



Producción y Caracterización de Estructuras de Co/Cu/Co Sobre Sustratos de Cu Mediante Deposición Electroquímica

B. Segura G.¹, A. Rosales-Rivera¹, A. L. Giraldo B¹, M. E. Rodríguez G²

¹Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados
Facultad de Ciencias Exactas y Naturales
Universidad Nacional de Colombia, Manizales, Colombia
²Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA)
Universidad Nacional Autónoma de México

Recibido 22 de Oct. 2007; Aceptado 15 de Oct. 2008; Publicado en línea 5 de Ene. 2009

Resumen

Se obtuvieron estructuras de Co/Cu/Co sobre sustratos de Cu usando la técnica de deposición electroquímica a través del control de la variación de parámetros tales como el número de procesos y la concentración del electrolito. En este trabajo se entiende proceso como el momento en el cual se logra la condición adecuada para la deposición de iones de una especie cuando se cambia el potencial de reducción entre un proceso y otro. La estructura y composición química de las estructuras obtenidas se analizaron por medio de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopia de Energía Dispersiva de rayos X (EDS), respectivamente. Su rugosidad y tamaño de grano se establecieron por medio de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM), el comportamiento magnético se obtuvo mediante el Microscopio de Fuerza Magnética (MFM). La aplicación de este tipo de estructuras se da en el desarrollo de sensores de campo magnético.

Palabras claves: Electrodeposición, magnetismo, procesos, cobalto, cobre.

Abstract

Co/Cu/Co structures on Cu substrates were obtained using the electrochemical deposition technique through parameters variation control such as the processes number and the electrolyte concentration. In this work, process is understood like the moment at which it is obtained the condition adapted for the ion deposition of a species when the reduction potential between the processes changes. The structure and chemical composition of the obtained structures were analyzed by means of Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS), respectively. The roughness and grain size settled down by means of Atomic Force Microscopy (AFM), the magnetic behavior was obtained by means of the Magnetic Force Microscopy (MFM). The application of this type of structures occurs in the development of magnetic field sensors.

Key Words: Electrodeposition, magnetism, processes, cobalt, copper.

© 2009 Revista Colombiana de Física. Todos los derechos reservados.

1. Introducción

Las técnicas de deposición física de vapor, tales como epitaxia de haces moleculares (MBE) y sputtering, han sido reconocidos como métodos muy convenientes para la preparación de películas de Co/Cu/Co a escala atómica [1, 2]. La

electrodeposición química, por su parte, se ha venido presentando como una opción para este propósito, debido a que se obtienen buenas características en las películas y además, es una técnica de bajo costo que no requiere sistemas de vacío y puede llevarse a cabo a temperatura ambiente [3, 4, 5, 6]. En este trabajo se prepararon películas de Co/Cu/Co

sobre sustratos de Cu a través de la técnica de electrodeposición química y se caracterizaron las películas a través de las técnicas de AFM, MFM, SEM, EEDX y Fotoacústica Diferencia de Barrido.

2. Experimental

Para experimento se utilizó una celda electroquímica de tres electrodos, electrodo de grafito actúa como referencia, electrodo de Ag/AgCl como contraelectrodo y el sustrato de Cu como electrodo de trabajo. El sustrato usado fue Cu electrolítico al 99.999%, pulido mecánicamente con papel de carburo de silicio con tamaño de grano entre 80µm y 600µm [7]. Se realizó ataque químico, con ácido sulfúrico

al 95.9%, ácido ortofosfórico al 85%; agua destilada y finalmente agua desionizada, considerando que cada una de las inmersiones, tanto en los ácido como en el agua, dura 5 minutos y entre cada etapa con ácidos fueron aclarados con agua destilada, este procedimiento se hace con el fin de activar la superficie antes de ser tratada [8]. Para preparar las películas de Co/Cu/Co, se utilizaron dos tipos de electrolitos, cuyo pH osciló entre 4.0 y 4.5. Las películas de Co y Cu fueron obtenidas alternando automáticamente el potencial aplicado al sustrato (electrodo del trabajo) entre - 0.227V para el Co y 0.337V para el Cu. Las características de crecimiento se resumen en la tabla 1.

