

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE FISICA

RESISTIVIDAD ELECTRICA DEL
NIQUEL EN
CAPAS DELGADAS ALREDEDOR
DEL PUNTO DE CURIE

TESIS PRESENTADA A LA FACULTAD DE CIENCIAS
PARA OPTAR EL TITULO DE
LICENCIADO EN FISICA

HORACIO ANTONIO MERLOS LACAYO


1981

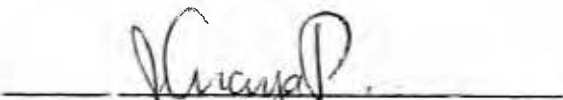
RESISTIVIDAD ELECTRICA DEL NIQUEL
EN CAPAS DELGADAS ALREDEDOR
DEL PUNTO DE CURIE


Tesis de Licenciatura presentada por Horacio Antonio Merlos Lacayo,
el día *viernes 20 de febrero* de 1981 a la Facultad de Ciencias de
la Universidad de Costa Rica, como requisito para optar el grado de
Licenciado en Física.

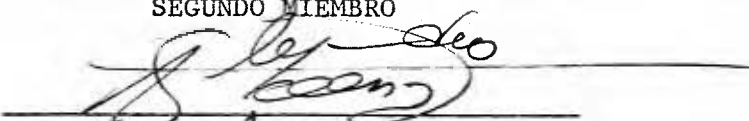
Director de Tesis: José Alberto Araya P., M.S.

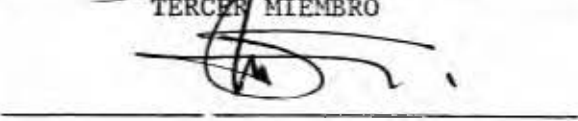
Tribunal integrado por:



PRESIDENTE


PRIMER MIEMBRO


SEGUNDO MIEMBRO


TERCER MIEMBRO


CUARTO MIEMBRO


SECRETARIO

A mis queridos Padres,

A mi esposa, Betulia,

A mis hijos.

AGRADECIMIENTO

Agradezco al profesor José Alberto Araya P., M.S., por las sugerencias y orientación en el tema del presente trabajo; a la vez por su estímulo y ayuda que hizo posible la culminación de este experimento.

Dejo constancia de agradecimiento a las siguientes instituciones:

Organización de Estados Americanos, por el equipo cedido.

Centro de Informática de la Universidad de Costa Rica, por el procesamiento de datos.

Fábrica Miller e hijos, por la donación del nitrógeno.

Laboratorio Técnico de Física: Francisco Vargas A. y Efrén Chinchilla por su cooperación en el diseño y construcción del equipo experimental.

Laboratorio de Física Nuclear: Alfonso Salazar M., M.S. por la colaboración en la medición del espesor de las muestras.

Colegio Técnico Industrial de Calle Blancos, Departamento de Dibujo Arquitectónico, por la contribución en la confección de los dibujos y gráficos.

De manera muy especial a los profesores Neville Clark B., M.S., Alejandro Sáenz R., M.S., por su valiosa revisión de este trabajo. Así mismo a la profesora Sandra Salazar, por las sugerencias ofrecidas en la redacción, a Víctor Chanto A. M.S. y Alvaro Aviles V., Lic., por la ayuda en los programas.

INDICE

Tribunal	i
Dedicatoria	ii
Agradecimiento	iii
Introducción	1
Capítulo I CONDUCTIVIDAD ELECTRICA DE LOS METALES DE TRANSICION	2
1.1 Resistividad eléctrica de un material masivo	2
1.2 Resistividad eléctrica de películas delgadas metálicas	4
1.3 Dependencia de la resistividad eléctrica con el grosor de la película	4
1.4 Bandas de energía	10
1.5 Ecuación de Langevin del paramagnetismo y ley de Curie	13
1.6 Ley de Curie - Weiss	14
1.7 Teoría de Valenta	18
1.8 Resistencia de los metales de transición	20
Capítulo II EQUIPO Y DISEÑOS EXPERIMENTALES	25
2.1 Sistema de vacío para la formación de las películas	25
2.2 Cámara de evaporación y de recubrimiento del monóxido de silicio	25
2.3 Sistema de mascarillas	27
2.4 Cámara de vacío para la medición de la resistencia eléctrica de las muestras.	27
2.5 Horno de alta temperatura	27
2.6 Fuente de poder.	30
2.7 Amperímetros.	30
2.8 Voltímetros.	31
2.9 Espesor de las muestras	31
2.10 Sustrato	32

2.11 Microscopio de medición	32
Capítulo III PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	33
3.1 Preparación del sustrato	33
3.2 Preparación de los contactos eléctricos de la película	33
3.3 Evaporación de las muestras sobre el sustrato	34
3.4 Medida de la resistencia eléctrica.	34
3.5 Cálculo de la resistividad eléctrica	36
3.6 Cálculo de la resistividad reducida	40
3.7 Determinación de la temperatura de Curie de las muestras	40
3.8 Medición de la temperatura	41
Capítulo IV RESULTADOS Y CONCLUSIONES	42
4.1 Resistencia eléctrica en el proceso de recocido	42
4.2 Resistividad reducida en función de la temperatura para $T > \theta_D$	46
4.3 Oxidación de las muestras	49
4.4 Variación de la resistividad eléctrica en función del grosor de las muestras	49
4.5 Variación de la temperatura de Curie con el espesor de las muestras	62
SUGERENCIAS	64
APENDICE A	65
APENDICE B	67
APENDICE C	68
BIBLIOGRAFIA	69

INTRODUCCION.

El presente trabajo experimental tiene como meta primordial la determinación del punto de Curie del níquel en capas evaporadas al vacío, con gruesos comprendidos entre 42 y 300 Å por medio de medidas de la resistividad eléctrica para temperaturas mayores que la temperatura de Debye ($\theta_D = 375^\circ\text{K}$).
450

Existen dos teorías para explicar el cambio en la temperatura de Curie en función del grueso en muestras ferromagnéticas; la de Klein y Smith {1} y la de Valenta {2}, las cuales son adecuadas para temperaturas bajas y altas respectivamente. Sin embargo medidas experimentales de la temperatura de Curie en níquel llevadas a cabo por G. Goureaux y A. Colombani {3} parecen concordar con las predicciones teóricas de Klein y Smith.

En el presente trabajo se ha mejorado la técnica experimental empleada especialmente en lo que se refiere a la oxidación de las muestras.

Los resultados obtenidos concuerdan favorablemente a lo predicho por el modelo de Valenta.

Otros aspectos estudiados incluyen cambios en la resistencia eléctrica durante el proceso de recocido provocados por variaciones en la estructura, además el comportamiento del monóxido de silicio como protector de las capas a la oxidación y la variación de la resistividad eléctrica en función tanto de temperatura como del espesor.

CAPITULO I

CONDUCTIVIDAD ELECTRICA DE LOS METALES DE TRANSICION

1.1- Resistividad eléctrica de un material masivo.

Drude y Lorentz consideran la conducción en un material masivo en términos de un gas de electrones {4} . Dicha teoría predice la relación entre las conductividades térmicas y eléctricas a temperaturas no muy bajas, pero falla cuando se aplica a consideraciones del calor específico.

Posteriormente Sommerfeld resuelve el problema no explicado por el modelo anterior, introduciendo la estadística de Fermi-Dirac a los electrones libres en un material, de lo que resulta la siguiente ecuación para la resistividad ρ_0 de un material masivo:

$$\rho_0 = \frac{m^* \bar{V}_f}{ne^2 \ell} \quad (1)$$

donde \bar{V}_f es la velocidad media del electrón en la superficie de Fermi, m^* representa la masa eficaz de un electrón, e , es la carga del electrón, ℓ recorrido libre medio, n el número de electrones por unidad de volumen. Para el caso en que la superficie de Fermi {5} es esférica n resulta ser:

$$n = \frac{8 \pi}{3} \left(\frac{m^* \bar{V}_f}{h} \right)^3 \quad (2)$$

donde h es la constante de Planck. El recorrido libre medio ℓ del electrón, es la distancia media recorrida antes de perder toda su velocidad, la cual se define como: {6}

$$\lambda = \bar{V}_f \tau \quad (3)$$

donde τ es el tiempo de relajación.

La resistividad eléctrica de un material masivo, se debe a dos clases de mecanismos de los portadores de carga {7}

- a) dispersión por imperfecciones causadas por los movimientos térmicos de los iones.

Al tomar en cuenta este tipo de dispersión, se pueden hacer cálculos del tiempo de relajación, a partir de los métodos de la mecánica cuántica, resultando para $T > \theta_D$ {8} , inversamente proporcional al desplazamiento medio cuadrático de los iones, así:

$$\frac{1}{\tau} \propto \langle x^2 \rangle_{m.c} \propto \left(\frac{T}{M \theta_D^2} \right) \quad (4)$$

donde M es la masa de un átomo, θ_D es la temperatura característica de Debye y T la temperatura absoluta.

- b) dispersión por los defectos de la red, tales como: impurezas de átomos, vacantes de átomos, dislocaciones, etc.

La regla de Matthiessen separa las contribuciones a la resistividad en dos términos ρ_T y ρ_i correspondientes a los mecanismos establecidos, así:

$$\rho = \rho_T + \rho_i \quad (5)$$

1.2 Resistividad eléctrica de películas delgadas metálicas.

Para el caso de películas metálicas {9} Bloch considera otro componente más en la resistividad de un metal, que se debe a la dispersión de los electrones por la frontera del metal, o sea, debido a los efectos que el contorno establece en el recorrido libre medio.

Cuando se trata de una muestra cuyas dimensiones son grandes comparadas con el recorrido libre medio, esta componente es muy pequeña {10} y puede despreciarse frente a otras contribuciones a la resistividad.

En películas metálicas esta componente de la resistividad que llamaremos ρ_b es por lo tanto dependiente del grosor de la película. Así la regla de Matthiessen la reescribimos como:

$$\rho = \rho_T + \rho_i + \rho_b \quad (6)$$

1.3 Dependencia de la resistividad eléctrica con el grosor de la película.

Thomson {11} , fue el primero en sugerir que este efecto era debido a la limitación del recorrido libre medio de los portadores, por el tamaño de la muestra.

Los resultados que Thomson obtuvo para la conductividad σ de una película relativa a la de la muestra masiva es:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = \frac{K}{2} \log \frac{1}{K} + \frac{3K}{4} \quad (7)$$

en donde σ , es la conductividad de una película delgada de grosor d , σ_0

es la conductividad del metal masivo y K es la razón del grosor d con el recorrido libre medio ℓ , del electrón en el material masivo ($K = d/\ell$). En la ecuación (7) se supone que la dispersión de electrones en la superficie es difusa, es decir, independiente del ángulo con el cual ellos llegan a la superficie {12}.

Fuchs y Sondheimer han hecho uso de la ecuación de Boltzmann para describir los procesos que nos interesan.

Consideremos la ecuación de Boltzmann para una función de distribución f , la cual representa el número medio de portadores de carga, cuyo centro de masas en el instante t está situado entre \vec{r} y $\vec{r} + d\vec{r}$ y que tienen una velocidad entre \vec{v} y $\vec{v} + d\vec{v}$ {13} definida en términos de tres coordenadas de posición y tres de velocidad, o sea:

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \ddot{x} \frac{\partial f}{\partial \dot{x}} + \ddot{y} \frac{\partial f}{\partial \dot{y}} + \ddot{z} \frac{\partial f}{\partial \dot{z}} + \dot{x} \frac{\partial f}{\partial x} + \dot{y} \frac{\partial f}{\partial y} + \dot{z} \frac{\partial f}{\partial z} = \left(\frac{\partial f}{\partial t} \right)_{\text{Colisión}} \quad (8)$$

donde $\frac{\partial f}{\partial t}$ es el cambio de la función f con el tiempo, $\left(\frac{\partial f}{\partial t} \right)_{\text{Colisión}}$ es el cambio de la función de distribución debido a los procesos de colisión.

Para nuestro caso la ecuación de Boltzmann se reduce a {14}

$$\dot{z} \frac{\partial f}{\partial z} - \frac{e E}{m} \frac{\partial f}{\partial \dot{x}} = \left(\frac{\partial f}{\partial t} \right)_{\text{Colisión}} \quad (9)$$

el término $\left(\frac{\partial f}{\partial t} \right)_{\text{colisión}}$ de la ecuación (9) es expresado como {15} , {16}

$$\left(\frac{\partial f}{\partial t} \right)_{\text{colisión}} = - \frac{(f - f_0)}{\tau} \quad (10)$$

donde τ es el tiempo de relajación requerido para que la función f , sea remitida al estado de equilibrio estacionario f_0 . Así la ecuación (9) se puede escribir:

$$\dot{z} \frac{\partial f}{\partial z} - \frac{e E}{m} \frac{\partial f}{\partial \dot{x}} = - \frac{(f - f_0)}{\tau} \quad (11)$$

cuya solución es planteada como la suma de dos funciones, una para el estado de equilibrio f_0 y la otra $f_1(\vec{v}, z)$ que es dependiente del vector velocidad y posición. Así f se expresa como:

$$f = f_0 + f_1(\vec{v}, z) \quad (12)$$

Sustituyendo la ecuación (12) en (11) se obtiene

$$\dot{z} \frac{\partial f_1}{\partial \dot{z}} + \frac{f_1}{\tau} = \frac{e E}{m} \frac{\partial f_0}{\partial \dot{x}} \quad (13)$$

la cual tiene soluciones de la forma

$$f_1 = \frac{e E \tau}{m} \frac{\partial f_0}{\partial \dot{x}} (1 - e^{-z/\tau \dot{z}}) \quad \dot{z} > 0 \quad (14)$$

y

$$f_1 = \frac{eE\tau}{m} \frac{\partial f_0}{\partial \dot{x}} (1 - e^{-(d-z)/\tau \dot{z}}) \quad \dot{z} < 0 \quad (15)$$

La componente z de la densidad de corriente está dada por:

$$j = -e \iiint \dot{x} f_1 d\dot{x} d\dot{y} d\dot{z} \quad (16)$$

y la densidad de corriente total J , en la película se obtiene integrando la ecuación (16) con respecto a z . Esta integral se resuelve más fácilmente en coordenadas polares donde θ está definida por:

$$\dot{z} = v \cos \theta \quad (17)$$

la densidad de corriente J_0 para el caso de un material masivo, se encuentra cuando $z \rightarrow \infty$ en la ecuación (16).

Usando la ley de Ohm $\vec{J} = \sigma \vec{E}$ se obtiene la razón de las conductividades σ de la película y la del material masivo σ_0 , o sea:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = 1 - \frac{3}{2k} \int_1^\infty \left(\frac{1}{T^3} - \frac{1}{T^5} \right) (1 - e^{-kT}) dT \quad (18)$$

donde T es la variable de integración dada por:

$$T = \frac{1}{\cos \theta} \quad (19)$$

Las formas límites de la ecuación (18), se obtienen {17} cuando:

a) $k \gg 1$

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = 1 - \frac{3}{8k} \quad (20)$$

b) $k \ll 1$

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = \frac{3k}{4} \left(\ln \frac{1}{k} + 0.423 \right) \quad (21)$$

Se puede observar que la condición a) se obtiene para temperaturas altas.

La teoría expuesta anteriormente puede ser modificada, introduciendo un parámetro P , que es el coeficiente que mide el tipo de reflexión, correspondiendo a $P = 1$ la reflexión especular en la parte interna de la superficie y $P = 0$ para reflexión difusa, la cual corresponde al caso ya considerado. Entonces P corresponderá a la fracción de electrones que son especularmente reflejados.

Por lo tanto, la consideración del parámetro P modifica las condiciones de frontera y las ecuaciones (14), (15) y (16), resultando para la ecuación (18) una expresión más general:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = 1 - \frac{3}{2k} (1 - P) \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{T^3} - \frac{1}{T^5} \right) \frac{1 - e^{-kT}}{1 - Pe^{-kT}} dT \quad (22)$$

la que se reduce a la ecuación (18) en el caso particular en que $P = 0$ y a un valor de 1 cuando $P = 1$ para el cual la superficie no parece influir en el comportamiento de los electrones.

La ecuación (22) se transforma en:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = 1 - 3 \frac{(1 - P)}{8 k} \quad k \gg 1 \quad (\text{películas gruesas}) \quad (23)$$

y

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = \frac{3k (1 + P)}{4 (1 - P)} \ln \frac{1}{k} \quad k \ll 1 \quad (\text{películas delgadas}) \quad (24)$$

Los resultados numéricos de la resistividad de una película, como una función de k y P ha sido dada por Sondheimer, Soffer, Brändli y Cotti y se muestran en la figura 1.1 {18} {19}

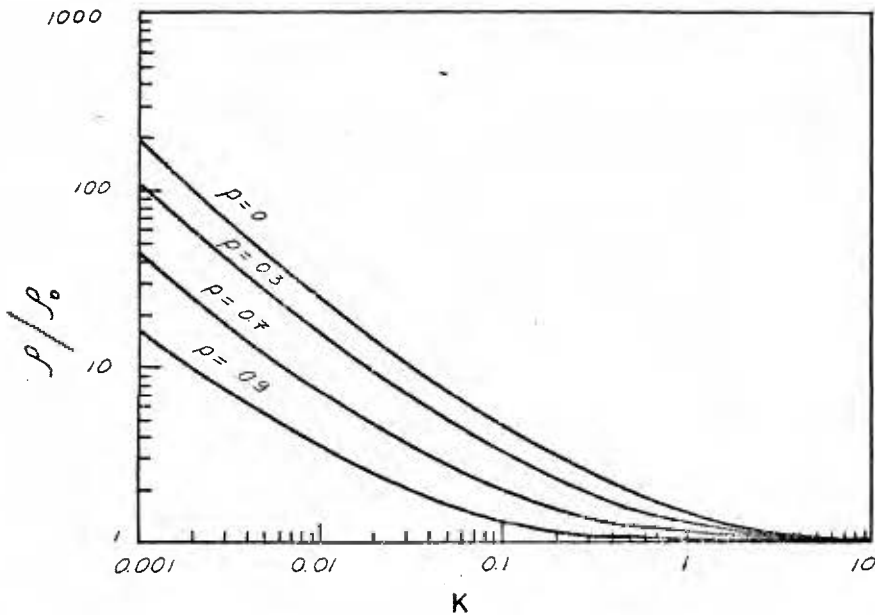


Fig. 1.1

1.4 Bandas de energía

El modelo de electrones libres no nos permite explicar entre otras propiedades de los sólidos, la diferencia entre conductores y aisladores, por lo cual se necesita ampliar este modelo, teniendo presente el ordenamiento periódico de los átomos en la red. Dicho ordenamiento puede representarse por un potencial periódico el cual dará lugar a las bandas electrónicas.

Los electrones en los cristales están distribuidos en bandas de energía, las cuales están separadas por zonas para las cuales no hay orbitales electrónicos. Estas zonas se conocen con el nombre de bandas prohibidas.

