

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS
DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**

UNIDAD QUERETARO

**RECUBRIMIENTOS HÍBRIDOS SiO₂ – PMMA OBTENIDOS POR EL
PROCESO SOL-GEL PARA MEJORAR LA ADHESIÓN EN EL
PROCESO “EXTENDER BOND”**

TESIS QUE PRESENTA

EL C. INGENIERO QUÍMICO

RAMÓN SÁNCHEZ GONZÁLEZ

PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRO EN CIENCIAS EN LA ESPECIALIDAD DE MATERIALES

DIRECTORES DE LA TESIS:

DR. RAFAEL RAMÍREZ BON

DR. JUAN MUÑOZ SALDAÑA

CINVESTAV IPN
USB INFORMACION Y DOCUMENTACION
SERVICIO DOCUMENTAL

SANTIAGO DE QUERÉTARO, QRO.

NOVIEMBRE, 2007

**CINVESTAV
IPN
ADQUISICION
DE LIBROS**

CLASIF.:	TA-489.9.526 2007
ADQUIS.:	SSF-103
FECHA:	3-VI-2008
PROCED.:	DON-2008
	\$ _____

I.D. 137892 - 2001

AGRADECIMIENTOS

A mi esposa Julieta, por su incondicional apoyo y cariño, que junto con mis hijos Oscar Abraham y Aranza son mi fuerza interior para alcanzar las metas propuestas.

A mis padres que con su ejemplo me han impulsado toda la vida. Especialmente a A mi papá que contribuyó activamente a que este trabajo de tesis se realizara.

A Hitachi Global Storage Technologies México Services S.A. de C.V. por permitirme crecer, especialmente al Ing. Carlos Gutiérrez Quezada padrino de nuestra generación que apoyó este proyecto.

Al Cinvestav Querétaro por habernos otorgado todas las facilidades durante el transcurso de las materias que comprendió la Maestría. Agradeciendo en especial a mis profesores que tuvieron que viajar de Querétaro a Guadalajara para ayudarnos a cumplir esta misión.

A quienes soportaron este trabajo ampliamente con su colaboración permitiéndome lograr las metas propuestas, **CINVESTAV**: Josefina Alvarado, Rodrigo Mayen, Carlos A. , **HITACHI**: Leonardo Cortes, Jorge Rodríguez, José Estrada, Ana López, Manuel Alatorre, Francisco Frías.

A mis compañeros y amigos quienes compartieron este camino.

Por último a los Drs. Rafael Ramírez Bon y Juan Muñoz Saldaña directores de esta tesis, por creer en mi proponiéndome el tema de tesis y ampliando mi visión con su conocimiento y consejos.

INDICE GENERAL

AGRADECIMIENTOS	II
INDICE GENERAL	III
INDICE DE FIGURAS	VI
INDICE DE TABLAS	IX
RESUMEN	X
ABSTRACT	XI
GLOSARIO DE TÉRMINOS	XII
INTRODUCCIÓN	14
OBJETIVOS	19
CAPÍTULO 1. GENERALIDADES	21
1.1 Generalidades en materiales híbridos	21
1.1.1 Materiales Híbridos.....	21
1.1.1.0 Sistemas de dos componentes.....	21
1.1.1.1 Formación de un híbrido a partir de dos materiales	21
1.1.1.2 Materiales híbridos orgánicos- inorgánicos	23
1.1.1.3 Clases de híbridos	23
1.1.2 Polímeros híbridos inorgánicos- orgánicos	24
1.1.3 Aplicaciones de los materiales híbridos	25
1.1.3.1 En polímeros híbridos inorgánicos-orgánicos	25
1.2 Generalidades del proceso	27
1.2.1 Pegado, pulido y corte de rows	27
1.2.2 Materiales en el híbrido SiO ₂ -PMMA-TMSPM	29
1.2.2.1 PMMA	29
1.2.2.2. TMSPM (Compuesto precursor).....	32
1.2.2.3 SiO ₂ (Sílice).....	32
1.2.3 Materiales en el substrato del quad	34
1.3 Justificación: Recubrimiento híbrido SiO₂- PMMA	34
1.4 Sol gel en materiales híbridos	35
CAPÍTULO 2. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	37

2.1 Ensayo de dureza	37
2.1.1 Cálculo de escala de dureza	38
2.1.2 Nanoindentación.....	39
2.1.2.1 Calibración de la función de área del nanoindentador	44
2.1.2.2 Descripción del equipo HYSITRON UBI 1.....	46
2.1.2.3 Ensayo de desgaste usando el equipo HYSITRON UBI1	47
2.2 Medición de rugosidad (Perfilómetro TENCOR)	50
2.2.1 Perfilómetro	50
2.2.2 Parámetros de la rugosidad	51
2.3 Microscopio de fuerza atómica (AFM)	53
2.3.1 Mediciones utilizadas por AFM	55
2.4 Microscopía de barrido electrónico (SEM) / Composición química (EDS)	55
2.4.1 Generalidades	58
2.4.2 Espectroscopia por Energía Dispersada por Rayos X (EDS).....	61
2.5 Interferometría (Interferómetro ZYGO)	62
2.6 Análisis térmico	63
2.6.1 Temperatura de transición vítrea	64
2.6.2 Análisis de Tg.....	65
2.7 Medición de fuerzas de adhesión (Dinamómetro)	67
 CAPÍTULO 3. MATERIALES INVOLUCRADOS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	 69
3.1 Materiales en el sustrato del quad	69
3.2 Epóxico (Loctite E60-HP)	70
3.2.1 Preparación del epóxico para el pegado del quad al extender	71
3.3 Solución híbrida SiO₂ – PMMA - TMSPM	72
3.4 Extenders	75
3.4.1 Preparación del extender para el proceso de extender bond	76
3.4.1.1 Limpieza del instrumental de Pulido de Extender	76
3.4.1.2 Limpieza del carrier de Pulido de Extender	77
3.4.1.3 Pasos requeridos para pulir la superficie de pegado de un Extender.....	77
3.4.1.4 Planicidad del Extender	79
3.4.2 Recubrimiento de extenders con solución híbrida	79
3.4.2.1 Recubrimiento del sustrato	79
3.4.2.2 Características de los recubrimientos híbridos SiO ₂ -PMMA	81
3.4.3 Pegado del quad al extender	81
3.5 Evaluación de fuerzas de adhesión sistema quad-extender	82
3.6 Nanoindentación	84
 CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	 86

4.1 Caracterización térmica (TGS) del epóxico (LOCTITE E60-HP60) utilizado en el proceso de pegado quad-extender.	87
4.2 Características superficiales del quad	88
4.3 Características superficiales del extender	92
4.3.1 Análisis superficial del extender por interferometría	92
4.3.2 Análisis superficial del extender por perfilometría.....	95
4.4 Características de superficie del extender de acero medidas con AFM	101
4.5 Caracterización por microscopía electrónica de barrido de extenders recubiertos con el híbrido	105
4.6. Caracterización de propiedades mecánicas y de superficie del los componentes del sistema quad-extender por nanoindentación y AFM	111
4.6.1 Extender de Acero.....	111
4.6.2 Recubrimiento híbrido en vidrio.....	117
4.6.3 Recubrimiento híbrido sobre extender	124
4.7 Medición de fuerzas de adhesión (Dinamómetro)	128
CONCLUSIONES	138
PERSPECTIVAS	141
APENDICES	142
Apéndice 1: Programa en Matemática 4.1: Análisis estadístico de datos de rugosidad de extenders obtenidos en el perfilómetro Tencor	142
BIBLIOGRAFIA	149

INDICE DE FIGURAS

Figura 0.1. Esquema de progresión de capacidad en discos duros Vs. Tamaño..	14
Figura 0.2. Vuelo del Slider sobre el disco duro	15
Figura 0.3. Esquema del actuador.	16
Figura 0.4. Esquema de analogía altura de vuelo del Slider Vs. Altura de vuelo de un avión.....	16
Figura 0.5. Proceso de fabricación de cabezas magnéticas o "Sliders"	17
Figura 0.6. (a) Representación esquemática del Slider. (b) En la figura se muestra una fotografía de la comparación del slider contra la cabeza de una aguja...	17
Figura 0.7 Cantidad de rows despegados durante el 2007.	18
Figura 1.1. Las posibilidades de hibridación. Las propiedades de la hibridación reflejan a sus materiales componentes, combinados en uno de varios posibles modos.	22
Figura 1.2 a) wafer de 14 quads, b) Corte de precisión con tolerancia de micrones.	27
Figura 1.3 a) El pulido se dirige manualmente, b) Detalle de la máquina pulidora.	28
Figura 1. 4 a) detalle de cómo se pone el adhesivo epóxico, b) Vista general de la máquina donde se lleva a cabo el proceso de pegado.	28
Figura 1.5 a).Corte preciso de separación de rows, b) Comparación de un row cortado contra el quad y el extender.	29
Figura 1.6 Polimerización del radical libre Vinil	30
Figura 2.1 Modelos de evaluación de dureza en películas delgadas	40
Figura 2.2 Métodos de obtención de perfiles de dureza, a) Carga variable, b) Carga constante, c) Método Cross section.	41
Figura 2.3. a) Ciclo típico de indentación, b) Curva de carga contra profundidad de penetración	43
Figura 2.4 a) Sistema Hysitron UBI1, b) Equipo Hysitron Ubi1	48
Figura 2.5 Calibración del Hysitron	49
Figura 2.6 a) Comportamiento elástico y elasto-plástico, b) Esquema de penetración	49
Figura 2. 7 a) Perfilador de superficie "TENCOR P10", b) Extender colocado en el perfilador de superficie.	50
Figura 2. 8 Diagrama esquemático de las partes del perfilómetro	51
Figura 2. 9 Designación de los parámetros de rugosidad	52
Figura 2.10 a) Detalle del AFM, b) Fotografía del "Microscopio de Fuerza Atómica"	53
Figura 2.11 Modelo mecánico del cantilever en el "Microscopio de Fuerza Atómica"	53
Figura 2.12 Fotografía del "Microscopio Electrónico de Barrido –SEM –"	58
Figura 2.13 Esquema de "Microscopia electrónica de barrido"	59
Figura 2.14 Esquema del espectro de emisión de electrones de una muestra excitada por el bombardeo de un haz primario de Energía Eo.	60

Figura 2.15 a) Fotografía del "Interferómetro – ZYGO", b) Esquema de las partes del Interferómetro ZYGO.....	62
Figura 2.16 Esquema de un termograma.....	65
Figura 2.17 Dispositivo digital medidor de la fuerza de despegue Quad-Extender.....	67
Figura 3.1 Dimensiones del extender femto.....	76
Figura 3.2 Recipiente de vidrio y bronce para recubrimiento de extenders.....	80
Figura 3.3 a) Montaje del epóxico en la máquina Asymtek. b) Equipo utilizado en el proceso de pegado quad - extender Femto.....	82
Figura 3.4 Sistema émbolo – quad sobre el extender.....	83
Figura 3.5 Ciclo de carga constante en función del tiempo en extender Femto recubierto con híbrido.....	84
Figura 3.6 Ciclo de carga variable en función del tiempo en extender Femto recubierto con híbrido.....	85
Figura 4.1 Termograma del Loctite E60-HP.....	87
Figura 4.2 Loctite E60-HP.....	88
Figura 4. 3 Imágenes de interferometría del Quad a) vista lateral, b) perfil tridimensional. Estas imágenes muestran que la variación de altura se encuentra en el rango de 2 micrómetros.....	90
Figura 4. 4 Imágenes de interferometría del Quad a) vista superior, b) perfil tridimensional. Estas imágenes muestran la variación de altura esta en el rango de 3 micrómetros.	91
Figura 4.5 Imágenes de interferometría del extender a) vista superior, b) perfil tridimensional. Estas imágenes muestran la variación de altura esta en el rango de 9 micrómetros.	94
Figura 4.6 Delta de rugosidad de extenders antes y después de ser recubiertos con híbrido.	98
Figura 4.7 Perfil de rugosidad de un extender pulido sin recubrimiento. Este gráfico muestra la variación de altura en los extremos del extender como característica típica de ellos.....	99
Figura 4.8 Perfil de rugosidad de un extender pulido con recubrimiento. Este gráfico muestra la consistencia de variación de altura en comparación al mismo extender sin recubrimiento.....	100
Figura 4.9 Rugosidad en AFM de un híbrido recubierto sobre extender.....	103
Figura 4.10 Espesor de recubrimiento en AFM de híbrido sobre extender.....	104
Figura 4.11 a) Extender de referencia "sin" recubrimiento, pulido y listo para usarse en "extender bond".	106
Figura 4.12 Extenders recubiertos de PMMA: SiO ₂ listos para utilizarse en "extender bond". (Malformaciones del recubrimiento del híbrido en las orillas del extender).	107
Figura 4.13 Anchos de recubrimiento en SEM de híbrido sobre extender.....	108
Figura 4.14 Calidad de los recubrimientos de híbrido sobre extender, a) Formaciones Silíceas por degradación del híbrido durante su almacenaje b) Calidad optima del recubrimiento híbrido en general de los recubrimientos.	109
Figura 4.15 EDS de las características principales de los recubrimiento de híbrido sobre extender. Z1) EDS de la zona de grumos formados sobre defectos del	

extender que en su mayoría son de Zinc. Z2) EDS de la zona de un recubrimiento uniforme constituido en su mayoría por sílice.....	110
Figura 4.16 Ciclo de carga constante en función del tiempo.....	111
Figura 4.17 Ciclo de carga variable en función de la profundidad.....	112
Figura 4.18 Imagen de la matriz de 5 X 5 indentaciones a carga constante 2mN	113
Figura 4.19 Dureza experimental en función de la profundidad de penetración a carga constante.....	114
Figura 4.20 Variación del módulo de elasticidad relativa experimental en función de la profundidad de penetración a carga constante.....	115
Figura 4.21 Dureza experimental en función de la profundidad de penetración a carga variable.....	116
Figura 4.22 Variación del módulo de elasticidad relativa experimental en función de la profundidad de penetración a carga variable.....	117
Figura 4.23 Variación de la calidad del recubrimiento del híbrido en función a la superficie sobre la cual se deposita el híbrido. a) Recubrimiento sobre vidrio Corning. b) Recubrimiento sobre extender.....	118
Figura 4.24 Ciclo de carga constante en función del tiempo _ en vidrio	118
Figura 4.25 Curva de ajuste Dureza Vs. Profundidad de indentación relativa de l recubrimiento del híbrido en una superficie de vidrio Corning.....	119
Figura 4.26 a) Grafico de Distancia lateral Vs. Altura a carga variable, b) Serie de indentaciones a carga variable en el recubrimiento sobre vidrio	120
Figura 4.27 1: 0. 5a) Indentación en el recubrimiento sobre vidrio a baja (LL) carga, b) Indentación en el recubrimiento sobre vidrio a alta (HL) carga., c) Perfil distancia lateral Vs. Altura LL / HL.	121
Figura 4.28 1:0.75 a) Indentación en el recubrimiento sobre vidrio a baja (LL) carga, b) Indentación en el recubrimiento sobre vidrio a alta (HL) carga., c) Perfil distancia lateral Vs. Altura LL / HL.	123
Figura 4.29 a) Perfil de altura Híbrido sobre extender a 2 mN a carga constante, b) Imagen de una indentación en el recubrimiento sobre extender a carga constante (2mN).....	125
Figura 4.30 a) Perfil de altura Híbrido sobre extender a 9 uN a carga variable, b) Imagen de una indentación en el recubrimiento sobre extender a carga variable.....	126
Figura 4.31 a) Perfil del recubrimiento sobre extender, b) Imagen de una indentación en el recubrimiento sobre extender.....	127
Figura 4.32 Secuencia a,b,c, de desplazamiento lateral del quad sobre el extender al incrementar una fuerza externa aplicada.....	129
Figura 4.33 Curvas de desplazamiento lateral del quad sobre extenders sin recubrimiento al incrementar una fuerza externa aplicada.....	131
Figura 4.34 Curvas de desplazamiento lateral del quad sobre extenders con recubrimiento híbrido al incrementar una fuerza externa aplicada	132
Figura 4.35 Trabajo generado en el despegue de extenders con y sin recubrimiento híbrido.....	133
Figura 4.36 Rigidez de contacto en la región de deformación elástica.	134

Figura 4.37 a) Huella del sistema Híbrido-Epóxico dejada en el extender después del despegue del Quad, b) Extender sin recubrimiento después del despegue del quad.	135
Figura 4.38 a) Extremo de extenders con recubrimiento híbrido después de los despegues. b) Marca en extenders con recubrimiento híbrido, después de los despegues del quad. c) Extender sin recubrimiento híbrido después del despegue del quad.....	136
Figura 4.39 Esquematización de la afinidad del pegamento epóxico al recubrimiento híbrido.....	137

INDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Tabla de variantes de PMMA	31
Tabla 1.2 Reforzamiento por partículas para la Al ₂ O ₃	34
Tabla 2.1 Procedimiento y cálculo de ensayos de dureza	38
Tabla 2.2 Modelos de trabajo de un AFM.....	54
Tabla 2.3 Tabla de T _g de polímeros comunes	66
Tabla 2.4 Especificaciones del medidor de fuerza digital	68
Tabla 3.1 Propiedades del composito cerámico Altic.	69
Tabla 3.2 Propiedades del epóxico “sin curado”	70
Tabla 3.3 Propiedades del epóxico “curado”	70
Tabla 3.4 Solución precursora de MMA	74
Tabla 3.5 Tabla de soluciones preparadas para el recubrimiento de extenders ..	74
Tabla 4.1 Evaluación de rugosidad de QUADS en la sección virgen (sección sin proceso de corte).	92
Tabla 4.2 Evaluación de rugosidad de QUADS en la sección que será adherida al extender (sección con proceso de corte)	92
Tabla 4.3 Resultados de mediciones de extenders en ZYGO.	95
Tabla 4.4 Resultados de la rugosidad en Tencor de extenders pulidos sin y con recubrimiento híbrido (análisis en Matemática 4.1).....	97
Tabla 4.5 Resultados del análisis de AFM de Rugosidad y espesor de recubrimiento híbrido sobre extenders.	102
Tabla 4.6 Resultados del SEM del recubrimiento del Híbrido sobre los extenders	106
Tabla 4.7 Resultados de medición de fuerzas de adhesión en kgf vs. Desplazamiento lateral en milímetros del sistema quad-extender.	130

RESUMEN

El pegado de Quads en extenders es uno de los procesos más importantes para el pulido y corte de quads en el área de manufactura de FAB1 de la planta de Hitachi Global Storage Technologies de Guadalajara; se reciben los sliders agrupados en rows o hileras con 66 para el producto femto, donde 35 rows forman lo que se denomina un "quad". En el presente trabajo de tesis se realizó el estudio y caracterización de la interfase de adherencia entre el "quad" y el "extender" para determinar los factores que influyen en la obtención de una unión con tal resistencia que evite el despegue de dicha unión durante el proceso del pulido de quads. Para tal fin se prepararon recubrimientos híbridos de óxido de silicio y polimetil metacrilato, por el método sol – gel sobre "extenders" como una posible opción de optimización de la interfase. Se encontró que el epóxico (adhesivo extender–quad) utilizado presenta mayor afinidad por el recubrimiento híbrido con lo que se reducen los residuos en el gold pad del slider, que es uno de los principales problemas a eliminar. Los recubrimientos híbridos se aplicaron en sustratos "extender" por el método de inmersión con formulaciones de TEOS:TMSPM:MMA de 1:0.25:X, en donde X se varió en 0.5, 0.75, 1, 1.5 y 2 molar. Se caracterizaron propiedades físicas y mecánicas del recubrimiento por medio de microscopía de fuerza atómica y nanoindentación. Las propiedades que se determinaron del híbrido fueron rugosidad, dureza y módulo de elasticidad en sustratos de vidrio Corning así como en extender que esta hecho de acero inoxidable, que se utilizaron como testigo. Los recubrimientos presentaron además excelente transparencia y una superficie homogénea. La experimentación demostró la mejora del proceso disminuyendo la contaminación del pegamento epóxico al slider. La interfase con el recubrimiento híbrido demostró tener mayor dureza lo que causo su fragilidad y de ahí su ruptura, esto abre un área de oportunidad a ser estudiada para mejorar la adherencia del Quad al extender. Finalmente, el presente estudio arrojo resultados que definen los factores mas relevantes y variables críticas a controlar para una mejor unión de la interfase quad – extender, mostrando los modos y mecanismos de falla.

ABSTRACT

The Quad- extender bonding is one of the most relevant processes for lapping and cutting quads at FAB1 manufacturing area of Hitachi Global Storage Technologies of Guadalajara; the sliders come in rows, each row has 66 Sliders for Femto products, where 35 rows conform a “quad”. The present thesis has as an objective the study and characterization of the interface adherence among quad and extender to determine the factors that have influence at the union with such resistance that avoid the unstuck during the quad lapping process. In behalf of this purpose hybrid coatings of silicon Oxide and polymethyl metacrilate were done over the extenders using the sol-gel method as a possible interface optimization option. Epoxic (extender – quad adhesive) was also evaluated to have more affinity with the hybrid coating, reducing the residues over the slider gold pads that are one of the main problems to be eliminated. The hybrid coatings were applied in substrates “extenders” threw the immersion method with TEOS:TMSPM:MMA formulations of 1: 0.25 : X , were the “X” varies in 0.5, 0.75, 1, 1.15 and 2 molar ratio. Were characterized the physics and mechanical properties of the coating throw the Atomic force microscopy and Nanoidentation. Were characterized physical, mechanical and optical properties from the coating through surface roughness and morphology besides hardness and elasticity at Corning glass besides extender made with Stainless steal. The coatings showed excellent transparency and a homogeneous surface. This experimentation demonstrates the process improvement in relation to epoxic contamination reduction at slider. The hybrid interface demonstrates to be harder than without hybrid, in consequence fragility increments and brakes. This fact opens an opportunity area to be studied to improve the quad-extender adherence. Finally the present work results define the more relevant factors and critical variables to be controlled to get a better interface union exhibiting the failure modes and the “why's” of those.

GLOSARIO DE TÉRMINOS

- **Fab.** Abreviación de Fabricación
- **Job:** Grupo de 24 rows unidos por el sistema de manufactura
- **Quad:** Arreglo rectangular de "Sliders" que se fabrica a partir de la oblea. Se obtienen 14 de una sola oblea de tamaño similar.
- **Resistencia** La resistencia es la medida de la capacidad de un material para absorber energía durante la deformación del plástico sin sufrir fractura frágil. La resistencia puede calcularse por el área que hay debajo de una curva de tensión / deformación.
- **Row.** Hilera de Sliders (existen dos configuraciones: con 44 y con 60 Sliders)
- **Scrap.** Material Defectuoso.
- **Slider.** Nombre genérico que se le da a la cabeza magnética
- **Wafer.** Más comúnmente conocida como Oblea. Es un arreglo de 5" de diámetro en forma circular que contiene miles de cabezas magnéticas.
- **ASTM:** Siglas en Ingles: "American Society for Testing and Materials" Es una de las Organizaciones más grandes reconocida mundialmente como una fuente de estándares técnicos para materiales, productos, sistemas y servicios.
- **Deformación plástica.** Cambio en las dimensiones de un objeto bajo carga, que no se recupera al retirar la carga.
- **AFM :** Atomic Force Microscope (Microscopio de Fuerza Atómica)
- **BPO:** Peróxido de Benzoilo
- **DI :** Agua Desionizada
- **DOE:** Diseño de Experimento
- **IPA :** Alcohol Isopropilico
- **KLA TENCOR:** Herramienta de medición (Perfil, Rugosidad, Planicidad)
- **PMMA:** Poli Metil Metacrilato
- **MMA:** Metil Metacrilato

- **MPCPS:** *Machine & Process capability Study (Estudio de capacidad de equipo y proceso).*
- **MPI:** *Manufacturing Process instruction*
- **MSDS:** *material Safety Data sheet (Hoja de seguridad de materiales)*
- **PCN:** *Process Change Notification (Notificación de cambio del proceso)*
- **PTS:** *part Tracking System (Sistema de seguimiento de partes)*
- **QUAD LAP :** *Quad para pulido*
- **SEM:** *Scanning Electrón Microscope (Microscopio de escaneo por electrones)*
- **TARJA:** *tarja*
- **TMSPM:** *3-(trimetoxisilil) propilmetacrilato*
- **TEOS:** *Tetractil Ortosilicato*
- **Elasticidad:** *Capacidad de un material de recobrar su forma primitiva cuando cesa la causa que lo deforma.*
- **Plasticidad:** *Capacidad de un material a deformarse*
- **Cohesión:** *Resistencia de los átomos a separarse unos de otros*
- **BD:** *Base de datos*
- **Mfg:** *Manufactura*
- **Ra:** *La rugosidad media (Ra) representa el promedio aritmético de las desviaciones del centro del plano.*
- **Al₂O₃ :** *Alúmina*
- **TiC :** *Carburo de Titanio*
- **POR:** *Process of record*

INTRODUCCIÓN

La fabricación de discos duros esta teniendo una transformación exponencial en los últimos años, alcanzando capacidades de almacenaje de información de hasta 180 GB en un disco duro de una computadora de escritorio y hasta 4 GB en un “micro drive”, que se utiliza en pequeños dispositivos electrónicos portátiles. Este cambio dramático en la capacidad de almacenamiento de información hace cada vez más exigente el desarrollo de la tecnología con aplicaciones más eficientes y a menor costo donde la fabricación de “sliders” se cuenta dentro de lo denominado como “the state of the art” (el estado del arte).

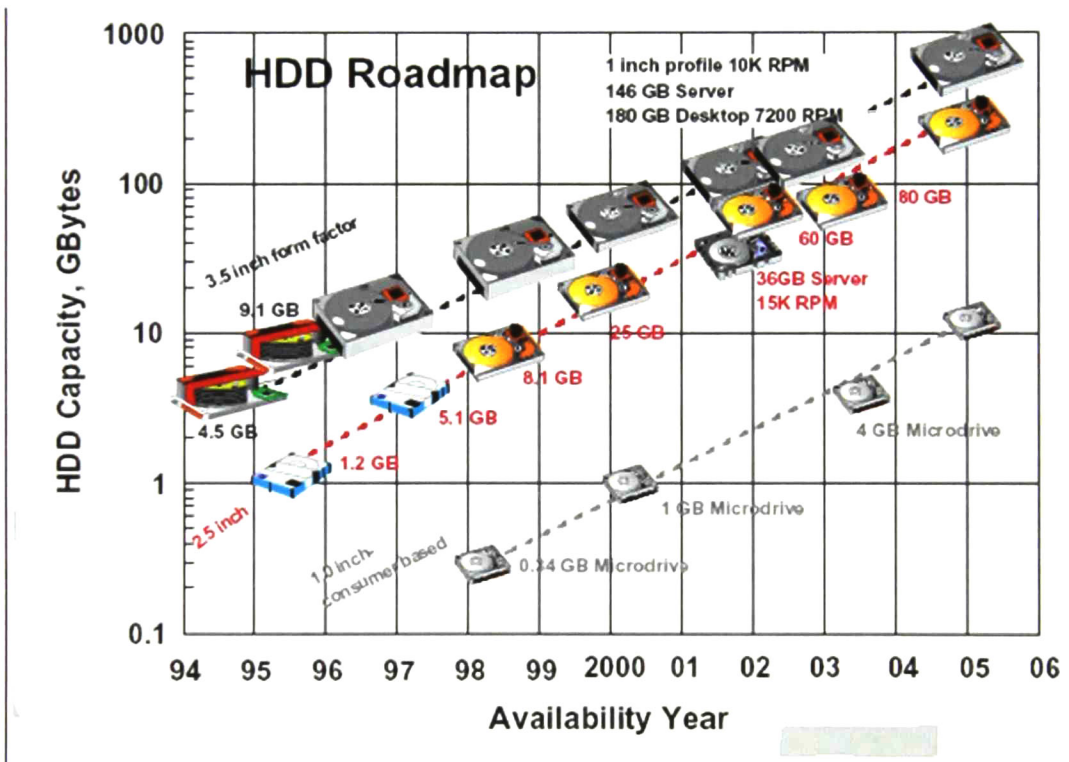


Figura 0.1. Esquema de progresión de capacidad en discos duros Vs. Tamaño.

El principio de funcionamiento de los discos duros no ha cambiado durante los últimos años: una cabeza de escritura/lectura vuela sobre un disco rotatorio.

La cabeza inductiva graba bits de información magnetizando pequeñas regiones en tracks concéntricos del disco duro. Durante la lectura la presencia de una transición magnética entre bits causa que la orientación del sensor magneto resistivo (slider) cambie.

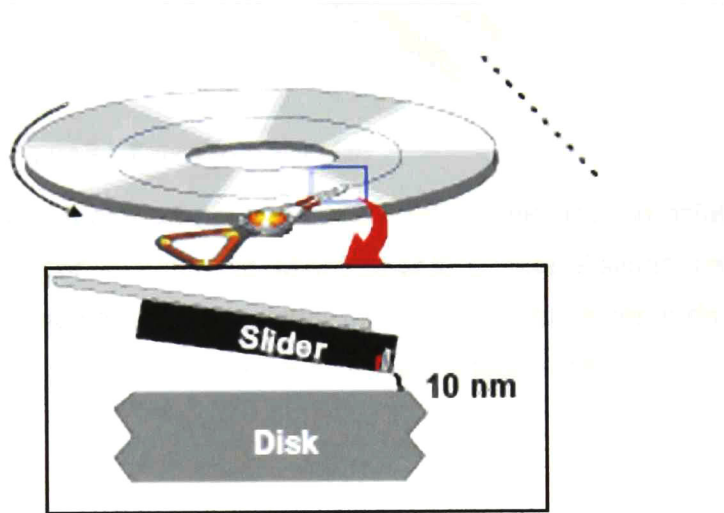


Figura 0.2. Vuelo del Slider sobre el disco duro

A la cabeza de escritura/lectura se le denomina “slider” porque fue diseñado para descansar en una zona de aterrizaje o descanso en el radio interior del disco cuando este no se está moviendo. Cuando el disco empieza a girar el slider se mueve fuera de la zona de descanso y cuando se alcanza una velocidad de rotación estable, el brazo del actuator (HGA) mueve el slider sobre la superficie de datos del disco.

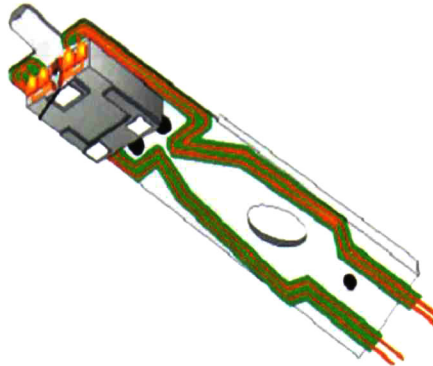


Figura 0.3. Esquema del actuador.

La cabeza permanece en contacto con el disco rotatorio mientras se establece un flujo de aire constante con la superficie. Mientras el disco rota el slider vuela sobre el disco y la altura de vuelo (conocida como fly height) es típicamente de 10 a 20 nanómetros y tiende a ser menor con el progreso de la tecnología.

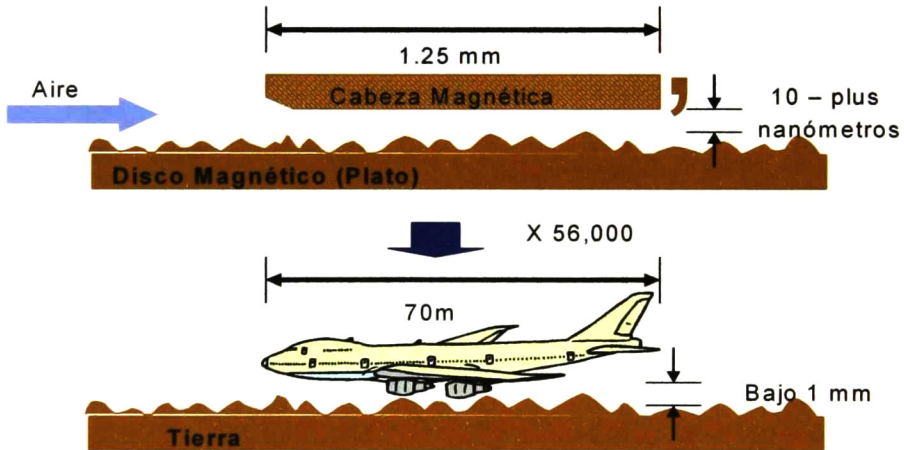


Figura 0.4. Esquema de analogía altura de vuelo del Slider Vs. Altura de vuelo de un avión.

Nota: Como referencia el diámetro de un cabello humano es de aprox. 80 micrómetros = 80,000 nm.

La cabeza magnética, sufre múltiples transformaciones. Iniciando con el crecimiento que se hace sobre el sustrato cerámico para formar la oblea. La oblea se transforma en una matriz rectangular de hileras por columnas, luego solamente

en hileras, hasta que por último se separan individualmente dichas cabezas magnéticas. Posteriormente se continúa con su proceso de montaje sobre la suspensión y al final sobre el disco como se muestra a través de las figuras 0.2, 0.3 y 0.5.

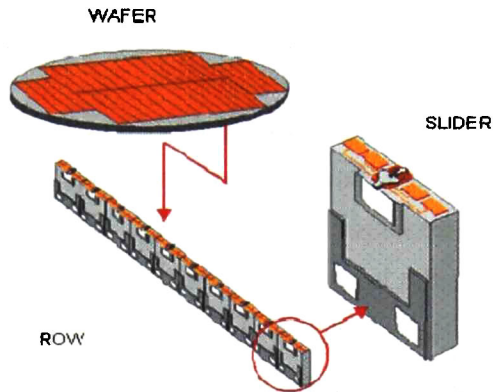


Figura 0.5. Proceso de fabricación de cabezas magnéticas o “Sliders”

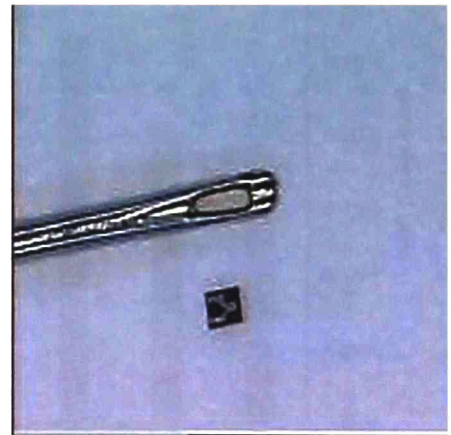
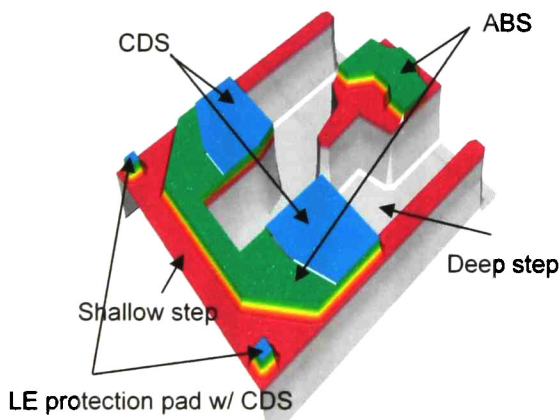


Figura 0.6. (a) Representación esquemática del Slider. (b) En la figura se muestra una fotografía de la comparación del slider contra la cabeza de una aguja.

Es en el proceso de quad bond donde se desarrolla este trabajo. La propuesta incluye el cambio del proceso mediante el involucramiento del recubrimiento híbrido al extender. Para ello se evaluó la interacción del epóxico utilizado y su afinidad por el híbrido. El objetivo es reducir la contaminación hasta la fecha natural del proceso mismo y a su vez optimizando los esfuerzos de pegado para la mejora del proceso.

PROBLEMÁTICA: El despegue de quads adheridos a extenders durante el proceso de pulido implica la interacción de varios procesos anteriores donde una deficiencia en un proceso inicial se ve reflejada en procesos posteriores. Adicionalmente la contaminación de quads por el adhesivo utilizado es parte de la misma problemática dada la íntima relación de su uso en el proceso con los despegues. En la figura que se muestra a continuación se observa la cantidad de rows despegados durante el año 2007.

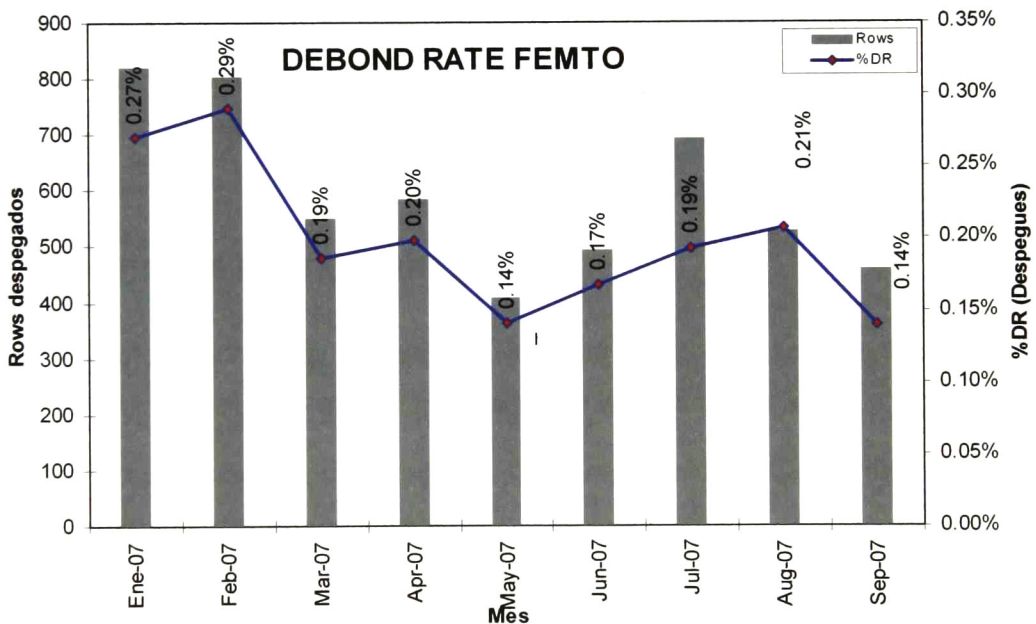


Figura 0.7 Cantidad de rows despegados durante el 2007.

OBJETIVOS.

OBJETIVO GENERAL:

Estudio y caracterización de la interfase de adherencia entre el "quad" y el "extender" para determinar los factores que influyen en la obtención de una unión con tal resistencia que evite el despegue de dicha unión durante el proceso del pulido de quads. Para tal fin se realizaron recubrimientos híbridos de óxido de silicio y polimetil metacrilato, por el método sol – gel sobre "extenders" (material de acero inoxidable) como una posible opción de optimización a ser evaluada.

La preparación de recubrimientos híbridos transparentes del Óxido de Silicio y polimetilmetacrilato, se realizó por el método sol – gel y su deposición sobre una superficie de acero inoxidable por el método de inmersión - remoción (dip-coating) para uso en el proceso de fabricación de cabezas magnetoresistivas. Los recubrimientos se prepararon a partir de una formulación optimizada en un trabajo de doctorado en curso. Las propiedades de homogeneidad, transparencia, adherencia, rugosidad y resistencia a la degradación en sustratos de acero se desconocen por lo que se realizó la caracterización correspondiente.

OBJETIVOS PARTICULARES:

- Determinación de los factores mas relevantes para una mejor unión de la interfase quad – extender, mostrando los modos de falla y sus porqués.
- Preparación de una solución híbrida (SH) de SiO_2 + PMMA con la formulación proporcionada.
- Aplicación del recubrimiento por medio del sistema inmersión – remoción (dip-coating).
- Recubrimiento con el material híbrido con un perfil a lo largo y ancho del extender homogéneo, entendiéndose por esto que no haya pendientes e

irregularidades hacia las orillas ni en los extremos. Además de cumplir con las siguientes propiedades:

- Homogeneidad.
 - Transparencia.
 - Muy buena adherencia.
 - Superficie del recubrimiento con mínima rugosidad (< 50 nm).
1. Caracterización de propiedades mecánicas por medio de nanoindentación.
 2. Variación de la dureza en función a las condiciones de procesamiento utilizadas durante este trabajo.
 3. Determinación del efecto del recubrimiento sobre la contaminación del mismo y del epóxico mismo hacia el quad pegado al extender.

En este trabajo se establecieron algunos parámetros de calidad a partir de las propiedades descritas en los objetivos anteriores, en base a especificaciones internas y /o estudios experimentales que los avalan.

Capítulo 1. GENERALIDADES

1.1 Generalidades en materiales híbridos

1.1.1 Materiales Híbridos

Una manera muy general de definir un híbrido es la siguiente: “Un híbrido es una combinación de dos o más materiales en una predeterminada geometría y escala, óptimamente sirviendo a un específico propósito diseñado”. Esta definición se puede parafrasear como “A + B + forma + escala”, que permite la más amplia posible elección de A y B, incluyendo la posibilidad de que uno de ellos sea un gas o simplemente el espacio. Estas nuevas variables expanden al diseño del espacio, permitiendo una optimización de propiedades que no es posible si la elección está limitada a solo, materiales monolíticos¹.

1.1.1.0 Sistemas de dos componentes

En un sistema de dos componentes en el cual ambos se encuentran en una sola fase, el número de grados de libertad se define por: $F = 2 - 1 + 2 = 3$.

Significando que si se quiere definir la condición de la fase hay que especificar tres variables, presión, temperatura y concentración de uno de los componentes. La medición en los sistemas sólido-Líquido generalmente se lleva a cabo a presión atmosférica por lo que esta se considera una constante, concluyendo lo siguiente:

$F = C - P + 1$, en un sistema de dos componentes tenemos, $F = 2 + 1 - P = 3 - P$, las variables que permanecen son temperatura y concentración de uno de los componentes. Por tanto el equilibrio de un sistema dado se puede representar en un diagrama Temperatura-Composición donde usualmente la concentración se define en % en peso o molar.

1.1.1.1 Formación de un híbrido a partir de dos materiales

La Figura 1.1 muestra esquemáticamente dos familias de materiales, trazadas en una carta con propiedades P_1 y P_2 como ejes. Dentro de cada campo un miembro singular de esa familia es identificado (materiales M_1 y M_2). La figura muestra cuatro escenarios, cada uno típico de una diferente clase de híbrido. Consideremos el caso

cuando grandes valores de P_1 y P_2 son deseables, entonces, dependiendo de las formas de los materiales y el modo en que ellas son combinadas, podemos encontrar cualquiera de los siguientes escenarios ⁱ.

