

Calentador de sustratos compacto y de bajo costo para tratamiento térmico *in situ* de películas delgadas depositadas por rf-sputtering

A. Márquez-Herrera,^{a,*} E. Hernández-Rodríguez,^a M.P. Cruz-Jáuregui,^b M. Zapata-Torres^a y A. Zapata-Navarro^a

^aCICATA-Legaria IPN,

Calzada Legaria 694, Col. Irrigación, 11500 México, Distrito Federal, México,

^bCNyN-UNAM,

Km. 107 Carretera Tijuana-Ensenada, 22860, Ensenada, B.C. México,

*e-mail: amarquez@ipn.mx.

Recibido el 14 de octubre de 2009; aceptado el 24 de noviembre de 2009

En este trabajo se presenta el diseño y construcción de un calentador de sustratos de bajo costo, el cual es capaz de operar en sistemas de alto vacío. Su utilización se centra en proporcionar tratamiento térmico *in-situ* durante el crecimiento de películas delgadas bajo condiciones de presión controlada y atmósfera corrosiva. El calentador fue construido principalmente de acero inoxidable, cerámica y una resistencia comercial de khantal-A1. El cuerpo del horno es enfriado usando un sistema de aletas y líquido refrigerante, el cual se encuentra completamente aislado de la cámara de depósito. El diseño del calentador también incorpora un sistema de rotación que permite que el sustrato gire durante el proceso de crecimiento proporcionando uniformidad a la película. La temperatura del sustrato es monitoreada mediante un termopar tipo "K" que retroalimenta a un controlador de temperatura, el cual modula una fuente de poder variable que suministra el voltaje a la resistencia. Con el propósito de evaluar la funcionalidad del sistema de calentamiento, éste se montó en un equipo de *rf-sputtering* y se crecieron películas delgadas de BaTiO₃ con distintas temperaturas de sustrato en una geometría *off-axis*. El sistema de tratamientos térmicos *in-situ* es capaz de proveer una temperatura uniforme al sustrato así como de operar por largos periodos de tiempos.

Descriptores: Películas delgadas; tratamientos térmicos; sistema de calentamiento.

In this work we present the design, construction and the evaluation of a low cost substrate heater for working at high vacuum. Its use concentrates in providing *in-situ* annealing during the growth of thin films under conditions of controlled pressure and corrosive atmosphere. The heater was constructed mainly of stainless steel, ceramic and a resistance of khantal-A1. The body of the heater is cooled using a system of fins and cooling liquid which is isolated completely of the vacuum chamber. The design of the heater also incorporates a rotation system that allows that the substrate turns during the process of growth providing uniformity to the film. Temperature of the substrate is recorded by a type "K" thermocouple which feeds back a temperature controller that provides a modulated voltage to the heating resistance. In order to evaluate the functionality of the heating system, this was mounted in a *rf-sputtering* equipment and thin films of BaTiO₃ were grown under different substrate temperatures in an *off-axis* geometry. The heating system is able to provide an uniform temperature to the substrate as well as to operate by long periods of times.

Keywords: Thin films; annealing; heater system.

PACS: 81.15.Cd; 81.40.Ef

1. Introducción

En la producción de materiales en forma de películas delgadas existen varios parámetros a controlar, entre los cuales, la cristalinidad es uno de los más importantes, ya que sus principales características están en función de ella. Una forma de obtener películas cristalinas es mediante un tratamiento térmico posterior a su obtención en su fase amorfa o semi-cristalina [1]. Sin embargo, este tipo de tratamiento térmico tiene los siguientes inconvenientes:

- genera estrés en el material,
- se tiene un bajo control en la fase obtenida, y
- puede causar cambios en la composición química y la morfología [1-6].

Lo deseable es obtener el material en forma cristalina durante el proceso mismo en el que la película se está formando, para lo cual es necesario contar con un sistema que le pro-

porcione la energía necesaria al material para que éste forme una estructura cristalina. Esto se puede conseguir a través del calentamiento del sustrato durante el proceso de depósito de las películas. Otro aspecto importante es poder controlar las variaciones de la temperatura de forma precisa, ya que al controlar la temperatura a la cual se encuentra depositando el material se pueden favorecer determinadas fases cristalinas, dándole al material las características deseadas.