Tabla No.1 Nomenclatura de las muestras

		Concentración	Número de Procesos	Nombre de la muestra
Condiciones de Crecimiento 1	Co(NO ₃) ₂ + 7H ₂ O	0.9M	750	1_750
	CuSO ₄ + 5H ₂ O	0.5M	1000	1_1000
	H ₃ BO ₃	0.4M		
Condiciones de Crecimiento 2	Co(NO ₃) ₂ + 7H ₂ O	1M	750	2_750
	CuSO ₄ + 5H ₂ O	0.025M	1000	2_1000

Las películas fueron caracterizadas por medio de AFM y SEM para establecer la topografía y morfología superficial, el comportamiento magnético fue analizado por medio de MFM, el análisis de composición química elemental fue realizado por EEDX y el tiempo de crecimiento característico mediante Fotoacústica Diferencia de Barrido.

3. Resultados y Análisis

Los resultados del análisis topográfico obtenido mediante AFM se muestran en la Fig 1 y los datos de la rugosidad de cada una de las muestras se calcularon mediante el software del equipo cuyos valores se presentan en la tabla 2; se establece que la rugosidad promedio y la rugosidad rms aumentan con el número de procesos; además, al agregar el ácido bórico (modificador de superficies) la superficie de la película se hace más lisa (Fig.1 a) [8]. En las Fig 1c y 1d existe mayor rugosidad rms en la superficie, con respecto a las Fig 1a y 1b, presentando una variabilidad entre el 3 y el 7% con respecto a la muestra 2_1000.

El tamaño de grano promedio de las muestras depende de las condiciones de crecimiento y de la superficie del sustrato. Para las muestras en análisis, se observa que en función del ácido bórico en el electrolito, el tamaño de grano aumenta en un 45% y 43% respectivamente en cada número de procesos. Adicionalmente, según los datos de tamaño de grano de la tabla 2, este también aumenta con el número de procesos, los cuales se encuentran en un 60% en el electrolito en presencia del ácido bórico y en un 43% en el electrolito en ausencia del ácido bórico. En las imágenes MFM (Fig.2) se observa la presencia de dominios magnéticos en todas las muestras, lo cual permite inducir que este material se puede usar en aplicaciones magnéticas. En las imágenes

se pueden ver cambios en las alturas y en los anchos de las muestras preparadas en presencia del ácido bórico. De igual forma, teniendo en cuenta el número de procesos con cada uno de los electrolitos, se observa que el ancho disminuye y la altura aumenta a medida que aumenta el número de procesos (tabla 2).

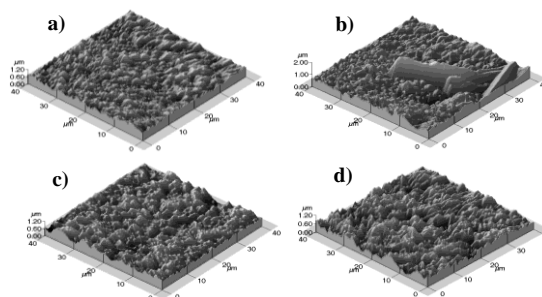


Fig.1 Imágenes MFA de las muestras a) 1_750, b) 1_1000, c) 2_750, d) 2_1000.

