

10.30972/eitt.827063

Diseño y construcción de una fuente y corriente para sintetizar alúmina porosa nanoestructurada

Valdez, L. A. ¹, Toranzos, V. J. ² y Ortiz, G. P. ³ (*)

Resumen

En este trabajo presentamos el diseño, calibración y uso de una fuente de tensión y corriente para la síntesis de películas de Al_2O_3 porosa nanoestructurada (APN). El funcionamiento de la fuente se logra mediante un microcontrolador ATMEGA 328 en una placa de desarrollo ARDUINO NANO [1] por modulación de ancho de pulso (PWM) con precisión de 8 bits, en un rango de tensiones de 0 - 40V y corrientes de 1 - 5.6 mA, con incertezas en las mediciones de 5%. Se muestran las curvas de calibraciones del instrumento, donde evidenciamos la linealidad de la respuesta y se logró un buen acuerdo de los valores comandados en la fuente con las medidas directas de multímetro de banco para los rangos de trabajo. Utilizamos esta fuente para la síntesis de 4 muestras de APN bajo diferentes condiciones buscando un espesor del orden de los 1300 nm. Se obtuvieron los espectros de reflectancia mediante un espectrómetro Ocean Optics USB-4000, y se analizaron empleando un modelo de matriz de transferencia que tiene en cuenta la porosidad, espesor, rugosidad, y las concentraciones por vestigios de Fe_2O_3 y CuO [2]. Encontramos que los espesores de las películas de APN no pueden explicarse solamente con los tiempos y corrientes de anodizado. El rol de la porosidad en la formación de las películas de APN sugiere ser un tema de mayor atención.

Palabras claves: ARDUINO, fuente, calibración, Al_2O_3 , APN.

1. Departamento de Física de la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales y Agrimensura (UNNE). Correo electrónico: lvaldez@exa.unne.edu.ar

2. Instituto de Modelado e Innovación Tecnológica (CONICET-UNNE). Correo electrónico: vtoranzos@exa.unne.edu.ar.

3. Departamento de Ingeniería de la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales y Agrimensura (UNNE). Correo electrónico: gortiz@exa.unne.edu.ar.

(*) Cómo citar este artículo: Valdez, L. A. Toranzos, V. J. y Ortiz, G. P. (2023). *Diseño y construcción de una fuente de tensión y corriente para sintetizar alúmina porosa nanoestructurada*. Revista Extensionismo, Innovación y Transferencia Tecnológica: claves para el desarrollo, 8(2), 35-42. <https://doi.org/10.30972/eitt.827063>

Abstract

In this work is exposed the design, calibration and use of a voltage and current source for the synthesis of nanostructured porous Al₂O₃ (NPA) films. The operation of the source is regulated by an ATMEGA 328 microcontroller on an ARDUINO NANO [1] development board by pulse width modulation (PWM) with 8 bit precision, in a range of voltages from 0 - 40V and currents from 1- 5.6 mA, with uncertainties in the measurements of 5%. The instrument calibration curves are shown, where we evidenced the linearity of the response and a good agreement was achieved between the values commanded at the source with the direct measurements of the bench multimeter for the working ranges. This source was used for the synthesis of 4 APN samples under different conditions looking for a thickness in the order of 1300 nm. Reflectance spectra were obtained using an Ocean Optics USB-4000 spectrometer, and analyzed using a transfer matrix model that takes into account porosity, thickness, roughness, and trace concentrations of Fe₂O₃ and CuO.[2] We found that APN film thicknesses cannot be explained by anodizing times and currents alone. The role of porosity in the formation of APN films suggests that it is a subject of further attention.

Key-words: ARDUINO, source, calibration, Al₂O₃, NPA.

Introducción

Desde el siglo pasado, la importancia de la micro y nano ciencia ha crecido progresivamente debido al uso potencial que presentan los materiales nanoestructurados para una variedad de aplicaciones, como por ejemplo biosensores, lasers, actuadores, dispositivos nano y micro piezoeléctricos, entre otros [3].