En los depósitos por la técnica de *sputtering* no es sencillo implementar un sistema de calentamiento durante el crecimiento (o de tratamiento térmico *in-situ*), debido a que las condiciones de alto vacío dificultan la introducción de elementos dentro de la cámara de depósito, ya que estos pueden convertirse en fuente de materiales ajenos al sistema, además, la energía disipada por el horno incrementa la temperatura de la cámara modificando los procesos que se llevan a cabo en ella. Por último, es común que la uniformidad de la película obtenida se logre mediante la rotación del sustrato, lo que genera una complicación aún mayor en la implementación de

un sistema con estas características. Los sistemas de tratamiento térmico *in situ* en alto vacío reportados en la literatura [7-14] o comerciales son demasiado costosos y además no cumplen con todos los requerimientos para el depósito de materiales en forma de películas delgadas con buena calidad, por ejemplo, *Pieter L. Swart et al.* [10] diseñaron un calentador de sustratos empleando una lámpara de tungsteno de 900W, sin embargo, presenta la desventaja de ser de gran tamaño y no alcanza temperaturas por arriba de los 430°C. Por otra parte, *T.E. Jones et al.* [13] también construyeron un sistema calefactor, que aunque es compacto, su aislamiento térmico hacia la cámara de depósito es muy deficiente, mientras que el sistema diseñado *M. Herrera et al.* [8] es capaz de alcanzar temperaturas de 600°C pero es muy robusto. Aunado a las desventajas mencionadas anteriormente en el diseño de los sistemas de calentamiento reportados, es remarcable que en ninguno de ellos se ha propuesto un sistema con la capacidad de rotar su portasustrato [7-14].

Debido a lo anterior, en este trabajo se diseñó y construyó un sistema de calentamiento económico y compacto, el cual fue instalado dentro de un sistema de depósito por *rf-sputtering*, capaz de trabajar bajo condiciones de atmósfera reactiva. Por su diseño evita el calentamiento por radiación del resto de la cámara de depósito y permite la rotación del sustrato, con lo cual se pueden obtener películas uniformes, homogéneas y con propiedades cristalinas bien controladas. Para evaluar el funcionamiento se crecieron películas delgadas de BaTiO₃ con distintas temperaturas de sustrato en una geometría off-axis.

2. Diseño del sistema

Para diseñar el sistema de calentamiento se tomaron en cuenta los requerimientos del sistema de vacío, la geometría interna y externa de éste, y la potencia disipada por el sistema de calentamiento. Así mismo, se consideró que las películas a crecer pueden ser de diversos materiales, tales como cerámicos, óxidos semiconductores y metales. Tomando en cuenta lo anterior, primeramente se seleccionó el método de calentamiento del portasustrato, el cual a su vez calentará al sustrato por conducción. El calentamiento por radiación se determinó como el más adecuado, ya que esto permitirá tener la posibilidad de que el portasustrato pueda rotar. Como fuente de radiación térmica se utilizó una resistencia eléctrica comercial 115V, 14A Kanthal-A1. Esta resistencia es ampliamente utilizada para la fabricación de hornos comerciales y su selección se debió a que soporta altas temperaturas y tiene una velocidad de corrosión mucho menor que otras resistencias como las de nicromel [15,16], lo cual permite su operación en ambientes con oxígeno. Una propiedad importante de este material es que posee una alta resistividad ($\rho=145\mu\Omega\text{cm}$ a 20°C con variación respecto a la temperatura casi despreciable) requiriendo de longitudes más cortas respecto a otros materiales para obtener el mismo resultado. Otra propiedad del Kanthal-A1 es que forma una capa de óxido en su superficie haciéndolo más resistente a atmósferas corrosivas [16].

Para evitar que la radiación térmica generada por la resistencia sea irradiada hacia toda la cámara y no solamente hacia el portasustrato, la resistencia se instaló dentro de un recipiente cerámico hecho con base en alúmina maquinable de alta temperatura, el cual sirve principalmente como aislante térmico entre el sistema de calentamiento y el resto de la cámara, pero también tiene la función de ser un aislante eléctrico entre la resistencia y la cámara de depósito. Para mantener soportada la resistencia dentro del recipiente cerámico, ésta se montó sobre unos soportes cerámicos de alúmina que toleran altas temperaturas, que para tener un fácil ensamble fueron cortadas al ras de la superficie del recipiente cerámico, como se muestra en la Fig. 1.

También se utilizaron barras cerámicas con orificios en el cuerpo para hacer pasar los alambres que suministran la energía eléctrica a la resistencia para que estén aislados eléctricamente, y para sus conexiones se emplean conectores eléctricos para un fácil intercambio. Así mismo, los alambres del termopar que sensa la temperatura por la parte posterior al porta sustrato se conducen hasta esta zona mediante las mismas barras cerámicas, a esta terminal se le conoce como termocople.

