

*E.T.S. de Ingeniería Industrial, Informática y de  
Telecomunicación*

*Desarrollo de un equipo de fabricación  
de recubrimientos delgados asistido por  
plasma atmosférico*



*Grado en Ingeniería  
en Tecnologías Industriales*

*Trabajo Fin de Grado*

*Iñigo García Colomo*

*Tutor: Javier Goicoechea*

*Pamplona, 1 de Julio de 2016*

## ÍNDICE

1.	OBJETIVO .....	4
2.	INTRODUCCIÓN .....	5
2.1.	TECNOLOGÍA DEL PLASMA.....	5
2.2.	TIPOS DE TECNOLOGÍA DE PLASMA.....	6
2.2.1.	'GlowDischarge', o tratamiento a baja presión .....	6
2.2.2.	Sistemas de plasma a presión atmosférica .....	7
2.2.3.	Descarga tipo corona .....	8
2.2.4.	DBD (DoubleBarrierDischarge).....	9
2.2.5.	RF (Radio-FrecuencyDischarge).....	9
2.3.	PROCESO DE RECUBRIMIENTO CON PLASMA.....	10
2.4.	ESTUDIO DEL ESTADO DEL ARTE .....	11
2.4.1.	Estudio de las tecnologías de descarga desarrolladas en el sector.....	12
2.4.2.	Estudio de los compuestos utilizados en desarrollos anteriores. ....	16
2.5.	EMPRESAS DEL SECTOR .....	18
3.	PROCESO DE PLASMA DESARROLLADO.....	20
3.1.	MAQUINARIA UTILIZADA .....	20
3.1.1.	Generador de tensión y transformador.....	20
3.1.2.	Regulador Neumático.....	21
3.1.3.	Fuente de tensión .....	22
3.1.4.	Bombona de N <sub>2</sub> comprimido .....	22
3.1.5.	Tubo de cuarzo .....	23
3.1.6.	Piezas con impresión 3D.....	23
3.2.	CONEXIONADO.....	27
3.2.1.	Conexionado de alta tensión .....	27
3.2.2.	Conexionado del gas de arrastre.....	27
4.	MÉTODO EXPERIMENTAL .....	29
4.1.	ESTUDIOS PREVIOS, RELACIONES DE FLUJO .....	29
4.2.	ESTUDIO DE LA GENERACIÓN DE PLASMA .....	31
4.2.1.	PIEZA OBJETIVO COMO TIERRA DEL CIRCUITO.....	31
4.2.2.	Prueba sin gas de arrastre.....	32
4.2.3.	Prueba con gas de arrastre .....	33
4.3.	DIELÉCTRICO CIRCULAR .....	34
4.3.1.	Pruebas con dieléctrico circular de anchura 1cm.....	36

4.3.2.	<i>Pruebas con dieléctrico circular de anchura 1.25 cm y con presión de N<sub>2</sub> de 0.5 bar:</i>	40
4.3.3.	<i>Condiciones de desarrollo del proyecto.....</i>	41
4.4.	<b>ATOMIZACIÓN DEL ELEMENTO PRECURSOR .....</b>	<b>42</b>
4.4.1.	<i>Prueba con agua sobre el nivel de líquido necesario por encima del piezo: .....</i>	<i>42</i>
4.4.2.	<i>Estudio de la velocidad de consumo de líquido en el caso de goteo. ....</i>	<i>43</i>
4.4.3.	<i>Bomba peristáltica .....</i>	<i>44</i>
5.	<b>CONCLUSIÓN.....</b>	<b>49</b>
6.	<b>REFERENCIAS .....</b>	<b>51</b>
7.	<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>53</b>

## **1. OBJETIVO**

En el presente proyecto se estudiarán y desarrollarán los principales elementos de un equipo de fabricación de recubrimientos CVD asistido por plasma atmosférico. Estos recubrimientos son de un especial interés para la fabricación de recubrimientos para sensores de fibra óptica.

Para alcanzar los objetivos en primer lugar se hará una búsqueda bibliográfica de las tecnologías existentes. En segundo lugar se plantearán los desarrollos necesarios para la implementación de los principales componentes de un equipo en el laboratorio de Sensores del Departamento de Ingeniería Eléctrica y Electrónica de la Universidad Pública de Navarra.

## **2. INTRODUCCIÓN**

### **2.1. TECNOLOGÍA DEL PLASMA**

En general, el nivel energético de la materia define su estado físico, ya sea sólido, líquido o gaseoso. No obstante, hay un cuarto estado de la materia que se obtiene al comunicar una gran cantidad de energía a un gas, obteniéndose lo que se conoce como plasma. El plasma es un gas ionizado que se caracteriza por su alta energía e inestabilidad y está compuesto de electrones, iones, fotones, átomos cargados y moléculas de gas en cualquier estado de excitación. El estado del plasma constituye más del 99% del universo y presenta una carga eléctrica neta nula. Esto quiere decir que, en el plasma, existen idéntico número de componentes con carga positiva y con carga negativa.

Los plasmas se crean por aplicación de energía suficiente a un gas, de forma que muchos de los electrones de los orbitales atómicos y moleculares son arrancados de sus orbitales, produciéndose así especies e iones excitados. Esta energía puede ser térmica, en forma de corriente eléctrica o por medio de radiación electromagnética. Este plasma es una amalgama de compuestos cargados químicamente inestables, y durante el tiempo en el que se produce este estado de plasma tienen lugar en su seno una gran variedad de reacciones de disociación y de recombinación, incluso para en plasmas de compuestos químicos sencillos.

Dependiendo de la forma de excitación y de la potencia de trabajo, se pueden generar plasmas a bajas o altas temperaturas, correspondiéndose con plasmas fríos o térmicos, respectivamente. El amplio rango de temperaturas hace que la tecnología del plasma tenga muchas aplicaciones como: implantación de capas en superficies, eliminación de impurezas, tratamientos superficiales, síntesis química, etc.

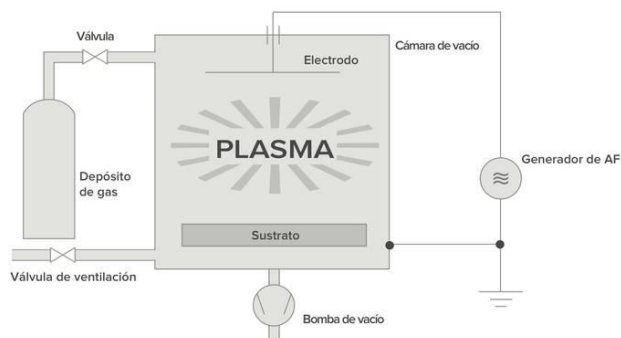
Los plasmas térmicos están muy industrializados especialmente en el sector aeronáutico, especialmente para la fabricación de recubrimientos de barrera térmica. Los plasmas fríos se han utilizado tradicionalmente para la fabricación de recubrimientos de componentes microelectrónicos con técnicas como el sputtering, y su limitación yace en la necesidad de vacío de del proceso de generación del plasma y de su interacción con los materiales que se desea evaporar. Para evitar el inconveniente del vacío, al igual que la técnica que se va a desarrollar en el presente proyecto, muchos laboratorios han intentado cambiar el tratamiento de plasma en vacío por el tratamiento a presión atmosférica.

## **2.2. TIPOS DE TECNOLOGÍA DE PLASMA**

Existen, en función de la forma de inducir la ionización en los gases, es decir, en función de la manera de producir la descarga que generará la llama de plasma, varios tipos de tecnologías de plasma:

### **2.2.1. 'GlowDischarge', o tratamiento a baja presión**

Sistema de plasma a baja presión: Montaje con generador de baja frecuencia o alta frecuencia



*Imagen 1: Esquema de un sistema de plasma a baja presión*

En la tecnología “glowdischarge” o tratamiento a baja presión se trabaja en cámaras de vacío a presiones bajas que varían entre 0,1-1,0 mbar, que contienen cantidades pequeñas del gas precursor deseado. Las piezas tridimensionales que tienen huecos se pueden tratar fácilmente si se sumergen en la cámara de plasma, ya que ésta permite dar un tratamiento completo a los artículos. Con este sistema es posible llevar a cabo dos o más etapas sucesivamente, como la limpieza superficial y recubrimiento superficial, o limpieza, grabado y activación. Sus resultados son uniformes en la superficie de los sustratos.

El sistema utiliza una fuente generadora de corriente directa de baja frecuencia (50 Hz), Radiofrecuencias (40 kHz – 13,56 MHz) o Microondas (GHz). Se aplica sobre un par de electrodos o sobre series de electrodos que ionizan el gas existente, produciendo un estado de inestabilidad característico del tipo de gas aplicado.



Imagen 2: Sistema de Plasma a Baja Presión "FEMTO UHP" para laboratorios y series pequeñas.

### 2.2.2. Sistemas de plasma a presión atmosférica

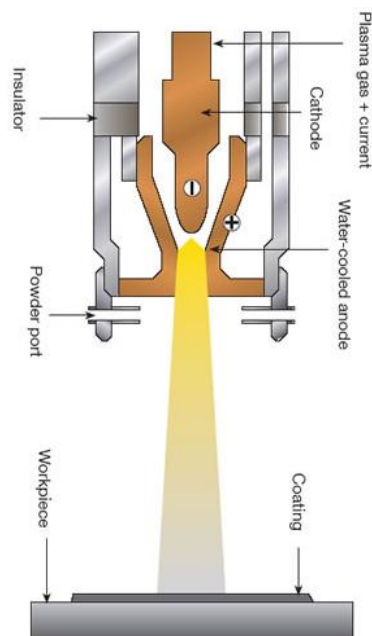


Imagen 3: descripción de un sistema de plasma a presión atmosférica

En esta tecnología se excita el gas mediante una fuente de alta tensión bajo condiciones de presión atmosférica que hace que el plasma prenda. El sistema consiste en dos electrodos concéntricos a través de los cuales fluye el gas portador (aire comprimido). El alto voltaje, 100-150 V, activa el gas, ionizándolo. La baja fuerza del gas produce una descarga estable y un arco de transición. Este método produce una descarga con una superficie de acción de 2 mm de anchura entre los electrodos concéntricos de aluminio.



Imagen 4: Sistema de plasma atmosférico de Thierry Corp (PLASMABEAM)

Del mismo modo, dependiendo del tipo de electrodos que se hayan utilizado al producir la descarga, existen diferentes tipos de tecnologías:

### 2.2.3. Descarga tipo corona

En el caso de la descarga corona se trabaja a presiones iguales o superiores a la atmosférica consiguiendo una alta activación de las superficies, aunque no tan homogénea como el sistema “glowdischarge”.

Se utiliza una fuente generadora de alto voltaje a baja frecuencia en forma de pulsos sobre un par de electrodos, que generan pequeñas descargas luminosas. Uno de los electrodos está en contacto con el sustrato. Su no homogeneidad y sus elevados niveles de energía en zonas puntuales provocan problemas en la mayoría de aplicaciones, ya que producen una degradación de la superficie tratada. Además, los efectos conseguidos, no son tan duraderos como en otros procesos de plasma. Su empleo suele ser para tratamientos precisos en puntos concretos de una superficie.

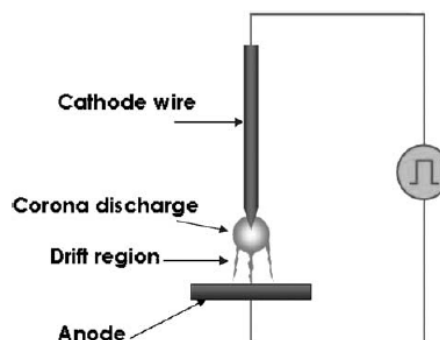


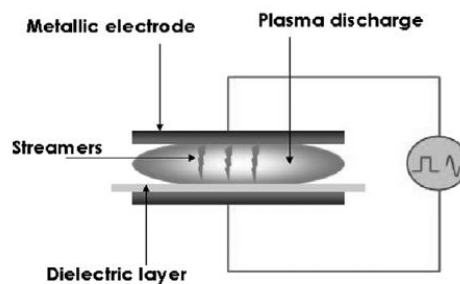
Fig. 8. Principle of a corona discharge.

Imagen 5: descripción de un sistema de descarga corona.



#### 2.2.4. DBD (DoubleBarrierDischarge)

Al igual que en el caso anterior, la descarga por barrera dieléctrica se produce también a presión atmosférica. En este caso se produce una descarga mucho más uniforme y homogénea en el sustrato que en el caso de descarga corona. A diferencia de este último, uno de los dos electrodos está recubierto por un material dieléctrico y el voltaje aplicado es también en forma de pulsos, produciendo descargas de tipo luminosas. Su aplicación es el tratamiento homogéneo de una superficie.



10. Principle of dielectric barrier discharge (picture: a non-equi

Imagen 6: descripción de un sistema DBD.

#### 2.2.5. RF (Radio-FrecuencyDischarge)

Este sistema consiste en 2 electrodos concéntricos, a través de los cuales circula el gas de trabajo. La corriente de excitación es de baja potencia, lo que permite una descarga estable. El plasma se produce en el espacio comprendido entre ambos electrodos y, dependiendo de la potencia de la corriente, estos deben ser refrigerados por agua o aire. El dispositivo comúnmente conocido como APPJ (Atmospheric Pressure Plasma Jet) suele corresponder a un plasma de tipo RF.

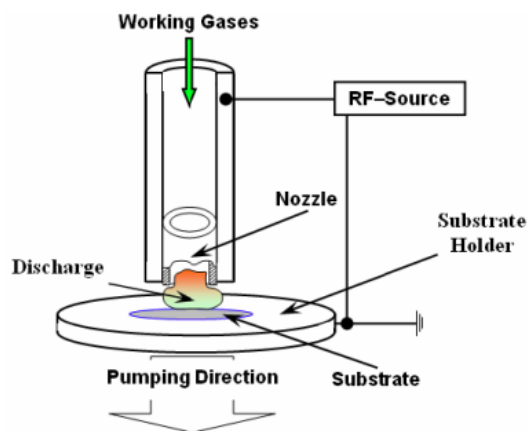


Imagen 7: descripción de un sistema de RF.

### **2.3. PROCESO DE RECUBRIMIENTO CON PLASMA**

El proceso de recubrimiento de una superficie asistido por plasma permite utilizar dicho plasma para crear una capa ultrafina de recubrimiento sobre otro material, que puede ser plástico, metal, cerámico, vidrio, etc., para mejorar permanentemente su superficie haciéndola, así, apta para nuevas aplicaciones. Lo más común es convertir un material hidrofóbico en hidrofílico o viceversa. La técnica de deposición de plasma se utiliza en diversidad de aplicaciones, desde la electrónica o los textiles a la tecnología biomédica.

El principio en que se basa es producir la activación de la superficie del material con el fin de hacerlo más receptivo a tintas, adhesivos, capas protectoras y otros, y así estos podrán penetrar mejor en la superficie de la capa activada.

Generalmente, la técnica de recubrimiento asistido por plasma se suele generar a partir del uso de dos gases diferentes. Uno de ellos es el denominado gas 'precursor'. Este gas es el que va a definir el tipo de recubrimiento. Sus partículas serán llevadas hasta la superficie del material a tratar y depositadas allí como una fina capa que dotará al sustrato de una superficie exterior con características diferentes, en principio mejoradas, a las que tenía antes del tratamiento.

El otro gas es el gas de 'arrastre'. Éste es el que se encarga de llevar al gas precursor hasta la zona de alto voltaje donde se va a generar la llama de plasma. El gas de arrastre adquiere forma de plasma en este punto y entonces ataca la superficie del sustrato a tratar, llevando consigo al gas precursor.

En definitiva, el proceso que se lleva a cabo es sencillo. El gas precursor es pulverizado y llevado a la zona de generación de plasma gracias al gas de arrastre. Una vez mezclados el gas de arrastre en estado de plasma con el gas precursor pulverizado, se incide con ello sobre la superficie del sustrato sobre el que se quiere trabajar. El gas precursor mantiene su estructura y es adherida a la superficie del sustrato mediante uniones físicas producidas por fuerzas de atracción y las fuerzas intermoleculares de Van Der Waals.