Si las bandas de energía permitidas están llenas, el cristal se comporta como un aislador; dado que los portadores de carga no pueden efectuar transiciones que contribuyan a la densidad de corriente. Si una o más bandas están parcialmente llenas, el cristal actuará como un conductor y su comportamiento es de semiconductor, si con excepción de una o dos están ligeramente vacías y el resto ocupadas.

Los electrones en los cristales responden a los campos eléctricos o magnéticos aplicados como si tuvieran una masa eficaz m^* , que resulta de la interacción de los portadores de carga con la red. Así esta masa presenta la peculiaridad de ser mayor o menor que la masa del electrón libre.

Para el modelo de electrones libres los valores permitidos de la energía de ellos, puede calcularse resolviendo la ecuación de Schrödinger, independiente del tiempo en una dimensión, resultando para la energía E la

expresión {20}

$$E = \frac{\hbar^2 k^2}{2m} \quad (25)$$

donde k es el vector de onda. Los valores para la energía obtenidos, son distribuidos de manera continua de cero a infinito, o sea los niveles de energía de un electrón libre no están cuantizados.

Si consideramos el electrón moviéndose en una caja monodimensional, de anchura L , de paredes infinitas, resulta que la energía del electrón en el interior de la caja está dada por {21}

$$E = \frac{\hbar^2 \pi^2 n^2}{2mL^2} \quad (26)$$

De ésta se concluye que si L es del orden de las dimensiones atómicas, los niveles de energía son discretos y están cuantizados separados por amplias regiones prohibidas.

La figura 1.2 muestra una serie de átomos colocados entre paredes de un potencial periódico, de una red lineal monoatómica de la que se pueden deducir dos aspectos importantes {22}

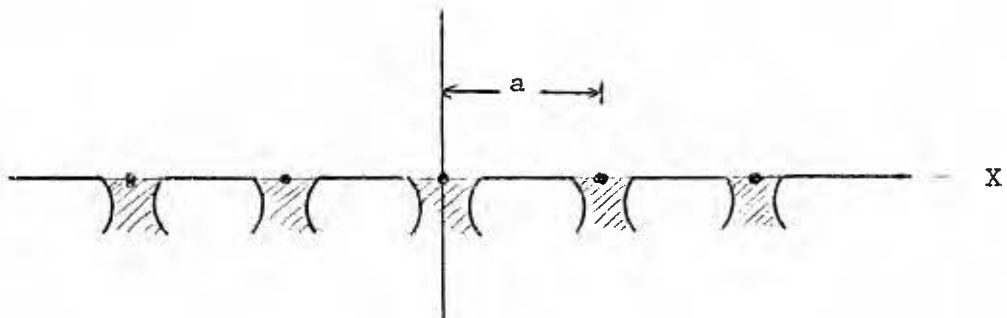


Fig. 1.2

- a) si las barreras de potencial entre cada átomo se anulan, resultarían bandas solapadas obteniéndose niveles de energía continuo, que van desde cero hasta infinito, el cual sería el caso del electrón libre.
- b) si las barreras entre átomos son infinitas, tendríamos el caso de el electrón encerrado en una caja, por lo cual los valores de la energía serán discretos.

La figura 1.3a representa la energía E en función del vector de onda k para un electrón libre y figura 1.3b representa la energía E en función del vector k de un electrón en una red monoatómica lineal de parámetro a ; esta representación es para electrones casi libres con una banda prohibida de energía en $k = \pm \frac{\pi}{a}$. Es costumbre utilizar los valores de k en la primera banda entre $-\frac{\pi}{a}$ y $\frac{\pi}{a}$ y es llamada primera zona de Brillouin de esta red.

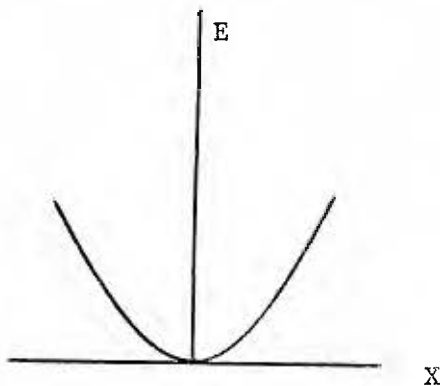


Fig. 1.3a

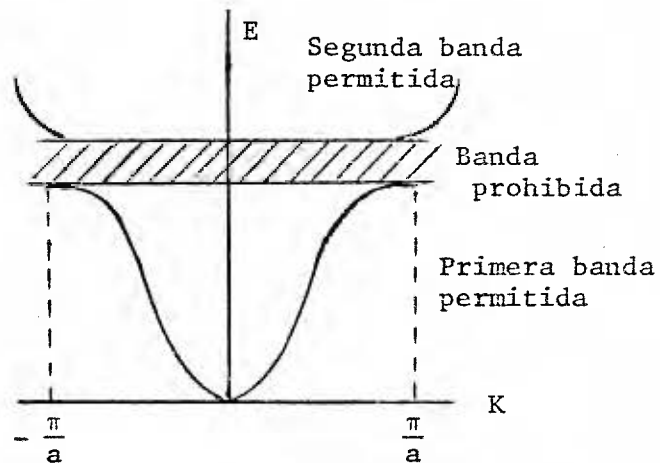


Fig. 1.3b

Los niveles electrónicos de los átomos de un sólido, están ocupados de acuerdo con el principio de exclusión de Pauli, por lo que no pueden ocupar un mismo nivel más que dos electrones con espines opuestos. Entonces cada banda aloja un máximo de electrones $2n$ veces el número de átomos. Las bandas pueden estar ocupadas en parte o totalmente llenas, dichas situaciones son representadas en la figura 1.3b. Las dos situaciones son de gran interés en las propiedades relacionadas con el transporte de carga del sólido.

Las bandas electrónicas llenas no pueden conducir la corriente eléctrica, debido a que la aplicación de un campo externo, no altera la distribución de los electrones, ya que en el potencial de red en una banda llena, cada electrón está sometido a un campo interno muy intenso del orden de 10^{10} Vm^{-1} . Debido a lo anterior, un campo externo que sea menor que el interno, no logra cambiar la estructura de la banda electrónica. Un cristal que sólo tenga bandas llenas, es un aislante perfecto como se mencionó anteriormente.

1.5 Ecuación de Langevin del paramagnetismo y Ley de Curie.

Sea un medio que contiene N átomos por unidad de volumen, cada uno con un momento magnético u . En un campo magnético B , cada momento magnético u tiene una energía de interacción dada por:

$$U = - \vec{u} \cdot \vec{B} \quad (27)$$

la cual supone que no hay interacción entre dipolos magnéticos.

La energía de interacción de la ecuación (27) origina una magnetización dada por:

$$M = N u \left[\operatorname{ctnh} x - \frac{1}{x} \right] \quad (28)$$

donde $x = \frac{uB}{k_b T}$ y k_b es la constante de Boltzmann. Para $uB \ll k_b T$ resulta la ecuación (29) que es la llamada ley de Curie.

$$M = N u L(x) = \frac{Nu^2 B}{3k_b T} \quad (29)$$

1.6 Ley de Curie - Weiss

Arriba de la temperatura de Curie T_c las sustancias ferromagnéticas se comportan como cuerpos paramagnéticos. Estos obedecen sin embargo la ley de Curie, en la cual la susceptibilidad χ es inversamente proporcional a la temperatura absoluta T . En las sustancias ferromagnéticas por encima de la temperatura de Curie T_c en vez de la temperatura absoluta T interviene el exceso de temperatura por encima de T_c . Entonces por arriba del punto de Curie, se tiene que la expresión que da la variación observada de la susceptibilidad en la región paramagnética es:

$$\chi = \frac{C}{T - T_c} \quad (30)$$

donde: $T_c = C \lambda$ (31)

resultado al que se llega teniendo presente la existencia de la interacción interna, entre los dipolos magnéticos, llamada comunmente como campo de canje o campo molecular B_e , y ella es directamente proporcional a la magnetización,

$$\vec{B}_e = \lambda \vec{M} \quad (32)$$

donde λ , es una constante independiente de la temperatura.

De acuerdo a la ecuación (32) cada espin experimenta la magnetización media debida a todos los otros espines. En realidad sólo puede sufrir la influencia de sus vecinos próximos.

De la ecuación (31) y de la definición de la constante C de Curie dada por {23}

$$C = \frac{NS(S + 1)g^2 u_b^2}{3k_b} \quad (33)$$

donde:

g : es el factor de descomposición espectral y representa la relación entre el número de magnetones de Bohr y el momento angular expresado en unidades μ .

u_b : magnetón de Bohr, el cual es igual prácticamente al momento magnético de un electrón libre.

N : número de átomos por unidad de volumen

S : valor de espin

Podemos encontrar el valor de la constante λ del campo medio, sustituyendo el valor de C en la ecuación (31), resultando:

$$\lambda = \frac{3k_b T_c}{Ng^2 S(S+1)u_b^2} \quad (34)$$

El campo de canje, da una representación aproximada de la interacción de canje en la mecánica cuántica. Se puede demostrar {24} que bajo ciertas hipótesis, la energía de interacción de átomos i, j contiene un término de la forma,

$$U = - 2 J \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (35)$$

donde:

J : es la integral de canje

\vec{S}_i : representa el espín del átomo i

\vec{S}_j : es el valor del espín del átomo j

La distribución de carga de un sistema de dos espines depende de que estos sean paralelos o antiparalelos, ya que el principio de exclusión de Pauli no permite que dos electrones con el mismo espín ocupen el mismo lugar al mismo tiempo. Pero no excluye dos electrones de espín opuesto. Entonces, la energía electrostática de un sistema depende de la orientación relativa de los espines. La diferencia de energía define la energía de canje, que para el caso de dos electrones puede escribirse en la forma,

$$U = - 2 J \vec{S}_1 \cdot \vec{S}_2 \quad (36)$$

Seguidamente se establece la relación aproximada entre la integral de canje J y la constante de canje λ . Consideremos un átomo que tiene z vecinos más próximos, conectados cada uno con el átomo central por la interacción J . Para vecinos muy distantes tomaremos $J = 0$. La energía

necesaria para invertir el espín, considerado en presencia de todos los otros espines, se escribe no tomando en cuenta las componentes de \vec{S} , perpendiculares a la magnetización media como:

$$U = 4 J z S^2 \quad (37)$$

o como,

$$U = 2 u \lambda M_S \quad (38)$$

la cual se transforma considerando $M_S = \frac{u}{\Omega}$ y conociendo que $u = g S u_b$ en:

$$U = \frac{2 g^2 S^2 u_b^2 \lambda}{\Omega} \quad (39)$$

donde:

S : representa el valor medio de \vec{S} en la dirección de la magnetización

Ω : tiene el valor del volumen atómico

Igualando ecuaciones (37) y (39), se tiene:

$$\lambda = \frac{2 J z \Omega}{g^2 u_b^2} \quad (40)$$

y teniendo presente que $\Omega = \frac{1}{N}$, se obtiene al comparar las ecuaciones (34) y (40), el resultado de la teoría del campo medio,

$$J = \frac{3k_b T_c}{2zS(S+1)} \quad (41)$$

donde se concluye que:

$$T_c = \frac{2zS(S+1)J}{3k_b} \quad (42)$$

1.7 Teoría de Valenta

La teoría de ondas de espín fue utilizada por Klein y Smith {25} para desarrollar un modelo que predice la magnetización en muestras ferromagnéticas como función de la temperatura y del espesor de las mismas. Sin embargo, en vista de que la teoría de ondas de espín es válida sólo para temperaturas suficientemente bajas como para que la magnetización tenga su valor de saturación se hace evidente que dicha teoría no podría predecir la temperatura de Curie. Por tal motivo, Valenta, ha propuesto una teoría del campo molecular para películas delgadas basadas, en una solución aproximada mecánico-cuántico del hamiltoniano de intercambio de Heisenberg {26}. Se puede hacer, algunas suposiciones dentro del intervalo de validez de esta aproximación, para aplicarlas a las películas delgadas.

La suposición de la teoría de Valenta, es que podemos tratar un sistema de planos atómicos, como un sistema de subredes. El magnetismo del i^{n} plano, es determinado por tres campos eficaces:

- a) un campo propio dentro del plano que es proporcional, al producto del número de vecinos coplanares de un átomo dado en este plano y del magnetismo del plano.
- b) un campo de interacción, entre el $(i-1)^{\text{n}}$ plano y el plano i^{n} que es proporcional, al magnetismo de el plano $(i-1)^{\text{n}}$ y al número de átomos en el

plano $(i-1)^n$ que son vecinos más próximos, de el átomo dado en el i^n plano.
 c) un campo que es una réplica de el segundo, pero para el $(i + 1)^n$ plano.

El efecto de esto es que, en una muestra masiva la magnetización disminuye en la superficie a temperaturas elevadas. Se puede ilustrar el resultado para películas delgadas con algunos ejemplos específicos.

Considerando un plano atómico, en el cual cada átomo tiene solamente seis de los doce vecinos más próximos, que tiene en el material masivo de una muestra de níquel, cuya estructura es de cara centrada. A partir de la ecuación, (42) se tiene que la temperatura de Curie depende del número de vecinos más próximos z , el cual resulta para una sola capa atómica, la mitad del valor que se tiene del material masivo.

Si tenemos dos planos atómicos, cada átomo tendría ahora nueve vecinos más próximos de los doce que tiene en el material masivo, resultando, al considerar la ecuación (42), la temperatura de Curie tres cuartos del valor de la temperatura de Curie del material masivo.

La figura 1.4, resume el cálculo obtenido por la teoría del campo molecular, para películas delgadas de níquel, desarrollado por Valenta para diferentes capas atómicas con $S = \frac{1}{2}$.

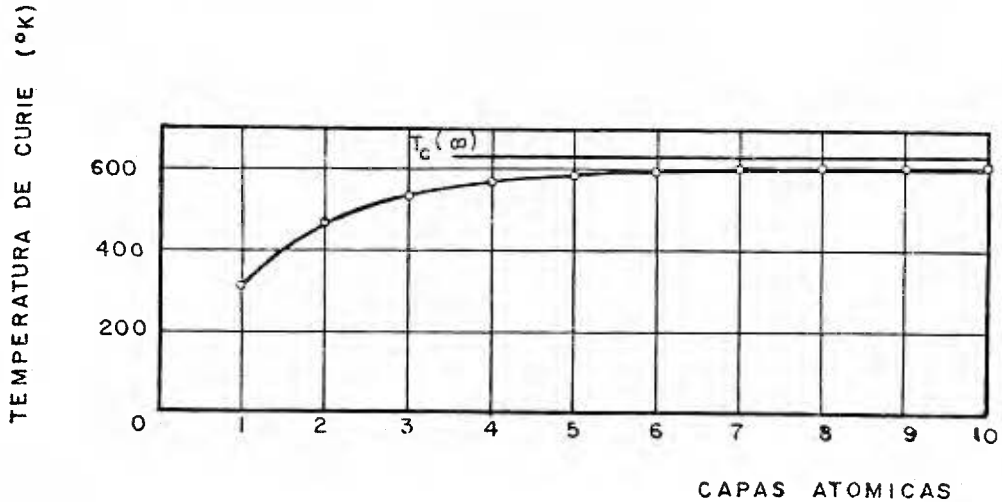


Fig. 1.4

1.8 Resistencia de los metales de transición.

De evidencias experimentales, la conducción electrónica en estos metales, tiene funciones de ondas derivadas principalmente del nivel s tal como en Cu, Ag y Au y el número eficaz de electrones de conducción no es mucho menor que en los metales nobles. El recorrido libre medio en estos metales de transición, es bastante corto porque, bajo la influencia de las vibraciones de la red los electrones de conducción, pueden hacer transiciones a los estados no ocupados d y la probabilidad de esas transiciones es mucho más grande, que la probabilidad de una dispersión ordinaria, esto es, en una misma banda. El nivel desocupado d , es el responsable de el ferromagnetismo y alto paramagnetismo de los metales de transición. Existe así una conexión directa entre las propiedades magnéticas y la con-

ductividad eléctrica.

Para los metales de transición es sabido que los niveles s y d están parcialmente ocupados por lo que se pueden considerar conductores de electrones.

Para los electrones s se debe tomar:

$$m_s^* \approx m_0$$

donde m_0 es la masa en reposo de un electrón libre.

Para los electrones d por existir un pequeño traslape de una función de onda d con otra, se toma que:

$$m_d^* \gg m_0$$

donde, m_s^* y m_d^* representan las masas eficaces; lo que significa que el electrón d emplea más tiempo para moverse de un átomo a otro, que un electrón s , bajo la influencia de un campo aplicado.

La conductividad de un metal de transición puede escribirse como: {27}

$$\sigma = \frac{n_s e^2 \tau_s}{m_s^*} + \frac{n_d e^2 \tau_d}{m_d^*} \quad (43)$$

donde:

τ_s y τ_d son los tiempos de relajación para los electrones s y d respectivamente, que son del mismo orden de magnitud.

n_s , representa el número de electrones s por unidad de volumen y n_d , el número de huecos en la banda d por unidad de volumen.

Para el níquel, se sabe de evidencias experimentales que $n_s = n_d \approx 0,6N_a$, donde N_a es el número de átomos por unidad de volumen.

Por lo tanto la conductividad eléctrica del níquel se reduce a:

$$\sigma = \frac{n_s e^2 \tau_s}{m_s^*} \quad (44)$$

en vista de que el segundo término de la ecuación (43) se vuelve despreciable ante el primero.

Se desprende de la ecuación (44) que la alta resistencia del níquel, es ocasionada por el pequeño valor de τ_s .

Es fundamental para la teoría del alto ferromagnetismo del níquel, que la banda d , sea más angosta que la banda s , del orden de magnitud de 1 eV o menos. El número de estados electrónicos en la banda d , es 10 por átomo, por consiguiente se sigue que la densidad de estados por unidad de energía es más grande en la banda d , que para los electrones libres.

Para el níquel metálico las bandas de energía se llenan hasta la energía de Fermi, con 9.46 electrones por átomo en la banda 3d y solamente 0.54 electrones por átomo en la banda translapada 4s. Cuando el níquel está en la condición paramagnética, ($T > T_c$) la ocupación de cada banda es compartida igualmente entre los estados de espín hacia arriba y los de espín hacia abajo, como se observa en la figura 1.5a [28]

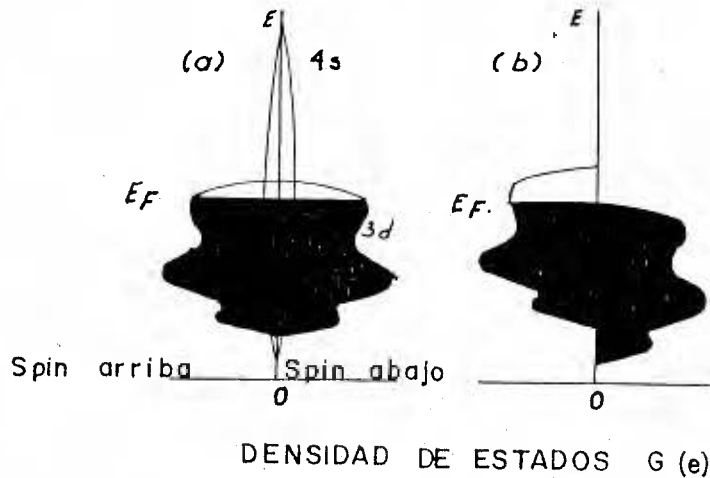


Fig. 1.5

Para $T < T_c$, cuando el níquel es ferromagnético el campo molecular interno causa un corrimiento relativamente pequeño de los dos conjuntos de estados, la figura 1.5b muestra ese corrimiento {29}.