Por otra parte, debido al requerimiento de largos tiempos de operación del sistema de calentamiento, fue necesario diseñar un método de enfriamiento que permitiera remover el calor acumulado en el recipiente cerámico que soporta a la resistencia, ya que en caso contrario este calor sería irradiado hacia el resto de la cámara. Para esto, el recipiente cerámico se instaló dentro de una cámara de enfriamiento construida de acero inoxidable 316-L, que también tiene la función de servir como soporte de todo el sistema, el cual puede fijarse dentro de la cámara de depósito mediante la base.

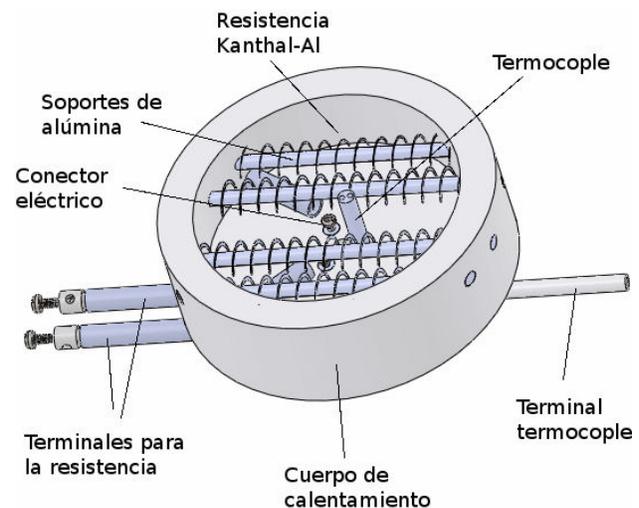


FIGURA 1. Ensamble de la resistencia, el recipiente cerámico, las terminales eléctricas de la resistencia y el termopar.

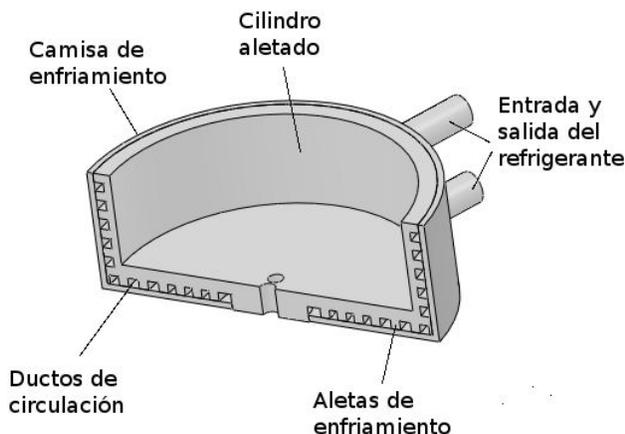


FIGURA 2. Corte transversal de la cámara de enfriamiento.

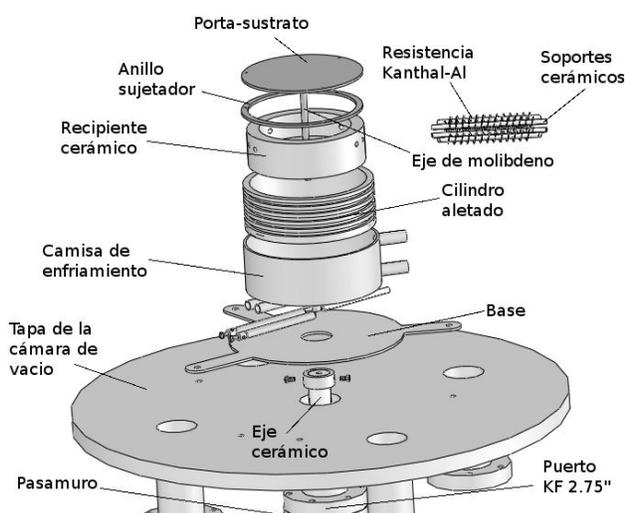
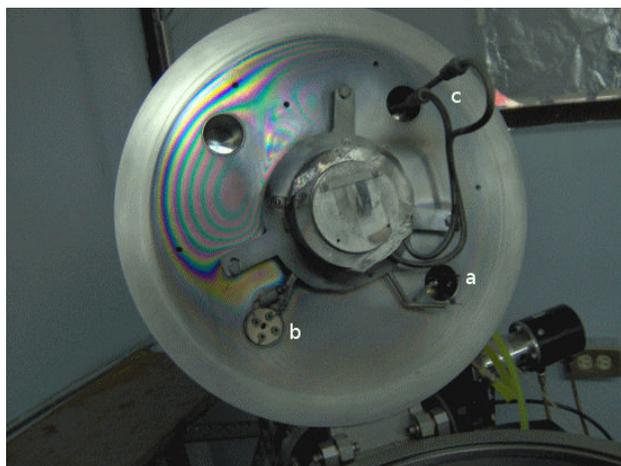


FIGURA 3. Esquema del sistema de calentamiento.