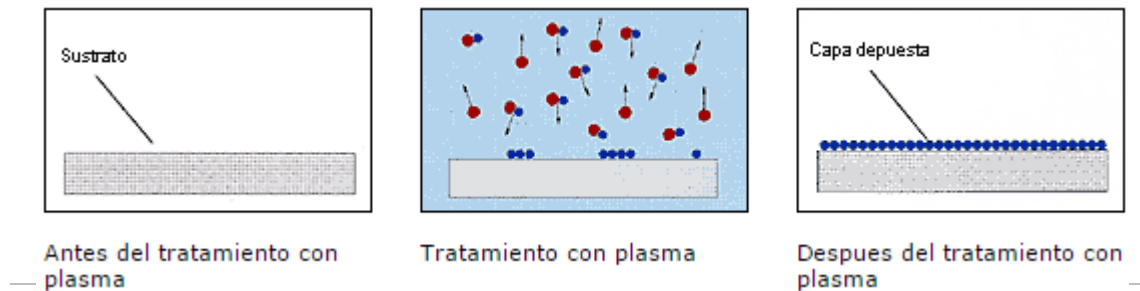


Imagen 8: descripción del proceso de tratamiento de una superficie con plasma.

La capa depositada es tan fina que no se modifica el aspecto de la superficie tratada (color, olor...), sin embargo, las propiedades finales del material tratado sí que se ven modificadas en función de las condiciones en que se haya llevado a cabo el recubrimiento. Influyen en este resultado la potencia aplicada por el generador a partir del cual se obtiene el plasma, el gas precursor así como el de arrastre, el flujo de gas pulverizado que se introduce en la zona de plasma así como la geometría del reactor (electrodos) entre otros factores.

## **2.4. ESTUDIO DEL ESTADO DEL ARTE**

A continuación se procede a realizar un estudio de la actividad científica relacionada con el tratamiento de superficies asistido con plasma. Inicialmente se realizará una extensa revisión bibliográfica acerca de los procesos de tratamiento con plasma, con el fin de identificar las líneas de trabajo más importantes a nivel mundial.

Del mismo modo, se obtendrán datos experimentales de otros autores que pueden servir de especial relevancia a la hora de desarrollar el equipo de recubrimiento asistido con plasma, que concierne al presente proyecto.

Para ello, se utiliza la base de datos SCOPUS cuyo contenido está facilitado a partir de la página web de la Universidad Pública de Navarra. Scopus es una base de datos científica que contiene documentos, artículos y reseñas sobre muy diversos temas con fechas de publicación de los años 1960 en adelante. Como es lógico, al tratarse de una base de datos a nivel mundial, la mayoría de artículos y documentación encontrada en Scopus son de autores internacionales, por lo que es difícil encontrar publicaciones sobre el tema a tratar en español y los artículos encontrados de interés generalmente están redactados en inglés.

La búsqueda se centralizó en artículos que contuviesen como palabras clave: "atmospheric", "plasma", "coating", "corona efect", "CVD coating". Como

resultado se obtuvo gran cantidad de artículos relacionados con el tema de investigación.

Se estudiaron los casos referenciados [1]-[22] con el fin de encontrar información relevante para el diseño del sistema a desarrollar en el presente proyecto. Algunos de ellos aportaron información poco relevante, pero otros muchos contenían datos de especial interés. A continuación se va a hacer un resumen del estudio de dichos artículos con el fin de concentrar la información obtenida.

#### 2.4.1. Estudio de las tecnologías de descarga desarrolladas en el sector.

A continuación, se muestra una tabla resumen del tipo de tecnologías que se han encontrado en los artículos mencionados anteriormente:

Tipo de electrodos	Tamaño electrodos	Voltaje en electrodos	Ref.
Platos circulares de aluminio con espacio de separación de 1mm.		14 kVpico-pico, frecuencia 2kHz, energía disipada 0,5 W/cm <sup>2</sup> . Tdeposición= 20 min.	[1]
Cilíndrico coaxial DBD. Salida del plasma de 2mm de ancho.	Diámetro interior 28mm, 60mm de largo. Espacio entre electrodos 1mm.	Frecuencia de 100 kHz , potencia eléctrica de 600W.	[2]
Planos paralelos de aluminio con espacio de 20 mm.		Descarga a 400V y 50 Hz, densidad de corriente de 0.5-3.6 mA/cm <sup>2</sup> .	[3]
Planos paralelos de aluminio separados 2-10 mm.	5000 mm <sup>2</sup> y 2 mm de espesor.		[4]
Planos paralelos separados 0.5-2 cm.	De 4-8 cm de largo.	Pulso de 18 kV de amplitud y 50µs de duración. Frecuencia de repetición del pulso de 1 kHz.	[5]
Electrodos paralelos a alto voltaje cubiertos de aluminio, en medio de un escenario móvil conectado a tierra. Espacio entre voltaje y tierra de 1mm.	1,5x30 cm <sup>2</sup>	Señal sinusoidal a 10 kHz, picada con una rectangular a 1667 Hz. Densidad de potencia a 0,1 W/cm <sup>2</sup> .	[6]
2 electrodos paralelos.		Electrodos alimentados a 13.56 MHz. Potencia de plasma 60 W. Densidad de potencia 11,8 W/m <sup>2</sup> . Velocidad de salida del plasma 1m/s.	[7]

Tabla 1: resumen de las tecnologías utilizadas en los artículos referenciados [1]-[7].

En relación a la tecnología de producción de plasma, se han obtenido, igualmente, una variedad de esquemas de los equipos utilizados en dicha producción que se muestran a continuación:

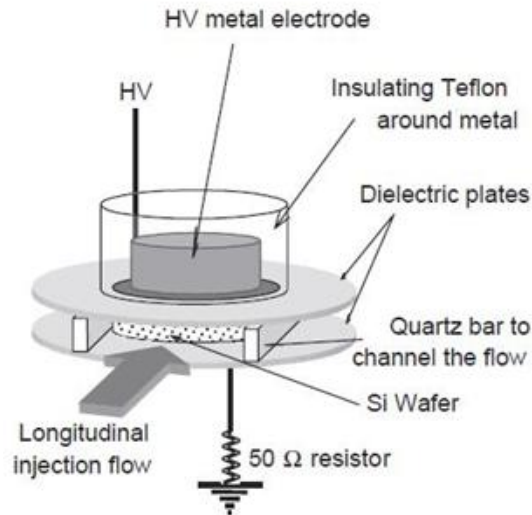


Imagen 9: esquema del equipo de generación de plasma utilizado en el artículo[1].

Como se observa, este artículo desarrolla un equipo basado en dos dieléctricos circulares separados por una pequeña distancia. En el electrodo inferior se encuentra el sustrato que se va a tratar. El flujo de gas precursor se inyecta de manera longitudinal con respecto a la dirección de propagación del plasma. El sustrato quedaría tratado uniformemente.

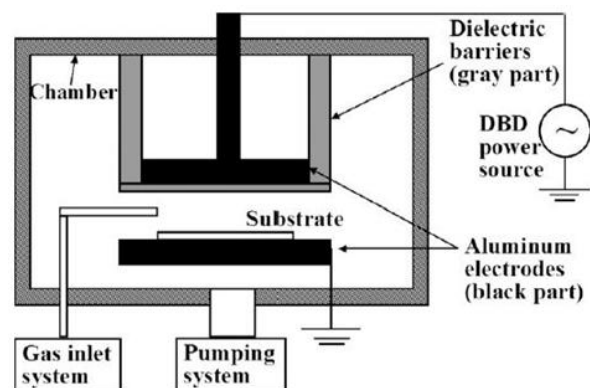


Imagen 10: esquema del equipo de generación de plasma utilizado en el artículo[4].

Este esquema representa un equipo de descarga DBD (DoubleBarrierDischarge) dentro de una cámara de vacío. Al igual que en el caso anterior, el gas precursor se inyecta justo en la zona de generación de plasma de manera transversal a la dirección del propio plasma.

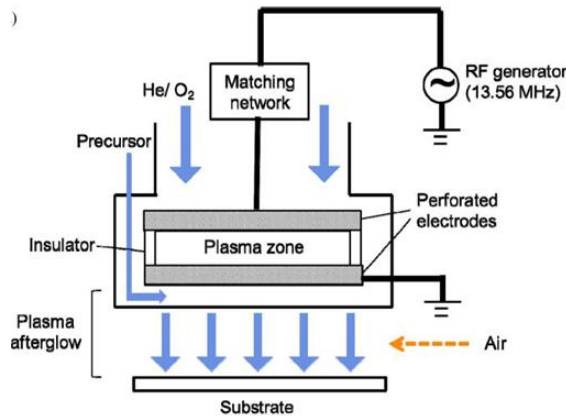


Imagen 11: esquema del equipo de generación de plasma utilizado en el artículo[7].

Este esquema sigue la estructura de dieléctricos planos paralelos con inyección transversal de gas que se ha explicado en los dos casos anteriores.

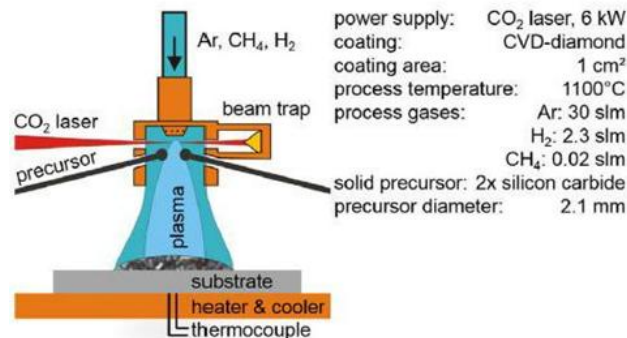


Imagen 12: esquema del equipo de generación de plasma utilizado en el artículo[8].

El esquema de la imagen 12 pertenece a un artículo cuyo objetivo era depositar una pequeña capa de diamante sobre el sustrato en condiciones de presión atmosférica. Utiliza un laser de CO<sub>2</sub> para suministrar energía al chorro de plasma. Además, en este caso, el precursor es sólido y no en estado gas como hasta ahora se había visto. Son dos barras de carburo de silicio puestas en la zona de generación de plasma.

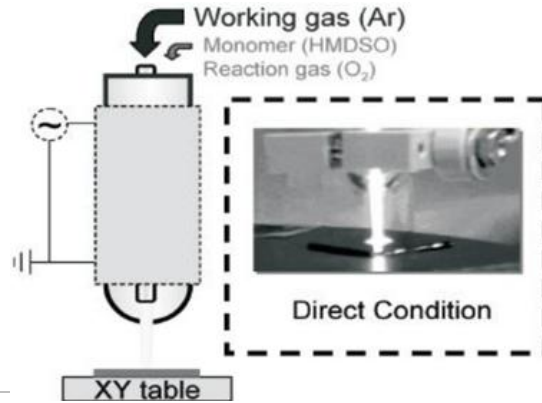


Imagen 13: esquema del equipo de generación de plasma utilizado en el artículo[9].

El esquema expuesto en la imagen 13 es el típico esquema de un sistema de un sistema de plasma a presión atmosférica. Además, en este documento se encuentra una tabla que resume las condiciones de operación del plasma en cuestión:

RF power	100 W
Substrate temperature	25–150 °C
Monomer (HMDSO)	8.5 sccm
Reaction gas (O <sub>2</sub> )	0–900 sccm
Working gas (Ar)	3 slm
Nozzle-to-sample distance	7 mm
Pitch	0.5 mm
Moving stage	2.5 mm/s

Tabla 2: Condiciones de operación del plasma del artículo[9].

El esquema descrito a continuación (perteneciente al artículo[9].) es el que más se asemeja al sistema de plasma objetivo de este proyecto.

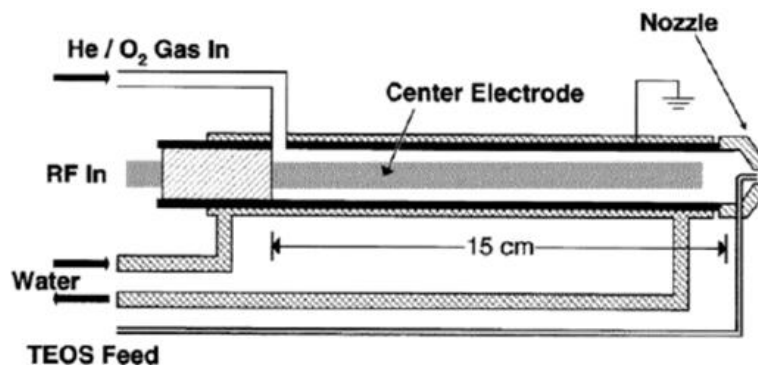


Imagen 14: esquema del equipo de generación de plasma utilizado en el artículo[10].

La llama de plasma en este artículo se obtiene a partir de dos electrodos cilíndricos concéntricos. Al electrodo interior se le aplica alta tensión y el exterior queda conectado a tierra. El gas de arrastre (en este caso O<sub>2</sub> o He) se introducen

por la parte superior del sistema y viajan hasta la punta inferior donde arrastran la llama de plasma hasta la apertura de salida, punto donde se sitúa el gas precursor, en este caso TEOS para llevarlo directamente a la zona del sustrato a tratar.

#### 2.4.2. Estudio de los compuestos utilizados en desarrollos anteriores.

A continuación, se muestra una tabla resumen de los datos obtenidos tras el estudio bibliográfico de los artículos mencionados al inicio del punto 2.4.

Recubrimiento	Gas arrastre	Gas precursor	Ref.
SiO <sub>2</sub>	N <sub>2</sub> y N <sub>2</sub> O, flujo de N <sub>2</sub> 5l/min y de N <sub>2</sub> O 96ppm.	HDMSO (4ppm) Ratio N <sub>2</sub> O/HDMSO=24	[1]
TiO <sub>2</sub>	Aire reconstruido (20%O <sub>2</sub> en N <sub>2</sub> ) flujo de 3.5-5 l/min	Ti(OiPr) <sub>2</sub> (thd) <sub>2</sub> , disuelto en octano y TiO[CH <sub>3</sub> COCH <sub>2</sub> (O- )CH <sub>3</sub> ] <sub>2</sub> disuelto en butanol. Concentraciones de 0.02-0.1 mol/l	[2]
SiO <sub>2</sub>	Fase de gas en la cámara de reacción a presión de 26-266 Pa	HDMSO	[3]
TiO <sub>2</sub>	Mezcla de N <sub>2</sub> O y TiCl <sub>4</sub> con ratio de flujos 1:0.2-0.8. flujo de la mezcla de gas 0.15m <sup>3</sup> /h		[4]
Diamante	CH <sub>4</sub> . Flujo de 3-4l/min		[5]
SiO <sub>2</sub>	N <sub>2</sub> con 550 ppm de HDMSO. Flujo de 20l/min.		[6]
Si-C	Mezcla de Helio y O <sub>2</sub>	Organosilano con puentes de carbono Trietoxi(etil)silano Tetraethyl	[7]

Tabla 3: resumen de los gases utilizados en los artículos referenciados [1]-[11].

