



UNCUYO
UNIVERSIDAD
NACIONAL DE CUYO



**FACULTAD
DE INGENIERÍA**

“TECNOLOGÍA DE MATERIALES CERÁMICOS NANOESTRUCTURADOS”

MATERIALES

Prof. Titular: Dra. Ing. María J. Santillán

Prof. Adjunto: Dr. Ing. Claudio Careglio

PREPARACIÓN DE NANOMATERIALES

Métodos Físicos

Métodos Químicos

Molienda

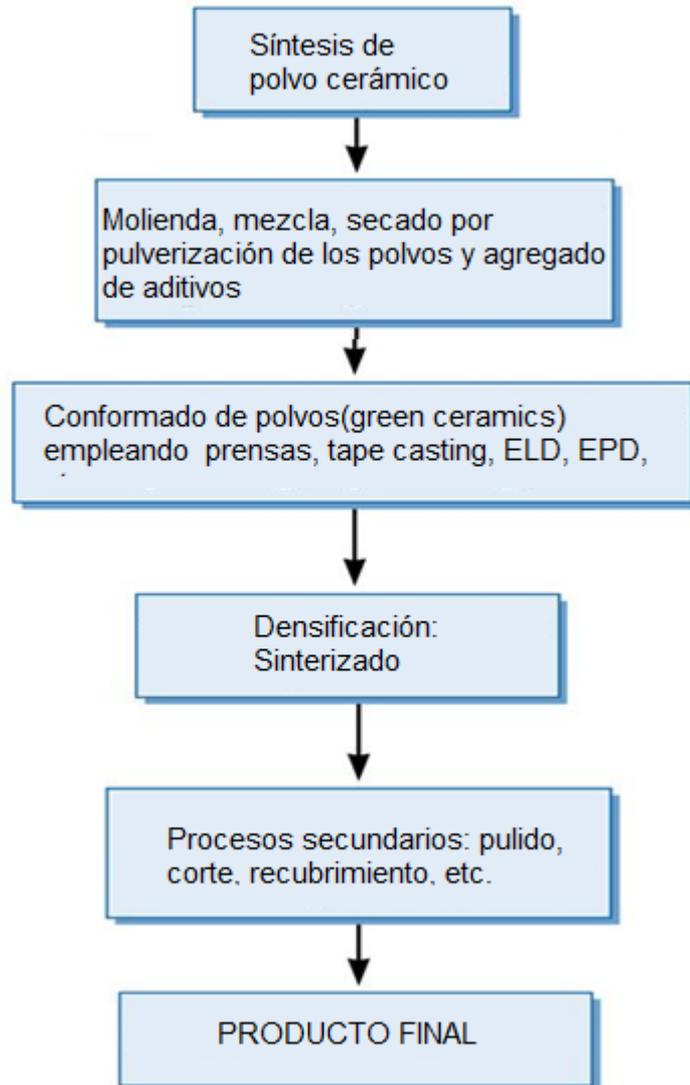
**Sputtering/
Evaporación**

**Electro-
Deposición**

**Reacción
Química**

**Deposición
Química de
Vapor**

Etapas en el procesamiento de cerámicos y material nanoestructurado.



Green ceramic - cerámico que ha sido conformado pero no se ha sinterizado.

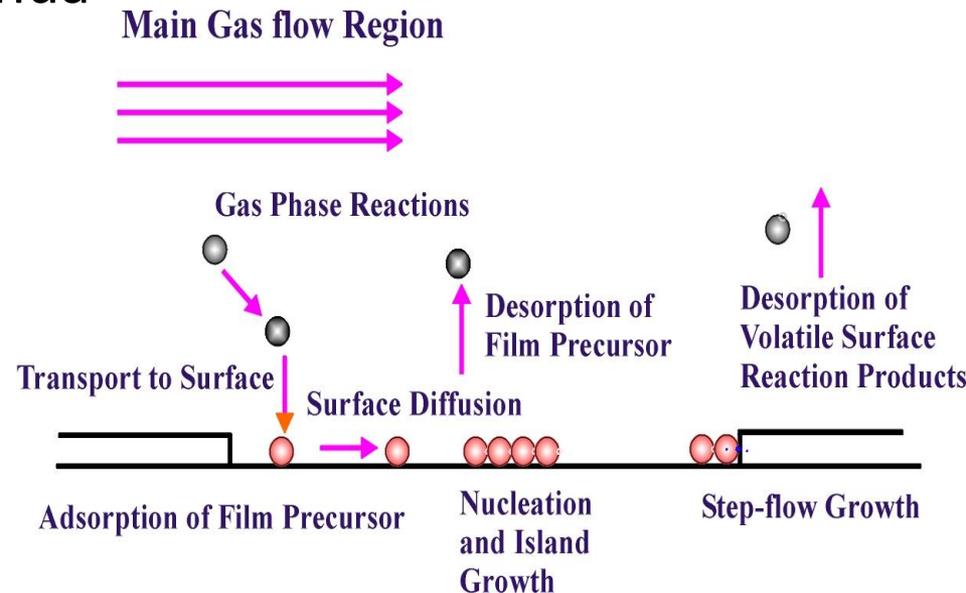
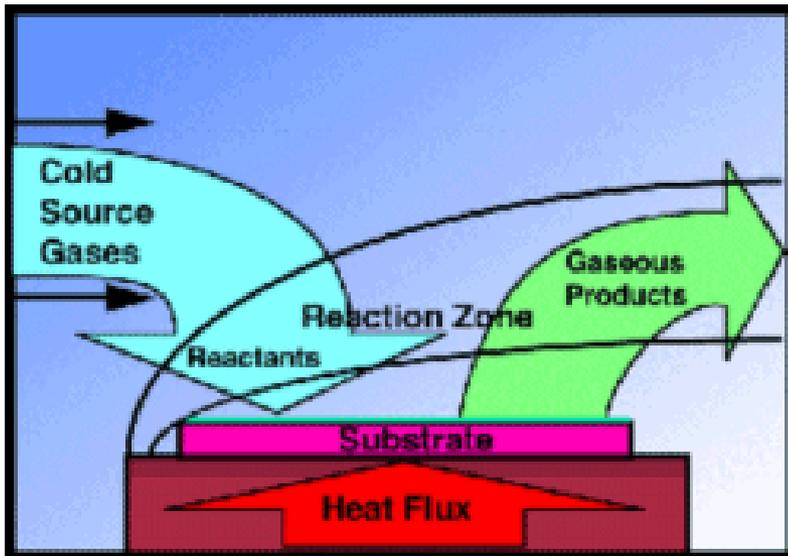
Mecanismos de nucleación y crecimiento en capas delgadas