La figura 1.5b muestra para la banda 3d, una configuración de espín completamente llena (5 electrones por átomo) mientras que la otra configuración de espín, tiene únicamente 4.46 electrones por átomo. Así el ordenamiento ferromagnético produce 0.54 electrones en la banda 3d, para espines desapareados por átomo.

La banda d, es así la responsable de una disminución (anomalía) en la resistividad, como se muestra en la figura 1.6, para el caso de una muestra masiva de níquel.

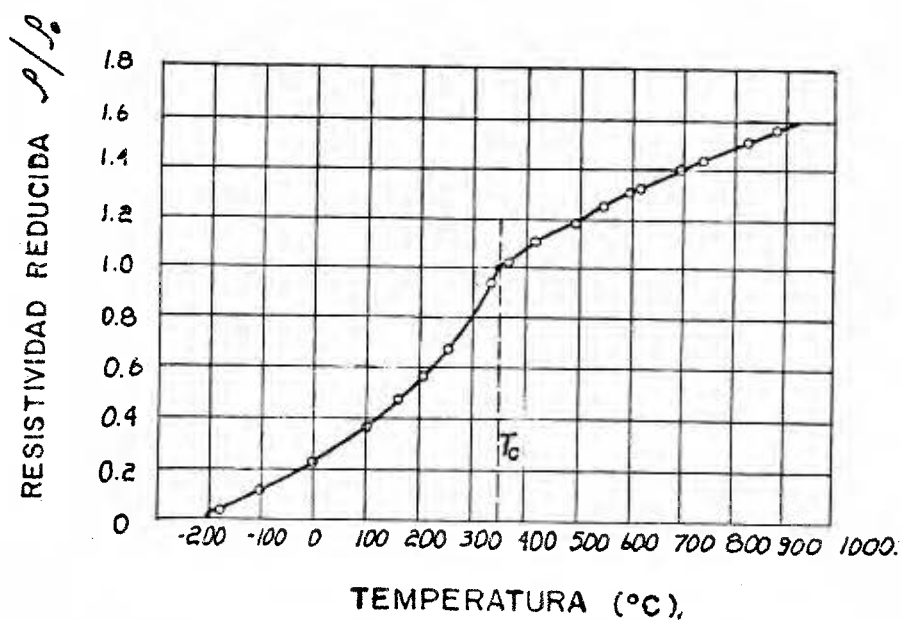


Fig. 1.6

La explicación {30} de esta anomalía, se fundamenta en el hecho de que sólo la mitad de los electrones en esa banda, los de espín hacia arriba, experimentan dispersiones, característica fundamental para la contribución a la resistividad eléctrica de un elemento. La otra mitad de los electrones en esa banda, los de espín hacia abajo, no sufren transiciones de la banda s a la banda d , debido a que la mitad de los estados accesibles en la banda d están ocupados. De ahí que la pendiente en la curva del gráfico de la figura 1.6, muestra los dos comportamientos (ferromagnético y paramagnético), lo cual fue empleado en este trabajo para determinar la temperatura de Curie.

CAPITULO II

EQUIPO Y DISEÑOS EXPERIMENTALES

Introducción

Para la obtención de la muestra y toma de datos se utilizó el siguiente equipo y diseño experimental que a continuación se detalla.

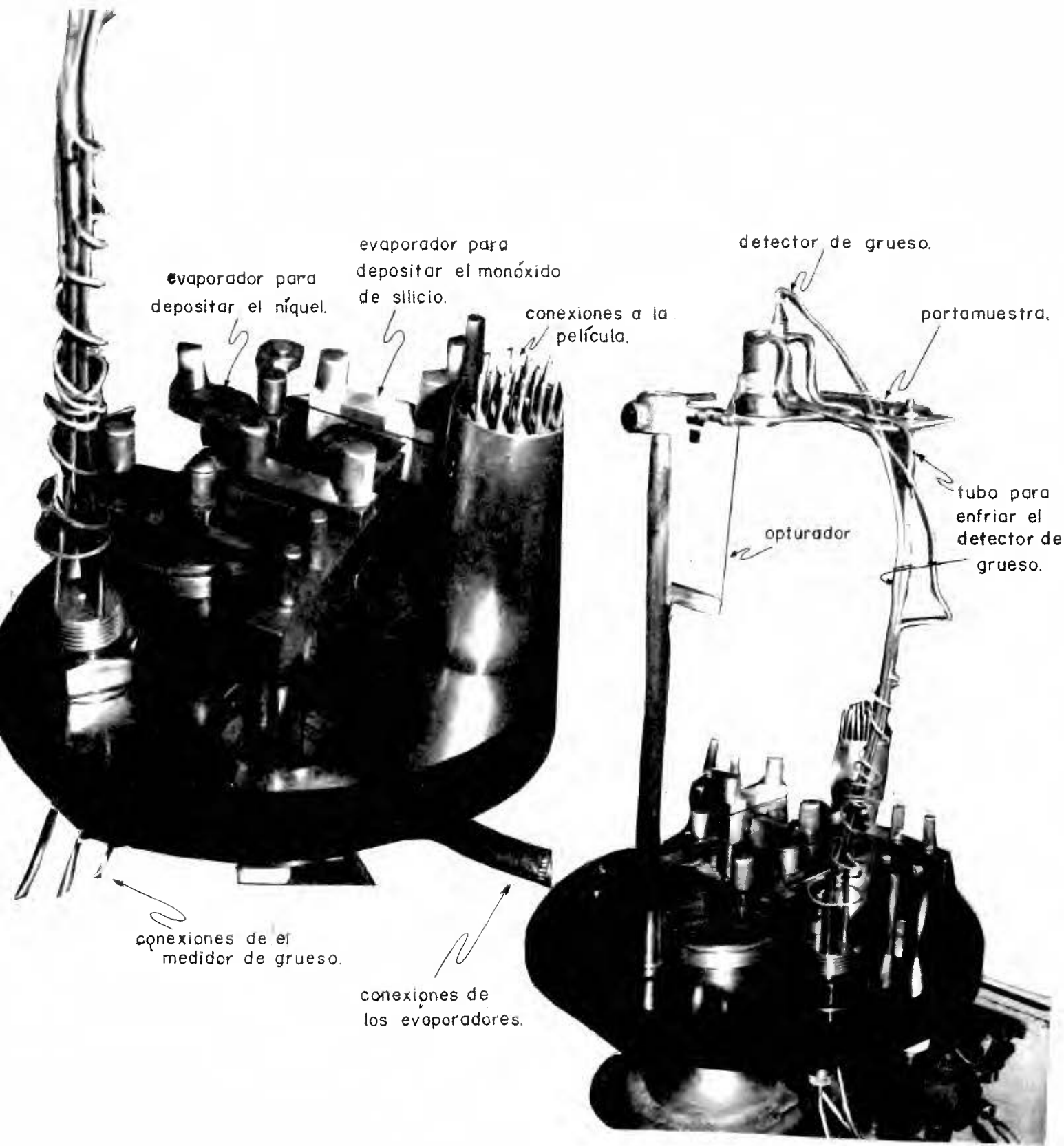
2. 1 - Sistema de vacío para la formación de las películas.

Para la formación de las películas delgadas se utilizó un sistema de alto vacío tipo VR-775 de la casa Veeco Instruments Inc, que se compone de una bomba mecánica de vacío modelo 1376 de la casa The Welch Scientific Company y una bomba de difusión modelo EP-775 de la casa Veeco Instruments Inc. Con este sistema se puede lograr una presión del orden de 10^{-6} Torr. Ver figura 2.1.

2. 2 - Cámara de evaporación y de recubrimiento del monóxido de silicio.

Consta de dos pares de terminales eléctricos a los cuales se aseguran dos fuentes utilizadas para la evaporación del níquel y el monóxido de silicio; los cuales son capaces de suministrar corrientes máximas de 100 amperios y 400 amperios respectivamente.

Las corrientes en cada una de las fuentes son controladas a través de dos autotransformadores, uno modelo W50 de la casa General Radio Company para la evaporación de la muestra y otro modelo 2 PF 7070 de la casa Staco Inc para el recubrimiento de la muestra con monóxido de silicio.



EVAPORADORES.

Fig. 2-1

En cada caso los autotransformadores alimentan a un transformador con salida de 200 watt y 1000 watt respectivamente. Las corrientes son medidas por medio de un amperímetro de gancho modelo RS-3 de la casa Amprobe Instruments. Ver figura 2.2.

2. 3 - Sistema de mascarillas.

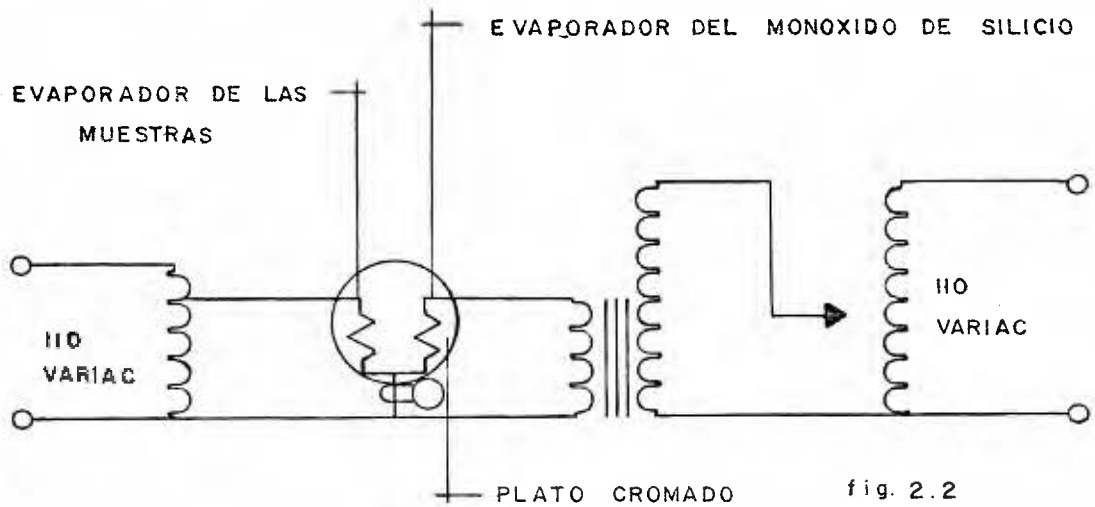
Se diseñaron dos tipos de mascarillas, una para depositar contactos de cobre y la otra para depositar la muestra de níquel, la cual se utilizó también para el monóxido de silicio. Véase figuras 2.3a y 2.3b

2. 4 - Cámara de vacío para la medición de la resistencia eléctrica de las muestras.

Para mantener las películas al vacío durante la medición, se usó un tubo de vidrio pyrex (ver fig. 2.4), abierto en sus extremos; en los cuales se acoplaron dos tapones de hule No. 14, el tapón de la parte inferior del tubo consta de dos orificios para conectar el medidor de presión TG-70 de la casa Veeco Instrument Inc; y la manguera que conecta a la bomba mecánica de vacío modelo 1397 serie No. 20496 de la casa The Welch Scientific Company, de la cual se obtiene una presión de 10^{-3} Torr.

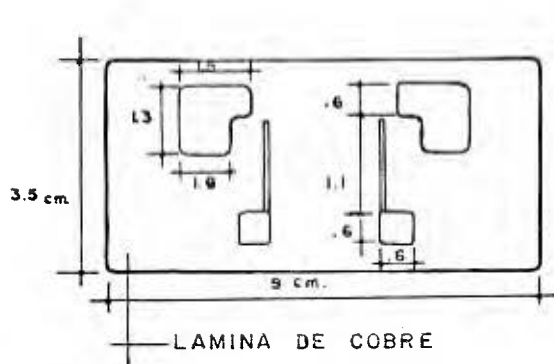
2. 5 - Horno de alta temperatura.

Consiste de un tubo de cobre con un anillo de asbesto-cemento sirviendo de sostén del horno, a través del cual dos varillas del cobre son sujetas y utilizadas como conexión de éste, a un autotransformador varia-



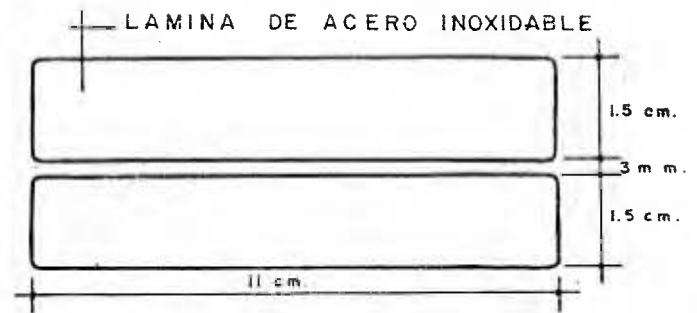
CIRCUITO DE LOS EVAPORADORES

MASCARILLAS



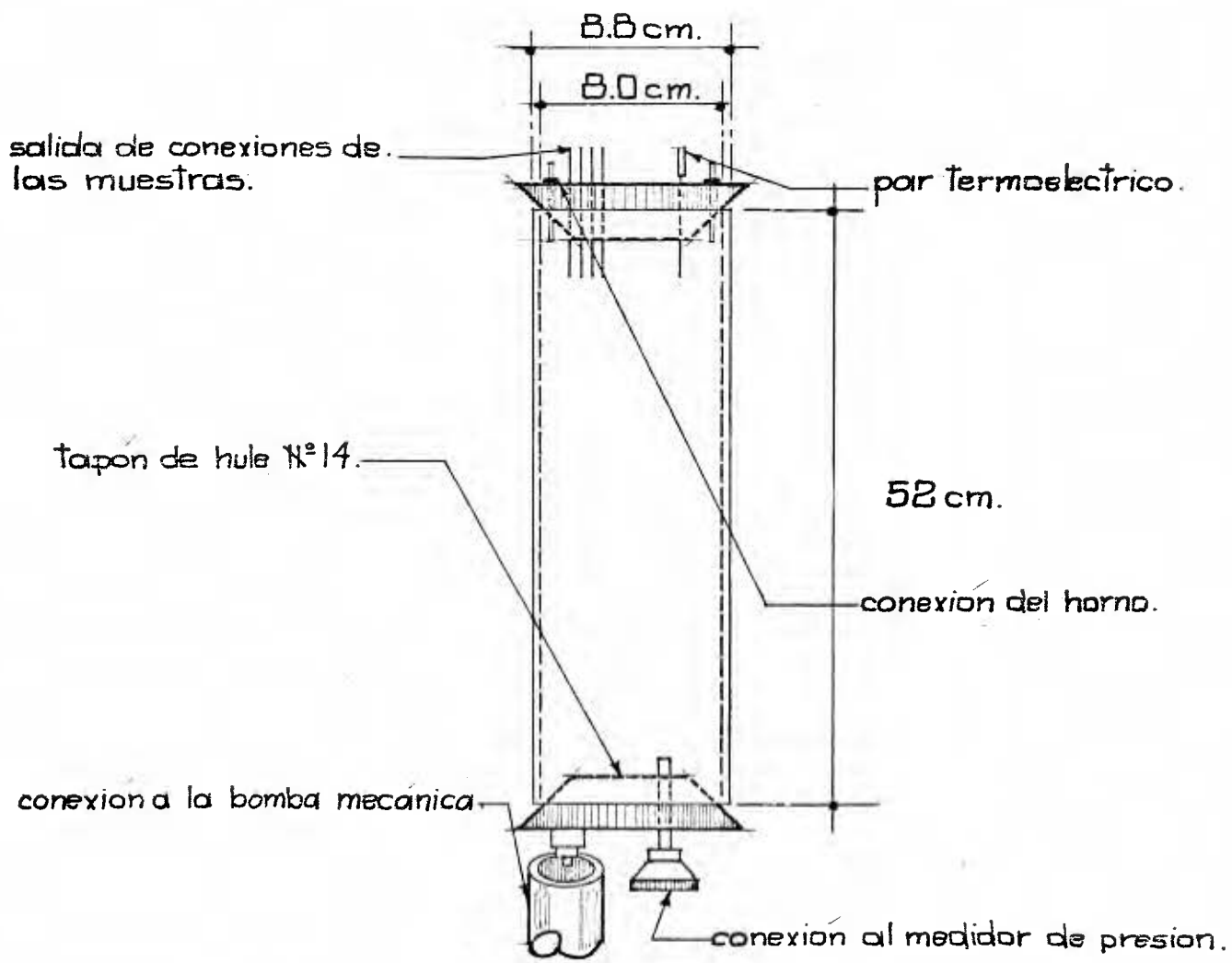
MASCARILLAS PARA DEPOSITAR
LOS CONTACTOS DE COBRE

fig. 2.3a



MASCARILLA PARA DEPOSITAR LA
MUESTRA

fig. 2.3b



TUBO DE VIDRIO PYREX. Fig 2.4.

ble modelo 2 PF 7070 de la casa Staco Inc, Dayton Ohio.

Una tapa del mismo material, es colocada en la parte superior del tubo, con seis pequeños orificios, que atravezados por cuatro alambres de cobre No. 32, van a los contactos de la película. Por los otros dos orificios se introduce el par termoeléctrico, dicha tapa está sostenida por el anillo de asbesto-cemento y sirve para mantener un gradiente de temperatura hacia el interior del tubo.

El tubo de cobre es recubierto con una capa de asbesto para aislar éste, del alambre de nichrome, que es arrollado en forma no inductiva a su alrededor y que tiene una resistencia aproximada de 38Ω a temperatura ambiente y suministra una potencia máxima de 100 watt.

El horno es encerrado en un cilindro de acero inoxidable, con el objeto de producir reflexión de la radiación al interior de él, y éste es introducido en el tubo de vidrio pyrex.

2. 6 - Fuente de poder.

En el proceso de medición de la resistencia eléctrica de la muestra, se utilizó una fuente de poder de corriente continua y constante modelo 6266 A de la casa Hewlett Packard, Harrison Division.

2. 7 - Amperímetros.

a) Para medir la corriente eléctrica a través de la película se empleó un amperímetro digital de $3\frac{1}{2}$ dígitos modelo DM-502 de la casa Tektronix,

con un error de $\pm 0.2\%$ de la lectura ± 1 dígito y una sensibilidad de microamperio.

b) Para medir la corriente suministrada al horno, se utilizó un amperímetro de corriente alterna modelo 116 B de la casa Scientific Curtin Company.

