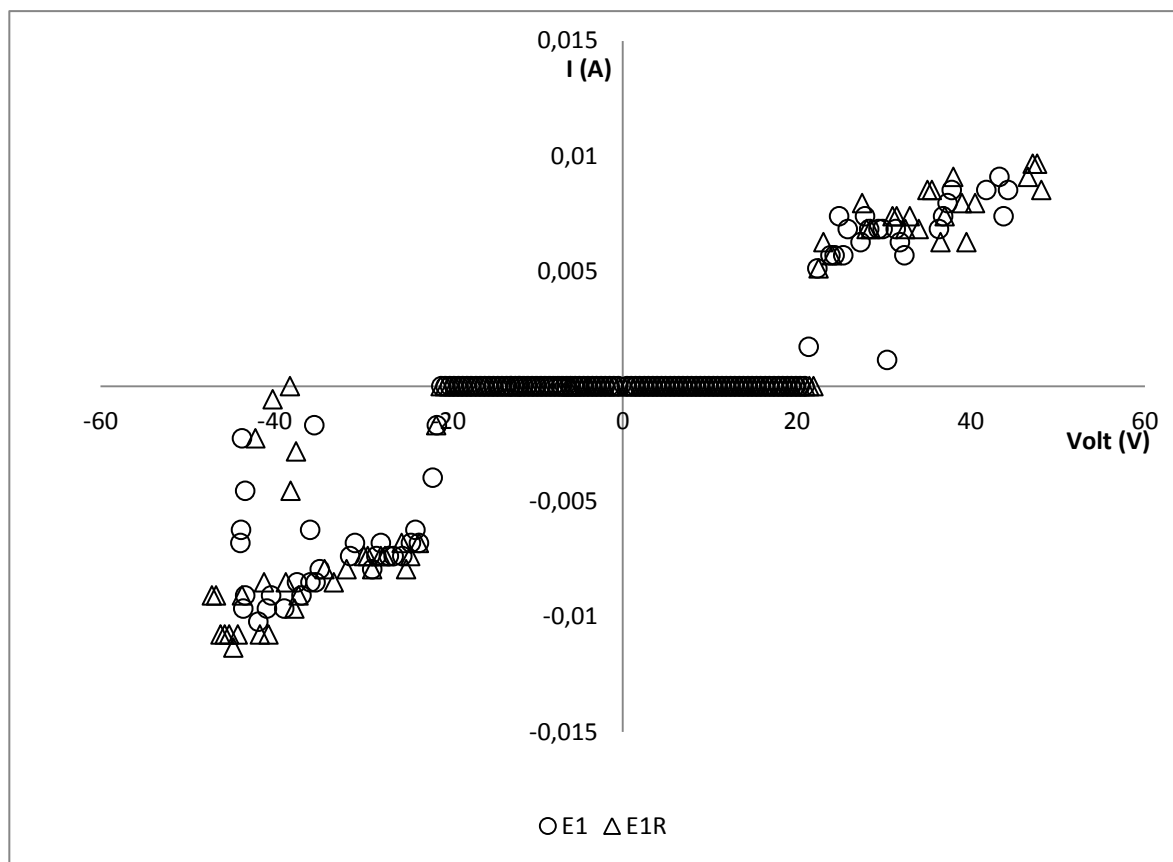
VB: -190.0

F: 50.0

P: 100.0

Ensayo 1

Replica



T: 150.0

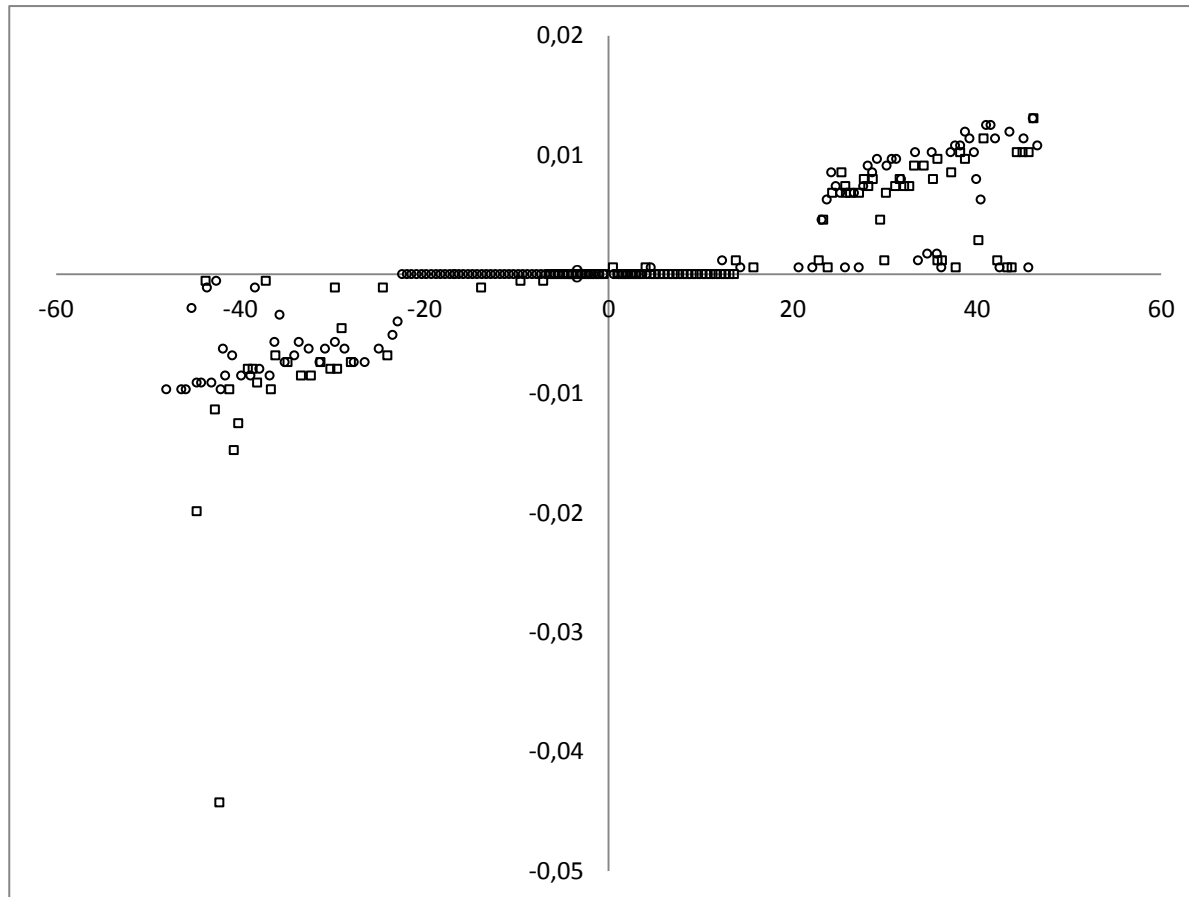
VB: -77.0