Si bien existen diversas técnicas experimentales para la síntesis de nanomateriales, la gran mayoría requiere de una inversión importante de dinero para su implementación, que abarca desde la adquisición de reactivos químicos hasta la compra de dispositivos electrónicos de alta gama. En particular, estamos interesados en aplicar un proceso para obtener películas delgadas de Al₂O₃ porosa nanoestructurada (APN) controlando las condiciones de síntesis con el fin de lograr espesores específicos, por lo que las técnicas electroquímicas de electropulido y anodizado resultan adecuadas por su costo relativamente bajo, repetitividad y obtención de muestras de buena calidad. El interés por la Al₂O₃ radica en su versatilidad para aplicaciones tecnológicas varias, que van desde métodos de protección a la corrosión de materiales hasta el aumento de la resistencia mecánica y apariencia estética de las superficies en procesos industriales. Por otra parte, la APN con poros ordenados se utiliza como moldes para la síntesis de una amplia variedad de nanoestructuras.

Teniendo en cuenta lo explicado, resulta esencial disponer de una fuente de corriente y tensión variable, que permita trabajar en un rango aceptable para conseguir películas (films) de espesores del orden de los nanómetros y/o micrómetros, controlando automáticamente el proceso de electropulido / anodizado y almacenando los datos en

un archivo para su posterior análisis. En este trabajo diseñamos e implementamos una fuente de tensión para la obtención de APN, caracterizamos sus propiedades (porosidad, espesor, rugosidad, porcentaje de Fe_2O_3 y CuO presentes). Para esto, aplicamos un modelo de reflectancia de películas de materiales compuestos por medio de un método de matriz de transferencia que considera la rugosidad superficial [2].

Hemos fabricado la fuente con componentes electrónicos de costo relativamente bajo disponibles en el mercado local. Comandamos la fuente desde una PC mediante ARDUINO NANO [1] y lenguajes de programación de acceso libre como PERL [4].

Materiales y Métodos

a) Fuente de tensión y corriente

En la figura 1 se muestra el circuito de la fuente desarrollada, donde la tensión o corriente de la misma se establece mediante modulación de ancho de pulso (PWM) que provee la placa ARDUINO [1] por medio de las salidas digitales con voltajes entre 0 y 5V, y precisión de 8 bits. Un circuito integrado de doble amplificador operacional LM358[1] acondiciona la señal de PWM para trabajar como fuente de tensión o corriente conmutando la llave SW1 indicada en el margen superior izquierdo de la figura 1.

Debido a que la placa ARDUINO [1] posee conversores analógicos-digitales de 10 bits, se emplea esta funcionalidad para sensar la tensión y corriente (I-V) de la salida de la fuente, de esta manera si bien no es una lectura de alta precisión, se obtiene un monitoreo adecuado de la evolución I-V durante el anodizado.

La etapa de potencia de la fuente se conformó con un transistor MOSFET IRF840 [5]. La corriente de “fuga” sin excitación en puerta característica de este transistor se suprime mediante un relevador comandado por la placa ARDUINO [1] que mantiene desconectada la salida de la fuente hasta que se inicie el anodizado.

