

**PELÍCULA DE AISLAMIENTO ELÉCTRICO BASADA EN ÓXIDOS DE
COBRE PARA RECUBRIMIENTOS DE COBRE Y SU PROCESO DE
OBTENCIÓN**

5 CAMPO DE LA INVENCION

[001] La presente invención se ubica en el sector de materiales, principalmente en el área de recubrimientos homogéneos de óxidos de cobre sobre superficies de cobre para aislamiento eléctrico.

10

RESUMEN DE LA INVENCION

[002] La invención se encuentra dirigida a una película de aislamiento eléctrico compuesta predominantemente por óxidos de cobre; y su proceso de obtención. La película de óxido de cobre se crece sobre una superficie de cobre por oxidación térmica del cobre. La película se comporta como un aislante eléctrico, aislando eléctricamente la superficie de cobre. La película de óxido de acuerdo con la presente invención puede tener aplicaciones en las que se requiera el aislamiento eléctrico de superficies de cobre. Al ser la película muy delgada, resistente a la alta temperatura y con alta conductividad térmica, ésta presenta grandes ventajas respecto de los materiales aislantes eléctricos convencionales.

20

OBJETO DE LA INVENCION

25

[003] La presente invención se relaciona con una película de óxido de cobre que se crece sobre superficies de cobre, la cual puede ser utilizada como aislamiento eléctrico, de manera tal, que puede tener aplicaciones de aislamiento a alta temperatura y en aplicaciones en donde se requiere buen acople térmico entre el medio exterior y la superficie de cobre.

30

ESTADO DE LA TÉCNICA

[004] El cobre es un material que por sus propiedades eléctricas y térmicas y su bajo costo es ampliamente usado como conductor eléctrico y térmico. A menudo, en diferentes aplicaciones electrónicas es necesario aislar eléctricamente las superficies de cobre, para ello se dispone de una gran variedad de aislantes eléctricos que pueden ser polímeros, pinturas y esmaltes, entre otros. Sin embargo, hay situaciones en los que este tipo de aislantes no satisfacen los requerimientos y disminuyen o alteran la eficiencia en la transferencia de calor; por ejemplo, el aislamiento eléctrico de las superficies de cobre utilizado en la fabricación de bobinas es ineficiente cuando se requiere trabajar con las bobinas a altas temperaturas ($T > 300^{\circ}\text{C}$); o en aplicaciones de fabricación de hornos resistivos en los cuales el calor debe ser eficientemente transferido desde la resistencia eléctrica hasta la superficie del cobre que constituye el cuerpo del horno, pero la resistencia no puede estar en contacto directo con la superficie, pues la resistencia se colocaría en corto circuito.

[005] En este caso el aislamiento eléctrico entre la resistencia eléctrica y la superficie de cobre, por lo regular, es una capa de cemento refractario, que cumple con el requerimiento de aislar eléctricamente la resistencia de la superficie de cobre, pero influye negativamente en el acople térmico entre la resistencia calentadora del horno y la superficie del mismo, es decir, la transferencia de calor desde la resistencia eléctrica hacia la superficie de cobre del horno es deficiente.

[006] En el ámbito de las patentes, se conoce el documento ES2217812 la cual reporta un método electroquímico para la producción de una capa de recubrimiento de tipo inorgánico sobre un elemento de aleación de cobre o basado en éste elemento, en donde el método comprende la oxidación anódica del cobre en un baño electrolítico de solución acuosa alcalina con densidad de corriente y temperatura controlados hasta formar una capa de óxido cuproso (Cu_2O) con un espesor determinado, en donde dicha capa tiene una estructura cristalina que brinda un color rojizo característico al recubrimiento.