- El crecimiento de un film delgado lleva involucrado una serie de procesos a nivel microscópico → determinarán la estructura, morfología y propiedades físico-químicas del material.
- Aunque existen diferentes técnicas, tanto de origen físico como químico, ciertos aspectos básicos del mecanismo de crecimiento es común para todas ellas.

Etapas de Nucleación y crecimiento

Etapas iniciales del crecimiento de un recubrimiento durante un proceso en fase vapor sobre una superficie ideal sobre la que se condensa un gas de átomos/ moléculas (métodos físicos y químicos):

- 1.- Fuente de vapor
- 2.- Llegada y acomodación de moléculas y/o átomos sobre la superficie
- 3.- Difusión superficial de las especies sobre la superficie
- 4.- Nucleación
- 5.- Crecimiento de la película continua



Evaporación Térmica en Vacío

- * Calentamiento hasta evaporar el material que se pretende depositar.
- * El vapor se condensándose en forma de lámina delgada sobre la superficies fría del substrato y las paredes de la cámara de vacío.
- Evaporación a presiones reducidas → evitar la reacción del vapor con la atmósfera ambiente.
- A bajas presiones, el recorrido mediolibre de los átomos de vapor es del orden de las dimensiones de la cámara de vacío → partículas viajan en línea recta desde la fuente de evaporación hasta el substrato.

Evaporación Mediante Resistencia

El calentamiento del material hasta la fusión → por el paso de **corriente eléctrica a través de un filamento o placa metálica** → se deposita el material (efecto Joule).

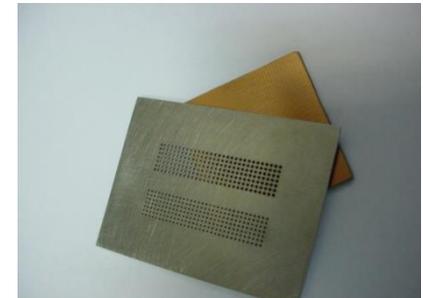
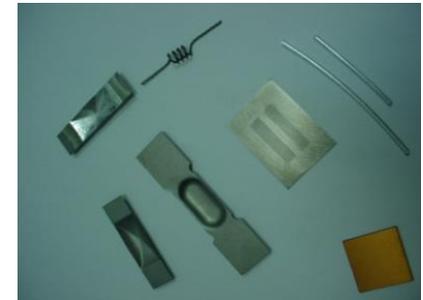
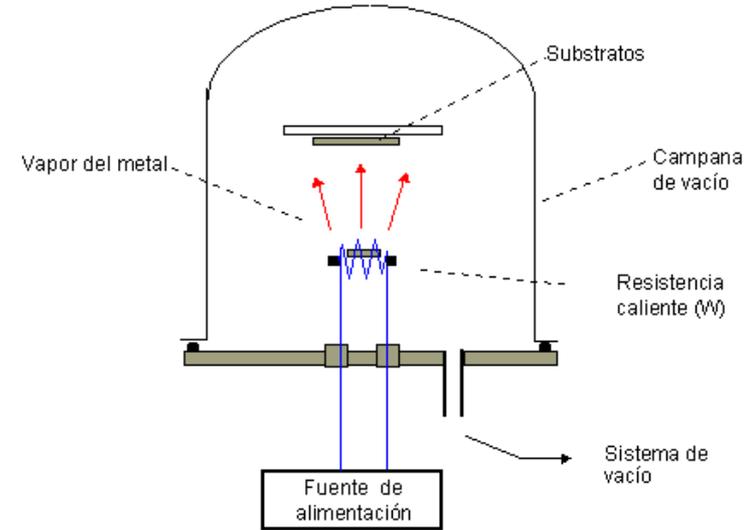
El material_{vapor} se condensa sobre el sustrato.

