

ELECTRODEPOSICIÓN PROCESO DE MANUFACTURA PARA LA OBTENCIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE FeCu Y NiCu

ELECTRODEPOSITION MANUFACTURING PROCESS FOR OBTAINING THIN FILMS OF FeCu and NiCu

Meneses Márquez, Tonatiuh Mauricio ¹, Hidalgo-González, José Luis ² Olvera Jiménez, Germán ³.

² Tecnológico Nacional de México/ITES de Huichapan, Departamento de Ingeniería Industrial, Huichapan Hidalgo, México, jlhidalgo@iteshu.edu.mx

RESUMEN. Películas delgadas ferromagnéticas de FeCu y NiCu obtenidas por electrodeposición son importantes debido a que ellas pueden presentar efectos de magnetorresistencia gigante. La técnica de electrodeposición es única debido a su bajo costo y rápida deposición. Usualmente la electrodeposición es un proceso de manufactura usado para obtener películas delgadas. Un análisis de microscopía óptica de las películas delgadas de NiCu y FeCu fue realizado. Películas delgadas de FeCu y NiCu fueron obtenidas por electrodeposición y las propiedades magnéticas de remanencia fueron estudiadas en las películas delgadas usando los métodos de magnetización remanente isotérmica (IRM) y desmagnetización de corriente directa (DCD).

Palabras clave: películas delgadas, propiedades magnéticas, campo de interacción dipolar

ABSTRACT. Ferromagnetic of FeCu and NiCu thin films achieved by electrodeposition are actual since they may present giant magnetoresistance effects. Electrodeposition techniques are unique because of their low cost and rapid deposition. Customarily electrodeposition is a manufacturing process used for attaining the thin films. An optic Microscopy analysis of thin films of NiCu and FeCu was realized. Thin films of NiCu and FeCu were obtained by electrodeposition and the magnetic properties of remanence were studied in thin films using the methods of isothermal remanent magnetization (IRM) and direct current demagnetization (DCD).

Key words: thin films, magnetic properties, dipolar interaction field.

INTRODUCCIÓN

Películas delgadas son de gran consideración para los materiales magnéticos debido a sus aplicaciones en cabezas de lectura tipo válvulas de spin. Donde es importante el tipo de película utilizada, la dirección de aplicación de la corriente y la coercitividad de la película delgada usada. Los nanomateriales de Fe/Cu son obtenidos en forma de nanohilos tipo multicapas revelando que con el incremento del espesor de la película de Fe es obtenido un incremento de la coercitividad ¹. Los nanomateriales de FeCu exhiben ferromagnetismo, comportamiento tipo vidros de spin y anti-ferromagnetismo. Donde el comportamiento anti ferromagnético es atribuido a las partículas de α -Fe encapsuladas en la capa nanométrica en la superficie ². Por otra parte, es importante remarcar que las aleaciones Fe₅₀Cu₅₀ exhiben comportamiento ferromagnético, mientras que la película de Fe depositada en una película de Cu presenta un comportamiento antiferromagnético

insinuando que esto es posible debido a la presencia de Fe fcc ferromagnético con una red dilatada ³.

Por otra parte, para las películas delgadas de NiCu es observado que con el incremento de los espesores de la película de Cu es observado variaciones de las propiedades de transporte, así como de las propiedades magnéticas ⁴. Mientras que las películas delgadas de FeCo/Cu presentan aplicaciones en la tecnología de sensores magnéticos debido a que estas películas delgadas presentan un incremento en la magnetorresistencia gigante debido a los espesores de la película de Cu ⁵. Tekgu A y colaboradores presentan un aumento del efecto de la magnetorresistencia gigante en películas delgadas de FeCo/Cu con un acoplamiento antiferromagnético pero sin evidencia concreta del acoplamiento antiferromagnético el cual puede ser observado por las mediciones realizadas con los métodos IRM y DCD ^{6,7}. Por eso es de vital importancia entender las interacciones antiferromagnéticas debido a que estas

interacciones promueven un aumento en las propiedades magnéticas tales como la magnetorresistencia y la coercividad en las películas delgadas. Por eso el objetivo de este trabajo es estudiar la determinación de las interacciones dipolares a través de las curvas de remanencia y los efectos del campo de interacción dipolar sobre las propiedades magnéticas de las películas delgadas de Ni, NiCu y FeCu obtenidas por electrodeposición.