Escenario "El mejor de ambos" (punto A).- El ideal, frecuentemente, es la creación de un híbrido con las mejores propiedades de ambos componentes. Hay ejemplos, más comúnmente cuando una propiedad de volumen de un material es combinado con las propiedades de la superficie de otro. El acero recubierto con zinc tiene la fuerza y dureza del acero con la resistencia a la corrosión del zinc.

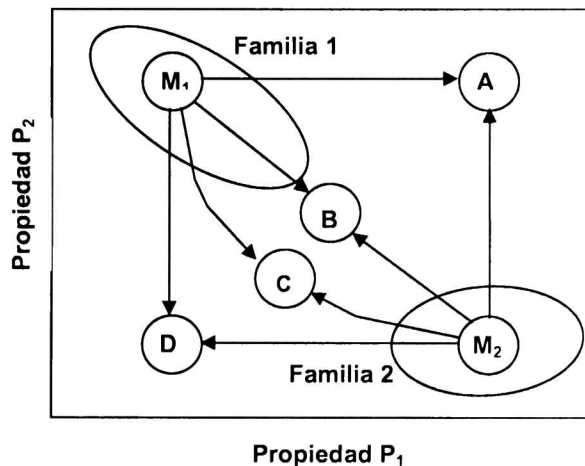


Figura 1.1. Las posibilidades de hibridación. Las propiedades de la hibridación reflejan a sus materiales componentes, combinados en uno de varios posibles modos.

Escenario "La regla de las mezclas" (Punto B).- Cuando las propiedades en volumen son combinadas en un híbrido, como en composites estructurales, lo mejor que puede ser obtenido es frecuentemente el promedio aritmético en peso de las propiedades de los componentes por las fracciones de volumen. Así los composites de fibras unidireccionales tienen un módulo axial (paralelo a las fibras) que queda cercano a la regla de mezclas.

Escenario "el más débil eslabón dominante" (Punto C).- A veces tenemos que vivir con un compromiso menor, tipificado por la rigidez de composites particulares, en el cual las propiedades del híbrido cae debajo de la regla de las mezclas, quedando

cercano a la armónica que a la mala aritmética de las propiedades. Aunque las ganancias son menos espectaculares, pueden ser aun útiles.

Escenario "Lo peor de ambos" (punto D). - No hay algo que queramos.

1.1.1.2 Materiales híbridos orgánicos- inorgánicos

La posibilidad de combinar las propiedades de compuestos orgánicos e inorgánicos en un único material es un reto que se originó con el inicio de la era industrial. Algunos de los más viejos y famosos híbridos orgánicos- inorgánicos vienen de las industrias de la pintura, donde los pigmentos inorgánicos (TiO_2 , etc.) eran suspendidos en mezclas de solventes, surfactantes, etc. Mientras el concepto de materiales "híbridos" no fue mencionado en ese tiempo, el amplio incremento de trabajo de estructuras orgánico- inorgánicos continuó con el desarrollo de la industria de los polímeros. Rellenos inorgánicos (minerales, arcillas, talcos, etc.) fueron adicionados a polímeros, con el fin de mejorar algunas de las propiedades de los compuestos. De hecho, el concepto de materiales "híbridos" orgánicos- inorgánicos emergió solo recientemente, cuando el investigador cambió a materiales con más alto valor agregado. Estos nuevos materiales, considerados materiales avanzados innovadores, promete nuevas aplicaciones en muchos campos tales como óptica, electrónica, iónico, mecánica y biologíaⁱⁱ.

Los materiales híbridos orgánicos-inorgánicos son los que resultan de combinar las propiedades de dos o más materiales formando un composito o sistema bio-mineral, a nivel nanoscópico o molecular, mediante enlaces de grupos químicos opuestos (orgánicos- inorgánicos)^{ii,iii,iv,v,vi,vii,viii,ix,x,xi}.

1.1.1.3 Clases de híbridos

Las propiedades de los materiales híbridos no son justo la suma de las contribuciones individuales de ambas fases; el rol de las fases internas podría ser predominante. La naturaleza de la interfase ha sido usada para dividir estos materiales en tres distintas clases:

Clase I.- Los compuestos orgánicos e inorgánicos están definidos por solamente enlaces débiles (enlaces de hidrógeno, de Van Der Walls o iónicos, balance hidrofóbico- hidrofílico) y dan la cohesión a la estructura en conjunto.

Clase II. - Las dos fases están ligadas a través de fuertes enlaces químicos (enlaces covalentes o ión- covalente). Dentro de muchos materiales híbridos de la clase II, los componentes orgánicos e inorgánicos pueden también interactuar vía el mismo tipo de enlaces débiles que definen a los híbridos de la clase.

Clase III. - Son biocompuestos, producidos por biomineralización natural, que consiste en una matriz polimérica orgánica reforzada por un depósito inorgánico. Estos sofisticados procesos son difíciles de realizar completamente en sistemas de modelos artificiales.

1.1.2 Polímeros híbridos inorgánicos- orgánicos

Los polímeros tienen un bajo peso en comparación con el vidrio, además de baja absorción al agua y su alto índice de refracción. Su principal desventaja para todas las aplicaciones es su superficie suave y con ello la baja resistencia al raspado y abrasión, conduciendo a la dispersión de luz y la disminución de transmisión y calidad óptica. Para superar esos problemas, transparentes "recubrimientos duros" basados en poliorganosiloxanos se han usado. Consisten en una doble red de polímeros en la cual el agrupamiento o estructuras de este tipo son ligados por grupos orgánicos o fragmentos de polímeros. El incremento de resistencia mecánica se atribuye a la columna vertebral "inorgánica", considerando que la red tridimensional del recubrimiento ligada muestra ventajas en comparación con la red bidimensional formada en cruz del polisiloxano^{xi}. Sin embargo, la extensión de esta última, entre los bloques nanoscópicos inorgánicos construidos de la matriz, se ha considerado importante en las altas propiedades mecánicas del híbrido.

Las superficies de los polímeros proveen dificultades técnicas para depositar óxido u óxido basado de recubrimientos directamente, conduciendo necesariamente a su tratamiento o modificación. Como resultado, una variedad de técnicas mecánicas han sido estudiadas para alcanzar ese buen secado y deposición para recubrimientos óxidos cambiando químicamente la superficie del polímero.

1.1.3 Aplicaciones de los materiales híbridos

La incorporación de materiales orgánicos/oligoméricos/poliméricos dentro de las redes orgánicas/inorgánicas por el proceso sol-gel hace posible optimizar las propiedades seleccionadas independientemente. Específicamente, la introducción de grupos orgánicos dentro de una red inorgánica conduce a una nueva variación estructura-propiedad, por consiguiente se promueven nuevas potenciales aplicaciones para los materiales compuestos resultantes, como por ejemplo:

Puede ser introducida flexibilidad por la incorporación de materiales orgánicos/oligoméricos/poliméricos dentro de las redes inorgánicas.

Nuevas propiedades electrónicas, tales como conductividad, propiedades redox, etc., pueden ser alcanzadas introduciendo polímeros conductores junto con alcóxidos de metales de transición.

Por la incorporación de tintas orgánicas o polímeros π -conjugados dentro de las redes inorgánicas, las propiedades ópticas pueden ser sistemáticamente alteradas en las propiedades ópticas lineal (OL) y no lineal (NLO).

Aunque muchos de los sistemas de redes constan de componentes que tienen muy diferentes índices de refracción, los materiales resultantes pueden frecuentemente ser preparados óptimamente transparentes debido a su pequeña escala resultante sobre la cual la fase de separación puede existir. Como resultado, estos materiales compuestos pueden encontrar aplicaciones en muchos campos que están fuera del alcance de aplicación de materiales compuestos tradicionales y esta es una importante razón por el fuerte interés en la aplicación de los materiales híbridos orgánicos/inorgánicos.

1.1.3.1 En polímeros híbridos inorgánicos-orgánicos

Los polímeros híbridos inorgánicos-orgánicos, mayormente son usados como recubrimientos para diferentes propósitos, pero recientemente también son usados como materiales en volumen, constituyen el tipo más avanzado técnicamente de aplicaciones de los materiales híbridos. Estos materiales poseen un gran potencial de aplicaciones, debido a que el polímero trae nuevas propiedades a la red inorgánica

(flexibilidad, hidrofobicidad, antimanchado, anticongelante, modificación al índice de refracción, evitar la corrosión, etc.).

El PMMA ha sido ampliamente estudiado y utilizado como parte de los polímeros híbridos inorgánicos-orgánicos, debido a dos principales ventajas respecto a otros polímeros: Está disponible comercialmente y su transición vítrea de temperatura (T_g) es relativamente más baja.

1.2 Generalidades del proceso

1.2.1 Pegado, pulido y corte de rows

A continuación se muestran los pasos a seguir en el proceso de extender bond, desde el arribo de la oblea al inicio del proceso hasta la obtención del row.

Proceso de corte de la oblea

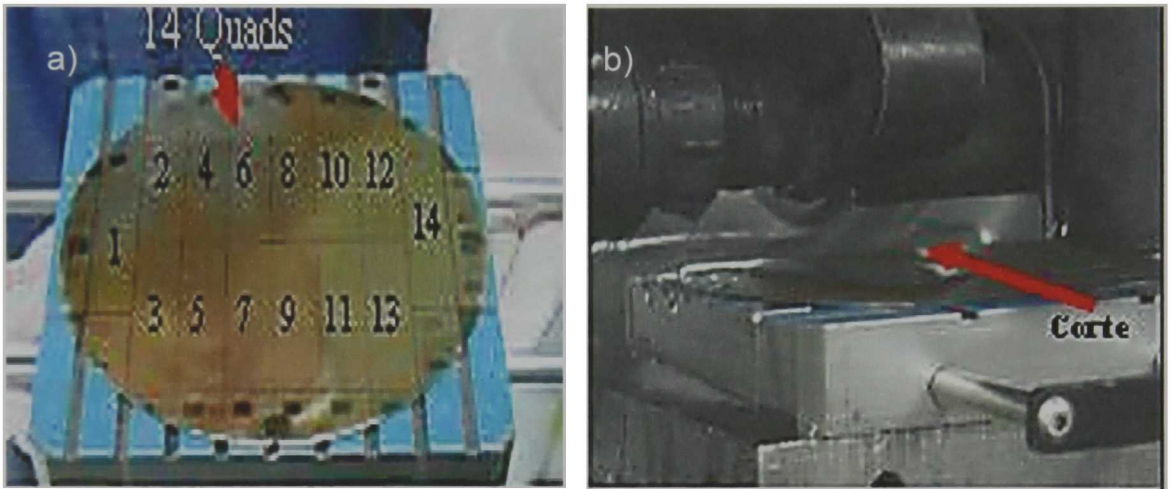


Figura 1.2 a) wafer de 14 quads, b) Corte de precisión con tolerancia de micrones.

Pulido preliminar del quad para mayor precisión y reducción

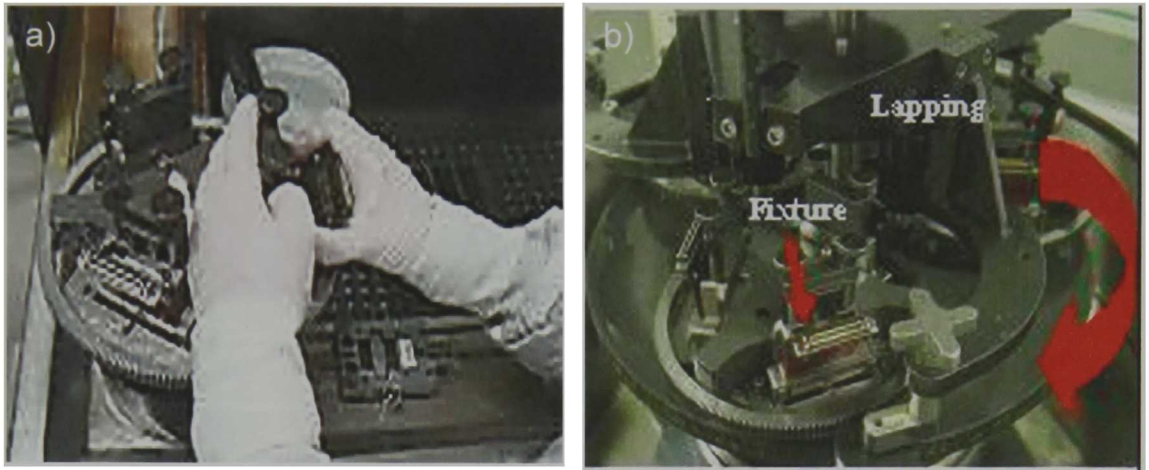


Figura 1.3 a) El pulido se dirige manualmente, b) Detalle de la máquina pulidora.

Pegado del quad al extender con adhesivo epóxico

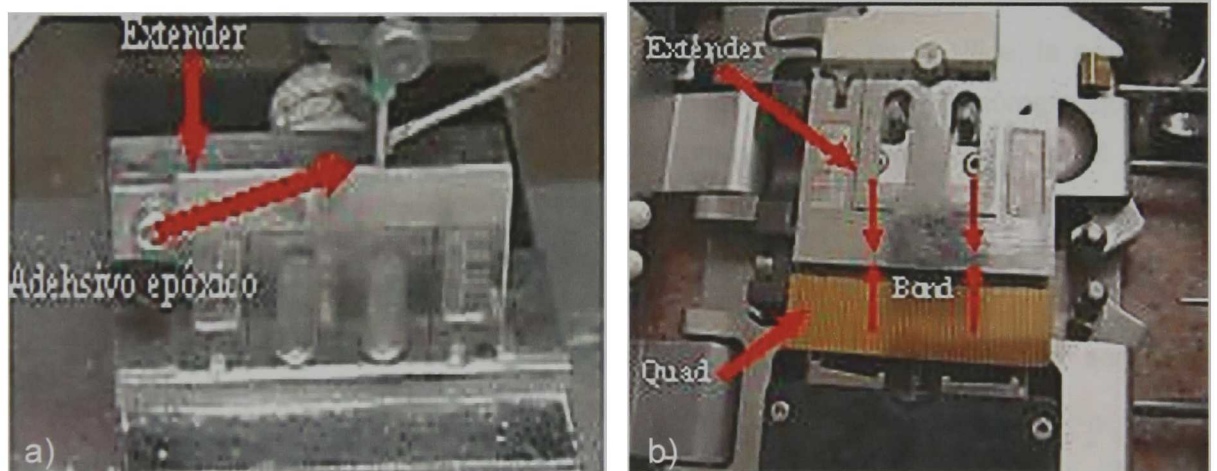


Figura 1. 4 a) detalle de cómo se pone el adhesivo epóxico, b) Vista general de la máquina donde se lleva a cabo el proceso de pegado.

Proceso de Row Slice

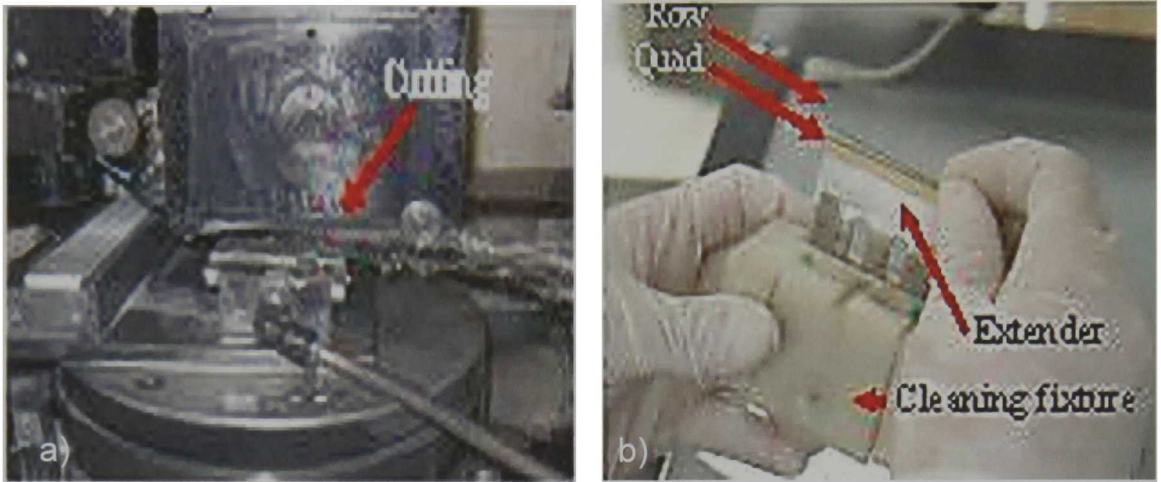


Figura 1.5 a).Corte preciso de separación de rows, b) Comparación de un row cortado contra el quad y el extender.

1.2.2 Materiales en el híbrido SiO_2 -PMMA-TMSPM

El TEOS proporciona la parte cerámica del híbrido que es la sílice, la parte polimérica viene representada por el metil metacrilato que es el monómero que después de la polimerización se convertirá en polimetilmetacrilato; el TMSPM o agente acoplante hace compatibles a estos dos compuestos ya que por si solos no sería posible su unión, la característica de este agente es que un extremo de su molécula es similar al TEOS, mientras que el otro es similar al MMA. Lo anterior permite obtener una solución homogénea de los tres componentes, la cual será utilizada para recubrir el o los sustratos deseados.

1.2.2.1 PMMA

El PMMA es un polímero vinílico, formado por polimerización vinílica de radicales libres a partir del monómero Metil metacrilato.

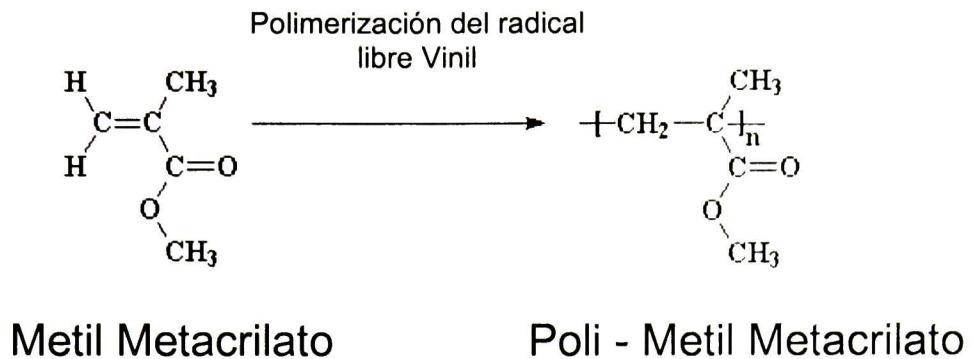


Figura 1.6 Polimerización del radical libre Vinil

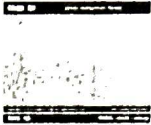





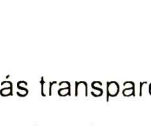
El PMMA es miembro de una familia de polímeros que los químicos llaman acrilatos, pero el resto del mundo les dice acrílicos. Es una suspensión microscópica de capas de micro esferas en un vehículo dado, como por ejemplo colágeno de bovino o en un coloide.

La viscosidad del PPMA es función del solvente utilizado, como por ejemplo el PMMA en anisol tiene una viscosidad menor al preparado en cloro benceno, esta característica influye directamente en el espesor de un recubrimiento de un material dado. En general entre mas alto es el peso molecular de un PMMA mas lenta será su disolución en un solvente, así mismo el peso molecular se debe de determinar en función al uso y las características deseadas para una aplicación. EL PMMA es un termoplástico por lo que puede ser moldeado desde 100 °C a 150°C sobre cualquier superficie.

El PMMA puede ser removido con relativa facilidad con NMP (n-Metil pirolidona) el cual es efectivo a temperatura ambiente. Otros solventes también efectivos lo son Benceno, Tolueno, Cloroformo, Cloruro de metileno, esterés y acetato de etilo.

El Índice de refracción del PMMA es de 1.49 – 1.52 a 632.8 nm, y su temperatura de cristalización (Tg) es de 95°C a 106°C respectivamente a pesos moleculares desde 495 a 950. ^{xii}. Se pueden encontrar variantes de PMMA, como se puede ver en las fotos mostradas a continuación, adicionalmente se incluyen las páginas de Internet relacionadas comercialmente al tema que se enlistan en la bibliografía. ^{xiii xiv}

Tabla 1.1 Tabla de variantes de PMMA

No.	Descripción	Foto
PMMA-101	PMMA - prime - transparente	
PMMA-110	PMMA - prime - Naranja	
PMMA-113	PMMA - prime - rojo	
PMMA-201	PMMA - off spec - transparente	
PMMA-401	PMMA - regrind - transparente	
PMMA-415	PMMA - regrind - mezclado	
PMMA-430	PMMA - regrind - ópalo	

Usos:

Como material irrompible en reemplazo del cristal, ya que es más transparente que el vidrio. Por ejemplo, la barrera en la pista de hielo que impide que los discos de jockey sean proyectados hacia las caras de los espectadores, se hace de PMMA. La compañía química **Rohm y Haas** hace ventanas con PMMA y las llama *Plexiglás*. Las **Imperial Chemical Industries** también las hacen y las llaman *Lucite*, el cual se utiliza para hacer las superficies de las bañeras, piletas de cocina y las siempre populares tinas de baño y duchas de una sola pieza, entre otras cosas.

Las pinturas de "látex" acrílico contienen a menudo una suspensión de PMMA en agua. El PMMA no se disuelve en agua, de modo que para dispersarlo se requiere el uso de otro polímero, capaz de compatibilizar el agua con el PMMA. ^{xv}

A bajas temperaturas, los aceites lubricantes y los fluidos hidráulicos a menudo tienden a ponerse realmente viscosos e incluso gomosos. Esto es un verdadero problema cuando se intenta hacer funcionar maquinaria pesada en un día frío. Pero cuando se disuelve un poco de PMMA en el aceite o fluido, éstos no se vuelven viscosos con el frío y la máquina puede funcionar hasta a -100°C, es decir, asumiendo que el resto de la máquina sea capaz de soportar esas temperaturas tan bajas.

1.2.2.2. TMSPM (Compuesto precursor)

Actualmente contamos con disponibilidad de un gran número de precursores, que generan la posibilidad de obtener una amplia variedad de materiales híbridos orgánicos-inorgánicos, los cuales se pueden representar por tres tipos:

- a) Alcoxidos Metálicos
- b) Organo Alcoxi Silanos
- c) Agregados (clusters) órgano funcionales inorgánicos o nanopartículas.

El TMSPM pertenece al 2do grupo, es decir a los Órgano Alcoxi Silanos, los cuales presentan compatibilidad, por medio de la técnica sol-gel, de poder ligarse por un lado a la fase inorgánica y por la otra parte con la orgánica, siendo afines a los grupos metacriloxi, vinil y epoxi.

Se han utilizado varios tipos de estos precursores ampliamente, entre ellos está el 3-metacriloxipropiltrimetoxisilano ó también denominado 3-trimetoxisilpropilmetacrilato (TMSPM)^{xvi, xvii, xviii, xix, xx, xxi, xxii, xxiii, xxiv, xxv, xxvi}, que tiene como característica estar formado por un extremo del grupo MMA y por el otro del grupo 3-trimetoxi, cuya fórmula química es: $(CH_2=C(CH_3)COO(CH_2)_3Si(OCH_3)_3)$.

1.2.2.3 SiO₂ (Sílice)

Dentro de los óxidos refractarios mas conocidos principalmente, se encuentran cinco óxidos a saber **Silica (SiO₂ p.f. 1723°)**, alumina (Al₂O₃ p.f.), magnesia (MgO

p.f.2800°C) red cúbica y caliza (CaO p.f.2600°C), la estructura más simple de estos óxidos consiste de una estructura cristalina compacta, en la que los átomos del metal y del oxígeno siguen una periodicidad en la red, es decir, un átomo de metal, uno oxígeno y así sucesivamente.

A principio de siglo se reconoció y aceptó que la sílice asume principalmente tres formas: cuarzo, cristobalita, y tridimita. Hasta la fecha no se sabe con exactitud las relaciones entre estos tres minerales y sus formas alotrópicas. No hay que olvidar que la sílice constituye, no menos del 59% de la corteza terrestre. A 575°C cuarzo- α sufre una transformación a cuarzo- β . Esta transformación esta considerada como una expansión en la que tan solo, la red cristalina sufre un "estirado" entre las ligaduras de los átomos de la red.

Si el material sigue siendo calentado se observa otro cambio a 870°C y esta pasa a cristobalita el cual muestra una estructura cúbica a altas temperaturas, cabe indicar que en estas transformaciones no se ha observado ninguna pérdida de átomos de silicio o de oxígeno, simplemente una reorientación de ellos ha sido observada.

Después de la conversión de cuarzo a cristobalita, existe otra conversión y esta es tridimita, sin embargo, se sabe que para que exista esta transformación tiene que existir un rompimiento de las ligaduras de Si-O-Si seguido de un re-arreglo de tetraedro de SiO₄, debido a esto, esta última conversión es mas lenta que a los otros cambios observados, tal como cuarzo α - β en cual requiere de pequeñas alteraciones en las direcciones y longitudes de enlace. Se indica que este último cambio es acelerado por la presencia de mezclas mineralizantes tal como 1.5% Na₂O y 1.5% Fe₂O₃ la que a 1400°C promueve la transformación en un lapso de 2h., mientras que en la ausencia de la mezcla, dicha transformación ocurre en 2h a 1550°C. Por otra parte, y como sino fuera complicada la situación del silicio por la cantidad de transformaciones que ocurren, se ha observado que si cristobalita- β es mantenida por una cantidad de tiempo apreciable en el rango de temperaturas de 870°C-1470°C, este material tiende a cambiar a tridimita.

1.2.3 Materiales en el sustrato del quad

El material que se utiliza para la elaboración de las cabezas lectoras de discos duros es un compuesto con matriz de alúmina reforzada con partículas de carburo de titanio. Una de las maneras utilizadas para incrementar la tenacidad a la fractura es agregar al cerámico mecanismos adicionales a través de los cuales la energía de fractura pueda ser disipada y esto puede lograrse haciendo más difícil el crecimiento de una grieta a través del cerámico, por ejemplo agregando interacciones con imperfecciones estructurales como fronteras de grano o con la interacción de fases secundarias como partículas o fibras. En la Tabla 3.1 se muestra la mejora en la tenacidad a la fractura para la alúmina así como una referencia para algunos materiales cerámicos.

Tabla 1.2 Reforzamiento por partículas para la Al₂O₃

Material	Fuerza de flexión 3 (MPa)	Tenacidad a la fractura (MPa.m ^{1/2})
Baseline Al ₂ O ₃	420	4.0
Sintered Al ₂ O ₃ - 30 wt % TiC	480	4.4
Hot-pressed Al ₂ O ₃ 30 wt % TiC	583	4.5
Sinter-HIP Al ₂ O ₃ -30 wt % TiC	638	4.4

El compuesto Al₂O₃ – TiC es un sistema en el cuál la fase secundaria puede interferir con la propagación de las grietas a través de la deflexión a la interfase y a través de interacciones con los campos de tensión residuales locales que se presentan debido a los diferentes coeficientes de expansión térmica de la Al₂O₃ y el TiC.

1.3 Justificación: Recubrimiento híbrido SiO₂- PMMA

Los materiales híbridos SiO₂-Polímero han sido estudiados en su mayoría para aplicaciones en sistemas ópticos y escasamente para recubrimientos sobre vidrio para fines decorativos y aun menor en superficies de acero inoxidable. También resulta de gran interés por la efectividad y el gran desarrollo que está habiendo de los materiales precursores nanopartículas, alcóxidos y organosiloxanos, específicamente

del 3-trimetoxisililpropilmetacrilato (TMSPM) grandemente utilizado, ofreciendo posibilidades de ligar materiales que hace unos años no era posible y formar híbridos orgánico- inorgánico para muchas aplicaciones ya descritas y otras tantas que aún están en perspectiva. Por otra parte, el polimetilmetacrilato, polímero estudiado y utilizado desde hace mucho tiempo y últimamente con gran éxito y en una gran diversidad de trabajos de investigación dirigidos a usos específicos, incorporándolo para formar polímeros híbridos, es un recurso apreciable por las ventajas que presenta. Finalmente, el proceso sol- gel, ampliamente estudiado y conocido en sus bondades ya descritas, representa la ventaja de lo práctico que es para trabajarlo y de lo extensamente conocido. Existe la gran oportunidad de abrir un área de trabajo y desarrollo en este campo.

1.4 Sol gel en materiales híbridos

La técnica sol- gel, que ha sido ampliamente utilizada en el desarrollo de nuevos materiales desde hace tres décadas, consiste en procesos húmedos para crear materiales amorfos nanocristalinos o nanoescalados, a partir de materiales inorgánicos dispersados en solventes, a través del crecimiento de polímeros metal-oxo. Esta técnica presenta gran importancia en los materiales híbridos orgánicos-inorgánicos, debido a que tiene características únicas de procesamiento a baja temperatura y de proveer la oportunidad de hacer una composición pura y bien controlada de dichos materiales, a través de la incorporación de moléculas de bajo peso molecular y oligoméricas/poliméricas con apropiadas fracciones inorgánicas. La técnica sol-gel ha resultado muy atractiva y de gran importancia para procesar materiales híbridos orgánicos-inorgánicos y constituir nanopartículas, recubrimientos, fibras o materiales en volumen.

Comparado al gel puramente inorgánico, uno orgánicamente modificado puede mejorar sus propiedades mecánicas, resistencia al agua y formar una película con el beneficio de no comprometer su transparencia óptica. Por otra parte, el híbrido orgánico-inorgánico puede mejorar al gel puramente orgánico, adicionándole mejores propiedades mecánicas (dureza, resistencia a la abrasión), impermeabilidad a gases

y líquidos. Además de poder conseguir, dependiendo de los precursores, una perfecta adherencia entre ambos y con el sustrato.

Capítulo 2. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

En este capítulo se muestra el uso de diversas técnicas de caracterización de los materiales involucrados, con el propósito de obtener una mejor comprensión sobre los mismos. La información obtenida nos ayudara a entender el proceso y ponernos en una mejor posición para proponer mejoras tangibles.

2.1 Ensayo de dureza

La dureza caracteriza la deformación local concentrada en un pequeño volumen de la superficie exterior, de un material y representa la resistencia de los materiales a ser penetrados, a absorber energía o a ser cortados.

La dureza está relacionada directamente con las propiedades elásticas y plásticas de un material; esta relación hace de las pruebas de dureza tener una importancia fundamental desde el punto de vista práctico, implica, en forma general, una resistencia en la deformación por lo que por ejemplo en el caso de los metales es una medida de la resistencia a la deformación permanente o plástica.

El ensayo de Dureza Superficial, es la resistencia de un material a ser marcado por otro. Se prefiere el uso de materiales duros cuando éstos deben resistir el roce con otros elementos. Es el caso de las herramientas de construcción (palas, carretillas, pisos, tolvas). El ensayo es realizado con indentadores en forma de esferas, pirámides o conos. Estos elementos se cargan contra el material y se procede a medir el tamaño de la huella que dejan. Es un ensayo fácil y no destructivo; puede realizarse en cualquier sitio, ya que existen durómetros fácilmente transportables. Una de las ventajas del ensayo de dureza es que los valores entregados pueden usarse para hacer una estimación de la resistencia a la tracción. La dureza superficial puede aumentarse añadiendo al material una capa de carbono, en un tratamiento térmico denominado cementación. ^{xxvii}

La clasificación de los métodos de dureza de acuerdo al procedimiento empleado para su realización se divide entres importantes grupos:

- Dureza de rayado
- Dureza de penetración y
- Dureza al rebote o dinámica

2.1.1 Cálculo de escala de dureza

Tabla 2.1 Procedimiento y cálculo de ensayos de dureza

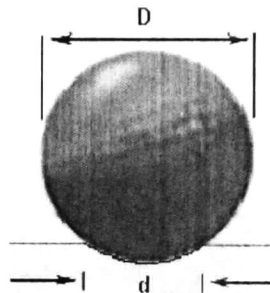
Ensayo BRINELL.

Indentador: Esfera de 10mm de acero o carburo de tungsteno.

Carga = P

Fórmula: $HBN =$

$$\frac{2P}{\pi D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)}$$

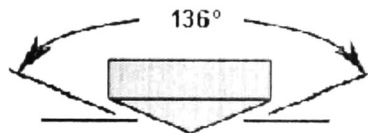


Ensayo VICKERS

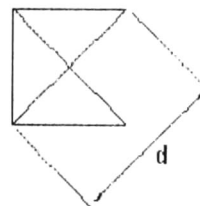
Indentador: Pirámide de diamante

Carga = P

Fórmula: $HVN = 1,72 \frac{P}{d^2}$



VISTA SUPERIOR

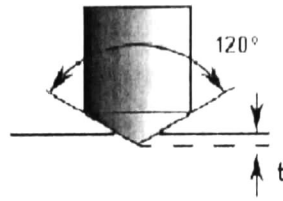


Ensayo ROCKWELL A, C, D

Indentador: Cono de diamante (HRA, HRC, HRD)

Carga:

$$\begin{aligned} P_A &= 60 \text{ Kg.} \\ P_C &= 150 \text{ Kg.} \\ P_D &= 100 \text{ Kg.} \end{aligned}$$



Formula: HRA, HRC, HRD = 100 - 500t

Ensayo ROCKWELL B, F, G, E

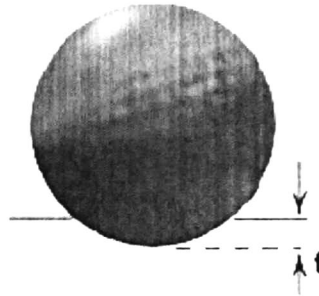
Indentador:

Esfera de acero $f = 1/16$ "
(HRB, HRF, HRG)

Esfera de acero $f = 1/8$ "
(HRE)

Carga:

$$\begin{aligned} P_B &= 100 \text{ Kg.} \\ P_F &= 60 \text{ Kg.} \\ P_G &= 150 \text{ Kg.} \\ P_E &= 100 \text{ Kg.} \end{aligned}$$



Formula: HRB, HRF, HRG, HRE = 130 - 500t

2.1.2 Nanoindentación

Debido a la tendencia que existe actualmente de obtener materiales de dimensiones cada vez más pequeñas es necesario comprender las propiedades mecánicas de volúmenes reducidos de material, como es el caso de los recubrimientos delgados. La reducción en la escala podría cambiar el comportamiento de un material comparado con el del mismo material en volumen o bulto. La Nanoindentación es un medio para caracterizar las propiedades locales de pequeños volúmenes y para investigar los esfuerzos internos de recubrimientos delgados. Esta técnica mide la dureza de materiales a través de la detección continua de la carga y el

desplazamiento de un indentador sobre un punto de la superficie de una muestra sólida.

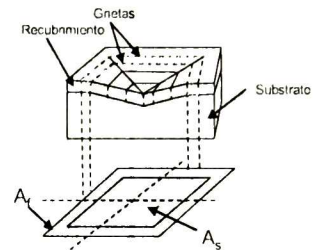
Una de las aplicaciones más populares de la nanoindentación es la determinación de propiedades mecánicas de películas delgadas. En los ensayos de nanoindentación, las propiedades de la película pueden ser medidas sin remover la película del sustrato como se hace en otro tipo de ensayos.

La comparación de las curvas carga desplazamiento entre sustratos recubiertos y sin recubrir revela frecuentemente en cambios en la respuesta elástica y plástica de un sistema debido a las diferencias en el tratamiento de superficie. La presencia de discontinuidades en la respuesta de carga desplazamiento revela información sobre el agrietamiento, de laminación, y plasticidad en la película y el sustrato. ^{xxviii xxix}

a) Modelo de dureza de la ley de “Mezcla de áreas” (Jonsson and Hogmark 1984)

$$H_c = \frac{A_f}{A} H_f + \frac{A_s}{A} H_s$$

$$H_c = H_s + \left[2C \left(\frac{t}{d} \right) - C^2 \left(\frac{t}{d} \right)^2 \right] (H_f - H_s)$$



b) Modelo de dureza de la ley de “Mezcla de volúmenes” (Sargent 1979)

$$H_c = \frac{V_f}{V} H_f + \frac{V_s}{V} \chi^3 H_s \quad (\text{para los casos en que } H_f > H_s)$$

$$(V = V_f + \chi^3 V_s)$$

$$\chi = \left(\frac{E_f H_s}{E_s H_f} \right)^m$$

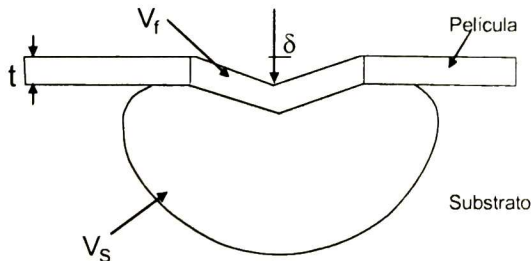


Figura 2.1 Modelos de evaluación de dureza en películas delgadas

La nanoindentación fue inicialmente desarrollada con el propósito de evitar medir la huella de indentación, especialmente para cargas pequeñas.- Se mide la carga aplicada (P) frente a la profundidad de penetración (h), de esta manera se evalúa las propiedades mecánicas de los materiales mediante análisis elásticos o elásto-plásticos (H, E).

Para el cálculo de dureza y módulo de elasticidad se obtiene el área de contacto indirectamente a partir de la profundidad de penetración, el valor de dureza medido para una combinación de película – sustrato es más difícil de cuantificar que el módulo de elasticidad combinado debido a la naturaleza compleja de la zona plástica que es la que interactúa con el material del sustrato. ^{xxx xxi}

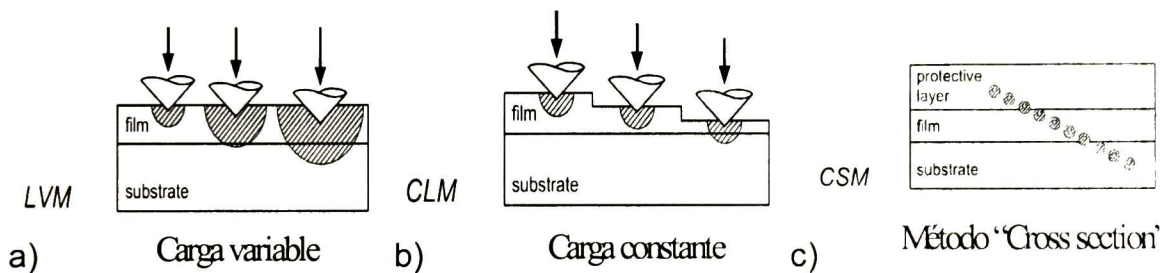


Figura 2.2 Métodos de obtención de perfiles de dureza, a) Carga variable, b) Carga constante, c) Método Cross section.

El término nanoindentación a menudo se aplica a tres escalas ligeramente diferentes, dependiendo de la capacidad del instrumento. Iniciando por la mayor, existen pruebas de nanoindentación en las que se aplican cargas del orden de los mili Newtons, causando desplazamientos desde cientos hasta miles de nanómetros. Esta se encuentra justo por debajo de la que se conoce como microindentación. En el siguiente rango, se aplican cargas desde 10 hasta 10000 μN , midiendo desplazamientos de cientos de nanómetros. Existe una técnica de indentación a una escala todavía menor, se utilizan cargas hasta de 120 μN teniendo penetraciones del orden de los 100 nm, la cual utiliza un cantilever de microscopio de fuerza atómica especializado que tiene una punta de diamante, el cual se utiliza como

nanoindentador. Esta técnica ofrece grandes ventajas en el caso de que se requieran medir las propiedades mecánicas de recubrimientos muy delgados, ya que tiene sensibilidad desde profundidades de penetración de unos cuantos nanómetros. Sin embargo, está limitado al análisis de materiales suaves. El término nanoindentación también es sinónimo de indentación instrumentada o indentación con control de la carga y el desplazamiento^x

Cada una de las diferentes escalas de medición tiene sus propias aplicaciones e instrumentación específicas. Se ha reportado que las mediciones con diferentes escalas proporcionan aspectos diferentes sobre la respuesta mecánica de un material, principalmente determinadas por el volumen del material ensayado. Existen características de la superficie, suposiciones en los cálculos y otras posibles distorsiones que son únicas para cada régimen de tamaño. Juntas unen el espacio entre la microindentación hasta cerca de la escala de simulaciones atómicas.

El método tradicional de nanoindentación implica forzar un indentador de geometría conocida en la superficie de un material mientras que se registra continuamente la carga aplicada sobre el indentador, su desplazamiento dentro de la superficie y el tiempo del experimento. Normalmente los datos se adquieren por lo menos durante un ciclo completo de carga y descarga. Los datos de descarga se analizan de acuerdo al modelo de Oliver y Pharr para la deformación plástica y el módulo elástico.

La figura 2.3 muestra un ciclo típico de carga en función del tiempo y la curva de carga-desplazamiento correspondiente. La porción de la curva que corresponde al ciclo de carga mide la resistencia del material a la penetración. La proporción de recuperación de la profundidad del material durante el ciclo descarga esta directamente relacionada al grado de plasticidad y a la deformación con recuperación elástica.^{xxxii xxxiii}

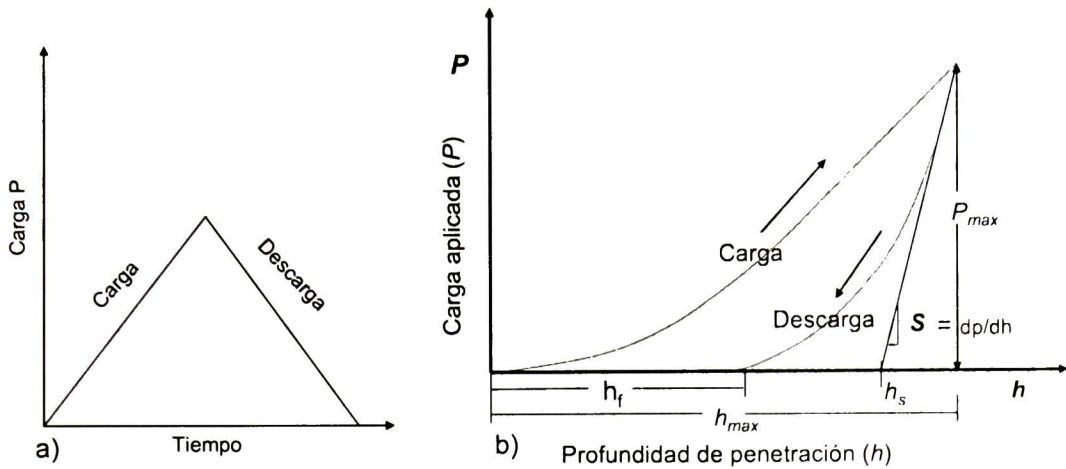


Figura 2.3. a) Ciclo típico de indentación, b) Curva de carga contra profundidad de penetración

$$p = c(h - h_f)^m \quad H = P/A \quad A = \sqrt{3}(\tan^2 \alpha)h_c^2 = 24.5h_c^2$$

$$S \equiv \left. \frac{dP}{dh} \right|_{elastic} \quad S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot \frac{E}{1 - \nu^2} \sqrt{A_c} \quad S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A}$$

La curva de carga-profundidad de penetración junto con los diagramas de esfuerzo-deformación, se pueden considerar como una huella digital de las propiedades mecánicas del material que está siendo estudiado^{xxiv}. A partir de la curva de carga-profundidad de penetración se puede obtener la profundidad de penetración a la carga máxima, h_{max} , la profundidad de penetración después de la descarga o final, h_f , la profundidad de penetración de la línea tangente a la curva al inicio de la descarga, h_s , y la rigidez S . Estos parámetros son utilizados para el cálculo de la dureza y el módulo de elasticidad.