Resistencia de calentamiento

Ta, Mo, W

→ $P_{\text{vapor}} \cong n$ a la $T_{\text{evap.}}$

$T_{\text{evap}} = 1000 - 2000 \text{ } ^\circ\text{C}$

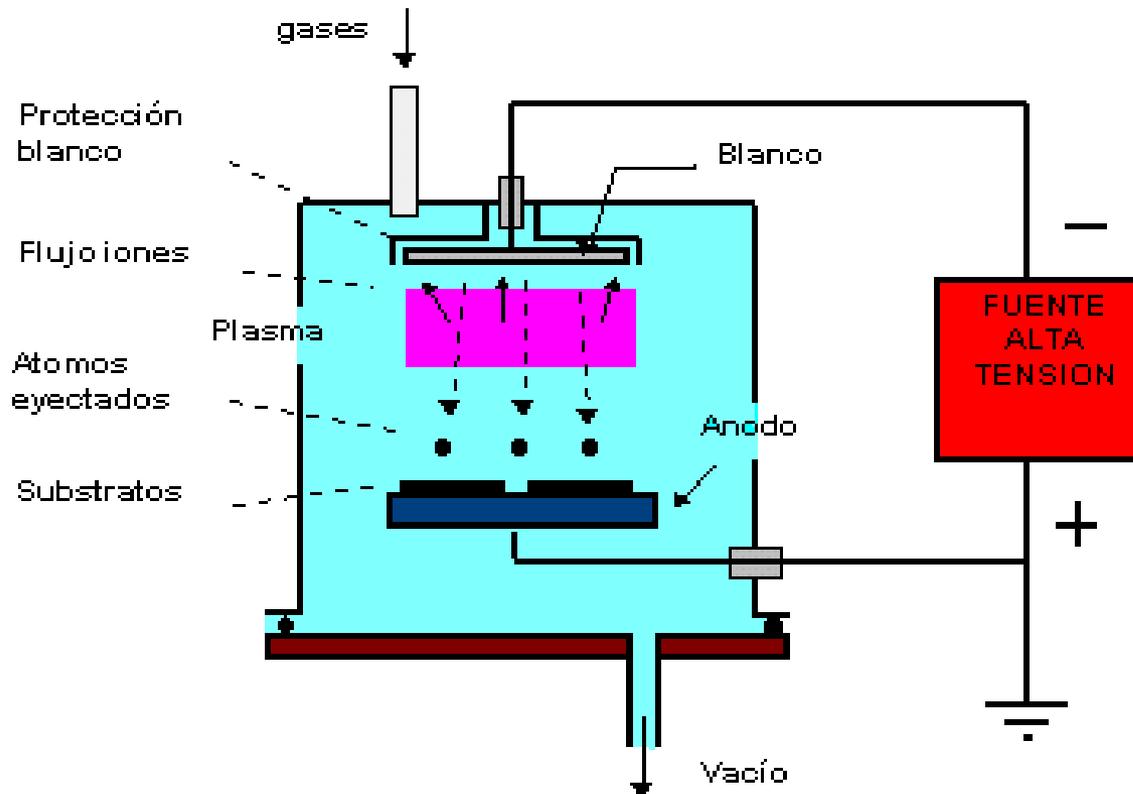


Sistemas para evaporación en vacío

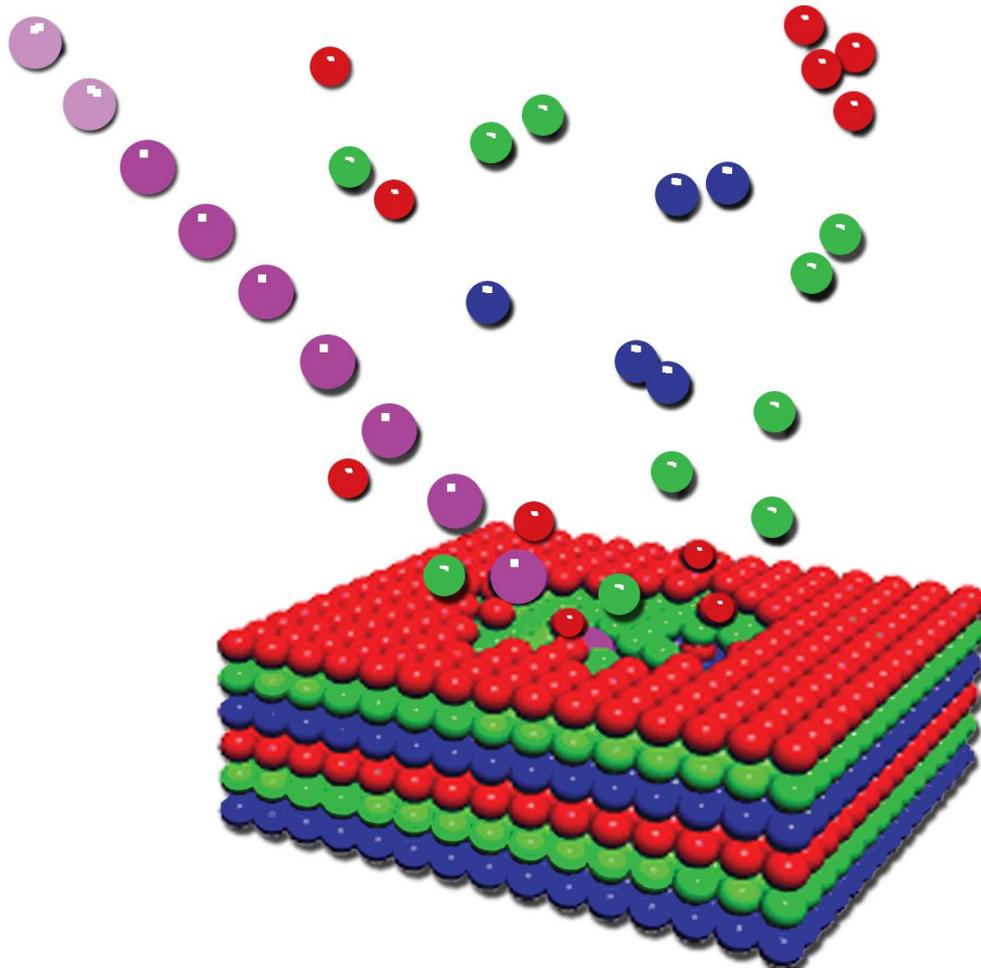


Pulverización Catódica

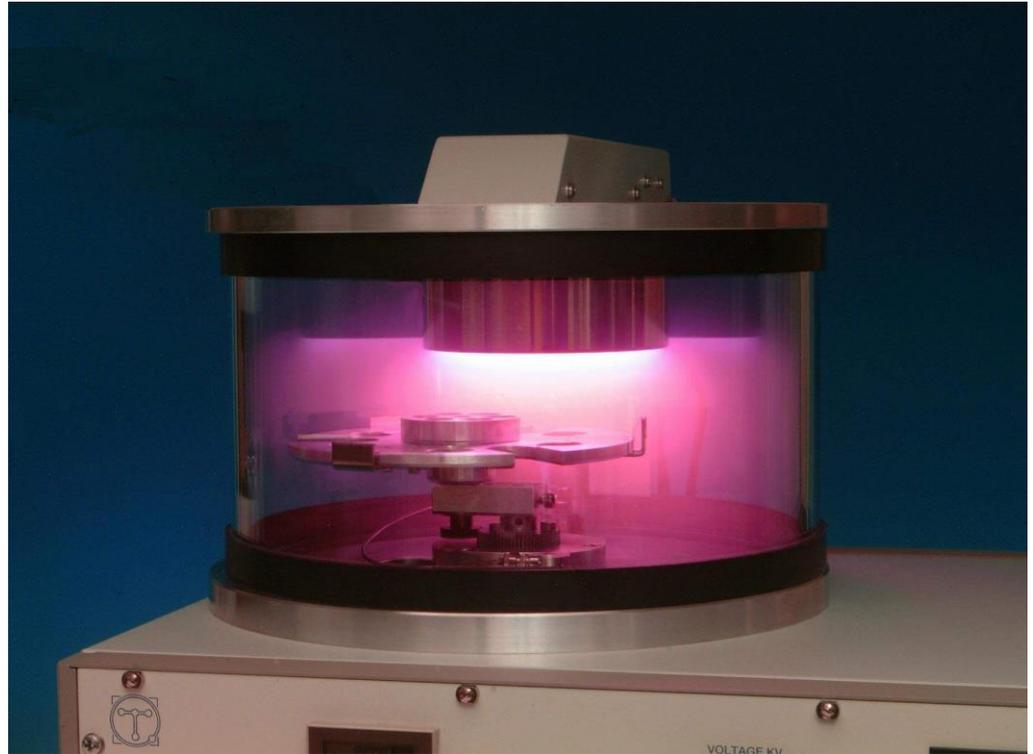
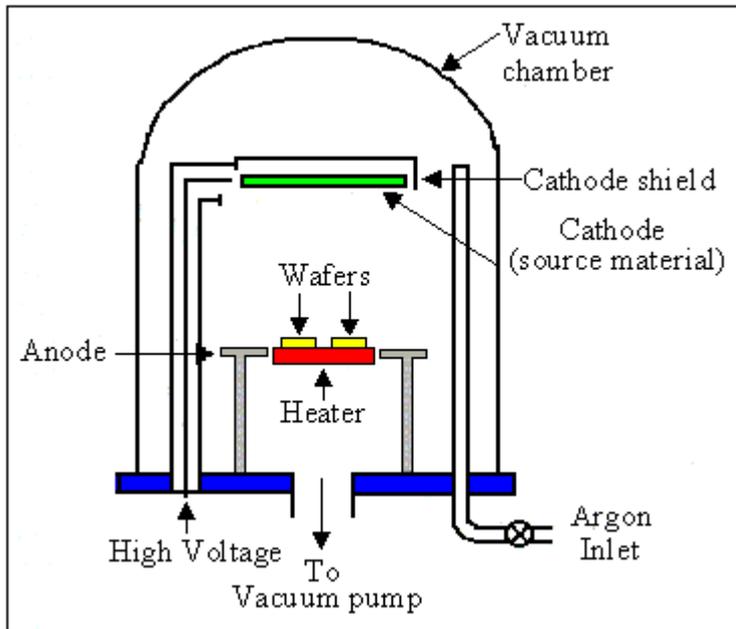
- Llamada “Sputtering”
- Los átomos del material a depositar son expulsados de la superficie (blanco) por bombardeo de iones positivos, normalmente de un gas inerte.