METODOLOGÍA

Películas delgadas de Ni, NiCu y FeCu fueron obtenidas por electrodeposición a temperatura ambiente. Hojas de Fe, Ni y Cu fueron usadas para la deposición. Las películas fueron depositadas en una celda electroquímica en una solución de HCl y H₂O. Fue usado un microscopio óptico digital para la toma de las micrografías Ópticas de las películas delgadas. Las micrografías fueron tomadas mediante a una resolución de 640 X 480. Al momento de realizar las fotos el microscopio es calibrado por medio de una regla de calibración que viene incluida con el mismo equipo. Este microscopio tiene una magnificación de 1000X y usa una interfaz que se conecta a la computadora por medio de una conexión tipo USB. Este tipo de microscopios es utilizado dentro de la educación, así como en la industria para la inspección de materiales como herramienta de control de calidad. Las propiedades magnéticas de las películas fueron medidas a temperatura ambiente. Las curvas de remanencia IRM y DCD fueron medidas para las películas delgadas de Ni, NiCu y FeCu. Para tener un acercamiento al problema de investigación se analizaron 4 muestras. Y una de las hipótesis analizadas en este trabajo fue si la varianza estándar poblacional de las coercitividads en Oe de las películas delgadas obtenidas mediante electrodeposición era mayor a 4 Oe. Para lo cual fue usado una prueba tipo χ^2 con un valor de $\alpha=0.025$ y una varianza muestral $S^2=11.33$. Donde el valor $\chi^2=9.348$ define la región de aceptación y de rechazo y el estadístico de prueba calculado de $\chi^2=8.5$ nos permite aceptar la H₀ debido a que existe evidencia significativa para decir que la varianza estándar poblacional de la coercitividad de las películas delgadas es menor que 4 Oe.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Microscopia Óptica de películas delgadas de NiCu y FeCu.

La figura 1 muestra el análisis de microscopia óptica de las películas delgadas de NiCu y FeCu obtenidas mediante electrodeposición. La figura 1^a y 1^b muestra dos zonas una de color naranja y una de color oscura, la zona de color naranja es la deposición de Cu mientras que la zona de color oscura es la deposición de la película de Ni y Fe respectivamente.

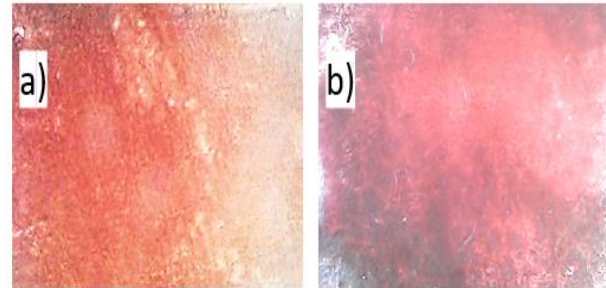


Figura 1. Microscopia Óptica de las películas delgadas de NiCu y FeCu obtenidas mediante electrodeposición.

Curvas de remanencia IRM y DCD, m_r y m_d para las películas delgadas medidas en el plano longitudinal.

Las propiedades magnéticas de remanencia fueron medidas en películas delgadas de Ni, NiCu, y FeCu siguiendo la relación de Wohlfarth $m_d=1-2m_r$. Donde m_r denota la magnetización remanente normalizada después de aplicar un campo magnético a la película en estado desmagnetizado, mientras que m_d simboliza la magnetización remanente normalizada después de la aplicación de un campo magnético inverso en la película delgada previamente magnetizada con un campo magnético de 225 Oe⁹⁻¹¹.