FIGURA 4. Sistema de tratamientos térmicos montado en una cámara de *rf-sputtering* para el depósito de películas.

Esta cámara-soporte o cámara de enfriamiento consiste de dos partes: la parte interna es un cilindro el cual posee aletas sobre su superficie, como se muestra en la Fig. 2, y

la parte externa es otro cilindro que sirve como camisa de enfriamiento y está soldada a la parte interna. Estos dos cilindros forman un conjunto que contiene ductos internos en su parte media generados por las aletas del cilindro interior y a través de ellos es posible hacer circular un líquido refrigerante para remover el calor del sistema de calentamiento sin que éste tenga contacto con el interior de la cámara de depósito. Adicionalmente, la camisa de enfriamiento cuenta con dos tubos soldados de acero inoxidable por donde se introduce y evacúa el líquido refrigerante, los cuales se conectan a los tubos de un pasamuros mediante conectores tipo VCR y de ahí a un sistema de refrigeración y circulación del refrigerante en el exterior. Esta cámara de enfriamiento cuenta también con un soporte o base soldada, que sirve para fijar el sistema a la cámara de vacío. Para fijar el recipiente cerámico a la cámara de enfriamiento se construyó un anillo sujetador de acero inoxidable que es atornillado a la cámara y funciona como retén para el recipiente. Al ensamblar el recipiente cerámico dentro del cilindro aletado, los soportes cerámicos quedan atrapados y con ello la resistencia queda fija y aislada térmicamente de la cámara.

La Fig. 3 muestra cada uno de los componentes que constituyen el sistema de calentamiento para dar una idea general de la forma en que éste está ensamblado.

Como se muestra en la Fig. 3, el diseño considera un rápido intercambio de la resistencia en caso que ésta sufra daños por su uso, lo cual se logra simplemente desatornillando las puntas de la resistencia de los conectores eléctricos (Fig. 1) y también el anillo sujetador que retiene al recipiente cerámico donde está montada (Fig. 3). De esta forma se desacopla el recipiente cerámico del cilindro aletado, y a su vez los soportes cerámicos quedan libres, y al retirarlos se puede intercambiar fácilmente la resistencia.

En la Fig. 3 también se aprecia que el sistema de calefacción está montado de tal forma que su centro coincide con el centro de un puerto tipo KF 2.75" de la cámara de vacío en el cual se encuentra instalado un pasamuros rotatorio. Esto permite que el porta sustratos pueda rotarse dentro de la cámara, ya que a través de unos orificios pasantes hechos en el centro del sistema de calentamiento (recipiente cerámico, cilindro aletado y camisa de enfriamiento), éste puede ser conectado con el pasamuros mediante un eje cerámico y así transmitirle el movimiento de rotación que es generado por un motor de corriente continua y velocidad variable. El porta-sustrato, construido de acero inoxidable, está conectado al eje cerámico por un eje de molibdeno para evitar la corrosión debido a que atraviesa la zona más caliente del horno. Para medir la temperatura se utiliza un termopar tipo "K" en contacto con una masa de molibdeno a una distancia de 5 mm del porta-sustrato y fijado por un termocople cerámico. La corriente eléctrica es proporcionada a la resistencia con una fuente de poder de voltaje variable marca Sorensen que proporciona hasta 40 V y 25 A de corriente directa. La potencia suministrada por la fuente de poder se modula por un controlador Omega de acuerdo con la lectura registrada por el termopar y el valor deseado de temperatura. Este controlador posee un

sistema PID lo que permite una excelente estabilidad en el control de la temperatura del sistema.

En la Fig. 4 se muestra el sistema de calentamiento montado en la cámara de *rf-sputtering*, y en la cual se observan

- (a) las conexiones de las terminales del termopar,
- (b) las terminales de suministro de energía eléctrica a la resistencia y
- (c) los conectores tipo VCR que suministran el refrigerante al sistema.