F: 50.0

P: 100.0

Ensayo 2

Replica



T: 250.0

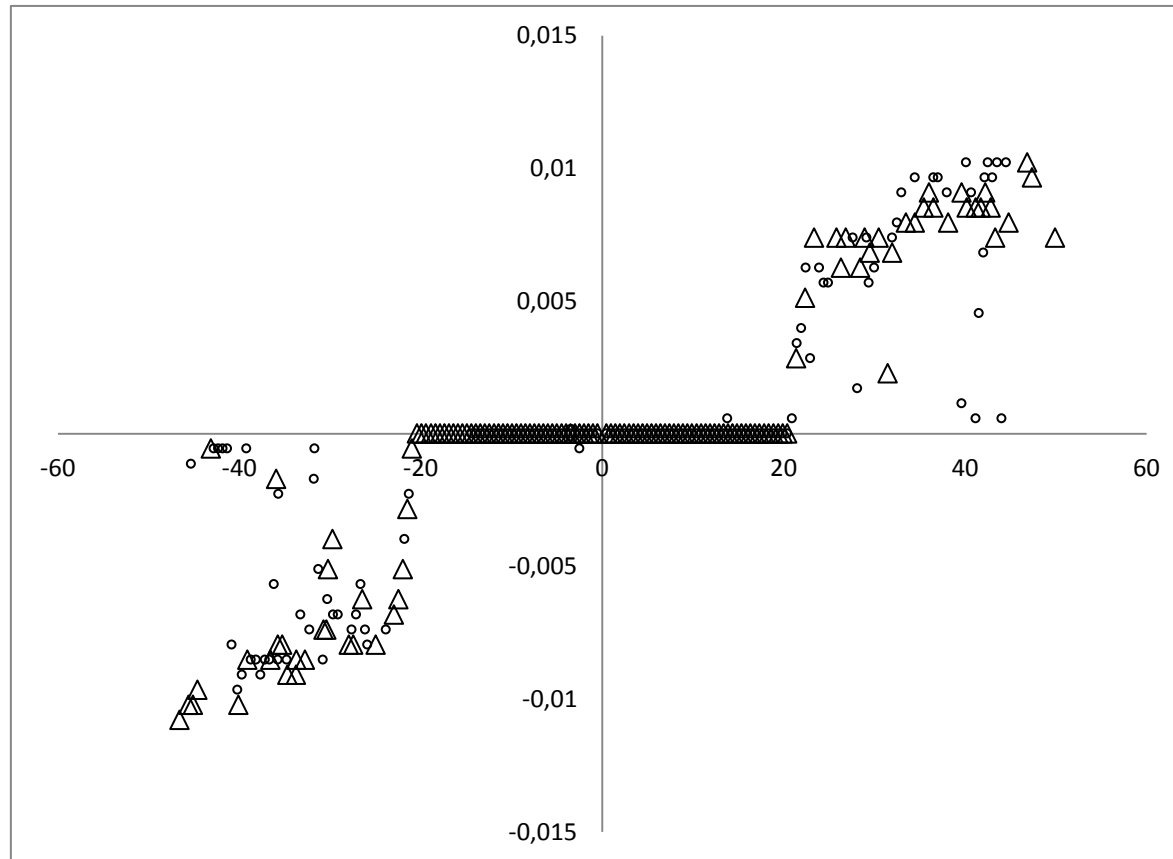
VB: -77.0

F: 10.0

P: 80.0

Ensayo 3

Replica



T: 250.0