Sputtering



Sputter Deposition



- La deposición por sputtering es una económica técnica de producir recubrimientos delgados
- Permite estructura cristalina ordenada

Crystal structure effect in Sputtering

FIG. 15. Deposits obtained when a {111} silver plane is sputtered with 100-ev Hg ions.

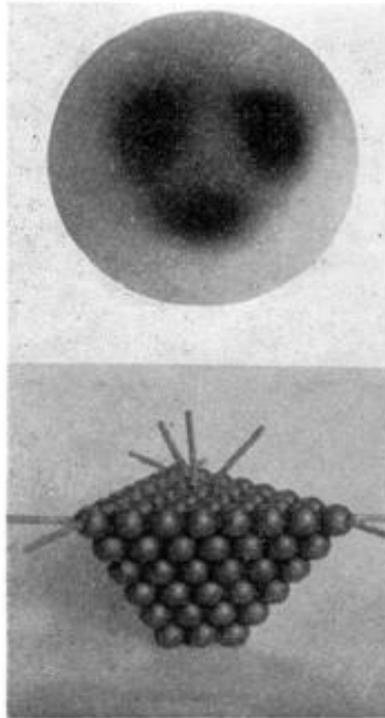
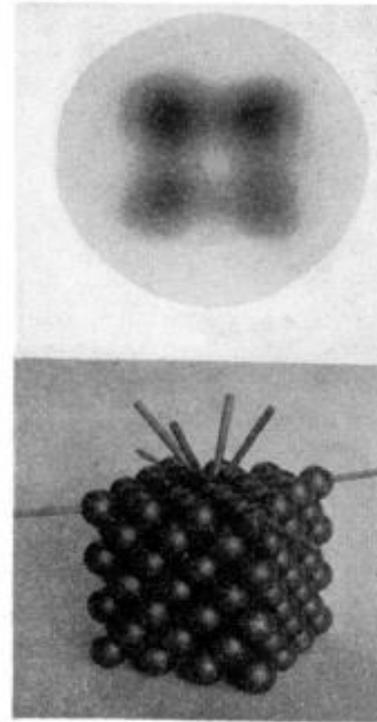


FIG. 16. Deposits obtained when a {100} silver plane is sputtered with 100-ev Hg ions.