Dichas conexiones se llevaron a cabo empleando pasamuros para evitar fugas, corto circuito y contaminación por el refrigerante, respectivamente. Cabe remarcar que el diseño del sistema fue pensado para que con un pequeño cambio de su base, así como de la disposición de sus conexiones, pueda adaptarse fácilmente a cualquier otro sistema de depósito de vacío. Es de remarcar, que para evitar degasamiento de contaminantes atrapados en los poros de los elementos que conforman al sistema de calentamiento cuando este es instalado dentro del sistema de vacío, cada una de sus partes de acero inoxidable fueron electropulidas y posteriormente la totalidad de los componentes fueron limpiados mediante un baño ultrasónico usando una serie de solventes orgánicos como hexano, acetona, isopropanol y enjuagadas con agua deionizada.

3. Calibración del sistema

Debido a que la resistencia transfiere el calor por radiación al portasustrato, el cual a su vez lo transferirá a la película por conducción, es necesaria la calibración del mismo. Para determinar la temperatura real a la cual se encuentra el portasustrato respecto de la temperatura determinada por el termopar, se llevó a cabo el procedimiento que se describe a continuación: se colocó un termopar temporal en contacto con la superficie del portasustrato y se puso en funcionamiento el sistema de calentamiento a una temperatura determinada establecida en el controlador de temperatura. Se registró la temperatura leída en el termopar provisional y la temperatura leída en el controlador. Esta operación se repitió para varios valores de temperatura y finalmente se hizo una gráfica de la temperatura del sustrato en función de la temperatura en el controlador. En la Fig. 5 se muestra las mediciones tomadas dentro del área de depósito, que corresponden a distancias de 10, 16 y 22 mm respecto al centro del portasustrato.

A partir de la gráfica de la Fig. 5 se hizo un ajuste lineal obteniéndose una relación que permite calcular la temperatura real del portasustrato para cualquier valor de temperatura establecido en el controlador. Este proceso de calibración se hizo necesario debido a que el termopar del sistema, el cual es leído por el controlador, no se encuentra en contacto directo con el portasustrato, como ya se mencionó anteriormente, para permitir la rotación del mismo.

En la Fig. 6 se muestra la dependencia de la potencia suministrada contra la temperatura del sustrato.

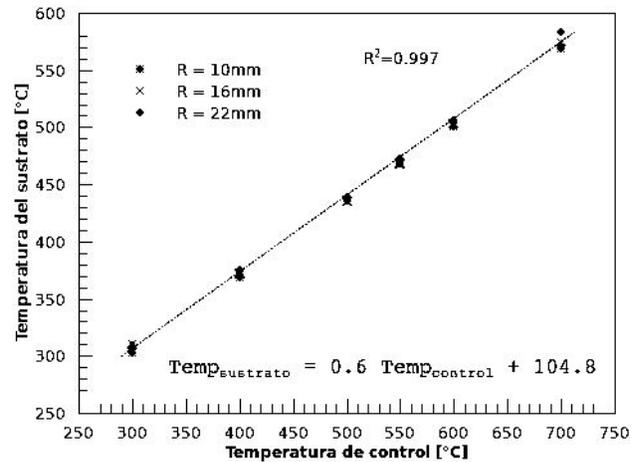


FIGURA 5. Temperatura del sustrato con respecto a la temperatura medida por el control de temperatura a diferentes distancias del centro del portasustrato.

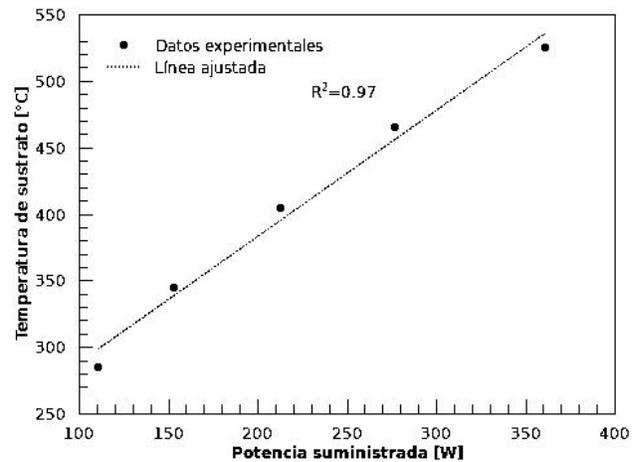


FIGURA 6. Potencia empleada contra la temperatura de sustrato obtenida.

