

## CONDUCTIVIDAD ELECTRICA Y FASES INTERMETALICAS EN BICAPAS DE Cu-Ni

Neil Torres López.

Grupo de Física de Materiales, Departamento de Física, Universidad del Atlántico, Km 7 antigua vía a Puerto Colombia, A.A. 1890, Barranquilla, Colombia, ntorres@uniatlantico.edu.co

**Resumen.** En este trabajo se presentan resultados sobre la detección de una fase intermetálica en bicapas de  $Cu - Ni$  producidas por deposición electrolítica de  $Ni$  sobre  $Cu$ , recocidas con láser de potencia de  $CO_2$  a diferentes velocidades de exposición. El análisis se hizo con las técnicas de Calorimetría Diferencial de Barrido Modulada ( $MDSC$ ) y Difracción de Rayos X ( $XRD$ ). Se midió la conductividad eléctrica de las bicapas, para lo cual se diseñó y construyó una fuente de corriente constante.

**Palabras Claves:** fases intermetálicas, conductividad eléctrica, láser de potencia, fuente de corriente.

**Abstract.** An intermetallic phase is formed by the action of a  $CO_2$  power laser on a Nickel film, deposited by electrolysis on a copper substrate. Some experimental results are reported, based in the results obtained by the following techniques: Differential Scanning Calorimetry Modulated and X-Ray Diffraction. It was measured the electrical conductivity of the bilayers, for something which was designed and built a source of constant current.

**Key- Words:** intermetallic phase, electrical conductivity, power laser, source of current.

## 1. Introducción

En muchas multicapas metálicas se han reportado la detección de fases intermetálicas, como en  $Al/Ni$  producidas en forma de películas delgadas y detectadas por  $DSC$  [1,2]. En este trabajo se presentan los resultados de una fase intermetálica detectada en bicapas de  $Cu - Ni$  producidas por deposición electrolítica de níquel sobre cobre y recocidas con un láser de  $CO_2$  de 140 *Watt* de potencia a diferentes velocidades de exposición. La detección se hizo por las técnicas de  $MDSC$  y  $XRD$  en la cual se muestra una fase llamada: *Cooper Nickel Catalyst Cu-Ni (79 pc Cu)*. Para la medición de la conductividad eléctrica se diseñó y construyó una fuente de corriente de 100 *mA*. Trabajos posteriores deberán mostrar mayores detalles de la estructura y concentración de las capas.

## 2. Detalles Experimentales y Resultados

Mediante el método de deposición electrolítica se depositó una película de níquel sobre un substrato de cobre, para lo cual se utilizó el electrolito Sulfanato de

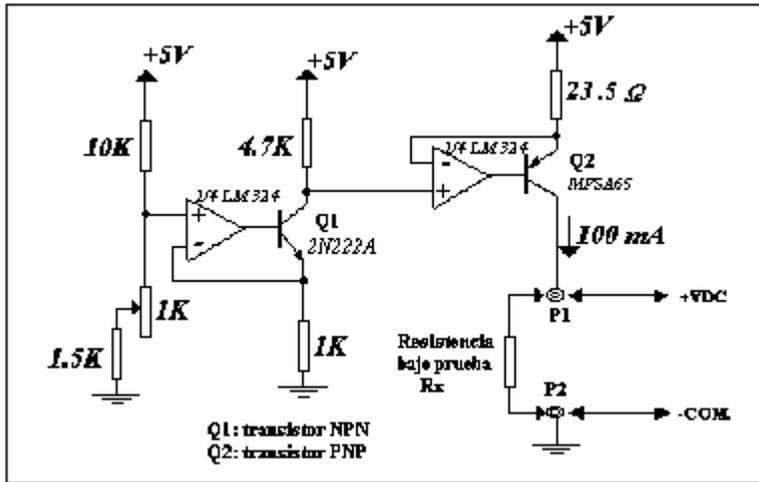


Figura 1: Diagrama esquemático del circuito de la fuente de 100 mA, entre los puntos  $P_1$  y  $P_2$  se coloca la lámina cuya conductividad se va a medir.

Níquel, la densidad de corriente se escogió de  $2,0 \text{ A/dm}^2$ . La lámina de cobre tiene un espesor de  $70 \mu\text{m}$  y el espesor del níquel depositado resultó de aproximadamente de  $30 \mu\text{m}$ , lo cual se determinó con un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

El recocido de las láminas se hizo con un láser de  $\text{CO}_2$  de 140 Watt , el cual trabaja con con un modo de descarga  $TEM_{00}$ , una frecuencia de pulso entre 0,1– 1,6 Hz y no es polarizado.

Para la medición de la conductividad de las bicapas de  $\text{Cu} - \text{Ni}$  , se diseño y construyó un dispositivo electrónico consistente en una fuente de corriente constante de 100 mA y un regulador de 5 V para su alimentación [3]; el diagrama electrónico de este dispositivo se muestra en la fig.1.

El circuito inyecta una corriente constante de 100 mA a la resistencia bajo prueba ( $R_x$ ), produciendo en la salida un voltaje DC directamente proporcional al valor de la resistencia.