[007] Sin embargo, en la actualidad no existe un material de aislamiento basado en óxidos de cobre sintetizados térmicamente que pueda ser utilizado tecnológicamente como aislamiento eléctrico y a la vez, como medio de transporte

del calor. El problema del bajo acoplamiento térmico entre la resistencia calentadora del horno y la superficie del mismo se minimiza al incluir como aislante eléctrico una fina capa de óxidos de cobre. Existe una variedad de óxidos de cobre, pero estos óxidos son normalmente semiconductores y no pueden ser utilizados como aislantes eléctricos. Existe otra categoría de óxidos que son aislantes eléctricos, pero son inestables, es decir, sus propiedades cambian durante la síntesis o inmediatamente después de la síntesis en atmósfera de ambiente.

[008] En la actualidad no se conocen métodos físico-químicos (oxidación térmica) para la síntesis de compuestos de óxidos de cobre que cumplan con los requisitos técnicos para que puedan ser utilizados como aislantes eléctricos, siendo una necesidad en el estado del arte, encontrar procesos para la obtención de películas de óxidos de cobre que se crezcan sobre una superficie de cobre y que funcionen como aislantes eléctricos. En la presente invención se ha desarrollado un proceso de crecimiento de una película de óxidos de cobre sobre superficies de cobre, la cual tiene propiedades apropiadas para ser utilizada como aislamiento eléctrico. En este sentido, la película o compuesto sintetizado presenta una resistencia eléctrica entre $100K\Omega$ y $500 M\Omega$. Estas propiedades se refieren a estabilidad química, estabilidad térmica, estabilidad eléctrica, buena adherencia a la superficie, eficiente en la transferencia de calor y eficiente como aislante eléctrico.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LOS DIBUJOS

[009] La figura 1 muestra tubos, alambres y cuerpos de cobre oxidados.

[010] La figura 2 ilustra diferentes películas de óxidos obtenidas de acuerdo con el proceso de la presente invención.

[011] La figura 3 muestra un difractograma de rayos X obtenido en modo acoplado de una muestra de cobre sin oxidar.

[012] La figura 4 corresponde a un difractograma de rayos X de cobre puro y cobre oxidado (M1; M2 y M3).

[013] La figura 5 muestra imágenes SEM en amplificación 10KX (izquierda y 50KX (derecha) de la muestra C1 con una excitación de 15KV.

[014] La figura 6 muestra imágenes SEM en amplificación de 10KX (izquierda) y 50KX (derecha) de la muestra M1 con una excitación de 20 KV.

[015] La figura 7 muestra imágenes SEM en amplificación de 10KX (izquierda) y 50 KX (derecha) de la muestra M2 con una excitación de 20KV.

[016] La figura 8 ilustra una comparación de un óxido cuproso reportado en la literatura (izquierda) y la imagen SEM de la muestra H1 en donde se observa el espesor y las formas geométricas de la película de óxidos.

[017] La figura 9 ilustra las medidas de espesor de las muestras H2-H7 a 12.5Kv.

[018] La figura 10 muestra una gráfica de la medida de impedancia eléctrica y su ajuste teórico para la muestra S1.

[019] La figura 11 representa la gráfica de las medidas de impedancia eléctrica y ajuste teórico de la muestra Hm10.

[020] La Figura 12 muestra los resultados de dos mediciones de impedancia eléctrica en la muestra Hm 10. Para efectos de comparación, en los recuadros se incluyen los resultados de las mediciones en la muestra S1.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

[021] En un aspecto la presente invención se encuentra dirigida a una película de aislamiento eléctrico basada en óxidos de cobre. Esta película podría ser utilizada para múltiples aplicaciones tales como: protección de superficies, fotocatalizador, semiconductor, pero para esta invención, la aplicación está enfocada en ser utilizada para recubrimientos de superficies de cobre en donde la película aísla eléctricamente la superficie de cobre, y mejora la capacidad de transferencia de calor desde la superficie del óxido de cobre a la superficie de cobre respecto de otros aislamientos convencionales.

