

Obtención y caracterización de películas delgadas del sistema NdFeB por *sputtering*

Production and characterization of thin films of NdFeB system by *sputtering*

Oyola Lozano, D.; Rojas Martínez, Y. A. y Bustos Rodríguez, H.¹

Resumen. En este trabajo reportamos las propiedades estructurales y magnéticas de películas del sistema $\text{Nd}_2(\text{Fe}_{100-x}\text{Nb}_x)_{14}\text{B}$ con $x=2$ producidas por pulverización catódica o *sputtering*. Las muestras se caracterizaron por espectrometría Mössbauer, difracción de rayos X y magnetometría de muestra vibrante. Se hace un estudio comparativo entre el blanco antes y después de interactuar con el plasma y la película obtenida. Con las condiciones usadas, las películas obtenidas presentan un comportamiento paramagnético con una estructura amorfa.

Palabras clave: Espectrometría Mössbauer, Aleamiento mecánico, *Sputtering*, Magnetometría, sistema NdFeB.

Abstract. In this paper we report the study of the structural and magnetic properties of system $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ film produced by *sputtering*. The samples were characterized by Mössbauer spectrometry, X-ray diffraction and vibrant sample magnetometry.

A comparative study is performed between the target before and after interacting with the plasma and the obtained film. Under the applied conditions, the obtained films show a paramagnetic behavior with an amorphous structure.

Key words: Mössbauer spectrometry, Mechanical alignment, Sputtering, magnetometry, system NdFeB.

1. INTRODUCCIÓN

Las películas delgadas de NdFeB han sido ampliamente investigadas por sus aplicaciones potenciales en dispositivos micromagnéticos, micromecánicos y dispositivos de registro de almacenamiento magnético (Yamashita *et al*; 1991; Lemke *et al*; 1995).

¹ Departamento de Física, Universidad del Tolima. doyola@ut.edu.co

Varios métodos tales como magnetron sputtering, epitaxia de haces moleculares y deposición por láser pulsado, han sido empleados para sintetizar películas delgadas de NdFeB (Cadjeu *et al*; 1986; Liu *et al*; 2002). Durante la deposición, parámetros tales como la estequiometría del blanco, la temperatura de deposición y rata de deposición, pueden afectar las propiedades estructurales y magnéticas de las películas.

En los últimos años, varios estudios sobre películas magnéticas producidas por *sputtering* se han realizado (Chen *et al*; 2006; Parhofer *et al*; 1996; Cherif *et al*; 2007). Aunque es posible depositar películas nanoestructuradas, es a menudo difícil controlar su estequiometría y sus propiedades (Cadieu *et al*; 1992).

En esta investigación, la técnica de crecimiento utilizada para depositar películas metálicas magnéticas delgadas a partir de blancos del sistema $\text{Nd}_2(\text{Fe}_{100-x}\text{Nb}_x)_{14}\text{B}$ con $x=2$ ha sido la pulverización catódica o *sputtering*, y se ha realizado un estudio comparativo de las propiedades magnéticas entre blanco antes y después de exponerlo al plasma, y de la película depositada.

En las pruebas de las que da cuenta este trabajo, se prepararon películas delgadas de $\text{Nd}_2(\text{Fe}_{100-x}\text{Nb}_x)_{14}\text{B}$ con $x=2$ por *sputtering*, y se realizó un estudio comparativo de las propiedades magnéticas entre el blanco antes y después de exponerlo al plasma, y de la película depositada.

2. DESCRIPCIÓN EXPERIMENTAL

Para la obtención de las muestras por *sputtering*, se construyó una cámara de acero quirúrgico inoxidable, la cual tiene cuatro brazos del mismo material acoplados con sellos de cobre para vacío (figura 1). La cámara está provista de dos electrodos de cobre, refrigerados con agua para evitar el sobrecalentamiento. Al cátodo se le acopló el blanco o *target*, material que se quiere depositar, y al ánodo el sustrato sobre el cual se depositaba la película. La pulverización catódica o *sputtering* consiste en el bombardeo con iones de un gas inerte (en nuestro experimento usamos Argón) sobre el blanco del material que se quiere depositar.

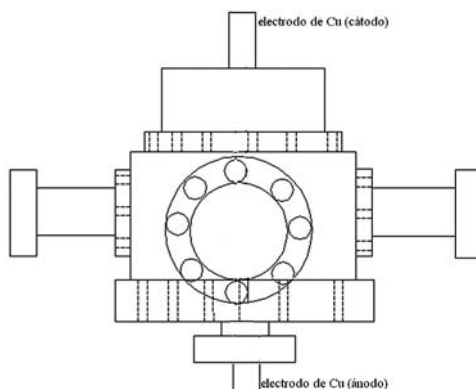


Figura 1. Esquema de la cámara para producir películas delgadas.