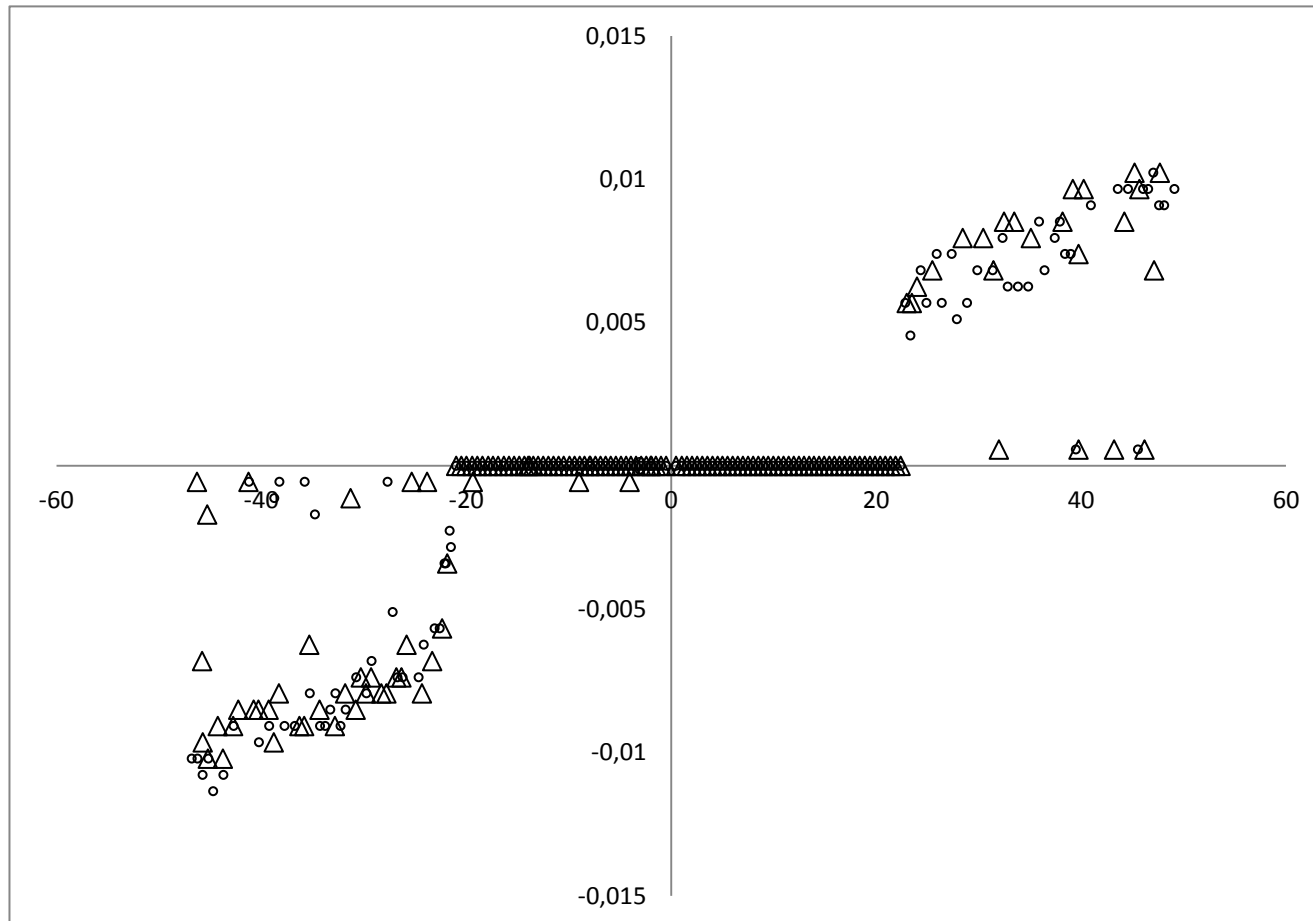
VB: -77.0

F: 50.0

P: 80.0

Ensayo 4

Replica



T: 250.0

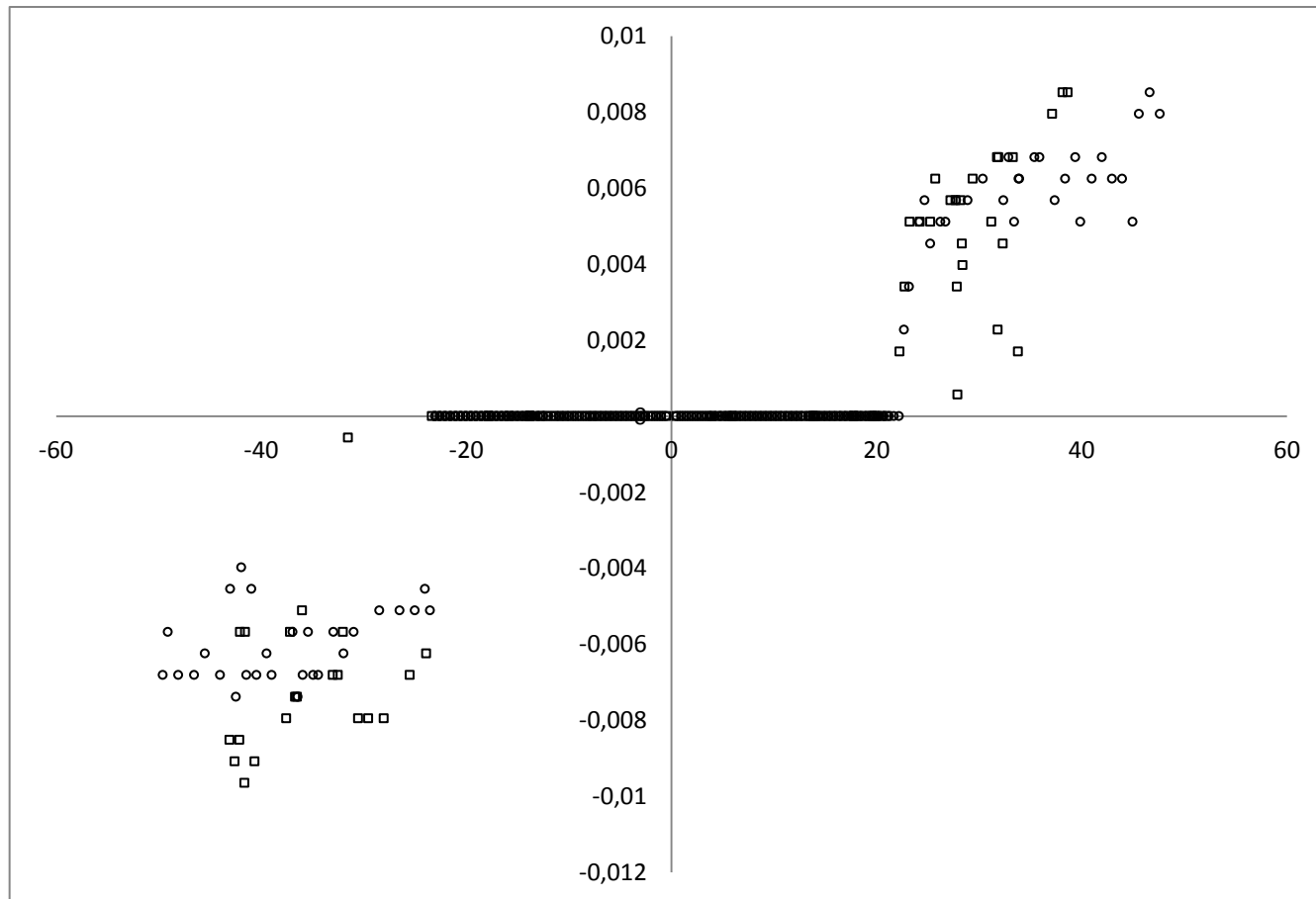
VB: -190.0