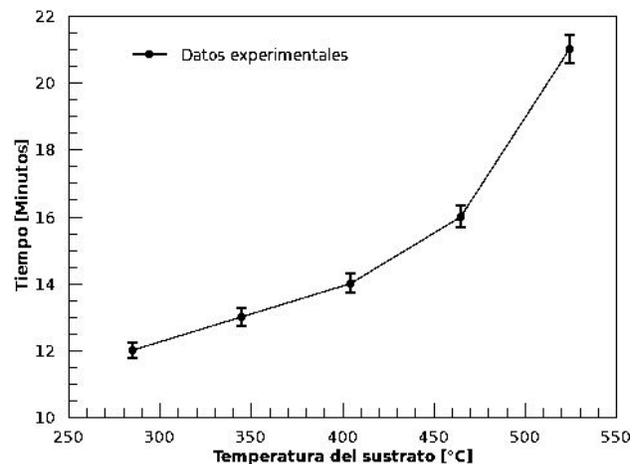


FIGURA 7. Temperatura del sustrato y el tiempo necesario para alcanzarla.

La potencia, P , fue calculada a partir de la resistencia, R , y la corriente suministrada, I , $P = I^2R$. La Fig. 6 muestra una relación lineal de la potencia suministrada contra la temperatura del sustrato.

Como parte de la calibración, también se determinó el tiempo mínimo necesario para que el sistema llegue a su estado estable. Estas mediciones se muestran en la Fig. 7, donde se grafica la temperatura que se desea obtener en el porta sustrato y el tiempo correspondiente para que el sistema alcance dicha temperatura. Cabe mencionar que una vez alcanzada esta temperatura el sistema de control es suficientemente estable debido a la calibración automática de los parámetros del sistema PID y no se registran variaciones de temperatura de manera significativa.

De la figura anterior se puede apreciar que es necesario, por ejemplo, para alcanzar una temperatura menor a 550°C de un tiempo de estabilidad de menos de 22 minutos, el cual es generalmente menor al que requiere la técnica durante la preparación previa al depósito, que incluye: llegar a la presión final deseada, generar el plasma, limpiar el blanco, introducir los gases reactivos y alcanzar el flujo y presión adecuadas de los mismos.

Para corroborar que la disipación de calor del sistema de calentamiento hacia el interior de la cámara de depósito es mínima, se midió la temperatura sobre la superficie exterior del calentador, para lo cual se colocaron termopares en tres distintas zonas tal como se muestra en la Fig. 8. Estas temperaturas se midieron como función de la temperatura del sustrato.

La Fig. 9 muestra los valores de temperatura obtenidos para los puntos A, B y C -Fig. 8- sobre el exterior del sistema de calentamiento como función de la temperatura del portasustrato. Las gráficas muestran que la temperatura a la cual se encuentra el exterior del sistema de calentamiento no es alta comparada con la temperatura establecida en el porta sustrato. Para una temperatura de operación de 375°C se registraron temperaturas en el exterior de 66 , 47 y 77°C en los puntos A, B y C, respectivamente. Sin embargo, estas temperaturas aumentan a medida que la temperatura de operación se hace mayor, como puede corroborarse en la gráfica de la Fig. 9, donde se observa que para la temperatura de operación de 550°C , la temperatura en el exterior aumenta hasta 101 , 65 y 131°C en los puntos A, B y C, respectivamente. La temperatura más alta se registra en el punto C, que corresponde a la parte posterior del sistema de calentamiento, lugar a través del cual el sistema se fija a una de las paredes de la cámara de depósito mediante las patas de la base soldada al sistema de calentamiento. Para minimizar el calentamiento de esta pared, y consecuentemente del resto de la cámara, se colocaron calzas cerámicas entre ella y la base del sistema. Adicionalmente, para evitar el calentamiento de la pared por radiación, se colocó un serpentín en su cara externa para enfriar la zona.

Por otra parte, dado que las temperaturas alcanzadas en la superficie exterior del sistema de calentamiento no son altas, no se afectan las propiedades mecánicas de los materiales utilizados en su construcción. Además, en la inspección

del calentamiento de las paredes de la cámara de depósito, no se encontraron temperaturas superiores a los 40°C sobre ellas para la máxima temperatura de sustrato (800°C), lo que corrobora que el calor transferido por radiación del horno hacia la cámara es muy bajo con efectos despreciables sobre los procesos de crecimiento.