Un factor importante que influye en las propiedades medidas del material es la geometría de la punta del indentador. En general, los indentadores afilados

geométricamente simétricos (con ángulos que no varían con respecto a la profundidad de penetración) tales como el indentador Berkovich, en forma de pirámide triangular, son útiles cuando se desea medir propiedades a la menor escala posible. Además, no tiene mayores imperfecciones y es fácil de calibrar. Por lo tanto la relación fuerza/área puede ser calculada confiablemente a muy pequeñas cargas. Las propiedades que rutinariamente se determinan con el indentador Berkovich son la dureza y el módulo elástico. Cuando la temperatura de la muestra se puede controlar, también es posible determinar parámetros característicos de flujo de plásticos térmicamente activados, tales como la energía de activación y el exponente de esfuerzo para creep.

Geometría ideal Berkovich:

El indentador Berkovich tiene un ángulo de apertura de 65.27° , lo que nos da la misma razón de área proyectada a profundidad que un indentador Vickers. Se debe notar que el indentador Berkovich original tenía un ángulo un poco diferente, de 65.03° . Con el ángulo actual se cumple la relación con el indentador Vickers.

Consideración importante:

El área de contacto bajo carga es igual al área de indentación después de descarga.

Problemas incorregibles: efectos Pile-up y tarja-in.

Pile Up: El apilamiento de material debido a la plasticidad resulta en una mayor área de contacto que la predicha por el método de Oliver & Pharr: la dureza puede llegar a sobre estimarse en más de un 50%. En general, el apilamiento es mayor en materiales con E_{eff}/σ_y grande y poco endurecimiento (metales "blandos" como Al, Cu,...)

2.1.2.1 Calibración de la función de área del nanoindentador

Para la calibración de la función de área de la punta del Nanoindentador se aplicó el procedimiento establecido en el manual del mismo, contemplando los siguientes pasos:

Hacer varias indentaciones en una muestra de módulo elástico conocido (cuarzo fundido) en el rango de profundidad donde la calibración es necesaria. Para

mejor estadística, más indentaciones deberán ser realizadas. Asegurarse de guardar todas las mediciones.

Para cada indentación, usando “*data análisis*” en el software TriboScan, usar “*Execute Fit*” para encontrar la ley de potencias que se ajusta a la curva de descarga. El software mostrará algunos valores de interés como módulo reducido, profundidad de contacto, rigidez de contacto, fuerza máxima y algunos otros valores usados como referencia. Lo anterior es hecho automáticamente cuando se usa la opción *Múltiple Curve Analysis* en el software.

Después de encontrar los parámetros en el paso anterior, las ecuaciones 5 y 19 son empleadas para encontrar el área de contacto de cada indentación. El módulo elástico del indentador (E_i) es 1140 GPa, y la relación de Poisson (ν_i) es 0.07. Si el material de calibración es cuarzo fundido, el módulo elástico (E_s) es 72 GPa y la relación de Poisson (ν_s) es 0.170. Entonces el módulo reducido es 6936 GPa. Estos valores son encontrados automáticamente cuando los datos son cargados en la sección del software “*Calculate Area Function*”.

El siguiente paso es graficar el área contra h_c (profundidad de contacto) de las indentaciones. La curva deberá incrementar continuamente cuando incremente la profundidad de contacto. Nuevamente, esto es calculado automáticamente en la sección del software “*Calculate Area Function*”.

Una vez que los datos han sido graficados en el software, los coeficientes C_1 a C_5 para la función de la ecuación $A = C_0 h^2 + C_1 h + C_2 h^{1/2} + C_3 h^{1/4} + C_4 h^{1/8} + C_5 h^{1/16}$, que describe la geometría de la punta, pueden ser encontrados. Esto es realizado dando clic sobre la opción “*Execute Area Fit*” dentro del software. Antes de esto, los parámetros para el número de coeficientes y el valor de C_0 deben ser fijados. Para puntas de 90°, $C_0 = 2.598$. Para puntas Berkovich, $C_0 = 24.5$. Para calibraciones de la función de área hechas a pequeños desplazamientos, la punta puede no ser muy parecida a la punta ideal. En estos casos, C_0 puede ser también ajustado.

El software mostrará una gráfica de la función de área ajustada, junto con los datos reales para asegurarse que el ajuste sea satisfactorio.

Una vez que la función de área satisfactoria ha sido encontrada, los parámetros correctos de la función de área deben ser introducidos en la sección del

software “*Define Tip Area Function*”. Esto es realizado automáticamente si el icono de “*Save Area Function*” es presionado. Estos parámetros pueden ser usados para indentaciones hechas a profundidades dentro del rango de calibración ^{xxxv}

2.1.2.2 Descripción del equipo HYSITRON UBI 1

El Hysitron Ubi 1 es un equipo para medición de propiedades mecánicas a escala nanométrica muy potente el cual permite hacer mediciones de nanoindentación para obtener el módulo reducido y dureza tanto en materiales en bulto como en películas delgadas y recubrimientos además de permitir obtener la topografía y el gradiente de la zona donde se llevan a cabo los ensayos. También se pueden realizar con él pruebas de desgaste (wear test) y de rayado.

El equipo consta principalmente de las siguientes partes:

Una base de granito, un sistema de posicionamiento en XYZ, una cámara óptica, el Tribo Scanner, un transductor, una plataforma para aislar vibraciones, un gabinete acústico, sistemas electrónicos para el control del transductor, posicionamiento, piezoeléctricos y la cámara y finalmente una computadora con tarjetas de adquisición de datos.

El control burdo de la posición de las muestras y de la punta es controlado por el sistema de posicionamiento XYZ. Los ejes X y Y están montados en la base y la posición es controlada mediante el uso de micrómetros, mientras que el eje Z está montado sobre un puente y es movido mediante un motor. El Tribo Scanner y la cámara están montados sobre el eje Z, esto para asegurar que la punta y la cámara siempre se muevan juntas y no perder de vista la punta.

El Tribo Scanner está diseñado para dar un posicionamiento fino a la punta del indentador antes y después de realizar una prueba. El posicionamiento es proporcionado por un piezo-escáner de tres ejes. También puede ser usado para obtener imágenes de la superficie antes y después de que las pruebas son realizadas. Esto permite un posicionamiento muy preciso (± 20 nm) de las pruebas.

El Tribo Scanner permite tomar imágenes de una muestra y localización precisa de las pruebas a través del uso de un tubo de piezoeléctricos cerámicos de dos partes. Los piezoeléctricos cerámicos cambian rápidamente de forma cuando se

les aplican altos voltajes. La mitad superior del tubo del Tribo Scanner está compuesto de un cilindro separado en cuatro partes, cada una de las cuales controla el movimiento en una dirección diferente: +X, +Y, -X y -Y. La mitad inferior del tubo está construido de un piezoeléctrico cerámico de una sola pieza. Cuando cada porción de la parte superior del Tribo Scanner está energizada, el cerámico de esa porción se elonga a lo largo del eje del escáner mientras que las paredes se vuelven más delgadas. Esto causa que el tubo se doble hacia un lado. Cuando el tubo inferior es energizado, este se elonga dando movimiento a lo largo del eje Z. Manipulando los voltajes enviados a las cinco porciones del tubo, puede lograrse movimiento en tres dimensiones. El corazón del Ubi 1 es el transductor capacitivo fuerza/desplazamiento de tres placas patentado por Hysitron. El diseño capacitivo de tres placas provee alta sensibilidad, amplio rango dinámico y una señal de salida de fuerza lineal o desplazamiento.

Mediciones de desplazamiento: El sensor consiste de dos electrodos fijos exteriores los cuales son alimentados por señales de corriente alterna desfasados 180° una respecto de la otra. Mientras las placas están paralelas una con la otra y cercanamente espaciadas respecto a las dimensiones laterales, el potencial de campo eléctrico entre las placas varía linealmente. Mientras las señales aplicadas a las placas son iguales en magnitud pero opuestas en polaridad en cualquier instante, el potencial de campo eléctrico es máximo (igual a la señal aplicada) en las placas, y mínimo (cero, las dos señales con polaridad opuesta se cancelan una a la otra) justo en medio de las dos placas.

Medición de la fuerza: La fuerza es aplicada al transductor electrostáticamente. Para aplicar una fuerza, una corriente directa alta (arriba de 600V) es aplicada a la placa inferior del capacitor. Esto creará una atracción electrostática entre la placa central y la placa inferior, la cual moverá la placa central hacia abajo. La fuerza puede ser calculada de la magnitud del voltaje aplicado xxxv.

2.1.2.3 Ensayo de desgaste usando el equipo HYSITRON UBI1

La resistencia al desgaste de los materiales puede ser evaluada escaneando repetidamente sobre una región a varias fuerzas de contacto y midiendo las razones de desgaste. La duración de la prueba de desgaste es medida en número de pasadas

sobre el área escaneada. Una prueba de desgaste es analizada en términos de la profundidad de desgaste y del volumen de desgaste. La profundidad de desgaste puede ser encontrada regresando la fuerza a un valor normal ($2 \mu\text{N}$ para tomar imagen) e incrementando el tamaño de escaneo para que incluya tanto la región desgastada como el área circundante.

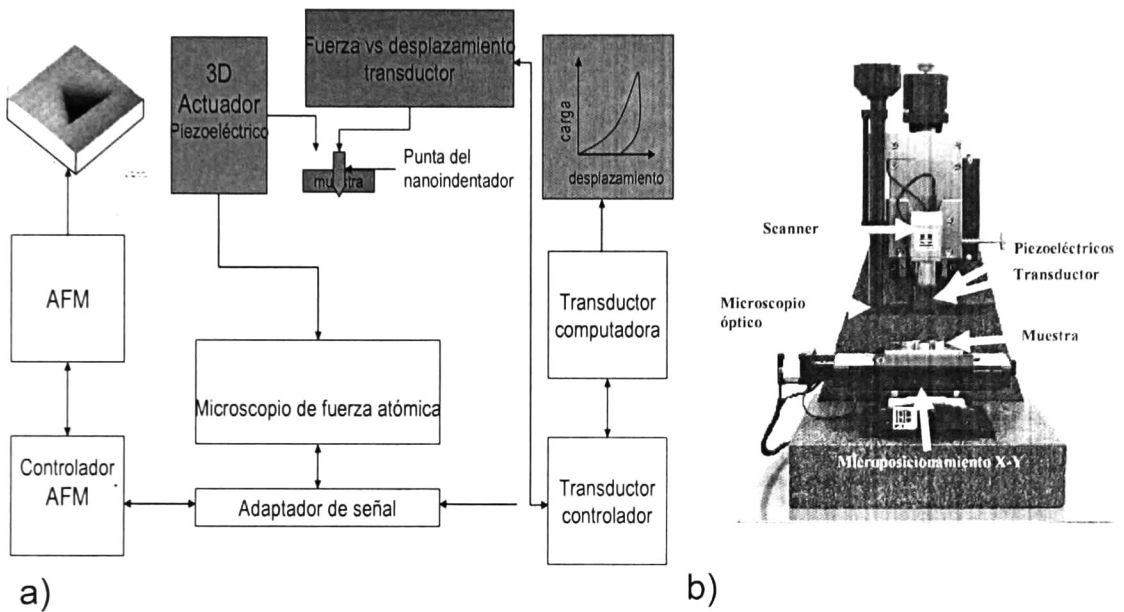


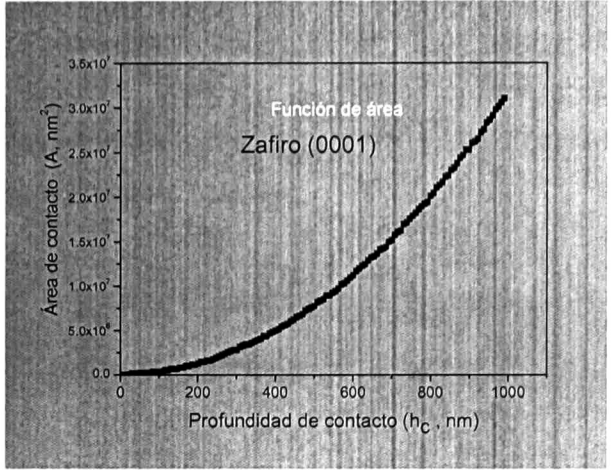
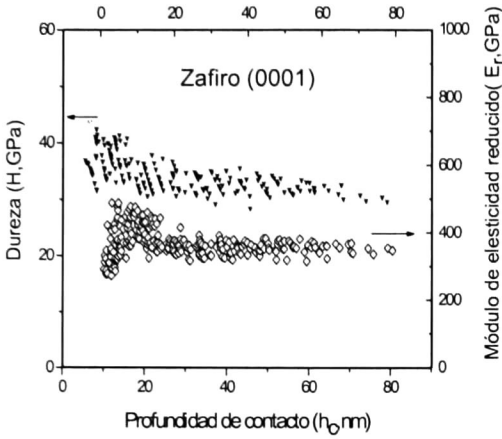
Figura 2.4 a) Sistema Hysitron UBI1, b) Equipo Hysitron Ubi1

Una vez que la profundidad de desgaste es encontrada, un volumen de desgaste puede ser calculado de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\text{Volumen de desgaste} = (\text{tamaño de escaneo})^{\text{xii}} \times \text{profundidad}$$

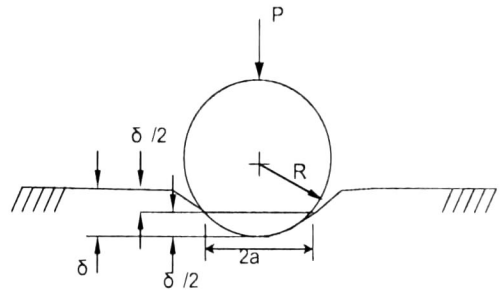
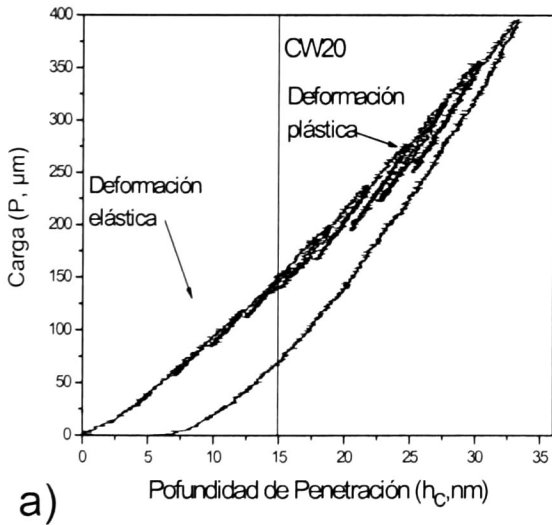
Calibración

$$A(h_c) = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{\frac{1}{2}} + C_3 h_c^{\frac{1}{4}} + C_4 h_c^{\frac{1}{8}} + C_5 h_c^{\frac{1}{16}}$$



$C_0 = 33.1$ $C_1 = -6.782 \times 10^3$
 $C_2 = 3.46 \times 10^5$ $C_3 = -2.66 \times 10^6$
 $C_4 = 5.71 \times 10^6$ $C_5 = -3.38 \times 10^6$

Figura 2.5 Calibración del Hysitron



a)

b)

Figura 2.6 a) Comportamiento elástico y elasto-plástico, b) Esquema de penetración

2.2 Medición de rugosidad (Perfilómetro TENCOR)

2.2.1 Perfilómetro

Para la obtención de los perfiles y las rugosidades se utiliza un perfilador de superficies de alta sensibilidad (Marca TENCOR, Modelo P10, Figura 2. 7) que es utilizado para la medición de rugosidades, ondulaciones, escalones y otro tipo de características de superficies para diferentes aplicaciones.

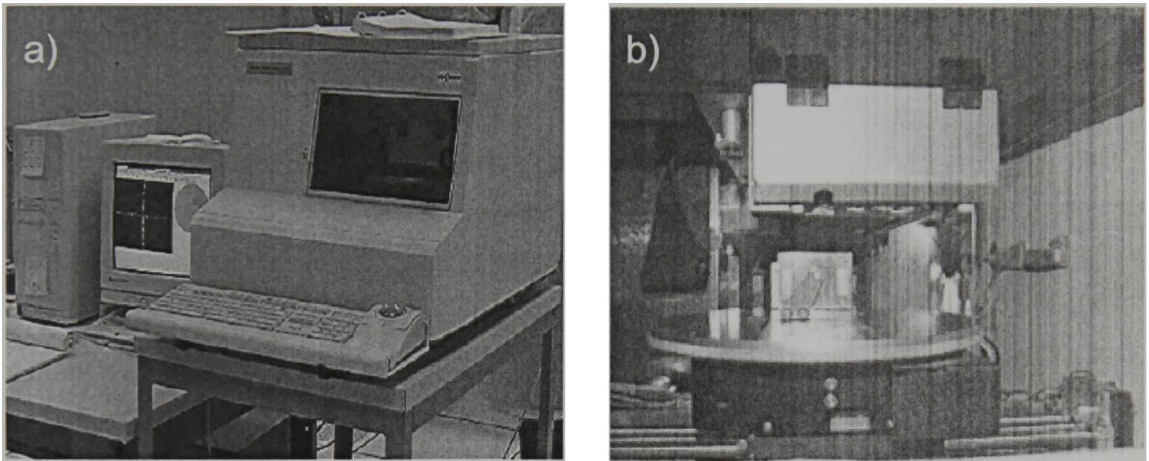


Figura 2. 7 a) Perfilador de superficie “TENCOR P10”, b) Extender colocado en el perfilador de superficie.

Tiene la habilidad de medir micro rugosidad con una precisión hasta de 0.5 \AA ($0.002 \mu \text{ pulg.}$) sobre pequeñas distancias y mediciones de ondulaciones (waviness) en un rango máximo de hasta 60 mm. (2 pulg.). El sistema corre bajo un ambiente de Windows, con la capacidad de realizar mediciones de manera automática y análisis de datos. En la Fig. 2.8 se muestra el diagrama a bloques de este equipo: el encargado de obtener la información es la herramienta “stylus” la cual se desplaza a lo largo de la superficie con la ayuda de un “eje motorizado”. Al momento de hacerlo el movimiento es detectado a través de un “transductor” que graba la situación o el perfil de la “parte”. Esta señal es procesada y enviada a un controlador que la interpreta.

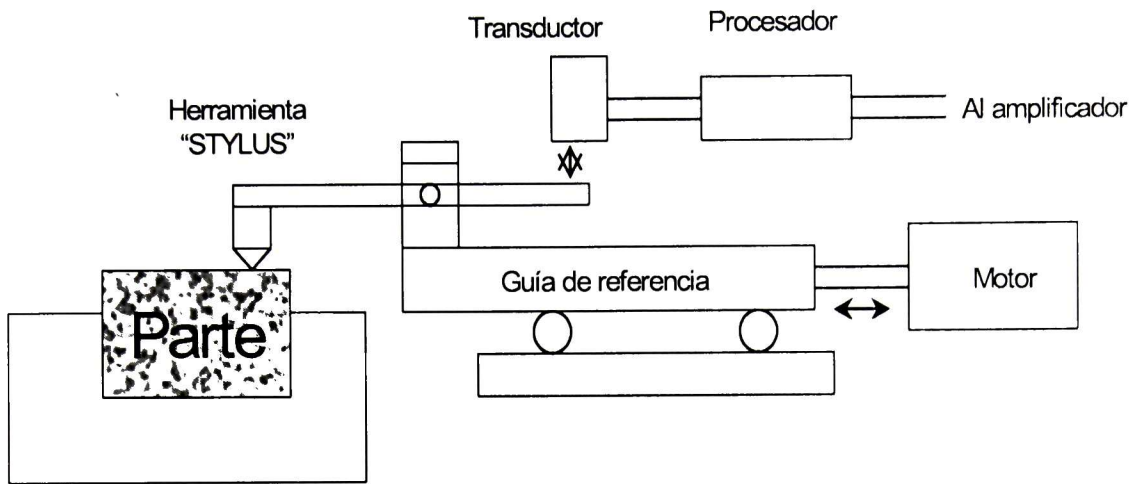


Figura 2. 8 Diagrama esquemático de las partes del perfilómetro

2.2.2 Parámetros de la rugosidad

En general los parámetros para cuantificar la rugosidad se identifican como la distribución estadística de alturas del perfil o superficie bajo análisis.

R_a : Rugosidad promedio, es el promedio de los valores absolutos de las alturas y medidas a partir de la línea central.

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx \quad \text{Donde "L" es la longitud del muestreo.}$$

R_{ms} : Se define como el promedio de las desviaciones cuadráticas respecto a la altura media, es la desviación estándar de la distribución estadística de alturas, que a su vez es la raíz cuadrada de la varianza. ^{xxxvi}

$$R_{rms} = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L [y(x)]^2 dx}$$

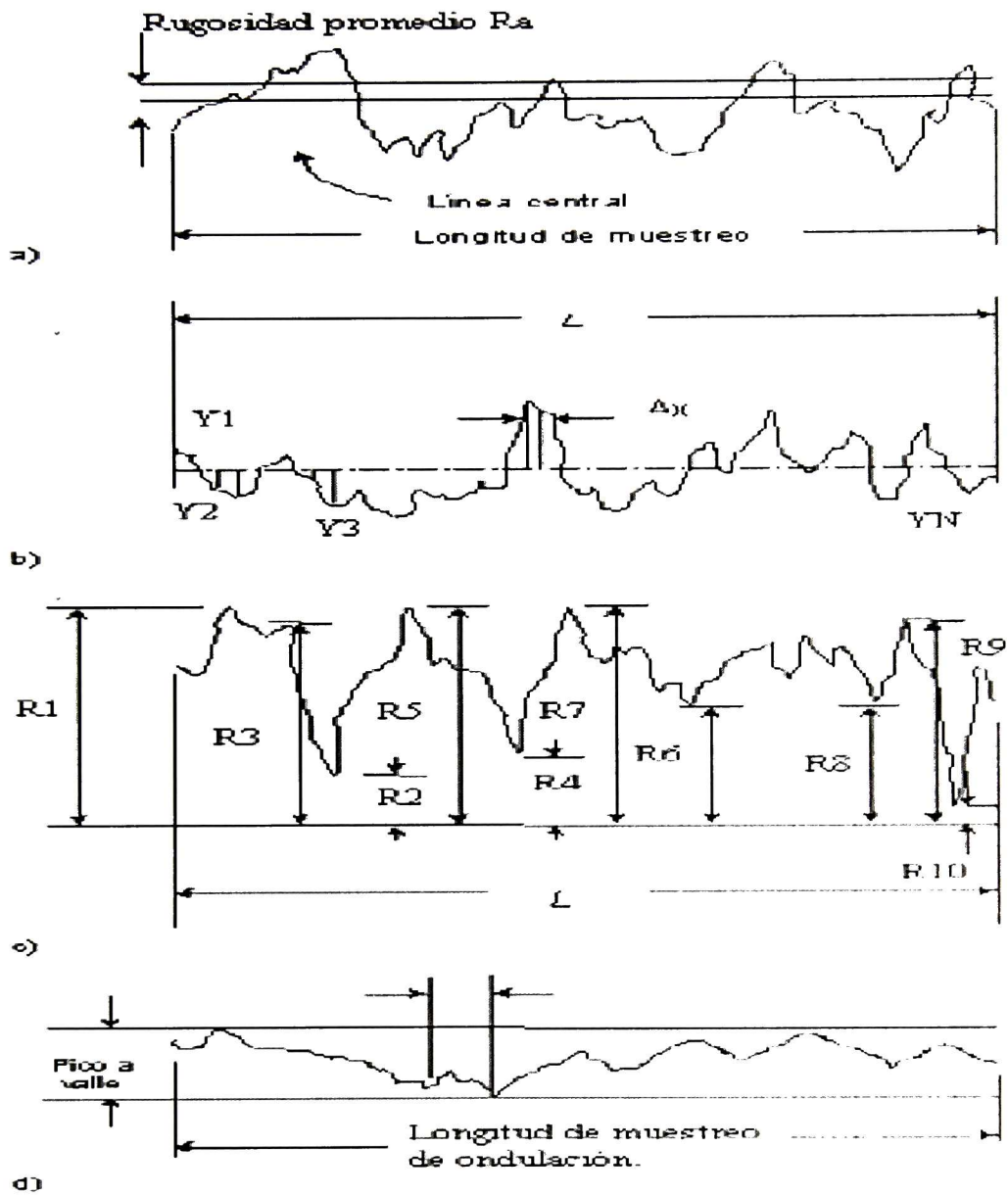


Figura 2. 9 Designación de los parámetros de rugosidad

2.3 Microscopio de fuerza atómica (AFM)

El Microscopio de fuerza atómica (AFM) es un instrumento mecano-óptico capaz de detectar fuerzas a nivel atómico del orden de los nano Newtons. Al analizar una muestra, es capaz de registrar continuamente la altura sobre la superficie de una sonda o punta cristalina o cantilever de forma piramidal.

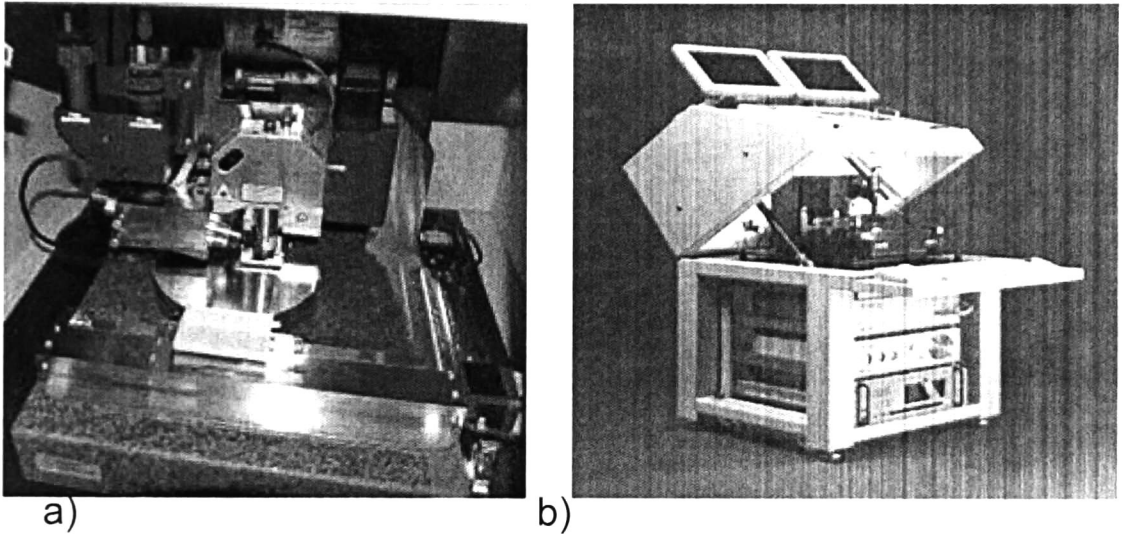


Figura 2.10 a) Detalle del AFM, b) Fotografía del “Microscopio de Fuerza Atómica”

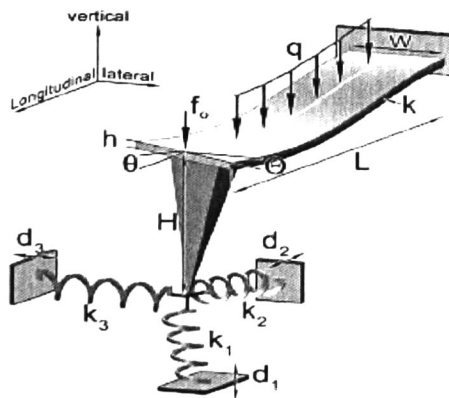
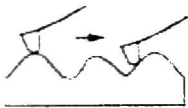


Figura 2.11 Modelo mecánico del cantilever en el “Microscopio de Fuerza Atómica”

El microscopio de fuerza Atómica basa su principio de funcionamiento en la detección de diferencias eléctricas inducidas por deformación mecánica de una superficie. La longitud del cantilever el cual es conductivo es típicamente de 200um, y tiene una punta muy aguda de cristal en el extremo. La muestra es movida en el barrido en las tres direcciones (X,Y,Z), mientras el cantilever traza la superficie de la muestra en detalle siguiendo la variación de un efecto piezoeléctrico como se observa en la figura del modelo mecánico. Todos los movimientos son controlados por una computadora. La resolución del instrumento es de menos de 1nm, y la pantalla de visualización permite distinguir detalles en la superficie de la muestra con una amplificación de varios millones. ^{xxxvii}

Existen diversos modos de trabajo en un AFM, los cuales se detallan en la tabla anexa:

Tabla 2.2 Modelos de trabajo de un AFM

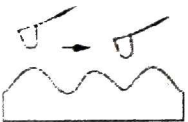


De Contacto: Este modo de barrido provee retroalimentación, en tanto que la repulsión entre el cantilever y la muestra permanece constante. De la intensidad de la retro-alimentación se mide la altura.

Este es el modo más común de barrido.



De altura constante: En este modo de barrido la altura del cantilever se mantiene constante durante el barrido. Se mide la torsión del cantilever. Al no haber retroalimentación, es posible barrer a alta velocidad.



Sin contacto: Este modo de barrido provee retroalimentación, y la atracción entre la muestra y el cantilever (que vibra cerca del punto de resonancia) permanece constante. De la intensidad de la retro-alimentación se mide la altura. La resolución es un poco menor debido a la distancia entre el cantilever y la muestra.



Dinámico: Este modo provee retroalimentación, en tanto que la repulsión entre la muestra y el cantilever (que vibra cerca del punto de resonancia) permanece constante. De la intensidad de la retroalimentación se mide la altura. Dado que hay poco "rozamiento" de la superficie, este modo es ideal para muestras que se mueven con facilidad.

2.3.1 Mediciones utilizadas por AFM

RMS (R_q) "Root Mean Square" es la desviación estándar del valor de Z obtenidos para un área determinada.

$$RMS = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N ((z_i - z_{avg})^2)}{N}}$$

Z_{ave} es el promedio de Z para un área determinada, Z_i es el valor actual de Z y N es el número de puntos dentro de un área.

R_a Es la rugosidad promedio que representa la media aritmética de las desviaciones estándar desde el centro del plano. Z_{cp} es el valor de Z del centro del plano y Z_i es el valor actual de Z , N es el número de puntos dentro de un área dada.

$$R_a = \frac{\sum_{i=1}^N |Z_i - Z_{cp}|}{N}$$

R_{max} Es la diferencia en altura entre los puntos máximos y mínimos en la superficie con referencia al valor promedio en el plano.

2.4 Microscopía de barrido electrónico (SEM) / Composición química (EDS)

Una de las maneras más simples de obtener información sobre un sistema es la microscopía. La generación de una imagen de la superficie en una microscopía de barrido electrónico se basa en un mecanismo que, en líneas generales, es idéntico al de una microscopía óptica. Para aumentar la resolución de un microscopio óptico es necesario reducir la longitud de onda de la radiación incidente, pero aun empleando luz ultravioleta la magnificación es $< 10^3$. En una SEM, en cambio, se "ilumina" la superficie que se desea observar con un haz de electrones, en condiciones de alto vacío (10^{-5} torr). Por lo tanto, las muestras tienen que ser preparadas

cuidadosamente para soportar el vacío dentro del microscopio. Así, se pueden obtener magnificaciones de 10^5 , y acelerando los electrones (con potenciales del orden de 10^6 V) de hasta 10^7 , ya que la longitud de onda de los electrones puede reducirse al orden de ángstrom.

Después que el aire ha sido evacuado, un cañón de electrones emite un haz de electrones de alta energía. Este haz viaja a través de una serie de lentes magnéticas diseñadas para enfocar los electrones a un punto muy fino en el espécimen en estudio. Dado que se debe enfocar el haz de electrones sobre el espécimen en estudio, este debe ser un conductor eléctrico; por tanto, los especímenes que se desean observar que no son conductores eléctricos deben ser cubiertos con una capa muy delgada de un material conductor (oro o grafito, convencionalmente). Cuando el haz de electrones incide sobre la muestra da lugar a una serie de respuestas; que, captadas y analizadas convenientemente, proporcionan diferente información. Los electrones que inciden sobre la superficie provocan la eyección de electrones que se encuentran en las capas más externas de los átomos que componen la muestra (SE- electrones secundarios). Al mismo tiempo, electrones del haz incidente son retrodispersados (BE - backscattered electrons) después de interactuar con la muestra. Los electrones secundarios SE y los retrodispersados BE son los que se analizan en las modalidades usuales de SEM para generar imágenes de la superficie. La superficie de la muestra se barre con el haz de electrones y las respuestas obtenidas se amplifican para generar una señal de vídeo que modula el brillo de un tubo de rayos catódicos empleado para producir la imagen.

El SEM tiene una profundidad del campo grande, que permite que una cantidad grande de la muestra esté en foco; de esta manera, el SEM produce imágenes de 3 dimensiones muy detalladas en ampliaciones mucho más altas que las posibles con un microscopio óptico convencional (gama de la ampliación de 15x a 200,000x y una resolución de 5 nanómetros). El cañón de electrones normalmente está hecho de un filamento de tungsteno de emisión termoiónica aunque para lograr mejores resoluciones se utilizan pistolas de emisión de campo (*Field Emission Gun*, FEG) [2.5]. Los electrones son acelerados con una energía que varía entre 1 a 30keV.

Dos o más lentes condensadores enfocan el haz de electrones hasta que alcanza el espécimen que puede ser de entre 2 a 10nm de diámetro.

En los instrumentos antiguos el haz de electrones es escaneado a través del espécimen por unas bobinas (*scan coils*) mientras un detector (*det*) cuenta el número de electrones secundarios de baja energía o cualquier otra radiación recibida desde cualquier punto de la superficie. Al mismo tiempo la punta de un tubo de rayos catódicos (*CRT*) es escaneada a través de la superficie, mientras que la brillantez de la punta es amplificada por la corriente modulada del detector. El haz de electrones y la punta del CRT son escaneados en modo similar a la pantalla de un televisor, con una matriz rectangular de líneas entrelazadas. Todos los SEM tienen la facilidad de detectar electrones secundarios y reflejados.

La región en la cual los electrones penetran la superficie del espécimen es conocida como el volumen de interacción y a través de ella varias radiaciones se generan como resultado de una dispersión inelástica, además al perder energía los electrones primarios y el tipo y cantidad de radiación variará. Aunque esta radiación se genera dentro del volumen de interacción, no podrá ser detectada a menos que escape del espécimen y esto variará de acuerdo al tipo de radiación u espécimen. Además los rayos X no son fácilmente absorbidos y la mayoría se reflejará, para detectar este tipo de radiación se utiliza el microscopio Auger y su aplicación es mayormente hacia análisis químicos más que generación de imágenes de superficie.

La microscopia de barrido electrónico permite el análisis de superficies de las muestras biológicas o de materiales inorgánicos con unos aumentos prácticos hasta de 60.000x.

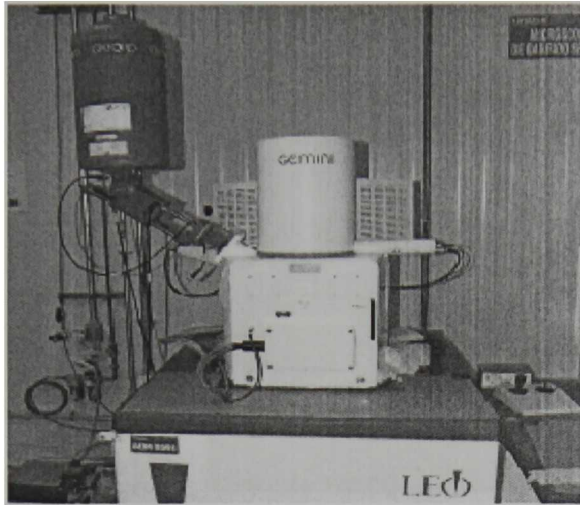
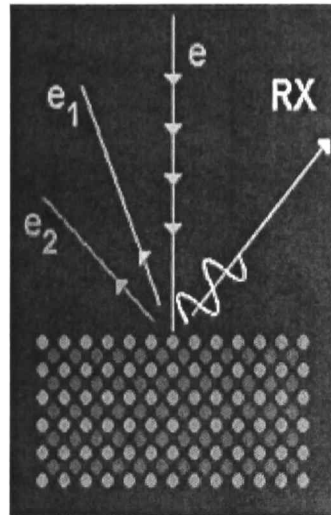
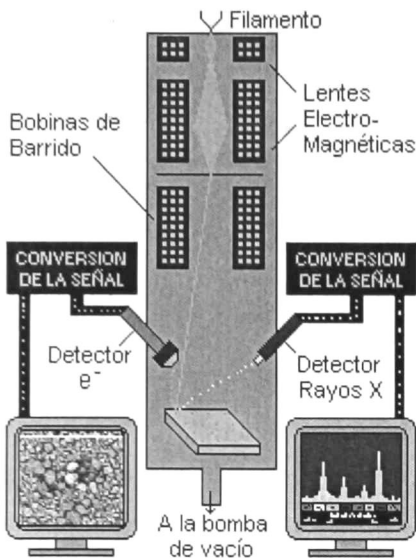


Figura 2.12 Fotografía del “Microscopio Electrónico de Barrido –SEM -”

2.4.1 Generalidades

- Microscopio óptico la resolución depende de λ con que ilumina (800-200nm).
- Haz de electrones acelerados (0.004nm)
- Alto vacío (átomos y moléculas desvían)
- La muestra debe ser conductora, las no conductoras crean cargas en superficie por el barrido.
- Se puede observar y fotografiar zonas muestra
- Se miden longitudes con una superficie hasta de 14 nm
- Distinción zonas de diferente número atómico
- Se pueden realizar análisis cualitativo y cuantitativo
- Mapa distribución elementos químicos.
- Perfiles de concentración de un elemento en puntos diferentes de la muestra.



- Interacción del haz de electrones con la materia
- e_1 electrones retrodispersados
- e_2 electrones secundarios
- RX

Figura 2.13 Esquema de “Microscopia electrónica de barrido”

Electrones secundarios

- Se emplea normalmente para obtener una imagen de la muestra
- Emerge de la superficie de la muestra con una energía inferior a 50 eV
- Solo los que están muy próximos a la superficie tienen alguna probabilidad de escapar. Dan una imagen tridimensional
- Rango de 10 a 200.000 aumentos
- Debido a la baja energía de los secundarios, en su viaje hacia el exterior de la muestra van perdiendo energía por diferentes interacciones, de forma que solo los que están muy próximos a la superficie tienen alguna probabilidad de escapar del material y llegar a nuestro detector.
- La señal de secundarios procede de la misma superficie

Número de electrones emitidos

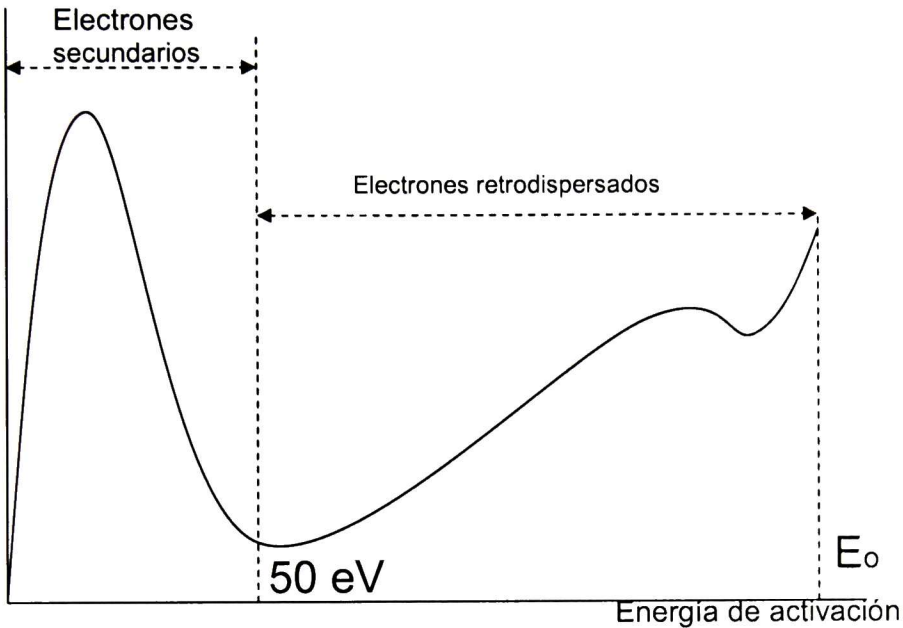


Figura 2.14 Esquema del espectro de emisión de electrones de una muestra excitada por el bombardeo de un haz primario de Energía E_0 .