Por la ley de Ohm se sabe que:

$$V_x = IR_x \tag{1}$$

Como en este caso la corriente es constante (100 mA) podemos escribir que el valor de la resistencia desconocida en términos de la lectura del multímetro digital utilizado, Digital Fluke 97:

$$R_x = FV_x \tag{2}$$

Donde el factor  $F$ , una vez calibrado el circuito es de  $F = 10 \frac{\Omega}{V}$ . La muestras se prepararon recortandolas en forma de rectángulos de  $13 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$  y colocandolas entre los puntos  $P_1$  y  $P_2$  de la fig. 1. Lo que realmente se mide por este

procedimiento es la resistencia cuadrada que viene dada por:  $R_x = R_{\square} = \frac{1}{\sigma t}$ , donde  $t = 100\mu m$  es el espesor de la lámina de Cu - Ni, por lo que la conductividad viene determinada por

$$\sigma = \frac{1}{tR_x} \quad (3)$$

Se tomaron tres muestras con las siguientes características:

$m_1$ : sin recocido láser

$m_2$ : con recocido láser cortada longitudinalmente a la huella del haz láser

$m_3$ : con recocido láser cortada transversalmente a la huella del haz láser

Los resultados de las mediciones son:

Muestra	Voltaje $V_x$ (V)	Resistencia $R_x$ ( $\Omega$ )	Conductividad ( $\Omega m$ ) <sup>-1</sup>
$m_1$	0.001	0.01	$10^6$
$m_2$	0.002	0.02	$0.5 \times 10^6$
$m_3$	0.002	0.02	$0.5 \times 10^6$

El análisis calorimétrico se realizó en forma modulada (*MDSC*) con un equipo *TA Instruments DSC 2820* [4]. En esta técnica, la muestra y el material de referencia están sujetos a un cambio de temperatura programado con precisión. Cuando ocurre una transición térmica (un cambio físico o químico que da lugar a una emisión o absorción de calor) en la muestra, se adiciona energía térmica bien sea a la muestra o a la referencia con el objeto de mantener ambas a la misma temperatura. Debido a que la energía transferida es exactamente equivalente en magnitud a la energía absorbida o producida en la transición, el balance de la energía proporciona una medición calorimétrica directa de la energía de transición. El flujo diferencial de calor hacia la muestra y a la referencia se monitorean mediante termopares; una sensibilidad calorimétrica constante permite obtener termogramas que señalan la temperatura en que se produce la transición y el área bajo la curva *MDSC* proporciona una medida directa del cambio de entalpia  $\Delta H$  para la transición.

Las muestra recocidas con láser con velocidades de exposición entre 120 – 350 *mm*/mín, con masas entre 12 – 15 *mg*, se empaquetaron en cobre para el análisis calorimétrico; las condiciones de trabajo fueron: intervalo de temperatura de calentamiento entre la temperatura ambiente y 600° *C*, se utilizó como gas de purga nitrógeno con flujo de 60 *cc*/mín. A cada una de las muestras se les repitió el calentamiento obteniéndose los mismos resultados, lo que garantiza la reversibilidad de la transición. En la fig. 2. se presenta, para una de las muestras, el resultado del termograma donde se señala la temperatura para la cual se produce la transición y el valor de la entalpia por unidad de masa  $\Delta H/m$ . Con la técnica de difracción de rayos X (*XRD*) se pudo identificar la fase previamente detectada con la técnica *MDSC*, para lo cual a las muestras se les removió parcialmente la capa de níquel con ácido nítrico y luego se colocaron sobre una placa de aluminio a fin de que estuvieran completamente planas para el análisis de rayos X. Para este análisis se utilizó un Difractómetro Philips tipo

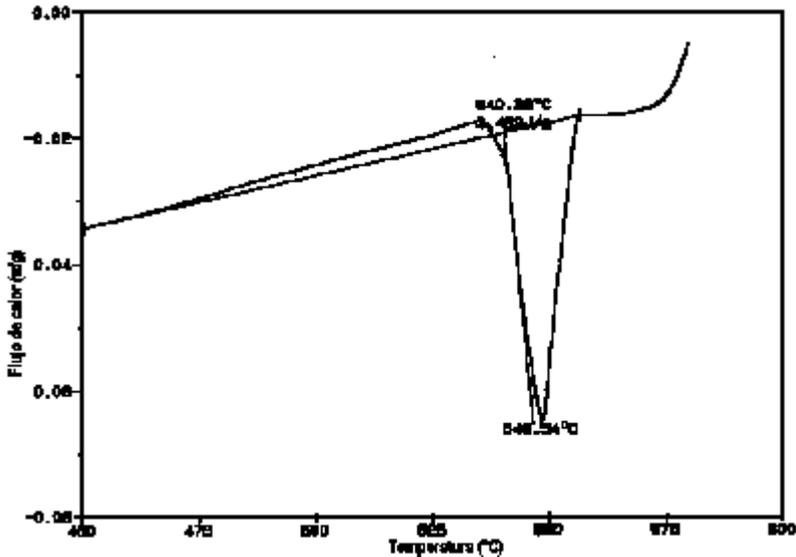


Figura 2: Termograma de una muestra de 12 mg y velocidad de recocido láser de 250 mm/mín.

