

Evaluación de la estructura y propiedades mecánicas de recubrimientos de Cu-Nb

Prof. Responsable: Dra. Sandra E. Rodil Posada

Instituto de Investigaciones en Materiales

Introducción: En el grupo de trabajo se ha investigado las propiedades de recubrimientos basados en aleaciones bi-metálicas ya sea utilizando metales con y sin miscibilidad entre ellos. En el caso del presente proyecto proponemos un recubrimiento basado en Cu-Nb, el cual cae dentro de la definición de no-miscibilidad, de modo que se espera observar que ambos metales se segregan. El propósito de realizar recubrimientos con estos elementos metálicos es propiciar condiciones micro-nano estructurales que promuevan la reducción del dominio cristalino del metal base, por ejemplo el Cu. Dada la inmiscibilidad del Nb en el Cu, no se formaría una solución sólida, sino que el Nb al ser agregado en pequeñas cantidades tiende a segregarse en las fronteras de grano del Cu, lo que impide su crecimiento. Al reducirse el tamaño de grano, dentro de un cierto intervalo, se espera lograr un endurecimiento siguiendo el modelo de Hall-Petch, que predice una relación inversa entre la dureza y el tamaño de dominio cristalino. Debido a las limitaciones termodinámicas, se espera que aún al someter a los recubrimientos a tratamientos térmicos, el tamaño de dominio cristalino pequeño se mantenga igual al obtenido del depósito. De este modo, se tendría un recubrimiento nanoestructurado cuyas propiedades mecánicas son estables a temperaturas relativamente altas (500 °C).

Hipótesis: La adición de Niobio a las películas de cobre permitirá limitar el crecimiento de su dominio cristalino aun después de realizar tratamientos térmicos a 500 °C, lo que permitirá obtener un endurecimiento por medio del efecto Hall-Petch al segregarse el Nb en las fronteras de grano.

Objetivos:

Determinar el efecto de la adición de niobio (Nb) a recubrimientos de cobre (Cu) depositados por la técnica de evaporación o pulverización catódica (magnetron sputtering) en la estructura y propiedades mecánicas.

Correlacionar los tamaños de dominio cristalino determinados por difracción de Rayos-X con la dureza de los recubrimientos y el contenido de Nb.

Determinar los cambios estructurales y de propiedades mecánicas en los recubrimientos de $\text{Cu}_x\text{Nb}_{1-x}$ como consecuencia de tratamientos térmicos en vacío a 500 °C.

Metas:

La meta científica es encontrar un intervalo de concentraciones de Nb, dentro del cual se logre el endurecimiento de los recubrimientos base de cobre.

Metodología de trabajo:

- Revisión bibliográfica del tema tanto en libros para revisar los conceptos, como en publicaciones recientes sobre el desarrollo de recubrimientos
- Pulido de sustratos metálicos
- Aprendizaje del sistema de vacío, medidores de presión, controladores de flujo, fuentes de potencia y sistema de control de temperatura.
- Depósito de los recubrimientos utilizando el sistema de Magnetron Sputtering con dos blancos acoplados. La metodología propuesta incluye colocar los sustratos en la cámara, realizar un vacío de 12 horas y precalentamiento del sustrato a 120 °C con la finalidad de evitar al máximo la formación de óxidos. Al terminar los depósitos se esperarán al menos otras 6 horas antes de retirarlo de la cámara.
- Determinar las condiciones de trabajo (potencia, flujo de argón, presión de trabajo y tiempo de depósito) para realizar recubrimientos de cromo puro con espesores del orden de una micra.
- Realizar los depósitos de recubrimientos de Cu:Nb variando la potencia del blanco de Nb.
- Caracterización de las muestras utilizando:
 - Perfilometro para determinar el espesor de las películas y su velocidad de crecimiento
 - Microscopia electrónica de barrido acoplada con el detector de dispersión de energía de rayos-X (XRD) para obtener información de la topografía de las muestras y su composición (concentración atómica de Nb).
 - Difracción de rayos-X para determinar la estructura y las posibles modificaciones al tamaño de dominio cristalino y esfuerzos inducidos debido a la incorporación de Nb.
 - Nanoindentación para evaluar la dureza del recubrimiento y el modulo elástico.
 - Espectroscopia de fotoelectrones para determinar la composición superficial, es decir observar la formación de óxidos en la superficie.
 - Preparación de muestras para su evaluación con el microscopio electrónico de transmisión (TEM).

Infraestructura:

Laboratorio PLASNAMAT:

- Sistema de depósito con dos magnetrones acoplados, fuentes de potencia de corriente directa y radio frecuencia, controladores de flujo, controlador de temperatura.
- Perfilometro y microindentador

- Nanoindentador.

Instituto, IIM:

Difractómetro de rayos-X, Microscopio electrónico de barrido, espectroscopia de fotoelectrones.

Calendario o Cronograma:

	Agosto	Septiembre	Octubre	Noviembre
Actividades	Aprendizaje	Depósitos del recubrimiento de cobre metálico	Depósitos del recubrimiento compuesto de Cu:Nb con al menos 6 concentraciones diferentes de Nb	Tratamientos térmicos. Caracterización: XRD, nano dureza y TEM
	Pulido de sustratos	Caracterización: XRD, dureza, espesor, velocidad de crecimiento	Caracterización: Espesor, EDS, XPS y perfiles	Análisis de resultados y escritura de reporte.

Comentarios adicionales:

Requerimientos: Ingeniero químico metalúrgico con disponibilidad de tiempo para realizar la investigación.

Conocimientos previos sobre aleaciones metálicas y propiedades mecánicas de materiales.

Se le asignará beca de proyecto PAPIIT, en caso de que se apruebe por parte de la DGAPA.

Se cuenta con todo el material necesario para realizar el proyecto.

Referencias Bibliográficas

1. Grain boundary doping strengthens nanocrystalline copper alloys, Sezer Ozerinc, Kaiping Tai, Nhon Q. Vo, Pascal Bellon, Robert S. Averback, and William P. King, Scripta Materialia 67 (2012) 720–723
2. The thermodynamics of amorphous phases in immiscible systems: The example of sputter-deposited Nb–Cu alloys, C. Michaelsen, C. Gente, and R. Bormann, Journal of Applied Physics 81, 6024 (1997) 6024.
3. Metastable phases formation in Cu-Nb films by ion-beam assisted deposition, F. Zeng, B. Zhao, F. Pan, Nuclear and Instruments methods in Physics research B 183 (2001) 311.

4. Preparation and characterization of sputtered Cu films containing insoluble Nb, T. Mahalingam, C.H. Lin, L.T. Wang, J.P. Chu, Materials Chemistry and Physics 100 (2006) 490.
5. Texture of Cu and dilute binary Cu-alloy films: impact of annealing and solute content, K. Barmaka, A. Gungor, A.D. Rollett, C. Cabral Jr., J.M.E. Harper, Materials Science in Semiconductor Processing 6 (2003) 175–184



Sandra E. Rodil
Investigador Titular C
IIM-UNAM