[022] En este sentido, la película de óxidos de cobre de acuerdo con la presente invención tiene unas ciertas propiedades novedosas como son: estabilidad química, estabilidad térmica, estabilidad eléctrica, buena adherencia a la superficie, eficiente en la transferencia de calor y eficiente como aislante eléctrico comparado con otros aislantes eléctricos como las cerámicas. La película de óxido de cobre de acuerdo con la presente invención se caracteriza porque tiene un espesor que varía desde 0.5 μm y 1.5 μm y tiene una resistencia eléctrica entre 100K Ω y 500M Ω .

[023] En otro aspecto, la presente invención también está dirigida al proceso experimental de fabricación u obtención de dicha película para hacer crecer una película de óxidos de cobre sobre una superficie de cobre, el cual comprende las siguientes etapas:

- 5 a. Proporcionar una materia prima que es cobre comercial que puede tener una pureza entre el 99.0% y 99.5% y con unas impurezas del 0.0001 hasta el 0.5%, en donde las impurezas pueden ser Zinc (Zn); antimonio (Sb) y Silicio (Si), entre otros,
- b. Someter a pulido mecánico de la materia prima de cobre que se desea recubrir mediante el óxido, esto se puede hacer mediante pulido mecánico con abrasivos tales como lija de agua 2000-2500 – 3000;
- 10 c. Lavar la superficie obtenida del paso b) anterior, con jabón industrial;
- d. Lavar con isopropanol (IPA) con ultrasonido;
- e. Someter la superficie obtenida de los pasos anteriores a una oxidación térmica, la cual se hace a través de un horno con una tasa de calentamiento, que comprende las siguientes sub-etapas:
 - 15 (a1) incrementar la temperatura entre 10°C/min a 20 °C/min, preferiblemente de 10°C/min a 15°C/min partiendo desde la temperatura ambiente en un rango de 18°C - 28°C hasta alcanzar una temperatura entre 250°C y 300°C, de mayor preferencia entre 260°C y 280°C, de aún mayor preferencia a 270°C, y subsiguientemente,
 - 20 (a2) incrementar la temperatura a una tasa de aumento de temperatura entre 0.5°C/min y 4°C/min, de mayor preferencia, entre 1°C/min y 3°C/min y más preferiblemente, a 2°C/min hasta alcanzar una temperatura final entre 320°C y 340°C, de preferencia entre 330°C y 335°C y más preferiblemente una temperatura de 332°C, en donde el tiempo de oxidación térmica se encuentra entre 40 minutos y 60 minutos, de mayor preferencia entre 45 minutos y 55 minutos y de aún mayor preferencia entre 46 minutos y 50 minutos y preferiblemente 48 minutos.
 - 25
- 30 f. Enfriar el material con la película ya formada hasta 50°C en condiciones normales de presión de 101325 Pa (1 atm) y en un tiempo de desde 100 minutos hasta 150 minutos, preferiblemente entre 130 minutos y 145

minutos, de mayor preferencia entre 135 y 140 minutos, preferiblemente 138 minutos.

[024] De acuerdo con el proceso anterior, se ha encontrado que, bajo las condiciones establecidas anteriormente, se obtiene una película de un espesor entre 0.5 y 1.5 micrómetros (μm). El espesor fue determinado utilizando la técnica de espectroscopia SEM. La resistencia eléctrica del material sintetizado, está comprendida entre valores de 100K Ω y 500 M Ω , lo cual de acuerdo con lo establecido en la literatura corresponde a un compuesto pobremente conductor con características de aislante eléctrico.

[025] La película de óxido puede llevarse a cabo de una mejor forma y obtenerse a partir de un proceso de oxidación térmica, sometiendo las muestras a cambios de temperatura en un horno en atmósfera de aire, controlando variables tales como tiempo de exposición, tasa de cambio de temperatura y temperatura final. Las muestras inicialmente se llevan desde temperatura ambiente en un rango de 18°C - 28°C hasta una temperatura de 330°C, con un tiempo aproximado de oxidación de una hora; por último, se apaga el horno y se deja enfriar. A partir de este procedimiento se obtiene una fina película de óxidos de cobre crecida sobre la superficie del cobre. Una vez culminado el proceso de oxidación, debe detenerse el tratamiento térmico para que no continúen formando fases indeseadas y se obtenga la fase que se requiere. En la Figura 1 se observan diferentes cuerpos de cobre que se han oxidado bajo el método o proceso de la invención, obteniendo reproducibilidad de la película del óxido y conservando sus características de adherencia y de aislamiento eléctrico.