4. Resultados y discusión

Para evaluar el desempeño del sistema de calentamiento se depositaron muestras de BaTiO_3 sobre sustratos de nicromel con temperaturas de sustrato desde 375 hasta 549°C , las cuales fueron caracterizadas por espectroscopia de energía dispersiva (EDS), microscopia electrónica de barrido (SEM) y difracción de rayos X (DRX). Los detalles del procedimiento de fabricación ya han sido publicados [17,18].

Se determinó que el sistema de calentamiento es capaz de operar dentro de la cámara de vacío del sistema de *rf*-

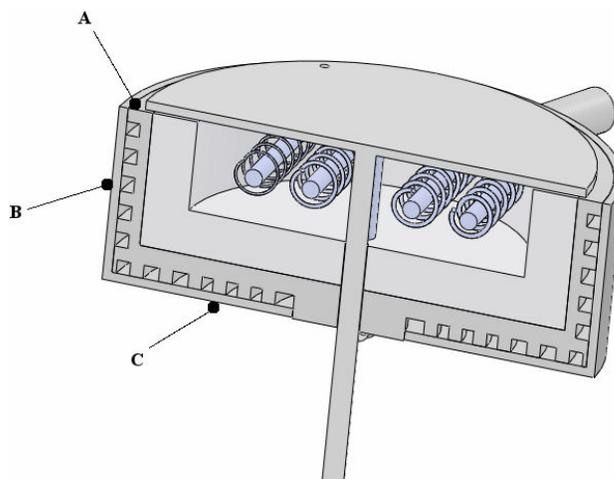


FIGURA 8. Corte transversal donde se muestran las posiciones A, B y C en el exterior del sistema de calentamiento donde se midió la temperatura como función de la temperatura del porta sustrato.

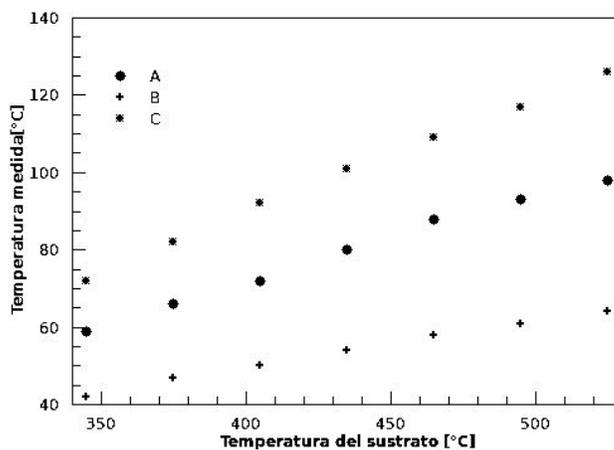


FIGURA 9. Valores de la temperatura en los puntos A, B, C respecto a la temperatura del porta sustrato.

sputtering pudiéndose obtener vacíos del orden de 10^{-6} Torr o menores, lo cual sugiere que todos los materiales con que éste fue construido son inertes dentro de la cámara y no son fuentes de contaminación.

Los resultados de EDS de las películas preparadas con el sistema de calentamiento funcionando, es decir, con tratamiento térmico *in situ*, mostraron que se mantiene la estequiometría de las películas sin la presencia de picos ajenos a los materiales implicados en el proceso de depósito, confirmando que en el proceso de tratamiento térmico *in situ* no hay contaminación de las películas proveniente del sistema de calentamiento.

La Fig. 10 muestra los espectros de difracción de rayos X de las muestras de BaTiO₃ depositadas sobre nicromel con diferentes temperaturas de sustrato que van desde 375 hasta los 549°C. Los dos picos de alta intensidad corresponden a las reflexiones debidas al sustrato de nicromel, mientras que los picos restantes fueron indexados utilizando la tarjeta 050626 de los archivos de difracción de polvos (PDF, por sus siglas en inglés) correspondiente a la fase tetragonal del BaTiO₃. En esta figura puede observarse la evolución de la fase de cristalina perovskita con el incremento de la temperatura del sustrato. Para una temperatura de 375°C, la película es amorfa, mientras que a 435°C el material empieza a ser cristalino puesto que aparece un pico de difracción correspondiente al plano (101). El incremento en la temperatura, resulta en un incremento de la intensidad del pico y en un aumento evidente de la cristalinidad de las películas, las cuales muestran una fase puramente tetragonal sin fases secundarias. Lo anterior corrobora el buen funcionamiento del sistema de calentamiento para proporcionar tratamientos térmicos *in-situ* ya que, como se comprobó por difracción de rayos x, es posible cristalizar las películas delgadas durante el proceso de depósito. Además es importante resaltar que con este sistema de calentamiento, fue posible cristalizar las películas de BaTiO₃ a temperaturas menores que las reportadas para tratamientos térmicos *ex situ* [1].