Así mismo, se extraen algunas tablas pertenecientes a estos artículos que muestran los tipos de gases utilizados y algunas de sus características:



Coating	Technology	Precursor(s) used	Remark	Reference
SiO <sub>2</sub>	DBD	HMDSO/N <sub>2</sub> + N <sub>2</sub> O	From pure SiO <sub>2</sub> to SiO <sub>x</sub> C <sub>x</sub> H <sub>x</sub> depending on HMDSO/N <sub>2</sub> O ratio.	Massines [70]
SiO <sub>2</sub>	DBD	HMDSO/Ar or Ar + air	Faster in Ar, but carbon contaminated.	Morent [86]
SiO <sub>2</sub>	DBD	HMDSO/N <sub>2</sub> + Air (+ O <sub>2</sub> ) or controlled N <sub>2</sub> atmosphere	Evidence of the oxygen role in the open air reactor.	Zhu [98]
SiO <sub>2</sub>	DBD	HMDSO or BTSE/Ar or Ar + O <sub>2</sub>	Evidence of the covalent bond between the surface and the SiO <sub>2</sub> coating.	Batan [84]
SiO <sub>2</sub>	RF capacitive torch	HMDSO, TMDSO, HMDSN, TMCTS, TEOS/He + 2X O <sub>2</sub>	Glass coatings on plastics without carbon contamination.	Moravej [85]
SiO <sub>2</sub>	Atmospheric pressure plasma jet	TEOS/He + O <sub>2</sub>	Substrate temperature from 388 K to 623 K. Comparable properties (FTIR <sup>a</sup> , capacitance) to those of thermally grown SiO <sub>2</sub> films at 1173 K.	Babayan [60]
SiO <sub>2</sub>	Atmospheric microplasma jet	HMDSO/Ar	At low flow rate (~0.1 sccm), no carbon contamination. At higher flow rate, 21% C contamination. O <sub>2</sub> not necessary to obtain inorganic films.	Raballand [99]
TiO <sub>2</sub>	DBD	TiCl <sub>4</sub> /N <sub>2</sub> O	Deposition under a wide range of working pressure (200 Pa to atmospheric pressure). Higher photocatalytic activity for films deposited under atmospheric pressure.	Zhang [91]
TiO <sub>2</sub>	Single and multi plasma jet	Titanium (IV) diisopropoxide bis(2,2,6,6-tetramethyl-3,5-heptanedionate [Ti(O-i-Pr) <sub>2</sub> (tdh) <sub>2</sub> ]/He + N <sub>2</sub>	Influence of the substrate (quartz, Si, Ni) on the physical properties of the layers. + OES <sup>b</sup> .	Kment [90]
SnO <sub>x</sub>	DBD	Monobutyltin trichloride C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> SnCl <sub>3</sub> (MBCT) or Tetrabutyltin C <sub>16</sub> H <sub>35</sub> Sn (TBT)/air	SnO <sub>x</sub> deposited from MBCT are soluble in water, contrary to those deposited from TBT precursors. Amorphous coatings with small concentrations of SnO <sub>2</sub> , SnO.	Korotkov [100]
CeO <sub>x</sub>	RF plasma jet	Cerium acetate (CH <sub>3</sub> COOH) <sub>2</sub> Ce in H <sub>2</sub> O spray	CeO <sub>x</sub> films contaminated by carbon.	Soukup [101]
SiN <sub>x</sub>	RF capacitive torch	SiH <sub>4</sub> /N <sub>2</sub> /He	Substrate temperature ranging from 373 K to 773 K.	Moravej [85]
Fluoroalkyl silanes	RF capacitive torch	CaF <sub>17</sub> -C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Si(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> (I)/He + N <sub>2</sub>	Precursor dissolved in isooctane and spun onto the substrate before the atmospheric plasma exposition.	Barankin [102]
DLC (Diamond-like carbon)	RF capacitive torch	Acetylene/H <sub>2</sub> /He	Deposition rates ~0.10 μm/min at substrate temperatures ~473 K. Solid <sup>13</sup> C NMR <sup>c</sup> study.	Ladwig [97]
DLC	DBD	Methane or acetylene/H <sub>2</sub>	Coatings are close to those ones obtained by PECVD at low pressure (< 10 Torr).	Bugaev [96]
Carbon nanotubes	Atmospheric pressure plasma jet	Acetylene/He	Vertical growth of CNT on metal nuclei (Fe, Ni).	Lee et Overzet et al. [95]
C <sub>x</sub> H <sub>y</sub> (O <sub>x</sub> )	DBD	Ethylene, Ethylene oxide, Propylene/Ar or He	Appearance and chemical structure different if deposited in Ar or He.	Goossens [103]
C <sub>x</sub> H <sub>y</sub>	DBD	Acetylene	Morphology and deposition rates versus discharge mode (diffuse-filamentary-corona).	Jiang [104]
PS (Polystyrene)	DBD and RF capacitive torch	Styrene/Ar or He	Films of better quality with the DBD. Influence of the carrier gas on the chemical structure.	Merche [105]
PEG (Polyethylene glycol)	RF capacitive torch	Tetraethylene glycol dimethyl ether (tetraglyme) vapor or aerosol/Ar	Low power necessary to maintain the ether (C-O-C) functionalities for biocompatibility (if vapor precursor).	Nisol [106]
PEG (Polyethylene glycol)		Tetraethylene glycol dimethyl ether (tetraglyme) aerosol/He	Control of the monomer fragmentation by controlling the plasma power and the gas feed.	Da Ponte [107]
PMMA (polymethyl methacrylate)	DBD	MMA/He	Study of the deposition rate.	De Geyter [93]
PAA (polyacrylic acid)	DBD	AA (acrylic acid)/He	IR/UV-vis spectrometry.	Topala [94]
	DBD (+ EHDA – electrohydro dynamic atomization)	AA (acrylic acid)	New spray method.	Tatoulian [108]
PTFE-like	DBD and HF torch	C <sub>2</sub> F <sub>6</sub> A <sub>x</sub> (with A: heteroatom) + He or Ar	CF <sub>2</sub> fingerprint in XPS <sup>d</sup> + 110° contact angle.	Reniers [109]
PTFE-like	DBD	C <sub>3</sub> F <sub>8</sub> /He or C <sub>3</sub> F <sub>8</sub> /He + H <sub>2</sub>	For C <sub>3</sub> F <sub>8</sub> /He mixtures, the ratio F/C ~ 1.5, whereas for C <sub>3</sub> F <sub>8</sub> /He + H <sub>2</sub> , the ratio ranged from 0.6 to 1.5 depending of the H <sub>2</sub> gas feed. Variation of the cross-linking and the polymerization rates with the hydrogen feed.	Faneli [110]
PTFE-like	DBD	CF <sub>4</sub> , C <sub>2</sub> F <sub>6</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> F <sub>4</sub> , C <sub>3</sub> F <sub>8</sub> , C <sub>3</sub> HF <sub>7</sub> and c-C <sub>4</sub> F <sub>10</sub> /Ar + N <sub>2</sub> or air	Correlation between the plasma diagnostic (OES <sup>b</sup> , OAS <sup>b</sup> ) and the films properties.	Vinogradov [111]
PVDC-like	DBD	C <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub> or C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> Cl <sub>4</sub>	Ratio Cl/C ~ 1. C-Cl and C-Cl <sub>2</sub> bonds observed by XPS <sup>d</sup> .	Hubert [112]
Poly-pyrrole	DBD	C <sub>4</sub> H <sub>2</sub> N/He	Coatings were significantly different from those deposited in vacuum plasmas.	Heyse [113]
Sulfonated-PS	DBD	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> + CF <sub>3</sub> SO <sub>2</sub> H/Ar or He	Good preservation of the sulfonic acid groups grafted inside the entire membrane.	Merche [114]

Tabla 4: Resumen de las tecnologías contenidas en el artículo[10].

Esta tabla resume gran cantidad de tecnologías que se han llevado a cabo en diferentes artículos (todos ellos referenciados en el artículo[10]). En ella se muestra tanto la tecnología desarrollada (DBD, Rf) así como el gas precursor utilizado.

Examples of films deposited using cold atmospheric plasma.

Film	Plasma	Power	Gases, precursors	Rate[nm/min]	Year	Reference
SiO <sub>2</sub>	20-50 kHz DBD	10-20 kV	Ar + O <sub>2</sub> + 0.1% tetramethylsilane (Si(CH <sub>3</sub> ) <sub>4</sub> )	<300	1997	[87] R. Thyen et al.
SiO <sub>2</sub>	DBD	10 W/cm <sup>2</sup>	N <sub>2</sub> + SiH <sub>4</sub> + N <sub>2</sub> O	12	2000	[84] N. Gherardi et al.
CeO <sub>2</sub>	RF jet in He	360 W	(CH <sub>3</sub> COOH) <sub>2</sub> Ce in H <sub>2</sub> O spray	8.33	2003	[88] L. Soukup et al.
TiO <sub>2</sub>	100 kHz DBD PI MOCVD	600 W	Ti (IV) oxide acetylacetonate (TiO(CH <sub>3</sub> COCH=C(O-)(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ) in butanol at 0.02-0.1 mol/l	7.5	2007	[89] C. Jiménez et al.
Al <sub>2</sub> ZnO	RF Atomflo™	40-75 W	[diethylzinc (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> Zn + trimethylaluminum C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> Al] + O <sub>2</sub> in He	≤200	2007	[90] M.D. Barankin et al.
SnO <sub>2</sub>	HV AC DBD	≈ 250 W	Mono- or Tetrabutyltin (C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> Sn) in air at 130 °C	≤ 140	2008	[91] R.Y. Korotkov et al.
InO <sub>2</sub>	RF Atomflo™	110 W	Sublimed (185 °C) solid Indium (III) acetylacetonate In(acac) <sub>3</sub> in	Not given	2008	[92] R.A. Sailer et al.
C-polymer	Pulse 1:10 DBD	1 ms 10 kV	Acetylene (C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> )	<40,000?	1996	[93] J. Salge
F-C polymer	40 kHz DBD	3-18 kV	Argon + CF <sub>4</sub> , C <sub>2</sub> F <sub>6</sub> , C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> F <sub>4</sub> , C <sub>3</sub> F <sub>8</sub> , C <sub>3</sub> HF <sub>7</sub> , c-C <sub>4</sub> F <sub>8</sub>	"Low" for F/C <3	2005	[94] I.P. Vinogradov et al.
Teflon-like	Surface DBD	≤1 W/cm <sup>2</sup>	≈ 95% N <sub>2</sub> + 5% C <sub>2</sub> F <sub>6</sub>	Not given	2006	[95] P. Kloc et al.
Poly-pyrrole	2 kHz DBD	>0.1 W/cm <sup>2</sup>	Pyrrole C <sub>4</sub> H <sub>5</sub> N monomer in He	30-100	2007	[96] P. Heyse et al.
C n-tubes	μW 2.4 GHz	300 W	He/H <sub>2</sub> /CH <sub>4</sub> /He/H <sub>2</sub> /CF <sub>4</sub> (600 °C)	400	2004	[97] A. Matsushita et al.
a-C:H	1 kHz pulse DBD	18 kV	95% H <sub>2</sub> + 5% C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	≤1830	2007	[98] S.P. Bugaev et al.
Diamond	H-HEAD	≤300 W + pulsed DC	Air + C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH (≤500 °C)	≈3	2007	[83] L. Bardos et al.
Si n-cones	RF jet 700 nm	Unspecified	Ar jet + CH <sub>4</sub> etching of Fe/Si	30-400	2007	[99] Z. Yang et al.

Tabla 5: resumen de las tecnologías de plasma desarrolladas en el artículo[11].

Al igual que en la tabla anterior, en esta se pueden observar gran variedad de técnicas empleadas para la consecución de recubrimientos con plasma atmosférico.

## 2.5. **EMPRESAS DEL SECTOR**

*Diener Electronic* es actualmente el principal fabricante europeo de Sistemas de Plasma de Baja Presión, Generadores de Plasma de Alta Frecuencia y de Sistemas de Plasma Atmosféricos, con una facturación que supera los 12 millones de euros.

En lo referente a sistemas de plasma atmosférico, como el que se va a desarrollar en el presente proyecto, la empresa tiene desarrollados tres generadores de plasma (PLASMABEAM, PLASMABEAM PC y PLASMABEAM DUO). Todos ellos de 20kHz y 300W y generando plasmas de 32mm de diámetro y 270 mm de longitud. Estos equipos siguen el siguiente esquema.

El *Grupo Tantec* es una empresa Alemana, y es un fabricante líder de sistemas estándar y personalizados de plasma y de corona para el tratamiento superficial de plásticos y metales para mejorar las propiedades de adhesión. Su lista de productos es muy amplia, con productos para tratamiento con plasma y con efecto corona.

La empresa *Thierry Corp "Plasma Science and Technology"* es actualmente la compañía de plasma líder en Norteamérica abarcando campos de trabajo como la adhesión de plásticos, la medicina, electrónica y semiconductores o la industria (limpieza y activación de productos industriales). Esta empresa utiliza generadores de plasma, tanto para plasma en bajas presiones como para plasma atmosférico, creados por la empresa *Diener Electronic*, mencionada anteriormente.

La empresa Acxys es una empresa también innovadora en temas de tratamiento de superficie con plasma. Utiliza equipos muy similares a los de Tantec, y estos deberían ser una de las referencias a seguir en el desarrollo del equipo de este proyecto. A partir de su página web se intenta obtener más información de los mismos pero no es posible.

La empresa Tigres también posee algunos equipos de efecto corona que pueden resultar de interés en el desarrollo del proyecto, pero las características de estos equipos no son facilitadas en la página web de la empresa.

A nivel nacional, destacan las empresas *Celinfasa*, que realiza equipos a medida para las necesidades de sus clientes, utilizando generadores de alta tensión Tantec de 400V y 50Hz o la empresa *Plasmatreat* encargada de desarrollar eficientes soluciones para el pre tratamiento de superficies de diversos materiales.

### **3. PROCESO DE PLASMA DESARROLLADO**

Como ya se ha mencionado anteriormente, en este proyecto se va a desarrollar una técnica de deposición química con plasma atmosférico. Se tratará de realizar un equipo de para el tratamiento de superficies asistido por plasma.

Para ello se necesitarán dos ámbitos de trabajo. El primero es el que engloba la generación de energía en alta tensión. Será necesario generar altos voltajes y llevarlos a uno de los electrodos del sistema. El otro electrodo quedará conectado a tierra provocando así la descarga entre ambos electrodos. Esta descarga ionizará el aire comprendido entre los electrodos de manera que se generará una llama luminiscente que se identificará como el plasma generado.

El segundo ámbito de trabajo se basa en la utilización de los gases de arrastre y precursor para llevar este plasma hasta la zona de sustrato a tratar, de manera que tanto gas de arrastre en forma de plasma como gas precursor atacarán la zona de sustrato deseada.

Para reproducir un equipo de este estilo, se necesitará maquinaria existente en el Laboratorio de Sensores del Departamento de Ing. Eléctrica y Electrónica de la Universidad Pública de Navarra, al igual que habrá que diseñar o comprar otros equipos o piezas para hacer más eficaz el sistema completo. Para esta última parte, se dispone de una impresora 3D en el Laboratorio de Electrónica Básica del del Departamento de Ing. Eléctrica y Electrónica de la Universidad Pública de Navarra, con la que se llevarán a cabo diseños y pruebas de diferentes prototipos, que servirán de apoyo en el desarrollo del proyecto.

#### **3.1. MAQUINARIA UTILIZADA**

##### **3.1.1. Generador de tensión y transformador**

El generador de alta tensión que se va a utilizar es un generador TANTEC “PowerGenerator HV 2000” con un consumo de energía de 1100W.



*Imagen 15: Generador de tensión TANTEC “PowerGenerator HV 2000”*

Este generador de potencia se conecta, como se ve en la imagen izquierda mediante tres conectores. El primero de la izquierda, queda conectado a un pedal que es a partir del cual habilitaremos que la potencia generada llegue al transformador a través del segundo conector por la izquierda. El primer conector por la derecha es la alimentación del generador (220V).

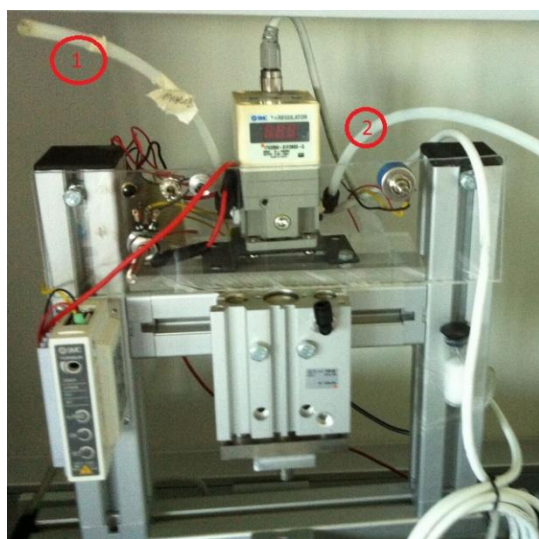


*Imagen 16: Transformador de tensión TANTEC.*

El transformador Tantec permite llevar la alta potencia generada en el generador hasta la punta metálica redondeada en la imagen (///). La tierra del transformador corresponde con el cable amarillo y verde de la imagen.