2. 8 - Voltímetros.

a) La diferencia de potencial a través de la película, fue medida con un voltímetro digital de $3 \frac{1}{2}$ dígitos modelo DM-502 de la casa Tektronix, con un error de $\pm 0.1\%$ de la lectura ± 1 dígito y una sensibilidad de un décimo de milivoltio.

b) Para la diferencia de potencial del par termoeléctrico compuesto de cromel-alumel, el que da la lectura de la temperatura, se usó un voltímetro digital de $4 \frac{1}{2}$ dígitos modelo 171 de la casa Keithley Instruments con exactitud $\pm (0.02\% \text{ de la lectura} + 0.01\% \text{ de rango})$ y una sensibilidad de un microvoltio.

2. 9 - Espesor de las muestras.

El espesor de tres de las seis muestras estudiadas, fue determinado mediante un medidor de espesores modelo QM-311 de la casa Kronos, Inc con un error de $\pm 0.1\%$ de la totalidad de la escala $+ 1$ Angstrom de resolución; y las tres restantes fueron calculadas mediante el método de análisis por fluorescencia de rayos X. Ver apéndice A.

2. 10 - Sustrato.

El sustrato es de vidrio de dimensiones 7.62 x 2.54 cm, en el cual se abrieron cuatro agujeros de aproximadamente 3.1 mm de diámetro con un taladro de prensa, modelo 210 de la casa Dremel, empleando fresas de tungsteno.

2. 11 - Microscopio de medición.

Las dimensiones de la película estudiada, en lo que se refiere a su longitud y ancho, fue determinada utilizando un microscopio serie 4486-P de la casa Gaertner Scientific, de aproximadamente $\pm 10^{-3}$ cm de error en la medición.

CAPITULO III

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

Introducción

En este capítulo se describe brevemente las principales técnicas empleadas en la obtención de la muestra de níquel y la medición de la resistencia eléctrica.

3. 1 - Preparación del sustrato.

Teniendo en cuenta la contaminación de los sustratos, con sustancias principalmente de tipo grasoso se procedió a hacer un lavado de ellos.

Primero se introdujeron en un beaker conteniendo alcohol y llevados a un tanque de ultrasonido. Posteriormente fueron sacados de ahí con pinza e introducidos en otro beaker conteniendo agua destilada y llevados de nuevo al ultrasonido durante unos minutos. Al extraerlos de esta última etapa fueron secados con aire caliente y se tuvo el cuidado de no tocarlos directamente con las manos.

3.2 - Preparación de los contactos eléctricos de la película.

Una vez colocado el sustrato de vidrio en el portamuestra, se alojó en la cámara del sistema de vacío y se procedió a evaporar los contactos de cobre. Se utilizó, como fuente de calentamiento del cobre una canasta de tungsteno tipo B1-0.040 de la casa The Mathis Company. La evaporación se realizó a una presión de 10^{-6} Torr.

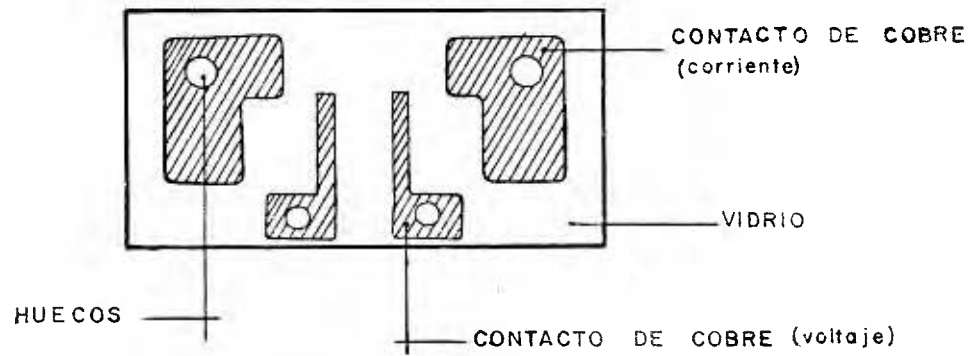
En la figura 3.1, se puede observar la forma en que quedan depositados los contactos de cobre, sobre el sustrato de vidrio.

3. 3 - Evaporación de las muestras sobre el sustrato.

Hechos los contactos de cobre, se colocó de nuevo el sustrato sobre el portamuestra y utilizando dos láminas de acero inoxidable como mascarilla, ver figura 3.2, se depositó la muestra de níquel empleando como fuente una canasta de tungsteno tipo S7-0.005 W de la casa R. D. Mathis Company, la cual fue niquelada previamente. Seguidamente se depositó el monóxido de silicio como protección contra la oxidación de la película formada, usando para tal efecto una fuente tipo SM-8, para 3.5 gramos y 500 Watt, de la casa The R. D. Mathis Company. La corriente suministrada a cada una de las fuentes fue, entre 80 y 100 amperios, para depositar la muestra de níquel y 250 a 300 amperios, para el monóxido de silicio. Durante las dos deposiciones se empleó el sistema de vacío descrito en el capítulo anterior, a una presión de 10^{-6} Torr.

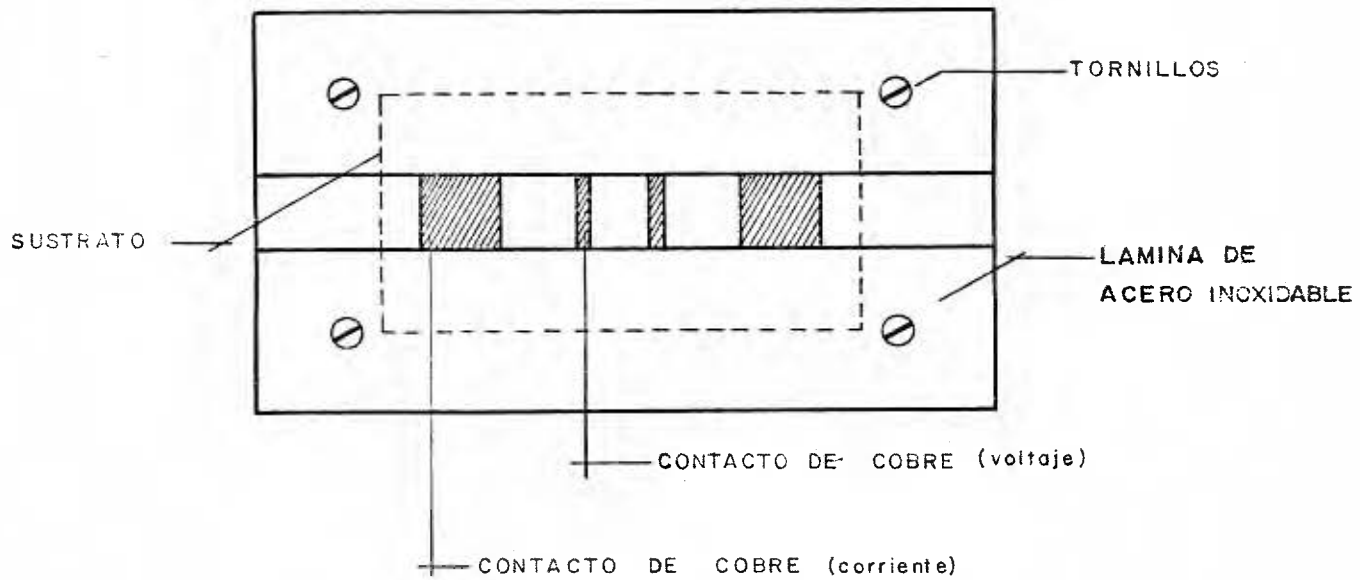
3. 4 - Medida de la resistencia eléctrica.

Formada la película de níquel y protegida de la oxidación, se procedió a conectar los contactos de los extremos de la película, que permite establecer la corriente eléctrica a través de ella y los contactos intermedios que sirven para medir la diferencia de potencial. Aplicando la ley de Ohm se calculó la resistencia eléctrica.



SUSTRATO CON LOS CONTACTOS DEPOSITADOS
fig. 3.1

PORTA MUESTRA fig. 3.2



Tanto los contactos de corriente como de voltaje fueron de presión, utilizando tornillos, arandelas y tuercas de cobre, introducidas en los huecos hechos al sustrato.

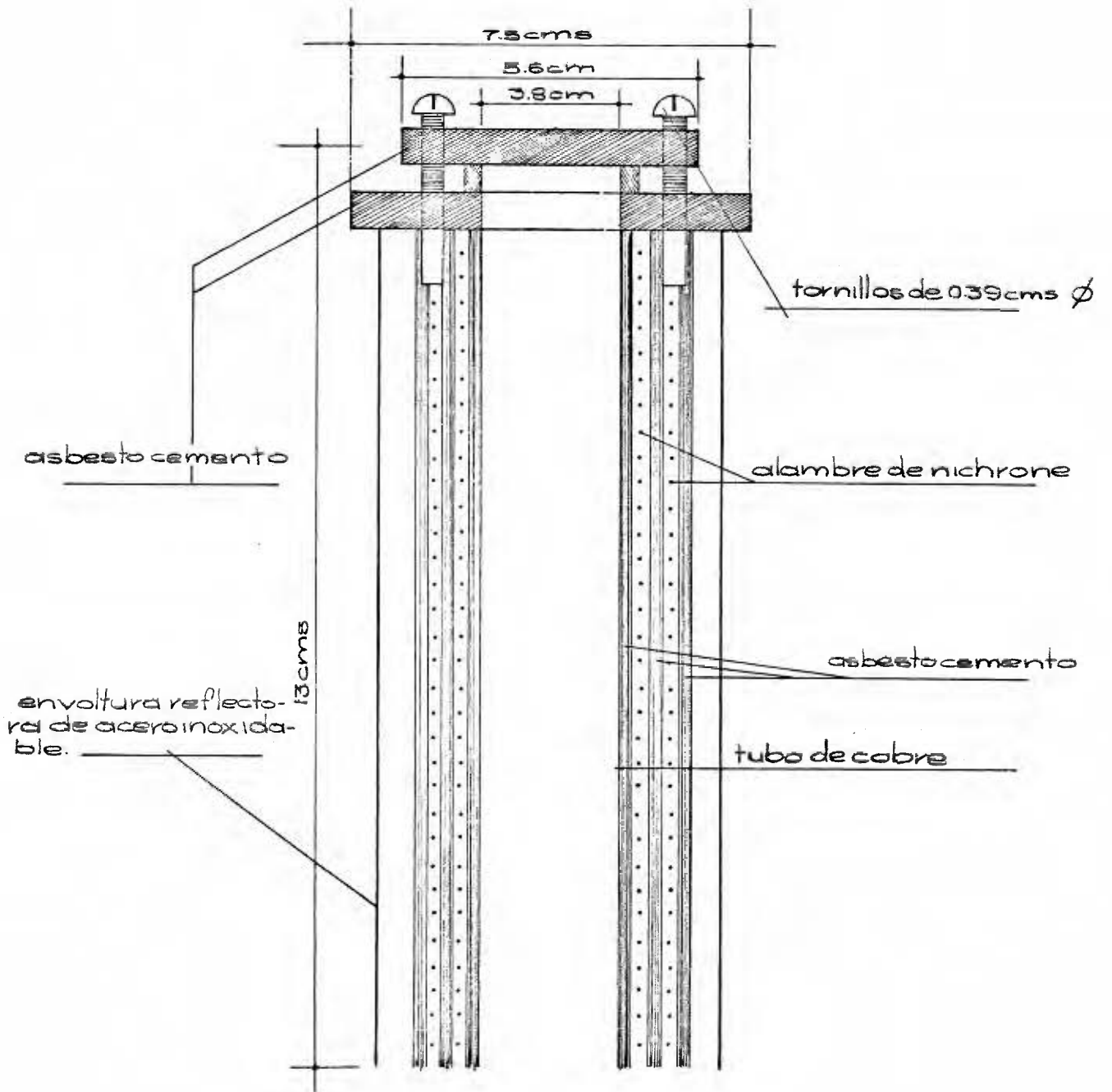
Conectados los contactos con alambre de cobre No. 32, la película se introduce en el horno, junto con el par termoeléctrico, sujeta por medio de una prensa sostenida a la tapa de asbesto-cemento, que el horno posee en la parte superior, ver figura 3.3. El horno es conectado y sujetado a la vez por dos varillas de cobre que atraviezan el tapón de hule, junto con los cables provenientes de los contactos y el par termoeléctrico. Todo el sistema se introduce en el tubo de vidrio pyrex, usado como cámara de vacío para la medida de la resistencia eléctrica de la muestra, ver figura 3.4.

Las salidas de los terminales de conexiones en el tapón de hule No. 14, son conectados al circuito de medición con cable blindado, ver figura 3.5.

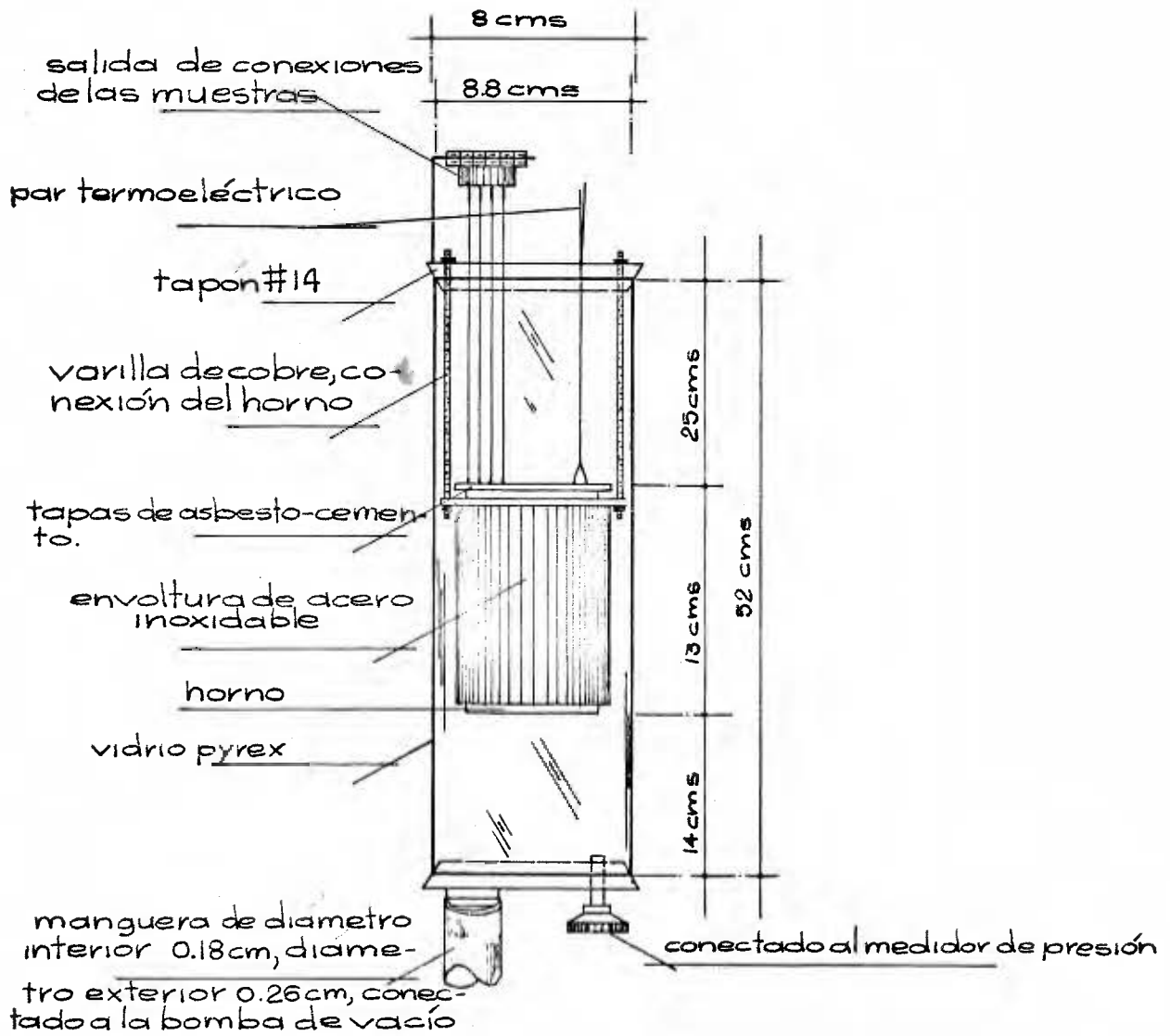
Posteriormente se hizo una primera medición de la resistencia eléctrica durante el proceso de recocido, y después otra medida una vez que la muestra fue recocida por espacio de 7 horas, a la temperatura de 693°K lográndose en esta última medición, reproducir los valores experimentales. Durante la medición de las muestras se empleó una corriente eléctrica constante de un miliamperio.

3. 5 - Cálculo de la resistividad eléctrica.

La resistividad eléctrica de las seis muestras, estudiadas en el in-

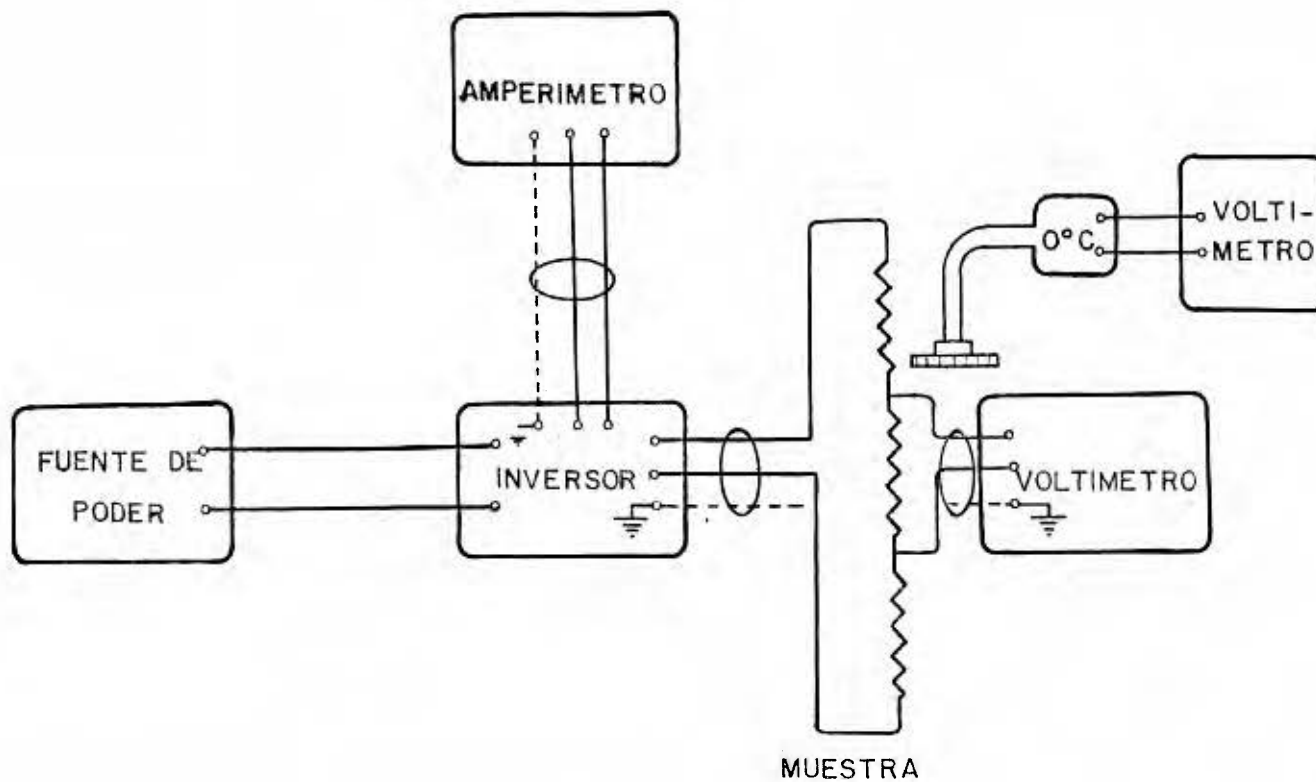


HORNO
 Figura 3.3



Camara de vacío para mediciones de la resistencia eléctrica de la muestra

Figura 3.4



CIRCUITO ELECTRICO PARA LA MEDICION DE
LA RESISTENCIA DEL NIQUEL

Fig N° 3.5

intervalo de temperatura de 463°K a 703°K se obtuvo por medio de la fórmula,

$$\rho = \frac{R A}{\ell}$$

en la que, ℓ es la distancia entre los terminales de potencial y A es el área transversal de la muestra.