Electrones retrodispersados

- Energía mayor de 50eV
- Imagen de zonas con distinto Z
- A mayor número atómico mayor intensidad. Este hecho permite distinguir fases de un material de diferente composición química.
- Las zonas con menor Z se verán más oscuras que las zonas que tienen mayor número atómico.
- Más energéticos que electrones secundarios
- Emergen de zonas más profundas
- Aportan información del Z medio
- Información sobre composición de la muestra

2.4.2 Espectroscopia por Energía Dispersada por Rayos X (EDS)

Los sistemas detectores de rayos X modernos pueden detectar prácticamente todos los elementos de la tabla periódica por arriba del Berilio, con $Z=4$ si está presente en cantidad suficiente. El límite de detección mínima (MDL) para elementos con números atómicos mayores a $Z=11$ es de 0.02% wt si el pico se puede aislar y el espectro tiene al menos un total de 2.5×10^5 conteos. Sin embargo en la práctica un EDS en un microscopio electrónico el MDL es de 0.1%

Las mayores aplicaciones de un EDS son en instrumentos como el SEM, el EPMA (*Electrón Probe Microanalyzer*) ó TEM (*Transmisión Electrón Microscope*).

Un espectro puede ser obtenido prácticamente de cualquier muestra, sólo se requiere que pueda ser colocada en el *stage* del microscopio. Dependiendo del tipo de muestra a analizar, se debe determinar el voltaje de aceleración debido a que el volumen de la generación de rayos X depende del rango de electrones en el material. Para el estudio de películas delgadas (*thin films*) usualmente se desea minimizar el rango de electrones y se utiliza un voltaje de aceleración E_0 sólo un poco mayor que E_c , el voltaje de ionización crítico para la línea de rayos X de interés. Así por ejemplo para analizar una película de unos pocos nm de espesor de un sustrato de Si, utilizando la línea de emisión $K\alpha$ del cobre, el voltaje de aceleración deberá ser cercano a 10keV. En cambio, para analizar una muestra de unos micrómetros, el voltaje de aceleración deberá ser de 20 a 25 keV.

La mayoría de los SEM cuentan con pistolas de emisión de campo de electrones que proveen de una gran brillantez con voltajes de 2keV o menores, por lo que el análisis por EDS de películas muy delgadas es posible a pesar de que la generación de rayos X sea muy baja.

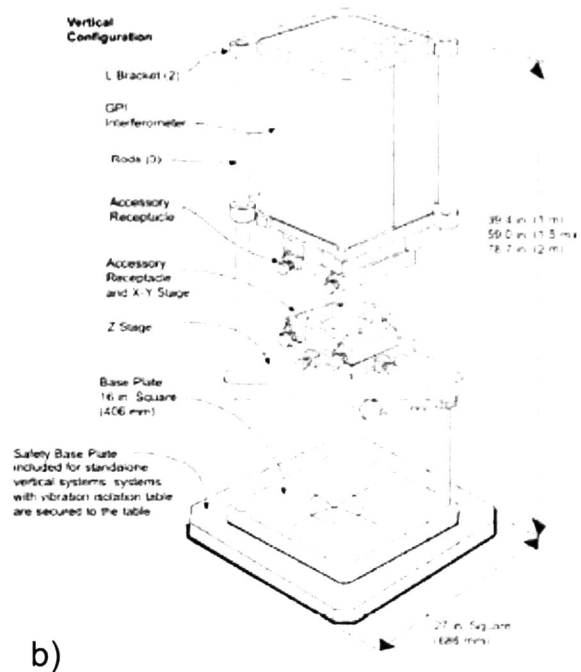
La ventaja principal en el uso del EDS es su velocidad para coleccionar datos, la eficiencia del detector, su facilidad de uso y su relativa facilidad para instalarse en equipos existentes. Dentro de sus desventajas están la pobre energía de resolución de los picos, ya que un pico típico de EDS es cerca de 100x el ancho del pico natural, lo que puede producir ruido o confusión de picos.

2.5 Interferometría (Interferómetro ZYGO)

Un interferómetro láser es un equipo constituido por una cabeza láser estabilizada en frecuencia, una tarjeta contadora, óptica, termómetros para material y para aire, barómetro y una computadora que integra el sistema.



a)



b)

Figura 2.15 a) Fotografía del “Interferómetro – ZYGO”, b) Esquema de las partes del Interferómetro ZYGO.

Un interferómetro óptico es un instrumento que utiliza el fenómeno de interferencia basado en las propiedades ondulatorias de la luz.

El interferómetro funciona dividiendo un haz láser en dos o mas partes una será utilizada como referencia y la otra como instrumento de medición, ya que ambos haces viajan diferentes distancias y caminos y luego son recombinados formando el patrón de la medición.- La diferencia óptica se mide en longitudes de onda.

Dado que la geometría del objeto en medición y su índice de refracción determinan el camino a seguir por el láser, el interferómetro mide la diferencia en la geometría cuando los haces atraviesan el mismo medio o las diferencias en índice de refracción cuando las geometrías seguidas por ambos haces es la misma.

El láser tiene una frecuencia constante en el tiempo y mide garantizando de esta manera que su longitud de onda no varía, por tanto sirve como estándar de longitud permitiendo medir a lo largo de su trayectoria.- La tarjeta contadora permite el conteo de longitudes de onda que se ha desplazado el objeto que se quiere medir.

xxxviii

En este proyecto se utilizó un equipo GPI que es un Interferómetro tipo Fizeau, el cual tiene una óptica muy sencilla y alta precisión.- Su fuente de luz es un haz láser de helio-neón el cual se expande de 4 a 6 pulgadas.

Los interferogramas se pueden interpretar haciendo una analogía con mapas topográficos donde los colores representan alturas relativas. Cuando en el mapa de intensidad hay líneas separadas estas se interpretan en el software del equipo como mayor altura y le asigna un color el cual se refleja en el mapa de dos y tres dimensiones.

2.6 Análisis térmico

En la actualidad la aplicación de técnicas térmicas ha alcanzado un amplio campo de acción, que contempla diversos campos en tecnología de materiales e ingeniería, con el objetivo principal de estudiar el desempeño de diferentes tipos de materiales, monitoreo de la calidad de las materias primas utilizadas para su elaboración, así como en la emulación de procesos industriales utilizados en la fabricación de diversos tipos de materiales tradicionales y avanzados. En el área de las ciencias de la tierra las técnicas térmicas se han convertido en una poderosa herramienta, en la definición de las fases minerales presentes en rocas, suelos y minerales de interés en geología, minería e ingeniería de suelos.

El análisis térmico comprende una serie de técnicas donde se monitorean diferentes cambios físicos, tales como transiciones de fase (polimorfismo, punto de

ablandamiento y fusión, y químicas, como lo son disociación, deshidratación, descomposición, descomposición e intercambio, oxidación de una sustancia como función de la temperatura, donde el material es sujeto a un programa de temperatura (en un rango y a una velocidad) bajo una atmósfera definida, con el objetivo de conocer y reconocer los diversos materiales implicados. ^{xxxix}

2.6.1 Temperatura de transición vítrea

El módulo E (Pa) de un polímero semicristalino decrece al incrementar la temperatura, encontrando un "Plateau" ahulado. Si la temperatura se incrementa aun más, el polímero funde y el módulo es cero. Entre el estado rígido y el fundido se encuentra la temperatura de transición vítrea Tg

La Temperatura de transición vítrea (Tg) es la temperatura a la que se da una pseudo transición termodinámica en materiales vítreos, por lo que se encuentra en vidrios, polímeros y otros materiales inorgánicos amorfos. Esto quiere decir que, termodinámicamente hablando, no es propiamente una transición. La Tg se puede entender de forma bastante simple cuando se entiende que en esa temperatura el polímero deja de ser rígido y comienza a ser ahulado o blando.

Se entiende que es un punto intermedio de temperatura entre el estado fundido y el estado rígido del material. El estudio de Tg es más complejo en el caso de polímeros que el de cualquier otro material de moléculas pequeñas.

Arriba de la Tg los enlaces secundarios de las moléculas son mucho más débiles que el movimiento térmico de las mismas, por ello el polímero se torna ahulado y adquiere cierta elasticidad y capacidad de deformación plástica sin fractura. Este comportamiento es específico de polímeros termoplásticos y no ocurre en polímeros termoestables.

Características básicas: Este tipo de transición se observa en materiales vítreos, entre un estado líquido (el material fluye) y otro estado aparentemente sólido, este estado aparentemente sólido es un estado de no-equilibrio termodinámico, el material es considerado un líquido sub-enfriado (que fluye a velocidades

extremadamente lentas), con movimientos en sus segmentos prácticamente congelados.

Polímeros: Todos los polímeros termoplásticos presentan una T_g , ya sean estos amorfos o semicristalinos. Los polímeros amorfos al calentarse presentan solamente una transición, la T_g . Los polímeros semicristalinos presentan dos, la T_g y la temperatura de fusión de los cristales (T_m).

T_g es un valor de extrema importancia en ingeniería de polímeros, pues indica la temperatura de trabajo del plástico y por ende determina si un determinado plástico puede ser utilizado para una aplicación dada.

2.6.2 Análisis de T_g

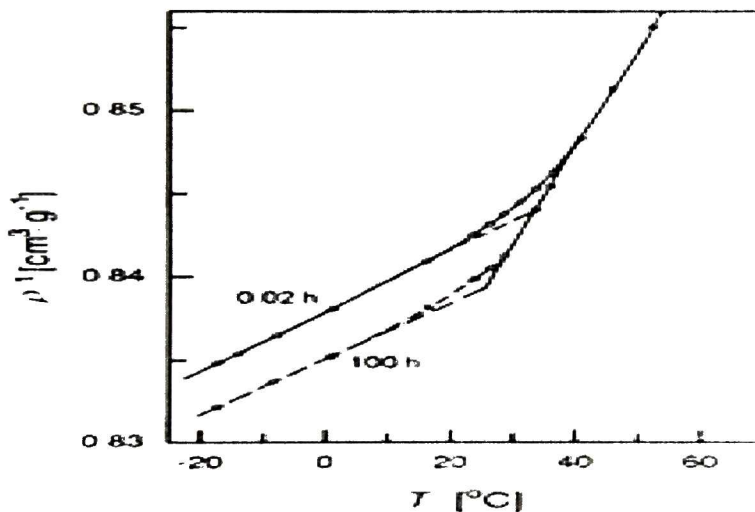


Figura 2.16 Esquema de un termograma

Determinación de temperatura de transición vítrea por dilatometría, con diferentes condiciones de alineamiento.

La T_g no es una temperatura a la cual específicamente ocurre el cambio de estado, existen diferentes métodos experimentales para determinarla, pero debido al carácter termodinámico de esta pseudo transición, cada método provee de un valor de T_g diferente, es por ello que en los artículos científicos se provee siempre del método

por el cual se determinó su valor. Para fines prácticos, no es tan importante el valor exacto de Tg, pues es comprensible que al rededor de esta temperatura, el polímero se comporta ahulado.

Además de los experimentos de dilatometría, la Tg se puede calcular por otras técnicas, una de ellas incluye el uso de experimentos de DSC o barrido de calorimetría diferencial. Esta técnica es una de las más populares debido a la mínima cantidad de polímero requerido, lo confiable de sus mediciones y la información extra reflejada, aunque el equipo moderno necesario es de alto precio.

Los experimentos de DSC se pueden dividir en dos, el de temperatura modulada y el de potencia compensada. De cualquiera de ellos se puede extraer la información sobre Tg, además de otros valores como Cp, ΔH , Tm, y el comportamiento de cristalización de polímeros, co-polímeros, mezclas, aleaciones de polímeros, etc.

Tabla 2.3 Tabla de Tg de polímeros comunes

Polímero	Tg en °C	Tm en °C
ABS	-	190
Poli acetal	-85	175
Nylon 6	50	225
Nylon 6,6	50	260
Nylon 6,10	40	215
Nylon 11	45	185
Poliacrilonitrilo	87	320
Poli butadieno	-121	-
Poli carbonato	152	225
Poli cloruro de vinilideno	-20	215
Poli cloruro de vinilo	80	205
Poli estireno táctico	100	235
Poliéter	-	235
Poli etileno PEAD	-35 - -120	135
Poli etileno PEBD	-35 - -120	105
Politereftalato de etileno (PET)	80	265
Polimetilmetacrilato	60	165
Polipropileno	-15 - -25	160

2.7 Medición de fuerzas de adhesión (Dinamómetro)

El dispositivo utilizado para medir las fuerzas de adhesión consiste en un "Medidor de fuerza digital" adaptado a una placa de acero inoxidable que sirve de estructura para la inclusión de un micrómetro para medir el avance de un émbolo, este se encuentra colocado en el extremo opuesto del medidor de fuerza digital y es el que hace la función de aplicar dicha fuerza a la que habrá una resistencia que se mide con este dispositivo al avance del émbolo.

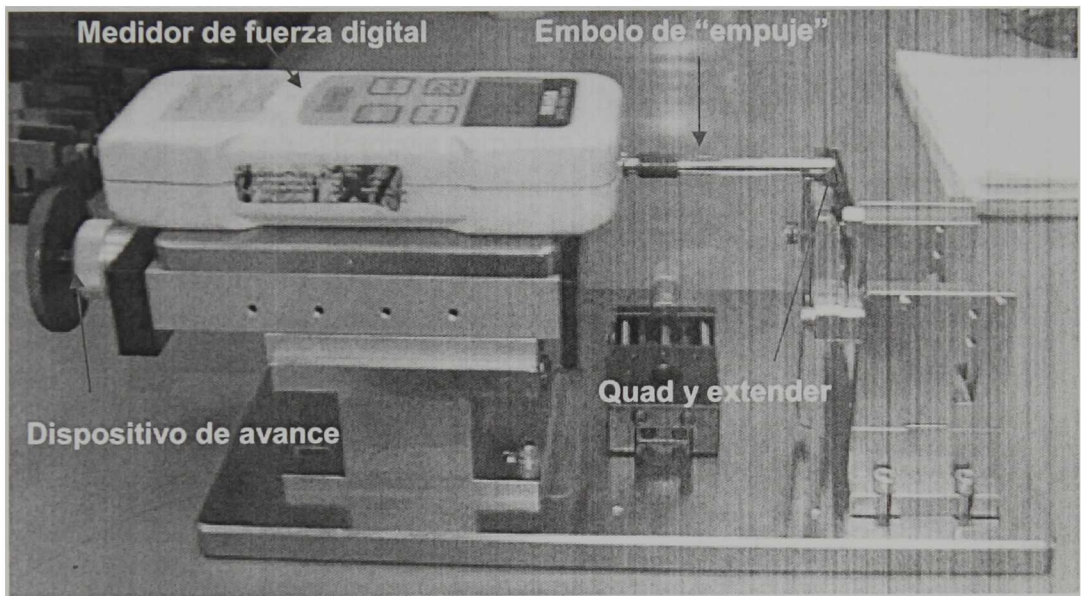


Figura 2.17 Dispositivo digital medidor de la fuerza de despegue Quad-Extender

El medidor de fuerza (dinamómetro) tiene la opción de seleccionar la unidad de salida deseada, kgf, lbf y Newton, cuenta con una salida digital.

Su utilización es para medir tanto fuerzas de compresión como de tensión, en este caso se utilizó aplicando fuerzas de compresión al medir la fuerza que se aplicó sobre el Quad "bondeado" al extender hasta su despegue del mismo.

El dinamómetro se programó para detectar el esfuerzo máximo de compresión, de tal forma que cuando ocurrió el despegue se detecto la fuerza máxima aplicada en dicho momento. Las características del dinamómetro son las que a continuación se detallan:

Tabla 2.4 Especificaciones del medidor de fuerza digital

Precisión	±0.2% ±1 LSD		
Unidades seleccionables	Libras, Kilogramos o Newtons		
Capacidad de sobrecarga	200% de F.S., Pantalla parpadea a más de 105% de F.S.		
Actualización de la pantalla	20 veces/Segundo		
Poder	Batería Recargable NiCad o Adaptador AC		
Indicador de batería baja	Pantalla parpadea cuando la batería esta baja		
Salidas	RS-232C, Mitutoyo Digimatic y ±1 VDC salida analógica		
Temperatura de operación	32° a 100°F (0° a 40°C)		
Rangos (Resolución) Precisión:	±0.2% F.S. ±1 LSD		
Modelo	Capacidad (Resolución)		
	libras/Onzas	Kilogramos/Gramos	Newtons
DPS-44	44.09 (0.01 lbf)	20.00 (0.01 kgf)	196.1 N (0.1 N)

Capítulo 3. MATERIALES INVOLUCRADOS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 Materiales en el sustrato del quad

El material que se utiliza para la elaboración de las cabezas lectoras de discos duros es un compuesto con matriz de Alúmina reforzada con partículas de Carburo de Titanio. A este compuesto se le ha dado en la literatura el nombre de Altic. Este tipo de compuestos fue desarrollado por la necesidad de mejorar la tenacidad a la fractura de los cerámicos que se utilizan en este tipo de productos. El reforzamiento con TiC hace de la alúmina un material ideal para la elaboración de cabezas magnéticas de discos duros.

Las principales propiedades del compuesto cerámico que se utiliza para la fabricación de las cabezas lectoras, se presentan en la tabla 3.1:

Tabla 3.1 Propiedades del compuesto cerámico Altic.

• Composición:	Al ₂ O ₃ : 64 ± 2 wt % / TiC: 36 ± 2 wt % Otros: ≤ 0.6 wt %
• Densidad:	4.28 - 4.33 g/cm ³
• Tamaño de grano promedio:	1.0 ± 0.2 μm
• Dureza (Hv):	18.8 ± 1.0 GPa (@ 20 Kg. carga)
• Coeficientes N y K:	N = 2.14 ± 2.14 (@ λ = 579 nm) K = 0.49 ± 0.06 (@ λ = 579 nm)
• Modulo de Young:	> 390 GPa
• Fuerza de Flexión:	> 550 MPa
• Coeficiente de expansión térmico:	7.3 ± 0.3 x 10 ⁻⁶ / °C (40 – 400°C)
• Conductividad térmica:	> 15 W/m * K
• Resistividad del volumen:	< 10 ⁻² Ω * cm.
• Permeabilidad magnética:	< 1.005
• Densidad magnética residual:	< 50m * Gauss

3.2 Epóxico (Loctite E60-HP)

El epóxico utilizado para la adherencia del quad al extender es un químico de baja viscosidad, siendo un adhesivo a base de cianoacrilato, el cual es formulado para un extremadamente rápido “curado” con luz ultravioleta.- En el proceso de “Extender Bond” se utiliza el epóxico comercial Loctite E60-HP. En las tablas 3.2 y 3.3 se presentan las propiedades del epóxico sin curado y con curado respectivamente.

Este producto (Loctite E60-HP) esta diseñado para aplicaciones que requieren una rápida velocidad de adhesión. Los productos de curado mediante un mecanismo de luz UV ofrecen una alternativa para los productos de adhesión con aceleradores a un costo moderado.

Ya que el producto cura vía polimerización aniónica, este no es inhibido por oxígeno. Esto trae como consecuencia un curado extremadamente rápido, lo que hace a este adhesivo atractivo para recubrimientos de películas delgadas.

Este producto no es recomendado para su utilización en ambientes de oxígeno puro o sistemas ricos en oxígeno. ^{xi}

Tabla 3.2 Propiedades del epóxico “sin curado”

• Apariencia	Ámbar claro a verde tenue
• Gravedad específica (25°C)	1.07
• Viscosidad (25°C - cP)	20 (rango 15 a 30)
• Flash point	83°C (182°F)
• Fórmula	HOC((COONa)CH ₂ COONa) ₂ . 2H ₂ O

Tabla 3.3 Propiedades del epóxico “curado”

- Curado con luz UV, 100mW/cm² @ 400 nm, 10 segundos por lado y con 24 horas temperatura ambiente.
- Fuerza de tensión y rompimiento, ASTM D-882, psi (N/mm²) ... 5,200 (35.8)
- Elongación y rompimiento, ASTM D-882, 8.7%
- Modulo, ASTM D-882, psi (N/mm²) 237,000 (1,630)
- Dureza, ASTM D2240, Shore D-2 72
- Encogimiento, ASTM D-792, 12.8%
- CTE ASTM D696, ppm/ °C 73.9 x 10⁶
- Tg, ASTM E228, °C 106

3.2.1 Preparación del epóxico para el pegado del quad al extender

El epóxico Loctite E60-HP se mantiene en su empaque cerrado, aislado del medio exterior cuando no este en uso, a una temperatura entre 2°C a 8°C en refrigeración, Al abrir el contenedor original se mantiene a temperaturas de 8°C a 21°C.

Los quads de BCL son pegados al extender de acero para proporcionar un medio de manejo y poder dar seguimiento a los quads en las diferentes operaciones, además de proporcionar el medio para colocar los Quads en los carriers de pulido. Al pegar el Quad al Extender mediante epóxico, se crea una pieza capaz de soportar los manejos y operaciones de trabajo.- El Quad y el extender son pegados en el Herramental de pegado (Bonding Herramental), logrando una planicidad y alineación entre el Quad y el Extender.

Para su uso en el proceso de pegado del Quad al extender se utiliza el equipo "Asymtek" siguiendo el procedimiento:

Preparación de cartuchos con adhesivo Loctite E60-HP

- Tomar un cartucho de 50 ml y colocarlo sobre el aplicador manual.
- Retirar la tapa de retención del cartucho e instalar la boquilla mezcladora.
- Repetidamente y con lentitud presionar el gatillo del aplicador para forzar los componentes del adhesivo a pasar por la boquilla mezcladora.
- Controlar que el color de la mezcla sea uniforme.

Nota: El flujo del adhesivo debe ser igual y libre de partes sin mezclar ó de burbujas grandes. Dispensar adhesivo en una toallita de cuarto limpio hasta que salga adhesivo uniformemente mezclado. Si se formaran burbujas es debido a que se oprimió demasiado rápido el gatillo.

- Insertar la boquilla mezcladora tan profundo como sea posible dentro de la jeringa y dispensar ¼ de epóxico.
- Insertar el pistón dentro de la jeringa y utilice un cotonete de cuarto limpio, presionar el pistón dentro de la jeringa hasta que este toque el adhesivo.
- Meter al congelador el cartucho una vez preparado.

Pegado del Quad al extender

- Tomar una jeringa previamente refrigerada y se coloca en el equipo Asymtek.
- El tiempo de vida útil de una jeringa una vez removida del refrigerador y colocada en el equipo Asymtek es de 1 hora, tiempo después del cual debe de ser desechada.
- Limpie la aguja cada vez que vaya a dispensar adhesivo.
- Una línea recta debe ser dispensada y debe cubrir al menos el 90% del ancho del extender. Líneas de pegamento con partes discontinuas pequeñas pasan siempre y cuando al menos ambas partes de la línea se tocan. Si por alguna razón, el epóxico no cubre la superficie de pegado, separe el extender y ponga uno nuevo.
- Verificar la planicidad con los indicadores de carátula montados en la estación de pegado, la planicidad debe de estar en el rango de +/- 10 um.
- Una vez realizada la adhesión entre el extender y el quad dejar curar a 25 °C por un tiempo de 8 a 9 horas sin movimiento alguno, aplicar presión durante el curado para obtener una interfase de curado uniforme.
- Limpiar el epóxico que sale por las esquinas con un Cotonete de cuarto limpio remojado en acetona con un movimiento del quad al extender.- Hay que cuidar que la acetona no entre en contacto con la interfase ya que esta la debilita ocasionando fallas estructurales en el bondeo.
- Una vez que se pagaron las partes y se completaron 8 de las 9 horas de curado, la unión quad-extender se limpia con acetona en ambos lados. Al cumplirse las 9 horas el extender con el quad adherido queda listo para continuar con el proceso.
- Si el dispensador no será utilizado por un período largo de tiempo, apagar el equipo, remover la jeringa y desecharla en el contenedor apropiado.

3.3 Solución híbrida SiO₂ – PMMA - TMSPM

Este tipo de recubrimiento híbrido transparente de oxido de silicio y polimetilmetacrilato, sintetizados a partir del método de sol-gel presentan propiedades de resistencia al rayado y muy buena adherencia al sustrato; ya que combinan características de un cerámico como es el óxido de silicio y un polímero, que en este caso es el polimetilmetacrilato. Estas características hacen atractivo a

este material híbrido para ser utilizado como un recubrimiento para los "extenders", además de que tiene potencial para mejorar la compatibilidad del pegamento epóxico con la superficie en contacto de la pieza.

El híbrido es sintetizado mediante el método sol-gel a partir de los siguientes precursores:

Tetraetilortosilicato, TEOS proporciona la parte

Metilmetacrilato, MMA.

3-trimetoxisililpropilmetacrilato, TMSPM o agente acoplante.

PREPARACION DE LA SOLUCIÓN HÍBRIDA SiO₂-PMMA-TMSPM

Para la preparación de la *solución híbrida* se utiliza como base el tetraetil-orto-silicato conocido como TEOS.- Con una relación molar de TEOS: AGUA: ETANOL como se indica a continuación: 1: 6: 2.5.

Se preparo un volumen total de 40 ml de solución para lo cual en base a la relación molar indicada se utilizaron los siguientes volúmenes:

$$V_{\text{TEOS}} = 18.8 \text{ ml}$$

$$V_{\text{H}_2\text{O}} = 8.96 \text{ ml}$$

$$V_{\text{EtOH}} = 12.24 \text{ ml}$$

Se mezcló el TEOS, etanol y el agua y se agregó 0.05 ml de HCl concentrado y se dejó agitar durante 30 min. (Se utilizó el HCl como catalizador para tener un pH ácido y promover la formación de partículas coloidales muy pequeñas y que estas se unan para formar redes).

Se prepararon 5 soluciones variando la relación molar TEOS: MMA de 0.5, 0.75, 1, 1.5 y 2; manteniendo constante la relación molar TEOS: TMSPM de 1:0.25 .

Se preparó la *solución precursora* de agente acoplante para 40 ml de solución base de acuerdo a los siguientes volúmenes:

$$V_{\text{TMSPM}} = 10.43 \text{ ml}$$

$$V_{\text{H}_2\text{O}} = 5.21 \text{ ml}$$

$$V_{\text{EtOH}} = 2.61 \text{ ml}$$

$$V_{\text{TOTAL}} = 18.25 \text{ ml solución}$$

Se mezcló el agente acoplante, el etanol y el agua y se dejó agitar durante 1 hora.

Tabla 3.4 Solución precursora de MMA

Solución	Volumen MMA (ml)
1:05	4.57
1:0.75	6.85
1:1	9.13
1:1.5	13.70
1:2	18.26

Se preparó una solución de 80 ml de MMA y de ahí se tomaron los volúmenes necesarios para preparar cada solución.

A la solución de 80 ml de MMA se le agregaron 16 grageas de NaOH para desinhibir el monómero y se dejó agitar durante 30 minutos. Posteriormente se filtró la solución y se le agregó peróxido de Benzoilo 0.025 g de PBO/20 ml MMA, para iniciar la polimerización y se dejó agitar otros 30 minutos más.

Al final se mezclaron la solución de TEOS, MMA y el agente acoplante en los volúmenes requeridos para cada solución y se dejaron agitando durante 1 hora, quedando finalmente las siguientes soluciones preparadas.

Tabla 3.5 Tabla de soluciones preparadas para el recubrimiento de extenders

	TEOS	MMA	TMSPM
1	1	0.50	0.25
2	1	0.75	0.25
3	1	1.00	0.25
4	1	1.50	0.25
5	1	2.00	0.25

Las preparaciones se almacenaron en refrigeración con el fin de estabilizarlas y conservarlas para el recubrimiento de los extenders.

3.4 Extenders

Los extenders son utilizados en el proceso de manufactura de sliders como medio de "transporte" de los "rows" donde se ejecutan las operaciones de pulido de los Sliders.- Estos extenders pasan por un proceso de preparación antes de poder ser utilizados, a grandes rasgos este proceso consiste en las siguientes etapas : ^{xli}

- Limpieza con acetona del extender para remover cualquier impureza.
- Pulido del extender con un slurry de diamante con una mediana del tamaño de partícula de 15 micrómetros, glicerol y agua.
- Inspección visual del pulido.- No debe de haber daño alguno.
- Limpieza del extender.
- Medición del perfil y planicidad de la superficie de pegado del extender en el KL TENCOR.
- Liberación del extender a manufactura.

Los extenders son reciclables, entendiendo que en cada ciclo de reutilización estos deben de pasar por el proceso de preparación mencionado en le párrafo anterior.- El material del cual están manufacturados es: Acero Inoxidable 440-C SST y presentan una dureza Rockwell C de RC-55-62.

En el siguiente esquema se muestran las dimensiones de especificación de un extender femto. ^{xlii}

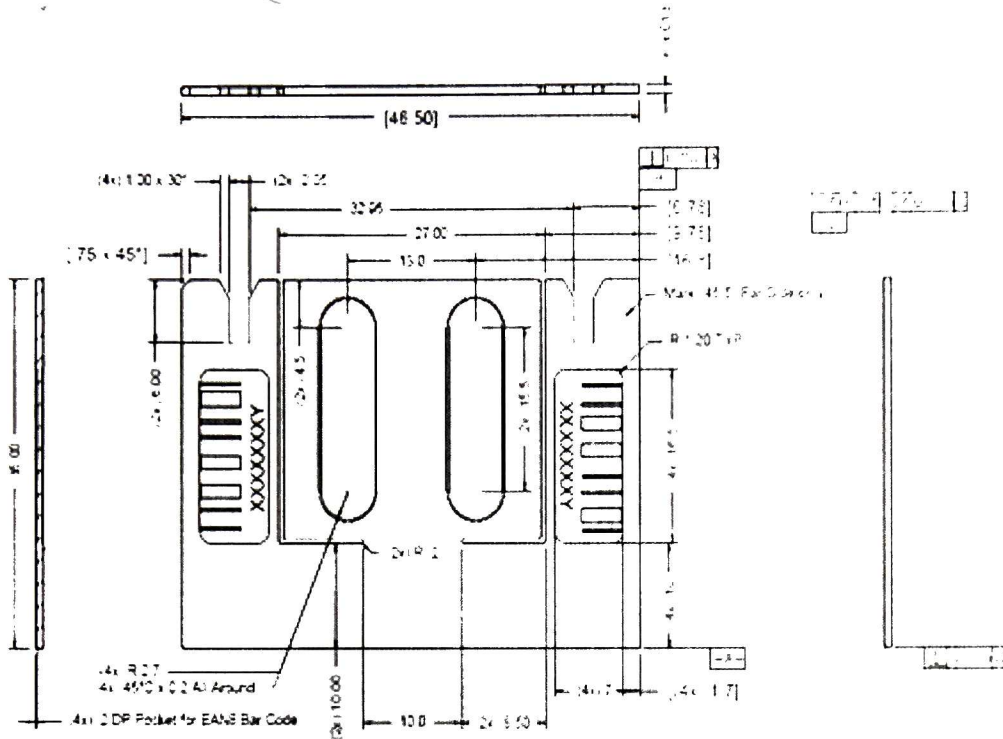


Figura 3.1 Dimensiones del extender femto.

3.4.1 Preparación del extender para el proceso de extender bond

El proceso de preparación para la operación de "extender bond" requiere del pulido de la superficie de pegado del extender así como la medición del perfil, rugosidad y planicidad utilizando como herramienta de medición el equipo KLA Tencor.

3.4.1.1 Limpieza del herramental de Pulido de Extender

Antes de pulir, limpie el herramental de pulido de extender utilizando los siguientes procedimientos:

- Limpiar el cepillo para limpiar el herramental.
- Colocar el herramental hacia arriba en agua DI dentro de la tarja de limpieza.
- Usar un cepillo saturado con Liquinox y Agua DI y cepillar la superficie del Herramental para remover cualquier residuo en la superficie.

- Después del cepillado lavar durante 10 segundos el herramental bajo el chorro de agua DI. Inspeccionar visualmente asegurándose de que no queden residuos en toda la superficie y que se haya removido todo el detergente liquinox.
- Secado del herramental con aire comprimido.

3.4.1.2 Limpieza del carrier de Pulido de Extender

Antes de pulir se limpia el carrier de pulido del extender utilizando los siguientes procedimientos:

- Utilizar el cepillo para limpiar el herramental.
- Poner los carriers dentro de la tarja de limpieza y póngalos bajo el agua DI.
Nota: utilice carriers que no muestren daño ocasionado en el proceso de pulido (superficies muy brillantes debido a contactos con el plato de pulido).
- Usar un cepillo saturado con Liquinox y agua DI y cepillar la superficie del carrier para remover cualquier residuo en la superficie del carrier.
- Después de cepillar, colocar bajo el chorro de agua DI por 5 segundos. Es importante asegurarse de que no queden residuos en toda la superficie y que se haya removido todo el detergente.
- Secar el herramental usando aire comprimido.

3.4.1.3 Pasos requeridos para pulir la superficie de pegado de un Extender

- Utilizar slurry de diamante con una mediana del tamaño de partícula de 15 micrómetros. Ref.: Procedimiento de mezclado de slurry de 15 micrómetros: 1000 Gramos de GLYCEROL, 3250 Gramos de agua D.I., 16 Gramos de Citrato de SODIO, 10 Gramos de Polvo de Diamante
- Establecer el tiempo de pulido en 90 segundos para Extenders Pico y 45 segundos para extenders femto. Fijar la velocidad de la herramienta de pulido a 20 +/- 10 rpm.
- Poner el carrier en la estación de carga.

Nota: no pulir extenders que tienen adhesivo en la superficie de pegado. Si éste es el caso, regresarlos a extender bond para su limpieza. Pulir Extenders con adhesivo afecta el plato de pulido y la rugosidad resultante del extender.

- Poner el carrier cargado en el porta Carriers.
- Repetir los procedimientos de carga hasta tener 6 carriers (carga llena).
- Poner el herramental de pulido en la base para herramental.
- Colocar los carriers en sus posiciones en los nidos. Asegurarse de que los carriers se encuentran hacia abajo y fijar las dos perillas superiores.
- Poner el herramental de pulido cargado en el plato de pulido en la herramienta de pulido.
- Presionar gentilmente el carrier en el herramental, asegurarse de que ambos están planos en el plato.
- Cuando el tiempo de ciclo expire, remover el herramental del plato de pulido. Poner dicho herramental en la tarja de limpieza y enjuagar con agua DI, secar con aire comprimido.
- Mientras el herramental está en la base, aflojar la palanca cargada con resorte y remover los carriers del herramental, ponerlos en una base para carriers.
- Remover el extender y ponerlo en una charola para extenders.
- Limpiar todos los extenders en la tarja utilizando liquinox y el cepillo. }
- Secar utilizando la pistola de aire.
- Una vez que los extenders están limpios, inspeccionarlos visualmente buscando defectos

Una vez completado el proceso de pulido de extenders medir el perfil y la planicidad de la superficie de pegado con el perfilómetro Tencor.

- 1) El perfil debe estar en $0 \pm 5000 \text{ \AA}$ (ángstrom)
- 2) La rugosidad de estar entre $300\text{\AA} < Ra > 1000^a$

Si un extender se encuentra más allá de los límites de perfil y rugosidad, regresarlo a el área de pulido y retrabajo. ^{xliii}

3.4.1.4 Planicidad del Extender

- Colocar el extender en el herramental de medición de planicidad (el extender tiene que estar plano contra la superficie)
- Utilizar un indicador digital, mida el grosor del extender a lo largo de las siguientes áreas:
 - Tres puntos a lo largo del lado de cada código de barras.
 - Tres puntos cerca de la orilla de la superficie de de pegado a lo largo de de la longitud del extender.
Tres puntos a lo largo de la longitud del extender en la región central.
- Si las mediciones del indicador digital se desvían más de 5 micrómetros de cualquier punto, utilizar una piedra de afilado para remover posibles astillas ó rebabas en los lados del extender (rebabas que pueden provocar que el extender no sienta plano en el bloque de alineación).
- Es necesario re-medir el extender.
- Si la planicidad permanece fuera de los 5 micrómetros de límite, desechar el extender.

3.4.2 Recubrimiento de extenders con solución híbrida

3.4.2.1 Recubrimiento del sustrato

Para recubrir las piezas por el método de inmersión, se fabricó un recipiente contenedor de la solución a partir de vidrio y bronce, del cual se presenta una fotografía en la Figura 3.2. Se utilizaron estos materiales para el contenedor ya que la solución no reacciona con estos por lo que se conservan las propiedades de la solución misma.

Los pasos para proceder para el recubrimiento de los extenders fueron los que a continuación se detallan:

- Tomar la solución a recubrir directamente del refrigerador
- Llenar el recipiente contenedor hasta $\frac{3}{4}$ partes de su capacidad total.

- Con la ayuda de un dispositivo mecánico donde se colocan los extenders uno por uno de manera perpendicular a la superficie de la solución, sumergir el extender a recubrir en la solución.
- Controlar como variable crítica la velocidad de remoción de los extenders de la solución en cada uno de los casos de recubrimiento, ya que el espesor del recubrimiento es función de esta variable.
- Fijar la velocidad de inmersión y remoción a 11.6 cm./min. (de manera arbitraria) y conservarla como constante.
- De cada una de las cinco soluciones preparadas (ver tabla 3.4 como referencia) recubrir 5 extenders para hacer un total de 25 extenders recubiertos.

Después de recubrir las piezas se sometieron a un tratamiento de secado a una temperatura de 70°C por un tiempo de 24 horas. Durante este tiempo se lleva a cabo la polimerización del metil metacrilato dando como resultado una matriz híbrida de sílice y polimetilmetacrilato.

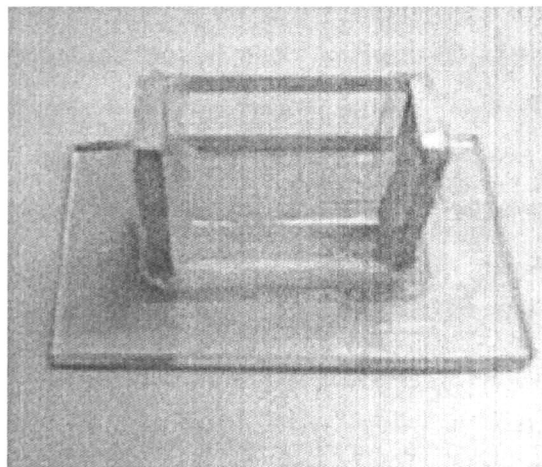


Figura 3.2 Recipiente de vidrio y bronce para recubrimiento de extenders

3.4.2.2 Características de los recubrimientos híbridos SiO₂-PMMA

Este tipo de recubrimiento híbrido transparente de óxido de silicio y polimetilmetacrilato, sintetizados a partir del método de sol-gel presentan propiedades de resistencia al rayado y buena adherencia al sustrato. En el híbrido se parte de la hipótesis de que se combinan características de un cerámico como es el óxido de silicio y un polímero, que en este caso es el polimetilmetacrilato. Estas características hacen atractivo a este material híbrido para ser utilizado como un recubrimiento para los extenders, además de que podría mejorar la compatibilidad del pegamento epóxico con la superficie en contacto de la pieza.

Como se mencionó anteriormente el híbrido es sintetizado mediante el método sol-gel a partir de los siguientes precursores:

- Tetraetilortosilicato, TEOS proporciona la parte
- Metilmetacrilato, MMA.
- 3-trimetoxisililpropilmetacrilato, TMSPM o agente acoplante.

El TEOS proporciona la parte cerámica del híbrido que es la sílice. La parte polimérica viene representada por el metil metacrilato que es el monómero que después de la polimerización se convertirá en polimetilmetacrilato. El TMSPM o agente acoplante hace compatibles a estos dos compuestos ya que por si solos no sería posible su unión. La característica de este agente es que un extremo de su molécula es similar al TEOS, mientras que el otro es similar al MMA. Lo anterior permite obtener una solución homogénea de los tres componentes, la cual es utilizada para recubrir el o los sustratos deseados. ^{xliv}

3.4.3 Pegado del quad al extender

Como se mencionó anteriormente los quads de BCL son pegados al extender de acero para proporcionar un medio de manejo y poder dar seguimiento a los quads en las diferentes operaciones, además de proporcionar el medio para colocar los quads en los carriers de pulido. Al pegar el quad al extender mediante epóxico, se crea una pieza capaz de soportar los manejos y operaciones de trabajo. ^{xiii}

El quad y el extender son pegados en el herramental de pegado, logrando una planicidad y alineación entre el quad y el extender.

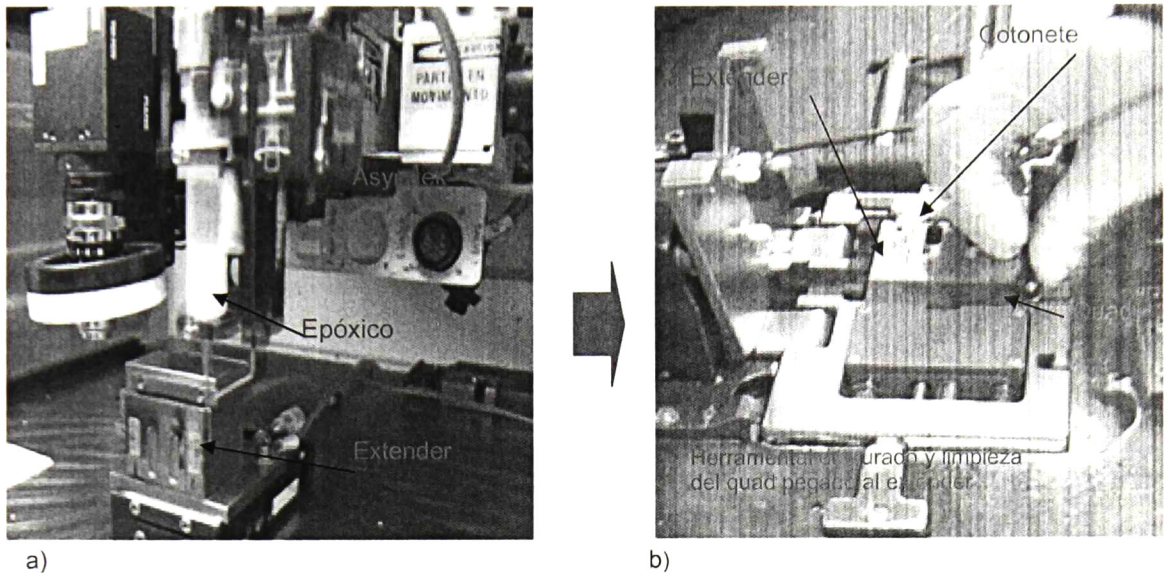


Figura 3.3 a) Montaje del epóxico en la máquina Asymtek. b) Equipo utilizado en el proceso de pegado quad - extender Femto

El equipo que se utiliza en el proceso incluye una mesa de Trabajo de acero inoxidable, la máquina Asymtek (Dispensador de pegamento con sistema de visión) para el dispensado del epóxico, la estación de trabajo denominada "Epoxy-Bond Station", un medidor de planicidad de precisión y el herramental de curado, limpieza y pegado del quad al extender.