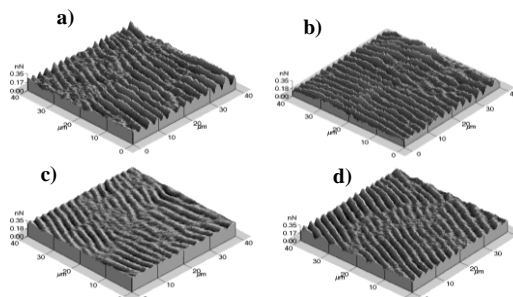


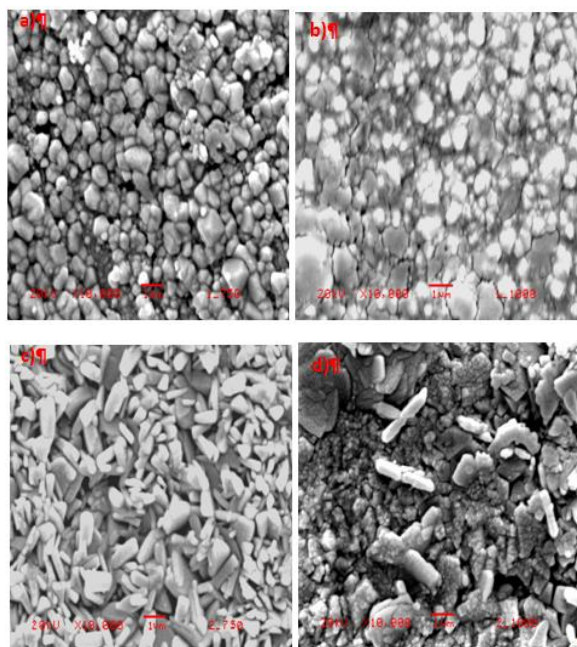
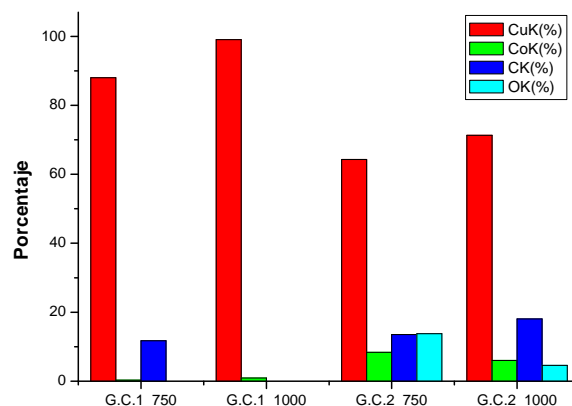
Fig. 2 Imágenes MFM de las películas a) 1_750 b) 1_1000 c) 2_750 y d) 2_1000.

Tabla No.2 Valor de la rugosidad, tamaño de grano, ancho y alto de los dominios magnéticos

MUESTRA	1_750	1_1000	2_750	2_1000
Rugosidad rms	0.103 μm	0.163 μm	0.154 μm	0.168 μm
Rugosidad Promedio	0.0832 μm	0.134 μm	0.125 μm	0.135 μm
Tamaño de grano	0.83 μm	0.909 μm	1.38 μm	2.134 μm
Ancho	2.81 μm	2.67 μm	2.67 μm	2.17 μm
Altura (Intensidad)	0.175nN	0.187nN	6.2*10 ⁻⁴ nN	0.131nN

En las películas preparadas en el electrolito con ácido bórico se observa mayor homogeneidad y sugiere un crecimiento de tipo granular (Fig.3 a) y b)), mientras que en las preparadas con el electrolito sin ácido bórico, el crecimiento de las películas presenta un comportamiento dendrítico, donde el crecimiento parece darse en diferentes direcciones de forma desordenada (Fig.3 c) y d)). Adicionalmente se puede observar que la homogeneidad de las películas depende del número de procesos, a un menor número de procesos mayor homogeneidad y viceversa.