3. 6 - Cálculo de la resistividad reducida.

Se encontró la resistividad reducida $\frac{\rho}{\rho_0}$, dividiendo la resistividad de la muestra a una temperatura determinada ρ , entre un valor constante ρ_0 , correspondiente a la resistividad de 463°K, por ser esta la más baja que se midió en este experimento.

3. 7 - Determinación de la temperatura de Curie de las muestras.

Mediante la subroutine USPLH, ver apéndice B, se graficó la resistividad reducida $\frac{\rho}{\rho_0}$, de las seis muestras en función de la temperatura y se encontró la temperatura de Curie, examinando los gráficos dados por el programa, como aquella que corresponde al punto en el que se produce un cambio en la pendiente de la curva. Este cambio se logró determinar ajustando los valores experimentales mediante el método de regresión lineal, para los intervalos $T < T_c$ y $T > T_c$, en el que cada intervalo se definió considerando el máximo coeficiente de correlación.

3. 8 - Medición de la temperatura.

La temperatura a que se encontraba la muestra se midió utilizando un termopar, con referencia a 273.15°K (hielo fundente) y esperando a que ésta se estabilizara. La lectura se tomó a intervalos de 5°K aproximadamente, por medio de un voltímetro digital, en escala de milivoltios y convertida después en grados Celcius, utilizando una tabla calibrada para tal efecto.

En el proceso de la obtención de los datos experimentales, se empleó un tiempo aproximado de 4 horas.

CAPITULO IV

RESULTADOS Y CONCLUSIONES

En este capítulo se analizan los siguientes aspectos:

- a) La variación de la resistencia eléctrica en función de la temperatura, en el proceso de recocido para las muestras No. 1 y No. 5, con espesores de 42 Å y 207 Å respectivamente.
- b) Oxidación de las muestras.
- c) La resistividad eléctrica en función de la temperatura para $T > \theta_D$ de las muestras recocidas.
- d) La resistividad eléctrica a la temperatura de 523 °K en función del grueso de las muestras.
- e) La variación de la temperatura de Curie con el grueso de las muestras.

4. 1 - Resistencia eléctrica en el proceso de recocido.

En las figuras 4.1 y 4.2 se presentan los valores experimentales obtenidos de la resistencia eléctrica con la temperatura para dos de las muestras en el proceso de recocimiento. Esto significa que la muestra recién hecha le fue aumentada su temperatura a partir de la temperatura ambiente y simultáneamente se le midió la resistencia a la temperatura a que se encontraba en ese instante. Cabe recalcar que este proceso no es reversible.

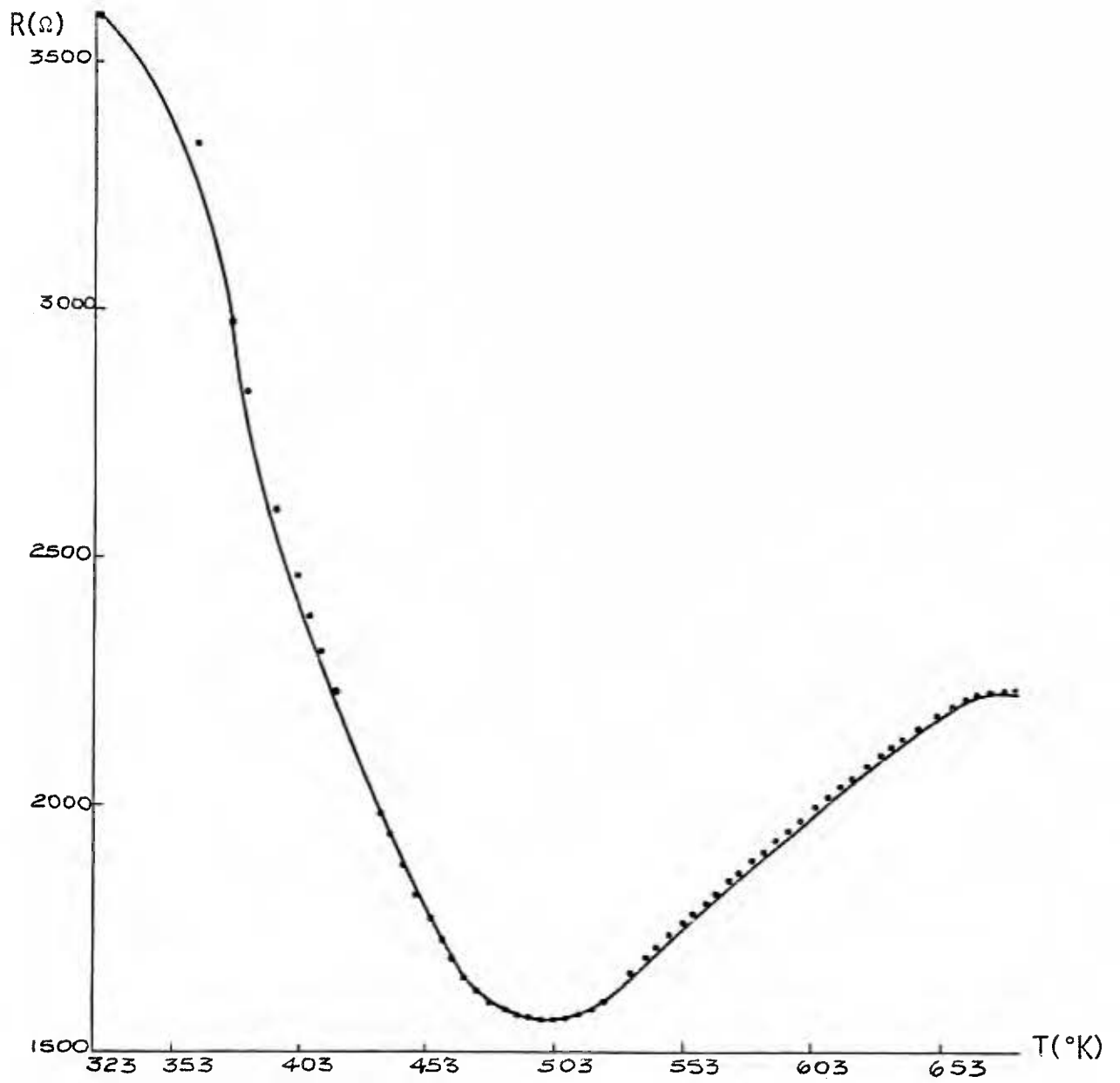


Fig. 4.1. Resistencia (R) en funci3n de la temperatura (T), para la muestra No.1 de espesor $(42 \pm 5) \text{ \AA}$, en el proceso de recocido.

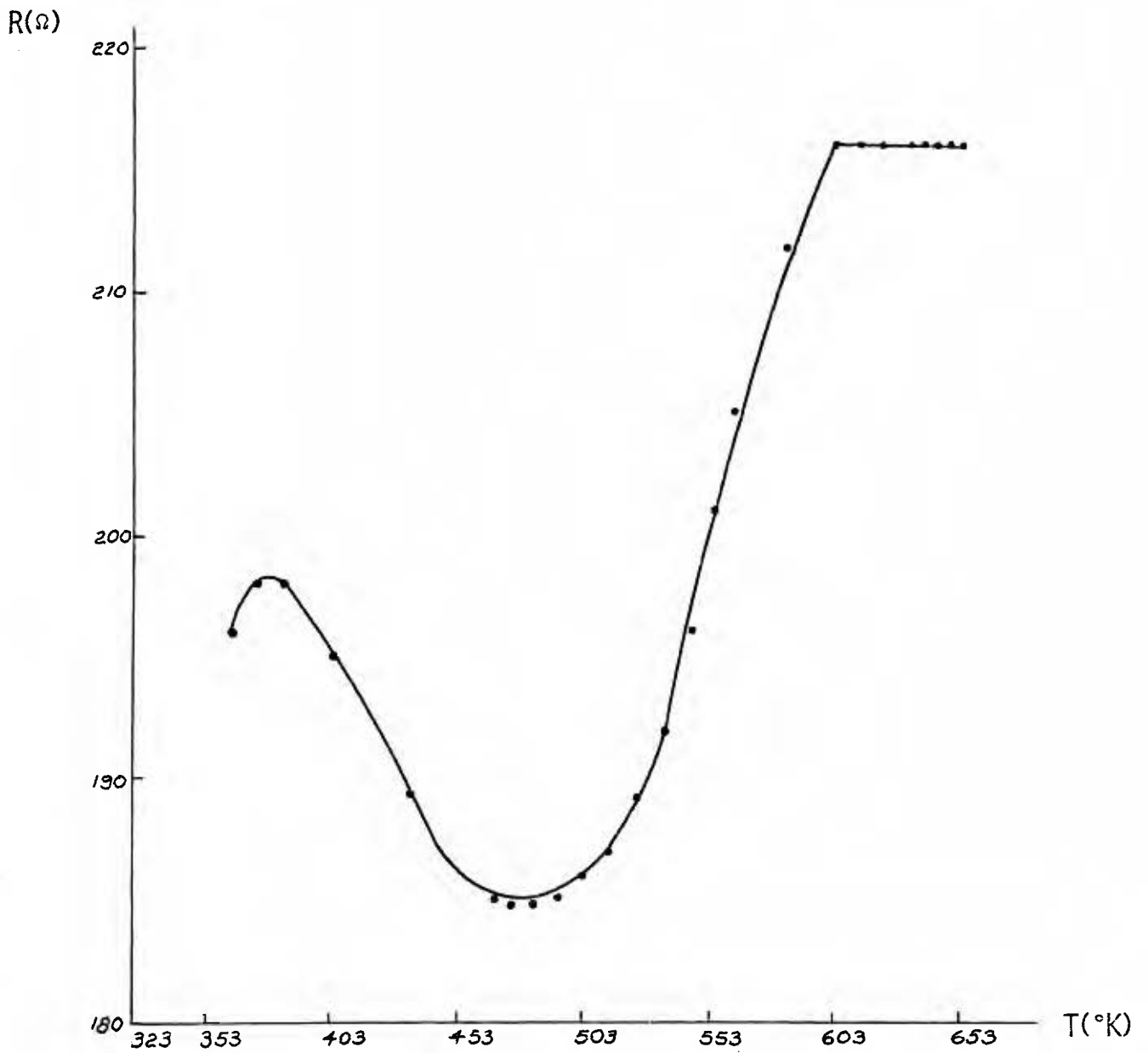


Fig. 4.2. Resistencia (R) en función de la temperatura (T), para la muestra No.5 de espesor (207 ± 11) \AA , en el proceso de recocido.

En ellas se puede observar cómo la resistencia eléctrica disminuye conforme la temperatura es aumentada, presentándose un cambio más pronunciado en la muestra más delgada hasta alcanzar un valor mínimo el cual ocurre alrededor de 500°K aproximadamente para las dos muestras. A partir de esa temperatura la resistencia aumenta de manera lineal, teniendo un cambio mayor para la muestra más gruesa. Finalmente se llega a una región en que la resistencia permanece más o menos constante.

Los cambios en la resistencia eléctrica atribuibles a la resistividad se explican en términos de la regla de Matthiessen (sección 1.1) la que puede escribirse en este caso como:

$$\rho = \rho(T) + \rho(E)$$

donde $\rho(T)$ es el término dependiente de la temperatura del que se ha hablado anteriormente y $\rho(E)$ representa la parte dependiente de la estructura de la muestra.

Se sabe que las muestras con espesores menores de 400 Å son aglomeradas y continua hasta 20 Å {31}, correspondiendo la mayor aglomeración a la más delgada.

Al aumentar la temperatura $\rho(T)$ aumenta por lo tanto en el intervalo en que disminuye la resistencia se puede asegurar que $\rho(E)$ está disminuyendo lo cual puede explicarse debido a que la muestra se hace más continua. Así el mínimo observado se explica como un punto de equilibrio en las tendencias de crecimiento de los cambios en los dos términos $\rho(T)$ y $\rho(E)$.

La tercera región en la que la resistencia es aproximadamente constante, podría deberse al cambio del comportamiento de $\rho(T)$ que ocurre a la temperatura de Curie.

Un comportamiento muy semejante al de $\rho(E)$ se presenta para los esfuerzos intrínsecos en la estructura de la película, conforme la temperatura varía según se deduce del análisis de la figura 4.3 {32} la que presenta un mínimo que coincide con el de la resistencia en el proceso de recocido. La semejanza en las dos gráficas sugiere una conexión directa entre los procesos de resistencia y de esfuerzo que debe ser evidente en vista de que estos dos procesos dependen de la estructura. El estudio de la conexión entre los dos procesos se sugiere como tema para un futuro trabajo.

4. 2- Resistividad reducida en función de la temperatura para $T > \theta_D$

Mediante el método de mínimos cuadrados fue posible ajustar los valores experimentales de $\frac{\rho}{\rho_0}$, por medio de dos funciones lineales, debido a que con estas funciones se obtuvo un mejor coeficiente de correlación, ver tabla 4.1.

Al representar los valores experimentales de la resistividad reducida en función de la temperatura, para las muestras recocidas durante siete horas se observan así, dos regiones lineales. Dicha linealidad está de acuerdo con lo desarrollado en la sección 1.1. El cambio en pendiente observado concuerda con lo visto en la sección 1.8.

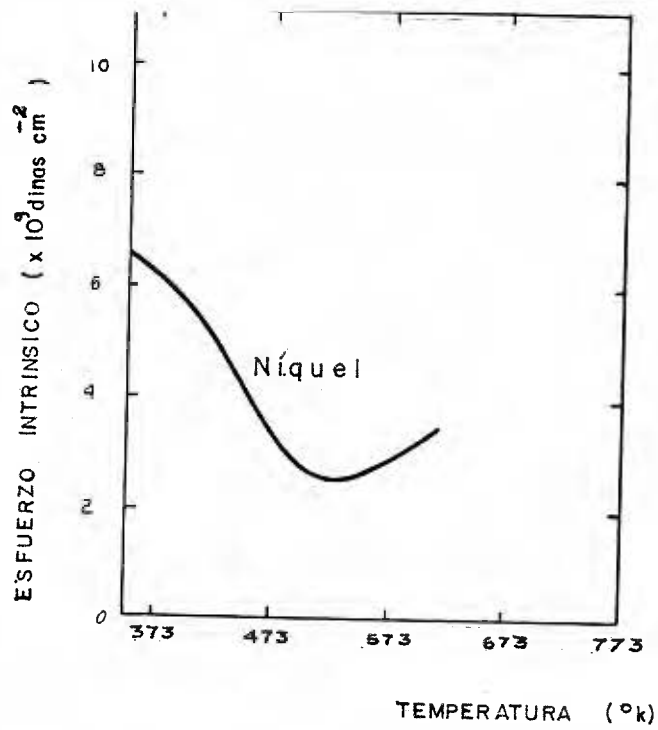


fig. N° 4.3

TABLA No. 4.1

RECTA DE MEJOR AJUSTE PARA LAS SEIS MUESTRAS ESTUDIADAS, ENCONTRADAS MEDIANTE EL METODO DE REGRESION LINEAL,
PARA EL INTERVALO DE TEMPERATURA DE 463°K a 703°K.

MUESTRA	ESPEJOR (Å)	INTERVALO DE TEMPERATURA (°K)	ρ_0 ($\mu\Omega$ -cm)	RESISTIVIDAD ELECTRI- CA ρ ($\mu\Omega$ -cm) $\times 10^{-2}$	RESISTIVIDAD REDUCIDA ρ/ρ_0	COEFICIENTE DE CORRELACION.
1	42 \pm 5	463 a 583	117.1	22.766T + 1012.427	0.00194 T + 0.08646	0.997
		583 a 663		17.773T + 3926.169	0.00151 T + 0.33532	0.970
2	67 \pm 7	463 a 609	22.6	6.084T - 563.809	0.00269 T - 0.24953	0.999
		609 a 693		2.252T + 1771.557	0.00099 T + 0.78308	0.999
3	91 \pm 10	463 a 614	20.4	6.348T - 911.526	0.00310 T - 0.44670	0.999
		614 a 693		2.613T + 1385.237	0.00127 T + 0.68131	0.998
4	126 \pm 11	463 a 619	18.9	5.925T - 861.740	0.00313 T - 0.45647	0.997
		619 a 693		3.295T + 767.536	0.00174 T + 0.40585	0.996
5	207 \pm 11	463 a 623	17.7	6.625T - 1333.331	0.00374 T - 0.75305	0.999
		623 a 708		3.215T + 791.839	0.00181 T + 0.44456	0.999
6	299 \pm 11	463 a 626	17.0	6.610T - 1373.213	0.00389 T - 0.80830	0.999
		626 a 703		2.925T + 934.831	0.00171 T + 0.55508	0.999

En las figuras 4.4, 4.5, 4.6, 4.7, 4.8 y 4.9 aparecen representados los valores experimentales y los ajustes para temperaturas superiores a la temperatura de Debye que para el níquel corresponde a 450°K {33}

En la figura 4.10, se representan los valores ajustados de la resistividad reducida de las seis muestras y en ellas se observa como la pendiente de la recta varía de manera pronunciada para los diferentes grosores, en la primera región y presentando un comportamiento aproximadamente constante para las muestras No. 4, 5 y 6 en la segunda región, no así para las muestras No. 1, 2 y 3, que no se encuentra justificación.

4. 3- Oxidación de las muestras.

El gráfico de la figura 4.11 muestra que la formación de una capa de óxido de níquel (NiO) se evitó, por lo que se concluye que el monóxido de silicio dio buenos resultados.