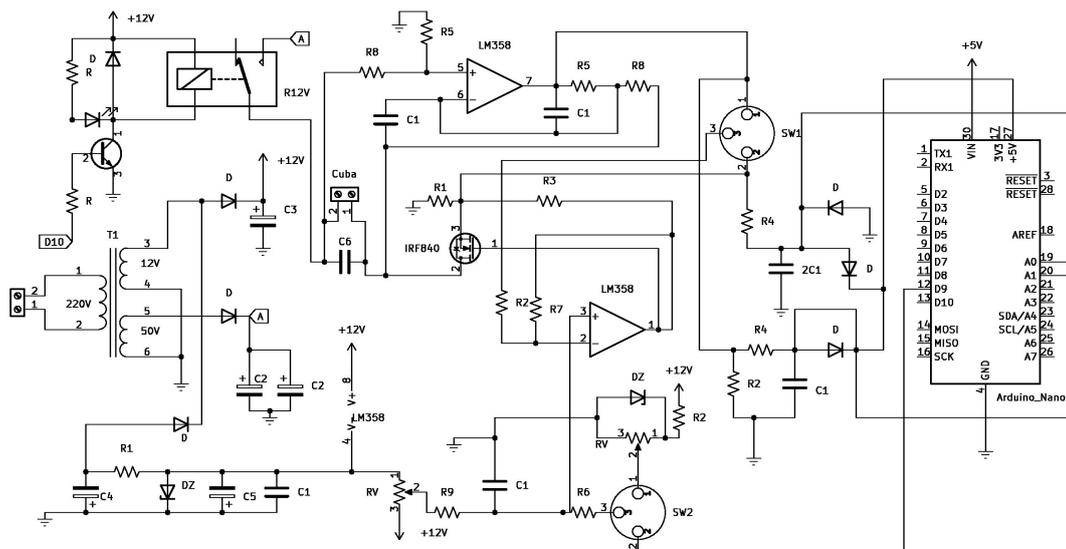


Figura 1. Circuito electrónico de la fuente tensión/corriente variables monitoreada con ARDUINO NANO [1]. Componentes: Capacitores $C1=104$, $C2=(220\ \mu\text{F}, 200\ \text{V})$, $C3=(1000\ \mu\text{F}, 35\ \text{V})$, $C4=(470\ \mu\text{F}, 60\ \text{V})$, $C5=(470\ \mu\text{F}, 16\ \text{V})$, $C6=(474\ \text{k}, 630\ \text{V})$, $D=$ diodo 1N5408, $DZ=$ diodo Zener de 5 V, Resistencias $R1= 470\ \Omega$, $R2= 1\ \text{k}\Omega$, $R3= 2,2\ \text{k}\Omega$, $R4= 10\ \text{k}\Omega$, $R5= 47\ \text{k}\Omega$, $R6= 100\ \text{k}\Omega$, $R7= 470\ \text{k}\Omega$, $R8= 660\ \text{k}\Omega$, $R9= 1\ \text{M}\Omega$, $RV=10\ \text{k}\Omega$. Las siglas SW representan interruptores (switch).

b) Preparación de las muestras

La muestra original es una lámina cuadrada de aluminio AL1100 grado técnico [6] de 20 mm de lado y 0.8 mm de espesor. El tratamiento de la muestra se realiza en tres etapas [3][2]: limpieza, electropulido y anodizado. La limpieza consistió en cuatro pasos, donde el aluminio se enjuaga en acetona por 5 minutos, luego se lo sumerge 5 minutos en hidróxido de sodio (NaOH, Biopack) al 10%, seguido por un reposo de 5 minutos en ácido nítrico (HNO₃, Cicarelli), finalmente se lo enjuaga con agua destilada y se deja secar a temperatura ambiente. El electropulido se realizó en solución de ácido perclórico (HClO₄, Sigma-Aldrich) con etanol en proporción 1:4 durante 8 minutos a una tensión de 10V. Se enjuaga con agua destilada y se deja secar a temperatura ambiente. El anodizado se realizó en cuatro muestras en solución de ácido oxálico di-hidratado (CH₃CH₂OH, Cicarelli) 0.3 M, las corrientes y los tiempos de anodizado fueron los siguientes: A1 (2 mA, 300 s), A2 (2 mA, 1200 s), A3 (4 mA, 600 s) y A4 (5.6 mA, 429 s). Los tiempos y corrientes fueron seleccionados con el fin de obtener películas delgadas de Al₂O₃ porosa nanoestructurada (APN) con espesores de aproximadamente 1100-1300 nm. Esta estimación se hizo considerando el tiempo, la densidad de corriente y la densidad de la Al₂O₃ para la formación de una película de APN empleando la ley de Faraday [7].

c) Caracterización de las muestras

Empleando una fuente de luz halógeno-tungsteno-deuterio (DT-MINI-2 Ocean Optics®) y un espectrómetro Ocean Optics® USB-4000, con respuesta en el rango de 200-1000 nm, se obtiene la luz reflejada a incidencia normal sobre las muestras A1, A2, A3 y A4 (I_o). Se emplea una muestra con el tratamiento de electropulido para referencia (I_r). La señal de fondo con la luz apagada (I_d). La intensidad I_{Exp} analizada es $I_{Exp} = \frac{I_o - I_d}{I_r - I_d}$.