La figura 2 muestra las curvas de remanencia para las películas delgadas de FeCu obtenidas mediante electrodeposición. Aquí esto es considerado que el campo total es $H_{Tot}=H_{app} - H_{Demag}$ donde H_{app} es el campo magnético aplicado y H_{Demag} el campo desmagnetizante efectivo y $H_{Demag} = H_{self} + H_{dip}$ donde H_{self} es el campo desmagnetizante y H_{dip} es el campo de interacción dipolar.

Un modelo matemático es propuesto para entender las mediciones experimentales de las películas delgadas y entender las interacciones magnéticas.,

esta es explicado por medio de las curvas de remanencia IRM y DCD (Fig. 2):

$$\alpha = 3\Delta H \quad \text{Ec. (1)}$$

donde α es el coeficiente de interacción, mientras el valor ΔH puede ser obtenido por la siguiente ecuación

$$\Delta H = H_{\text{app}} - H_{\text{Demag}} \quad \text{Ec. (2)}$$

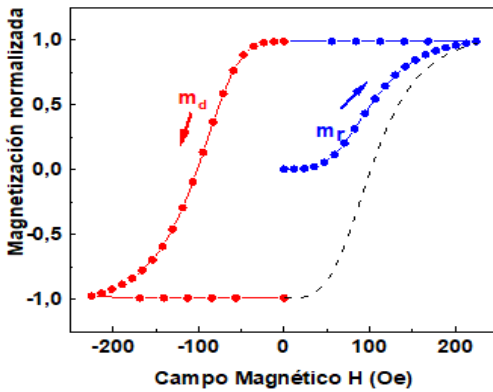


Figura 2. Curvas de remanencia IRM y DCD, m_r y m_d para las películas delgadas de FeCu obtenidas mediante electrodeposición.

Donde H_{Demag} es el campo de anisotropía de forma que puede ser escrito por $H_{\text{Demag}} = \Delta NM$ donde el campo de anisotropía de forma es proporcional a la diferencia en los campos desmagnetizantes en dos direcciones ortogonales. La figura 3 muestra las curvas de remanencia IRM y DCD, m_r y m_d para las películas delgadas de FeCu obtenidas mediante electrodeposición¹²⁻¹⁴. Los resultados debido a la corrección del H_{Demag} son mostradas en la figura 3.

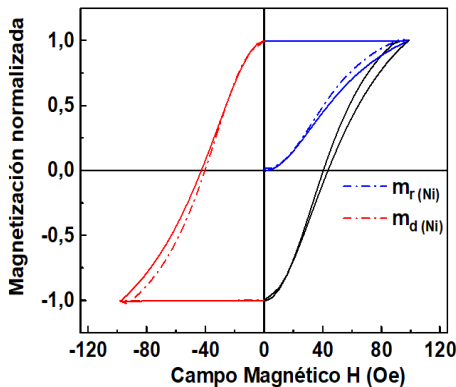


Figura 3. Curvas de remanencia IRM y DCD, m_r y m_d para las películas delgadas de Ni. Con las correcciones debido al H_{Demag} .

Aquí un modelo matemático es propuesto para entender la contribución del campo de interacción dipolar a las películas delgadas, y es explicado por la siguiente ecuación obtenida de las curvas de remanencia IRM y DCD (Figura 3).

$$\alpha_{\text{dip}} = 3\Delta H_{\text{dip}} \quad \text{Ec. (3)}$$

donde α_{dip} es el coeficiente de interacción dipolar, mientras que el valor de ΔH_{dip} puede ser obtenido por la siguiente ecuación:

$$\Delta H_{\text{dip}} = H_r - H_d \quad \text{Ec. (4)}$$

Donde H_r representa el valor del campo magnético cuando existen interacciones dipolares en bajos campos ($H \approx 30 \text{ Oe}$). Mientras que H_d representa el valor del campo magnético cuando no existen interacciones dipolares en bajos campos, esta curva es para la película delgada de Ni. Las películas de Ni y NiCu muestran interacciones dipolares en la sección ΔM . Por otra parte, si combinamos la ecuación (1) y (3), el coeficiente de interacción total puede ser calculado como sigue:

$$\alpha_T = \alpha_{\text{dip}} - \alpha \quad \text{Ec. (5)}$$

Entonces el coeficiente de interacción total es igual a:

$$\alpha_T = 3\Delta H_{\text{dip}} - 3\Delta H \quad \text{Ec. (6)}$$

donde $\Delta H_{\text{Tot}} = \Delta H_{\text{dip}} - \Delta H$ entonces el coeficiente de interacción total es:

$$\alpha_T = 3\Delta H_{\text{Tot}} \quad \text{Ec. (7)}$$

Entonces si nosotros consideramos la relación entre el campo de interacción (H_{in}) y m usando la siguiente ecuación $H_{\text{in}} = \alpha m$ y si nosotros consideramos que $H_{\text{dip}} = -6\pi M_s P$ donde M_s es la magnetización de saturación y P la fracción de empaquetamiento, y si consideramos la magnetización para los estados no saturados $m = \frac{(1+m)}{2}$ y que el coeficiente de interacción dipolar es $H_{\text{dip}} = 2 \alpha_i$ entonces el coeficiente de interacción total es:

$$\alpha_T = 3\pi M_s P \quad \text{Ec. (8)}$$

donde la ecuación (8) es consistente con la ecuación (7) que es obtenida de las curvas IRM y DCD. Entonces si nosotros consideramos la componente del campo efectivo paralela, H_{eff} es definido por:

$$H_{eff} = M_s N_z + (4\pi - N_z) M_s P_t \quad \text{Ec. (9)}$$

Y que el coeficiente de interacción puede ser expresado como $\frac{H_{dip}}{2}$ entonces el coeficiente de interacción α puede ser escrito como:

$$\alpha = 3\pi M_s P_w (1-t) \quad \text{Ec. (10)}$$

Entonces la fracción de empaquetamiento para las películas delgadas aquí mostradas puede ser reescrita como:

$$P_t = P_w (1-t) \quad \text{Ec. (11)}$$

Donde t representa los espesores de la película delgada obtenidas por electrodeposición. Aquí los valores de t son introducidos por analogía a el valor β usado en nanohilos. El coeficiente para t es diferente a el valor β usado en nanohilos debido a que los espesores de las películas delgadas usadas aquí son $< 20\mu\text{m}$ como previamente es mostrado. Estas ecuaciones son usadas para la caracterización de las películas delgadas de NiCu, Ni y FeCu. La figura 4 muestra el coeficiente de interacción α para las películas delgadas de NiCu, Ni y FeCu obtenidas por medio de electrodeposición. Los datos muestran un buen ajuste a un comportamiento tipo línea recta. Figura 5 muestra el lazo de histéresis y el efecto del campo de interacción dipolar sobre la forma del lazo de histéresis para las películas delgadas de FeCu y NiCu.

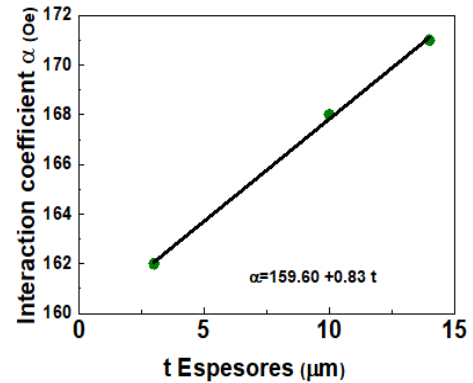


Figura 4.- Coeficiente de interacción α para las películas obtenidas por electrodeposición.

La figura 5 muestra que no existe un cambio en la coercitividad debido al campo de interacción dipolar, que es asociado con el desplazamiento del lazo de histéresis mostrando un lazo más cuadrado. Para las películas delgadas de FeCu, NiCu y Ni es observado los siguientes valores de coercitividad 45, 43 y 40 Oe respectivamente. El cambio de la coercitividad es asociado con la aparición de las interacciones antiferromagnéticas en campos magnéticos bajos como es mostrado en la sección de los gráficos ΔM .