F: 10.0

P: 80.0

Ensayo 5

Replica



T: 150.0

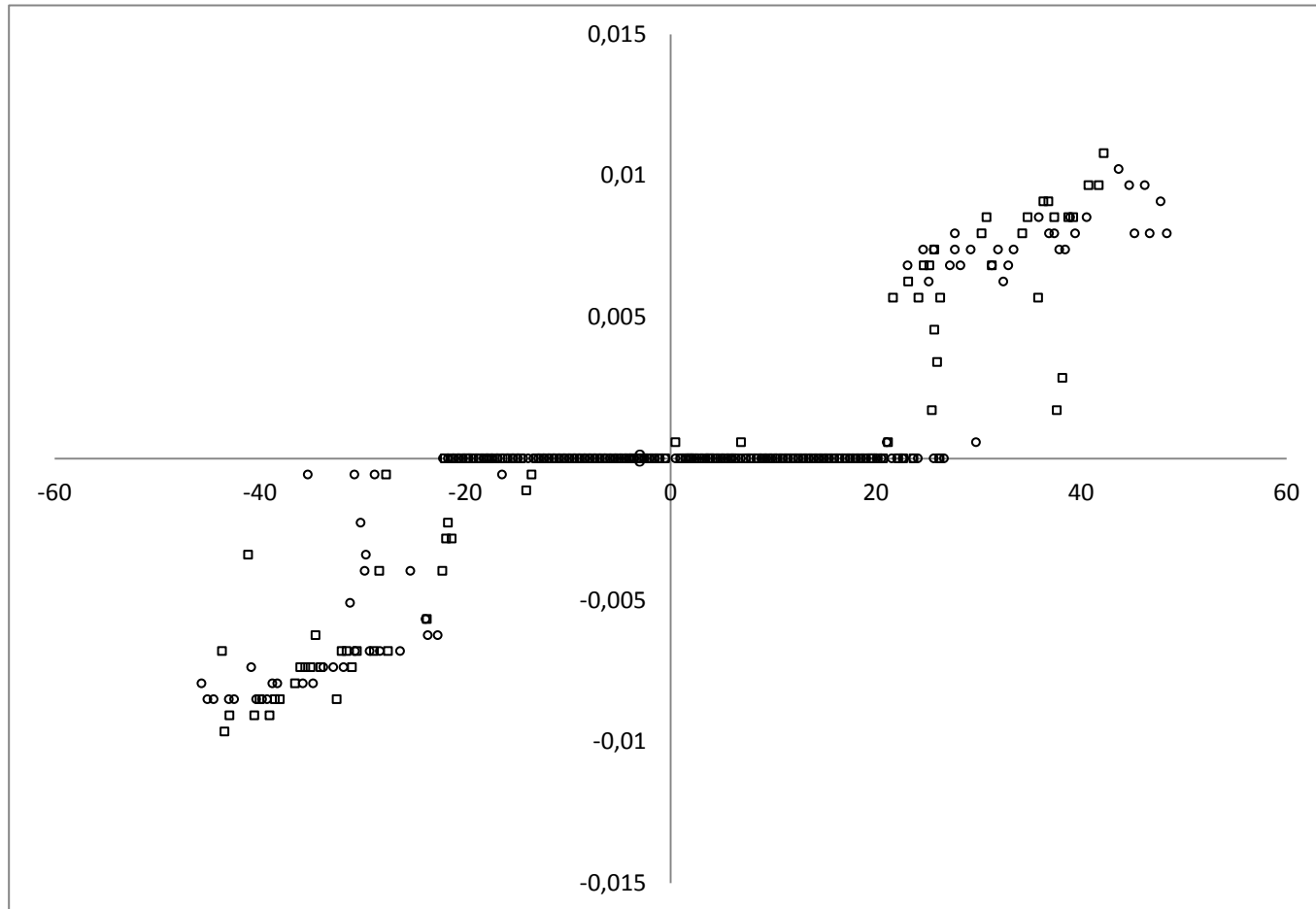
VB: -77.0

F: 10.0

P: 80.0

Ensayo 6

Replica



T: 250.0