### 3.1.2. Regulador Neumático

Este regulador neumático permite ajustar la presión del gas de salida (2) para un gas de entrada constante (1):



*Imagen 17: Regulador Neumático*



La regulación se hace a partir de una fuente de tensión y un circuito acondicionador, de manera que, con la propia fuente, se podrá ajustar, con suficiente precisión, la presión de salida del regulador a partir de una presión constante a la entrada del mismo.

### 3.1.3. Fuente de tensión

Se va a utilizar una fuente de tensión “Promax FAC-662B”, fuente doble, regulable, estabilizada y protegida contra sobretensiones, sobrecargas y cortocircuitos.



Imagen 18: Fuente de tensión Promax FAC-662B

### 3.1.4. Bombona de N<sub>2</sub> comprimido

Para las primeras pruebas, se va a utilizar como gas de arrastre N<sub>2</sub> debido a que es un gas inerte, no peligroso y barato. Para ello se dispone de una bombona de N<sub>2</sub> comprimido:



Imagen 19: Bombona de Nitrógeno comprimido.

### 3.1.5. Tubo de cuarzo

Se va a utilizar un tubo de cuarzo de dimensiones: 10 cm de longitud, 1 cm de diámetro interior y 1.4cm de diámetro exterior. Se utilizará como medio aislante del dieléctrico.



Imagen 20: Tubo de cuarzo

### 3.1.6. Piezas con impresión 3D

#### 3.1.6.1. Pieza principal

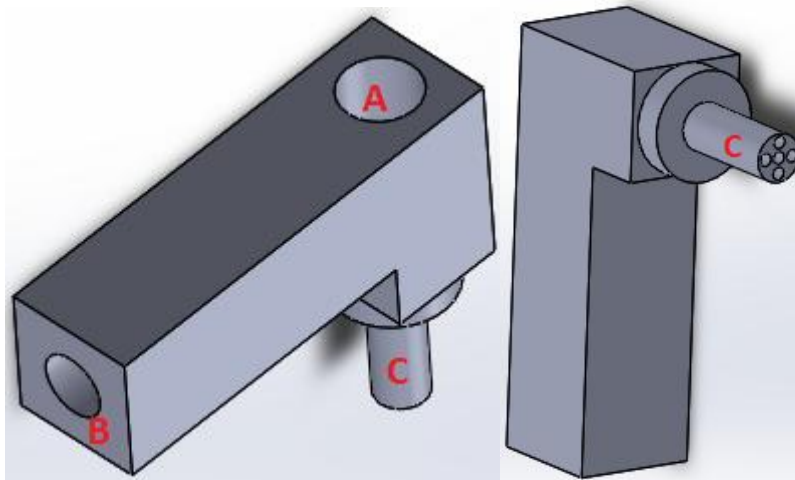


Imagen 21: diseño de la pieza principal impresa en 3D.

Esta pieza sirve de interconexión entre la zona de alta tensión y la parte del conecionado del gas de arrastre (*explicado en el punto 3.3*). En el agujero 'B' se conecta un tubo a través del cual viaja el gas de arrastre, que viaja hasta el habitáculo 'A' donde se encuentra el alambre de alta tensión. La apertura superior de A quedará cerrada por un tapón superior. Asimismo, el saliente 'C' se introduce en el tubo de cuarzo, en el interior del cual se produce la descarga. Este saliente

consta de 5 agujeros. Uno de ellos, el central, es el que permite el paso del alambre hasta el interior del tubo de cuarzo. Los otros 4 son los que posibilitan que el gas de arrastre llegue a la zona de plasma.

Para el diseño de esta pieza había que tener en cuenta que, en la zona entre A y C va a haber un filamento conectado a alto voltaje. Por ello, debido a que la interconexión entre esta pieza principal y los tubos de gas (en el punto B) se realiza con una pieza metálica, el diseño del cilindro hueco con terminación en B debe ser lo suficientemente largo como para evitar que la corriente que circula por el filamento salte de éste a la pieza metálica en B, dañando probablemente parte del sistema y perdiendo igualmente potencia en el propio alambre.

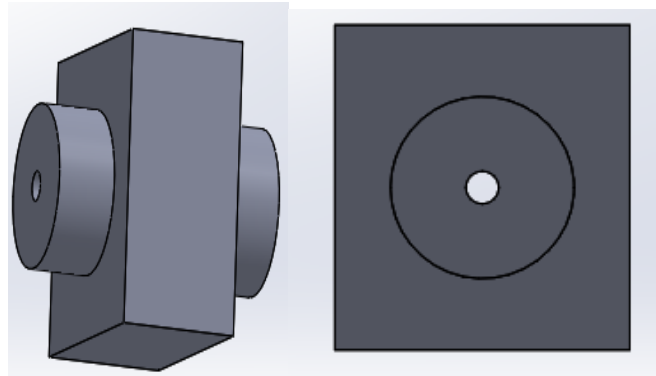
Inicialmente se realizó la pieza, en concreto la parte exterior al cilindro B, lo más estrecha posible, intentando utilizar el menor material posible. Esto hizo que al introducir la pieza de interconexión en el punto B (roscada), la pieza se rompiera perdiendo utilidad. Es por ello que, para evitar esto y ya que el gasto excesivo de material no implica casi pérdidas de tipo económico, se realizó un nuevo diseño con suficiente margen como para evitar esta rotura.

Del mismo modo hay que tener en cuenta que en el punto C irá conectado al tubo de cuarzo, y a través de él circulará un flujo de gas de arrastre que no debe sufrir pérdidas. Es por esto que se intentó con varios diseños ajustar el diámetro de la pieza al máximo en C para evitar dichas pérdidas pero, debido a que el ajuste fino a partir de impresión 3D es difícil de calcular y no tiene mucho sentido, se optó por realizar un diseño con el diámetro ligeramente inferior al teóricamente necesario. Después se selló esta parte del circuito gracias a cinta de teflón.

#### 3.1.6.2. Tapón superior

Como se ha mencionado en el apartado anterior, la pieza principal consta de una apertura (A), que habría cerrar para que el flujo de gas de arrastre salga únicamente por los agujeros de C, evitando así pérdidas. Para ello se ha diseñado un tapón que encaje en este hueco. Dicho tapón ha de estar provisto de un pequeño agujero interior para permitir el paso del alambre. El diseño de este tapón es el siguiente:



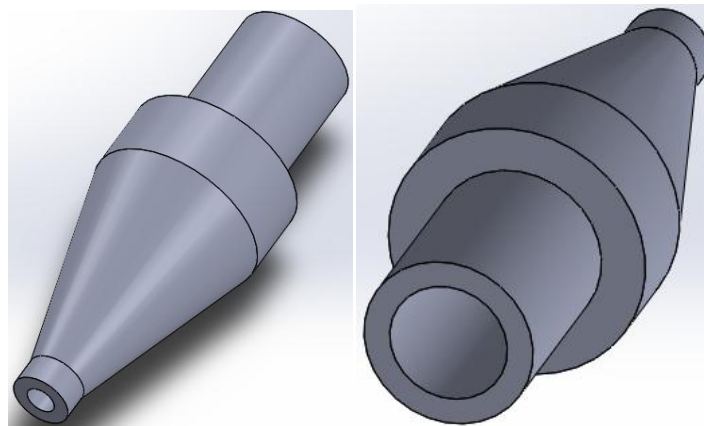


*Imagen 22: diseño del tapón superior impreso en 3D.*

Como se puede observar este tapón tiene dos partes cilíndricas, una a cada lado. Realmente no es necesario más que una de ellas (que encaje en A), pero se realizó con dos, una con un diámetro ligeramente mayor a la otra, para utilizar la que se ajustase mejor al diámetro A. Al igual que con el cilindro C y el tubo de cuarzo, se aseguró esta unión sellándola con cinta de teflón.

#### 3.1.6.3. Boquilla inferior

Inicialmente se pensó en un diseño de una boquilla que se colocase en la parte inferior del tubo de cuarzo y cuya misión fuese la de direccionar el plasma hasta la zona a tratar. El diseño de esta pieza sería el siguiente:



*Imagen 23: diseño de la boquilla inferior impresa en 3D.*

Como se puede observar esta pieza tiene dos aberturas, dos cilindros. El mayor de ellos es el que encaja en el extremo libre del tubo de cuarzo. El menor (en la punta) de ellos es el que habilita la salida del plasma. Su forma cilíndrica permite concentrar la descarga en una zona concreta del sustrato.

Al igual que en el diseño de la pieza principal, el ajuste exacto del cilindro mayor para que encajase a la perfección con el tubo de cuarzo provocó varios

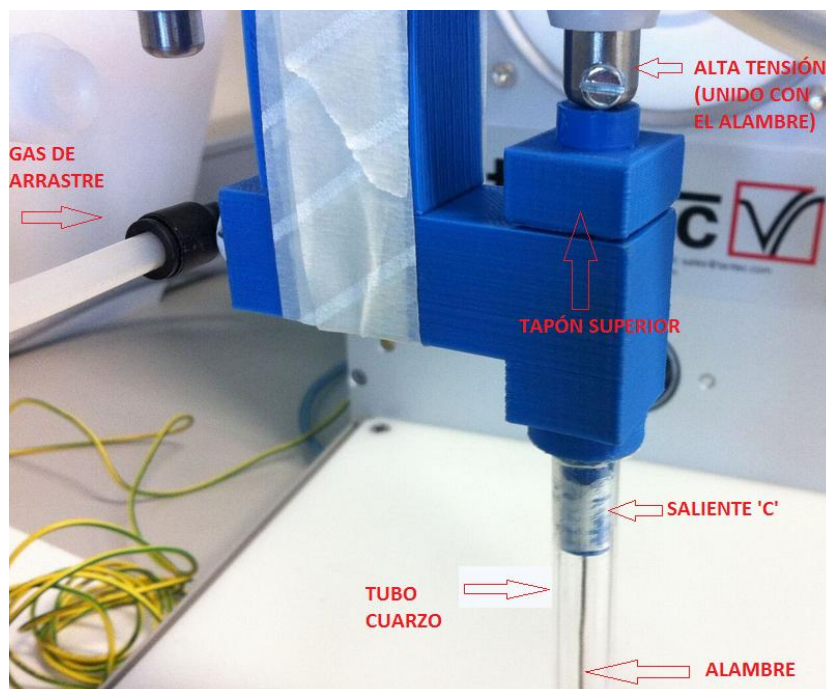
diseños fallidos, por lo que finalmente se optó por un cilindro de diámetro menor y su sellado y ajuste se hará por medio de cinta de teflón

Conforme se fueron realizando los primeros ensayos (punto 4.) se obtuvieron resultados diferentes a lo esperado. La llama producida y arrastrada por el gas de arrastre era tan fina, homogénea y rectilínea que el diseño de esta pieza se mantuvo al margen del desarrollo del proyecto.

No obstante, ya que este proyecto, debido al reducido tiempo que se ha tenido para llevarlo a cabo, no ha conseguido finalizar por completo el sistema de tratamiento de plasma, se cree que esta pieza puede ser de especial interés para la continuación del mismo. Y es que el gas precursor será pulverizado y llevado a la zona de plasma, por tanto, será necesaria una pieza que permita el conexionado entre ambas partes. Tal vez, el diseño óptimo no sea exactamente como el descrito en este apartado, pero puede ser un punto de partida interesante para el mismo, pues una vez se haya obtenido la mezcla de plasma con gas precursor sí que será necesario el direccionamiento de dicha mezcla hasta la zona del sustrato a tratar.

#### 3.1.6.4. Montaje completo de las piezas impresas en 3D

Una vez realizado el montaje, el aspecto de esta pieza principal es el siguiente:



*Imagen 24: montaje de la pieza principal junto con el tapón superior, el tubo de cuarzo y el electrodo.*

Como se puede observar, hay una pieza nueva en la imagen que no se ha explicado. La pieza se encuentra sujeta a la pieza superior con cinta. Simplemente es un rectángulo que se diseñó para mantener la pieza prácticamente inmóvil y no tener que estar sujetándola con la mano. De esta forma, y gracias a un soporte de varilla, es posible mantener el sistema prácticamente inmóvil sin acción humana externa.

### **3.2. CONEXIONADO**

El conexionado entre la maquinaria es bastante sencillo. Tomando como elemento central del diseño la pieza creada por impresión 3D denominada pieza principal, se pueden distinguir dos partes claramente diferenciadas en el proceso. Una primera de alta tensión y una segunda correspondiente con el gas de arrastre.

#### **3.2.1. Conexionado de alta tensión**

Este conexionado tratará de llevar la alta tensión del generador a la zona donde se va a generar el plasma. En la pieza diseñada en 3D se insertará, por el agujero superior, un fino alambre de 1mm de grosor cuyo extremo inferior ha sido tratado y acabado en punta de manera que el voltaje en este extremo se concentre lo máximo posible en un único punto. El extremo superior del alambre se sujeta a la punta final del transformador, de manera que el voltaje impuesto por el generador de tensión, llegue a dicho alambre una vez atravesado el transformador TANTEC.

De esta manera, al activar el pedal del generador de tensión, la corriente circulará a través del transformador y llegará hasta el alambre, en concreto hasta su punta, y entonces se producirá la descarga necesaria para producir plasma debido al dieléctrico generado entre el alambre y la tierra del circuito.

#### **3.2.2. Conexionado del gas de arrastre**

Esta segunda parte tratará de llevar el gas de arrastre de la bombona, en este caso de  $N_2$ , a la zona de plasma. Para ello, se llevará el gas de la bombona (con presión de salida a 3 bar) al regulador neumático, el cual, gracias a su conexión con la fuente de tensión, permitirá convertir esos 3 bar en los 0.5 bar necesarios para gas de arrastre. Este flujo de gas se llevará al extremo lateral de la pieza impresa en 3D recorriéndola hasta su extremo inferior y, siguiendo el camino marcado por el tubo de cuarzo llegará a la zona de plasma arrastrándolo hasta la pieza a tratar.