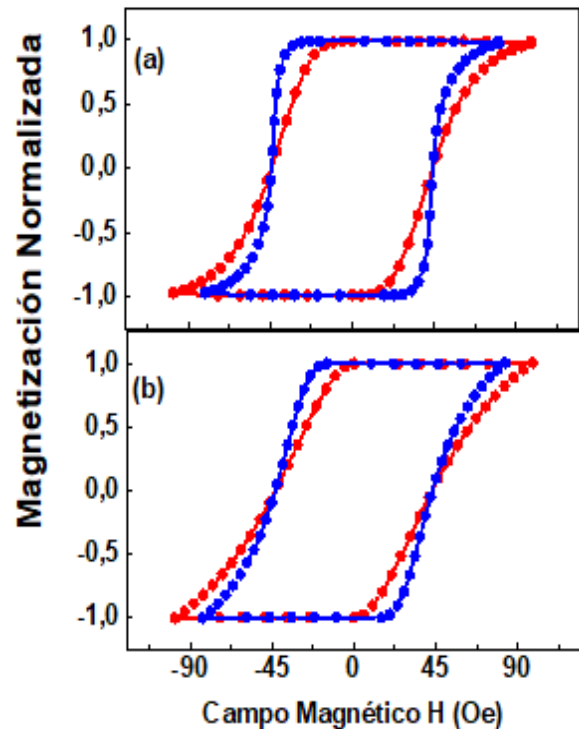


Figura 5.- Efecto del campo de interacción dipolar sobre la forma del lazo de las películas delgadas de FeCu y NiCu obtenidas por electrodeposición.

Graficas ΔM VS Campo magnético

Figura 6 muestra la variación de la curva ΔM vs campo magnético para las películas delgadas de Ni, NiCu y FeCu obtenidas por electrodeposición. El objetivo de las gráficas ΔM es estudiar las interacciones en las películas delgadas de Ni, NiCu y FeCu. A través de las gráficas ΔM puede ser concluido que cuando no hay interacciones estas son una línea horizontal. Si los valores de ΔM son positivos es concluido que existen interacciones ferromagnéticas. Mientras que si los valores ΔM son negativos es concluido que existen interacciones antiferromagnéticas. La figura 6 a muestra valores negativos, así como positivos en la curva ΔM para las películas delgadas de Ni lo cual es característico de un sistema en el que existen interacciones antiferromagnéticas y ferromagnéticas. La figura 6b y 6c muestra valores negativos y positivos en la curva ΔM , para las películas delgadas de NiCu y FeCu, sobre todo los valores negativos en campos magnéticos bajos son asociados con la presencia de otras fases debido a la deposición de la película de Cu y al incremento del espesor de las películas delgadas.

CONCLUSIONES

Películas delgadas de NiCu, Ni y FeCu fueron obtenidas por electrodeposición. Las propiedades de remanencia para las películas delgadas de NiCu, Ni y FeCu fueron medidas con el método IRM y DCD. De las curvas IRM y DCD de las películas delgadas de NiCu, Ni y FeCu un modelo matemático es propuesto para un mejor entendimiento de las interacciones magnéticas. Los efectos del campo de interacción dipolar sobre el lazo de histéresis y la existencia de un desplazamiento en el lazo de histéresis más cuadrado son estudiados. Es observado que la deposición de la película delgada de Cu y el incremento de los espesores de las películas delgadas es asociada con la formación de otras fases permitiendo la aparición de las interacciones dipolares en bajos campos mostrado en las curvas ΔM .