3.5 Evaluación de fuerzas de adhesión sistema quad-extender

Como el objetivo general del trabajo es el de mejorar la adherencia del sistema quad – extender mediante la modificación de la superficie de contacto por un recubrimiento híbrido de SiO₂-PMMA se utilizó un sistema de evaluación de fuerzas de adhesión. El medidor de fuerza digital (Dinamómetro) se utilizó para aplicar una fuerza de compresión sobre el quad bondeado al extender y al mismo tiempo medir dicha fuerza hasta su despegue del mismo. En el proceso al quebrarse un quad en el

equipo de pulido puede provocar que otros quads montados en el equipo y que son pulidos al mismo tiempo también se dañen. De ahí la importancia de una unión quad-extender que tenga la resistencia suficiente para soportar el proceso de pulido.

El dinamómetro se programó para detectar el esfuerzo máximo de compresión, de tal forma que cuando ocurrió el despegue se detectó la fuerza máxima aplicada en dicho específico momento. Los resultados de despegue se reportaron en Kg. fuerza.

El experimento consistió en la evaluación de la fuerza de adhesión de quads pegados a extenders recubiertos con las 5 diferentes formulaciones del híbrido que se utilizaron en este trabajo, en cada caso se evaluó un testigo que consistió en un Quad adherido a un extender sin recubrimiento.

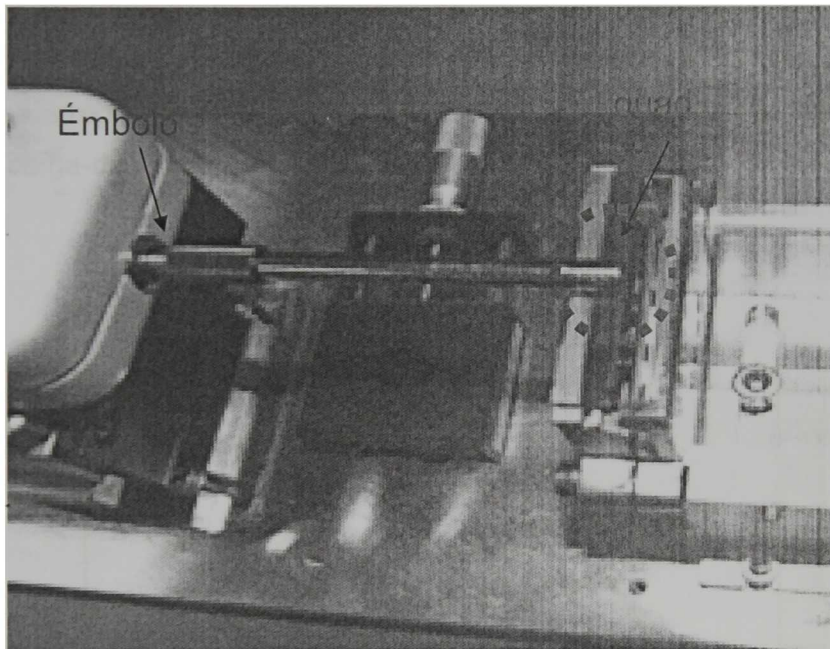


Figura 3.4 Sistema émbolo – quad sobre el extender

3.6 Nanoindentación

Para este trabajo se realizaron las mediciones en el *Hysitron Ubi1* tanto en extenders sin recubrimiento como en extenders con un recubrimiento de material híbrido con el objeto de medir módulo elástico. La punta utilizada fue una de diamante con geometría Berkovich.

En las pruebas de nanoindentación, fueron realizadas indentaciones tanto a carga constante como a carga variable. Cada una arregladas en forma de matriz de 5 x 5 indentaciones realizadas con un ciclo de carga-descarga sin tiempo de permanencia a máxima carga.

En las pruebas de nanoindentación para las películas, fueron realizadas 25 indentaciones a carga constante para un intervalo de 20 a 9000 μN . Cada una de las anteriores arregladas en forma de matriz de 5 x 5 indentaciones realizadas con un ciclo de carga-descarga sin tiempo de permanencia.

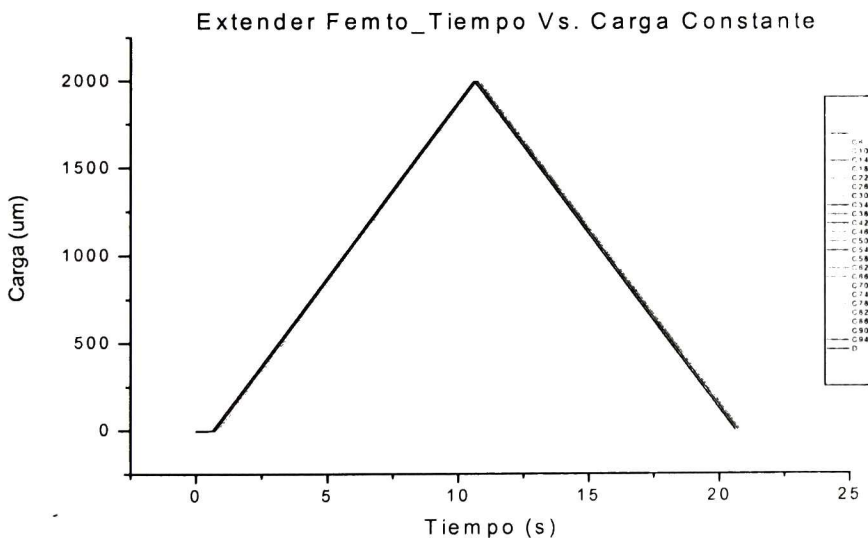


Figura 3.5 Ciclo de carga constante en función del tiempo en extender Femto recubierto con híbrido.

En las pruebas de nanoindentación para las películas, fueron realizadas 25 indentaciones a carga variable, cada una de las anteriores arregladas en forma de

matriz de 5 x 5 indentaciones realizadas con un ciclo de carga-descarga sin tiempo de permanencia.

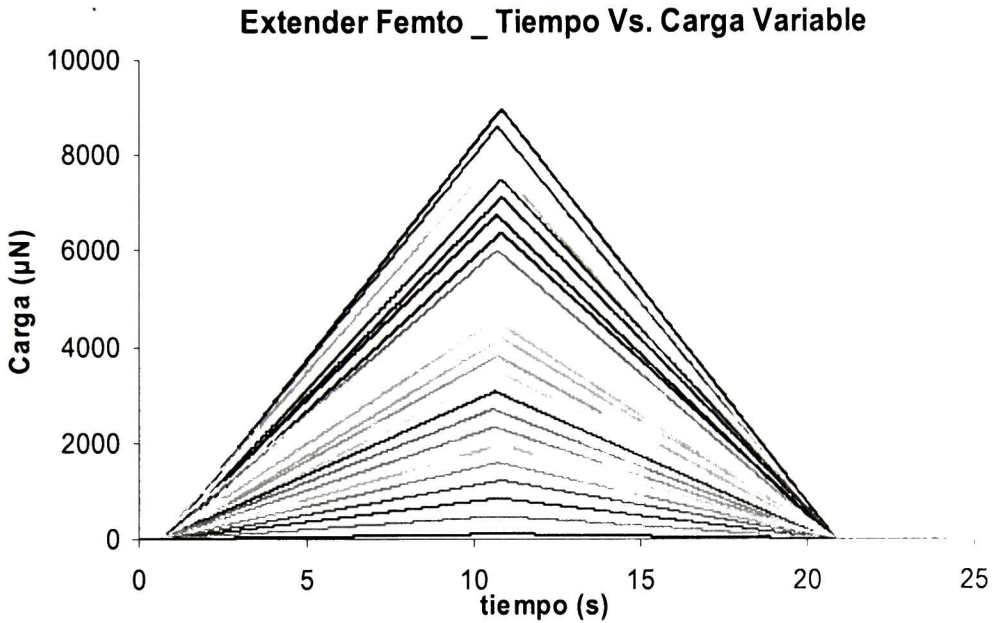


Figura 3.6 Ciclo de carga variable en función del tiempo en extender Femto recubierto con híbrido.

La técnica de nanoindentación aplicada al ensayo de películas delgadas no se restringe a la medición de propiedades mecánicas de las películas, también puede aplicarse a la evaluación de la resistencia a la adhesión de las películas. La resistencia del enlace entre la película y el sustrato se relaciona íntimamente a los esfuerzos residuales en la película y a los esfuerzos aplicados.

Capítulo 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados organizados de la siguiente manera. La primera parte consiste en la caracterización de materiales involucrados en el proceso extender bond.

- Caracterización dimensional y de las superficies del quad y el extender
- Caracterización térmica del epóxico utilizado en el pegado de quad extender
- Caracterización de las propiedades mecánicas del quad
- Caracterización de las propiedades mecánicas del híbrido en superficies de vidrio y aplicado en el extender

Primero se mostrarán los detalles de la caracterización de los materiales involucrados actualmente en el proceso de “extender bond” Estos comprenden los análisis dimensionales obtenidos por interferometría del extender y del quad seguido de un estudio de ambos de la superficie que se pondrá en contacto para el proceso extender bond. El análisis de la superficie se realizó por perfilometría mediante la utilización de dos sistemas, de acuerdo a las limitaciones de precisión dimensionales, por perfilometría y por interferometría.

Posteriormente se presenta la caracterización de las propiedades mecánicas tanto del Quad como del híbrido en superficie de vidrio como referencia al mismo híbrido aplicado sobre el extender. Para complementar la caracterización de los materiales involucrados se reportan resultados de SEM. Con este análisis se identificaron tanto los defectos en la superficie del quad como del extender. Así mismo como los resultados de AFM para la evaluación de los espesores de los recubrimientos y un soporte para concluir la caracterización de la superficie recubierta del híbrido sobre los extenders.

En la segunda parte se evaluará el efecto de la aplicación del híbrido mediante el análisis de fuerza de adhesión en el proceso actual como referencia a los extenders recubiertos sobre la adhesión con el quad.

4.1 Caracterización térmica (TGS) del epóxico (LOCTITE E60-HP60) utilizado en el proceso de pegado quad-extender.

El análisis de caracterización térmica (termograma) del Loctite E60-HP muestra que este material es un polímero termoplástico, ya que presentó solamente una temperatura de transición vítrea, T_g , como se puede observar en la figura 4.1 indicando además, que es un polímero amorfo ya que en los materiales denominados semicristalinos se presentan dos temperaturas de transición vítrea, la T_g y la temperatura de fusión de los cristales (T_m).- En este caso la T_g determinada fue de 90.15°C que es la temperatura a la cual dicho epóxico deja de ser rígido y comienza a ser ahulado o blando. Partiendo de este hecho y ya que en el proceso de fabricación de cabezas magnéticas no se alcanzan dichas temperaturas se infiere que en la interfase quad-extender (quad-epóxico-extender en este caso) la estructura cristalina del epóxico no cambia.- Dado lo anterior se concluye que son las interacciones de esfuerzos físicos los que causarían los despegues de la interfase y no los cambios en la estructura del epóxico.

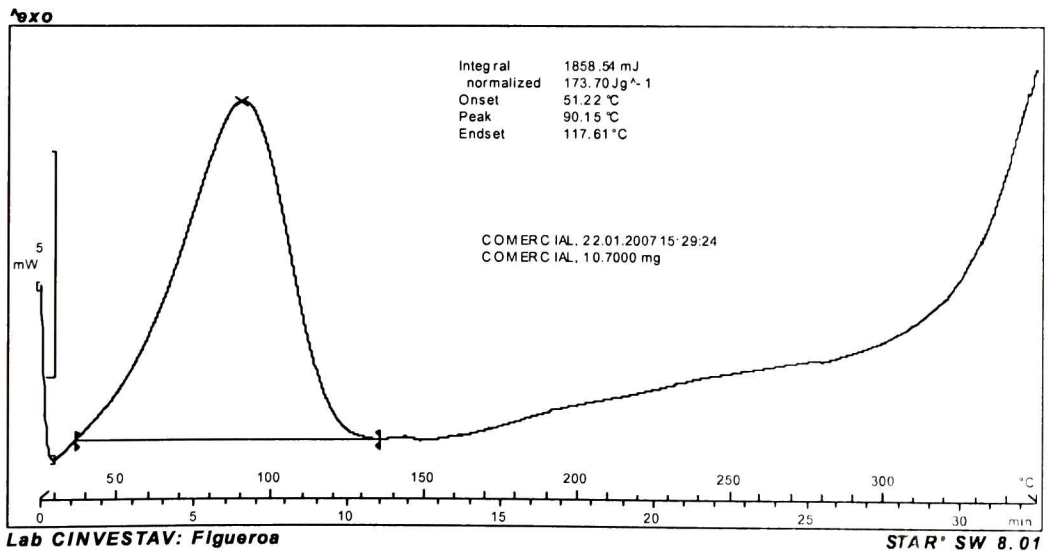


Figura 4.1 Termograma del Loctite E60-HP

La Temperatura de transición vítrea (T_g) es la temperatura a la que se da una pseudo transición termodinámica en materiales vítreos, por lo que se encuentra en vidrios, *polímeros* y otros materiales inorgánicos amorfos. Esto quiere decir que, termodinámicamente hablando, no es propiamente una transición.

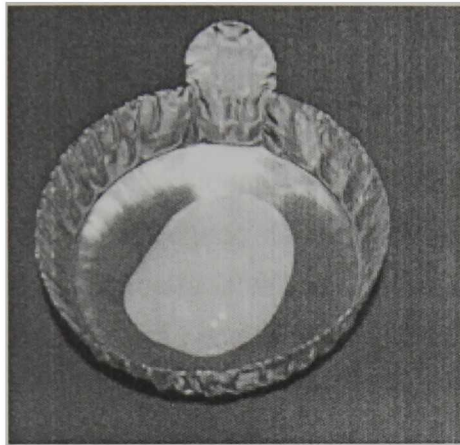


Figura 4.2 Loctite E60-HP

Arriba de la T_g los enlaces secundarios son más débiles que el movimiento térmico de las mismas, por ello el polímero se torna ahulado y adquiere cierta elasticidad y capacidad de deformación plástica sin fractura.

4.2 Características superficiales del quad

En la figura 4.3 se presentan imágenes representativas obtenidas por interferometría de luz blanca en el Zygo de uno de los 20 quads medidos por esta técnica, como se describió en la sección de experimentación. En esta Figura se presentan dos imágenes que corresponden a la vista lateral del quad con su correspondiente perfil de alturas y una vista tridimensional del quad.

De la escala de alturas en la

Figura 4. se muestra que el quad tiene variaciones de altura en el rango de 2 μm a través de su sección longitudinal (planicidad). El perfil lateral de la mayoría de los quads analizados presentó un perfil curvo, en donde las partes mas elevadas del

quad se identificaron en las orillas del mismo, hecho que se hace mas obvio en el perfil tridimensional que se presenta en la

Figura 4. . El promedio de variación en planicidad que se encontró de los quads medidos es de $2 \pm 2 \mu\text{m}$. El perfil tridimensional proporciona información de la superficie del quad que interactúa mediante esfuerzos colaterales con la superficie mostrada en la vista superior del extender. Este resultado es sorprendente, ya que en la línea del proceso se ha considerado que todos los quads presentan un perfil lateral completamente plano (planicidad ideal) y nunca se ha considerado como un factor que afecte el desempeño del pegado del sistema quad-extender. Nuevamente, con estos resultados queda demostrada la heterogeneidad dimensional de los quads, cuyo rango de variación afectará necesariamente las condiciones de pegado.

En la Figura 4. se presentan las imágenes de la vista superior del quad que corresponde a la superficie que normalmente está en contacto directo con el extender posterior al procedimiento de pegado. Esta superficie presenta también variaciones de planicidad que en promedio es de $3 \pm 2 \mu\text{m}$. Cualquier variación de planicidad en esta superficie que estará en contacto directo con el extender se considera muy importante ya que evitará el contacto total del sistema quad-extender. Este resultado, combinado con el mostrado en la figura 4.3, donde lateralmente se tiene un perfil cóncavo, muestra que predomina un estado de esfuerzos cortantes en los elementos de pegado, debido a las variaciones de planicidad. Este hecho determinará necesariamente las condiciones de despegue durante el proceso de pulido. Adicionalmente en la figura 4.4 en el inciso a) de la vista superior se muestra que en el perfil de altura tanto el lateral izquierdo como el lateral derecho de dicha vista estos son menores al centro en un promedio de 0.9 de micra. Que enfocado en un sistema de esfuerzos durante el pulido hace obvio que el mecanismo de falla del sistema extender-adhesivo-quad / extender-híbrido-adhesivo-quad es mas débil en las secciones laterales mencionadas, ya que la superficie de contacto es mínima o llega a ser significativamente mas débil en función al grosor de la capa de adhesivo que se depositará para llenar el espacio entre el extender y el quad.

Este resultado es sorprendente ya que en el área de manufactura no se esperan rangos de variación en altura de los quads. Posteriormente se presentarán resultados del análisis de despegue en donde se discutirá el posible efecto que tiene esta variación en altura de los quads sobre esa fuerza de adhesión. Una recomendación que inmediatamente se desprende de estos resultados es que se implemente una caracterización de alturas de los rows de acuerdo a su posición en el Wafer.

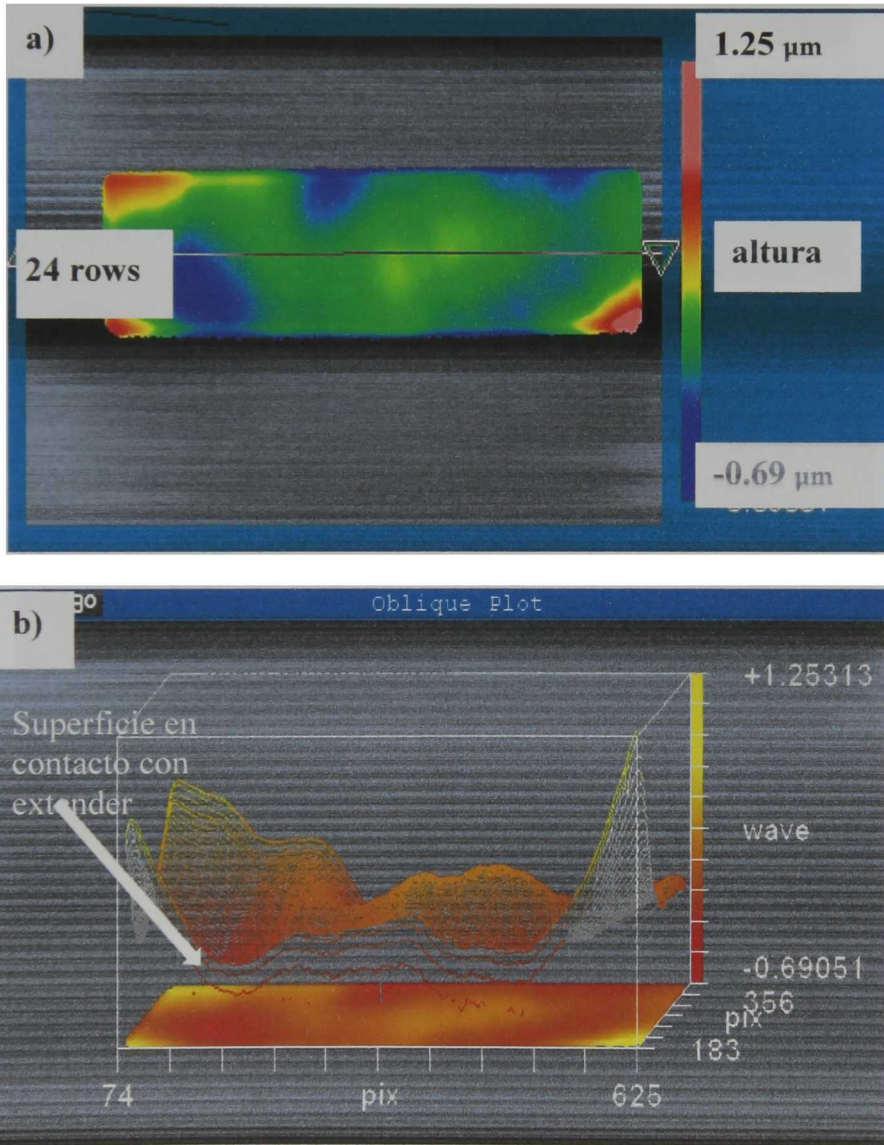


Figura 4.3 Imágenes de interferometría del Quad a) vista lateral, b) perfil unidimensional. Estas imágenes muestran que la variación de altura se encuentra en el rango de 2 micrómetros.

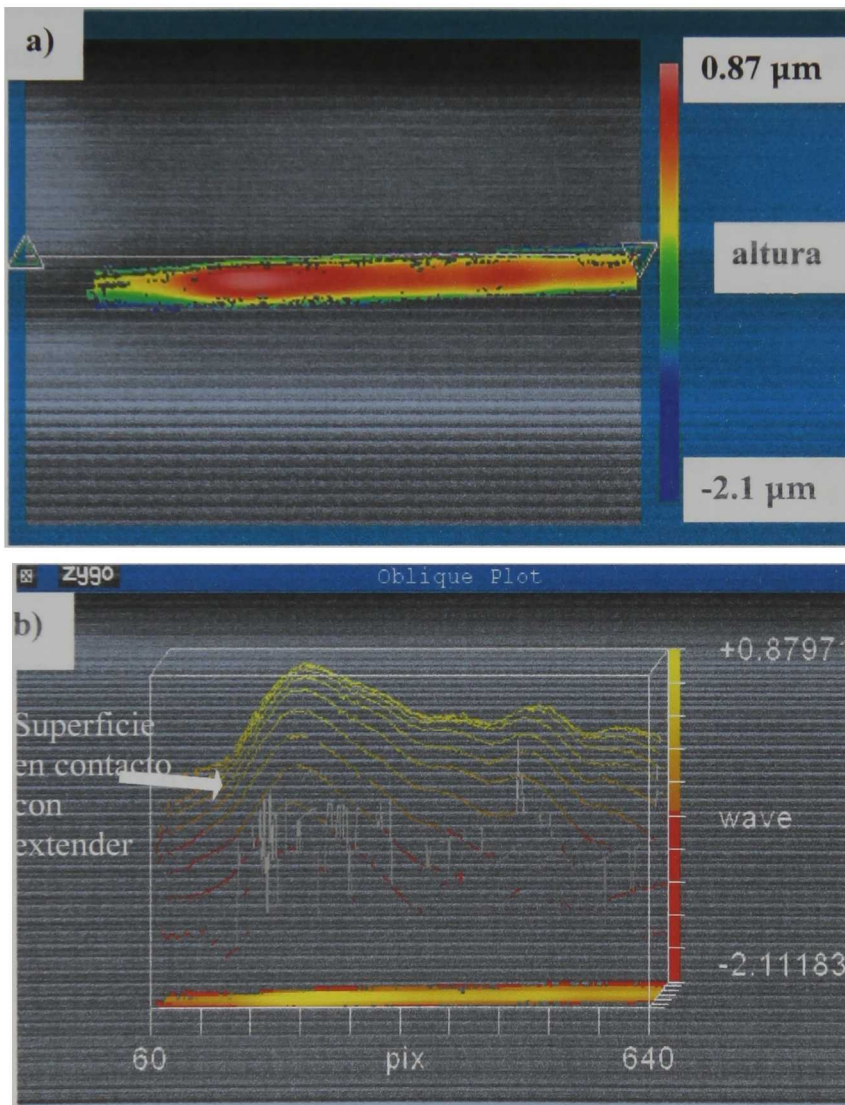


Figura 4. 4 Imágenes de interferometría del Quad a) vista superior, b) perfil tridimensional. Estas imágenes muestran la variación de altura este en el rango de 4 micrómetros

A continuación se muestran dos tablas con resultados del análisis por Interferometría de los quads utilizados en cada una de las cinco distintas formulaciones motivo de esta evaluación. La tabla 4.1 muestra los resultados

evaluados en la sección virgen del quad, que no es manejada por un proceso de corte, es decir esta es una superficie de acabado espejo.

La tabla 4.2 contiene los resultados de las rugosidades de los quads en la sección que será adherida al extender y que fue pasada por un proceso de corte. La rugosidad de los extenders interactúa directamente con los esfuerzos físicos generados durante el pulido, haciendo más relevante la importancia de la robustez de la unión extender-quad para evitar despegues en el proceso.

Tabla 4.1 Evaluación de rugosidad de QUADS en la sección virgen (sección sin proceso de corte).

		PV	RMS	Puntos	Ra °A
5428298	1 : 0.5	1.230	0.122	91163	878.21
5433919	1 : 0.75	3.165	0.468	91350	3898.7
5427710	1 : 1	1.494	0.325	85563	2795.31
5475636	1 : 1.5	3.356	0.778	86511	6814.65
5461608	1 : 2	2.080	0.252	120842	1980.02

Tabla 4.2 Evaluación de rugosidad de QUADS en la sección que será adherida al extender (sección con proceso de corte)

		PV	RMS	Puntos	Ra °A
5428298	1 : 0.5	1.893	0.331	22501	2647.55
5433919	1 : 0.75	1.184	0.294	1950	2466.89
5427710	1 : 1	0.625	0.112	4973	902.24
5475636	1 : 1.5	2.502	0.364	8776	2742.87
5461608	1 : 2	1.704	0.239	10458	1776.84

4.3 Características superficiales del extender

4.3.1 Análisis superficial del extender por interferometría

En la

Figura 4. se observan imágenes procesadas por interferometría de luz blanca en el Zygo de un extender representativo de la población de extenders utilizados en el área de manufactura de extender bond tal y como se describió en la sección de

experimentación. Las imágenes que se muestran en esta figura corresponden a la vista lateral del extender con su correspondiente perfil de alturas y una vista tridimensional del extender. De la escala de alturas mostrada en la Figura 4.5 se muestra que el extender lateralmente tiene variaciones de altura en el rango de $9 \mu\text{m}$. El perfil lateral de la mayoría de los extenders analizados presentó un perfil curvo, en donde las partes más elevadas del extender están en el centro, hecho que se hace más obvio en el perfil tridimensional ilustrado y que contrasta con lo mencionado en el perfil de los quads donde las partes más elevadas están en las orillas. El promedio de variación en altura lateral que se encontró de los extenders medidos es de $9 \pm 4 \mu\text{m}$. Del perfil tridimensional se obtuvo información de la superficie que interactúa mediante esfuerzos colaterales con la superficie mostrada en la vista superior del extender que se pondrá en contacto con el quad. Esta imagen nos permite obtener dicha información de forma objetiva ya que en el proceso se parte de la suposición de un extender con un perfil lateral completamente plano, hecho que queda demostrado mediante estas imágenes estar equivocado quedando la heterogeneidad dimensional de los extenders claramente manifestada, esto concuerda con la misma suposición de un perfil lateral plano en los quads y que también es erróneo tal y como ya se menciono al principio de este capítulo.

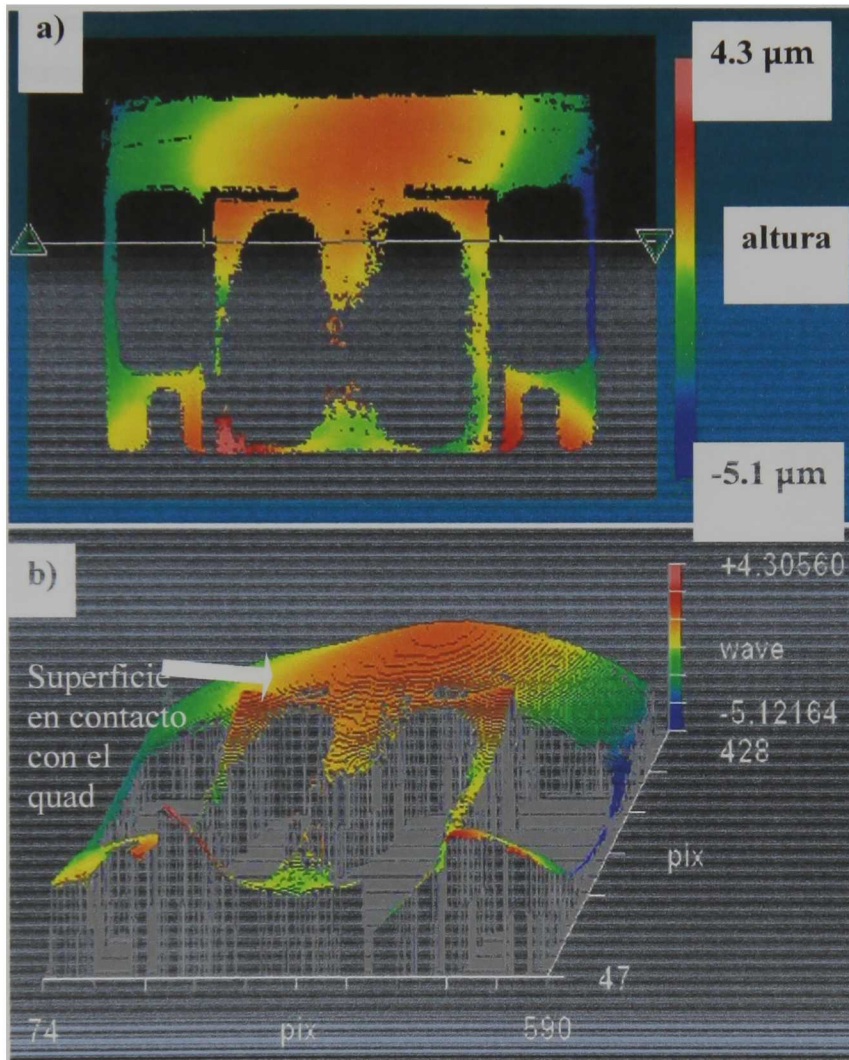


Figura 4.5 Imágenes de interferometría del extender a) vista superior, b) perfil tridimensional. Estas imágenes muestran la variación de altura esta en el rango de 2 micrometros.

En el sistema de esfuerzos generados durante el pulido de los quads las variaciones en la planicidad de los extenders así como sus defectos físicos, se pueden sumar o restar al juego de esfuerzos generados haciendo más relevante la robustez de la unión extender-quad ya que se pueden generar despegues por estos factores.

En la siguiente tabla se muestran en azul los datos de los extenders recubiertos con formulaciones híbridas, donde se observa que dentro de los extenders tomados al azar para este trabajo se cuenta con extenders que están en los extremos de mayor y menor delta de altura.

Tabla 4.3 Resultados de mediciones de extenders en ZYGO.

MEDICIONES DE EXTENDERS EN ZYGO

	PV (um)	rms (um)	points	Ra (wave)	Hi	Low	Delta
5409426	7.556	0.842	67263	1.07	7.22945	-4.71132	11.94077
5416295	20.951	3.313	79151	3.95	14.59071	-18.51733	33.10804
5425693	15.967	3.359	105424	3.57	12.37071	-12.86192	25.23263
5427710	5.966	0.826	84382	1.02	4.3056	-5.12164	9.42724
5428298	5.387	0.858	64267	1.13	4.37968	-4.13388	8.51356
5428465	3.851	0.696	62845	0.81	3.13428	-2.95108	6.08536
5433919	11.49	1.508	78461	1.67	11.28217	-6.87451	18.15668
5448302	11.753	1.663	103102	1.87	9.06099	-9.51192	18.57291
5454129	7.963	1.436	92799	1.84	4.01904	-8.56514	12.58418
5458233	18.938	2.203	59555	1.45	25.43352	-4.49341	29.92693
5458769	13.795	1.945	79619	1.45	14.10471	-7.69518	21.79989
5459810	11.26523	1.921	79611	1.37	11.26523	-15.32027	26.5855
5461608	4.818	0.675	41908	0.88	2.51439	-5.09915	7.61354
5463671	20.895	3.182	131528	3.7	18.86369	-14.15611	33.0198
5464739	17.099	2.976	110293	3.42	18.04387	-8.97726	27.02113
5471201	16.401	3.149	100105	3.84	8.20532	-17.71283	25.91815
5472987	18.273	2.6	79619	1.77	19.25523	-9.62131	28.87654
5473908	5.831	1.199	106146	1.55	5.57426	-3.36986	8.94412
5473939	9.369	1.274	60578	0.99	3.24738	-11.55826	14.80564
5475636	22.965	4.01	78582	4.67	9.00905	-27.28209	36.29114

4.3.2 Análisis superficial del extender por perfilometría

La medición de la rugosidad de los extenders para el proceso de extender bond tanto los preparados como regularmente se utilizan en el proceso como los recubiertos con las cinco formulaciones del híbrido utilizado, establecen una línea base como referencia en la medición de fuerzas de adhesión, sección 4.7 de este trabajo.

Los datos de rugosidad en todos los casos de este trabajo muestran un incremento en los extenders recubiertos con las diferentes formulaciones de híbrido. Este incremento se correlaciona con las mediciones de las fuerzas de adhesión, donde como se menciona en esa sección de este trabajo los extenders con menor rugosidad generaron mayor fuerza de adhesividad en la interfase extender – quad. Considerando factores adicionales como lo es la deformación física del recubrimiento híbrido después de los despegues, esto se observa en las fotografías incluidas en la *sección 4.7 “Medición de fuerzas de adhesión”*.

Un hecho a resaltar es el perfil que se genera en las orillas de los recubrimientos, observado tanto en la medición de los perfiles de rugosidad en los extenders recubiertos como en el trabajo presentado en la *sección de “Microscopía de fuerza atómica”* donde se observa en las fotografías presentadas que hay una pendiente del híbrido recubierto en los extremos de los extenders inspeccionados.

Para el análisis de la información obtenida se utilizó una rutina programada en el software Matemática 4.1: Análisis estadístico de datos de rugosidad de extenders obtenidos en el perfilómetro Tencor. Esta rutina está diseñada considerando los siguientes factores para poderla ejecutar y generar la información pertinente:

a) El archivo con los datos debe de estar en formato de texto, es decir en *.txt incluyendo dos columnas, la primera con el consecutivo de los datos y la segunda con los datos a analizar, la rutina esta diseñada para el análisis de 5714 datos.

b) Este archivo debe de colocarse en el directorio del software de Matemática 4.1 donde esta el archivo “ejecutable” del software.

c) A la rutina es necesario remplazar el nombre del archivo de texto donde se encuentran los datos a analizar y esta automáticamente lo buscara en el directorio mencionado en el inciso).

d) La rutina puede ser colocada en cualquier directorio, se recomienda salvarla con el nombre de la pieza a analizar ya que en el mismo archivo se generara la información como resultado del análisis.

A continuación se reportan a manera de tabla los resultados obtenidos, así como las curvas del perfilómetro “TENCOR”.

Tabla 4.4 Resultados de la rugosidad en Tencor de extenders pulidos sin y con recubrimiento híbrido (análisis en Matemática 4.1)

Extender		Rugosidad extenders pulidos sin recubrimiento		Rugosidad extenders pulidos con recubrimiento		Delta Ra	Delta RMS
		Rugosidad Ra (um)	RMS (um)	Rugosidad Ra (um)	RMS (um)		
5428298	1:0.5	5.87	6.86	5.86	7.02	-0.01	0.16
5473919	1:0.75	7.30	8.97	17.41	20.11	10.11	11.14
5422710	1:1	8.09	9.05	10.35	11.61	2.26	2.56
5475636	1:1.5	1.68	2.17	5.52	6.58	3.84	4.41
5461608	1:2	3.46	4.15	8.86	9.95	5.4	5.80

En el siguiente gráfico se muestran las diferencias obtenidas en rugosidad comparando los extenders antes y después de ser recubiertos con el híbrido. Donde se observa de manera clara que hay una perfecta correlación entre la proporción de PMMA-SiO₂ y el incremento de rugosidad. Los datos de la formulación con proporción 1: 0.75 están siendo eliminados ya que como se muestra en este trabajo esta formulación sufrió degradaciones que ocasionaron entre otras cosas aglomeraciones en el recubrimiento, hecho que descalifica la confiabilidad obtenida del parámetro de rugosidad. Sin embargo esta rugosidad dada el gráfico mencionado se puede fácilmente inferir. Estos resultados son importantes ya que muestran que la superficie sobre la cual se realiza el recubrimiento del híbrido tiene una cierta influencia en el incremento de la rugosidad de su recubrimiento.

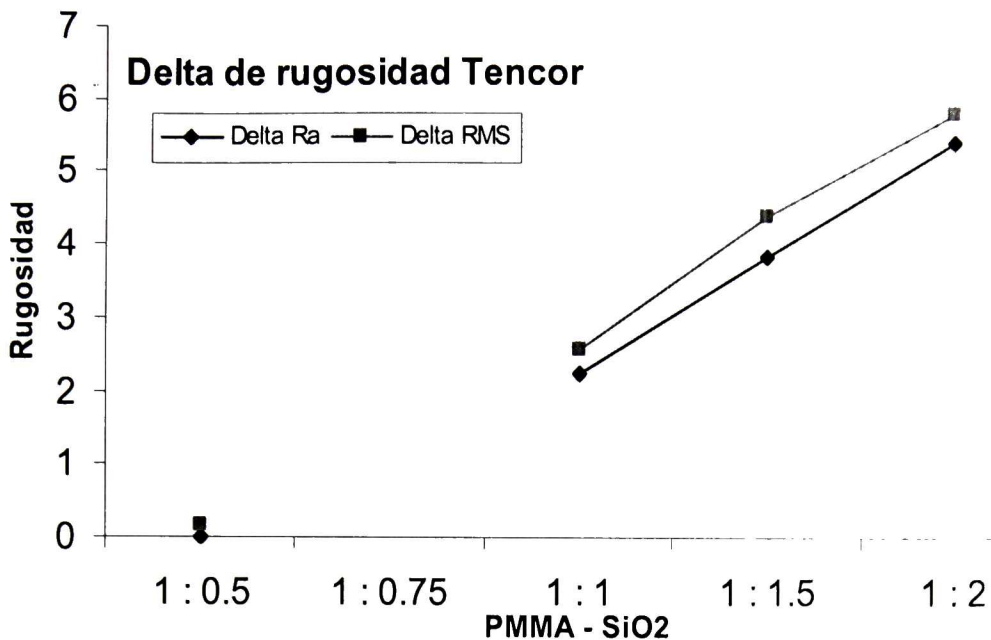
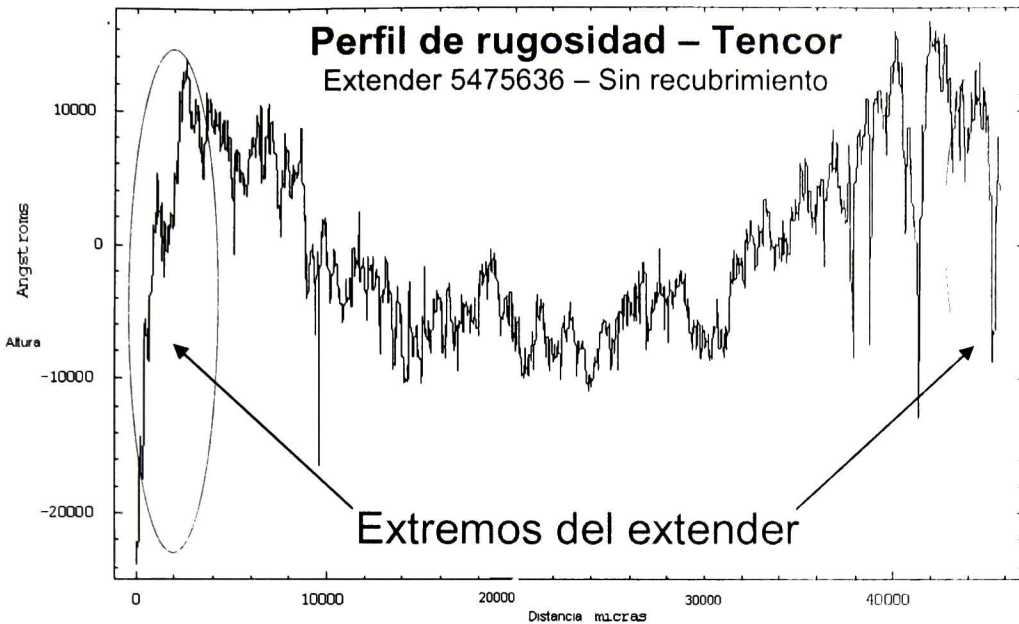


Figura 4.6 Delta de rugosidad de extenders antes y después de ser recubiertos con híbrido.

El siguiente gráfico corresponde a un perfil típico de los extenders sin recubrimiento alguno, tal y como se utilizan en el proceso de extender bond. Los extenders utilizados para este trabajo fueron tomados al azar de los disponibles para ser utilizados en la producción regular del proceso de extender bond. Se puede observar claramente que presentan pendientes en los extremos de los mismos en el orden de micras, pendientes que se confirman y reafirman e incluso se incrementan con el recubrimiento de las diferentes formulaciones de híbrido.