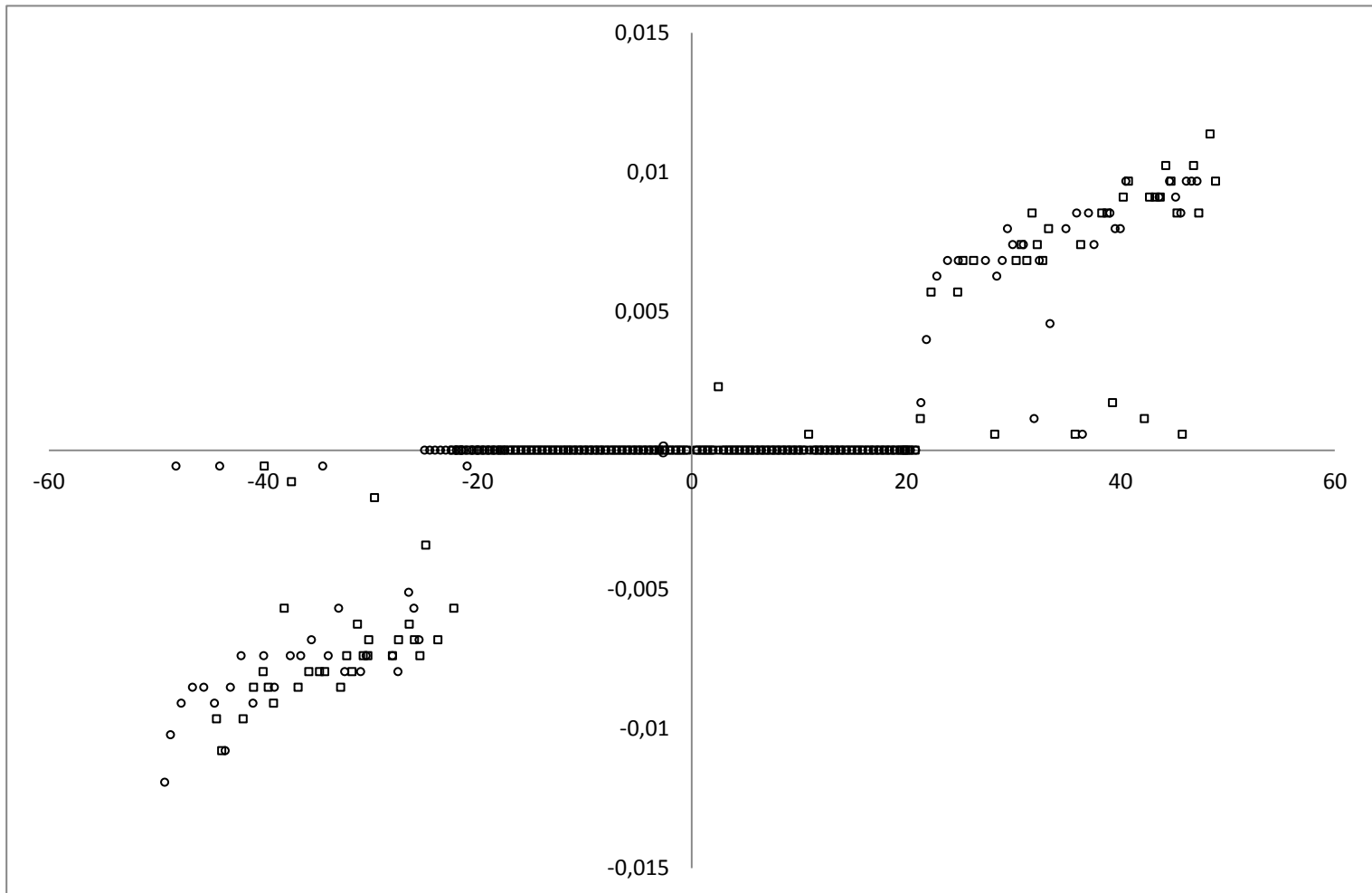
VB: -77.0

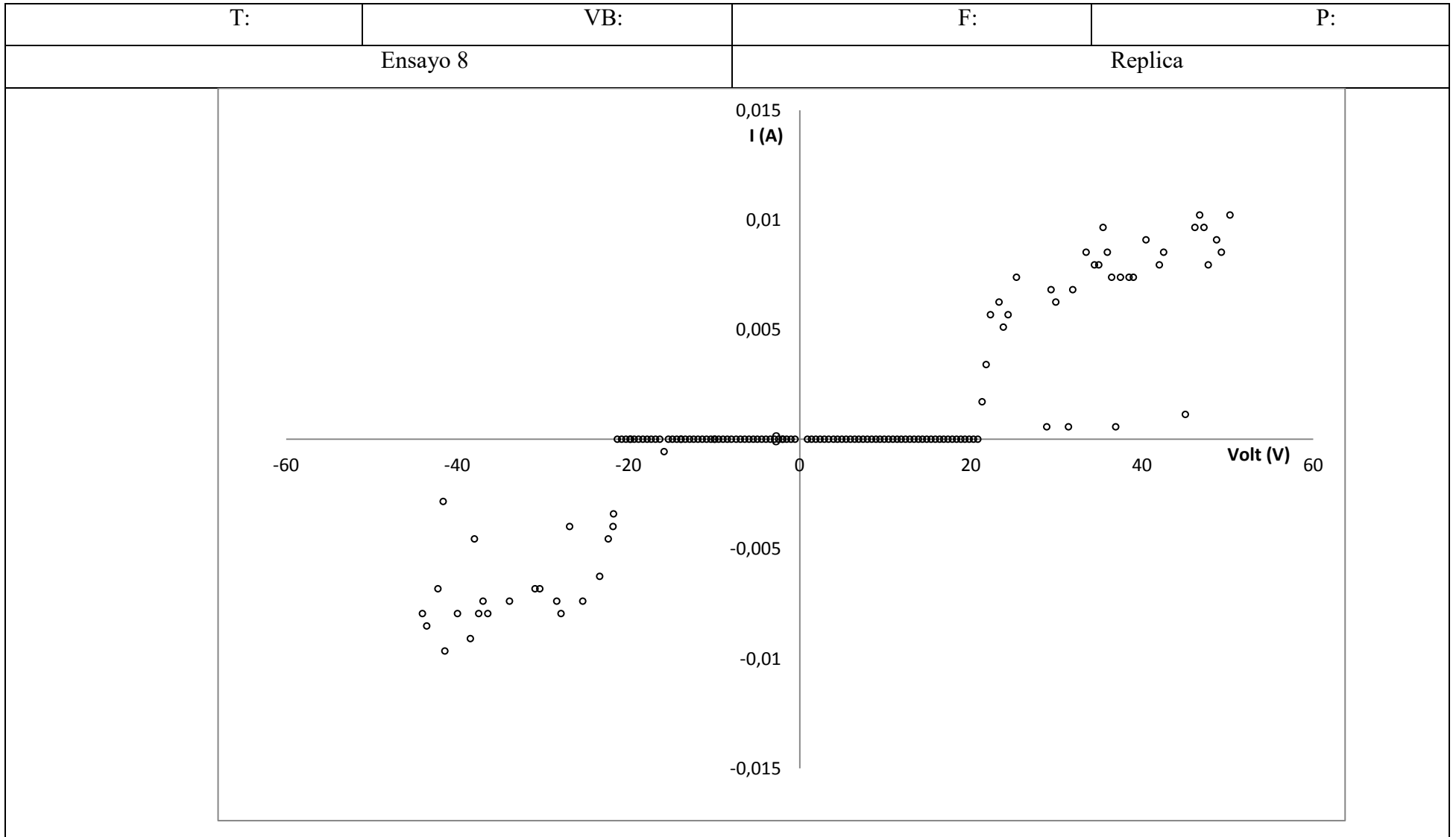
F: 10.0

P: 100.0

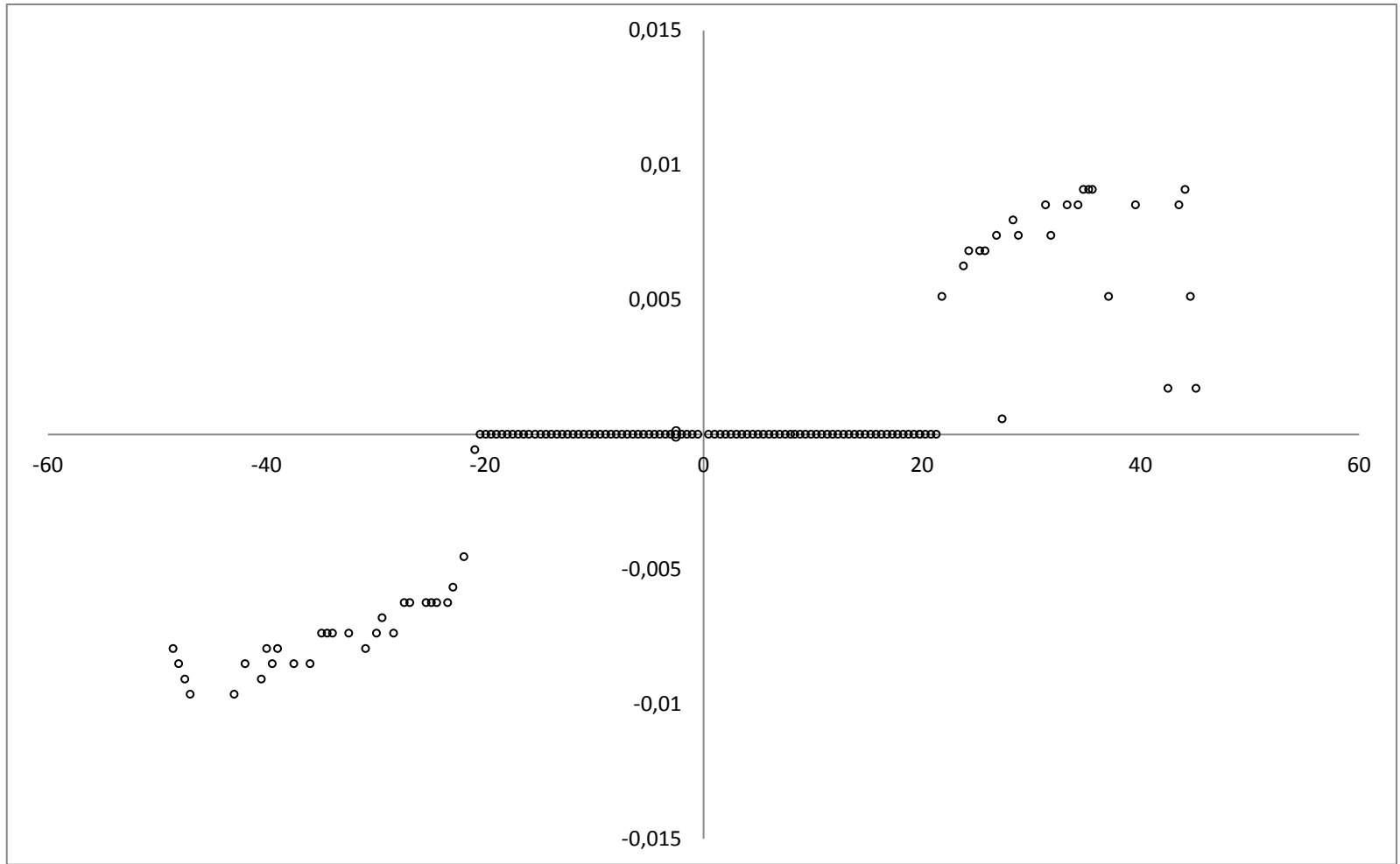
Ensayo 7