Resultados y discusiones

a) Calibración de la fuente

La fuente construida fue calibrada para sus dos modos de operaciones reemplazando la cuba por una resistencia de 10KΩ y sus resultados se explican a continuación. Siendo el monitoreo por PC, se impone un valor digital N de 8 bits al ejecutar un programa escrito en lenguaje PERL [4], mediante la placa de desarrollo ARDUINO [1] se transforma ese valor N mediante modulación PWM para generar una señal analógica. El valor generado se compara correspondientemente con tensiones o corrientes medidas con los multímetros de banco: GW para medir tensiones y Fluke® para medir corrientes.

En la figura 2, se muestran en los ejes horizontales (inferior) la tensión V_{GW} y (superior) la corriente I_{FI} medidas, y en el eje vertical el valor digital N que puede variar entre 0 y 255, para el ARDUINO un valor 0 genera 0 V en un pin específico y un valor de 225 genera 5 V. El ajuste de la curva es lineal para el rango seleccionado de tensiones y corrientes y sus ecuaciones respectivas se disponen en la misma figura, por debajo de este rango no se tiene una respuesta y por arriba del rango se satura el transistor. Las ecuaciones de regresión son las que se utilizan en el programa escrito en PERL [4].

En la figura 3 se muestran las mediciones directas del multímetro en función de los valores digitales de entrada de tensión V_{Dig} y de corriente I_{Dig} , observándose que tanto para la tensión (panel izquierdo) como para la corriente (panel derecho), la relación es lineal dentro del rango de trabajo seleccionado, y las ecuaciones de regresión se introducen en el programa de ARDUINO [1].

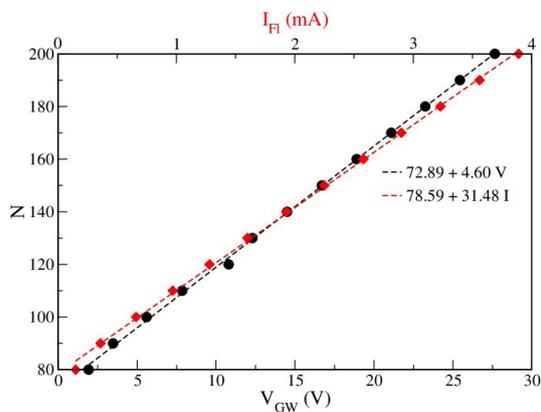


Figura 2. Valor digital N en función de la medida de la tensión directa del multímetro de banco V_{GW} , en unidades de Volts, y de la corriente medida con el multímetro de banco I_{FI} , en unidades de mA. Se aprecia una dependencia lineal para el rango seleccionado observando las curvas de tendencias, cuyas ecuaciones se incluyen en la figura.

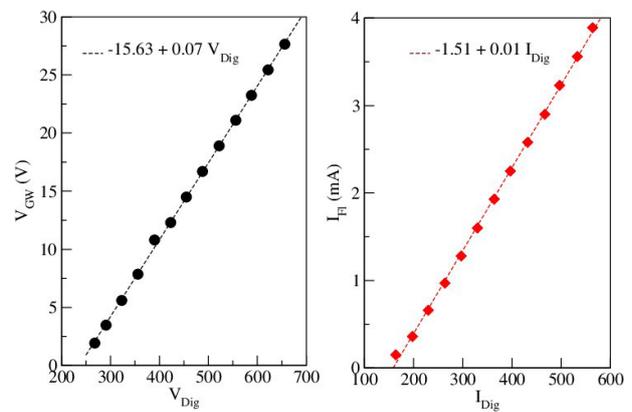


Figura 3. Representación de las las mediciones directas del multímetro en función de los valores digitales de entrada, a la izquierda para la tensión y a la derecha para la corriente. Se aprecia una dependencia lineal para el rango seleccionado observando las curvas de tendencias, cuyas ecuaciones se incluyen en la figura.