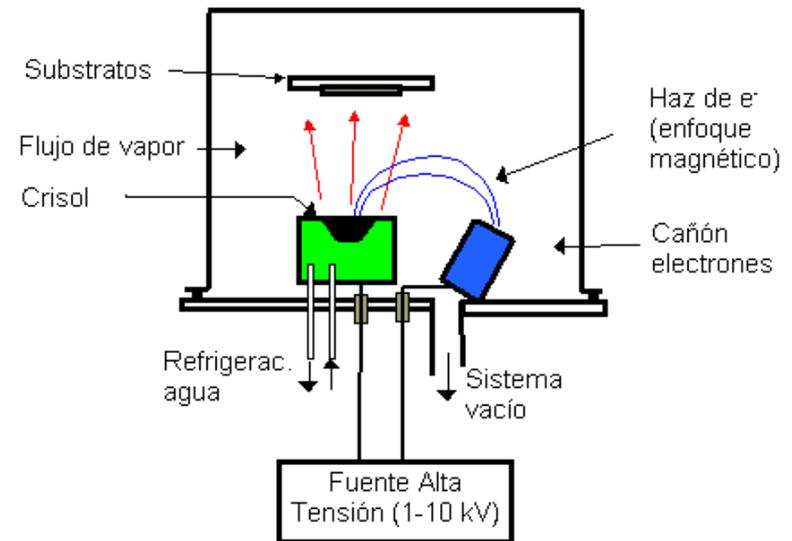


Single crystal effects in sputtering, G. K. Wehner, Phys. Rev. 102(1956)690-704

Evaporación por calentamiento mediante haz de electrones

- **Calentamiento producido por el bombardeo de un haz de electrones de alta energía sobre el material a depositar.**
- El haz de electrones es generado en el cátodo.
- Usa la emisión termoiónica de electrones mediante filamento incandescente.

*Los electrones emitidos (corriente eléctrica), son acelerados hacia un ánodo mediante una dV elevada (kV). El ánodo puede ser el propio crisol o un disco perforado situado en sus proximidades (cañones auto-acelerados).



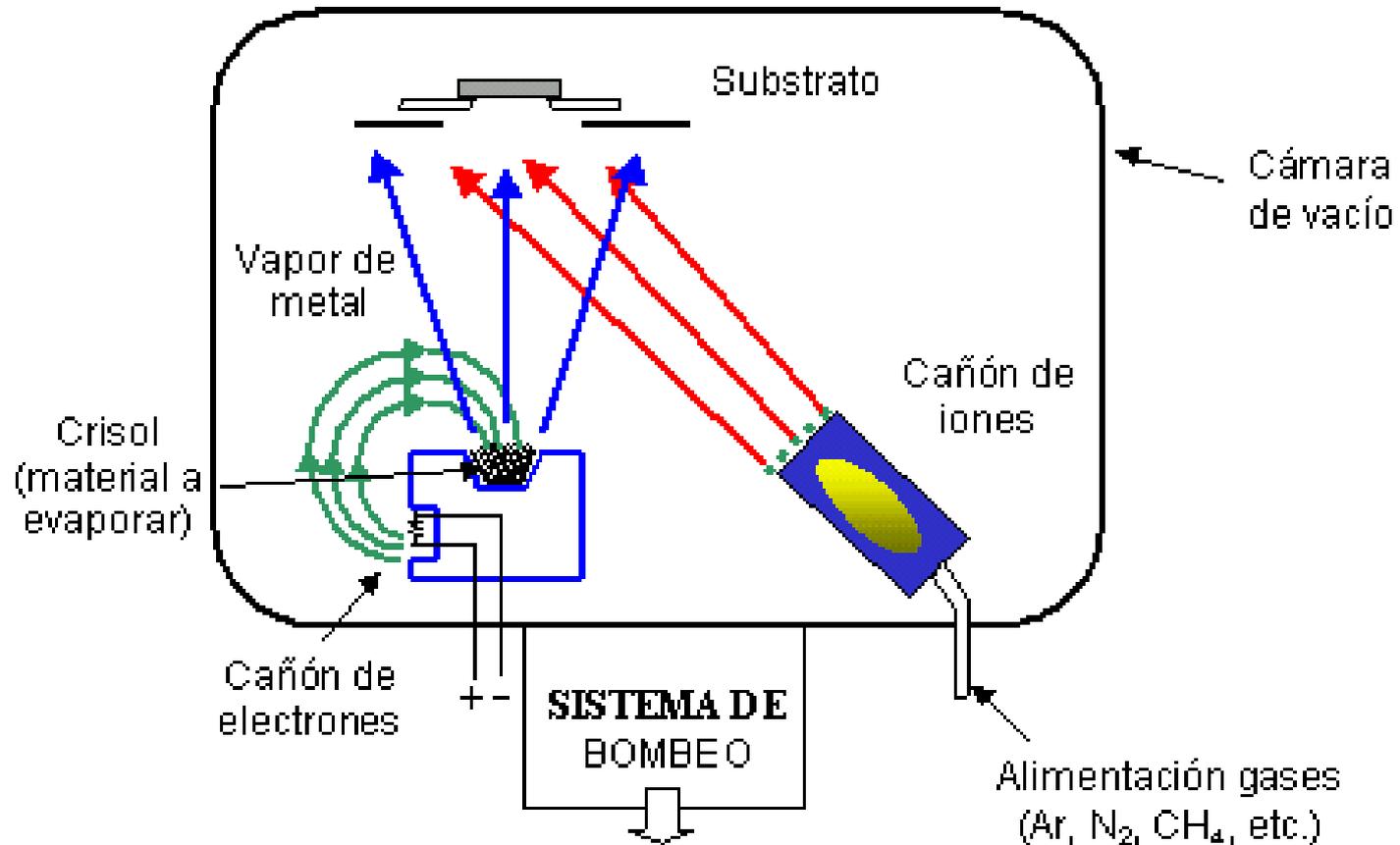
A menudo un campo magnético curva la trayectoria de los electrones, situando el cañón de electrones por debajo de la línea de evaporación.

Evaporación por calentamiento mediante haz de electrones

- Hay posibilidad de focalización de electrones → un calentamiento puntual sobre el material a evaporar y con alta densidad de potencia de evaporación (\gg KW).
- Permite un control de la $v_{\text{evaporación}}$ y la posibilidad de depositar metales de alto punto de fusión (p.e. W, Ta, C, etc.).
- El crisol refrigerado evita problemas de contaminación producida por el calentamiento y la desgasificación de las paredes de la cámara de vacío.