Antes de introducir el gas, se produjo vacío en la cámara para eliminar las impurezas. Los iones fueron acelerados mediante una diferencia de potencial suficiente como para poder arrancar átomos debido a un intercambio de momento lineal entre los iones y los átomos del blanco. Al trabajar con Ar, los iones que aparecen son Ar^+ por lo que para poder acelerarlos contra el blanco, éste tiene que actuar como electrodo negativo (cátodo), mientras que el sustrato estará conectado a tierra (ánodo). Para producir el plasma se usó Argón como gas de descarga. Se obtuvo un plasma estable a una diferencia de potencial de 400 voltios, corriente de 60 mA y presión de 2 mbar, y una separación de electrodos de 2 cm. Los espectros Mössbauer se obtuvieron a temperatura ambiente, usando un espectrómetro Mössbauer de transmisión con una fuente radioactiva de cobalto 57 inmersa en una matriz de rodio. Los espectros fueron ajustados con sextetos, distribución de campo hiperfino y dobletes, usando el programa MOSFIT (Teillet *et al*; 1980). Los difractogramas de rayos X fueron tomados a temperatura ambiente usando un difractómetro con fuente de $\text{Cu}/\text{K}\alpha$. Los espectros fueron refinados usando el programa Maud (Lutterotti *et al*; 1990).

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

La figura 2 se muestran los espectros Mössbauer a temperatura ambiente del blanco antes de que interactuara con el plasma (figura 2a), del blanco después de interactuar con el plasma (figura 2b), y de la película $\text{Nd}_2(\text{Fe}_{100-x}\text{Nb}_x)_{14}\text{B}$ con $x=2$ obtenida (figura 2c). El espectro del blanco fue ajustado con dos componentes antes de exponerlo al plasma (figura 1): un sexteto con un campo hiperfino de 33,1 T asociado a la fase α -Fe, y una distribución de campo hiperfino asociado a una fase desordenada a base de hierro, con un campo hiperfino medio de 27 T y un área espectral de 42%. El

ajuste para el espectro de la muestra del blanco después de exponerlo al plasma se ajustó con una componente: un sexteto con un campo hiperfino de 33,1 T asociado a la fase α -Fe. Para el espectro de la película obtenida se ajustó con dos dobletes. Los resultados de los parámetros hiperfinos se presentan en la tabla 1.

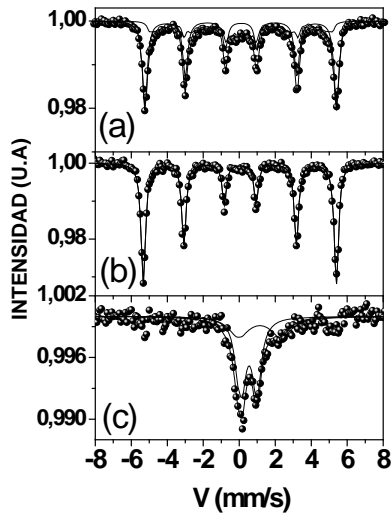


Figura 2. Espectros Mössbauer del blanco antes (a) y después (b) de interactuar con el plasma, y de la película depositada (c).

Muestra	Componente	δ (mm/s)	Γ (mm/s)	QS (mm/s)	HF (T)	Área (%)
Blanco antes de interactuar con el plasma.	Sexteto (α -Fe)	0,004	0,181	-0,029	33,1	58
	HFD	0,02			27,7	42
Blanco después de interactuar con el plasma.	Sexteto (α -Fe)	0,003	0.146	-0.020	33, 1	
Película.	Doblete 1	0,464	0,602	0,853	-----	64
	Doblete 2	1,051	1,266	2,249	-----	36

Tabla 1. Parámetros hiperfinos del blanco antes y después de interactuar con el plasma y de la película depositada.

En la figura 3 se muestra el patrón de rayos X de la película. La ausencia de picos nítidos de difracción indica una estructura amorfa.