El esquema global de conexionado es el siguiente:

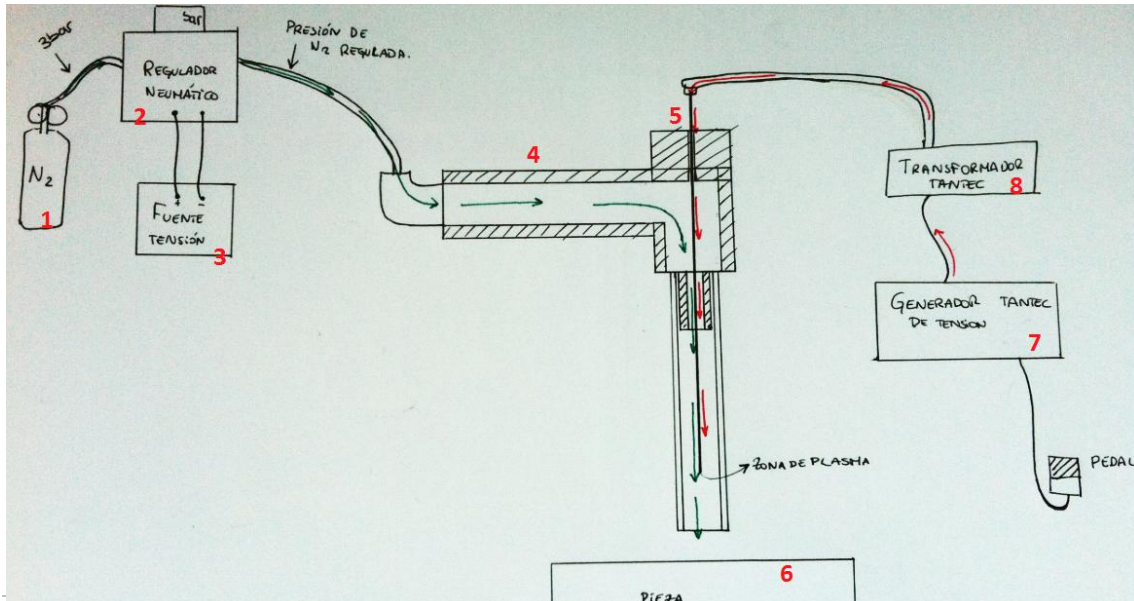


Imagen 25: Esquema global de conexionado del sistema

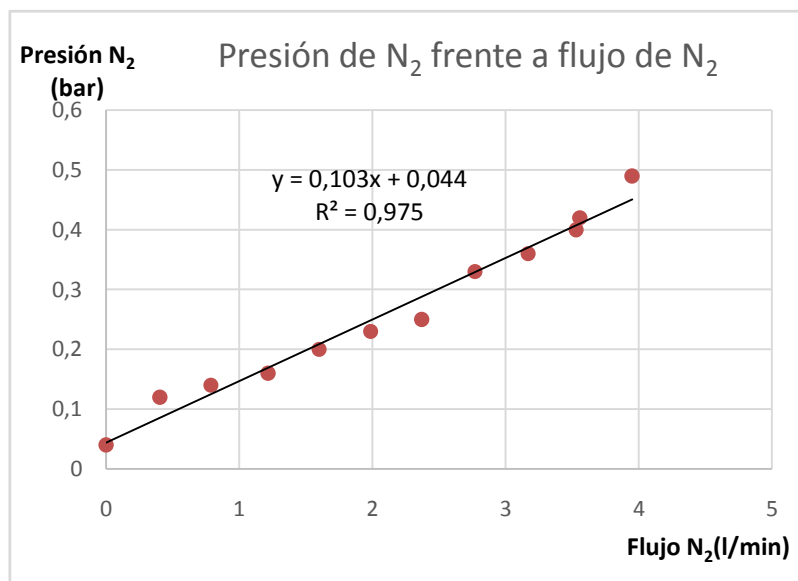
La maquinaria utilizada anteriormente se encuentra numerada en la imagen: bombona (1), regulador neumático (2), fuente de tensión (3), pieza impresa en 3D (4), alambre (5), pieza a tratar (6), regulador de tensión TANTEC (7), transformador TANTEC (8). Del mismo modo en el esquema está señalado cuál es el trayecto descrito por el gas de arrastre (flechas verdes), así como el descrito por la corriente (flechas rojas).

## **4. MÉTODO EXPERIMENTAL**

### **4.1. ESTUDIOS PREVIOS, RELACIONES DE FLUJO**

Antes de realizar pruebas directamente sobre el modelo, como se ha mencionado anteriormente (punto 2.4) se hizo un estudio sobre las condiciones en las que se llevaba a cabo el proceso en diversos artículos de investigación y se observó que, en la mayoría de ellos, el gas de arrastre llega a la llama con un flujo de en torno a 4-5l/min. Se decidió, por tanto, utilizar este flujo para el gas de arrastre del presente proyecto.

Como se ha desarrollado en el punto 3.1, la forma que se tiene de medir el gas que se está introduciendo en el sistema es a partir de su presión, gracias a un regulador neumático. Es por esto que gracias al panel de flujo másico del Laboratorio de Sensores, y asistidos por un ordenador, se realiza un estudio para obtener la relación existente entre el flujo de Nitrógeno que atraviesa el panel y su presión correspondiente de N<sub>2</sub>. El resultado obtenido es el siguiente:



Gráfica 1: Presión de N<sub>2</sub> frente a flujo de N<sub>2</sub>

Como se puede observar en la gráfica, y como es lógico, la relación entre la presión de gas y el flujo del mismo que atraviesa el tubo es lineal. Se obtiene que, para conseguir un flujo de N<sub>2</sub> de en torno a 4-5 l/min se necesita una presión de este gas de unos 0.5 bar.

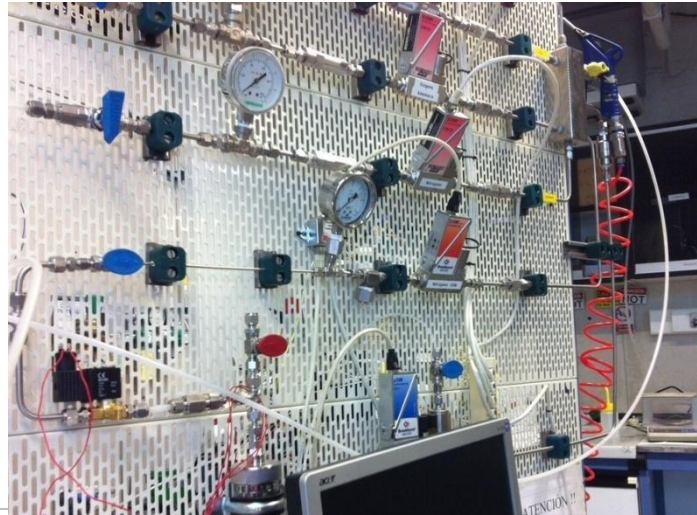


Imagen 26: Panel de control de flujo de gas.

Del mismo modo, debido a que va a ser la forma de trabajar en el diseño del sistema, se busca una relación entre la presión de salida de la bombona y la tensión necesaria en la fuente de alimentación para obtener esos 0.5 bares. Para ello se conecta el regulador neumático entre la salida de la bombona y el panel de control de flujo. La fuente de tensión se conecta al regulador para ajustar con ella el flujo a la salida del regulador. Se establece la presión de salida de la bombona en 3 bares para poder hacer un ajuste fino. El esquema de conexión es el siguiente:

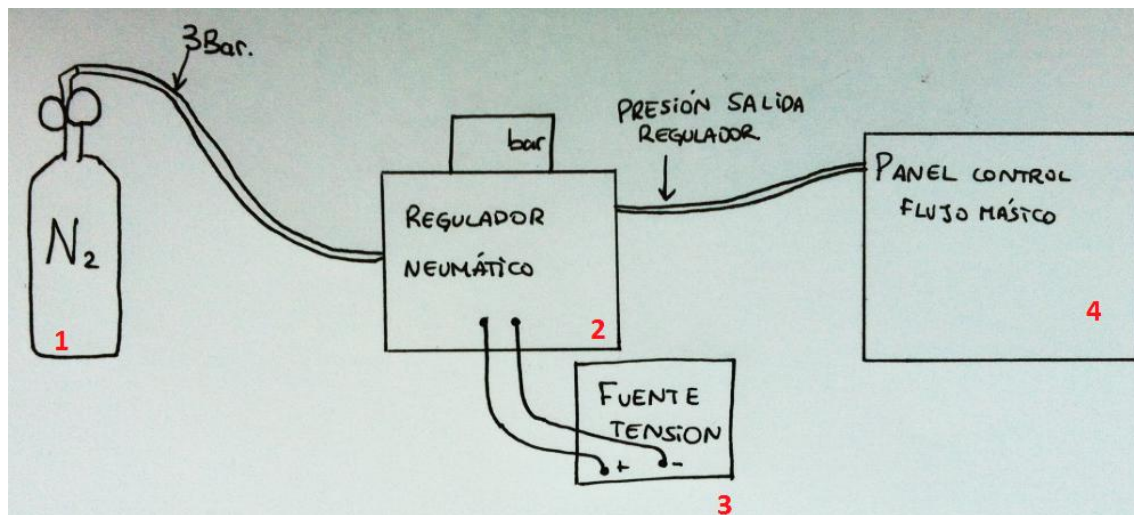


Imagen 27: esquema de conexión del regulador neumático con el panel de flujo másico.

Siendo 1 la bombona de  $N_2$ , 2 el regulador neumático, 3 la fuente de tensión y 4 el panel de flujo másico.



Una vez realizadas las mediciones pertinentes, se obtiene la siguiente relación:

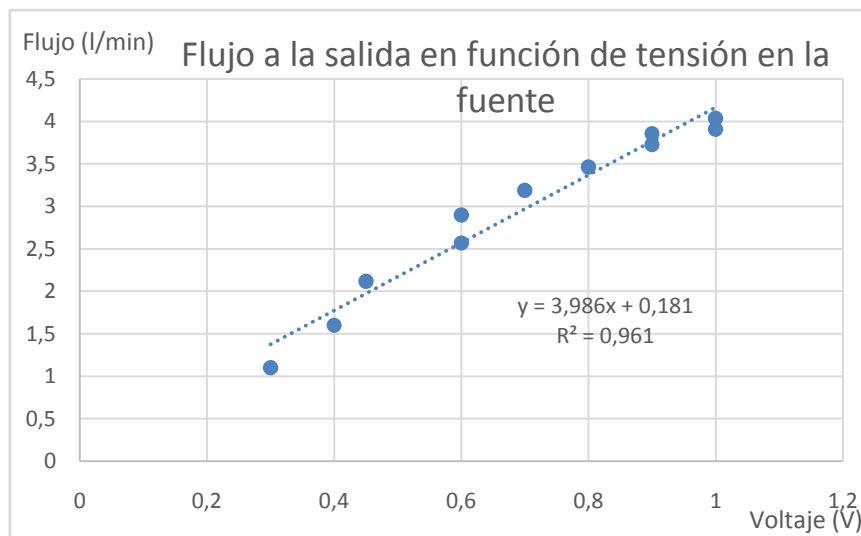


Gráfico 2: Flujo a la salida del regulador neumático en función del voltaje en la fuente de alimentación.

Como se puede observar y parece lógico, la relación entre el flujo de gas a la salida del regulador y la tensión puesta en la fuente es lineal. Se obtiene que para obtener los 4l/min, que implican 0.5 bar de N<sub>2</sub> a la salida del regulador, es necesaria una tensión en la fuente de unos 0,9-1 V.

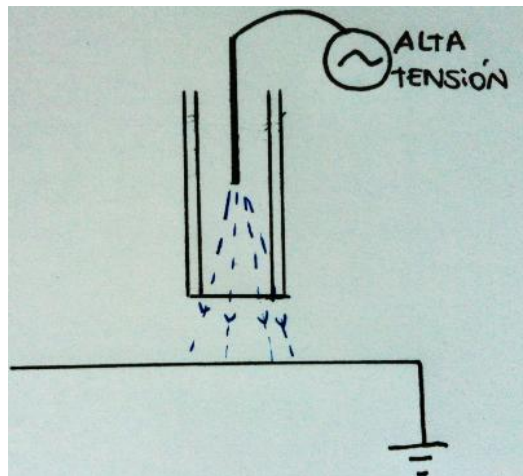
## **4.2. ESTUDIO DE LA GENERACIÓN DE PLASMA**

En cuanto al estudio del método de generación de plasma que se va a desarrollar, se han llevado a cabo dos experimentos distintos en cuanto a la posición que ocupa la tierra en el circuito: la primera basada en que la tierra se encuentra en la propia pieza a tratar, y la segunda basada en una tierra alrededor del tubo de cuarzo.

### **4.2.1. PIEZA OBJETIVO COMO TIERRA DEL CIRCUITO**

En este experimento se va a considerar que la propia pieza que se va a tratar con plasma está conectada a tierra. Para que la tierra del circuito se encuentre conectada al sustrato en necesario conectar a la base del transformador el cable verde y amarillo (cable de tierra). Esto implica que la punta del alambre estará a alta tensión mientras que la base del transformador se encuentra conectada a tierra. Si se acerca lo suficiente la punta del alambre a la tierra y se conecta el circuito a tensión, se produce una descarga en forma de plasma que incide sobre la

pieza a tratar. El esquema eléctrico de este experimento en la zona de plasma sería el siguiente:



*Imagen 28: esquema eléctrico del experimento con la pieza objetivo conectada a la tierra del circuito.*

En la imagen, en azul, se muestra el camino que tiende a seguir la corriente en el dieléctrico existente entre la punta del alambre y la pieza (tierra).

#### 4.2.2. Prueba sin gas de arrastre

Se hace un estudio de qué tensión aproximadamente es óptima para la generación del plasma. A continuación se muestra la secuencia de un ensayo en el que se situó el alambre a unos 4 cm de la tierra (base del transformador):



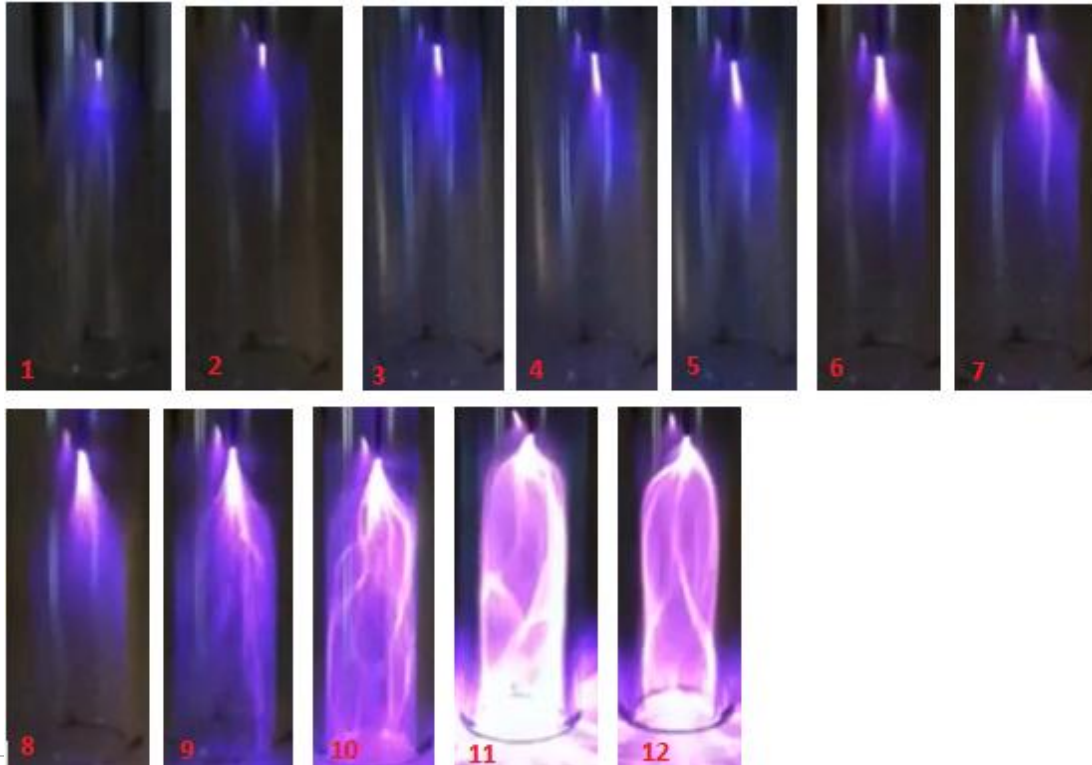


Imagen 29: Pruebas sobre el sistema diseñado con alta tensión.

El estudio consta de 12 fases, cada una de ellas correspondiente a un voltaje en la punta del alambre distinto. Estos voltajes corresponden a los valores de: 12,4kV (1), 13 kV (2), 14 kV (3), 15,2 kV (4), 16 kV(5), 17 kV (6), 18 kV (7), 19 kV (8), 20,22 kV (9), 21,22 kV (10), 22 kV (11), 23 kV (12). Como cabía esperar, al aumentar el voltaje en la punta del alambre la descarga generada es más potente. Inicialmente esta descarga es pequeña, homogénea y relativamente fina. Al aumentar la tensión en el alambre la descarga va creciendo en tamaño, haciéndose más ancha en su extremo inferior, y por tanto, perdiendo esa homogeneidad.

Como se puede observar, los voltajes correspondientes a las fotos 1 a 5 (12kV-16kV) parecen voltajes razonables pues la llama generada es relativamente homogénea y estrecha. A partir de 17 kV se observa que la llama pierde esa homogeneidad y se ancha en su punto inferior, creando una descarga que no nos interesa, pues es demasiado potente.