El monóxido de silicio además de proteger la muestra de la oxidación, que se presenta usualmente cuando se aumenta la temperatura, correspondiendo para muestras de níquel un incremento mayor a 523°K {34} según se deduce de la figura 4.12 {35}; reduce las fuerzas superficiales que tienden a destruir la película y la conserva de tal manera que el proceso es reversible en lo referente a la medida de la resistividad para cada temperatura.

4. 4 - Variación de la resistividad eléctrica en función del grosor de las muestras.

En la tabla 4.2 se presentan los valores experimentales de la resis-

ρ/ρ_0

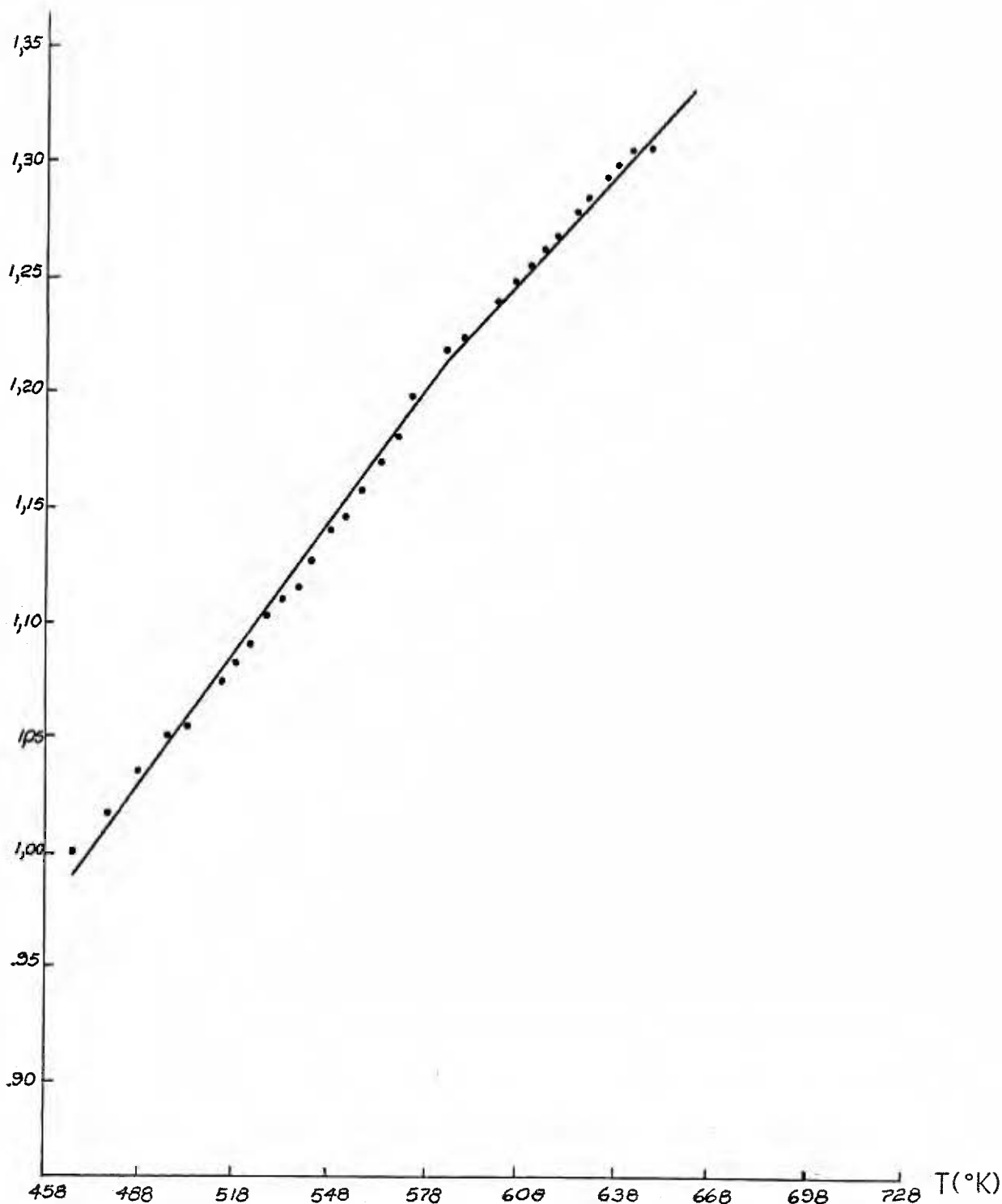


Fig. 4.4. Gráfica de datos experimentales de la resistividad reducida (ρ/ρ_0) en función de la temperatura (T) para la muestra No.1 de espesor (42 ± 5) Å con $\rho_0 = 117.1 \mu \Omega \cdot \text{cm}$ para $T = 463$ °K.

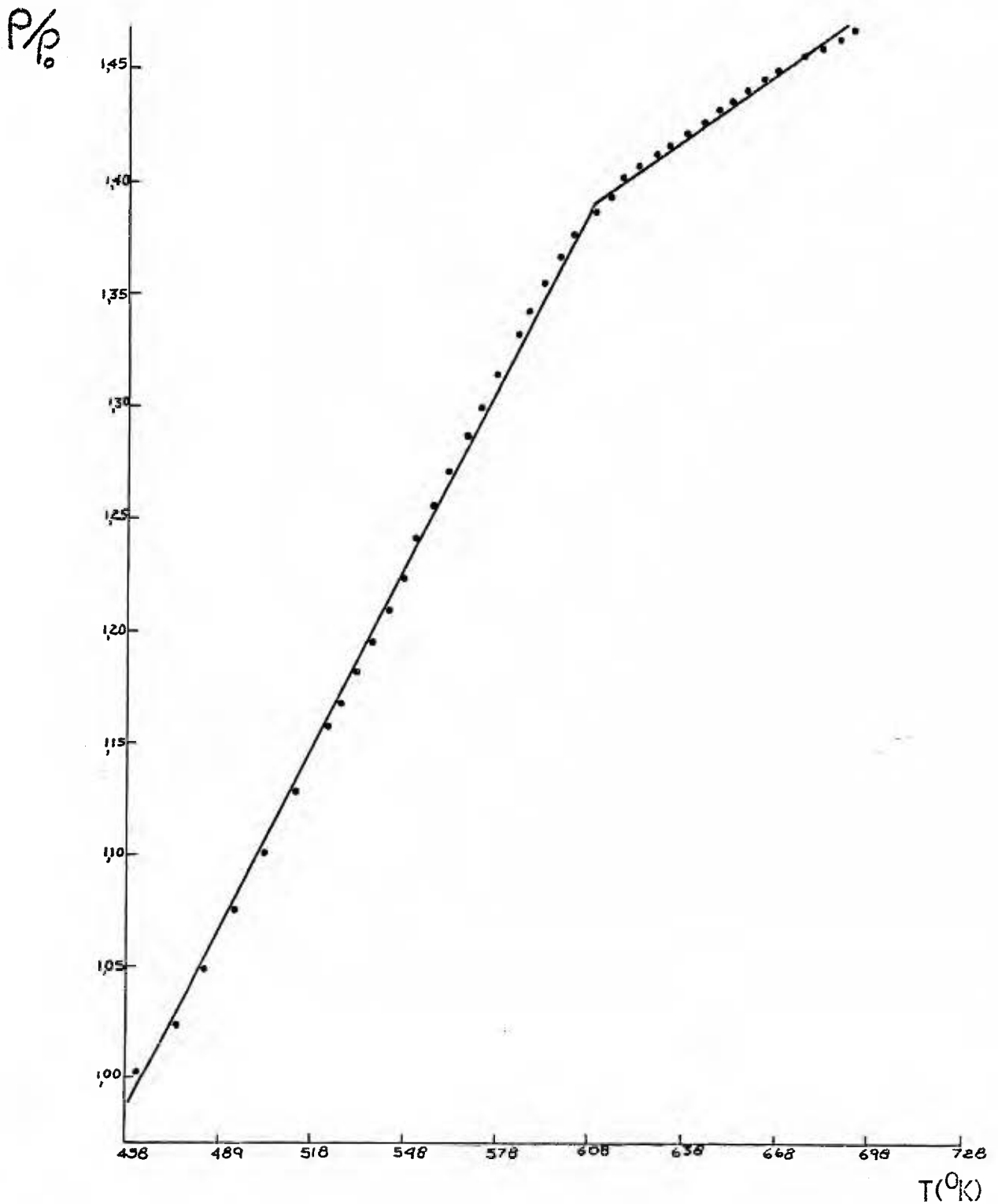


Fig. 4.5. Gráfica de datos experimentales de la resistividad reducida (ρ/ρ_0) en función de la temperatura (T) para la muestra No.2 de espesor (67 ± 7) Å con $\rho_0 = 22.6 \mu \Omega \cdot \text{cm}$ para $T = 463$ °K.

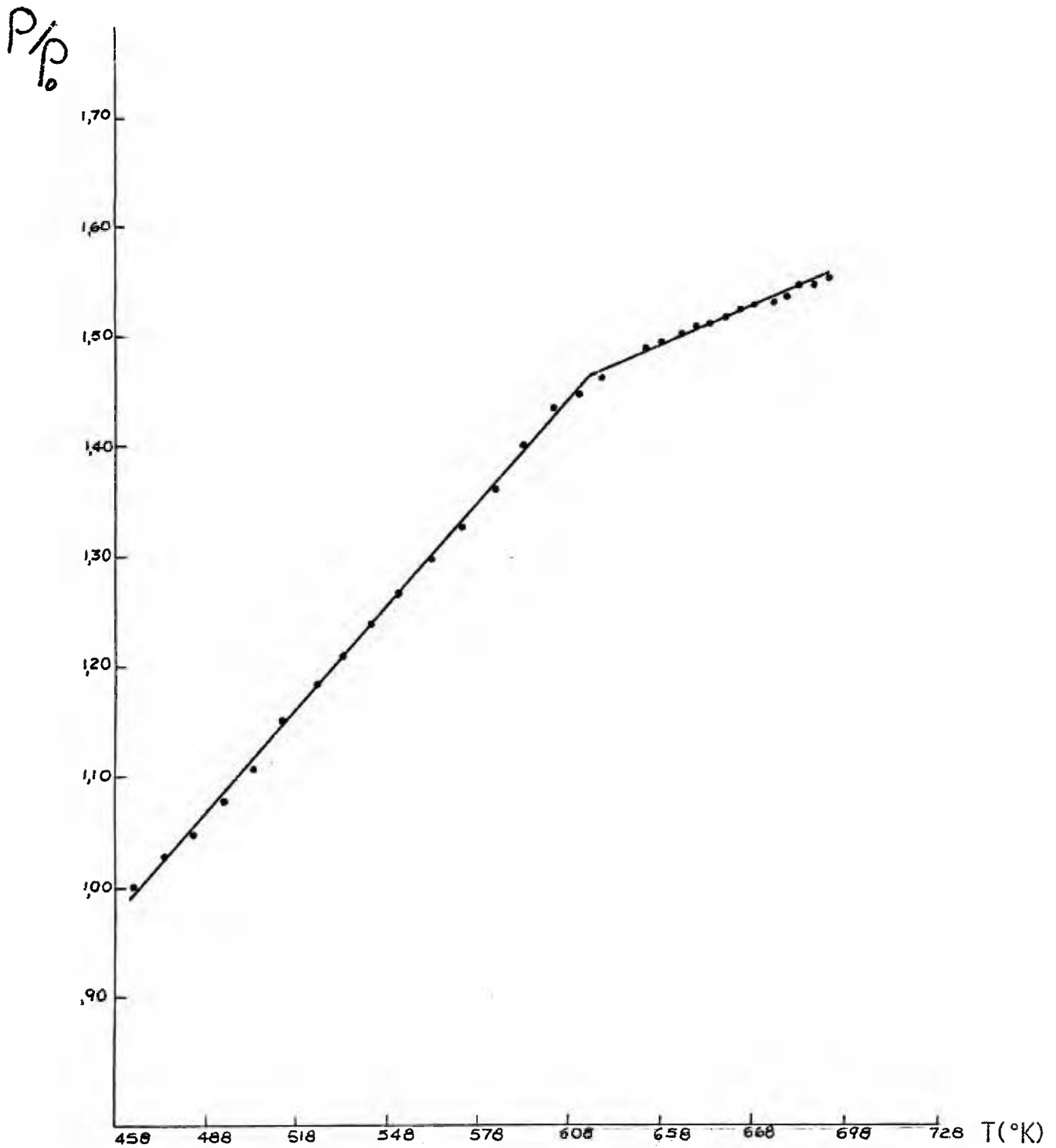


Fig. 4.6. Gráfica de datos experimentales de la resistividad reducida (ρ/ρ_0) en función de la temperatura (T) para la muestra No.3 de espesor (91 ± 10) Å con $\rho_0 = 20.4 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ para $T = 463$ °K.

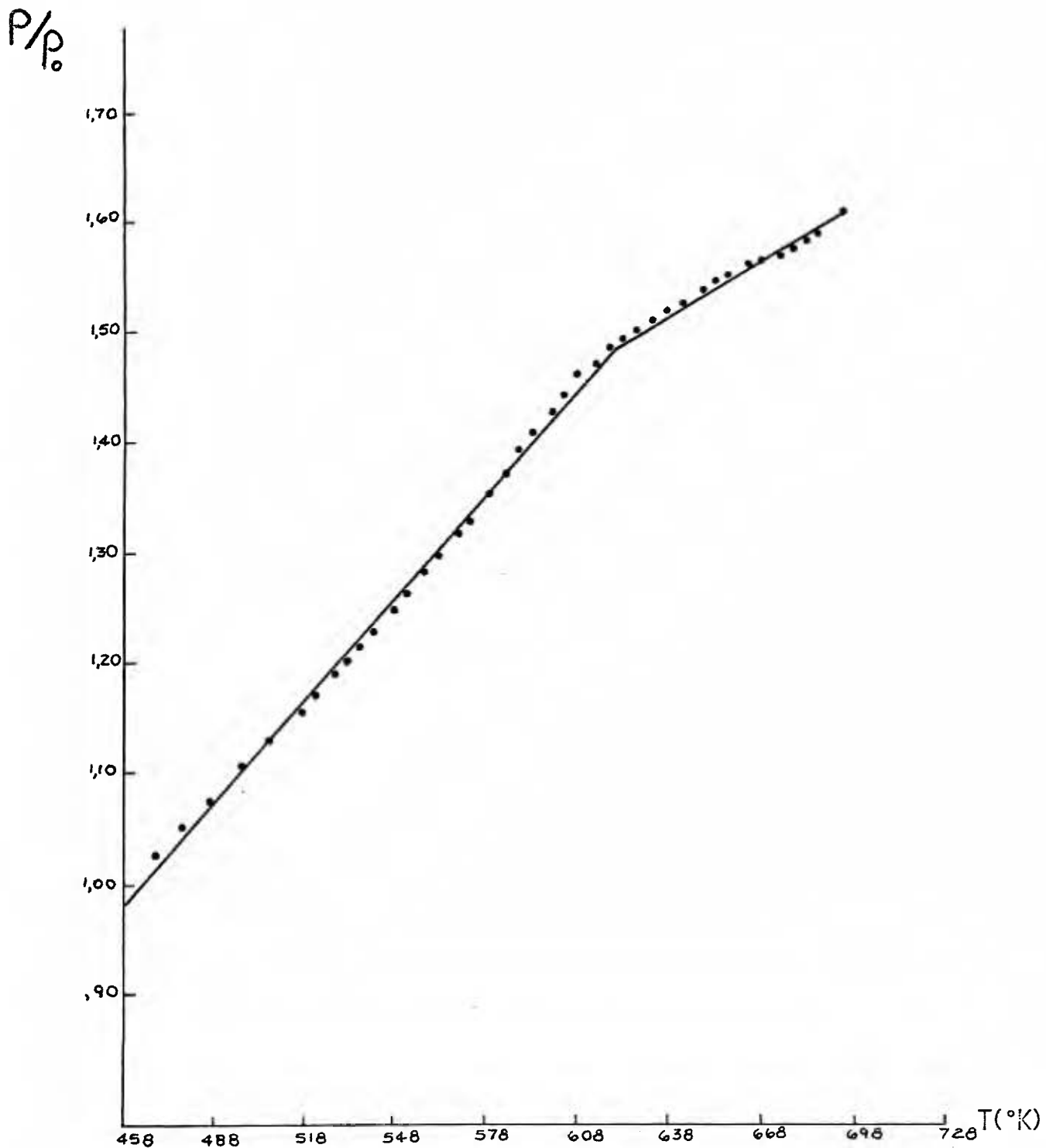


Fig. 4.7. Gráfica de datos experimentales de la resistividad reducida (ρ/ρ_0) en función de la temperatura (T) para la muestra No.4 de espesor $(126^{+11}) \text{ \AA}$ con $\rho_0 = 18.9 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ para $T = 463 \text{ }^\circ\text{K}$.

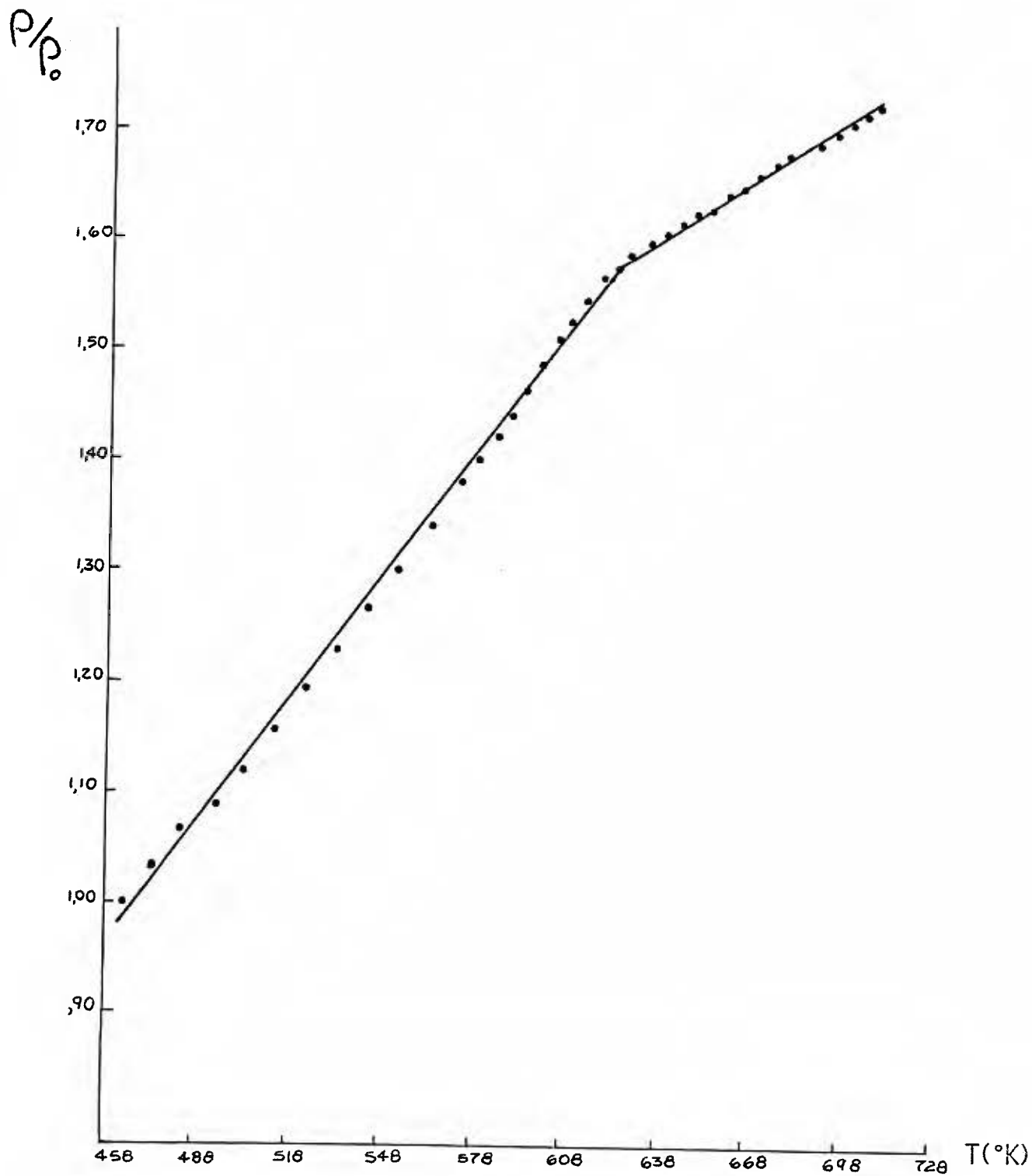


Fig. 4.8. Gráfica de datos experimentales de la resistividad reducida (ρ/ρ_0) en función de la temperatura (T) para la muestra No.5 de espesor $(207^{+11}) \text{ \AA}$ con $\rho_0 = 17.7 \text{ u}\Omega \cdot \text{cm}$ para $T = 463 \text{ }^\circ\text{K}$.