Replica

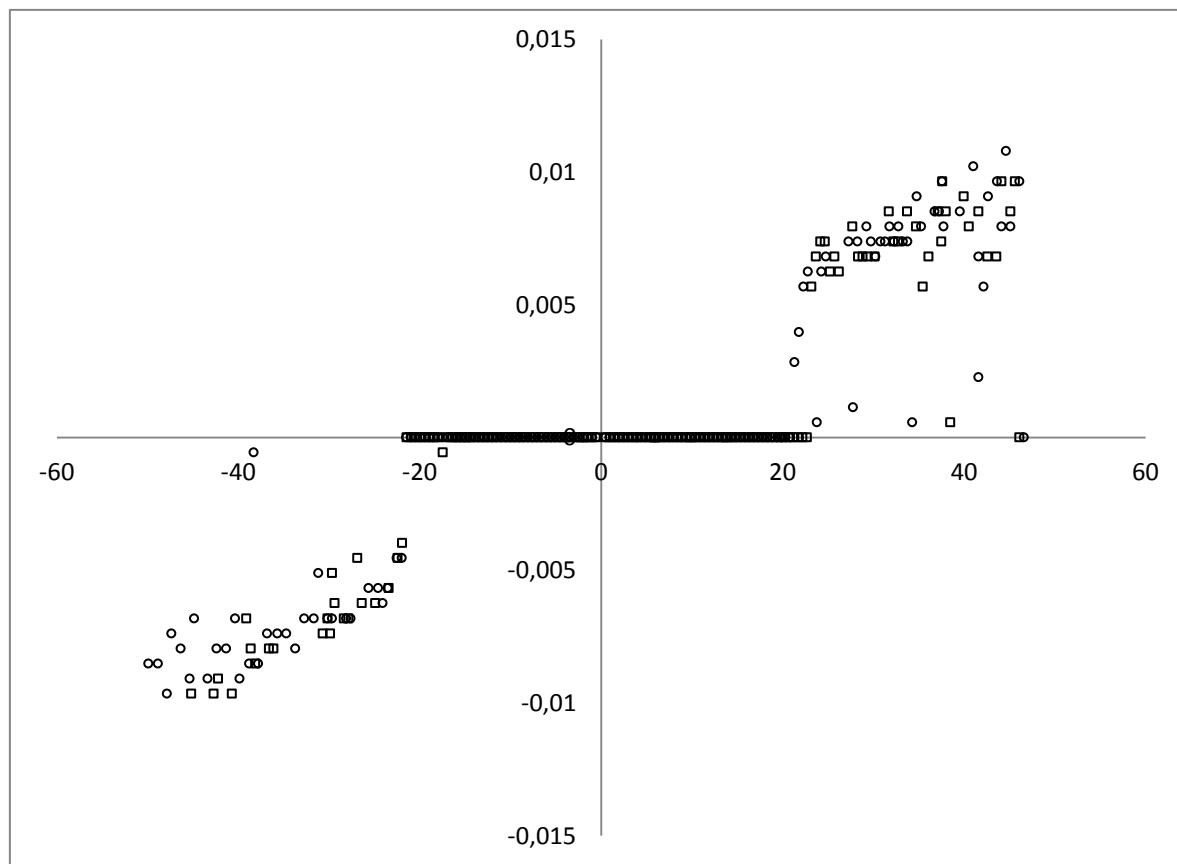




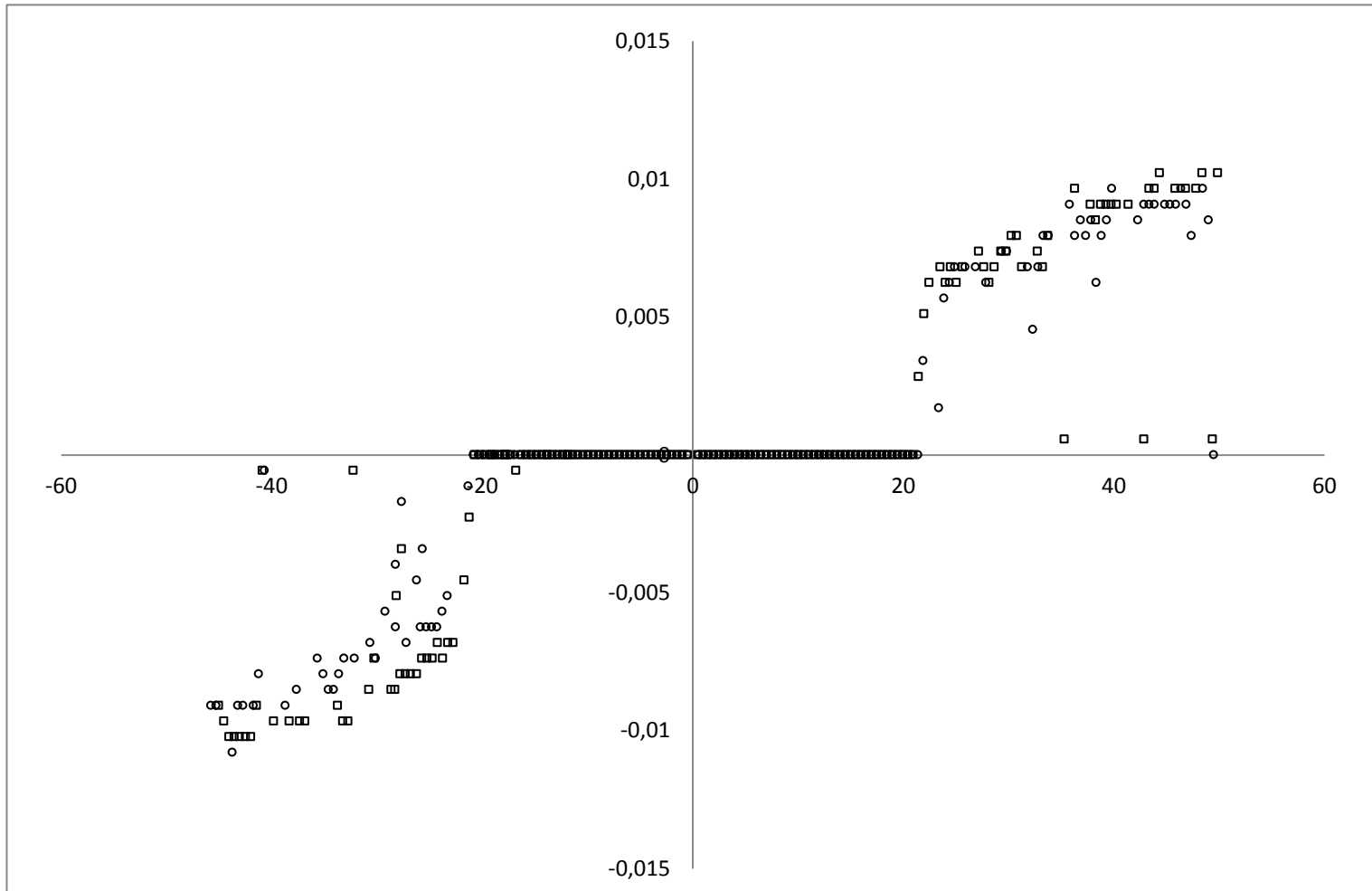
T: 250.0	VB: -190.0	F: 10.0	P: 100.0
Ensayo E9		Replica	