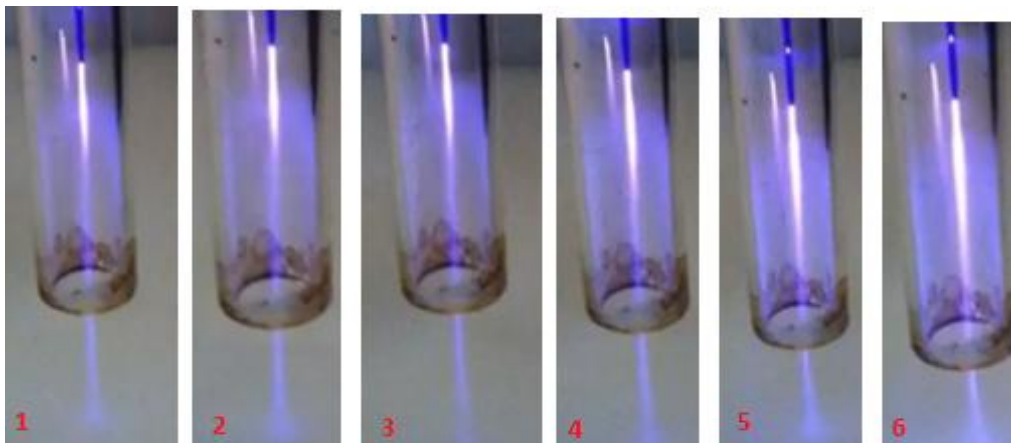
#### 4.2.3. Prueba con gas de arrastre

A continuación, se realiza el mismo estudio pero utilizando también el gas de arrastre.

Se utilizará gas  $N_2$  para arrastrar el plasma hasta la zona de la pieza a tratar. Se ajusta, gracias a la fuente de tensión, el flujo de gas a unos 4l/min, esto es una

presión de salida en el regulador neumático de unos 0.5 bar, que corresponde a unos 0.9 V en la fuente de alimentación.

Cabe esperar que la descarga sea más alargada debido al arrastre del  $N_2$  al llegar a la zona de plasma. Como se ha mencionado en el apartado anterior, voltajes por encima de los 16 kV generan descargas demasiado potentes que carecen de interés. Por tanto en esta prueba únicamente se harán ensayos con voltajes de entre 12kV y 16 kV. El resultado obtenido es el siguiente:



*Imagen 30: Pruebas sobre el sistema diseñado con alta tensión y gas de arrastre.*

Se realizan 6 ensayos con diferentes voltajes: 12kV (1), 13kV (2), 14kV(3), 15.2 kV (4), 16kV (5), 17kV (6).

Se observa que para valores de 12kV- 15kV, se obtiene un filo hilo de plasma muy interesante para aplicaciones de tratamiento con plasma. A partir de 16kV o 17 kV se observa que la llama se va haciendo cada vez más grande y se pierde esa forma estrecha y concentrada en un hilo para dar paso a una llama más ancha y con más chispas, que no interesa en estas aplicaciones.

Por tanto se puede concluir que, para un tratamiento con plasma óptimo, llevado a cabo con el sistema desarrollado en este proyecto, en el que la pieza a tratar esté conectado a tierra, se necesitaría una presión de gas de arrastre de en torno a 0.5 bar (4l/min) y una tensión generada en la punta del alambre de entre 12-15 kV, sin pasarse nunca de 16 kV.

### **4.3. DIELECTRICO CIRCULAR**

Generalmente, en un proceso de tratamiento con plasma, no interesa que la descarga se produzca entre el alambre y la pieza a tratar, pues ésta podría sufrir daños o incluso el operario que esté trabajando con la pieza podría sufrir alguna

descarga durante el proceso. Lo que realmente interesa es que esta descarga se produzca en el interior del sistema diseñado y que sea el gas de arrastre el que lleve la llama de plasma hasta la pieza a tratar, de manera que la descarga esté alejada tanto de la pieza como del posible operario.

Es por esto que se va a tratar de realizar un diseño de dieléctrico circular. Inicialmente se conectó la tierra del circuito alrededor del tubo de cuarzo. Para ello se rodeó este tubo con una franja de papel de plata de unos 2 mm de grosor y se le aplicó tensión al sistema. El resultado obtenido fue que la descarga era demasiado potente. Por ello se decidió realizar el diseño de unos dieléctricos circulares a partir de impresión 3D. Se realizaron 2 diseños diferenciados en su anchura (1cm, 1.25cm). A su alrededor se pone una franja de papel de plata de en torno a 1 mm de grosor que será conectada a tierra.

El esquema de conexión de este experimento es el siguiente:

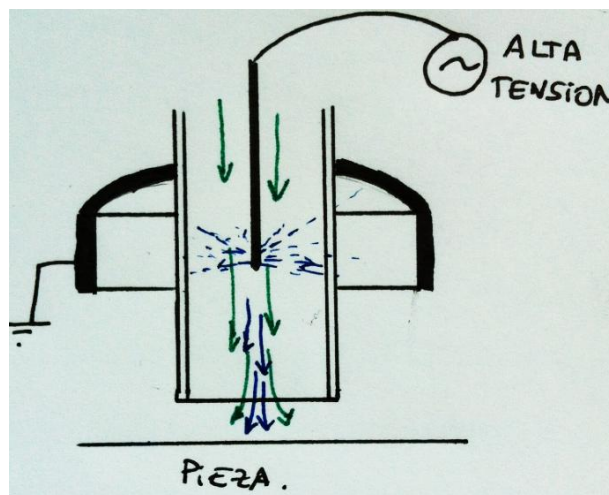


Imagen 31: Conexión del experimento con dieléctrico circular.

Las líneas discontinuas azules de la imagen describen el sentido en que se produce la descarga y como, al llegar el gas de arrastre (líneas verdes) se llevaría consigo el plasma (líneas azules continuas) hasta incidir en la pieza.

Realizando pruebas con el dieléctrico pequeño, se llega a la conclusión de que se consigue una descarga interesante con tensiones de entre 9-12 kV. Para valores superiores de tensión la descarga es demasiado potente debido a la poca distancia entre el alambre y la tierra.

Se realizan, entonces, pruebas con ambos dieléctricos para tensiones en el alambre desde 9.33kV hasta 16.24kV con el fin de observar cuál es el comportamiento de la descarga y la longitud de la llama. La presión del gas de

arrastre se variará entre 0.4 y 0.6 bar aproximadamente para comprobar si su variación (sin alejarse del valor de 4l/min considerado óptimo) incide en la longitud de la llama a la salida del sistema.

#### 4.3.1. Pruebas con dieléctrico circular de anchura 1cm.

Una vez realizado el conexionado con este dieléctrico se realiza una medición de la llama en función de la tensión en el alambre y la presión en el gas de arrastre. El resultado obtenido es el siguiente:

4.3.1.1. Presión de N<sub>2</sub> de 0.38 bar:

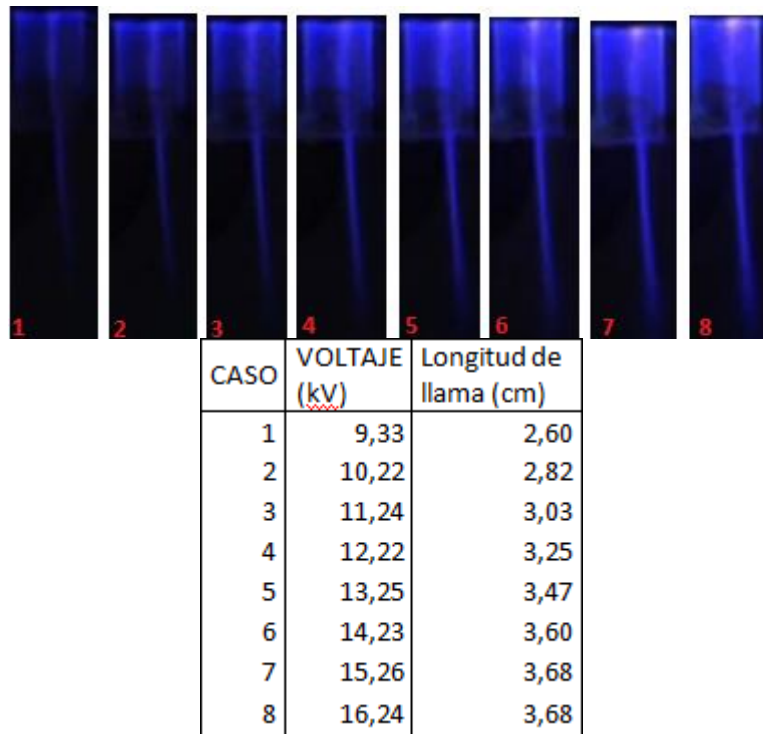


Imagen 32: tabla y fotografías de la longitud de la llama en función del voltaje en el alambre para el dieléctrico de anchura 1cm y presión de N<sub>2</sub> de 0.38 bar.(Secuencias 25-31)

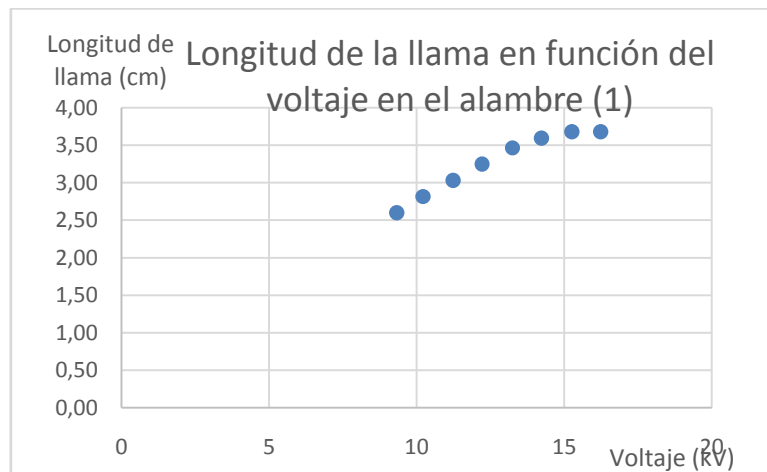


Gráfico 3: Relación de la longitud de la llama en función del voltaje en el alambre para el dieléctrico de anchura 1cm y presión de N<sub>2</sub> de 0.38 bar.

Como se puede observar, la longitud de la llama es mayor cuanto mayor es el voltaje en la punta del alambre. También se observa que, a partir de la imagen número 6 (14.23kV) la descarga que se produce es demasiado potente, lo que implica que la llama no sea suficientemente homogénea y se anche en su parte

inferior, efecto que se pretende evitar al tratar una pieza debido a que se pierde exactitud.

4.3.1.2. Presión de N<sub>2</sub> de 0.47 bar:

CASO	VOLTAJE (kV)	Longitud de llama (cm)
9	9.33	2.60
10	10.22	2.82
11	11.24	3.12
12	12.22	3.34
13	13.25	3.47
14	14.23	3.68
15	15.26	3.77
16	16.24	3.77

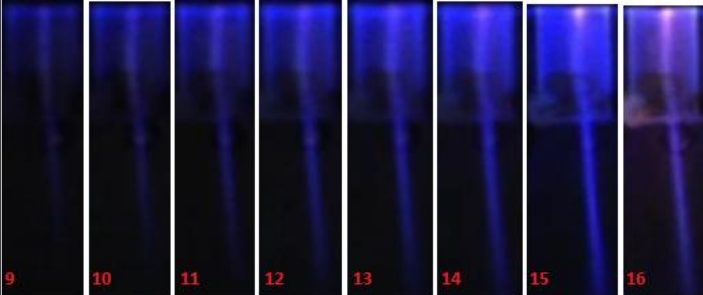


Imagen 33: tabla y fotografías de la longitud de la llama en función del voltaje en el alambre para el dieléctrico de anchura 1cm y presión de N<sub>2</sub> de 0.47 bar.

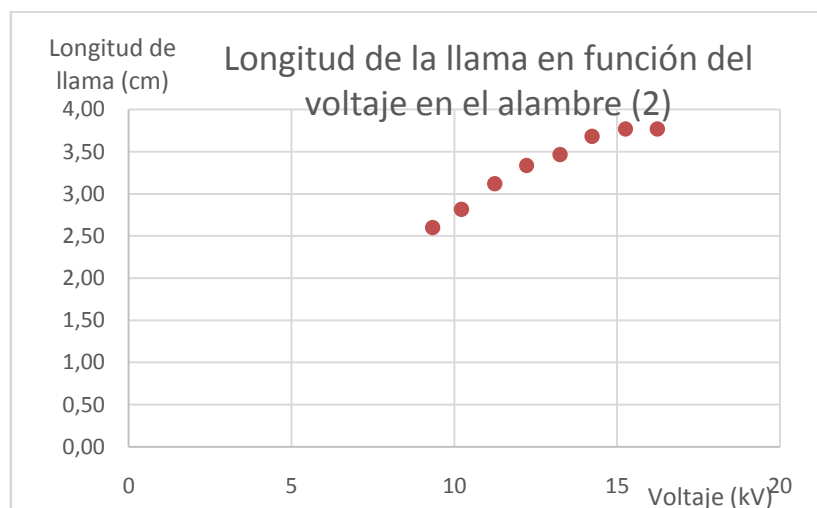


Gráfico 4: Relación de la longitud de la llama en función del voltaje en el alambre para el dieléctrico de anchura 1cm y presión de N<sub>2</sub> de 0.47 bar.(Secuencias 25-31)

Al igual que en la prueba anterior, se observa que la llama obtenida en la descarga, que aumenta conforme aumenta el voltaje en el alambre, al superar los 14kV pierde calidad, lo que la hace inservible para el tratamiento.

4.3.1.3. Presión de N<sub>2</sub> de 0.55 bar:

CASO	VOLTAJE (kV)	Longitud de llama (cm)
17	9.33	2.60
18	10.22	2.82
19	11.24	3.03
20	12.22	3.29
21	13.25	3.42
22	14.23	3.68
23	15.26	3.68
24	16.24	3.90

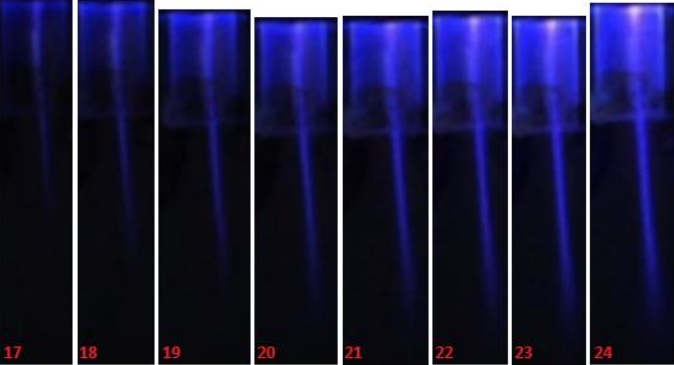


Imagen 34: tabla y fotografías de la longitud de la llama en función del voltaje en el alambre para el dieléctrico de anchura 1cm y presión de N<sub>2</sub> de 0.55 bar.