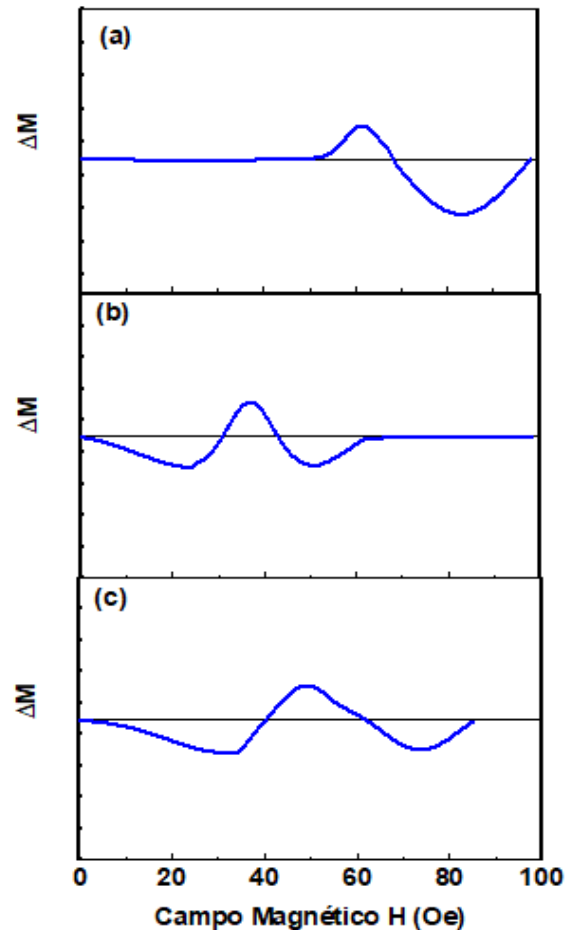


Figure 6.-Graficas ΔM vs Campo magnético para las películas delgadas de Ni, NiCu y FeCu obtenidas mediante electrodeposición.

AGRADECIMIENTOS Y/O RECONOCIMIENTOS

J. L. Hidalgo-González agradece al ITESHU por su apoyo para la participación en el congreso CONAINTE 2022.

REFERENCIAS

1. Almasi-Kashi M, Ramazani A, Kheyri F, Jafari-Khamse E, 2014 *Materials Chemistry and Physics* **144** 230e234
2. Batlle X, 2000 *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS* **87** 6 15
3. Hernando A, Rojo JM. Física de los materiales magnéticos. EDITORIAL SINTESIS, S.A,
4. Kuru H, Kockar H, Alper M. 2013 *J Supercond Nov Magn* **26** 779–784
5. Sahin T, Kockar H, Alper M. 2015 *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **373** 128–131
6. Tekgu A, Alper M, Kockar H, 2016 *J Mater Sci: Mater Electron* **27** 10059–10064
7. Tekgü A, Alper M, Kockar H. 2017 *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. **421** 472–476.

8. René J. M. van de Veerdonk, Xiaowei Wu, and Dieter Weller. 2002 *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS* **38** 5
9. Hidalgo J L, Botez C, Galindo JT, Matutes J A 2020 *Results in Phy.* **16** 102965.
10. Martínez-Huerta J M, Medina J D L T, Piraux L, Encinas A 2013 *J. Phys. Condens. Matter.* **25** 226003
11. Arteaga D J, Hidalgo J L, García J, Cruz, J. Palomares S A, Encinas A, Sánchez J L, Matutes J A, et al 2020 *J Supercond Nov Magn.* **33**, 2009.
12. Velázquez Galván Y, Martínez Huerta J M, Torre Medina J D L T, Danlée Y, Piraux L, Encinas A et al 2014 *J. Phys. Condens. Matter.* **26** 026001
13. Hidalgo J L, Botez C, Galindo J T, Matutes J A 2020 *J Supercond Nov Magn.* **33** 1543
14. Araujo E, Martínez Huerta J M, Piraux L, Encinas A 2018 *J Supercond Nov Magn.* **31** 3981
15. J.J. Hernández Cruz, J.L. Hidalgo González. Antiferromagnetic and Ferromagnetic Interactions from Thin Films of FeNi. *J Supercond Nov Magn* (2022). 35, Issue 7, 2015–2019.