Altura media	0.163013 μm
Ra (rugosidad)	1677.79 μm
RMS	2174.54 μm
Distancia máxima Valle-pico	14656.8 μm
Asimetría perfil alturas	-0.803499
Kurtosis perfil de alturas	3.77885

Condiciones del análisis

5714 datos

Resolución lateral: 7.993

Velocidad barrido: 10000 $\mu\text{m/s}$

Frec. De muestreo: 1000 unidades/s

Longitud de medición: 45700 μm

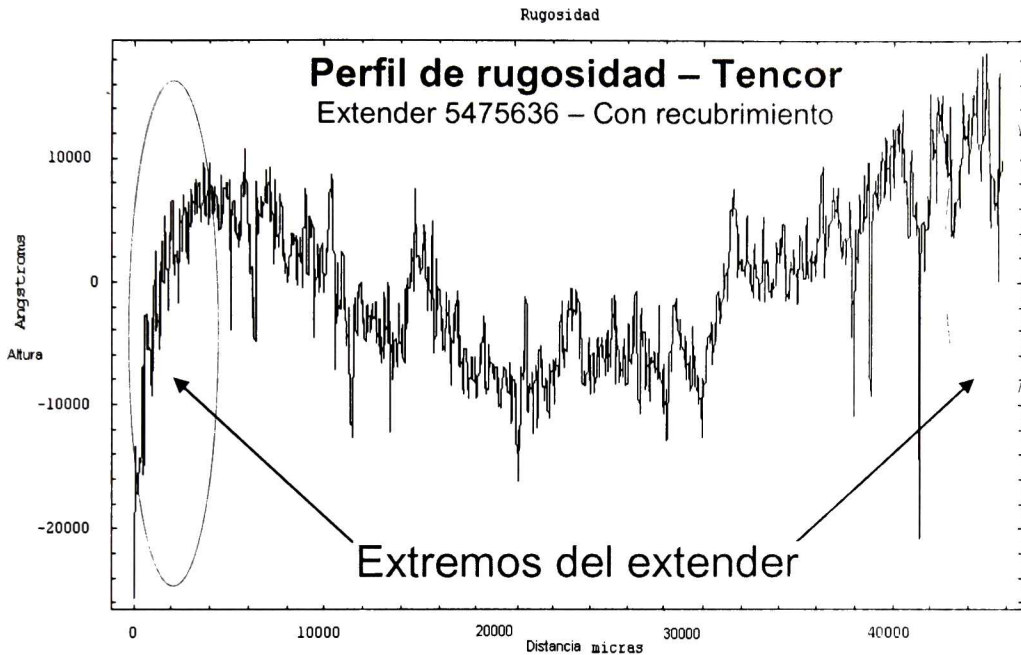
Fuerza aplicada: 5 mg

Figura 4.7 Perfil de rugosidad de un extender pulido sin recubrimiento. Este gráfico muestra la variación de altura en los extremos del extender como característica típica de ellos.

En el siguiente gráfico los resultados corresponden a los análisis en Matemática 4.1 de un perfil típico obtenido de los extenders recubiertos, donde se observa que la rugosidad "Ra" en todos los casos es mayor en los extenders recubiertos en comparación con los extenders no recubiertos.

En las siguientes formulaciones del híbrido 1:0.5, 1:0.75, 1:1, 1:2 se pudo observar que los perfiles de rugosidad antes y después del recubrimiento conservan cierta correlación en cuanto a las rugosidades máximas y mínimas a lo largo de los extenders. La excepción en este caso es el recubrimiento con la formulación 1:1.5 donde la rugosidad del extender sin recubrir es del orden de 1.67 micrones, entendiéndose por esto que la planicidad del extender es alta en comparación con los

demás extenders, infiriendo que algunos extenders preparados para el proceso de extender bond pueden presentar rugosidades de este orden y por ende de acuerdo a conclusiones de este trabajo tener una mayor fuerza de adherencia al quad. Este extender una vez recubierto incrementa su rugosidad en el orden de 5.5 micrones, lo cual concuerda finalmente con el comportamiento de los demás extenders.



Altura media	0.722726 °A
Ra (rugosidad)	5521.09 °A
RMS	6584.15 °A
Distancia máxima Valle-pico	44030.5 °A
Asimetría perfil alturas	0.0608706
Kurtosis perfil de alturas	2.6146

Condiciones del análisis

5714 datos
 Resolución lateral: 7.993
 Velocidad barrido: 10000 um/s
 Frec. De muestreo: 1000 unid/s
 Longitud de medición: 45700 um
 Fuerza aplicada. 5 mg

Figura 4.8 Perfil de rugosidad de un extender pulido con recubrimiento. Este gráfico muestra la consistencia de variación de altura en comparación al mismo extender sin recubrimiento.

4.4 Características de superficie del extender de acero medidas con AFM

En las Fig. 4.9 y 4.10 se puede resaltar que las diferencias de alturas encontradas en este estudio y enfocadas de una manera funcional son mínimas, es decir se encuentran en el orden de 2 a 3 micras.

a) La medición del espesor del recubrimiento híbrido para cada formulación se evaluó en los extremos de los extenders, encontrándose que cada recubrimiento termina en una pendiente formada por el híbrido contra el extender.

b) En función a la formulación se encontró que en las relaciones bajas de PMMA/SiO₂ su espesor es demasiado delgado y el equipo AFM dada sus características y el rango de medición no pudo determinar.

c) La medición de la rugosidad del recubrimiento híbrido se realizó sobre la superficie de canto del extender, es decir, sobre la superficie en que se adhiere el extender en el proceso de Extender-Bond.

Dados los resultados se determinó que la rugosidad de los recubrimientos no es función del espesor de híbrido sobre el extender, sus resultados oscilaron de 12 a 24 nanómetros. De cada una de las soluciones preparadas para el recubrimiento de Extenders que se realizó, la de proporción 1:0.75 salio con ligeras acumulaciones de Sílice sobre todo concentradas en los cantos del extender.

Tabla 4.5 Resultados del análisis de AFM de Rugosidad y espesor de recubrimiento híbrido sobre extenders.

PMMA/SiO ₂	Step height (SH) [Espesor de recubrimiento]	Roughness (Ra) [Rugosidad]	Comentarios
1:0.5	N/A	12.853 nm	El espesor de recubrimiento (step height) no se midió debido a que la proyección de la pendiente en el eje "x" es mayor que 110 nm (rango máximo de escaneo)
1:0.75	N/A	24.424 nm	El espesor de recubrimiento (step height) no se midió debido a que la proyección de la pendiente en el eje "x" es mayor que 110 nm (rango máximo de escaneo)
1:1	2.952 μ m	24.418 nm	
1:1.5	3.804 μ m	13,879 nm	

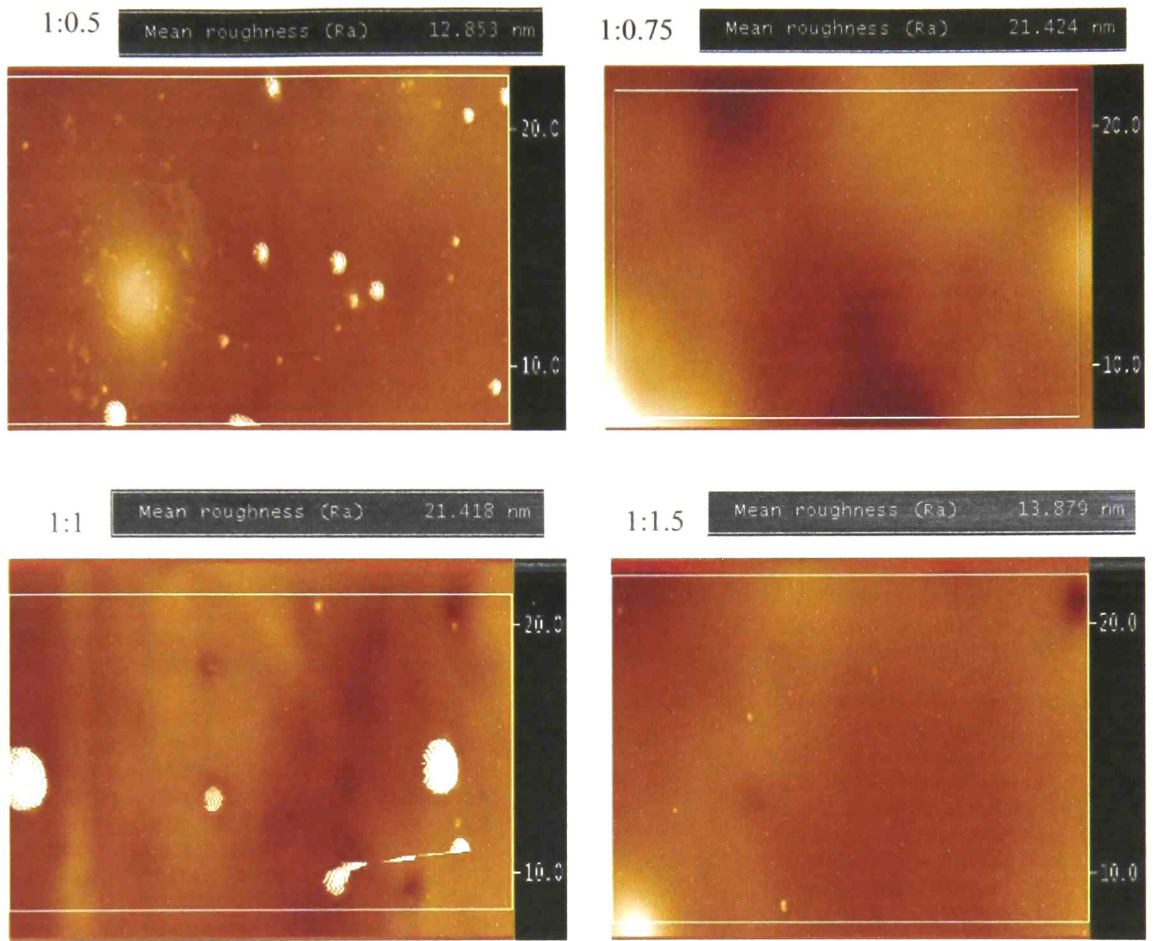


Figura 4.9 Rugosidad en AFM de un híbrido recubierto sobre extender

Un punto importante de este análisis es que las imperfecciones en la superficie de los extenders son cubiertas por el híbrido, siendo esto un factor relevante ya que de manera funcional este hecho pudiera contribuir a un mejor desempeño de los extenders mismos durante el proceso de manufactura. No así las pendientes laterales ni en los extremos de los extenders en las cuales como ya se mencionó se crean acumulaciones de sílice.

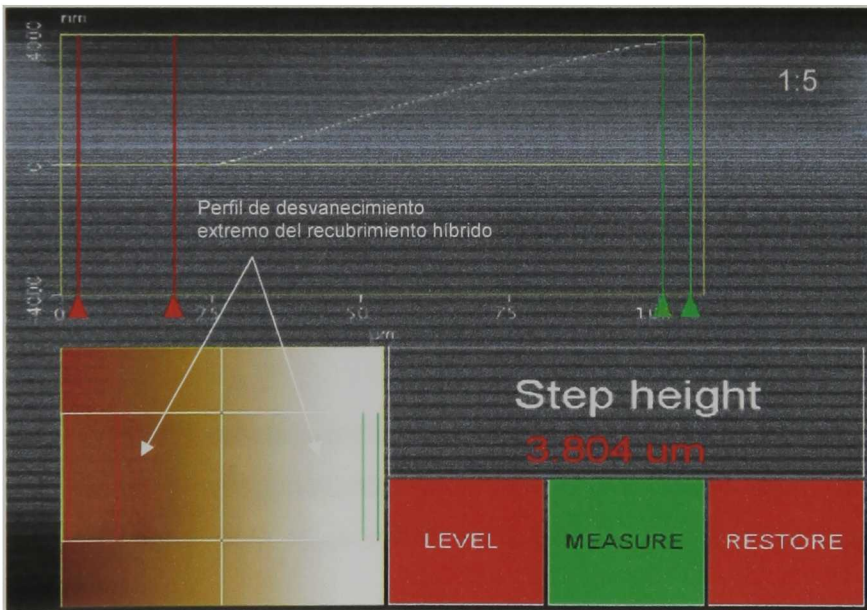


Figura 4.10 Espesor de recubrimiento en AFM de híbrido sobre extender

4.5 Caracterización por microscopía electrónica de barrido de extenders recubiertos con el híbrido

En esta sección del presente trabajo se detalla la caracterización de los recubrimientos de PMMA-SiO₂ sobre los extenders que se llevo a cabo mediante el equipo de análisis SEM / EDS. A continuación se detallan las condiciones de análisis para llevar a acabo esta actividad, es decir el análisis SEM / EDS que fue realizado en el microscopio SEM equipado con un detector EDS, los parámetros de trabajo utilizados para el análisis fueron distancia 2-9 mm, una magnificación de 80 -10Kx, y n voltaje de 2-10 Kev.

Extenders con diferente formulación de PMMA/SiO₂ recubiertos (1:0.5, 1:0.75, 1:1, 1:1.5) se enviaron al laboratorio para ser medidos en el equipo AFM en sus parámetros de rugosidad y espesor de recubrimiento.

Resultados:

Con las diferentes proporciones de PMMA-SiO₂ se obtuvo una calidad de recubrimiento óptima en cada caso en comparación con los extenders de referencia pulidos y listos para su uso en extender Bond.- Resaltando el hecho de que los extenders pulidos aun presentan defectos en los cantos, defectos que son minimizados en cada caso por el recubrimiento de las distintas formulaciones de Híbrido.-

No se observo diferencia significativa entre las distintas formulaciones desde el puntote vista calidad del recubrimiento, resaltando que la formulación 1:0.75 mostró aglomeraciones de Sílice pero estas son función al manejo de la preparación y no del recubrimiento en si.

Tabla 4.6 Resultados del SEM del recubrimiento del Híbrido sobre los extenders

Formulación de recubrimiento	H1 (Ancho del recubrimiento sobre el extender)	V1 (Distancia entre la orilla del extender y el menisco del recubrimiento)
1:0.75	904.2 μm	59.36 μm
1:0.5	903.3 μm	49.57 μm
1:5	919.4 μm	41.42 μm
1:1	900.5 μm	15.75 μm

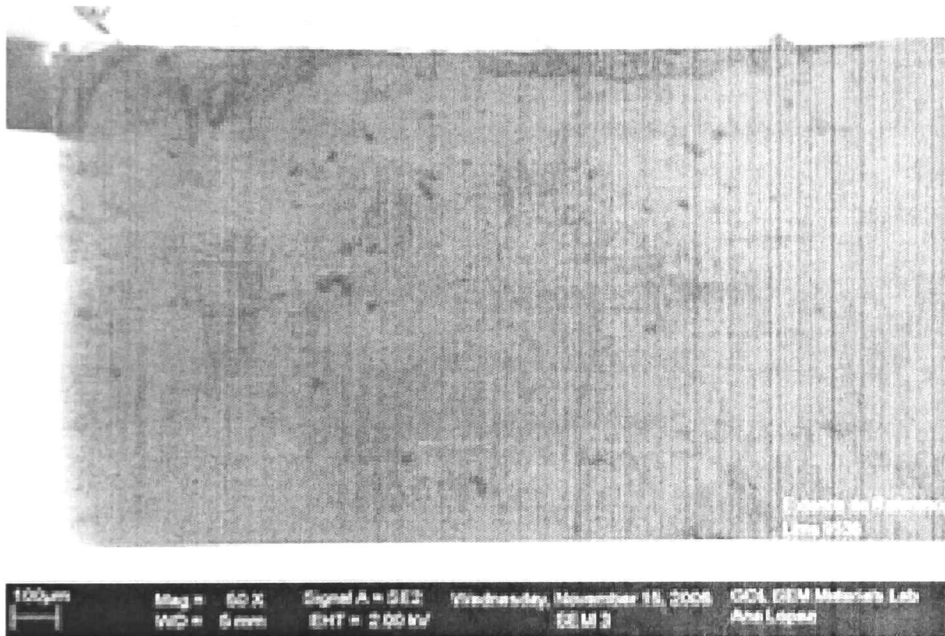


Figura 4.11 a) Extender de referencia “sin” recubrimiento, pulido y listo para usarse en “extender bond”.

- Se observa que previamente el extender de uso común, tiende a presentar daño físico en las orillas, aun pulido.

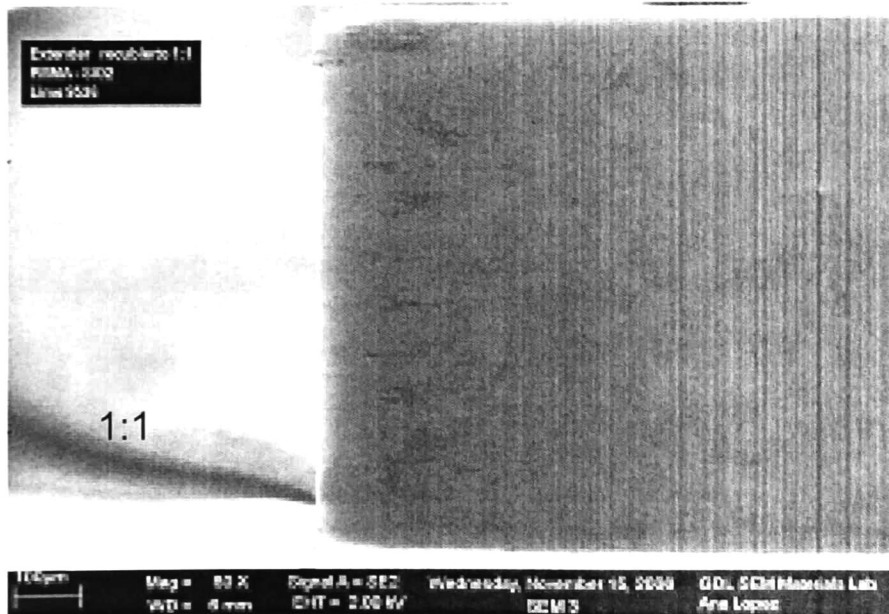
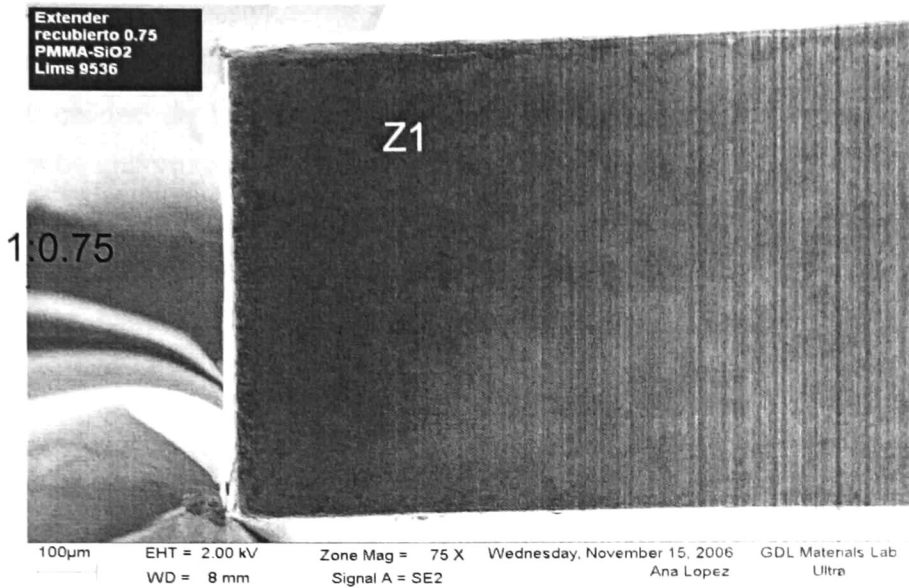


Figura 4.12 Extenders recubiertos de PMMA: SiO₂ listos para utilizarse en “extender bond” (Malformaciones del recubrimiento del híbrido en las orillas del extender).

- Se observan acumulaciones de sílice en las orillas de los extenders, presumiblemente en áreas donde previamente se detecta presencia de daños físicos antes del recubrimiento.
- La calidad de los recubrimientos en la mayor parte de la superficie de los extenders es uniforme sin defectos físicos.
- Se puede observar que en la superficie de los extenders recubiertos con el híbrido se cubren imperfecciones en la parte plana, es decir donde no hay pendientes prolongadas, siendo esto un hecho muy importante a resaltar.

A continuación se muestran extenders recubiertos de PMMA: SiO₂. Listos para usarse en "extender bond".

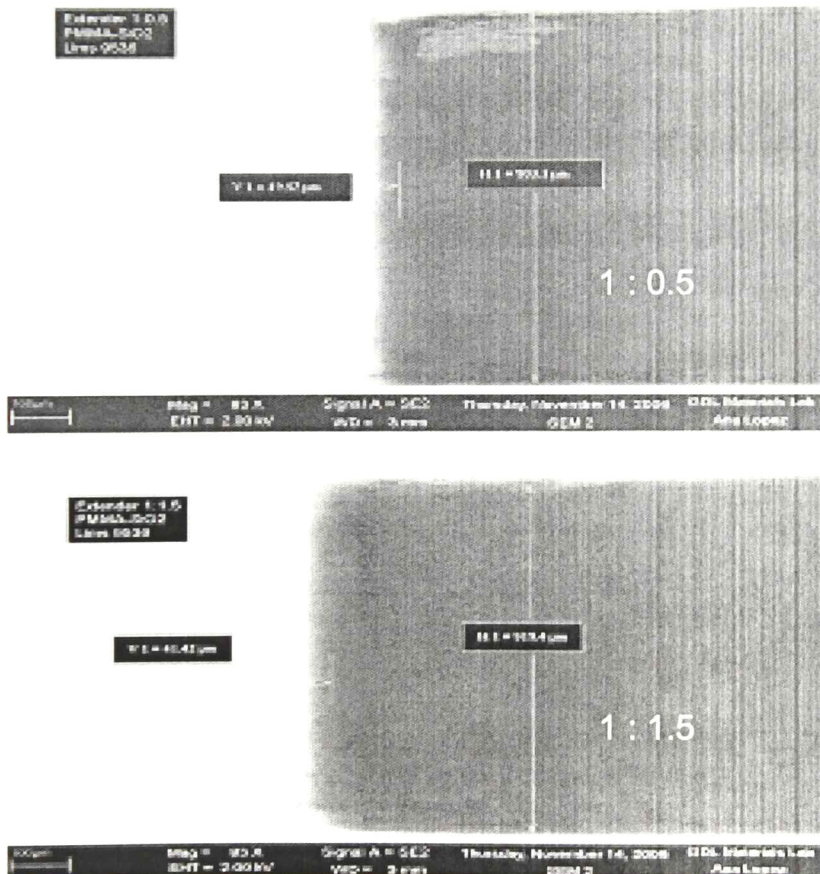


Figura 4.13 Anchos de recubrimiento en SEM de híbrido sobre extender

- El ancho del recubrimiento del híbrido sobre el extender es uniforme.
- El recubrimiento en los extremos de los extenders presenta una pendiente que esta determinada por el espesor del recubrimiento dado el menisco que se forma y en general es cercano a 900 micras donde inicia el menisco.

Calidad de los extenders recubiertos de PMMA: SiO₂. Listos para usarse en “extender bond”.

a)



b)

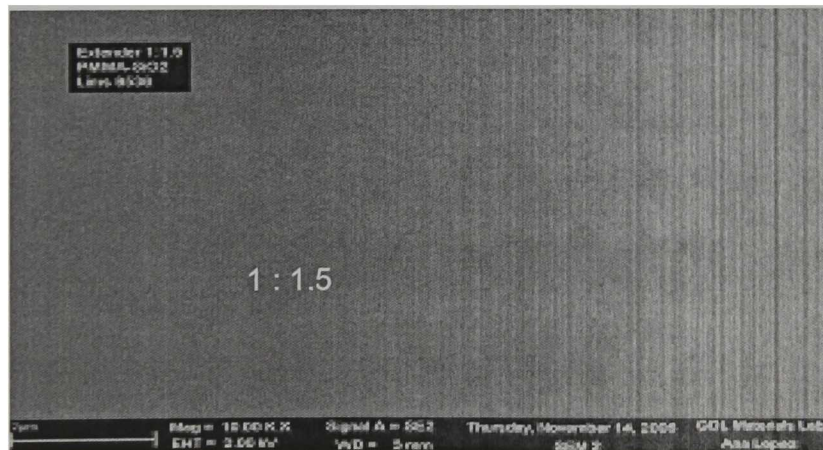


Figura 4.14 Calidad de los recubrimientos de híbrido sobre extender, a) Formaciones Silíceas por degradación del híbrido durante su almacenaje b) Calidad óptima del recubrimiento híbrido en general de los recubrimientos.

- En el recubrimiento de proporción 1:0.75 se presentaron aglomeraciones de Sílice en toda la superficie del extender, se sospecha que la preparación PMMA: SiO₂ se degradó por condiciones de almacenaje o contaminación.

EDS de las características principales de los recubrimientos de híbrido sobre extender.

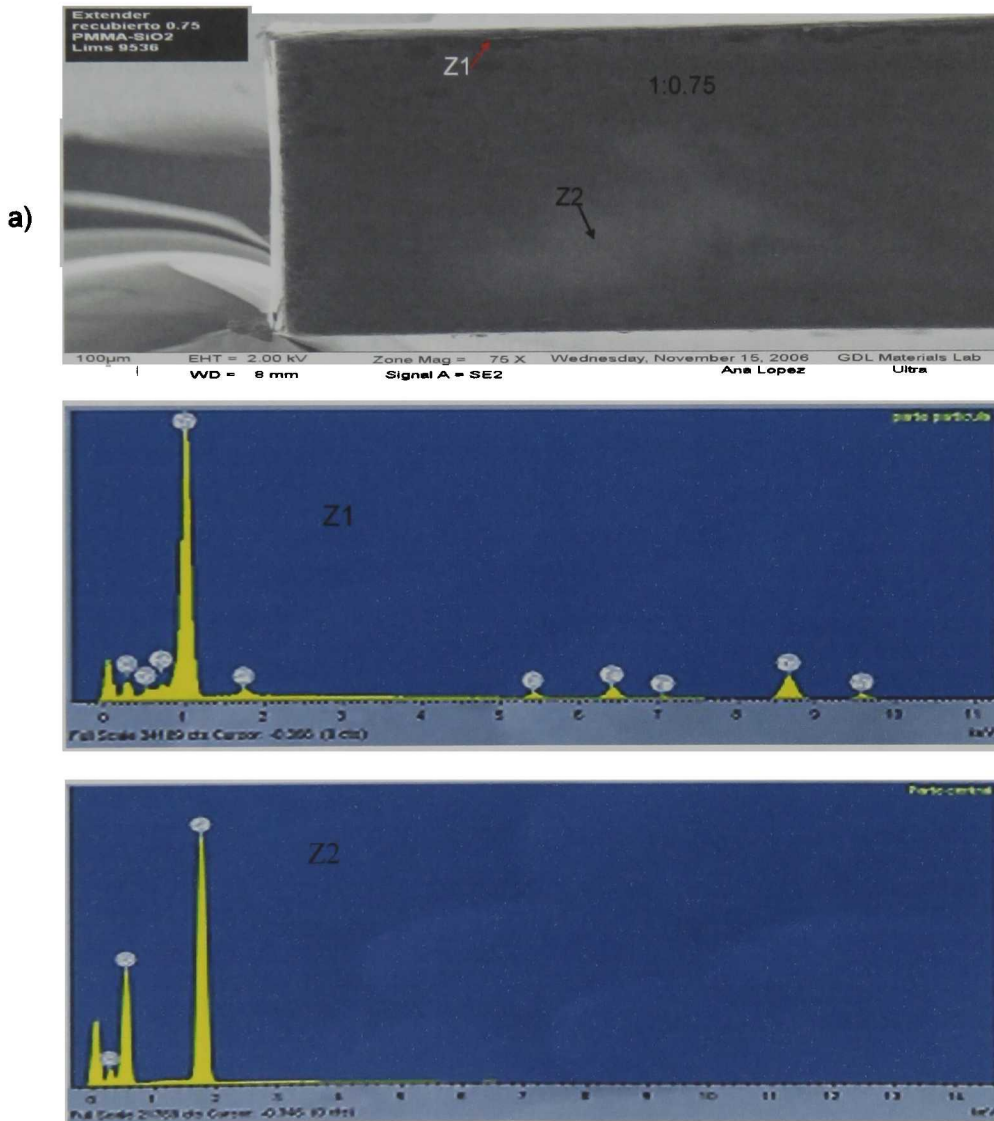


Figura 4.15 EDS de las características principales de los recubrimiento de híbrido sobre extender. Z1) EDS de la zona de grumos formados sobre defectos del extender que en su mayoría son de Zinc. Z2) EDS de la zona de un recubrimiento uniforme constituido en su mayoría por sílice.

4.6. Caracterización de propiedades mecánicas y de superficie de los componentes del sistema quad-extenders por nanoindentación y AFM

En esta sección se presentan los resultados referentes a las propiedades mecánicas de los recubrimientos del híbrido sobre extenders que se obtuvieron mediante el análisis realizado con las técnicas de nanoindentación. Adicionalmente se incluyen los resultados obtenidos como una referencia de las propiedades de las mismas formulaciones del híbrido pero recubierto sobre vidrio Corning.

4.6.1 Extender de Acero

Figura 2. muestra el ciclo típico obtenido de carga en función del tiempo de este sistema de recubrimiento y la curva de carga-desplazamiento correspondiente. La porción de la curva que corresponde al ciclo de carga mide la resistencia del material a la penetración. La proporción de recuperación de la profundidad del material durante el ciclo descarga esta directamente relacionada al grado de plasticidad y a la deformación con recuperación elástica.

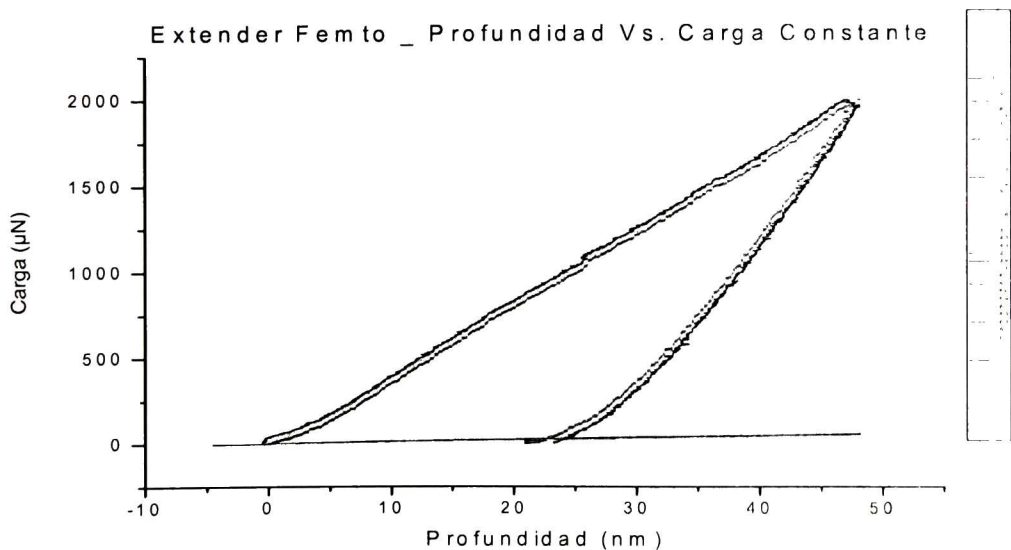


Figura 4.16 Ciclo de carga constante en función del tiempo.

En la figura 4.17 se pueden observar la serie de curvas obtenidas en este trabajo mediante la indentación a carga variable de un recubrimiento híbrido sobre extender. La curva de carga-profundidad de penetración adicionalmente a los diagramas de esfuerzo-deformación, se considera como una huella digital de las propiedades mecánicas del material que está siendo estudiado. A partir de esta curva de carga-profundidad de penetración se obtiene la profundidad de penetración a la carga máxima, h_{max} , la profundidad de penetración después de la descarga o final, h_f , la profundidad de penetración de la línea tangente a la curva al inicio de la descarga, h_s , y la rigidez S . Estos parámetros son utilizados para el cálculo de la dureza y el modulo de elasticidad.

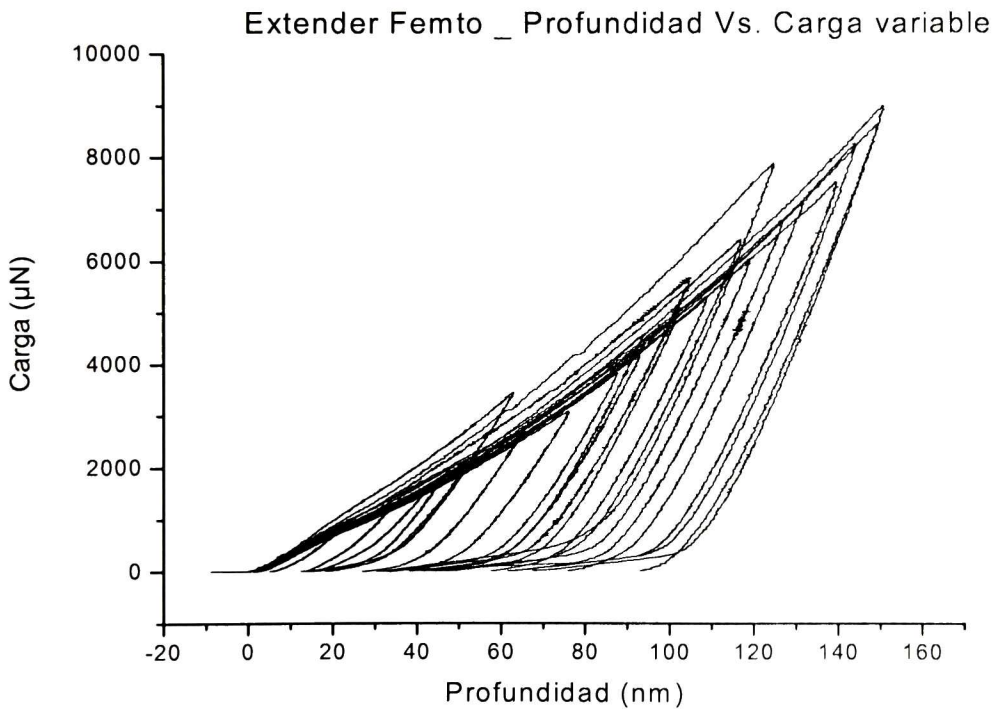


Figura 4.17 Ciclo de carga variable en función de la profundidad.

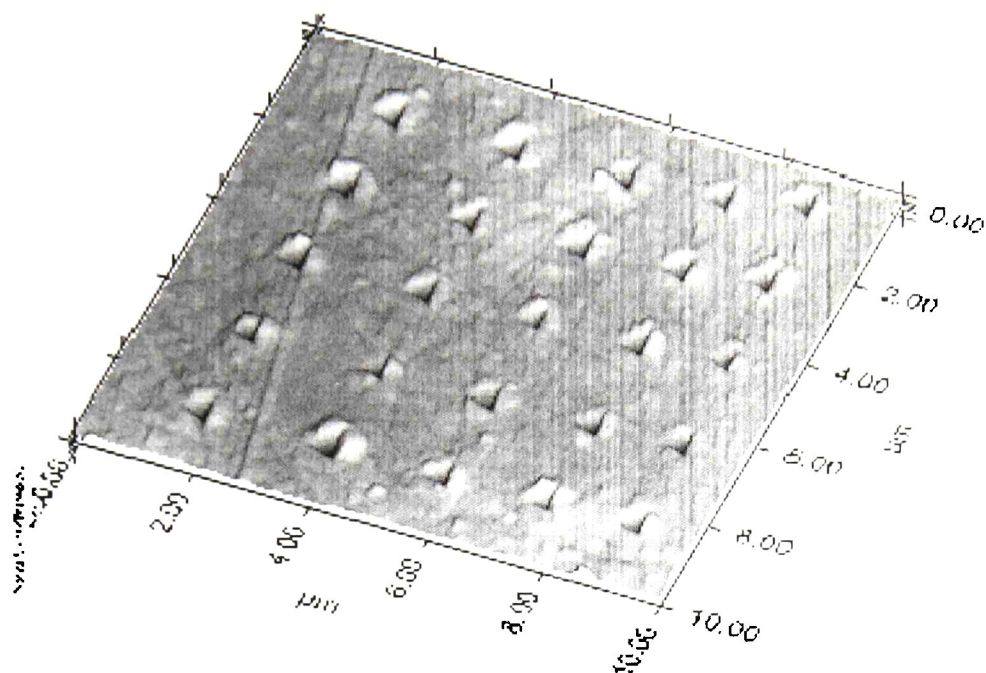


Figura 4.18 Imagen de la matriz de 5 X 5 indentaciones a carga constante 2mN

Se puede observar el comportamiento del módulo elástico reducido (E_r) y la dureza (H) y el comportamiento obtenido en función de la profundidad de penetración. En la Figura 4. se presentan los resultados de la dureza del recubrimiento y su variación con la profundidad de penetración a una carga constante de 2 mN. El comportamiento de la variación de la dureza en función de la profundidad de penetración del nanoindentador oscila con una media de 10.6 ± 2.3 GPa. Esto indica que se tiene una homogeneidad en la composición del híbrido en el espesor recubierto.

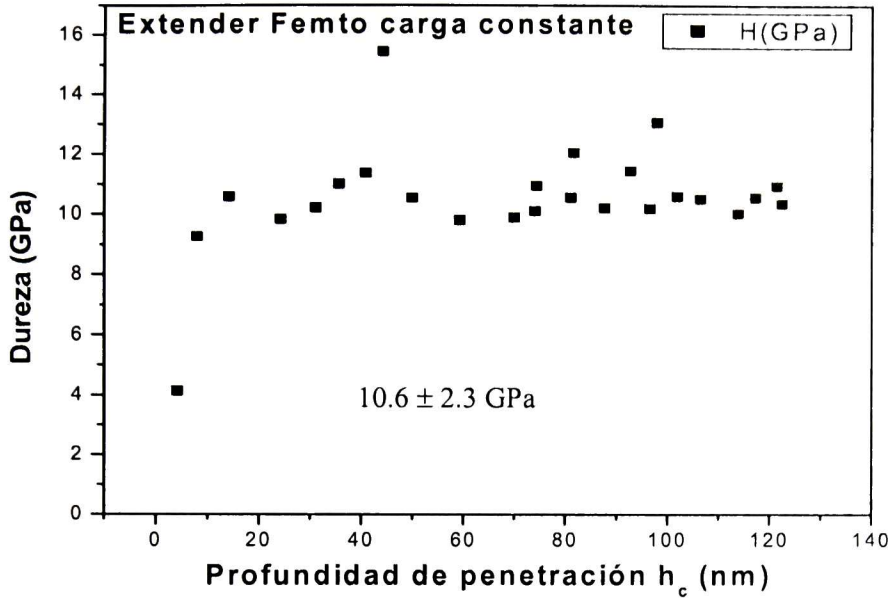


Figura 4.19 Dureza experimental en función de la profundidad de penetración a carga constante.

Los resultados del módulo de elasticidad reducido E_r en función de la profundidad relativa de indentación ($B = hc/t$) para la evaluación a carga constante se presentan en la Figura 4. En esta figura se puede observar que presenta una dispersión de datos que oscila desde 220 hasta 260 GPa, además se puede inferir que para valores de 70 nm en adelante el valor típico de del modulo de elasticidad relativo es de un promedio del orden de 230 GPa.

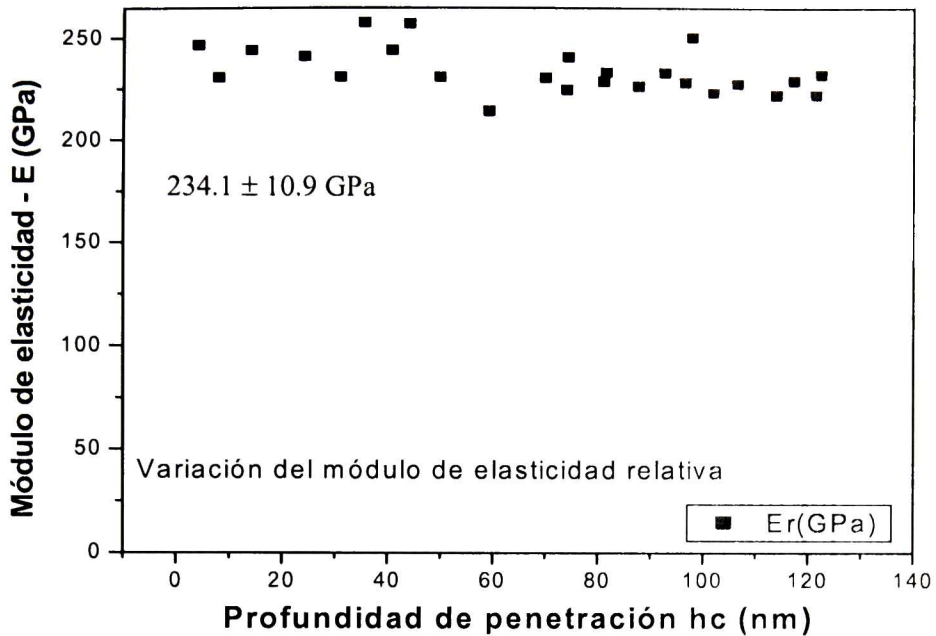


Figura 4.20 Variación del módulo de elasticidad relativa experimental en función de la profundidad de penetración a carga constante.

A continuación se presentan los resultados obtenidos de la dureza del recubrimiento y su variación con la profundidad de penetración a una carga variable.

La curva de carga-profundidad de penetración junto con los diagramas de esfuerzo-deformación, se pueden considerar como una huella digital de las propiedades mecánicas del híbrido en estudio.

Se observa del gráfico que la dureza del recubrimiento delgado tiene un punto máximo cercano a 12.5 GPa cuando la profundidad de penetración es de 32 nm.

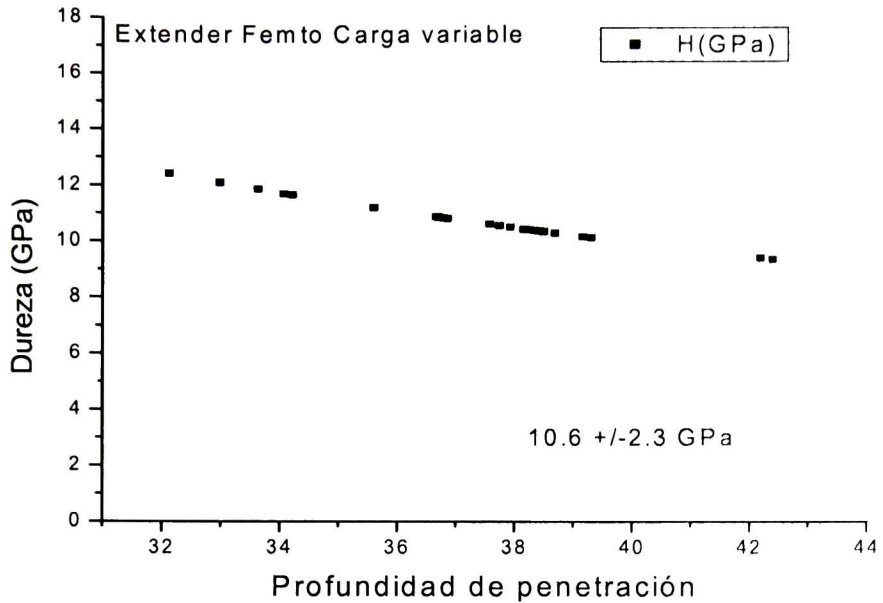


Figura 4.21 Dureza experimental en función de la profundidad de penetración a carga variable.