[026] Se aclara que a lo largo del desarrollo de la presente invención se obtuvieron una gran variedad de películas como se observa en las muestras de la Figura 2, a partir de diferentes procesos de oxidación térmica, y que el procedimiento descrito con anterioridad permitió encontrar la película de óxido de cobre adecuada para aplicaciones eléctricas y térmicas, conforme con los requerimientos preestablecidos que se relacionan más adelante.

[027] Para que la película de óxidos crecida sobre cobre pueda ser utilizada en las aplicaciones que se prevén en esta invención, debe tener los siguientes requerimientos:

- Tener buena adherencia a la superficie de cobre donde creció y no deteriorarse con el contacto mecánico.
- Ser un buen aislante eléctrico.
- Soportar sucesivos calentamientos y enfriamientos sin alterarse.

5 **[028]** Las películas de óxido obtenidas mediante el proceso de fabricación de acuerdo con la presente invención, seleccionadas para los estudios que se exponen a continuación cumplen con los requerimientos establecidos para su aplicación tecnológica. Dichas películas tienen las especificaciones de adherencia y resistencia eléctrica adecuadas para las aplicaciones térmicas y de aislamiento
10 eléctrico.

[029] Como parte del desarrollo de la presente invención, se realizó un estudio de espectrometría con el objetivo de caracterizar el cobre de la materia prima usada por medio de análisis químico y determinar la presencia de otros
15 elementos en el cobre comercial adquirido para esta invención. El análisis se desarrolló con un espectrómetro de chispa Armstrong V950, ubicado en el Centro de Materiales y Ensayos Regional, distrito capital del SENA. Los resultados que arrojó el estudio se observan en la Tabla 1. Se identifica que el porcentaje de cobre en el material es de 99.498% correspondiendo a 2N5, y las impurezas en mayor porcentaje son Si, Sb y Zn.

20 **Tabla 1.** Resultados del análisis químico de las muestras de cobre utilizadas.

Elemento medido	Concentración (%)	Elemento medido	Concentración (%)
Se	0,003	As	0
Zn	0,1141	Be	0,0031
Pb	0,008	Bi	0,04
Fe	0,001	Mn	0,0018
Sn	0,003	P	0,0004
Ni	0,002	Si	0,157
Al	0,0002	Co	0,0432
Sb	0,122	Cr	0,0038

[030] El cobre analizado es una muestra comercial que, de acuerdo a las especificaciones del proveedor, cumple con la norma técnica ASTM B 280 que exige

al menos un 99.9% de Cu pero, de acuerdo al análisis químico presentado en la Tabla 1, las muestras de Cu no cumplen con esta norma.

[031] Con el objetivo de identificar los óxidos presentes en la película de aislamiento eléctrico del cobre de acuerdo con la presente invención, se realizó una exploración inicial con la técnica de difracción de rayos X. Los difractogramas de haz rasante fueron obtenidos en el Centro de Asistencia a la Investigación Difracción de Rayos X de la Universidad Complutense de Madrid, en un difractómetro multi-propósito PANalytical modelo X'Pert PRO MRD y en el Instituto Interdisciplinario de las Ciencias de la Universidad del Quindío en un Difractómetro de Rayos X Bruker D8 Advance se obtuvieron en el modo acoplado.

[032] Inicialmente se presenta la caracterización por DRX del material precursor sin oxidar. En el difractograma de la Figura 3 se identifican cuatro máximos de difracción asociados al cobre metálico (PDF 03-065-9026). Los máximos de difracción de mayor intensidad corresponden a los planos cristalográficos (111), (200), (220) y (311) para los ángulos (2θ 43.3, 50.5°, 73.99 y 89.93°, respectivamente.