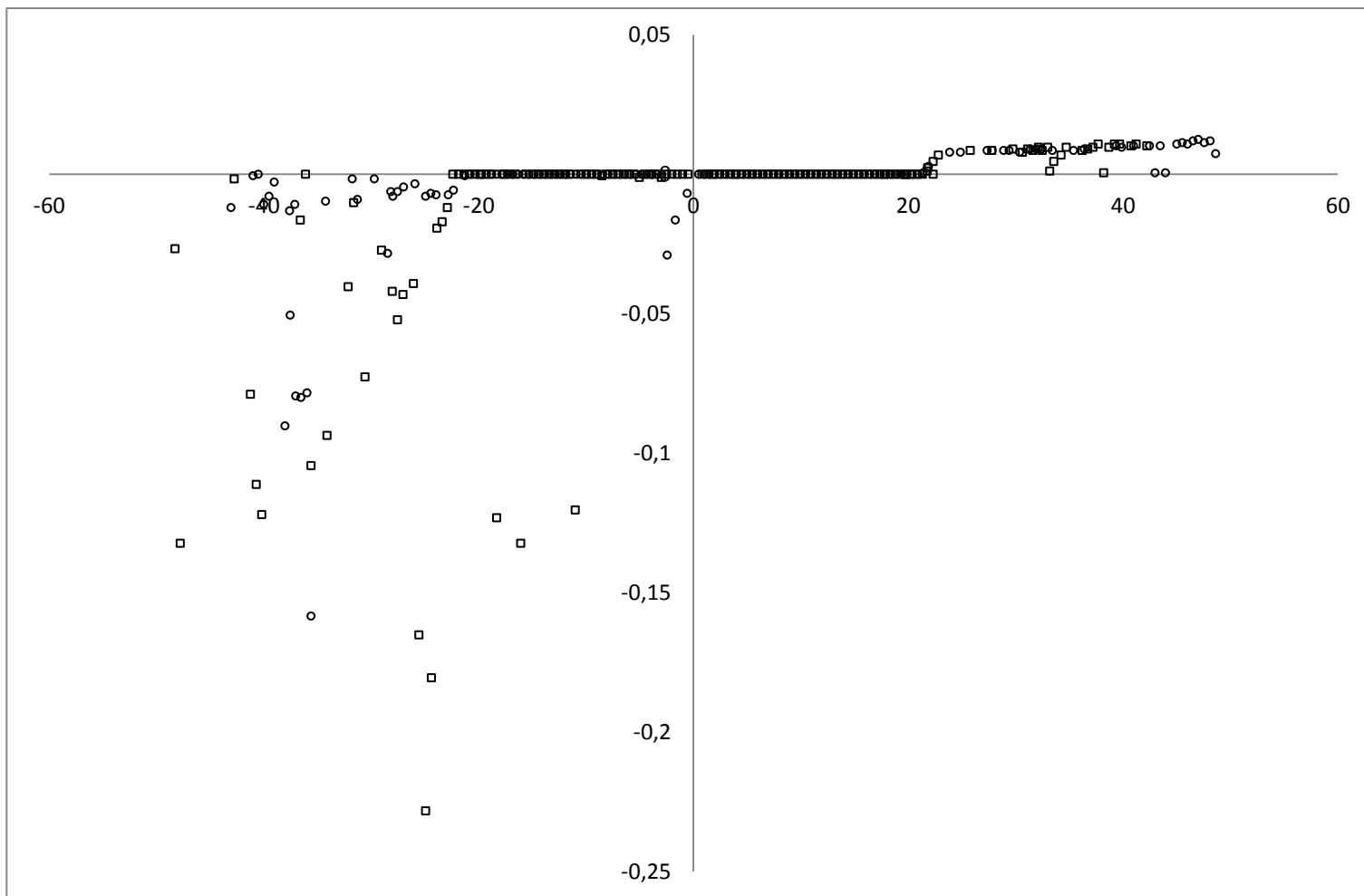
T: 150.0	VB: -77.0	F: 50.0	P: 80.0
Ensayo 10		Replica	



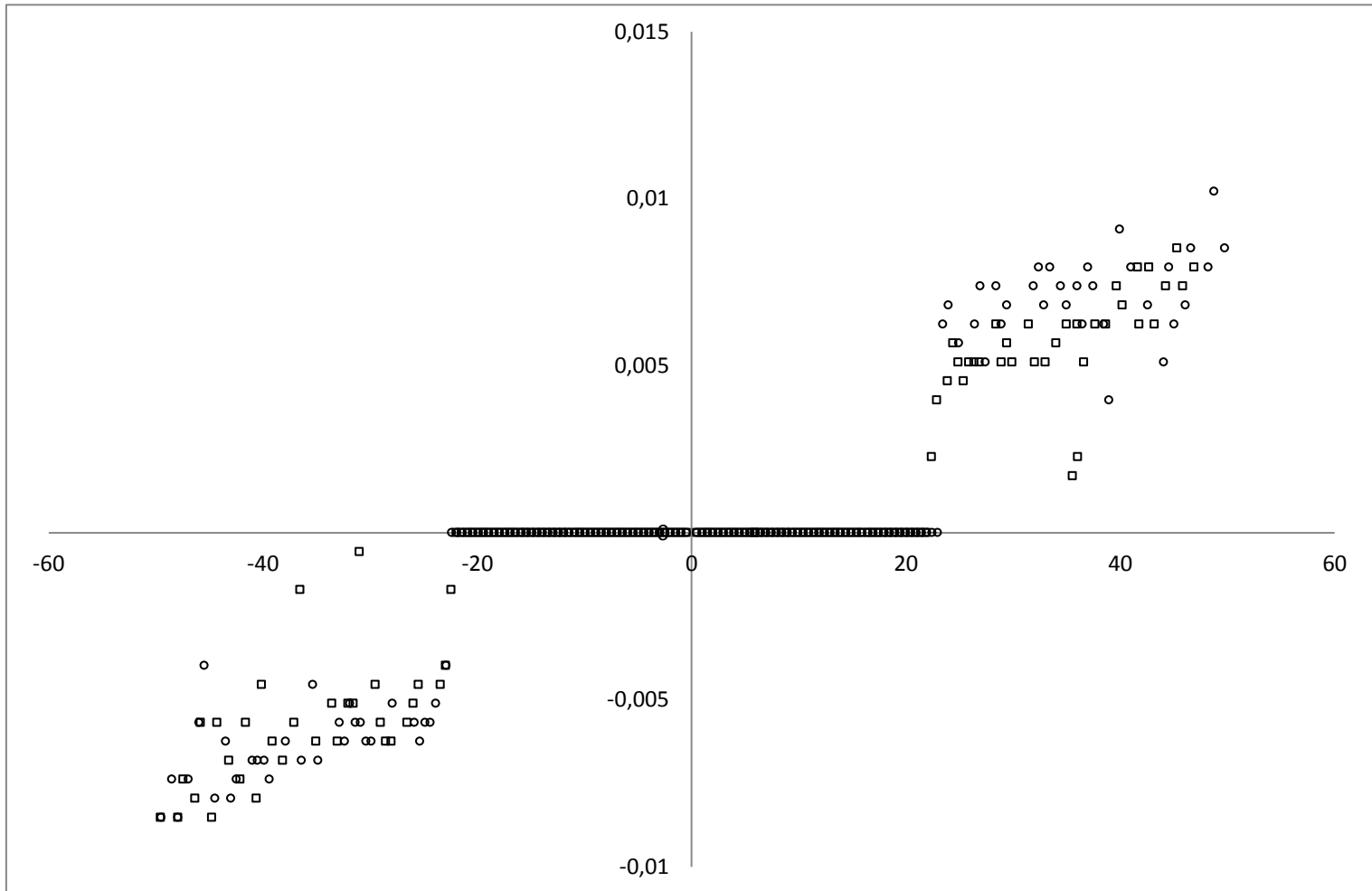
T: 250.0	VB: -190.0	F: 50.0	P: 80.0
Ensayo 11		Replica	