Los resultados del módulo de elasticidad reducido E_r en función de la profundidad relativa de indentación ($B = hc/t$) se presentan en la siguiente figura. Se puede observar que presenta una cierta correlación relativa con el gráfico de dureza, donde en el rango de penetración de 32 nm se obtiene el mayor valor para el módulo de elasticidad relativa que es del orden de 240 GPa.

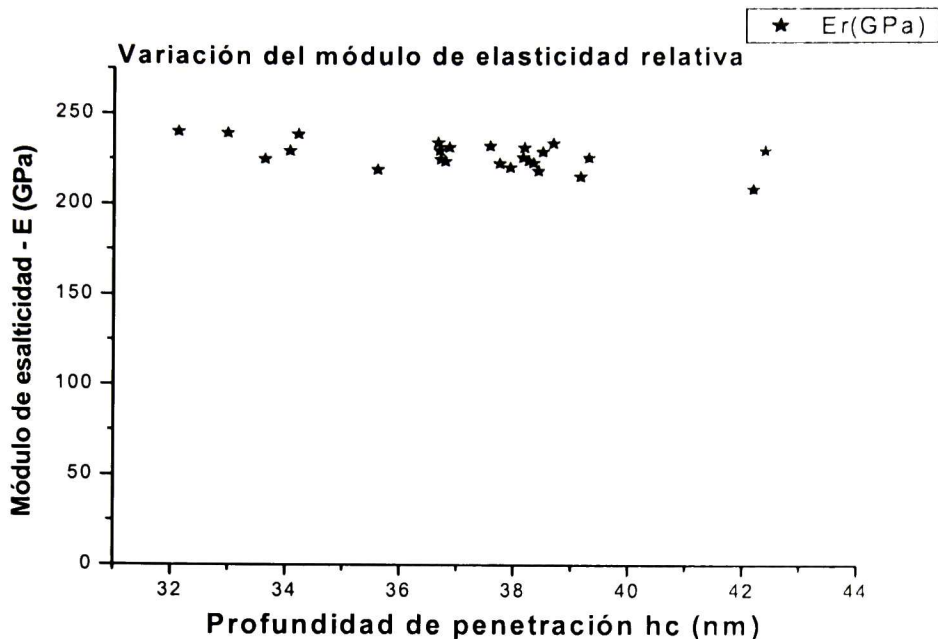


Figura 4.22 Variación del módulo de elasticidad relativa experimental en función de la profundidad de penetración a carga variable.

4.6.2 Recubrimiento híbrido en vidrio

En esta sección se presentan los resultados obtenidos en el equipo Hysitron UBII de acuerdo al procedimiento de nanoindentación.

El valor de dureza nominal está basado en la proposición del modelo de Korsunsky el cual establece que cuando se mide la dureza de una muestra compuesta por un material suave sobre un sustrato duro (en este caso el material suave es el recubrimiento y el duro tanto el acero inoxidable del extender como el vidrio corning), la dureza nominal del material suave (híbrido recubierto) es aproximadamente la que se obtiene a una profundidad del 10% del espesor de este material.

En la figura 4.23 se puede observar las diferencias obtenidas en la calidad del recubrimiento de acuerdo a la superficie y el material sobre el cual se aplicó la capa de híbrido.- Lo mostrado es el comportamiento típico obtenido en los recubrimiento

realizados en este trabajo en la referencia sobre vidrio y el motivo de este trabajo que es el recubrimiento sobre extenders.

Es notable la influencia en la calidad de la superficie recubierta la base sobre la cual se recubre el híbrido. En este caso como se ha mencionado anteriormente los extenders utilizados provienen de la línea de manufactura.

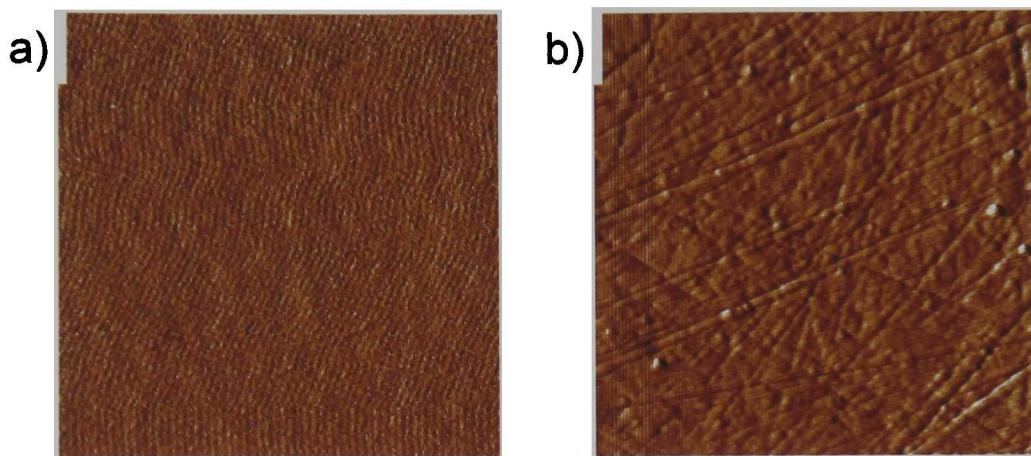


Figura 4.23 Variación de la calidad del recubrimiento del híbrido en función a la superficie sobre la cual se deposita el híbrido. a) Recubrimiento sobre vidrio Corning. b) Recubrimiento sobre extender

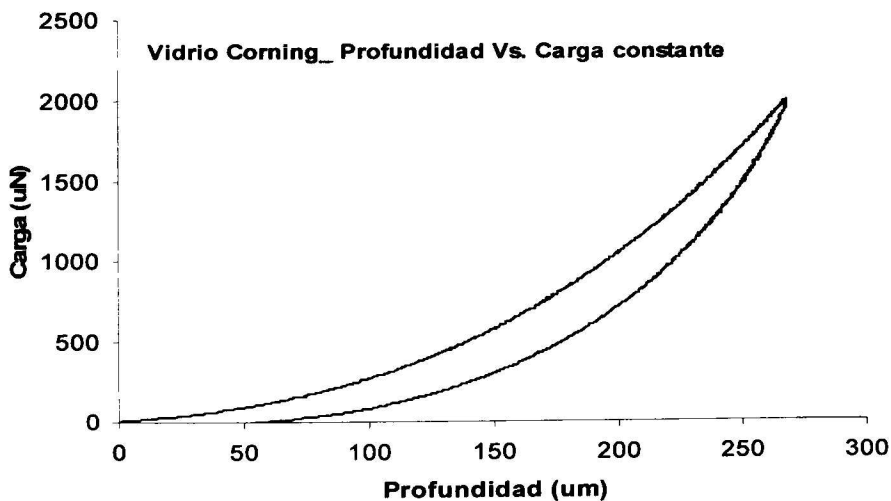


Figura 4.24 Ciclo de carga constante en función del tiempo _ en vidrio

Figura 2. Muestra el ciclo típico obtenido de carga en función del tiempo de este sistema de recubrimiento y la curva de carga-desplazamiento correspondiente

La siguiente figura muestra la dureza contra la profundidad de indentación relativa en un recubrimiento del híbrido sobre vidrio.- Así mismo se presenta una curva de ajuste de los datos en el gráfico.

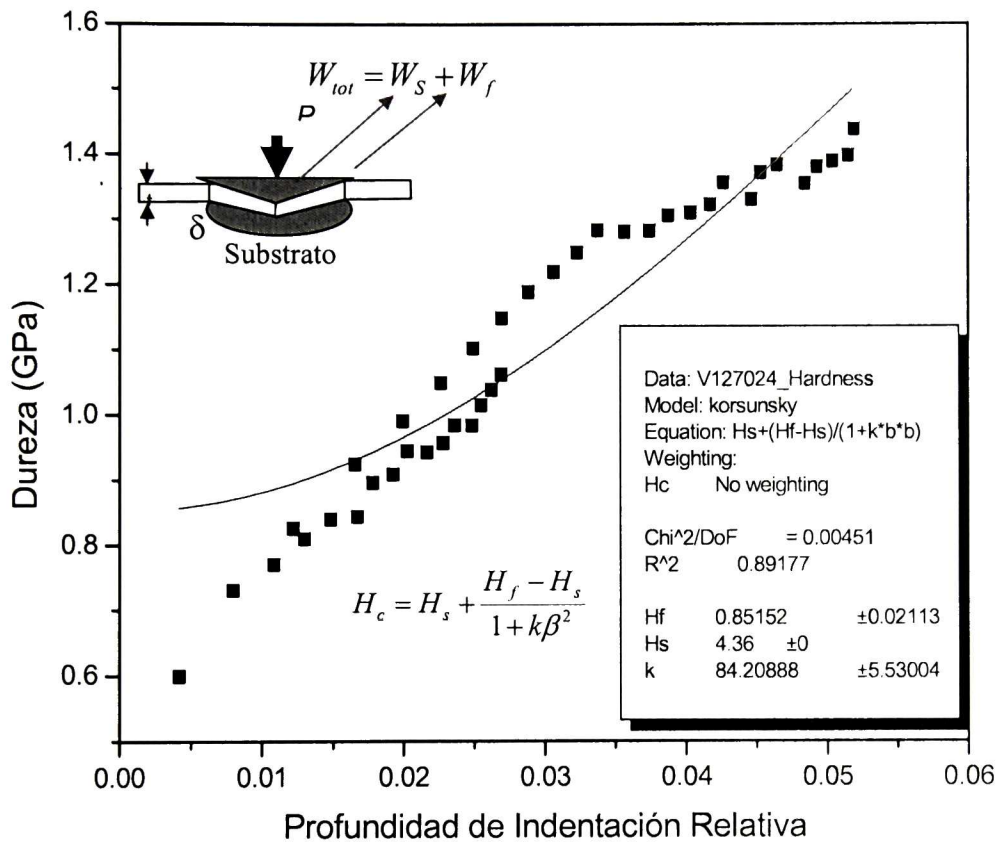


Figura 4.25 Curva de ajuste Dureza Vs. Profundidad de indentación relativa de l recubrimiento del híbrido en una superficie de vidrio Corning.

Para los ensayos de dureza se utilizó un indentador de punta de diamante con geometría Berkovich en el equipo Hysitron Ubi1. La figura 4.26 muestra la serie de indentaciones realizadas a carga variable en la superficie de un recubrimiento híbrido sobre un vidrio coming.

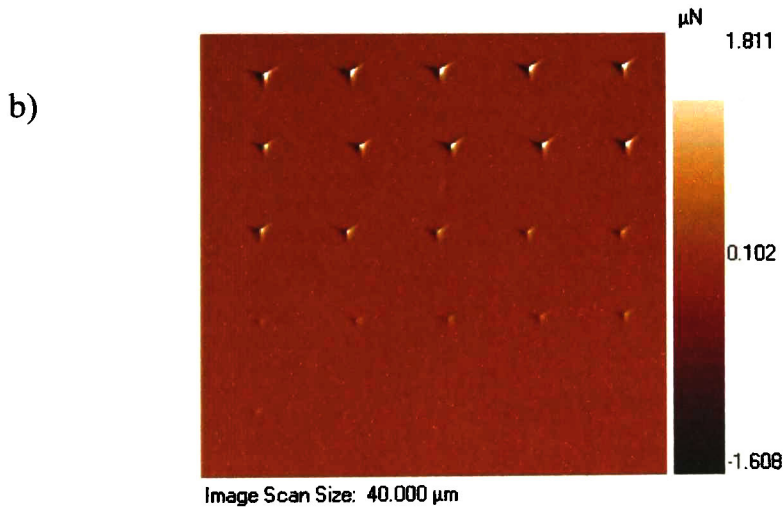
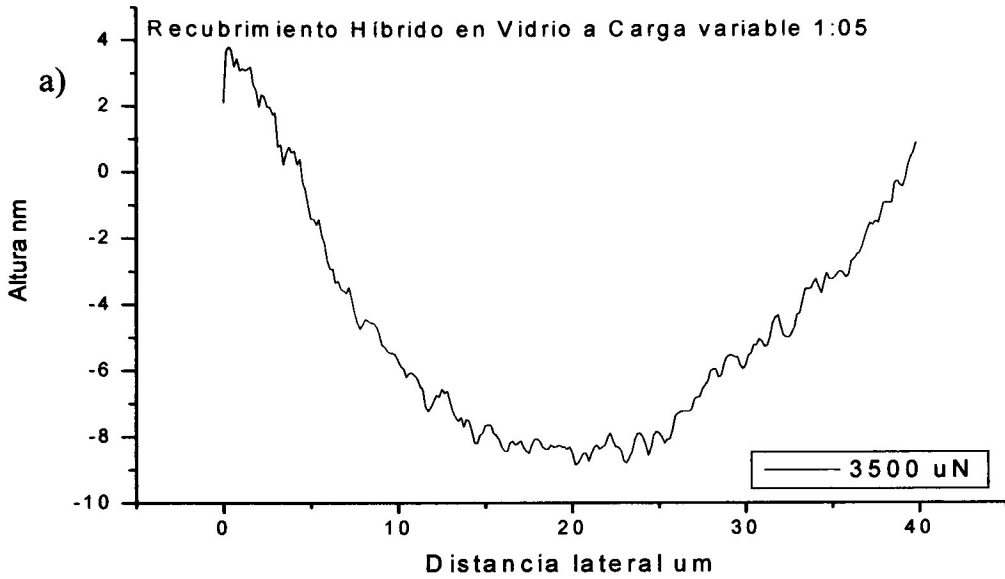


Figura 4.26 a) Grafico de Distancia lateral Vs. Altura a carga variable, b) Serie de indentaciones a carga variable en el recubrimiento sobre vidrio

En la información obtenida de un recubrimiento del híbrido sobre vidrio (de acuerdo a la formulación en la proporción de 1:05), tanto para la matriz de indentaciones a cargas bajas como para la matriz de indentaciones a cargas altas se puede afirmar que el promedio en ambos casos es alrededor de 0.10 micronewtons. Lo anterior da a concluir que la composición del recubrimiento en su totalidad es similar y tampoco no existen cambios en su estructura. En la siguiente figura se muestran la serie de indentaciones realizadas a baja y alta carga en un recubrimiento sobre vidrio de la formulación de 1:0.5.

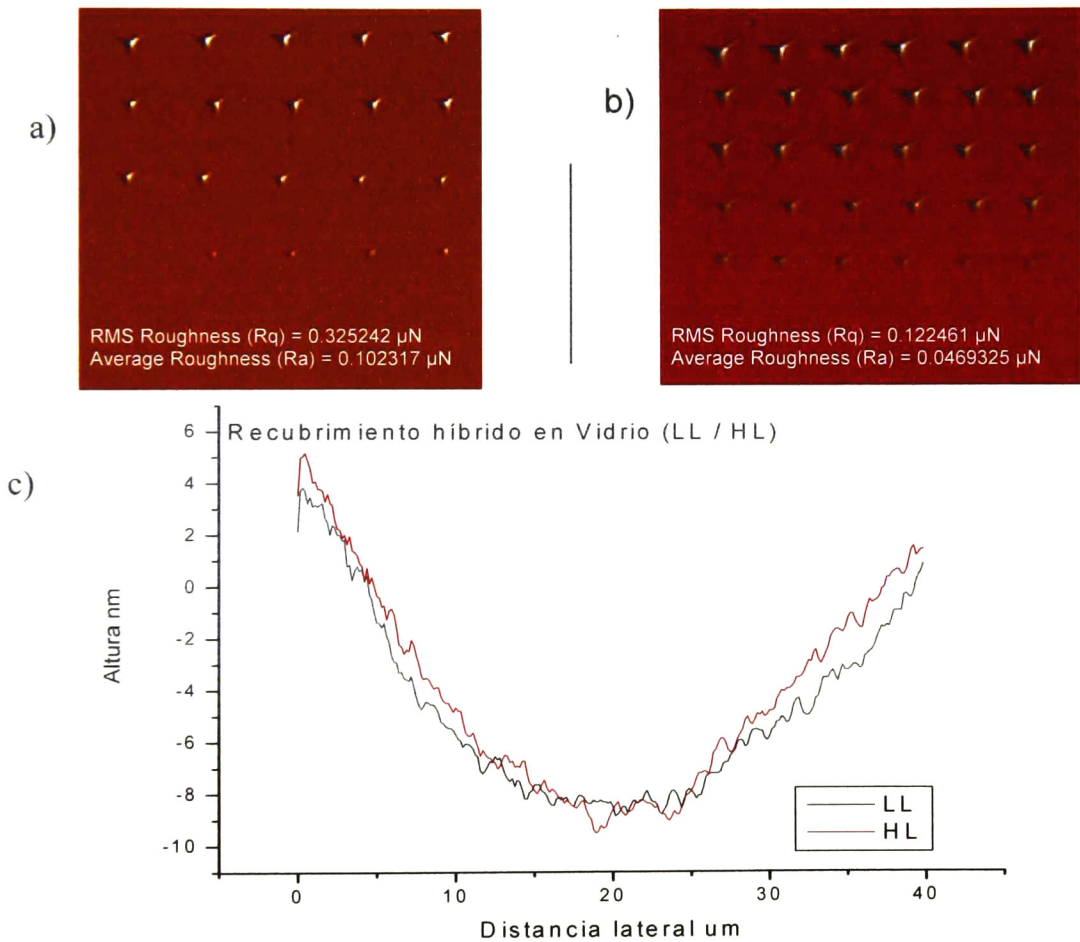


Figura 4.27 1: 0. 5a) Indentación en el recubrimiento sobre vidrio a baja (LL) carga, b) Indentación en el recubrimiento sobre vidrio a alta (HL) carga., c) Perfil distancia lateral Vs. Altura LL / HL.

En la figura 4.28 la cual es similar a la anterior, con la diferencia de que la proporción del híbrido cambio a 1:0.75 así como algunas propiedades físicas como lo es la viscosidad de la solución y en consecuencia su espesor de recubrimiento del híbrido sobre el extender (bajo circunstancias iguales de recubrimiento como lo es en este caso).

La fuerza para la indentación a cargas altas (9 mN) es mayor que a cargas bajas, esto en números tiene el significado de que a 3500 uN la fuerza en promedio es de -0.09 uN en comparación con la carga alta de 9 mN en que la fuerza es en promedio de -0.15 uN. Esto indica que las proporciones de los componentes del híbrido tienen influencia en las propiedades mecánicas finales del recubrimiento. Esta tendencia no es sorprendente, desde que el PMMA muestra valores de dureza mucho más bajos que el SiO₂. Considerando estos resultados, los recubrimientos híbridos pueden ser producidos con propiedades mecánicas previstas.

Se parte del conocimiento de que los recubrimientos híbridos alcanzan más altas durezas que el PMMA. El modelo de indentación de trabajo presentado por Korsunsky ha sido satisfactoriamente usado para la determinación de la dureza efectiva de películas delgadas.

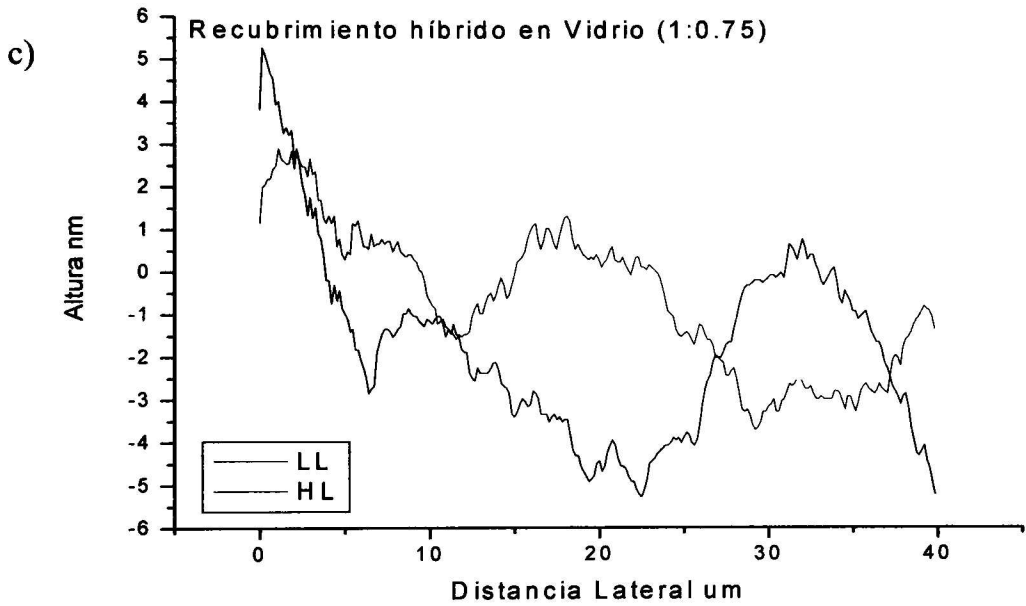
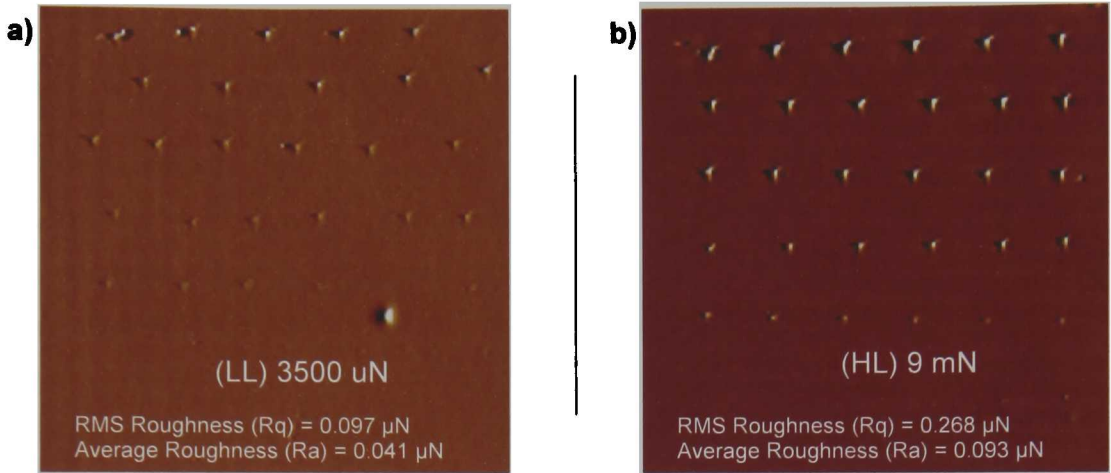


Figura 4.28 1:0.75 a) Indentación en el recubrimiento sobre vidrio a baja (LL) carga, b) Indentación en el recubrimiento sobre vidrio a alta (HL) carga., c) Perfil distancia lateral Vs. Altura LL / HL.

4.6.3 Recubrimiento híbrido sobre extender

En las siguientes dos figuras (4.29 y 4.30) se muestra la topografía y el gradiente de la zona donde se llevaron a cabo los ensayos en un recubrimiento del híbrido sobre extender a carga constante y a carga variable. Aplicando el concepto desarrollado por el modelo Korsunsky de una muestra compuesta por una película suave sobre un sustrato duro, en este caso el híbrido sobre el extender, la dureza nominal de la película delgada se obtiene a una profundidad del 10% del espesor de este material ya que a profundidades mayores se comienza a medir influencia del sustrato. Es importante mencionar que en todas las indentaciones realizadas sobre los recubrimientos no se observa crecimiento de grietas en los vértices de las huellas residuales lo cual hace evidente la buena tenacidad a la fractura del material. También puede verse que el fenómeno de apilamiento (*pile-up*) no es relevante ya que el material no es removido hacia los lados durante la indentación de una manera significativa que diera como consecuencia que las mediciones de dureza obtenidas fueran erróneas o tuvieran un margen de error debido al fenómeno mencionado.

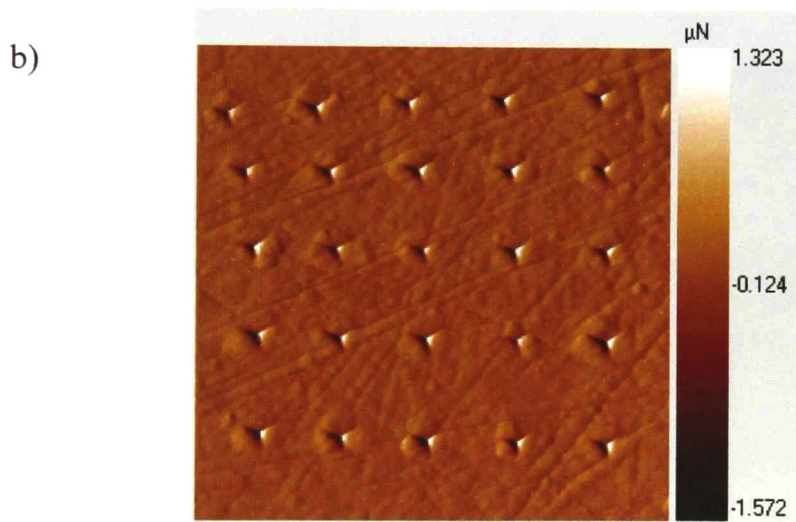
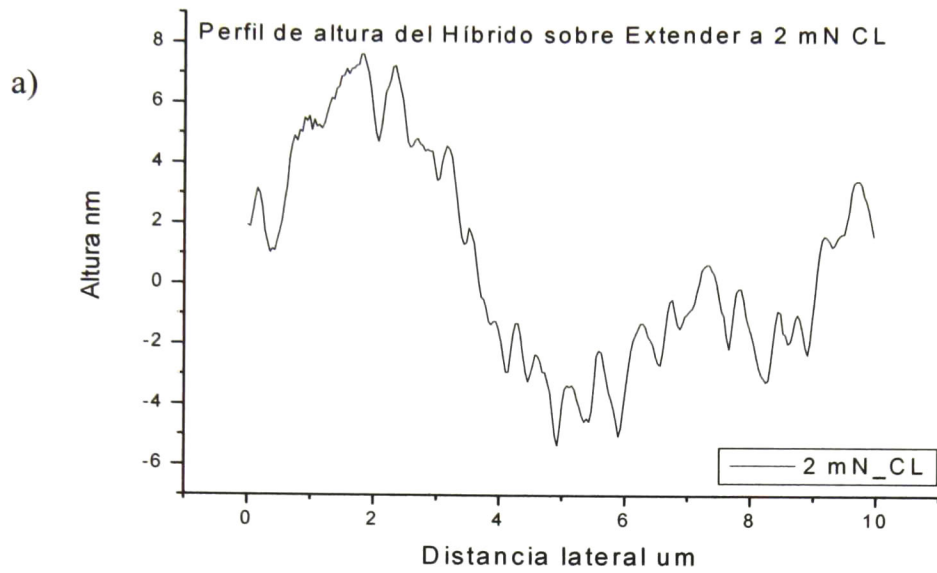


Figura 4.29 a) Perfil de altura Híbrido sobre extender a 2 mN a carga constante, b) Imagen de una indentación en el recubrimiento sobre extender a carga constante (2mN).

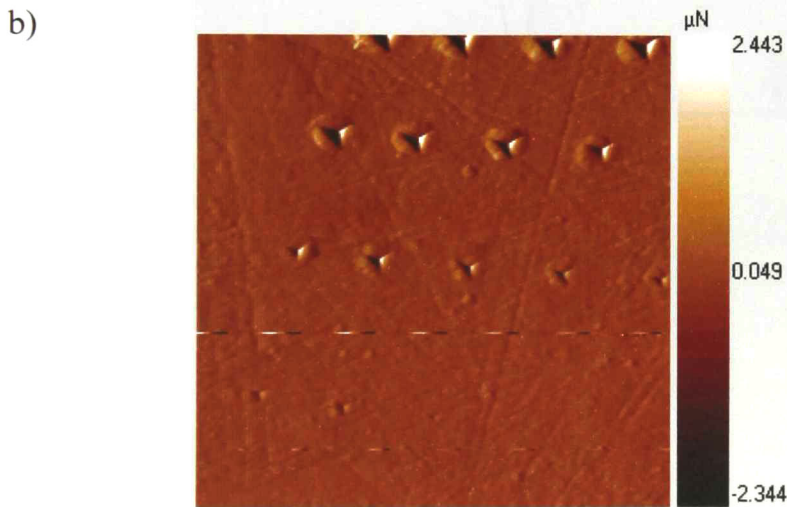


Figura 4.30 a) Perfil de altura Híbrido sobre extender a 9 uN a carga variable, b) Imagen de una indentación en el recubrimiento sobre extender a carga variable.

Los resultados de nanoindentación se analizan con el método de Oliver Pharr de acuerdo al esquema de un ciclo individual de carga y descarga (ver Sección 2.1.6, figura 2.7). De este ciclo de carga y descarga es posible obtener propiedades

mecánicas del material, tenacidad a la fractura durante la carga y el módulo de elasticidad a través de la rigidez y la dureza.

En la siguiente figura se muestra una huella de nanoindentación así como su perfil obtenido sobre un extender Femto, esta huella esta sobre un área representativa del recubrimiento.

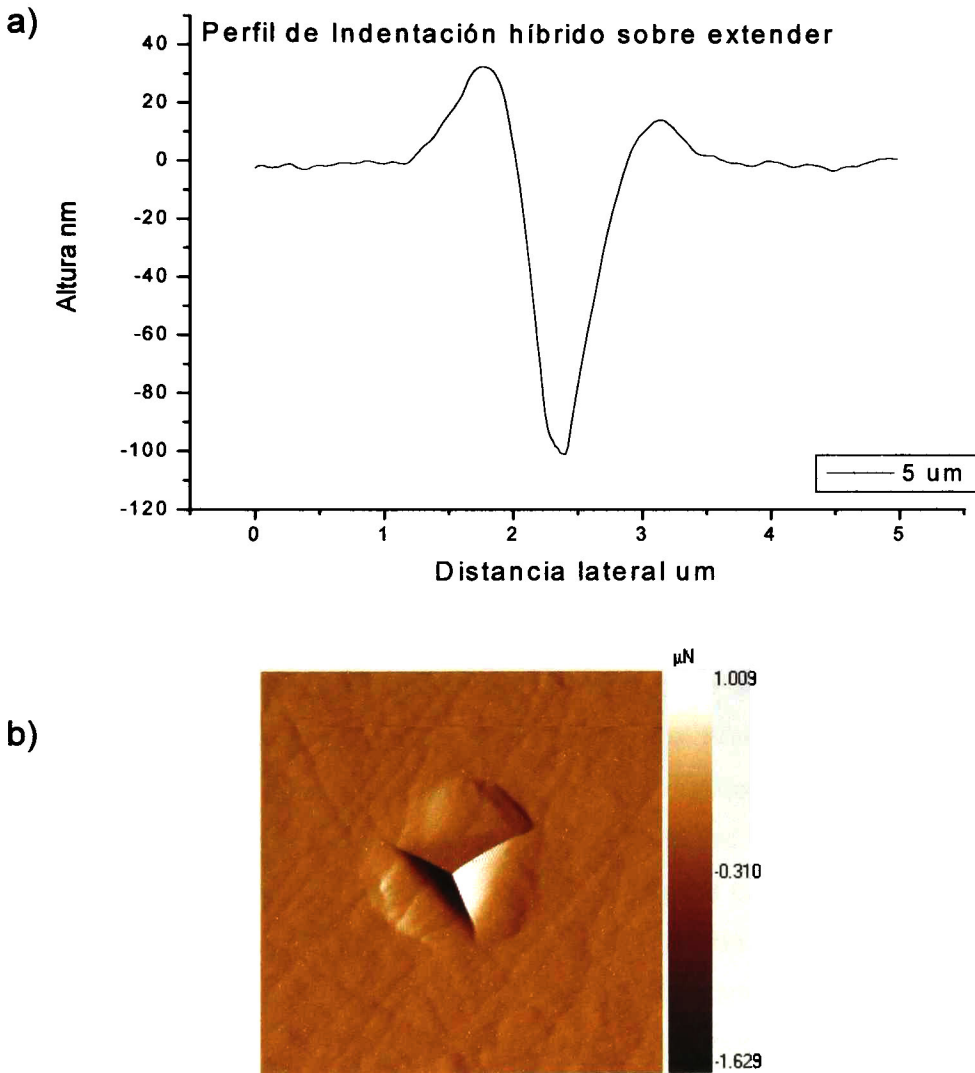


Figura 4.31 a) Perfil del recubrimiento sobre extender, b) Imagen de una indentación en el recubrimiento sobre extender.

4.7 Medición de fuerzas de adhesión (Dinamómetro)

La medición de la fuerza de adhesión del sistema quad-extender es la última de la serie de evaluaciones realizadas. En esta evaluación se conjugan los factores analizados en cada etapa anterior y como se explica en este punto así mismo sus interacciones que influyen directamente en los resultados de fuerza de adhesión obtenidos.

La etapa posterior al proceso de extender-bond es el pulido de quads para la obtención de rows valga la redundancia "pulidos". Durante el pulido de los quads interactúan esfuerzos al menos normales y tangenciales, los cuales si existe una débil unión entre el quad y el extender provocan el despegue del quad del extender mismo abortando el proceso y generando desperdicio que puede ser desde un row dañado hasta un quad quebrado.

En esta evaluación se utilizó un equipo diseñado localmente, que consta de un dinamómetro adaptado a una base, el cual tiene un émbolo que ejerce una fuerza directamente sobre el quad montado en el extender.

La evaluación de fuerzas de adhesión del sistema quad-extender se llevo a cabo como se ha mencionado a lo largo de este trabajo con las 5 distintas formulaciones de híbrido empleadas. Para cada caso se utilizo una referencia que consistió en un extender tal y como se utiliza en el proceso regular (POR) mismos que fueron tomados de material preparado para ser utilizado en producción regular de manera aleatoria y de esa forma no inferir en los resultados obtenidos.

A continuación se muestra en la siguiente figura con fotografías del sistema la secuencia de deformación sufrida por un quad adherido a un extender al cual se le fue incrementando la fuerza aplicada sobre el quad mismo. Como se puede observar el quad comienza a sufrir una deflexión provocada por el incremento de desplazamiento lateral en la unión extender-quad hasta llegar al punto de ruptura donde ocurre el denominado despegue. También hay que tener en cuenta que el adhesivo utilizado, de acuerdo al termograma incluido en este trabajo es un polímero termoplástico, en este caso este factor fue el mismo tanto para los extenders con el

recubrimiento híbrido como para los extenders de producción regular. Sin embargo la afinidad del adhesivo epóxico relevantemente fue mayor hacia el híbrido que hacia el acero inoxidable del extender, lo que dio como consecuencia que el epóxico tendiera a quedarse en mayor cantidad en el híbrido en el caso del extender recubierto y no así como en el quad en el caso de extenders no recubiertos, lo que representa un área de oportunidad a ser investigada ampliamente en relación a la disminución de contaminación por epóxico en todo el proceso de FAB1.

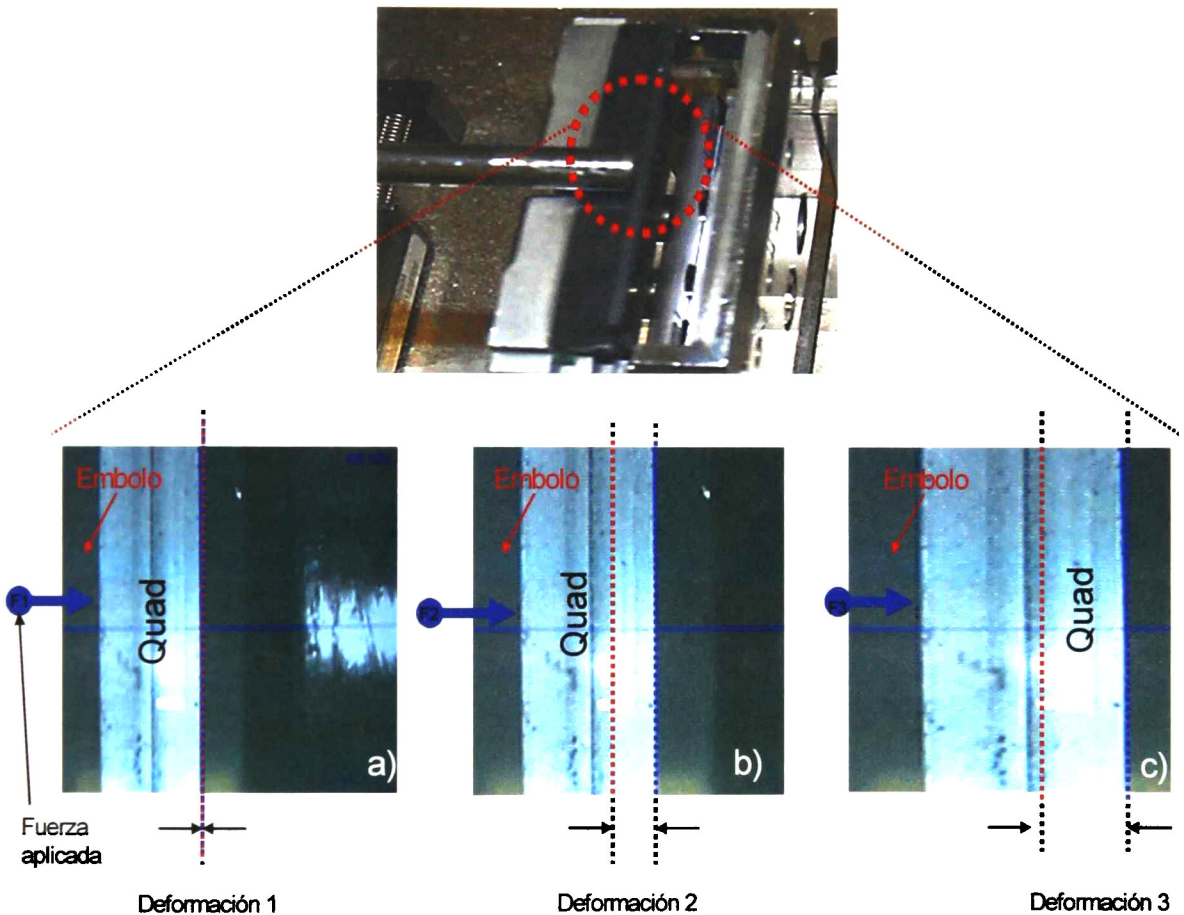


Figura 4.32 Secuencia a,b,c, de desplazamiento lateral del quad sobre el extender al incrementar una fuerza externa aplicada.

En la siguiente tabla se muestran los resultados en milímetros de las deflexiones provocadas al aplicarse la fuerza externa. Se puede observar que los

extender con recubrimiento híbrido presentaron una menor fuerza de adherencia que los extenders de producción regular.

Tabla 4.7 Resultados de medición de fuerzas de adhesión en kgf vs. Desplazamiento lateral en milímetros del sistema quad-extender.

Fuerza	* 5431847	* 5476206	* 5461134	* 5458981	* 543969	5428298- 1:0.5	5473919- 1:0.75	5422710- 1:1	5475636- 1:1.5	5461608- 1:2
0.20	0.120	0.127	0.122	0.119	0.110	0.100	0.089	0.109	0.115	0.078
0.40	0.244	0.260	0.229	0.196	0.207	0.197	0.185	0.199	0.189	0.194
0.60	0.337		0.319	0.283	0.312	0.323	0.308	0.309	0.275	0.292
0.80	0.436	0.455	0.447	0.351	0.404	0.433	0.413	0.405	0.354	0.400
1.00	0.549	0.538	0.519	0.435	0.505	0.533	0.512	0.509	0.435	0.483
1.20	0.639	0.641	0.618	0.513	0.581	0.615	0.602	0.594	0.515	0.573
1.40	0.720	0.723	0.706	0.594	0.670	0.714	0.684	0.671	0.538	0.668
1.60	0.815	0.809	0.801	0.659	0.764	0.803	0.787	0.781	0.575	0.758
1.80	0.892	0.941	0.900	0.732	0.851	0.902	0.871	0.866	0.619	0.849
2.00	0.991	1.027	0.988	0.820	0.954	0.999	0.963	0.941	0.660	0.945
2.20	1.073	1.128	1.077	0.888	1.028	1.095	1.042	1.028	0.696	1.025
2.40	1.142		1.134	0.958	1.076	1.168	1.132	1.100		1.089
2.60	1.207	1.277	1.190	1.016	1.139	1.229	1.217	1.167		1.149
2.80	1.258	1.326	1.241	1.102	1.195	1.285		1.223		
3.00	1.334	1.397	1.303	1.148	1.244	1.348		1.282		
3.20	1.382	1.436	1.361	1.199	1.306	1.407		1.342		
3.40	1.445	1.517	1.416	1.257	1.362	1.475		1.394		
3.60	1.508		1.478	1.321	1.406					
3.80	1.580	1.650	1.533	1.373	1.453					
4.00	1.639	1.722	1.595	1.438	1.520					
4.20	1.697	1.750	1.646	1.496	1.571					
4.40	1.757	1.822	1.699	1.598	1.364					
4.60	1.831		1.768	1.604	1.681					
4.80	1.880	1.487		1.661	1.736					
5.00	1.948	2.011		1.719	1.796					
5.20	2.024	2.075		1.779	1.851					
5.40				1.845	1.907					
5.60				1.885	1.983					
5.80					2.033					
6.00					2.094					
6.20					2.150					

El desplazamiento lateral se evidencia por la aparición de bandas de deslizamiento. Así en el esfuerzo de cedencia o fluencia, la resistencia bajo tensión y fatiga aumentan al mismo tiempo que la dureza. Los valores de alargamiento disminuyen y hay una reducción en área. Después de la deformación plástica quedan esfuerzos residuales y una estructura tensionada. La intensidad de estos esfuerzos residuales varía de acuerdo a lo observado y el nivel de tensión puede ser estimado

de manera burda. Las piezas con esfuerzos residuales presentan una facilidad mayor a fracturarse.

En la siguiente figura se muestra que dado que el límite elástico es el valor máximo de esfuerzo al que el material puede ser sometido sin que este muestre una deformación permanente después de ser removida la carga y el esfuerzo es directamente proporcional a la deformación, este es similar entre los extenders con y sin recubrimiento, aunque se hace la observación de que los extenders sin recubrimiento presentan una región plástica bastante prolongada que en la vida funcional de este sistema es demasiada corta ya que sucede el despegue del sistema extender-quad una vez alcanzada esta etapa.