Deposición asistida por haz iónico (IBAD)

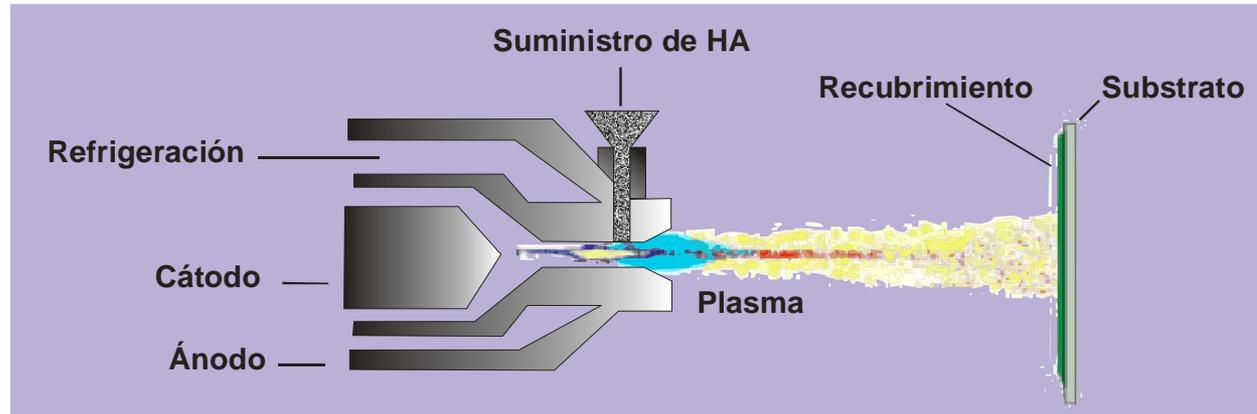
Para aumentar la energía de llegada de los átomos y mejorar la adherencia y la densidad se puede recurrir a un bombardeo con iones de la superficie del sustrato durante el proceso de evaporación de las capas. Tenemos así las técnicas de 'deposición asistida con iones'.



Pulverización por plasma (Plasma Spray)

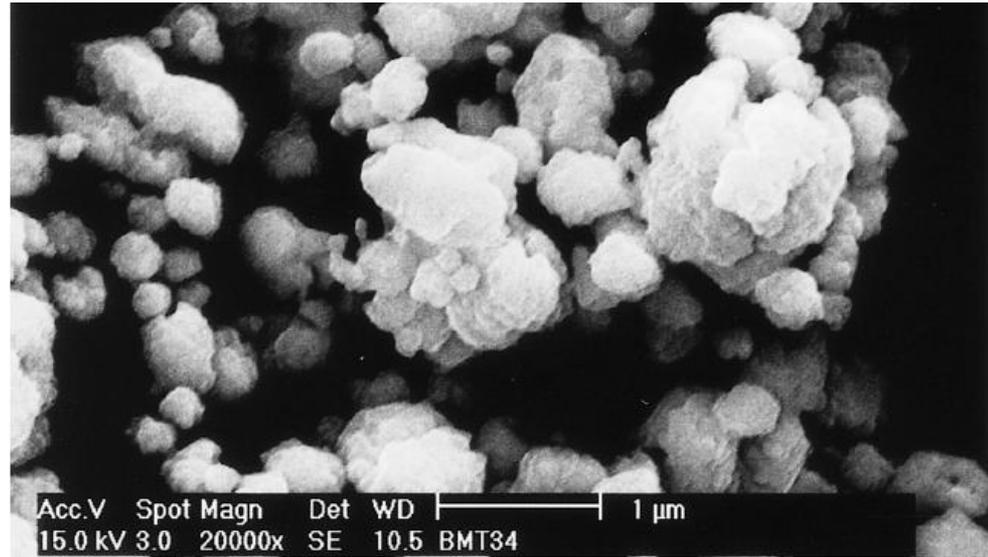
Es una técnica de pulverización térmica, en la cual se origina un plasma generado mediante la ionización de un gas, generalmente argón o helio, que una vez formado alcanza una temperatura superior a 3×10^4 K.

El material se inyecta en forma de polvo justo a la salida de la boquilla y es arrastrado por el plasma que sale a gran velocidad, fundiéndose debido a la alta temperatura e incidiendo sobre el sustrato.



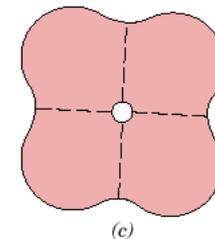
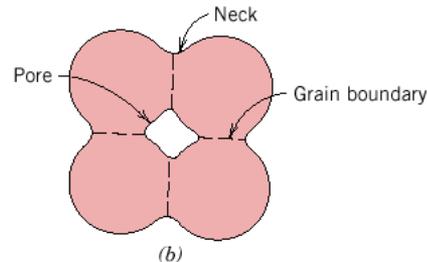
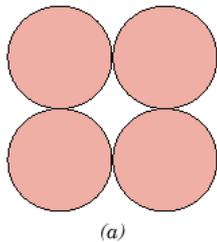
Powder Pressing

- Usado con cerámicos y arcillas.
- Polvos (plus binder) son compactado a presión en un molde.