Con respecto a las desviaciones que existen entre las mediciones directas y aquellas que resultan del programa, logramos reducirlas al orden del 5% para un rango de tensiones de 5 a 40 V, y corrientes comprendidas entre 1 y 5.6 mA, lo cual la hace totalmente confiable para su uso como equipo de laboratorio.

b) Caracterización de las muestras

En la figura 4 se disponen las intensidades experimentales I_{Exp} en función de la energía del fotón, en unidades de eV, para las 4 muestras producidas. Es de notar que las muestras A2 y A3 presentan interferencia por variación de fase coherente entre la parte inferior y superior de la película de APN mientras que esto no es posible en las muestras A1 y A4. En la muestra A1 se observa que prácticamente no

ha logrado formarse la capa de APN. En el caso de la muestra A4, si bien el valor de I_{Exp} sugiere la formación de Al_2O_3 , es probable que se pierda la coherencia entre las ondas reflejadas entre la parte superior e inferior de la misma debido al elevado grosor y rugosidad producido por la combinación de corriente y tiempo empleados.

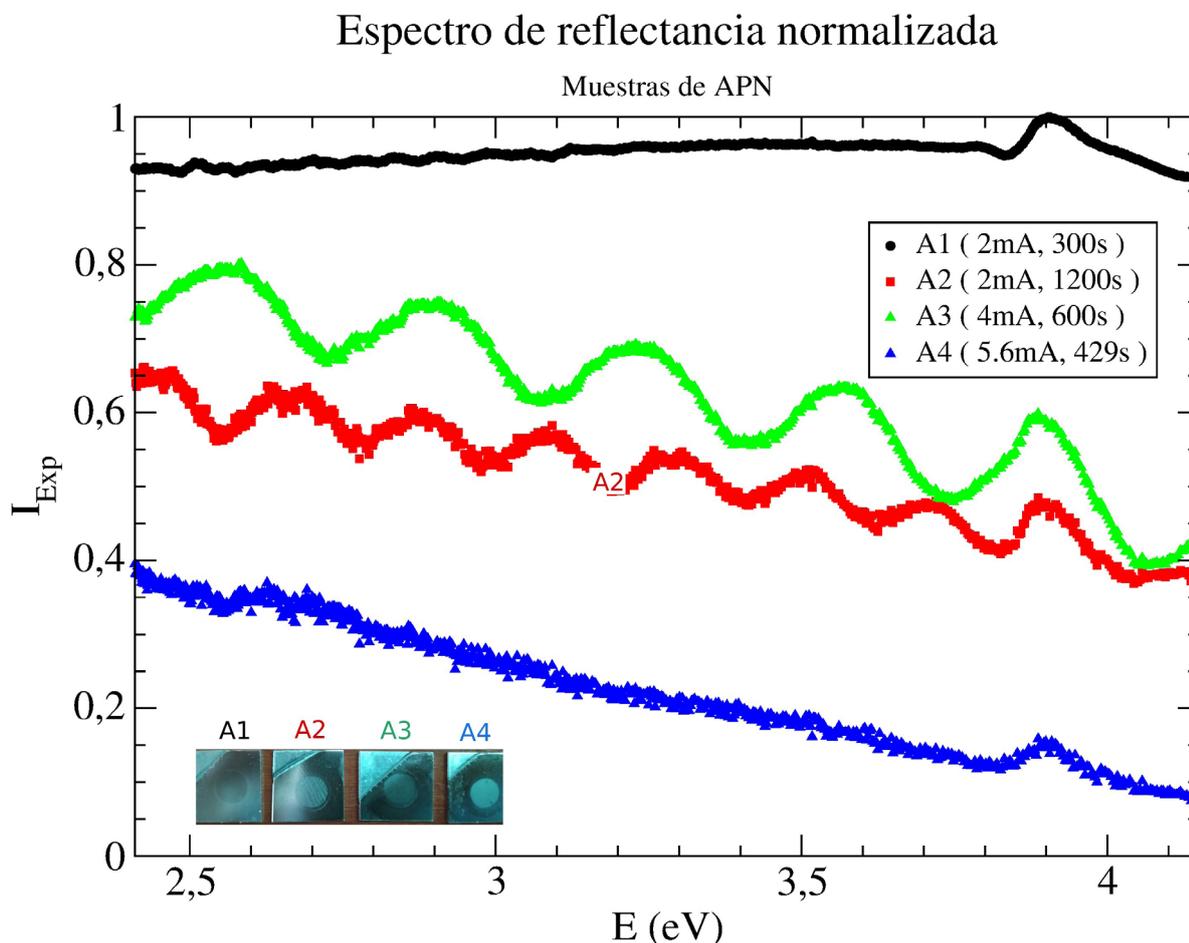


Figura 4. Espectros de reflectancia experimentales obtenidos para las cuatro muestras. Las oscilaciones de las muestras A2 y A3 evidencian las interferencias de películas delgadas que no se presentan en las otras muestras.