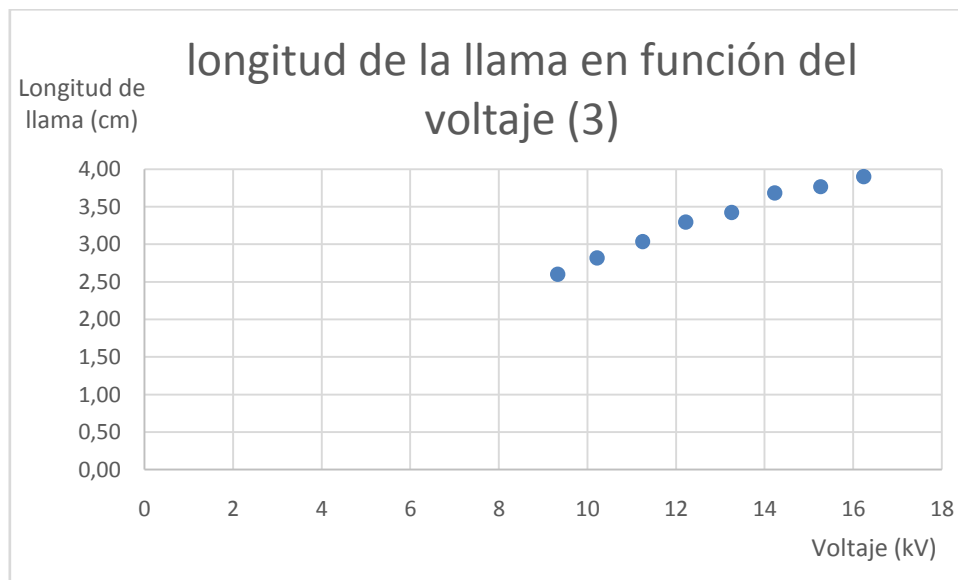


Gráfico 5: Relación de la longitud de la llama en función del voltaje en el alambre para el dieléctrico de anchura 1cm y presión de N<sub>2</sub> de 0.55 bar. (Secuencias 25-31)

Al igual que en los dos casos anteriores, se observa que existe una relación aproximadamente lineal entre el voltaje en la punta del alambre y la longitud de la llama que se genera. Del mismo modo se observa en la imagen que a partir de la secuencia número 21 (13.25kV) la llama pierde calidad, generándose a partir de una descarga demasiado potente y provocando un ensanchamiento en la parte inferior de la misma.

A continuación se muestra un gráfico conjunto de los tres casos anteriores, con el fin de percibir el efecto de la presión del gas de arrastre en la longitud de la llama:

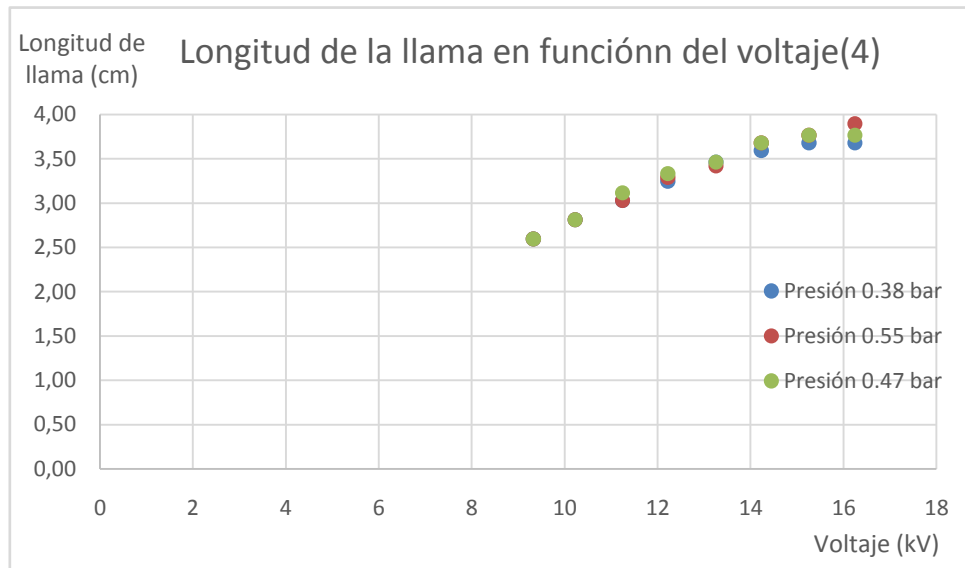


Gráfico 6: Relación de la longitud de la llama en función del voltaje en el alambre para el dieléctrico de anchura 1cm y presión de  $N_2$  de 0.38 bar, 0.47 bar y 0.55 bar.

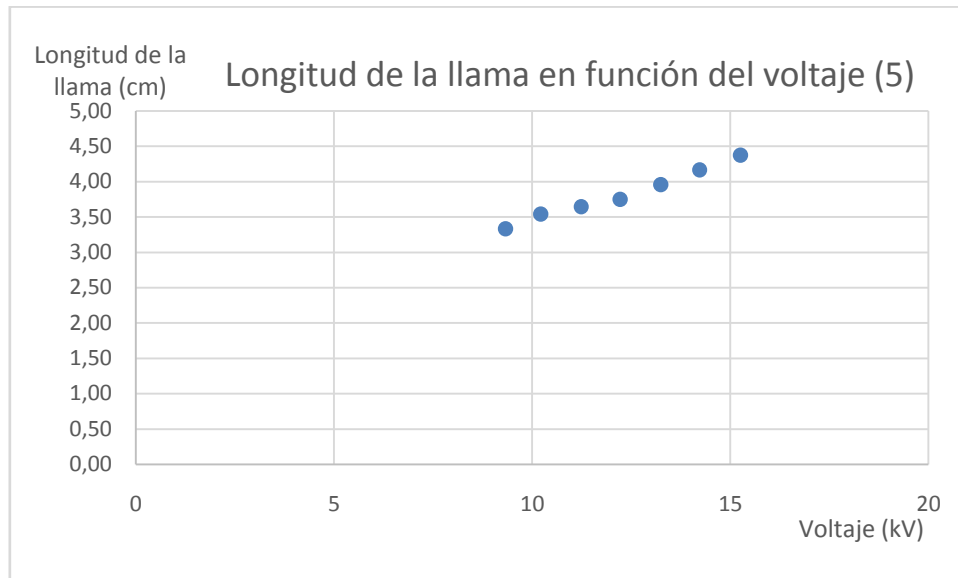
Como se puede observar, la presión del gas de arrastre no juega un papel excesivamente importante en la longitud de la llama. Sí que cabe resaltar que se alcanzan longitudes de llama mayores conforme mayor es la presión de este gas, pero, al ser la diferencia de presiones tan pequeña (para mantener un flujo de entorno a 4l/min), la variación en la longitud de la llama es también mínima. Es por esto que se desestima el efecto que puedan tener estas variaciones de presión en la longitud de llama y se tratará de generar una llama a partir de 0.5 bar de presión en el gas de arrastre.

#### 4.3.2. Pruebas con dieléctrico circular de anchura 1.25 cm y con presión de $N_2$ de 0.5 bar:

CASO	VOLTAJE (kV)	Longitud de llama (cm)
25	9.33	3.33
26	10.22	3.54
27	11.24	3.65
28	12.22	3.75
29	13.25	3.96
30	14.23	4.17
31	15.26	4.38

Imagen 35: tabla y fotografías de la longitud de la llama en función del voltaje en el alambre para el dieléctrico de anchura 1.25cm y presión de  $N_2$  de 0.5 bar. (Secuencias 25-31)





*Gráfico 7: Relación de la longitud de la llama en función del voltaje en el alambre para el dieléctrico de anchura 1.25cm y presión de N<sub>2</sub> de 0.5 bar.*

Como se puede observar, con el dieléctrico de 1.25 cm de anchura pasa exactamente lo mismo que para los casos anteriores, es decir, la longitud de la llama crece de manera aproximadamente lineal con el voltaje en la punta del alambre. De igual manera que anteriormente, se observa que a partir de los 13.25 kV (secuencia 29), la descarga que se produce es demasiado potente provocando que la llama se ensanche y pierda calidad.

#### 4.3.3. Condiciones de desarrollo del proyecto

Por todo lo comentado en los puntos 4.2.1 y 4.2.2 se ha decidido que el proceso de plasma que desarrollado en el presente proyecto se llevará a cabo en las siguientes condiciones:

- Se usará a modo de dieléctrico una de las impresiones 3D cilíndricas anteriormente mencionadas, en concreto la de anchura 1.25 cm.
- La presión del gas de arrastre se establece en 0.5 bar a la salida del regulador neumático.
- La tensión en la punta del alambre generada a partir del generador de tensión será de en torno a 10-11 kV.

#### **4.4. ATOMIZACIÓN DEL ELEMENTO PRECURSOR**

Se ha mencionado anteriormente, que el proceso de tratamiento con plasma, requiere de un gas o elemento precursor cuyas características (entre otras cosas) van a marcar las características finales de la superficie tratada. En este caso, este gas precursor será situado directamente en la zona de plasma y serán la llama y el gas de arrastre los que lo impulsen hasta la superficie a tratar.

El procedimiento que se va a llevar a cabo con el elemento precursor es similar al que se utiliza en los humidificadores, en los que un material piezoeléctrico hace vibrar al agua a frecuencias ultrasónicas para descomponerla y dar como resultado un vapor frío y refrescante. De esta manera, una vez obtenido el vapor de gas precursor, será llevado desde el piezoeléctrico hasta la zona de plasma a través de tubos de silicona.

Inicialmente, se utiliza un humidificador de la marca CHICCO, con el fin de utilizar su elemento piezoeléctrico para generar la pulverización. De manera que poniendo una cantidad de líquido determinada sobre el piezoeléctrico se podrá obtener la cantidad de elemento pulverizado que se genera.

##### **4.4.1. Prueba con agua sobre el nivel de líquido necesario por encima del piezo:**

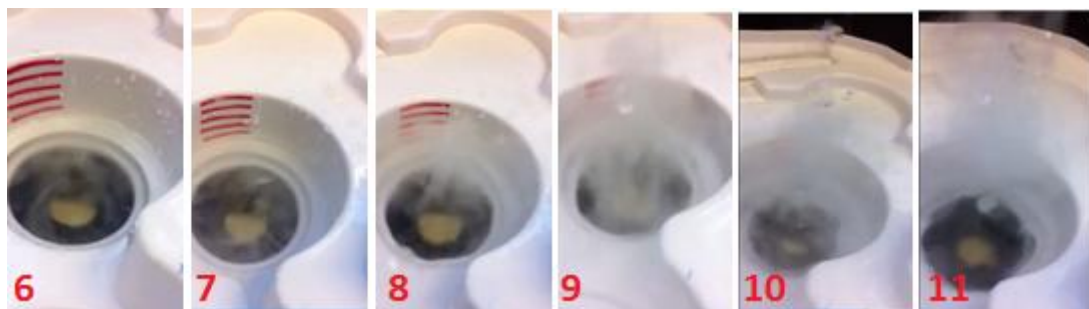
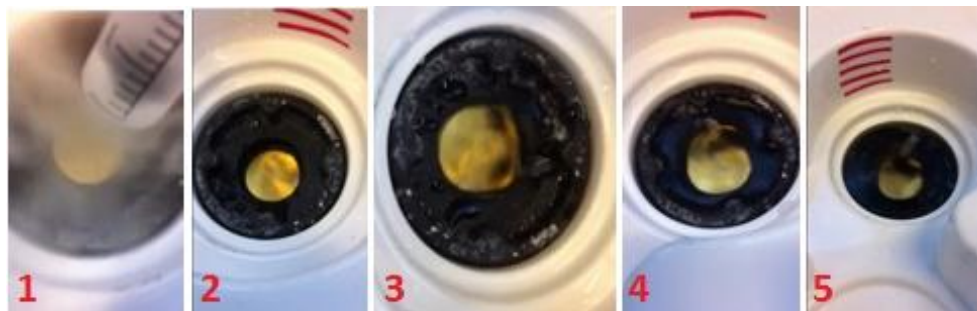
Los materiales o componentes que generalmente se utilizan como elemento precursor en este tipo de procesos no suelen ser baratos, por lo que es interesante saber cuál es la cantidad necesaria para generar este vapor y a qué velocidad sería necesario ir reponiéndolo para tener un proceso relativamente continuo.

Por ello se ha realizado un pequeño estudio sobre qué cantidad de líquido es necesario situar sobre el material piezoeléctrico para obtener dicho vapor. Para esta prueba se ha utilizado agua debido a su reducido precio. El nivel de agua puesta sobre el piezo se ha ido variando poco a poco en conforme los siguientes casos:

- Caso 1: Se utiliza el goteo a través de una jeringuilla.
- Caso 2: Altura de agua sobre el piezoeléctrico de 3 mm.
- Caso 3: Altura de agua sobre el piezoeléctrico de 6 mm.
- Caso 4: Altura de agua sobre el piezoeléctrico de 11 mm.
- Caso 5: Altura de agua sobre el piezoeléctrico de 14 mm.
- Caso 6: Altura de agua sobre el piezoeléctrico de 19 mm.

- Caso 7: Altura de agua sobre el piezoeléctrico de 22mm.
- Caso 8: Altura de agua sobre el piezoeléctrico de 25 mm.
- Caso 9: Altura de agua sobre el piezoeléctrico de 29 mm.
- Caso 10: Altura de agua sobre el piezoeléctrico de 32mm.
- Caso 11: Altura de agua sobre el piezoeléctrico de 35mm.

El resultado obtenido para cada caso es el siguiente:



*Imagen 36: vapor de agua (gotitas en suspensión) obtenida en cada uno de los casos.*

Como se observa en las imágenes, se ha obtenido que para un proceso de goteo sobre el material piezoeléctrico se obtiene una ‘niebla’ considerable. Del mismo modo, para los casos 8-11 se obtiene una niebla bastante importante, siendo la generada en los casos 6 y 7 una niebla relativamente pequeña. Para los casos 2-5, en los que existe una pequeña cantidad de líquido esparcido uniformemente sobre la superficie del piezoeléctrico, se observa que el agua oscila pero no se consigue generar la niebla que se busca.

Se decide que el caso más interesante es el número 1 debido a la reducida cantidad de líquido necesario para generar la niebla necesaria.

#### 4.4.2. Estudio de la velocidad de consumo de líquido en el caso de goteo.

Debido a la necesidad de obtener un proceso relativamente continuo, será necesario saber a qué velocidad se consume el líquido puesto en el piezoeléctrico. Esta velocidad dependerá lógicamente de la cantidad de líquido puesto en él. Se

hace un estudio del tiempo que dura la niebla generada en función de la cantidad puesta en el piezo y el resultado obtenido es el siguiente:

Volumen de líquido ( $\mu$ l)	Tiempo (s)	Observaciones
100	1.84	poca niebla
200	1.96	
300	2.51	buena niebla
400	3.61	
500	5.28	al principio niebla suave luego niebla buena

Tabla 6: Tiempo de permanencia de líquido pulverizado en función del volumen del mismo sobre el piezoeléctrico.

Desgraciadamente, durante el transcurso de esta prueba, el piezoeléctrico dejó de operar. Probablemente fuese debido a que, si se le deja trabajando demasiado tiempo al aire libre sin hacer vibrar líquido, genera unos picos de corriente que pueden afectar al circuito interno del humidificador que lo controla, dañándolo, como en este caso, de manera irreversible. Debido al poco tiempo de margen respecto a la fecha de presentación del presente proyecto, no se ha podido reparar el fallo en el humidificador y por tanto no se ha podido seguir con la prueba hasta volúmenes de líquido de en torno al ml como se tenía pensado.

#### 4.4.3. Bomba peristáltica

De todas formas, y obviando el fallo en la prueba descrita anteriormente, el gas pulverizado deberá ser llevado a la zona de plasma con el flujo óptimo para el tratamiento. Este control se hará a partir del control de la cantidad de líquido que se deposita sobre el piezoeléctrico. Este control será llevado a cabo por una bomba peristáltica.

##### 4.4.3.1. Funcionamiento

La función de las bombas peristálticas imita el sistema de digestión humana conocido como movimiento “peristáltico” consistente en la contracción y sucesiva relajación de un músculo alrededor de un tubo que así mueve su contenido. En el caso de la bomba, un tubo flexible (en este caso de silicona, de 3mm de diámetro) es aplastado continuamente por rodillos colocados adecuadamente. Entre un paso

y el otro del rodillo impulsor, el tubo recupera su diámetro original generando un vacío para transportar el producto a bombear.

#### 4.4.3.2. Elementos de la bomba peristáltica:

##### a) Motor

En este caso se va a utilizar un motor NEMA 17 como generador de movimiento en el rotor necesario. El motor NEMA es un motor paso a paso de tamaño 42.3x48mm (sin incluir el eje), 200 pasos por vuelta, 1.2 amperios por bobinados (tiene 2) y tensión de 4V.