[033] Teniendo en cuenta la posición de los máximos de difracción, se calculó el parámetro de red del cobre utilizando la ley de Bragg con un valor para la línea $K\alpha$ del cobre de 1.5425 Å, y la relación entre índices de Miller y distancia interplanar, obteniendo un valor promedio de 3.62 Å.

[034] En la Figura 4 se presentan los difractogramas para tres muestras oxidadas bajo iguales condiciones experimentales, identificadas como M1, M2 y M3, y para efectos de comparación, el difractograma del Cu. En todos ellos se evidencia la presencia de los picos característicos del cobre metálico, como material sustrato, y los máximos de difracción del óxido cuproso cúbico (PDF 01-078-2076) ubicados en 30.1, 36.4, 42.3, 61.4, 74.2 y 77.3°. En estos difractogramas se observa además un máximo de difracción de baja intensidad en 25.3° que no ha sido identificado ni dentro de los máximos del Cu ni del Cu_2O cúbico. Las opciones de identificación consideradas se discuten a continuación.

[035] Existen reportes de máximos de difracción en 25° asociados al Cu_xP_y siendo una opción factible pues el P está presente como contaminante en el sustrato Cu, según la norma ASTM B 280. Comparando la intensidad relativa del máximo en

25° para los difractogramas acoplado y rasante, se observa que la intensidad es mayor en este último modo de medida, lo que lleva a concluir que es una respuesta predominante en la película y no en el sustrato. Es decir, en el modo acoplado en donde la radiación penetra a mayor profundidad, la intensidad relativa es muy baja mientras que, en modo de haz rasante, aumenta su intensidad. Si se considerara la posible difusión de fósforo desde el cobre hacia la superficie, cabe la posibilidad de que se formen compuestos Cu-P-O.

[036] Otra posible consideración es atribuirle la presencia de este máximo a otras fases de óxidos no estequiométricos o a óxidos como el Cu_3O_2 . Este último es una fase metaestable del óxido cuproso y se ha reportado en la literatura que, para las temperaturas de oxidación utilizadas en este trabajo, se tiene una alta probabilidad de formación de esta fase. Este óxido exhibe un máximo de difracción en un ángulo 2θ de 25°, pero para esta forma cristalina se reporta además un máximo de mayor intensidad en 39.9°, pico que no se observa en los difractogramas obtenidos. En el estado de la técnica se demuestra que las diferentes estructuras geométricas de cristales del Cu_2O influyen en la intensidad relativa de los máximos de difracción. Es así como, para cristallitos cúbicos y octaédricos se tienen intensidades mayores en (100) y (111), respectivamente, mostrando direcciones preferenciales asociadas a la geometría de los cristales. De acuerdo a este resultado, se podría tener Cu_3O_2 con una dirección preferencial. Por último, a otro compuesto al que también se le podría atribuir el máximo de difracción en 25° es al CuHO_2 .

[037] Considerando los argumentos expuestos y lo que se sabe del estado de la técnica, que reportan la dificultad para identificar esta fase y sugieren realizar medidas electroquímicas para evidenciar su presencia, se propone como un desarrollo futuro, llevar a cabo mediciones de voltametría de barrido lineal (LSV por su nombre en inglés) que permitirían identificar la presencia de Cu_3O_2 .

[038] Utilizando el procedimiento descrito anteriormente, se calculó el parámetro de red del Cu_2O obteniéndose un valor promedio de 4.27 Å, similar al reportado (4.288 Å).

[039] Además de los estudios de DRX se observaron las películas de óxidos mediante microscopía electrónica de barrido, obteniendo diferencias morfológicas asociadas a la temperatura de oxidación, como se describe a continuación.

[040] Con el objetivo de estudiar las propiedades morfológicas de las superficies de cobre oxidadas de acuerdo con el proceso de la presente invención, se realizaron medidas de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). El estudio se desarrolló en el Instituto de Investigaciones en Estratigrafía-IIES de la Universidad de Caldas, que cuenta con un equipo SEM, FEI QUANTA 250.