Modelamos la reflectancia normalizada I_{calc} de una película de APN mediante un método basado en la matriz de transferencia [2] que tiene en cuenta la rugosidad de las películas y las pérdidas debidas a los óxidos de los metales Fe y Cu contaminantes del Al1100 [6]. Empleamos un código escrito en lenguaje Perl-PDL para realizar una optimización mediante el paquete Minuit, que considera como parámetros de ajuste la porosidad p de la APN, el espesor d , la rugosidad ζ en nm que corresponde al r.m.s. (desviación cuadrática media) del espesor d [2] y concentraciones de contaminantes C_1 y C_2 correspondiente a los porcentajes en peso de Fe_2O_3 y CuO respectivamente.

En la figura 5 se muestra la comparación entre I_{calc} e I_{Exp} para la muestra A3 en el panel inferior, obtenemos un ajuste entre esas intensidades con $p=61\%$, $d=1506$ nm, $\zeta=15.5$ nm, $C_1=0.06\%$ y $C_2=0.02\%$. Para la muestra A2 en el panel superior

obtenemos un ajuste entre esas intensidades con $p=38.4\%$, $d=2080$ nm, $\zeta=21$ nm, $c_1=0.06\%$ y $c_2=0.02\%$. Notar que tratándose del mismo tipo de Al para fabricar estas muestras las concentraciones de contaminantes se ajustaron restringiendo sus variaciones para que sean las mismas en ambas muestras A2 y A3. La menor porosidad de la muestra A2 en aproximadamente el 30% debe contrastarse con el siguiente hecho; se tiene la mitad de corriente, pero el doble de tiempo de anodizado para la muestra A2 respecto de la muestra A3, sin embargo, los espesores de ambas muestras son diferentes. La muestra A2 tiene un espesor aproximadamente el 30% mayor al espesor de la muestra A3. Es decir, la velocidad de crecimiento en la formación de la APN requiere un análisis de la nanoestructura que va más allá del tiempo involucrado en las reacciones redox en la generación de Al_2O_3 .