Inicialmente, para comprobar que el diseño de la bomba peristáltica es óptimo se controlará este motor a partir de un circuito acondicionador del siguiente estilo:

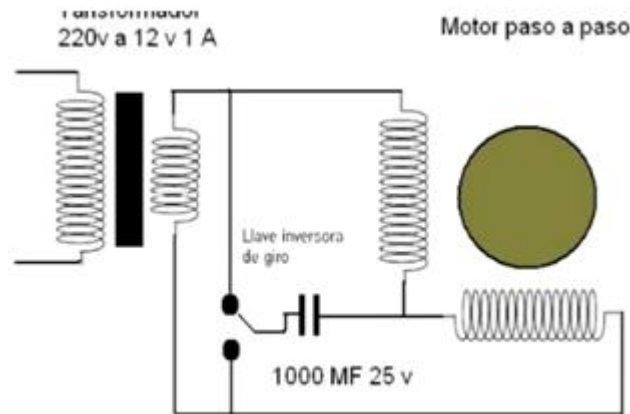


Imagen 37: circuito acondicionador para controlar motor paso a paso sin placa controladora.

Gracias a este circuito, debido a la carga y descarga del condensador, se consigue obtener una velocidad constante en el motor, no muy alta, pero lo necesario como para comprobar si la bomba diseñada funciona correctamente.

Generalmente el control de un motor paso a paso se hace mediante el control de los pulsos que se envían a las bobinas del mismo. Este control se suele hacer a partir de una placa controladora (por ejemplo Arduino) y un driver. Gracias a este control se puede tener un ajuste fino de la velocidad del motor, lo que implicaría un ajuste fino de la cantidad de líquido que se dispensaría sobre el material piezoeléctrico.

Inicialmente el motor que se iba a utilizar en el diseño de la bomba peristáltica era un motor de menor potencia que el NEMA 17. Se desarrolló un diseño tanto de rotor como de base para este motor en concreto pero, durante las pruebas de ensayo de funcionamiento de la bomba, dicho motor se quemó debido a que esta siendo sometido a mover mucho más par del que estaba capacitado. Es por esto

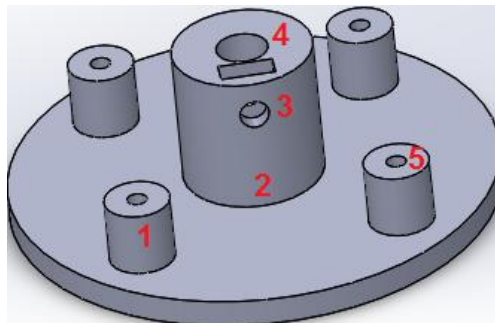
que se rediseñaron tanto el rotor como la base para la utilización de un nuevo motor. El motor que se va a utilizar es un NEMA 17:



*Imagen 38: motor NEMA 17.*

b) Rotor:

Consiste de un elemento que girará solidario con el motor. Su diseño se ha realizado a partir de impresión 3D y su aspecto es el siguiente:



*Imagen 39: Diseño del rotor de la bomba peristáltica.*

El elemento '1' de la imagen es el macho es el que se encajarán los rodamientos que provocan la contracción del tubo de silicona. Estos rodamientos serán sujetos a partir de tornillos y arandelas gracias a los agujeros '5'. De la misma forma, la torre 2 es la encargada de albergar el propio rotor del motor gracias a la cavidad número '4'. Se ha habilitado otro hueco, el '3', para poder fijar el rotor al motor.

c) Rodamientos:

Se van a utilizar 4 rodamientos de 22mm de diámetro exterior y 11 de diámetro interior. La altura de estos rodamientos es de 7mm.



Imagen 40: Rodamientos utilizados.

d) Base:

Este elemento será el encargado de guiar y sujetar el tubo de silicona. Debe mantenerse quieto durante el movimiento del rotor por lo que habrá que fijarlo a la parte inmóvil del motor. Su diseño se ha realizado a partir de impresión 3D y su aspecto es el siguiente:

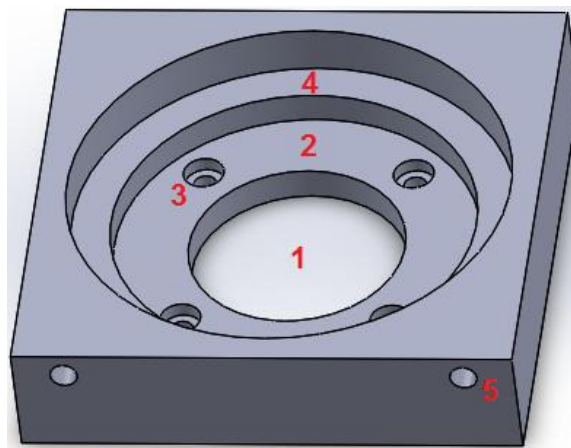


Imagen 41: Diseño del rotor de la bomba peristáltica.

La base diseñada tiene una cavidad ('1') para el paso del rotor del motor. Gracias a los taladros '3', esta pieza podrá ser fijada a la parte inmóvil del motor. En la zona '2' de la imagen se apoyará el rotor diseñado anteriormente. Gracias a la superficie '4', el tubo de silicona permanecerá siempre en contacto con los rodamientos. Las cavidades '5' serán las que posibiliten la entrada y salida del tubo de silicona.

El diseño de la base de la bomba es el más complicado debido a que la exactitud es crucial para que el motor gire apretando el tubo de silicona de manera adecuada.

En las primeras pruebas se observó que el rotor junto con los rodamientos giraba de manera adecuada rozando con el tubo de silicona. El problema es que el tubo de silicona no era comprimido lo suficiente como para generar el vacío necesario para generar movimiento en el fluido. Es por esto que se decidió utilizar

otro tubo, de diámetro mayor al del tubo de silicona con el que realizar las pruebas. Para ello fue necesario rediseñar la base, en concreto los puntos 4 y 5 para adecuarla al nuevo tubo.

El diseño de esta pieza no fue tan bueno como se esperaba pero gracias a una lijadora eléctrica se consiguió amoldar el modelo para el nuevo tubo. Con este diseño tampoco se consiguió movimiento en el fluido.

Debido a la falta de tiempo, no se pudo diseñar una base para la bomba peristáltica que permitiese el movimiento de fluido, pero se aconseja generar un diseño de base en la que el diámetro 4 sea regulable, de manera que se consiga aplastar el tubo de silicona lo necesario para obtener el efecto deseado.



## **5. CONCLUSIÓN**

A modo de conclusión, en esta sección se analizará el grado de cumplimiento de los objetivos de este trabajo de fin de grado.

En primer lugar se ha llevado a cabo un profundo estudio bibliográfico de la técnica de fabricación de recubrimientos CVD asistido por plasma atmosférico. Se comprobó cuáles son los gases de arrastre y los caudales más utilizados, así como los precursores químicos más frecuentes y las aplicaciones para los que son utilizados. Se ha podido comprobar cómo mediante el uso de gases de arrastre como el nitrógeno o el argón, y mediante la atomización de precursores organosilanizados es posible obtener recubrimientos de sílice o dióxido de titanio. También es posible obtener polimerizaciones in situ de precursores organofluorados.

En segundo lugar se localizaron equipos comerciales de fabricación de este tipo de recubrimientos. Comparándolos con los artículos científicos encontrados en la bibliografía se identificaron los elementos principales de este tipo de equipos de fabricación CVD asistido por plasma atmosférico. Se identificaron dos elementos principales; el generador de plasma atmosférico y la unidad atomizadora del precursor químico.

En el presente trabajo se ha conseguido adaptar un equipo generador de alta tensión para su combinación con un regulador electroneumático que controla la cantidad de gas que se ioniza. Se han diseñado los elementos mecánicos necesarios para el conexionado del circuito neumático y se consiguió con éxito la generación de una llama de plasma frío a presión atmosférica. Como se ha expuesto en el punto 4, queda recomendado el diseño de una pieza de conexionado para llevar el líquido pulverizado hasta la zona de generación de plasma, siguiendo el diseño de la pieza “boquilla inferior”. (Ver punto 3.1.6.3).

Por otro lado se ha estudiado el funcionamiento de un atomizador ultrasónico para la suspensión del precursor químico. Las pruebas de laboratorio se realizaron con agua por limitaciones de seguridad. Se estudiaron las condiciones necesarias para que existiera una atomización eficiente, manteniendo la cantidad de precursor químico al mínimo, por motivos de economía. Para ello se comprobó que bastaba con una cantidad muy pequeña de líquido recubriendo el oscilador piezoeléctrico. Para ello se decidió desarrollar una bomba peristáltica para mantener el flujo de líquido sobre el atomizador.

Se utilizó una impresora 3D para fabricar una bomba peristáltica para su uso en combinación con el atomizador ultrasónico. Una vez obtenido el diseño de la bomba peristáltica se recomienda controlar su movimiento de giro a través de un arduino y un driver.

En resumen, en este trabajo se ha conseguido analizar el funcionamiento de los principales elementos de un sistema de recubrimiento CVD asistido por plasma atmosférico. Estos elementos, después de ser analizados, fueron desarrollados, puestos en marcha y caracterizados en el Laboratorio de Sensores de la Universidad Pública de Navarra. Estos avances serán utilizados en el futuro para la fabricación de recubrimientos para sensores de fibra óptica.

## 6. REFERENCIAS

[1]–[11]

- [1] F. Massines, N. Gherardi, A. Fornelli, and S. Martin, "Atmospheric pressure plasma deposition of thin films by Townsend dielectric barrier discharge," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 200, no. 5–6, pp. 1855–1861, 2005.
- [2] C. Jimenez, D. De Barros, A. Darraz, J. L. Deschanvres, L. Rapenne, P. Chaudouret, J. E. Mendez, F. Weiss, M. Thomachot, T. Sindzingre, G. Berthomieu, and F. J. Ferrer, "Deposition of TiO<sub>2</sub> thin films by atmospheric plasma post-discharge assisted injection MOCVD," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 22–23 SPEC. ISS., pp. 8971–8975, 2007.
- [3] E. Radeva, "Thin plasma-polymerized layers of hexamethyldisiloxane for acoustoelectronic humidity sensors," *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 44, no. 1–3, pp. 275–278, 1997.
- [4] X. W. Zhang and G. R. Han, "Microporous textured titanium dioxide films deposited at atmospheric pressure using dielectric barrier discharge assisted chemical vapor deposition," *Thin Solid Films*, vol. 516, no. 18, pp. 6140–6144, 2008.
- [5] S. P. Bugaev, A. D. Korotaev, K. V. Oskomov, and N. S. Sochugov, "a-C:H films deposited in the plasma of barrier and surface discharges at atmospheric pressure," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 96, no. 1, pp. 123–128, 1997.
- [6] N. D. Boscher, D. Duday, P. Heier, K. Heinze, F. Hilt, and P. Choquet, "Atmospheric pressure plasma deposition of metalloporphyrins containing mesoporous membranes for gas sensing applications," *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 234, pp. 48–52, 2013.
- [7] L. Cui, G. Dubois, and R. H. Dauskardt, "Carbon-Bridge Incorporation in Organosilicate Coatings Using Oxidative Atmospheric Plasma Deposition," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 8, no. 2, pp. 1309–1318, 2016.
- [8] M. Prieske and F. Vollertsen, "In situ incorporation of silicon into a CVD diamond layer deposited under atmospheric conditions," *Diam. Relat. Mater.*, vol. 65, pp. 47–52, 2016.
- [9] C. Huang, S. Y. Wu, Y. C. Chang, C. H. Pan, and C. Y. Tsai, "The protection of flexible DSSC polymeric substrate using atmospheric pressure plasma coating," *J. Chinese Chem. Soc.*, vol. 57, no. 5 B, pp. 1208–1211, 2010.
- [10] R. Y. Korotkov, R. Gupta, P. Ricou, R. Smith, and G. Silverman, "Atmospheric plasma discharge chemical vapor deposition of SnO<sub>x</sub> thin films using various tin precursors," *Thin Solid Films*, vol. 516, no. 15, pp. 4720–4727, 2008.
- [11] L. Barros and H. Barankov, "Cold atmospheric plasma: Sources, processes, and applications," *Thin Solid Films*, vol. 518, no. 23, pp. 6705–6713, 2010.
- [12] I. Industrial, "Ingeniero Industrial Influencia Del Tratamiento Superficial Con Plasma Atmosférico En La Unión Estructural De Materiales Compuestos ( Grp ) Empleando Un Adhesivo Acrílico," 2011.

- [13] D. Merche, N. Vandencastele, and F. Reniers, "Atmospheric plasmas for thin film deposition: A critical review," *Thin Solid Films*, vol. 520, no. 13, pp. 4219–4236, 2012.
- [14] C. Tendero, C. Tixier, P. Tristant, J. Desmaison, and P. Leprince, "Atmospheric pressure plasmas: A review," *Spectrochim. Acta - Part B At. Spectrosc.*, vol. 61, no. 1, pp. 2–30, 2006.
- [15] U. Kogelschatz, "Dielectric-barrier discharges: Their History, Discharge Physics, and Industrial Applications," *Plasma Chem. Plasma Process.*, vol. 23, no. 1, pp. 1–46, 2003.
- [16] Y.-B. Woo, S.-J. Lee, J.-Y. Jeong, and S.-J. Kim, "Evaluation on cavitation characteristics of CoNiCrAlY/ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coating layer by atmospheric pressure plasma coating process," *Mater. Res. Bull.*, vol. 58, pp. 78–82, 2014.
- [17] M. Gardon, O. Monereo, S. Dosta, G. Vescio, A. Cirera, and J. M. Guilemany, "New procedures for building-up the active layer of gas sensors on flexible polymers," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 235, pp. 848–852, 2013.
- [18] J.-P. Borra, "Nucleation and aerosol processing in atmospheric pressure electrical discharges: powders production, coatings and filtration," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 39, no. 2, pp. R19–R54, 2006.
- [19] Q. Wu, X. Ji, H. Peng, X. Ren, and Y. Yu, "Phase Stability of Ce-Modified La<sub>2</sub>Zr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> Coatings and Chemical Compatibility with YSZ," *J. Therm. Spray Technol.*, no. Ref 18, pp. 1–6, 2016.
- [20] Z. Pajkic and M. Willert-Porada, "Atmospheric pressure microwave plasma fluidized bed CVD of AlN coatings," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 203, no. 20–21, pp. 3168–3172, 2009.
- [21] E. S. García, T. Fernando, A. Elías, and G. Marcos, "Estudio de procesos de plasma-polimerización de recubrimientos antifricción sobre materias plásticas," *Tesis*, p. 114, 2012.
- [22] J.-J. L. Ju-Wan Lima H. Ahn, K.-T. Rie, "Mechanical properties of TiNyTiB<sub>2</sub> multilayers deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 174–175, pp. 720–724, 2003.

## **7. BIBLIOGRAFIA**

<http://www.plasma-procesos.com> (El proceso de plasma)

<http://www.plasma.de> (Página empresa Diener Electronic)

<http://www.thierry-corp.com> (Página empresa Thierry Corp)

<http://www.celinf.es/> (Página empresa Celinfa SA.)

<http://www.plasmatreat.es> (Página empresa Plasmatreat)

<http://www.tantec.com/> (Página empresa Tantec)

<http://www.guiminet.com/articulos/principio-del-funcionamiento-de-las-bombas-peristalticas-32722.htm> (Bombas peristálticas)

[https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/29289/TESIS%20DOCTORAL\\_JMEspa%C3%B1a\\_\(Versi%C3%B3n\\_3\)\\_dim17x24.pdf?sequence=1](https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/29289/TESIS%20DOCTORAL_JMEspa%C3%B1a_(Versi%C3%B3n_3)_dim17x24.pdf?sequence=1) (Tesis doctoral con desarrollo del proceso de tratamiento con plasma)

<http://www.unavarra.es/biblioteca/colecciones-recursos-informacion/bases-datos-cientificas> (Acceso a Scopus a partir de la UPNA)

<https://www.scopus.com> (Página principal de Scopus)

<http://www.acxys.com/products/plasma-modules/ulc-cvd-coating.html> (Página empresa Acxys)

<http://www.tigres-plasma.de/en/oberflaechentechnik-2/mef-technology/plasma-blaster-mef> (Página empresa Tigres)