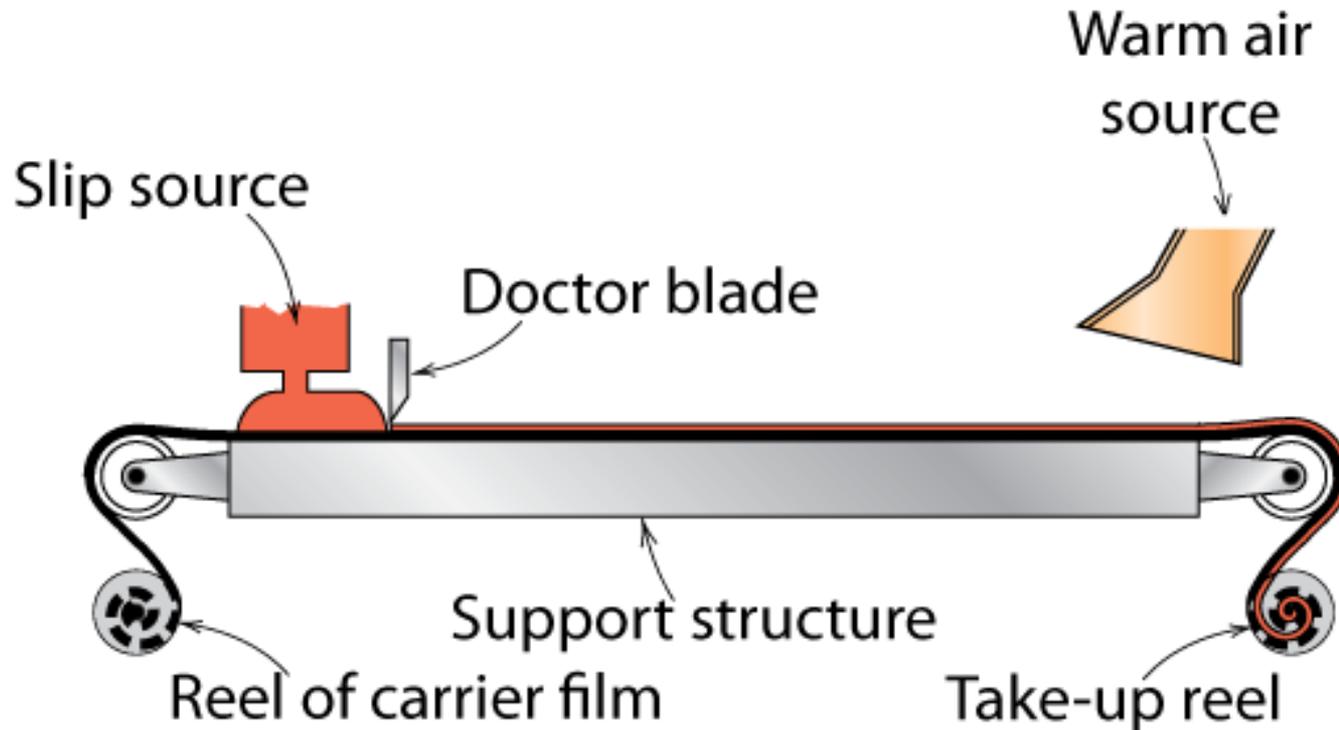
Microstructure of a barium magnesium tantalate (BMT) ceramic prepared using compaction and sintering. (Courtesy Heather Shivey.)

- **Uniaxial compression** – Compactación en una dirección
- **Isostatic (hydrostatic) compression** – Presión ejercida por un fluido – el polvo en un molde de goma
- **Hot pressing** – presión y calor

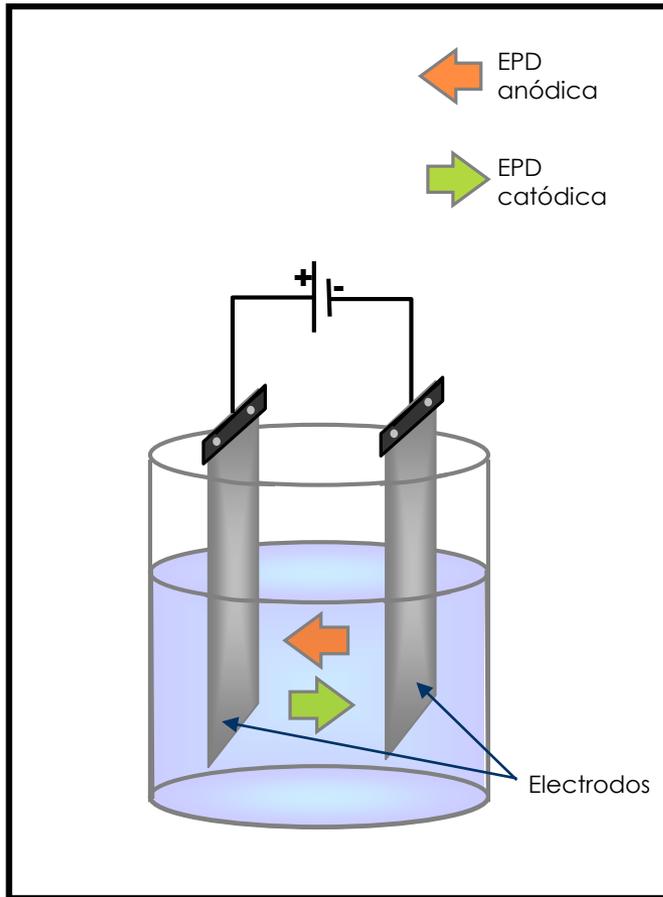


Tape Casting

- Delgadas láminas de cerámica (green) se usan como cintas flexibles
- Empleo en circuitos integrados y condensadores
- Cerámica + disolvente orgánico



Deposición electroforética



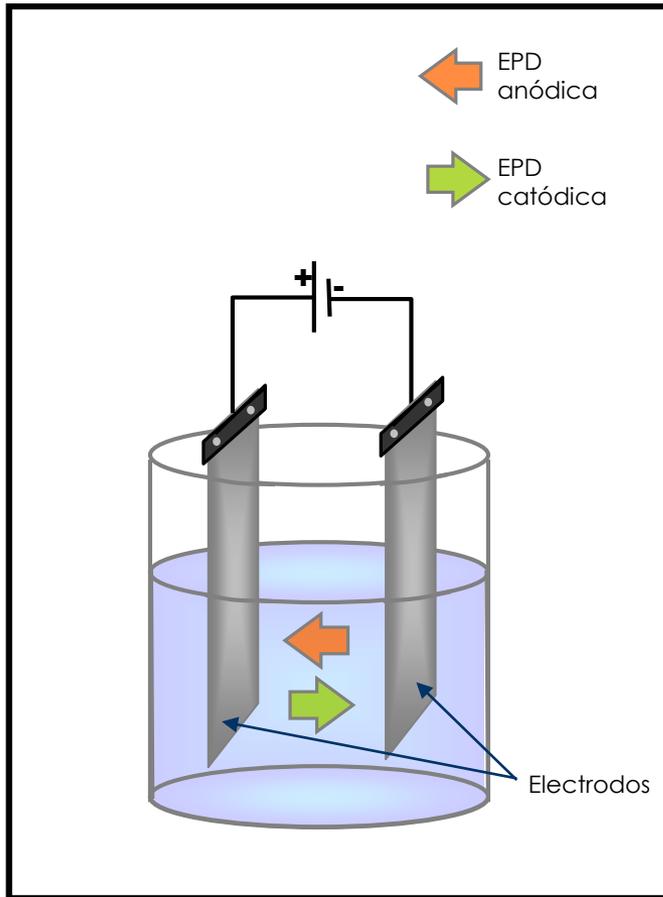
Implica 2 procesos:

Factores a considerar en EPD

- Estabilidad de la suspensión empleada.
- pH.
- Tamaño de partícula.
- Tiempo de deposición.
- Voltaje empleado.