[041] Inicialmente, se caracterizó una película que presumiblemente podía servir para las aplicaciones previstas; sin embargo, la película fue descartada por su moderada conductividad eléctrica. Se modificó la temperatura de oxidación (de 310°C se pasó a 330°C) y el tipo de horno en el que se llevó a cabo el tratamiento de oxidación: de horno tubular con los extremos abiertos se pasó a una mufla cerrada, y la tasa de calentamiento cambió de 5°C/min a 10°C/min. Después se realizó la caracterización de la película de óxido que resultó apta para la aplicación como aislamiento eléctrico.

[042] En la presente invención se presentan ambos resultados porque permite identificar las diferencias morfológicas entre una película aislante y otra semiconductora. La Figura 5 muestra la morfología de la película semiconductora C1 (imágenes tomadas a dos diferentes ampliaciones: Figura 5.a en escala de 10KX y Figura 5.b en escala de 50KX). En estas micrografías se identifica la presencia de granos con tamaños que van desde los 200 nm hasta los 350 nm. Este tipo de morfología es ampliamente conocida para la oxidación térmica del cobre a bajas temperaturas, en donde no se observan facetas ni planos geométricos.

[043] En la Figura 6 y Figura 7 se presentan los resultados de la caracterización por SEM de dos muestras de la película de óxido aislante de acuerdo con la presente invención, evidenciándose la formación de policristales de diferentes tamaños que pueden variar de 200 nm hasta 1000 nm aproximadamente. De acuerdo a los resultados de DRX estos son cristales de Cu_2O . Sin embargo, no se observa con claridad qué tipo de cristallitos forma, pero de acuerdo a lo reportado en el estado de la técnica y basados en la caracterización de DRX y de impedancia eléctrica, se puede decir que la película está predominantemente formada por

cristales (*clusters*) con estructuras geométricas rombododecaédricos. Estas formas podrían observarse con un microscopio de mayor resolución SEM.

5 **[044]** Si se compara su morfología con la morfología de óxidos de cobre reportados en el estado de la técnica, estas películas de acuerdo con la presente invención se pueden considerar como óxidos protectores, que bloquean el proceso de oxidación debido a que la oxidación a bajas temperaturas se da por difusión en las fronteras de grano, y estas fronteras disminuyen con el aumento del tamaño de los cristales, lo que conduce a una disminución en la tasa de oxidación y se cree que estas formas pueden influir en las propiedades eléctricas.

10 **[045]** Para realzar la estructura policristalina, se presenta una imagen de la película de óxidos, en donde se alcanza a ver parte de la superficie y parte de la sección transversal, lo que permitió medir su espesor.

15 **[046]** Como se puede observar en la Figura 8, para efectos de comparación se presenta, a la izquierda, una imagen reportada en la literatura en donde se observan cristales de óxido cuproso que se genera después de una pasivación del Cu. A la derecha se presenta la imagen SEM de la muestra obtenida de acuerdo con el proceso de la presente invención denominada H1, en donde se observa el espesor y las formas geométricas de la película de óxidos.

20 **[047]** En las micrográficas mostradas en la Figura 9 se observan las medidas de espesor de películas de óxido, realizadas a diferentes muestras obtenidas a partir del proceso que se define en la presente invención para la obtención de la película de óxido adecuada para aislamiento eléctrico. Estas muestras fueron nombradas H. Las muestras se oxidaron bajo iguales condiciones experimentales que las muestras M.

25 **[048]** Para observar el espesor mediante microscopía electrónica, se realizó un rayado mecánico. Los espesores de las películas de óxidos varían aproximadamente entre 1 μm y 1.5 μm .

30 **[049]** En este sentido, se puede observar que la caracterización morfológica evidencia la formación de cristalitos para condiciones de oxidación del cobre de 310°C, como se discutió con anterioridad.