En todas las muestras se pudieron identificar los elementos químicos presentes mediante EEDX, en donde la presencia del carbono y del oxígeno aparece en mayor proporción en las muestras preparadas en el electrolito con ácido bórico (Fig 4). La presencia de estos elementos puede deberse a la contaminación u oxidación que las muestras experimentan en el momento que son extraídas del electrolito y también, puede pensarse que la presencia del modificador disminuye la adherencia de dichos contaminantes. De acuerdo a la Fig

**Fig.3** Micrografías SEM de las películas a) 1_750 b) 1_1000 c) 2_750 d) 2_1000.**Fig.4** Porcentaje de elementos presentes en las muestras

4, se puede sugerir que el modificador inhibe los aportes de Co a las películas, debido a que se tiene un mayor porcentaje de este elemento en las películas preparadas sin ácido bórico. Esto también propone que las películas crecidas con electrolito y ácido bórico son más delgadas ya que la respuesta del sustrato (Cu) en proporción es mucho mayor.

Conclusiones

Se prepararon películas de Co/Cu/Co sobre sustratos de Cu a través de la técnica de electrodeposición química en electrolitos que contenían los iones de Co^{2+} y de Cu^{2+} . La rugosidad, el tamaño de grano y la altura (intensidad) de los dominios magnéticos crecen al aumentar el número de procesos, mientras que en el ancho de los dominios magnéticos disminuye. Además, se observó una dependencia de estos parámetros en presencia del ácido bórico en el electrolito, ya que disminuye la rugosidad superficial y el ancho y el alto de los dominios magnético de las muestras, siendo este ácido un modificador superficial, lo que hace pensar que favorece un crecimiento de tipo granular, mientras que en su ausencia es de tipo desordenado con comportamiento dendrítico. En el análisis elemental de las películas se observó que el porcentaje de Co disminuye al utilizar el electrolito con ácido bórico, lo que sugiere que este impide un mayor aporte del Co al sustrato; finalmente se encontraron elementos contaminantes (C y O) debido a la oxidación y/o contaminación que pudieron sufrir las muestras en el momento de ser extraídas de la celda.

Agradecimientos: Los autores agradecen a COLCIENCIAS y a la UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA, a la Universidad Nacional de Colombia, sede Manizales, por dar el espacio y la ayuda para el análisis AFM y MFM, a la M. en C. Alicia del Real y al Doc. Mario E. Rodríguez por proporcionar las instalaciones de SEM/EEDX en el Centro de Física Aplicada y Tecnología Avanzada (CFATA) de la UNAM, Querétaro, México.

Referencias

- [1] V. Weihnacht, L. Péter, J. Tóth, J. Pádár, Zs. Kerner, C.M. Schneider and I. Bakonyi. *J. Electrochem. Soc.* **150** (8) C507-C515 (2003).
- [2] L. Péter, A. Cziráki, L. Pogány, Z. Kupay, I. Bakonyi, M. Uhlemann, M. Eric, B. Arnold, T. Bauer and K. Wetzig. *J. Electrochem. Soc.* **148** (3) C168-C176 (2001).
- [3] Yukimi Jyoko, Satoshi Kashiwabara, Yasunori Hayashi. *J. Magn. Magn. Mater.* **165** (1997) 280-283
- [4] K. Liu, K. Nagodawithana, P. C. Searson, C. L. Chien. *Phys. Rev. B.* **51** (1995) 7381-7384
- [5] Y. Ueda, T. Houga, H. Zaman, A. Yamada. *J. Sol. Stat. Chem.* **147** (1999) 274-280
- [6] A. A. Pasa, M. L. Munford, E. Voltolini, L. Seligman, M. Sardela, M. L. Sartorelli. *J. Electrochem. Soc.* **2000** (2001) 137-147
- [7] Q.X. Liu, L. Peter, J. Tóth, L.F. Kiss, A. Cziráki, I. Bayonki. *J. Magn. Magn. Mater.* **280** (2004) 60-74
- [8] S.K.J. Lenczowski, C. Schönenberger, M.A.M. Gijs, W.J.M. de Jorge. *J. Magn. Magn. Mater.* **148** (1995) 455-465.