*PW1710 BASED*, ánodo de cobre, voltaje de operación de 40 kV, corriente de 25 mA y longitud de onda de 1,54056 Å.

El difractograma de una de las muestras se presenta en la fig. 3; naturalmente, no se espera la presencia de líneas debidas a la estructura del cobre, pero si de níquel o de cualquiera otra estructura presente. Una vez consultado el catálogo, se identificaron los picos como de níquel y de la aleación llamada *Copper Nickel Catalyst Cu-Ni (79 pc Cu)* [5].

### 3. Conclusiones

La medición de la conductividad de las bicapas permitió encontrar un método útil y preciso, como es el de la fuente de corriente constante de 100 mA, diferente al tradicional de las cuatro puntas. Esta medición nos permite decir que la conductividad disminuye en un 50% con el recocido láser y que es independiente de la forma en que se cortan las muestras, transversal o longitudinal a la huella del haz láser. Esto se podría explicar diciendo que, cuando se forma la aleación el desorden en la estructura aumenta, por lo que la circulación de la corriente por estas bicapas recocidas se dificulta y por lo tanto disminuye su conductividad, de conocer la estructura cristalina de la aleación se podría obtener una mayor información que explicara este comportamiento.

A pesar de que la técnica de deposición electrolítica es bastante antigua permitió producir bicapas de *Cu – Ni* con el espesor adecuado para el recocido con láser

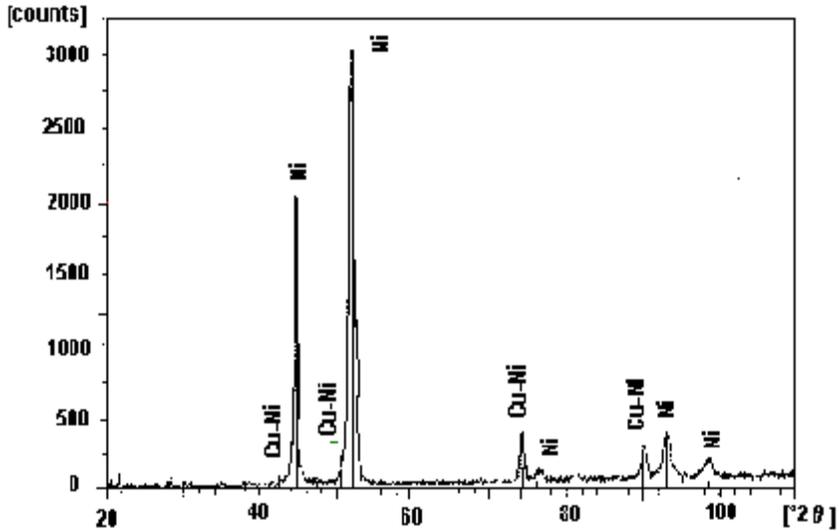


Figura 3: Difractograma de una muestra recocida con láser de  $CO_2$  a la velocidad de exposición de 250 mm/mín.

sin que se produjera la fusión del material. Aún deberá trabajarse más para dosificar en mejor forma la potencia, la velocidad de barrido de las láminas bajo el haz del láser y el gas de protección para poder lograr un óptimo recocido de las bicapas.

La detección de la fase intermetálica mencionada fue posible mediante la técnica *MDSC*, pues se presenta una transición de fase entre las temperaturas de  $538^\circ C$  y  $549^\circ C$ , para las diferentes muestras analizadas, no observándose variación significativa con la velocidad de exposición del láser.

La identificación de la fase intermetálica se realizó con la técnica *XRD* y se puede garantizar que se produce esta fase debido a que tanto en el recocido como en la deposición electrolítica hay energía suficiente para producir esta aleación o fase intermetálica, pues fue detectada también en las bicapas sin recocido láser. Se puede mejorar aún el análisis con esta técnica de darse una variación de la temperatura en el difractor.

Además, de la fase intermetálica detectada no se conocen trabajos que permitan conocer su estructura cristalina, así como también resultados experimentales para obtenerla. Se piensa que si se producen bicapas o multicapas por otros procedimientos como *Sputtering* o evaporación en vacío es posible obtener un mejor control sobre los parámetros de deposición y un mayor análisis de esta fase.

## Referencias

- [1] E. Ma, C.V. Thompson and Clevenger; *J. Appl. Phys.* **69**, 2211 (1991)
- [2] A.S. Edeltein, R.K. Everett, G.Y. Richardson, S.B. Qadri, E.I. Altman, J.C. Foley and J:H: Perepezko, *J. Appl. Phys.* **76**, 7850 (1994)
- [3] Hernandez Jorge E.; *Electrónica & Computadores*; Publicaciones Cedit S.A. **3**, 68 (1997)
- [4] *Modulated DSC Compendium. Basic Theory & Experimental Considerations; Thermal Analysis & Rheology*
- [5] *Inorganic Index to the Powder Diffraction File*, American Society for Testing and Materials, 1969