ρ/ρ_0

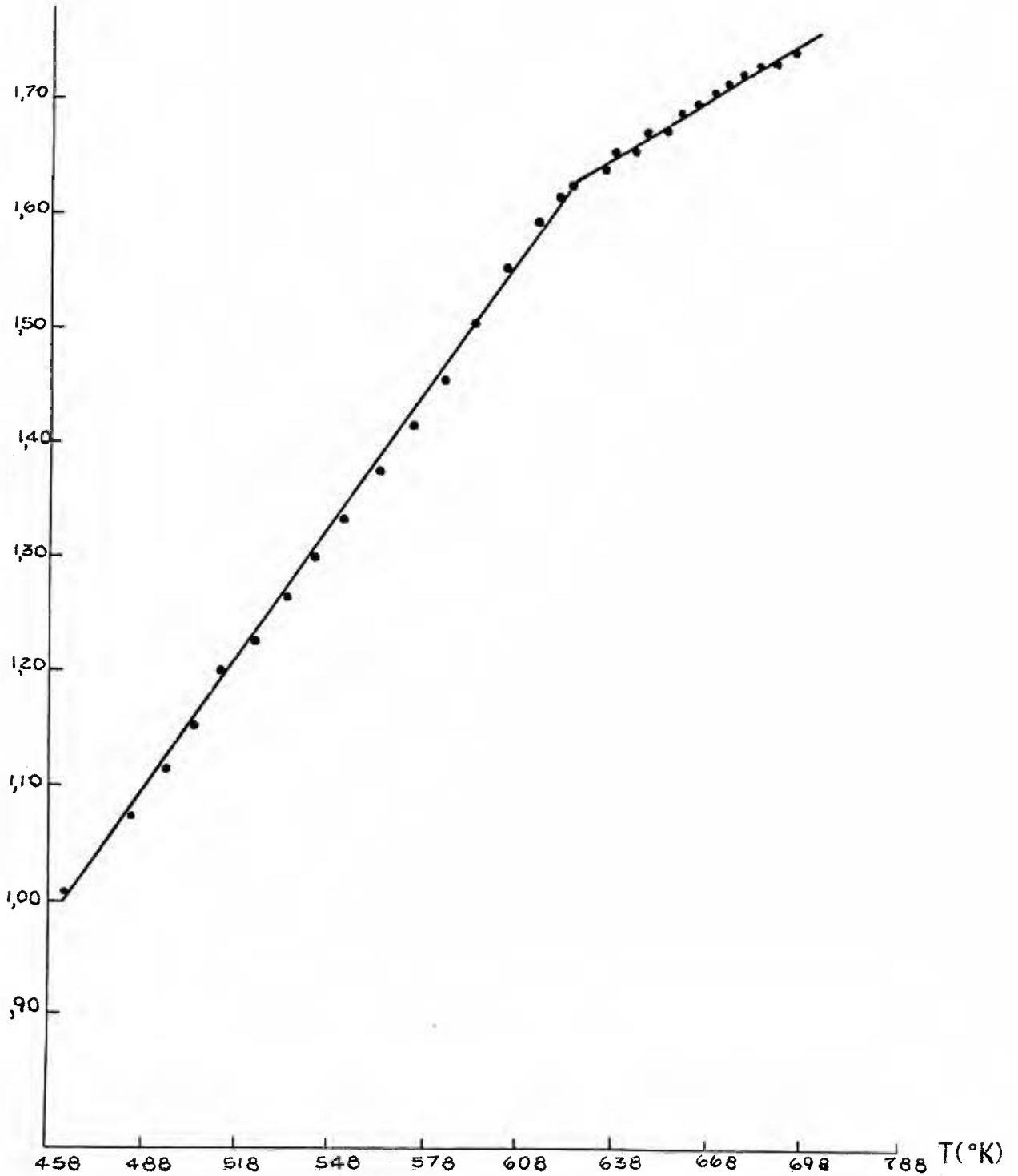


Fig. 4.9. Gráfica de datos experimentales de la resistividad reducida (ρ/ρ_0) en función de la temperatura (T) para la muestra No.6 de espesor (299^{+11}) Å con $\rho_0 = 17.0 \mu\Omega, \text{cm}$ para $T = 463 \text{ }^{\circ}K$.

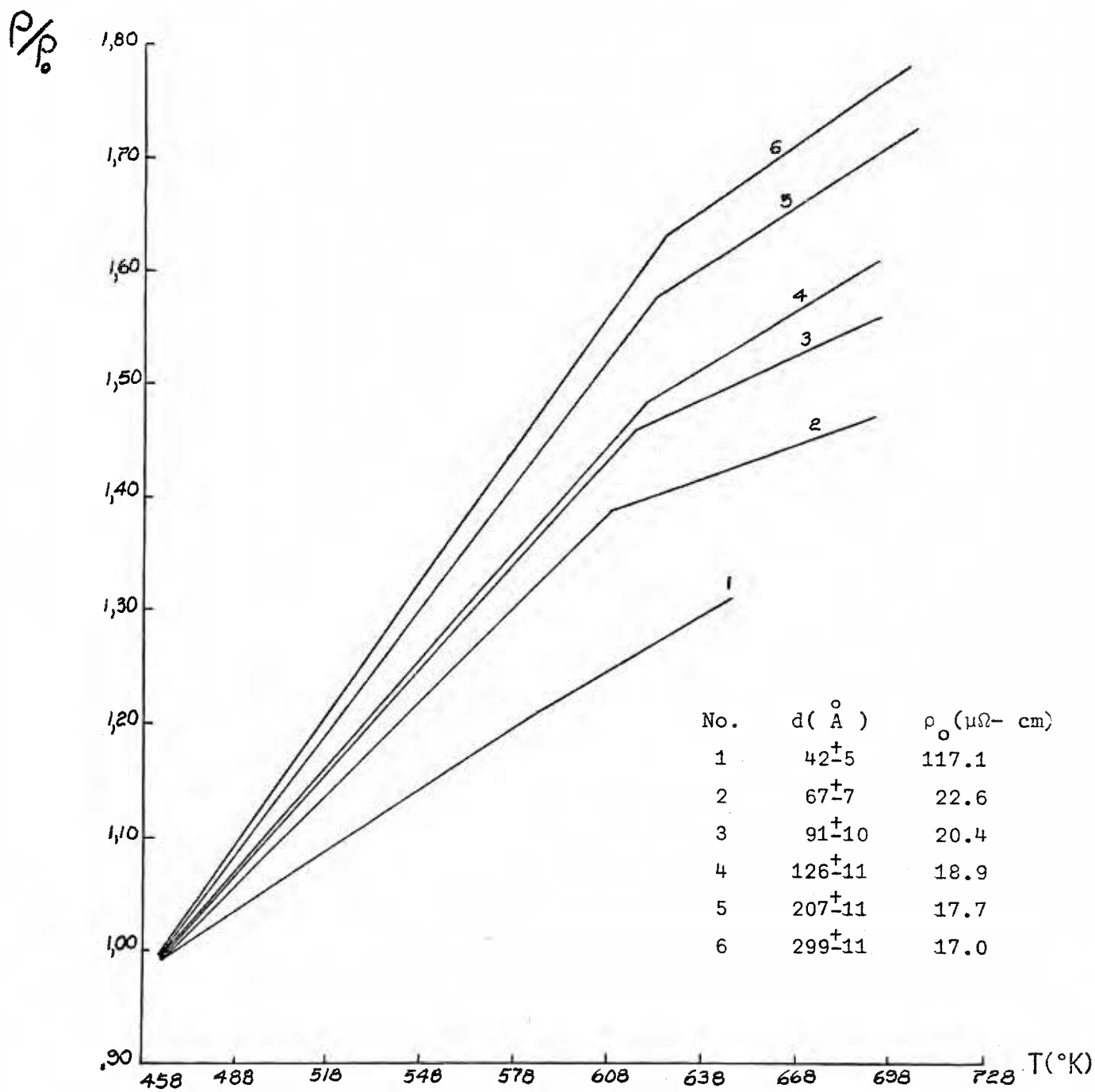


Fig. 4.10. Resistividad reducida (ρ/ρ_0) en función de la temperatura T para las muestras estudiadas, con ρ_0 para T = 463 °K.

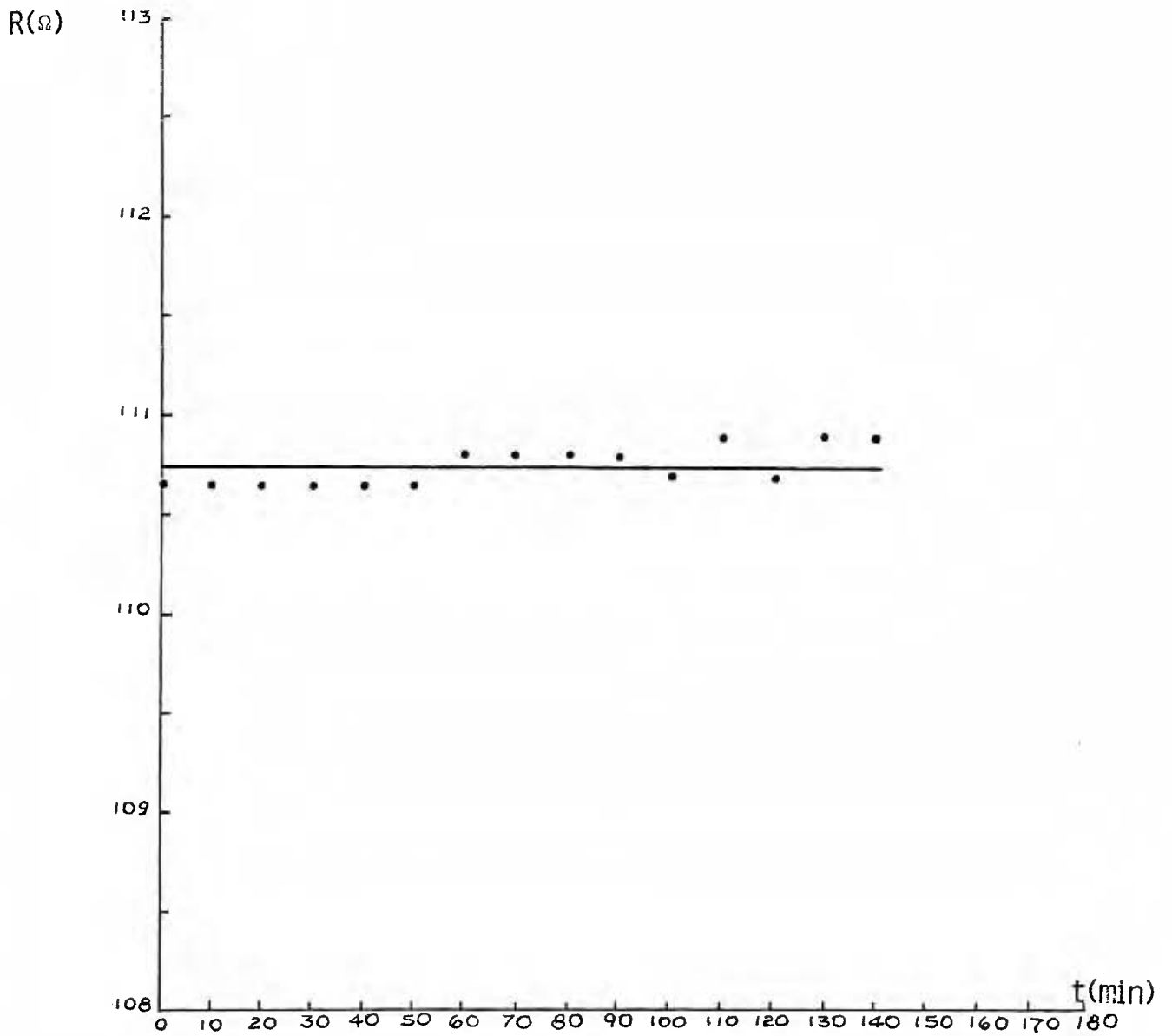


Fig. 4.11. Resistencia R , en ohmios a la temperatura de $(706 \pm 1)^\circ\text{K}$ en función del tiempo t , para la muestra No.6.

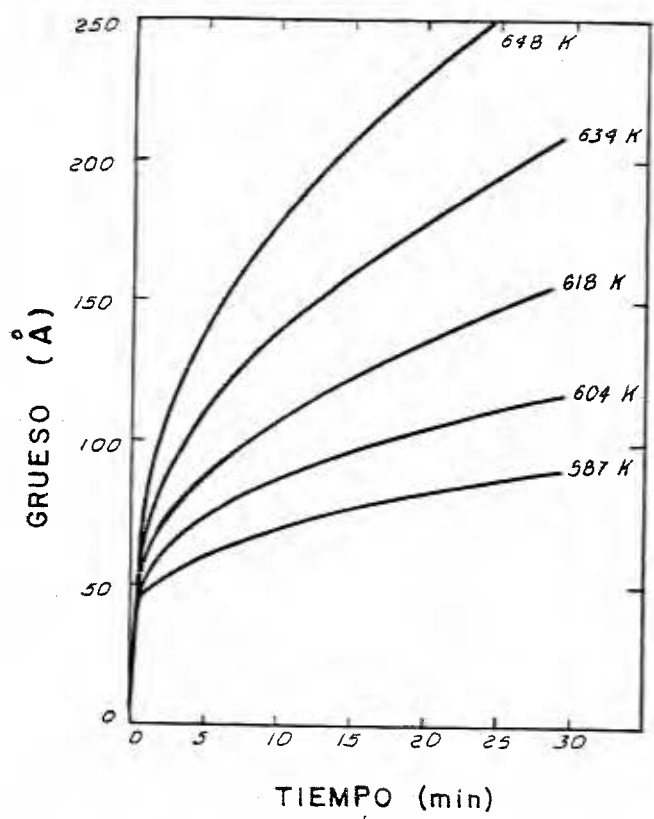


fig N° 4.12

TABLA No. 4.2

MUESTRA	RESISTIVIDAD ($\mu\Omega$ -cm) a T = 523 °K	GRUESO Å
1	128.5	42
2	26.2	67
3	24.2	91
4	22.2	126
5	21.2	207
6	20.1	299

tividad a la temperatura de 523°K y el grosor de la muestra recocida.

La figura 4.13 muestra los valores experimentales (por problemas en la escala no aparece el valor de una de las muestras), y además la curva de mejor ajuste, que en este caso resultó ser una función potencial de la forma $\rho = c d^h$ (c y h son constantes, ρ la resistividad, d el grosor), la que mejor ajustó los valores después de probar con varias funciones. Ver apéndice C.

La resistividad de estas muestras aumenta su valor al disminuir el grosor, lo que comprueba lo expresado en la teoría (sección 1.3).

Es importante hacer notar que no fue posible presentar la gráfica de la resistividad reducida $\frac{\rho}{\rho_0}$, en función del parámetro $K (= \frac{d}{l})$ debido a que no se logró determinar el recorrido libre medio del electrón a la temperatura de 463 °K. Cualitativamente, se verifica que ésta, hubiera sido lineal para valores de K pequeños, debido a que la resistividad reducida $\frac{\rho}{\rho_0}$, en función de grosor d, ajustó mejor con una función potencial de la forma $\frac{\rho}{\rho_0} = a' d^{b'}$, de manera que concuerda con lo predicho en la teoría expuesta en la sección 1.1 y que está representado en la figura 1.1.