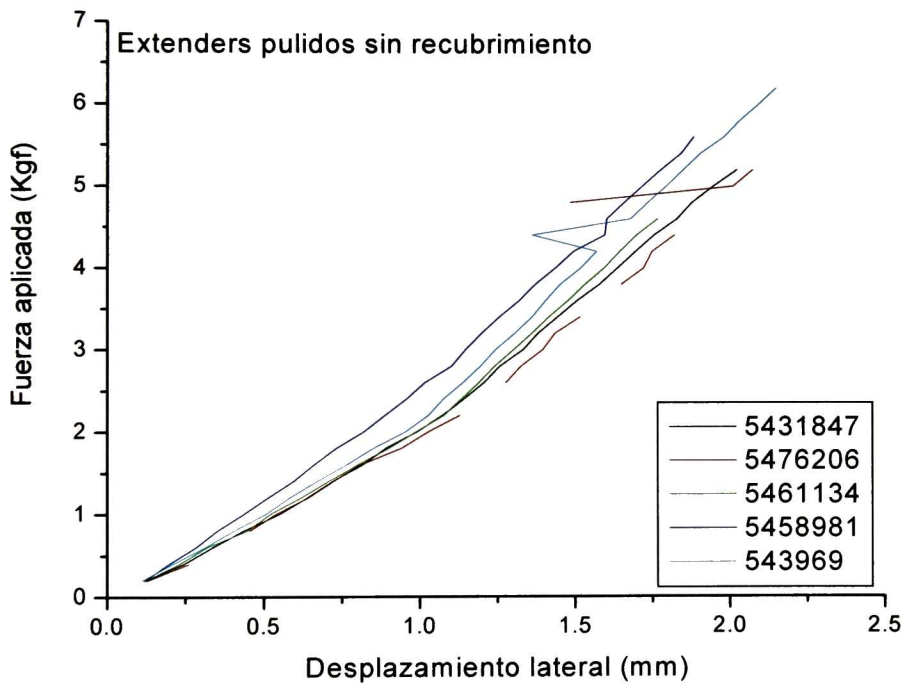


Figura 4.33 Curvas de desplazamiento lateral del quad sobre extenders sin recubrimiento al incrementar una fuerza externa aplicada

El empleo de curvas de esfuerzo deformación cíclicas son las características del enfoque basado en la deformación

La fuerza actúa en la dirección radial positiva causando un deslizamiento positivo (es decir, la fuerza tangencial está dirigida hacia el extremo del quad), mientras que debajo de la línea de paso está orientada en la dirección radial negativa causando un deslizamiento negativo (hacia la parte posterior del quad), Las regiones que experimentan un deslizamiento negativo son más susceptibles de agrietamiento que las que experimentan deslizamiento positivo.

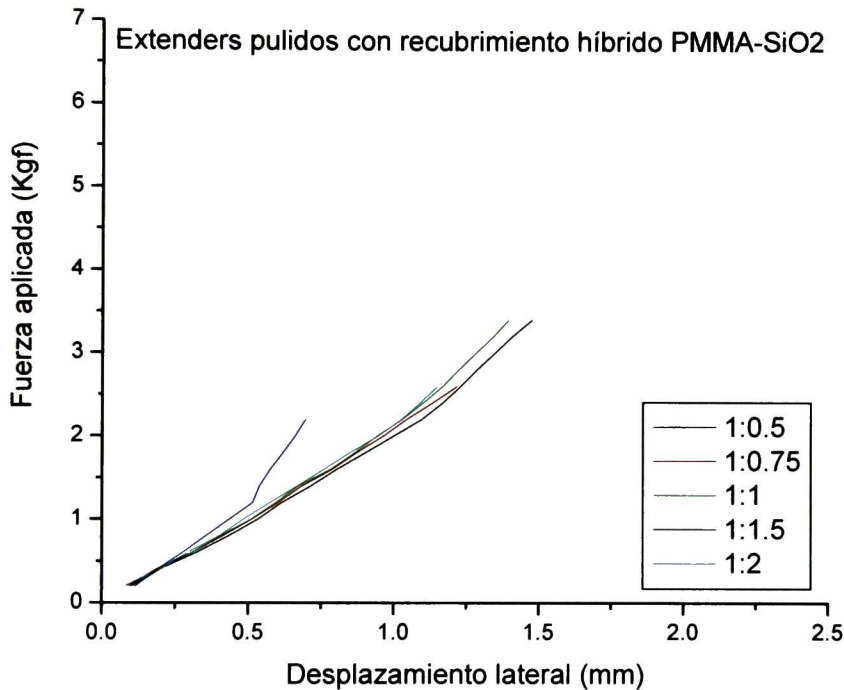


Figura 4.34 Curvas de desplazamiento lateral del quad sobre extensores con recubrimiento híbrido al incrementar una fuerza externa aplicada

La resistencia a la fatiga disminuye de manera muy importante por la introducción de concentradores de tensiones, tal como una deformación en el extender (en las secciones laterales como se observó en este caso se presenta en la mayoría de los extensores, tanto los utilizados con híbrido como los de producción

regular) o incluso las pendientes presentadas en los extremos de los extenders recubiertos con el híbrido.

Una de las mejores maneras disminuir las roturas por fatiga es la reducción de los concentradores de tensiones evitando su aparición mediante una optimización del proceso de pulido implementando factores de medición con ese enfoque.

En la siguiente figura se muestra la comparación de una curva representativa del despegue de un extender sin recubrimiento híbrido contra una curva representativa de un extender recubierto con el híbrido, la deformación elástica mostrada en ambos casos es similar difiriendo en la sección plástica.

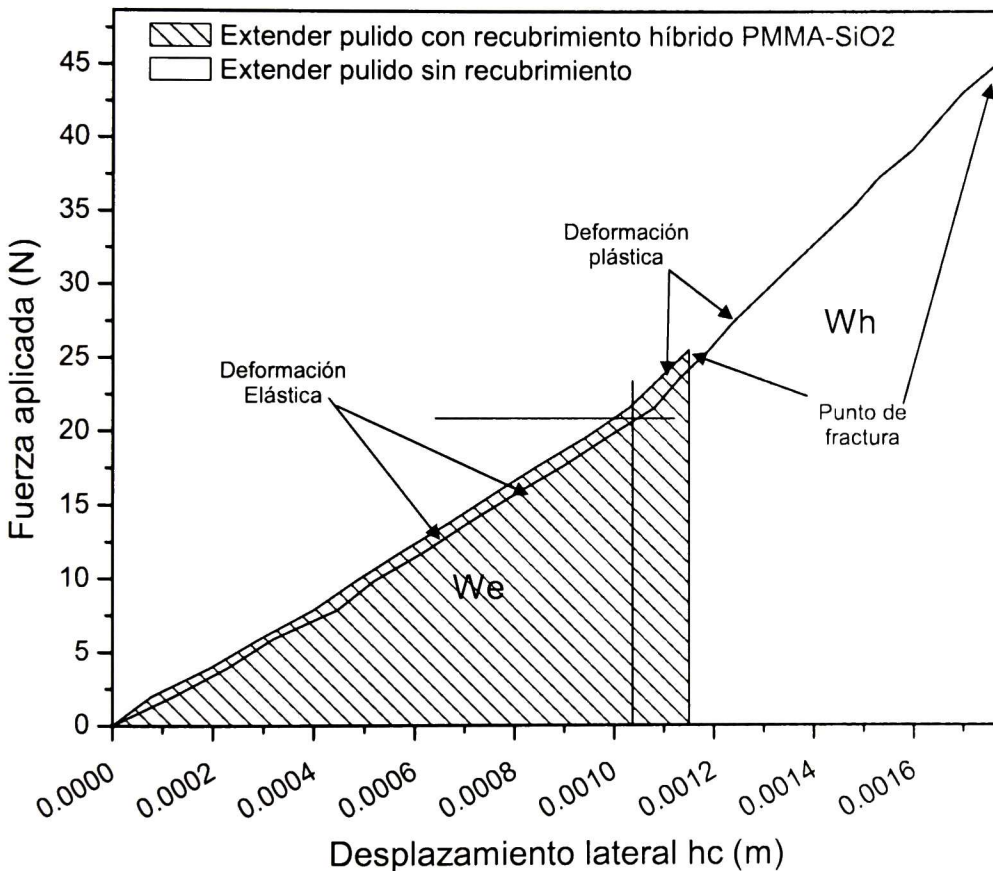


Figura 4.35 Trabajo generado en el despegue de extenders con y sin recubrimiento híbrido

Partiendo de que Trabajo es igual a Fuerza por distancia ($W = F \times d$), el trabajo total es el trabajo del extender con recubrimiento híbrido más el trabajo en el extender necesario para el despegue del sistema quad-extender. Se obtiene de los datos un

6.4% de incremento en el trabajo requerido para la deformación elástica del Quad-extend. La unión del extender recubierto con híbrido es más dura y en este caso adicionalmente más frágil por lo que su punto de fractura es menor. Esto se identifica como un área de oportunidad ya que al identificar una unión con mayor dureza la variación de factores de formulación pudieran llevar a disminuir los despegues del sistema quad-extend.

$$W_{Tot} = W_h + W_e = F_{el} * d$$

$$W_e = F_{el} * d = 20.43 N * 0.001 m$$

$$W_e = 0.0204 J$$

$$W = F_{el} * d_{(e+h)} = 21.71 N * 0.001 m$$

$$W_e = 0.0217 J$$

$$\therefore W_h = W - W_e = 0.0013 J$$

El área de un extender que interviene en el sistema de adhesión Quad-Extend considerando un rectángulo de 0.90 mm de espesor por 46.5 mm de largo es de 41.85 mm² .y es en esta área transversal donde se obtiene la energía de despegue utilizada en cada uno de los casos, es decir, en un extender con recubrimiento y en un extender sin recubrimiento.

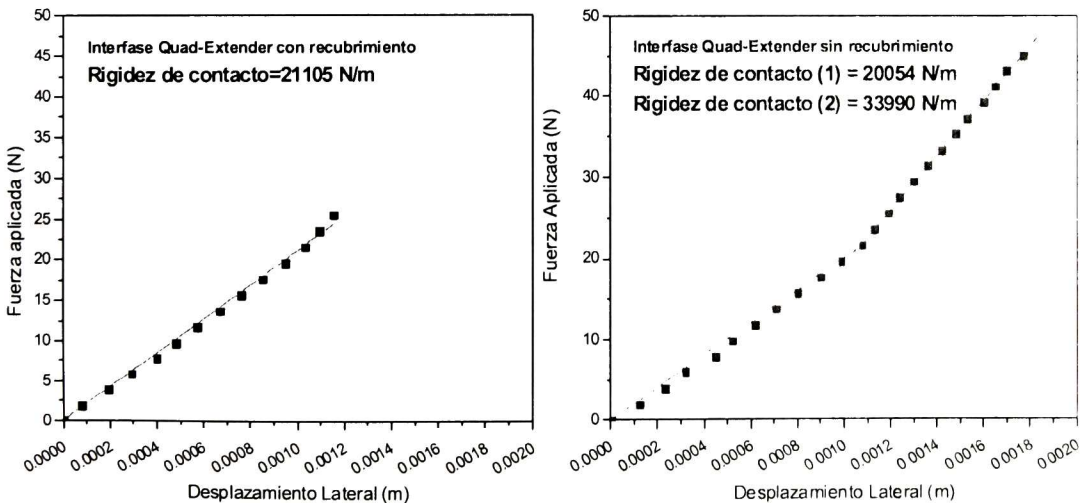


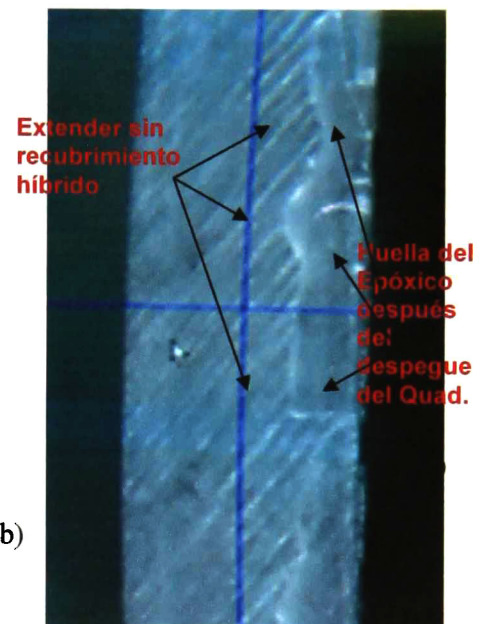
Figura 4.36 Rigidez de contacto en la región de deformación elástica.

En las siguientes fotografías se observa que el epóxico E60-HP tuvo mayor afinidad por el material híbrido recubierto ya que las zonas que presentaron el epóxico fueron mayores en este que en los extenders sin recubrimiento.

Esto abre una ventana a explorar desde el punto de vista mejora en contaminación en los quads por epóxico en el proceso, que es un problema crítico y que genera un desperdicio por contaminación no removible con un costo de calidad importante al impactar directamente en rendimiento del proceso y por ende económicamente.



a)

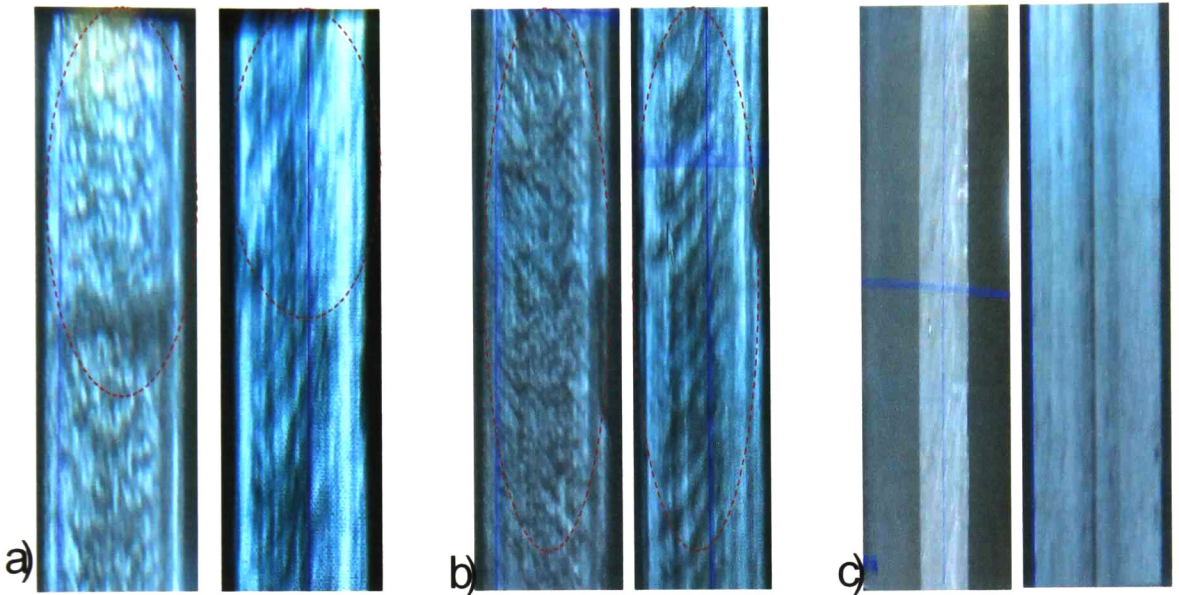


b)

Figura 4.37 a) Huella del sistema Híbrido-Epóxico dejada en el extender después del despegue del Quad, b) Extender sin recubrimiento después del despegue del quad.

Las siguientes fotografías evidencian la deformación del recubrimiento híbrido una vez despegado el quad del extender. Así mismo enfatiza el hecho de que las deformaciones que presentan los extenders en los extremos son un factor definitivo para despegues en el proceso de pulido de quads que en este caso se potencializó por las pendientes incrementadas en los extremos de los extenders recubiertos, además de lo mostrado anteriormente en que los recubrimientos híbridos formaron

deposiciones en las malformaciones y daños mostrados en los laterales y extremos de los extenders.



**Figura 4.38 a) Extremo de extenders con recubrimiento híbrido después de los despegues.
b) Marca en extenders con recubrimiento híbrido, después de los despegues del quad.
c) Extender sin recubrimiento híbrido después del despegue del quad.**

En la Fig. 4.39 se presenta una esquematización del efecto de afinidad del pegamento epóxico al recubrimiento híbrido, donde se ejemplifica el hecho de que al despegar el quad del extender el caso del recubrimiento híbrido .el epóxico en su mayoría permanece en el híbrido y no en el extender de acero inoxidable.

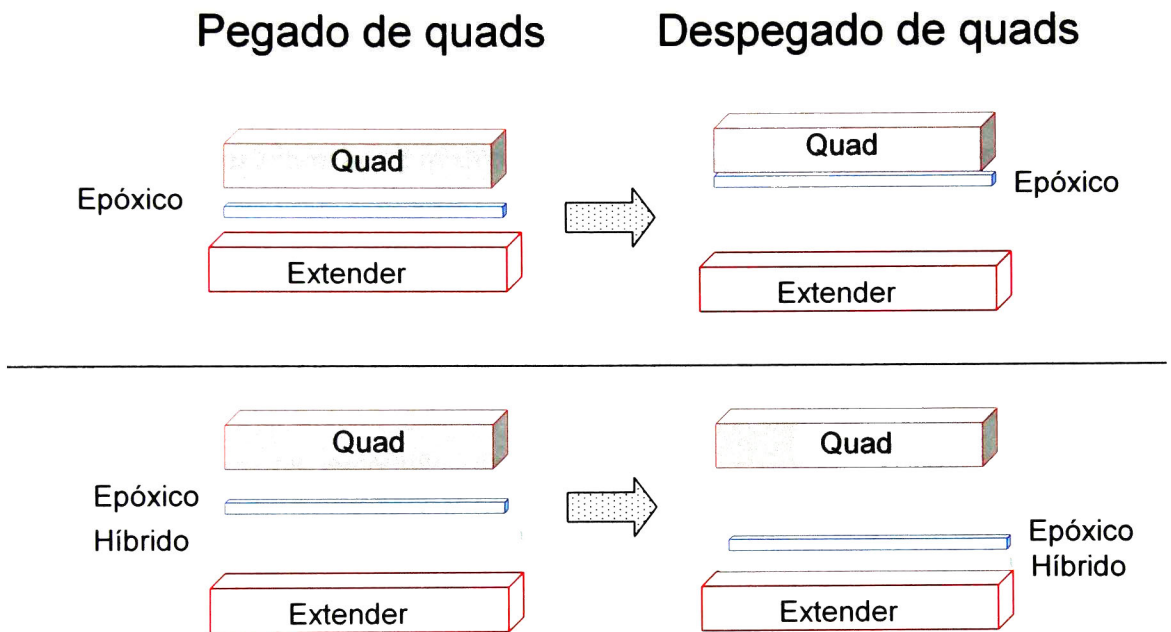


Figura 4.39 Esquematización de la afinidad del pegamento epóxico al recubrimiento híbrido.

CONCLUSIONES

Se realizó un estudio de elementos que intervienen en el proceso de extender bond que permitió determinar factores de la eficiencia en el proceso. En particular en este trabajo de tesis se combinaron conocimientos teóricos y prácticos de Cinvestav-Querétaro y Hitachi Global Storage Technologies Services Guadalajara, sentando los lineamientos que permitirán robustecer una serie de procesos que son consecuencia del proceso de extender bond mismo donde se llevó a cabo el presente estudio.

Se evaluaron las diferentes variables que fueron definidas en los objetivos de este trabajo identificando los modos de falla y los porqués de estos en cada una de ellas para que finalmente en su conjunto determinaran factores con influencia en la unión "extender-quad".

- Por el método de inmersión (dip – coating) se logró obtener satisfactoriamente **recubrimientos** de películas de un material híbrido de Sílice-PMMA-TMSPM **distribuidas de una forma homogénea sobre acero inoxidable SS-440**. Estos recubrimientos presentan una mayor resistencia al desprendimiento en contacto con el epóxico de pegado de extender-quad en comparación con el epóxico en contacto directo con el quad.
- **Epóxico:** Del adhesivo epóxico se concluye que son las **interacciones de esfuerzos físicos causados por variaciones dimensionales de quads y extenders** los que causan los **despegues** de la interfase y no cambios en la estructura del epóxico.
- **Quads:** Se demostró la **heterogeneidad dimensional de los quads**, cuyo rango de variación afecta necesariamente las condiciones de pegado interactuando directamente con los esfuerzos físicos generados durante el pulido, haciendo mas

relevante la importancia de la robustez de la unión extender-quad para evitar despegues en el proceso.

- El promedio de variación en **planicidad** de los quads se encontró ser de $2 \pm 2 \mu\text{m}$.

Con este análisis se demostró que los quads no presentan un perfil lateral plano, como se había considerado.

- **Extenders:** El análisis de AFM mostró que en los extremos de los extenders existe una pendiente misma que se incrementó con el recubrimiento del híbrido. El perfil lateral de los extenders se determinó ser curvo, en donde las partes mas elevadas del extender se identificaron estar en el centro del mismo. El promedio de variación en altura lateral que se encontró en los extenders medidos es de $9 \pm 4 \mu\text{m}$. En el proceso se parte de la suposición de un extender con un perfil lateral completamente plano, hecho que queda demostrado estar equivocado quedando la heterogeneidad dimensional de los extenders claramente manifestada.

- Se concluye que la rugosidad de los extenders recubiertos no es función de espesor del recubrimiento. Adicionalmente los datos de rugosidad en las diferentes formulaciones de híbrido mostraron un incremento que se correlaciona directamente con las mediciones de las fuerzas de adhesión, donde los extenders con menor rugosidad generaron mayor fuerza de adhesividad en la interfase extender – quad.
- Los extenders liberados para ser utilizados en el proceso de extender bond presentan pendientes que son incrementadas con los recubrimientos, en todos los casos es mayor la rugosidad en los extenders recubiertos en comparación con los extenders no recubiertos, hecho que incide directamente el la calidad de la unión Extender - Quad.

- **Recubrimiento híbrido:** Los resultados de los despegues muestran que la unión en presencia del híbrido tiene mayor dureza y de ahí mayor propensión a la fractura. Característica importante a ser analizada ya que una mayor dureza en la unión con una diferente composición pudiera tener mayor robustez.

- En la medición de la dureza del recubrimiento del extender evaluada a carga variable el comportamiento de la variación de la dureza en función de la profundidad de penetración del nanoindentador se observó ser predecible.
 - La recuperación elástica para los recubrimientos híbridos aumentó con la profundidad de penetración.
 - Los resultados de nanoindentación en los monolitos mostraron que la dureza de las muestras compuestas de material híbrido se encuentra entre los valores del acrílico comercial y el monolito de SiO₂. También se pone en evidencia la importancia de la utilización de la composición correcta para elaborarlos.
 - Los **defectos** encontrados consistentes en daños físicos **son disminuidos** en cada caso **por el recubrimiento** de las distintas formulaciones de Híbrido.
-
- La contaminación del adhesivo epóxico es menor en el quad con el recubrimiento híbrido, punto relevante ya que las pérdidas de rendimiento en el proceso por este concepto son de consideración.
 - Se debe de implementar un proceso de liberación de Extenders al proceso de manufactura considerando el análisis de Interferometría realizado en este trabajo vía el equipo "ZYGO".

PERSPECTIVAS

Las metas van encaminadas en lograr **mejoras al proceso de extender bond** de Hitachi Global Storage Technologies, cuyas mejoras se basan en un continuo monitoreo de múltiples **fuentes de variación** a la entrada y de su afectación sobre las variables a la salida. Este es un principio básico para asegurar que un proceso producirá **materiales de manera repetible** y con el nivel de calidad requerido en respuesta a los clientes.

- * Desarrollar una investigación en los híbridos para determinar las propiedades anticorrosivas que puede presentar este tipo de recubrimientos en sustratos metálicos.
- * Evaluar el uso del híbrido por sus propiedades ESD en el proceso de fabricación de cabezas magnéticas.
- * Realizar experimentos controlados de nanoindentación sobre recubrimientos híbridos para mejorar el entendimiento del comportamiento mecánico del recubrimiento. Con el control de parámetros de velocidad de carga hasta llegar a ensayos dinámicos, geometría de indentador, control de carga o de desplazamiento del indentador, etc. se pueden obtener resultados del comportamiento elástico, visco elástico del híbrido para proponer modelos que describan su comportamiento mecánico.
- * Evaluar las mejoras con las propuestas realizadas en el desempeño del recubrimiento utilizado y establecer próximas líneas de trabajo que van desde la variación de los parámetros del equipo hasta la posibilidad de cambiar algunos de los materiales involucrados en el proceso.
- * Se implemente una caracterización de alturas de los rows de acuerdo a su posición en el Wafer

APENDICES

Apéndice 1: Programa en Matemática 4.1: Análisis estadístico de datos de rugosidad de extenders obtenidos en el perfilómetro Tencor.

(* Este programa hace un análisis estadístico de datos de rugosidad X,
Y donde X representa la distancia lineal sobre una superficie medida y Y la \
variación en altura de dicha superficie.
Los datos importados deben estar igualmente espaciados en la variable X *)

```
Clear[archivo, freq, veloc, resol, datos, nd, dim, ncol, nfil, variable, \  
alturas, alturas1, med, med1, desvest, asim, kurt, dist, p1, p2, p3, p4, p5, \  
p6, acfdat, acf, acfdatmod, coefcorr, hcfdat, hcf, hcfdat1, hcf1, nummax, \  
datpowspec, powspec, p7, powspecsimp, tabfinal, nomtab, cond, freqesp, ra, \  
ra1]
```

```
<< Graphics`Graphics`
```

```
<< Statistics`NormalDistribution`
```

```
archivo = "rug1-2.txt";
```

```
freq = 1000; (* frecuencia de muestreo en Hz *)
```

```
unidx = "micras";
```

```
veloc = 10000; (* velocidad de muestreo en unidx/s *)
```

```
unity = "Angstroms";
```

```
resol = 7.9993;
```

```
Print["La resolución lateral entre datos para una frecuencia de muestreo de ",  
freq, " Hz y una velocidad de barrido de la aguja de ", veloc, unidx,  
"/s es: ", resol, unidx];
```

```
Print[""];
```

```
Print["Importando datos....."]
```

```

datos = Import[archivo, "Table"];
dim = Dimensions[datos];
nfil = dim[[1]];
ncol = dim[[2]];
Print[""];
Print[".....Se importó la siguiente matrix con ", ncol, " columnas y ", \
nfil, " filas de datos de rugosidad del archivo ", archivo, " :"]
Print["NOTA: revisar que la primera columna tenga los datos igualmente \
espaciados, si no es así, los cálculos del programa no serán correctos."];
Print[MatrixForm[datos]];
Print["-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-\
*-*-*-*-*"];
Do[datos[[i, 1]] = (i - 1)*resol, {i, 1, nfil}]
alturas = datos[[All, 2]];
nd = Length[alturas];
nummax = Ceiling[nd/2];
tabfinal = Array[x, {nummax + 2, 6}];
ListPlot[datos, PlotJoined -> True, Axes -> None, Frame -> True,
  FrameLabel -> {"distancia", unidx}, {"altura", unidy}}, PlotRange -> All,
  ImageSize -> 600, PlotLabel -> "Rugosidad"];
med = Mean[alturas];
Print["la altura media es: ", med, " ", unidy];
ra = (1/nd)Plus @@ Abs[alturas - med];
Print["la rugosidad Ra es: ", ra, " ", unidy]
desvest = StandardDeviation[alturas];
Print["la rugosidad RMS es: ", desvest, " ", unidy];
Print["La distancia máxima valle-pico es: ",
  Max[alturas] - Min[alturas], " ", unidy]
asim = Skewness[alturas];
Print["la asimetría del perfil de alturas es: ", asim]
kurt = Kurtosis[alturas];

```



```

Print["la kurtosis del perfil de alturas es: ", kurt]
dist = NormalDistribution[med, desvest];
p1 = Histogram[alturas, HistogramScale -> 1, DisplayFunction -> Identity];
p2 = Plot[PDF[dist, x], {x, med - 3*desvest, med + 3*desvest},
  DisplayFunction -> Identity];
Show[p1, p2, DisplayFunction -> $DisplayFunction, Axes -> None, Frame -> True,
  PlotLabel -> "Distribucion Datos Rugosidad",
  FrameLabel -> {"alturas respecto a la media", unidy}, "probabilidad"},
  PlotRange -> All]
Print["-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*-*"]
Print["Ahora se arroja la estadística para los datos de altura cuando se les \
ha restado la altura media: "]
alturas1 = alturas - med;
med1 = Mean[alturas1];
Print["la altura media es: ", med1, " ", unidy];
ra1 = (1/nd)Plus @@ Abs[alturas1];
Print["la rugosidad Ra es: ", ra1, " ", unidy]
desvest = StandardDeviation[alturas1];
Print["la rugosidad RMS es: ", desvest, " ", unidy];
Print["La distancia máxima valle-pico es: ",
  Max[alturas1] - Min[alturas1], " ", unidy]
asim = Skewness[alturas1];
Print["la asimetría del perfil de alturas es: ", asim]
kurt = Kurtosis[alturas1];
Print["la kurtosis del perfil de alturas es: ", kurt]
dist = NormalDistribution[med1, desvest];
p3 = Histogram[alturas1, HistogramScale -> 1, DisplayFunction -> Identity];
p4 = Plot[PDF[dist, x], {x, med1 - 3*desvest, med1 + 3*desvest},
  DisplayFunction -> Identity];
Show[p3, p4, DisplayFunction -> $DisplayFunction, Axes -> None, Frame -> True,
  PlotLabel -> "Distribucion Datos Rugosidad",

```



```
PlotLabel -> "Función de Correlación de Alturas HCF",  
ImageSize -> 400];
```

```
Do[hcfdat1[h] = 2*(desvest^2)*(1 - acfdat[h]), {h, 1, nummax}];  
hcf1 = Table[{rho[h], hcfdat1[h]}, {h, 1, nummax}];  
p6 = LogListPlot[hcf1, PlotJoined -> True, PlotRange -> All, Frame -> True,  
FrameLabel -> {"rho(x)", unidx}, {"HCF", unidy, "^2"}}, Axes -> None,  
PlotLabel -> "funcion HCF a partir de funcion ACF - LogPlot",  
ImageSize -> 400];  
Show[p5, p6, PlotRange -> All];  
Print["la rugosidad se puede extraer de HCF cuando rho tiende a infinito"]  
Print["HCF(rho->infinito)=2*rugRMS^2"]
```

(* En esta sección se calcula el espectro PSD de los datos de alturas *)

```
datpowspec = Abs[Fourier[alturas1]]^2;  
Do[freqesp[i] = (i - 1)/(nd*distx) // N, {i, 1, nd}];  
powspec = Table[{freqesp[i], datpowspec[[i]]}, {i, 1, nd}];  
p7 = LogLogListPlot[powspec, PlotRange -> All, PlotJoined -> True,  
Frame -> True, Axes -> None,  
FrameLabel -> {"fx", unidx, "^-1"}, "Módulo Cuadrado Transf. Fourier"},  
PlotLabel -> "Espectro de Potencia (PS)", ImageSize -> 600];  
Print[""];  
powspecsimp = Table[{powspec[[i, 1]], powspec[[i, 2]]}, {i, 2, nummax}];  
LogLogListPlot[powspecsimp, PlotRange -> {{1/(distx*nd/2), 1/(2*distx)}, All},  
PlotJoined -> True, Frame -> True, Axes -> None,  
FrameLabel -> {"fx", unidx, "^-1"}, "Módulo Cuadrado Transf. Fourier"},  
PlotLabel -> "Espectro de Potencia (PS)", ImageSize -> 600];
```

(* En esta sección se ponen los encabezados de la tabla final de datos *)

```
tabfinal[[1, 1]] = "rho";  
tabfinal[[1, 2]] = "ACF_cuadrada";
```

```

tabfinal[[1, 3]] = "rho";
tabfinal[[1, 4]] = "HCF";
tabfinal[[1, 5]] = "freq_espacial";
tabfinal[[1, 6]] = "PSD";
tabfinal[[2, 1]] = unidx;
tabfinal[[2, 2]] = "-";
tabfinal[[2, 3]] = unidx;
tabfinal[[2, 4]] = StringInsert[ToString[unidy], "^2", -1];
tabfinal[[2, 5]] = StringInsert[ToString[unidx], "1/", 1];
tabfinal[[2, 6]] = "-";
Do[{tabfinal[[h + 2, 1]] = rho[h], tabfinal[[h + 2, 2]] = acfdatmod[h],
    tabfinal[[h + 2, 3]] = rho[h], tabfinal[[h + 2, 4]] = hcfdat[h],
    tabfinal[[h + 2, 5]] = freqesp[h],
    tabfinal[[h + 2, 6]] = datpowspec[[h]]}, {h, 1, nummax}];
cond = StringPosition[archivo, "."];
If[cond != {},
    nomtab = StringInsert[StringTake[archivo, (cond[[1]][[1]] - 1), "tab",
        1], nomtab = StringInsert[archivo, "tab", 1]];
Export[nomtab, tabfinal, "Table"];
Print[".....Se exportó la tabla final de datos: ", nomtab]

```

(* Aquí hay otros métodos de calcular el espectro de potencia :

```

d = distancias[[2]] - distancias[[1]];
psfj1[lista_] := (Abs[
    Sum[lista[[m]]*Exp[-6.2832*[ImaginaryI]*fj*m/Length[lista]], {m,
        1, Length[lista], 1}]]^2)
Do[{powspec[fj] = psfj1[alturas1], freq[fj] = fj}, {fj, 0, 100, 1}];
grafps = Table[{freq[fj], powspec[fj]}, {fj, 0, 100, 1}];
Print["RUG-10:"]

```

```

graf1 =
LogListPlot[grafps, PlotRange -> All, PlotJoined -> True, Frame -> True,
  FrameLabel -> {"fj", "PS"}, PlotLabel -> "Espectro de Potencia PS"]
Print["Mathematica:"]
graf2 = LogListPlot[Abs[Fourier[alturas]], PlotJoined -> True];
Show[graf1, graf2, PlotRange -> All, PlotLabel -> "Mathematica y RUG-10"]
pskj1[
  lista_] := (Abs[
  Sum[lista[[m]]*Exp[-\[ImaginaryI]*kj*m/Length[lista]], {m, 1,
  Length[lista], 1}]]^2)
Do[{powspec[kj] = pskj1[alturas], freq[kj] = kj}, {kj, 0, 600, 1}];
Print["Thomas Lucatorto:"]
grafpskj = Table[{freq[kj], powspec[kj]}, {kj, 0, 600, 1}];
graf3 =
LogListPlot[grafpskj, PlotRange -> All, PlotJoined -> True, Frame -> True,
  FrameLabel -> {"kj", "PS"}, PlotLabel -> "Espectro de Potencia PS"]
grafpskj = Table[{freq[kj]/(2*3.1416), powspec[kj]}, {kj, 0, 600, 1}];
graf4 =
LogListPlot[grafpskj, PlotRange -> All, PlotJoined -> True, Frame -> True,
  FrameLabel -> {"fj", "PS"}, PlotLabel -> "Espectro de Potencia PS"]

```

BIBLIOGRAFIA

- ⁱ M.F. Ashby, Y.J.M. Bréchet, *Acta Materialia*, 51, (2003), 5801-5821.
- ⁱⁱ Patrick Judeinstein and Clément Sanchez, *J. Mater. Chem.* 6(4), (1996), 511-525.
- ⁱⁱⁱ Ulrich Schubert, Nicola Hüsing, and Anne Lorenz, *Chem. Matter.* Vol. 7, N° 11, (1995), 2010-2027.
- ^{iv} Clement Sanchez and Francois Ribbot, *New Journal of Chemistry*, Vol. 18, N° 10, (1994) 1007-1047.
- ^v Jianye Wen and Garth L. Wilkes, *Chem Matter.*, Vol. 8, N° 8, (1996), 1667-1681.
- ^{vi} Gerhard Schottner, *Chem. Mater.*, 13, (2001), 3422-3435.
- ^{vii} Ki-Chang Song, Jung-Kook Park, Hyun-Uk Kang and Sung-Hyun Kim, *Journal of Sol-Gel and Science and Technology*, 27, (2003), 53-59.
- ^{viii} John Mackenzie, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 26, (2003), 23-27.
- ^{ix} Shoichiro Yano, Keisuke Iwata, Kimio Kurita, *Materials Science and Engineering*, C 6. (1998), 75-90.
- ^x Helmut Schmidt, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 178, (1994), 302-312.
- ^{xi} R. Kasemann and H. Schmidt, *New Journal of Chemistry*, 18, (1994), 1117-1123.
- ^{xii} Y.T. Wang, T.C. Chang, Y.S. Hong, H.B. Chen. Effect of the Interfacial structure on the thermal stability of poly methyl methacrylate – silica hybrids. 20-May-2002.
- ^{xiii} <http://www.hantra.com/photo/pmma.htm>
- ^{xiv} www.polymerexpert.fr/anglais/Etalons%20Anglais/HomoPoly/pmma.htm
- ^{xv} <http://www.psrc.usm.edu/spanish/pva.htm>
- ^{xvi} J. Martínez Urreaga, M.C. Matías, V. Lorenzo, M.U. de la Orden, *Materials Letters*, 45, (2000), 293-297.
- ^{xvii} G. Gu, Z. Zhang, H. Dang, *Applied Surface Science*, 221, (2004), 129-135.
- ^{xviii} T.P. Chou, C. Chandrasekaran, S. Limmer, C. Nguyen, G.Z. Cao., *Journal of Materials Science Letters*, 21, (2002), 251-255.
- ^{xix} T.C. Chang, Y.T. Wang, Y.S. Hong, Y.S. Chiu, *Thermochimica Acta*, 372, (2001), 165-173.
- ^{xx} C. Ohtsuki, T. Miyasaki, M. Tanihara, *Materials Science and Engineering*, C 22, (2002), 27-34.
- ^{xxi} P. Proposito, M. Casalbboni, F. Matteis, M. Glasbeek, A. Quatela, E. van Veldhoven, H. Zhang. *Journal of Luminescence*, 94-95, (2001), 641-644.

-
- ^{xxii} Y.-Y. Yu, C.-Y. Chen, W.-C. Chen, *Polymer*, 44, (2003), 601.
 - ^{xxiii} Y.-Y. Yu, W.-C. Chen, *Materials Chemistry and Physics*, in press (2003).
 - ^{xxiv} Z. H. Huang and K. Y. Qiu, *Polymer*, 38-3, (1997), 521-526.
 - ^{xxv} S. Pellice, P. Galliano, Y. Castro and A. Durán, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 28, (2003), 81-86.
 - ^{xxvi} Y.T. Wang, T.C. Chang, Y.S. Hong, H.B. Chen, *Thermochimica Acta*, 397, (2003), 219-226.
 - ^{xxvii} J. Muñoz Saldaña. *Apuntes : Mecánica de materiales, Maestría en Ciencias especialidad de materiales*, Febreo, 2005.
 - ^{xxviii} J. Malzbender, J.M.J. den Toonder, A.R. Balkenende, G. de With. Measuring mechanical properties of coatings: a methodology applied to nano-particle-filled sol-gel coatings on glass.
 - ^{xxix} J. Malzbender, G. de With. Fracture toughness of hybrid organic – inorganic coatings. *Journal of materials science letters* 19, 2000, 1867 – 1868.
 - ^{xxx} A.M. Korsunsky, M.R. McGurk, S.J. Bull and T.F. Page. On the hardness of coated systems. University of Newcastle, Newcastle upon Tyne NE1 7RU, United Kingdom.
 - ^{xxxi} J. Malzbender, G. de With, J.M.J. den Toonder. Elastic modulus indentation pressure and fracture toughness of hybrid coating on glass. 13-December-1999.
 - ^{xxxii} [Oli92] W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* 7, 1564 (1992).
 - ^{xxxiii} J. Malzbender, G. de With. Energy dissipation, fracture toughness and the indentation load-displacement curve of coated materials.
 - ^{xxxiv} Zur Erlangung der Würde. Mechanical properties on nanometer scale and their relations to composition and microstructure. A nanoindentation study on carbon implanted Ti-6Al-4V. 2000.
 - ^{xxxv} Ubi 1[®] Users Manual. Hysitron Inc. 9, 107,124, (2004).
 - ^{xxxvi} La rugosidad de las superficies: Topometría, Moisés Hinojosa Rivera, Martín Edgar Reyes Melo.- *Ingenierías*, Abril-Junio 2001, Vol. IV, No. 11
 - ^{xxxvii} Dynamic behavior in piezoresponse force microscopy, Stephen Jesse, Baddorf and Kalinin, 21/Feb/2006.
 - ^{xxxviii} GPI LC Interferometer Operating Manual 0501_A. ZYGO MANUAL.2006.
 - ^{xxxix} WWW.Wikipedia.com
 - ^{xl} HYSAE-60HP-EN_Adhesivo. Technical data sheet. August 2001.
 - ^{xli} 088-0137H (Spanish)_Pulido y retrabajo extenders. Procedimiento HITACHI GDL. 2006 -- 2007.

-
- ^{xlii} SPEC RX01-C FEMTO EXTENDER 46.5mm(English). Procedimiento HITACHI GDL. 2006--2007.
 - ^{xliii} 088-0147F (Español)_Pegado Quad Extender con Epóxico. Procedimiento HITACHI GDL. 2006-2007.
 - ^{xliv} J.Malzbender, G de With. The effects of draying, again and curing on an organic – inorganic coating. *Journal of material science* 35 (2000) 4809-4814.

EL JURADO DESIGNADO POR LA UNIDAD QUERÉTARO DEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL, APROBÓ LA TESIS DE MAESTRÍA DEL C. RAMÓN SÁNCHEZ GONZÁLEZ TITULADA: "RECUBRIMIENTOS HÍBRIDOS SiO₂ – PMMA OBTENIDOS POR EL PROCESO SOL-GEL PARA MEJORAR LA ADHESIÓN EN EL PROCESO DE "EXTENDER BOND". FIRMAN AL CALCE DE COMÚN ACUERDO LOS INTEGRANTES DE DICHO JURADO, EN LA CIUDAD DE QUERÉTARO, QRO., A LOS DIEZYSEIS DE NOVIEMBRE DEL DOSMILSIETE.


Dr. Rafael Ramírez Bon


Dr. Juan Muñoz Saldaña


Dr. Luis Gerardo Trapága Martínez


Dr. José Martín Yáñez Limón



CINVESTAV
BIBLIOTECA CENTRAL



SSIT000006238