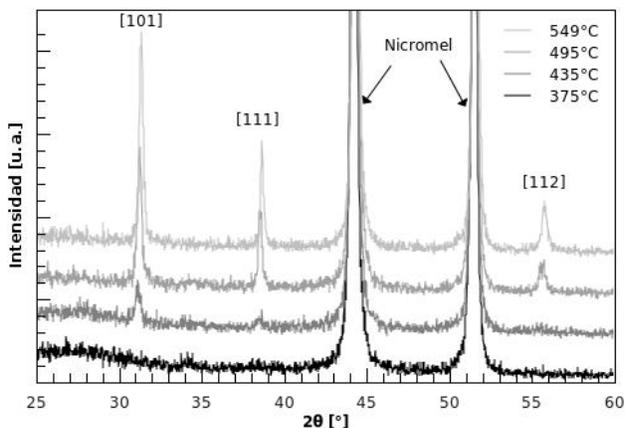


FIGURA 10. Difractogramas de rayos X de películas de BaTiO₃ sobre nicromel.

5. Conclusiones

Se diseñó, construyó y validó un sistema de calentamiento de sustratos para la realización de tratamientos térmicos *in situ* en la obtención de películas delgadas mediante la técnica de *rf-sputtering*. El sistema es limpio y no introduce impurezas o contaminación a la cámara de depósito. Con su uso durante el depósito se obtienen materiales cristalinos en forma de película delgada. El sistema provee una temperatura uniforme al sustrato, puede operar por largos períodos de tiempo, es bastante más barato que los comerciales y de fácil servicio de mantenimiento.

Agradecimientos

Este trabajo se realizó con el apoyo del Instituto Politécnico Nacional a través del proyecto SIP-IPN (No. 20090484), de la SEP-CONACYT (SEP-2004-001-47934) y PAPIIT-UNAM (IN107708-3). Gracias a E. Aparicio, I. Gradilla y P. Casillas por todo su apoyo técnico.

- X.H. Zhu *et al.*, *J. Eur. Ceram. Soc.* (2009)
- K. Sreenivas, I. Reaney, T. Maeder y N. Setter, *J. Appl. Phys.* **75** (1994) 232.
- W.J. Lee, Y.M. Kim y H.G. Kim, *Thin Solid Films* **269** (1995) 75.
- S.T. Kim, H.H. Kim, M.Y. Lee y W.J. Lee, *Jpn. J. Appl. Phys.* **36** (1997) 294.
- M.P. Cruz *et al.*, *Ferroelectrics* **225** (1999) 319.
- T. Watanabe, *Nanoplatting: Microstructure Control Theory of Plated Film Microstructure* (Elsevier 2004) p. 385.
- C.J. Robbie y C.T.H. Stoddart, *J. Phys. E: Sci. Instrum.* **1** (1968) 56.
- M. Herrera *et al.*, *Rev. Mex. Fís.* **48** (2002) 61.
- J.C. Clark, J.P. Maria, K.J. Hubbard y D.G. Schlom, *Rev. Sci. Instrum.* **68** (1997) 2538.
- P.L. Swart, B.M. Lacquet y S. Reynecke, *IEEE Trans. on Nucl. Sci.* **40** (1993) 3.
- A. Ceylan, E. Kaynak, S. Ozcan y T. Firat, *Turk J. Phys.* **28** (2004) 265.
- V. Kumar y A.K. Gupta, *Meas. Sci. Technol.* **4** (1993) 790.
- T.E. Jones, W.C. McGinnyis y J.S. Briggs, *Rev. Sci. Instrum.* **4** (1994) 65.
- V.G. Shengurov, S.P. Svetlov, V.A. Tolomasov y V. Yu. Chalkov, *Instruments and Experimental Techniques* **47** (2004) 715.
- I.H. Kazia, P.M. Wilda, T.N. Moorea y M. Sayerb, *Thin Solid Films* **433** (2003) 337.
- K. handbook, *Resistive Heating Alloys and Elements for Industrial Furnaces* (Kanthal AB, 1989) p. 10

17. V. Torres-Heredia *et al.* *Adv. In Tech. Of Mat. And Mat. Proc. J (ATM)* **2** (2005) 105.
18. A . Márquez-Herrera, A. Zapata-Navarro y Ma. De La Paz Cruz-Jáuregui, *J. of Mat. Sci.* (2005) 1.