Espectro de reflectancia normalizada

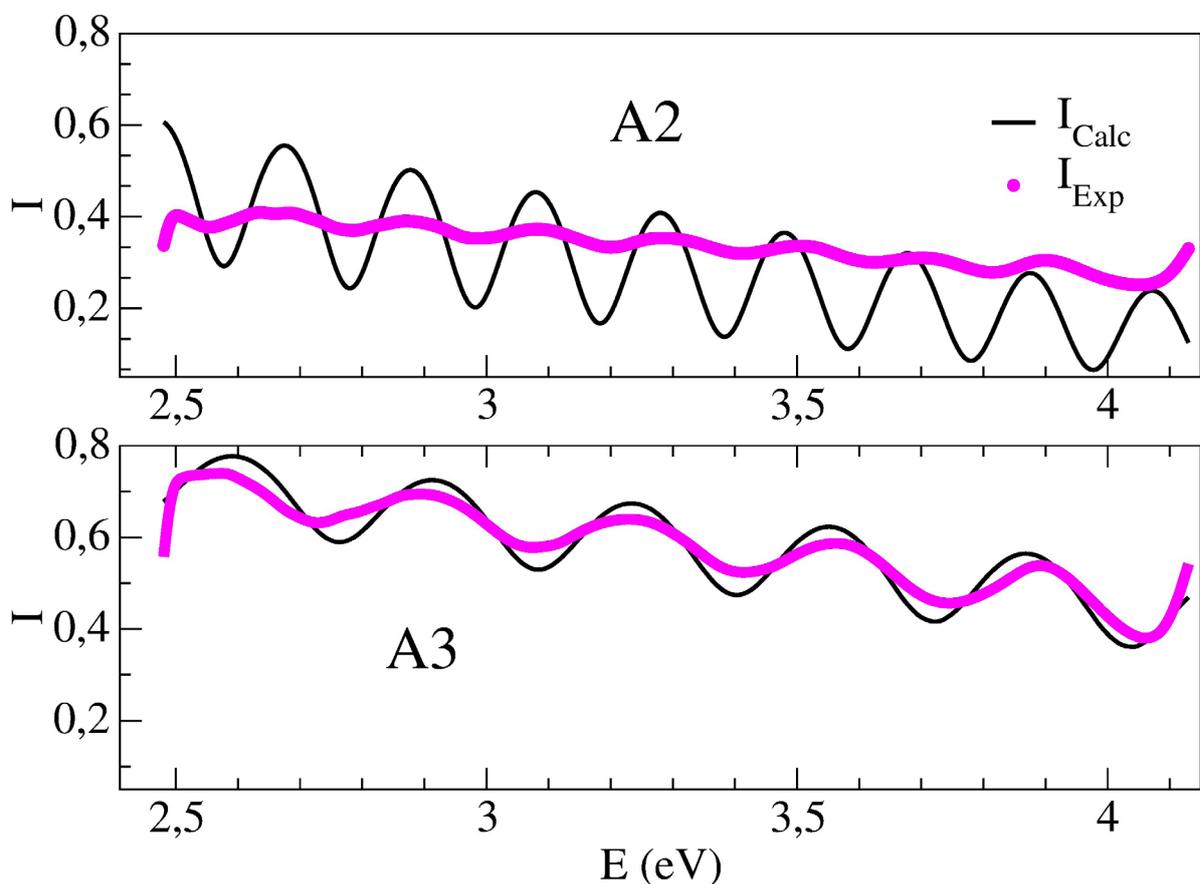


Figura 5. Reflectancia normalizada calculada (I_{Calc}) y obtenida del espectrómetro (I_{Exp}) para la muestra A2 panel superior y A3 panel inferior, en función de la energía E , en unidades de eV.

Conclusión

Se ha desarrollado una fuente de bajo costo que permite el control y monitoreo de las tensiones y corrientes, con incertezas del 5% funcionando en un rango de 5 a 40V, y entre 1.0 y 5.6 mA. Con esta fuente sintetizamos 4 muestras de APN a

temperatura ambiente. A partir del análisis de los espectros de reflectancia y su comparación mediante un modelo con ajustes de parámetros hemos caracterizado un par de las muestras de APN obtenidas en los límites de corrientes entre 2 y 4 mA. Estos rangos de corrientes y sus correspondientes tiempos, en los que se presenta la coherencia de las ondas reflejadas entre la parte superior e inferior de las mismas, permiten caracterizarlas con los métodos propuestos. La diferencia porcentual encontrada entre los espesores de las películas de APN debe ser contrastada con la diferencia porcentual entre las porosidades de esas muestras. Esto es, en términos de la producción de las muestras A2 y A3, la disminución de la corriente es compensada con el aumento del tiempo de anodizado en términos de las reacciones redox en ambos casos. Sin embargo, el rol de la estructura porosa, que al ser menor permitiendo mayor superficie de Al_2O_3 , promueva una mayor tasa de formación de película no es claro y se sugiere verificar estos resultados en futuros ensayos.

Referencias

- [1] S. A. Arduino, Arduino, 2015.
- [2] Leandro L. Missoni, Guillermo P. Ortiz, María Luz Martínez Ricci, Victor J. Toranzos, W. Luis Mochán, Rough 1D photonic crystals: A transfer matrix approach, 2020.
- [3] Nadeem Baig, Irshad Kammakakam, Wail Falath, Nanomaterials: a review of synthesis methods, properties, recent progress, and challenges, 2021.
- [4] L. Wall, T. Christiansen, J. Orwant, Programming Perl, 2000-
- [5] Datasheet IRF840, MOS Transistor, 2008, <https://html.alldatasheet.com/html-pdf/17804/PHILIPS/IRF840/245/1/IRF840.html>
- [6] Aluminio comercial, Al1100, <https://metalium.mx/aluminio/aluminio-1100/1100>
- [7] Glenn Brow, Eugene H Sallee, Química cuantitativa, 1967.