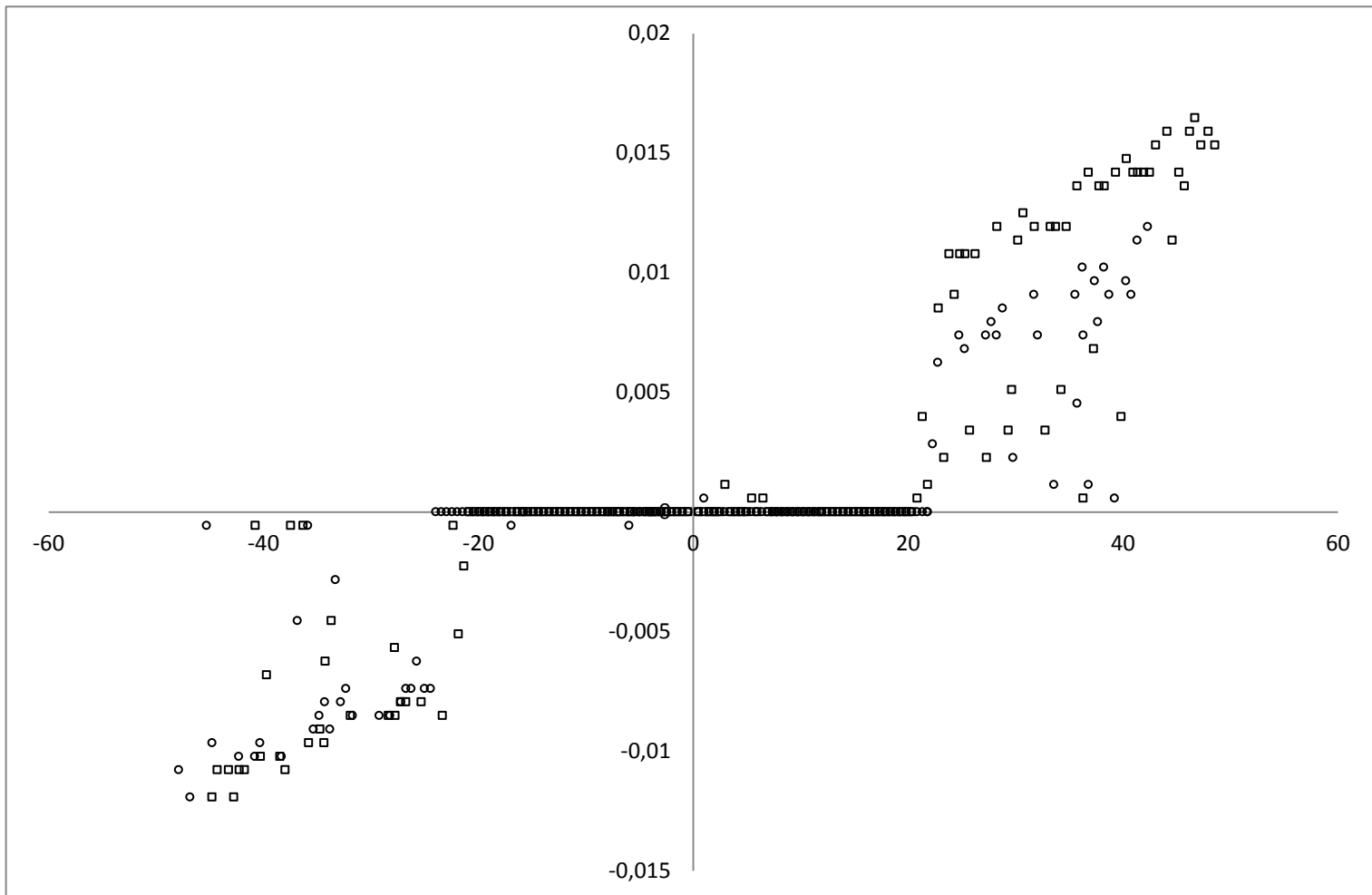
T: 150.0	VB: -77.0	F: 10.0	P: 100.0
Ensayo 12		Replica	



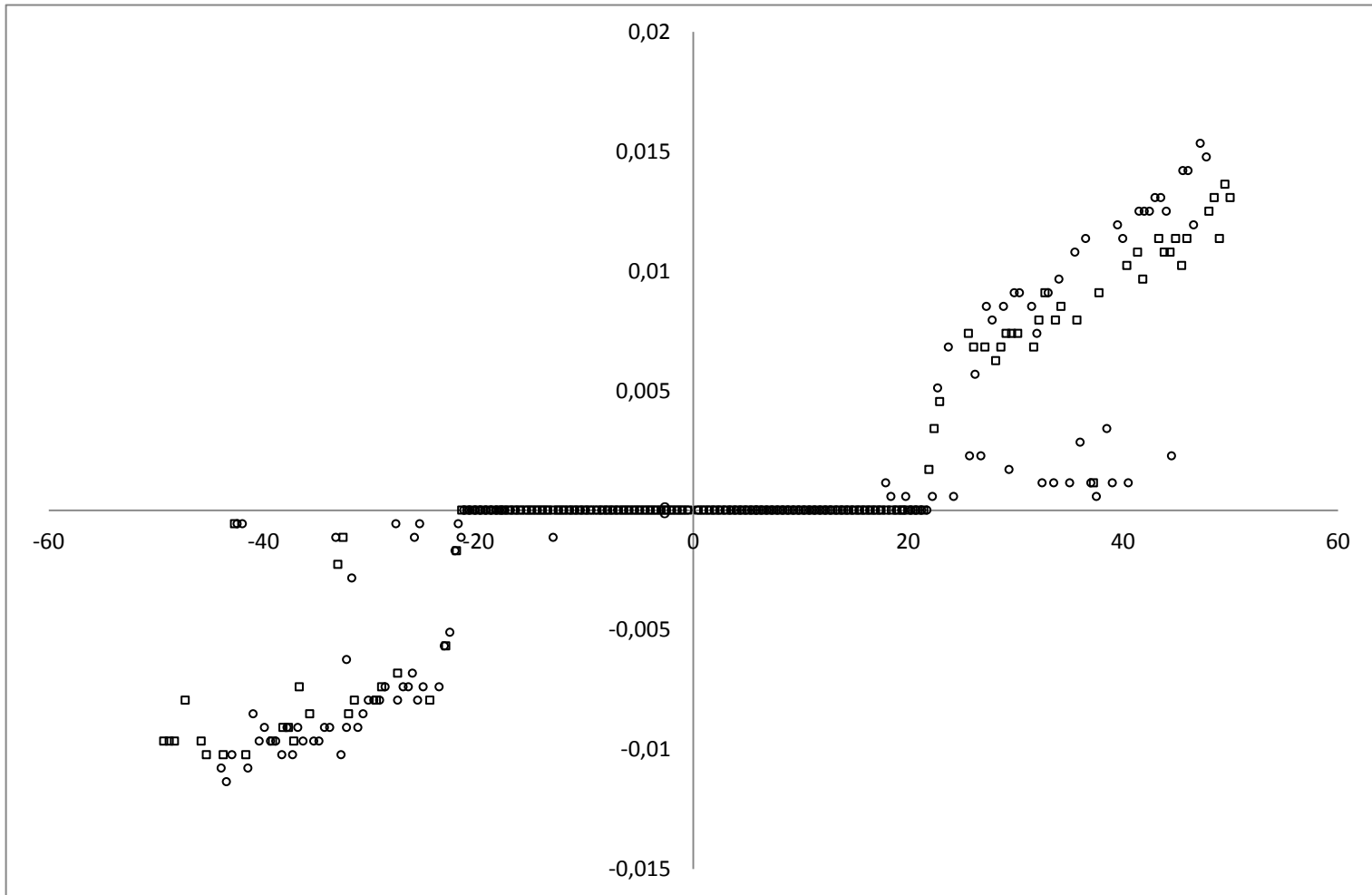
T: 250.0	VB: -77.0	F: 50.0	P: 100.0
Ensayo 13		Replica	



T: 150.0	VB: -190.0	F: 50.0	P: 80.0
Ensayo 14		Replica	



T: 150.0	VB: -190.0	F: 10.0	P: 100.0
Ensayo 15		Replica	



T: 150.0

VB: -190.0

F: 50.0

P: 100.0