[050] Las medidas eléctricas preliminares de las superficies de cobre oxidado de acuerdo con la presente invención, fueron realizadas con un multímetro

FLUKE 289, con el que se midió continuidad eléctrica y resistencia eléctrica. Las medidas muestran que las películas seleccionadas no presentan conductividad eléctrica apreciable en la superficie y que la resistencia eléctrica medida por el multímetro arroja valores superiores a 200 MΩ y en algunos casos, supera los 500 MΩ que es el límite de medida del instrumento. Por lo tanto, se corrobora que las películas obtenidas tienen comportamiento de aislante eléctrico. Como se discutió en la sección anterior, estas películas de Cu₂O sintetizadas en esta invención, exhiben la presencia de cristallitos semejantes a los reportados en el estado de la técnica, de acuerdo a las imágenes SEM (Figura 8) así como también presentan un comportamiento aislante. Por lo tanto, y teniendo en cuenta los reportes de cristallitos rombododecaédricos de óxido cuproso con propiedades eléctricas aislantes, se presume que el comportamiento aislante de la película crecida de acuerdo con el proceso de la presente invención, está asociado a la presencia de cristallitos rombododecaédricos. El estudio del comportamiento eléctrico de la película se llevó a cabo utilizando la técnica de impedancia eléctrica y los resultados se presentan a continuación.

[051] Las mediciones de impedancia eléctrica de las muestras de óxidos de cobre estudiadas en esta invención fueron realizadas en un impedancímetro Hioky, disponible en el laboratorio de Física de Materiales Orgánicos e Inorgánicos en la Universidad del Quindío. Las medidas se efectuaron a temperatura ambiente en un rango de 18°C - 28°C en atmósfera de aire y se usaron electrodos de cinta de cobre; la cinta se enrolló transversalmente sobre los tubos de cobre, quedando ésta en contacto eléctrico con la película de óxido.

[052] A continuación, se presenta la caracterización de dos tipos de muestras de óxidos obtenidas de acuerdo con la presente invención. La primera muestra, identificada como S1 corresponde a una película de óxido que se obtuvo a una temperatura de 310°C en atmósfera de aire. La segunda muestra, identificada como Hm10 fue oxidada bajo las condiciones descritas con anterioridad para crecer el óxido aislante. Los resultados de las medidas de impedancia y del modelo circuital para el ajuste de la muestra S1 se observan en la Figura 10, en donde se obtiene una resistencia DC de aproximadamente 100 KΩ (R1). En la Figura 11 se observan los resultados de la caracterización de la muestra Hm10; el ajuste circuital indica

que el óxido presenta una resistencia DC de $9 \times 10^3 \text{ M}\Omega$. En la Tabla 2 y Tabla 3 se presentan los parámetros de ajuste de las dos muestras.

Tabla 2. *Parámetros utilizados para el ajuste teórico de la muestra S1.*

<i>Elemento</i>	<i>Valor</i>	<i>Error</i>	<i>Error %</i>
R1 (□□	1.039E5	N/A	N/A
CPE1-T	1.3948E-9	1.9907E-11	1.4272
CPE1-P	0.7822	N/A	N/A
C1 (F)	1E-15	N/A	N/A

5

Tabla 3. *Parámetros del circuito equivalente utilizados para el ajuste teórico de la muestra Hm10.*

<i>Elemento</i>	<i>Valor</i>	<i>Error</i>	<i>Error %</i>
R1	9 E9	N/A	N/A
CPE1-T	2.0078E-11	2.414E-13	1.2026
CPE1-P	0.9	N/A	N/A
C1	9.5E-12	N/A	N/A

[053] Se repitieron las medidas de impedancia para la muestra Hm10 con el fin de verificar la estabilidad de la muestra. En la Figura 12 se presentan los resultados de las dos mediciones (Medida 1 y Medida 2) y se comparan con el resultado obtenido para la muestra S1, con el fin de realzar la diferencia entre el óxido de $100 \text{ K}\Omega$ (S1) y el óxido aislante (Hm10).

10