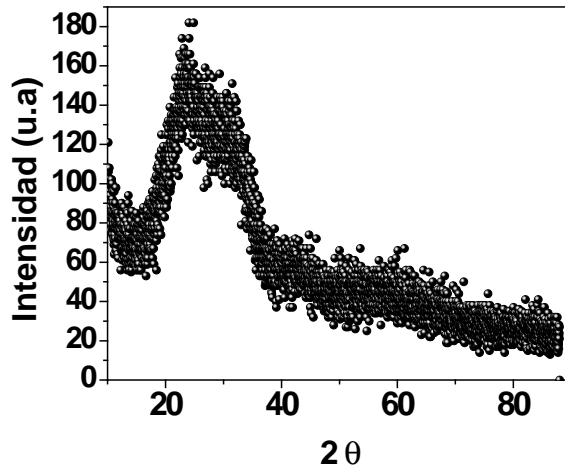


Figura 3. Espectro de difracción de rayos X de la película $Nd_2(Fe_{100-x}Nb_x)_{14}B$ con $x=2$.

El análisis de rayos X y espectrometría Mössbauer, indica que la película obtenida presenta una estructura amorfa con un comportamiento paramagnético.

En la figura 4 se muestra la curva de histéresis registrada a temperatura ambiente. Como se puede ver, no se observaron remanencia ni campo coercitivo. Se identificó un comportamiento paramagnético, lo cual está de acuerdo con los resultados obtenidos por espectrometría Mössbauer.

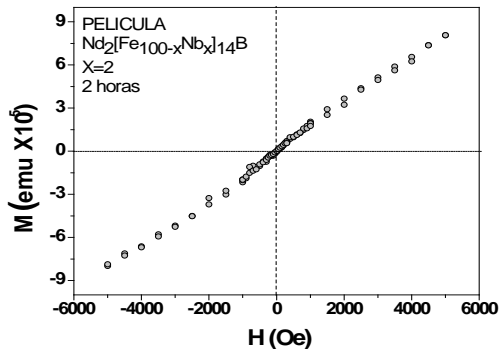


Figura 4. Curva de histéresis de la película $Nd_2(Fe_{100-x}Nb_x)_{14}B$ con $x=2$, producida por *sputtering*.

CONCLUSIONES


Se diseñó y construyó un sistema de pulverización catódica (*sputtering*) para obtener películas delgadas. En este trabajo se obtuvieron películas de $Nd_2(Fe_{100-x}Nb_x)_{14}B$

con $x= 2$. Como se ha comprobado, los difractogramas de difracción de rayos X de las películas obtenidas por *sputtering* a temperatura ambiente presentan una estructura amorfa. Los resultados obtenidos por espectrometría Mössbauer evidencian que la película presenta dos sitios paramagnéticos. Los ciclos de histéresis obtenidos confirman el comportamiento paramagnético de las películas estudiadas. Como lo confirman los resultados de difracción de rayos X y de espectrometría Mössbauer, las películas obtenidas por *sputtering* con estas condiciones no presentan la fase dura $Nd_2Fe_{14}B$ característica de este tipo de materiales. Estamos considerando estudios de tratamiento térmico a las películas para mejorar sus propiedades magnéticas.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos al Comité Central de investigaciones de la Universidad del Tolima por el apoyo financiero, al Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas por las medidas de histéresis.

BIBLIOGRAFÍA

- Cadieu F.J., (1992) Phys. Thin Films 16, p.145.
- Chen S.L., Liu W., Zhang Z.D., (2006). J. Magn. Magn. Mater. 302, 306
- Cherif S.M., Bouziane K., Roussigne Y., Al-Busaidy M., (2007) Materials Science and Engineering B 138,16–21
- Lemke H., Lang T., Göddenhenrich T., Heiden C., (1995) J. Magn. Magn. Mater. pp.148- 426.
- Liu W., Zhang Z.D., Liu J.P., Chen L.J., He L.L., Liu Y., Sun X.K., Sellmyer D.J. (2002.) Adv. Mater. 14, p. 1832.
- Lutterotti L. and.Scardi P. (1990) J. Appl. Crystallogr. pp. 23, pp. 246
- Parhofer S., Gieres G., Wecker J., Schultz L. (1996) J. Magn. Magn. Mater. 32,pp. 163
- Teillet J., Varret F.(1980). Mosfit program. Université du Maine.
- Yamashita S., Yamasaki J., Ikeda M., Iwabuchi N. (1991) J. Appl. Phys. 70, p. 6627. 

Referencia	Recepción	Aprobación
Oyola L.; D. Rojas Martínez; Y. A. y Bustos Rodríguez; H. Obtención y caracterización de películas delgadas del sistema ndfeb por sputtering. Revista Tumbaga (2009).	Día/mes/año 28/01/2009	Día/mes/año 27/02/2009