Sarkas P, Nicholson PS. J Am. Ceram. Soc.;79 (1996):1987.

Deposición electroforética



Implica 2 procesos:

• Electroforesis

Movimiento de partículas cargadas en suspensión bajo un campo eléctrico

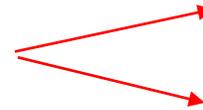
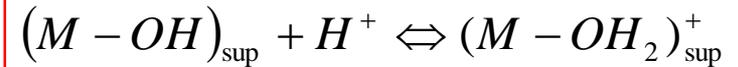
• Deposición

Coagulación densa de partículas en una superficie.

Sarkas P, Nicholson PS. J Am. Ceram. Soc.;79 (1996):1987.

Mecanismos de Estabilización

- **Disociación de grupos de la superficie de las partículas: carga depende de pH**



- **Reabsorción iónica:**



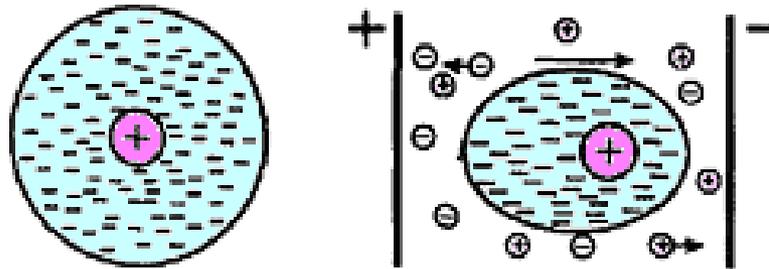
Ambos iones se absorben en superficie: mantiene neutralidad.

- **Por Adsorción de surfactantes**

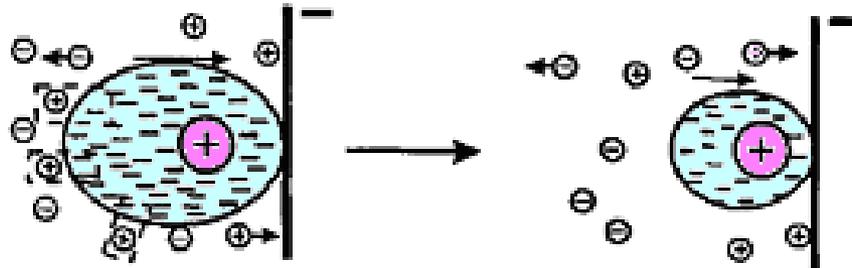


absorbidos en superficie y la tornan negativa.

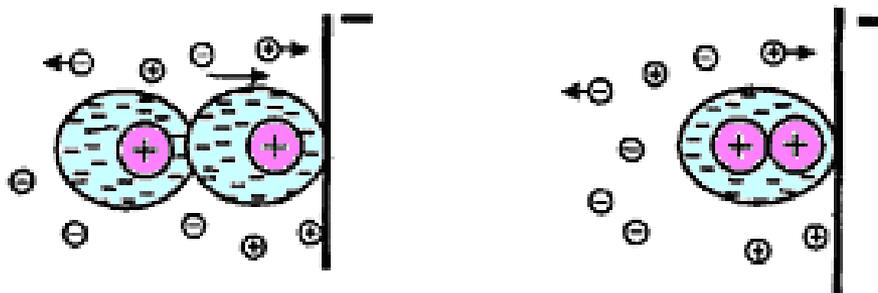
Distorsión de la liosfera por la EPD



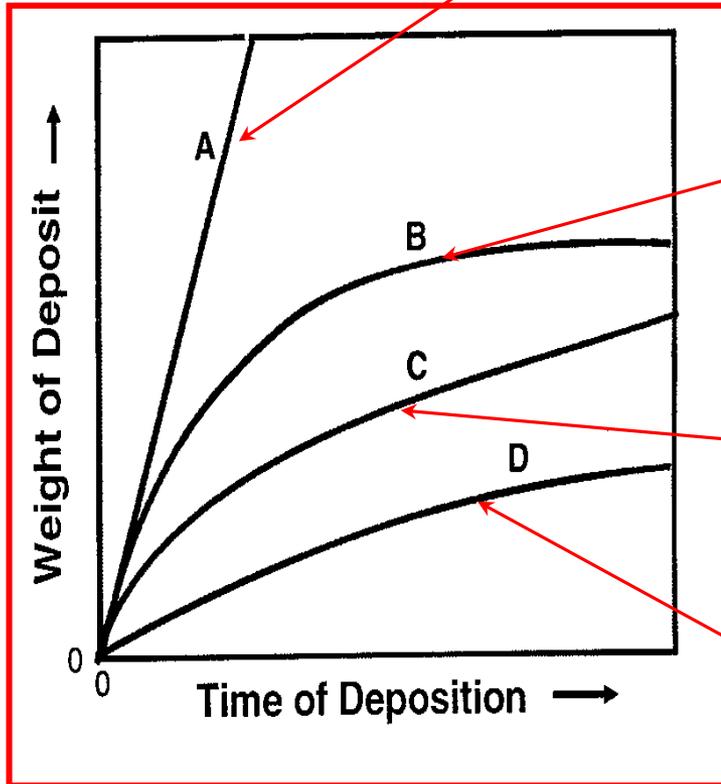
Adelgazamiento de la liosfera



Coagulación



EPD: Patrones de deposición



Intensidad y concentración constante.

Intensidad cte y concentración decreciente.

Voltaje y concentración constante.

Voltaje cte y concentración decreciente.