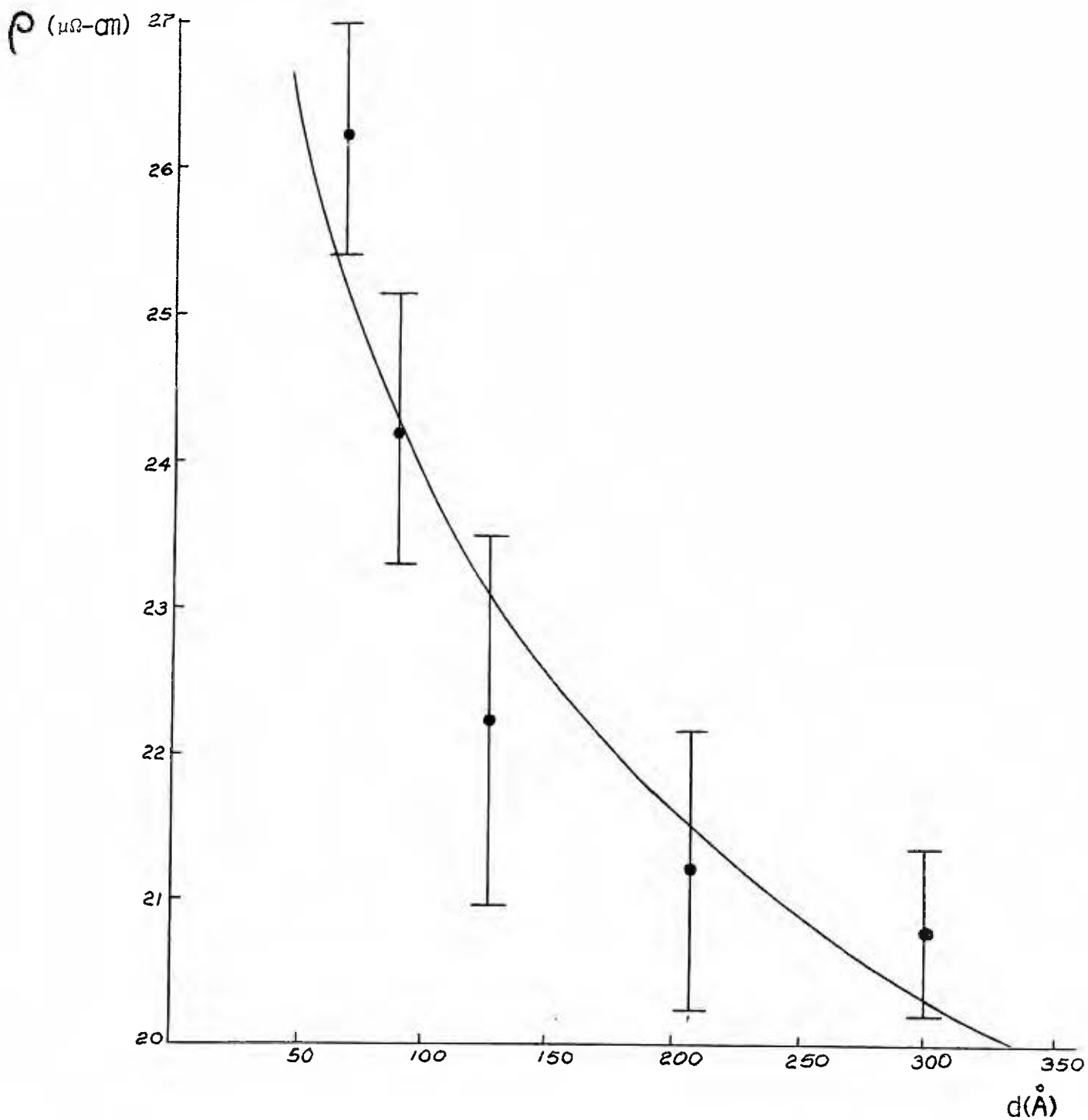


Fig. 4.13. Resistividad ρ a la temperatura de 523 °K, en función del espesor d .

4.5 - Variación de la temperatura de Curie con el espesor de las muestras.

La figura 4.14 muestra los valores obtenidos en este experimento de la temperatura de Curie para los diferentes espesores de las muestras y además los encontrados por G. Goureaux-A. Colombani {36}, la curva teórica de Klein y Smith {37} y la curva teórica dada por la teoría de Valenta 38 . El comportamiento de la temperatura de Curie puede analizarse en dos regiones. Una región para espesores mayores de 200 \AA en la cual la temperatura de Curie, no difiere, en su comportamiento al de muestras masivas ($\theta_c = 627.2 \text{ }^\circ\text{K}$) y otra región para muestras con espesores inferiores de 200 \AA en que la temperatura de Curie, disminuye su valor con el espesor de la muestra. En general, puede observarse que los datos experimentales se comportan de manera similar a lo predicho por la teoría de Valenta. Sin embargo, los resultados de G. Goureaux y A. Colombani muestran un comportamiento parecido al predicho por la teoría de Klein y Smith. Es importante notar como se expuso en la sección 1.7, la teoría de Klein y Smith no puede predecir adecuadamente la variación de la temperatura de Curie con el espesor. Se atribuye la diferencia de los resultados al hecho de que las muestras de G. Goureaux y A. Colombani, no fueron protegidas adecuadamente para prevenir la oxidación. Se sabe que a temperaturas superiores de $523 \text{ }^\circ\text{K}$ {39} y a presión atmosférica ocurre una rápida oxidación del níquel, la cual no podría prevenirse incluso a presiones del orden de 10^{-6} Torr. Como se apuntó en la sección 4.3, las capas de níquel cubiertas de monóxido de silicio no mostraron una oxidación apreciable, es de esperarse por lo tanto, que la oxidación altere conside-

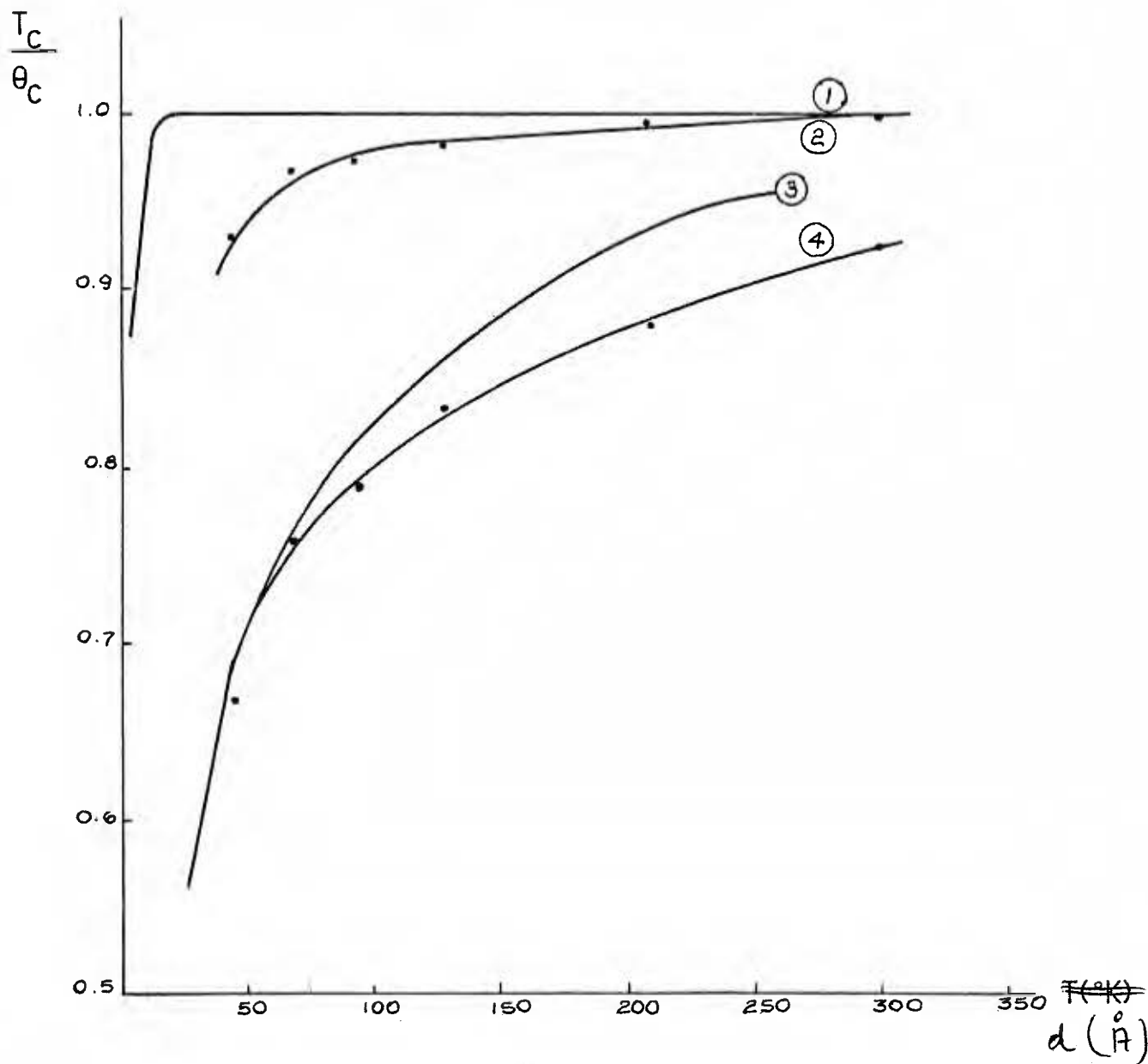


Fig. 4.14. Gráficas de la razón entre la temperatura de Curie para las muestras (T_c) y la temperatura de Curie para una muestra voluminosa θ_c , como función de ~~la temperatura T.~~ ^{del grosor d .} Las gráficas corresponden a medidas experimentales y modelos teóricos propuestos.

- (1) Teoría de Valentini
- (2) Autor
- (3) Teoría de Klein y Smith
- (4) G. Goureaux - A. Colombani

rablemente las propiedades magnéticas del níquel, debido a que las capas superficiales gozan de una condición especial, en el modelo de Valenta.

SUGERENCIAS

Basado en los problemas presentados en la evaporación de las muestras, se recomienda utilizar otro método, que permita obtener muestras con mayor pureza y de esta manera lograr mayor confiabilidad en el valor de la temperatura de Curie.

Conviene además en un trabajo posterior, obtener mayor número de mediciones de la resistividad de la muestra, para intervalos de temperatura pequeños, cuando ésta se aproxima al punto de Curie, con el propósito de fijarlo mejor.

Es importante, que un trabajo posterior, estudie el comportamiento de la temperatura de Curie, conforme el grueso varía para muestras con un porcentaje de aleación conocida, como por ejemplo; cobre con níquel.

APENDICE A

FLUORESCENCIA DE RAYOS X

DETERMINACION DE GROSOR EN PELICULAS DELGADAS.

Una película delgada obtenida por vaporización de un sólo elemento, presenta un campo de análisis para la utilización de la fluorescencia de rayos-X.

Mediante la fluorescencia de rayos-X es posible identificar un elemento presente en una muestra, por cuanto cada elemento activado emite rayos-X característico en intensidad y energía. Son dos los fotopicos de radiación más sobresalientes para cada elemento, que corresponden a K_{α} y K_{β} (K: primer nivel energético del átomo).

Al activar un elemento por rayos-X primarios, la concentración en g/cm^2 es dependiente de la intensidad de los rayos-X secundarios y de las propias características del átomo.

Midiendo la intensidad del fotopico K_{α} inducida, se calcula la concentración por medio de la expresión:

$$I (K_{\alpha}) = G_o K_i (\rho_i d)$$

$$d = \frac{I (K_{\alpha})}{G_o K_i \rho_i}$$

donde,

- d : grosor de la muestra
- G_o : constante geométrica, característica del montaje de detección
- K_i : constante de fluorescencia, característica de cada elemento
- $I(K_\alpha)$: intensidad en cuentas por segundo del fotopico
- ρ_i : densidad del elemento de interés

La expresión anterior sólo es válida cuando:

- 1.- la muestra posee un grosor inferior a los 2000 Å
- 2.- la muestra se compone de uno o dos elementos químicos

Ambas características se cumplen en las muestras analizadas.

ERROR EN LA MEDICION.

El error en la medida del grosor depende de varios factores:

- 1.- de la evaluación de las constantes G_o y K_i las cuales introducen en conjunto un error, no mayor del 3% en cualquier medición.
- 2.- de la estadística en la medida de la intensidad del fotopico, lo que hace suponer que en un menor grosor implica una menor estadística y por lo tanto un mayor error.

En resumen, el porcentaje de error para las muestras medidas por este método, es de aproximadamente 11%.

APENDICE B
 PROGRAMA DE UNA FUNCION POTENCIAL QUE AJUSTA MEJOR UNA
 SERIE DE PUNTOS EXPERIMENTALES HECHO EN UNA COMPUTADORA HP-97

001	*LBLA	21 16 11	052	RTN	24	123	x	-35
002	0	00	063	*LBLB	21 12	124	+	-55
003	F2?	16 23 02	064	SF3	16 21 03	125	F2?	16 23 02
004	RTN	24	065	F2?	16 23 02	126	GT09	22 09
005	1	01	066	ESB?	23 03	127	RTN	24
006	SF2	16 21 02	067	GT08	22 08	128	*LBL1	21 01
007	RTN	24	068	*LBLC	21 13	129	F0?	16 23 00
008	*LBLb	21 16 12	069	F2S	16-51	130	GT02	22 02
009	CF0	16 22 00	070	SPC	16-11	131	x	-35
010	CF1	16 22 01	071	RCL8	36 08	132	e ^x	33
011	F2S	16-51	072	RCL4	36 04	133	x	-35
012	CLRG	16-53	073	RCL6	36 06	134	F2?	16 23 02
013	F2S	16-51	074	x	-35	135	GT09	22 09
014	1	01	075	RCL9	36 09	136	RTN	24
015	RTN	24	076	=	-24	137	*LBL2	21 02
016	*LBLc	21 16 13	077	-	-45	138	X*Y	-41
017	G98b	23 16 12	078	ENT↑	-21	139	Y*	31
018	SF1	16 21 01	079	ENT↑	-21	140	x	-35
019	RTN	24	080	RCL4	36 04	141	F2?	16 23 02
020	*LBLd	21 16 14	081	X ²	53	142	GT09	22 09
021	G98b	23 16 12	082	RCL9	36 09	143	RTN	24
022	SF0	16 21 00	083	=	-24	144	*LBL3	21 03
023	RTN	24	084	RCL5	36 05	145	SPC	16-11
024	*LBLe	21 16 15	085	X*Y	-41	146	1	01
025	G98d	23 16 14	086	-	-45	147	CHS	-22
026	SF1	16 21 01	087	=	-24	148	PRTX	-14
027	RTN	24	088	ST08	35 12	149	SF2	16 21 02
028	*LBLA	21 11	089	x	-35	150	R↓	-31
029	CF3	16 22 03	090	RCL6	36 06	151	RTN	24
030	*LBLB	21 08	091	X ²	53	152	*LBLD	21 14
031	F2?	16 23 02	092	RCL9	36 09	153	ST0E	35 15
032	G5B9	23 09	093	=	-24	154	RCLB	36 12
033	ST0D	35 14	094	CHS	-22	155	1/X	52
034	F1?	16 23 01	095	RCL7	36 07	156	RCLA	36 11
035	LN	32	096	+	-55	157	RCLC	36 15
036	X*Y	-41	097	=	-24	158	X*Y	-41
037	ST0C	35 13	098	PRTX	-14	159	F1?	16 23 01
038	F0?	16 23 00	099	RCL6	36 06	160	GT01	22 01
039	LN	32	100	RCL4	36 04	161	-	-45
040	F3?	16 23 03	101	RCLB	36 12	162	x	-35
041	GT08	22 08	102	x	-35	163	F0?	16 23 00
042	Z+	56	103	-	-45	164	e ^x	33
043	*LBL7	21 07	104	RCL9	36 09	165	F2?	16 23 02
044	ENT↑	-21	105	=	-24	166	GT09	22 09
045	1	01	106	F1?	16 23 01	167	PTN	24
046	+	-55	107	e ^x	33	168	*LBL1	21 01
047	RCLC	36 13	108	ST0A	35 11	169	=	-24
048	X*Y	-41	109	PRTX	-14	170	F0?	16 23 00
049	RCLD	36 14	110	RCLB	36 12	171	GT01	22 01
050	X*Y	-41	111	PRTX	-14	172	LN	32
051	RTN	24	112	P2S	16-51	173	x	-35
052	*LBL0	21 00	113	RTN	24	174	F2?	16 23 02
053	Z-	16 56	114	*LBLB	21 15	175	GT09	22 09
054	GT07	22 07	115	ST0E	35 15	176	RTN	24
055	*LBL9	21 09	116	RCLA	36 11	177	*LBL1	21 01
056	SPC	16-11	117	RCLB	36 12	178	X*Y	-41
057	X*Y	-41	118	RCLC	36 15	179	Y*	31
058	PRTX	-14	119	F1?	16 23 01	180	F0?	16 23 02
059	X*Y	-41	120	GT01	22 01	181	GT09	22 09
060	PRTX	-14	121	F0?	16 23 00	182	RTN	24
061	SF2	16 21 02	122	LN	32	183	R/S	51

CENTRO DE INFORMATICA - UNIVERSIDAD DE COCUMBA
 APENDICE C

DOS FORTRAN IV 360N-FO-479 3-8

MAINPGM

DATE 13R12N79

TIME 01.38.48

PAGE 0001

C PROGRAMA PARA DETERMINAR EL PUNTO DE CURTIE EN UNA PELICULA DELGADA DE-
 C NIQUEL, CORRESPONDIENTE A LA TESIS DE HORACIO MERLOS LACAYO PARA OPTAR
 C AL TITULO DE LICENCIADO EN FISICA

```

0001 DIMENSION X(50),A(40),IMAG1(1288),IMAG4(1288),Y(50,1)
0002 EQUIVALENCE (IMAG1(1),IMAG4(1))
0003 M=1
0004 INC=1
0005 NG=8
0006 READ(1,10) (A(J),J=21,40)
0007 DO 1 I=1,NG
0008 WRITE(6,90)
0009 READ(1,20) N
0010 IA = N
0011 READ(1,10) (A(J),J=1,20)
0012 READ(1,40) (X(J),J=1,N)
0013 READ(1,50) (Y(J,1),J=1,N)
0014 WRITE(6,60) (A(J),J=1,40)
0015 WRITE(6,70) (X(J),J=1,N)
0016 WRITE(6,80) (Y(J,1),J=1,N)
0017 CALL USPLH (X,Y,N,M,INC,IA,A,IMAG1,IMAG4,IER)
0018 1 CONTINUE
0019 10 FORMAT (20A4)
0020 20 FORMAT (I2)
0021 40 FORMAT (11F7.2)
0022 50 FORMAT (13F6.3)
0023 60 FORMAT (10X,20A4,NN)
0024 70 FORMAT (NN,2X,'X',4X,11(2X,F7.2))
0025 80 FORMAT (NN,2X,'Y',4X,13(3X,F6.3))
0026 90 FORMAT(1H1)
0027 STOP
0028 END
    
```

BIBLIOGRAFIA

- 1.- M.J. Klein and R.S. Smith "Thin ferromagnetic films" p 378 Physical Review Vol. 81 No. 3, 1951.
- 2.- C.A. Neugebauer, Newkirk, Vermilyea "Structure and properties of thin films" p 342, Jhon Wiley & Sons, Inc New York-London, 1959.
- 3.- C.A. Neugebauer, Newkirk, Vermilyea "Structure and properties of thin films" p 393, op. cit.
- 4.- J.C. Anderson "The use of thin films in physical investigations". p 299 Academic Press, London and New York, 1966.
- 5.- J.C. Anderson "The use of thin films in physical investigations", p 300 op. cit.
- 6.- J.M. Ziman "Principles of the theory of solids", p 216 Cambridge, segunda edición, 1972.
- 7.- C.A. Neugebauer, Newkirk, Vermilyea "Structure and properties of thin films" p 225-226 op. cit.
- 8.- N.F. Mott "The electrical conductivity of transition metals" p 700 H.H. Wills Physical Laboratory, University of Bristol, 1935.
- 9.- C.A. Neugebauer, Newkirk, Vermilyea "Structure and reperties of thin films" p 226 op. cit.
- 10.- C.A. Neugebauer, Newkirk, Vermilyea "Structure and properties of thin films" p 226 op. cit.
- 11.- J.C. Anderson "The use of thin films in physical investigations", p 302 op. cit.
- 12.- J.C. Anderson "The use of thin films in Physical investigations", p 303 op. cit.
- 13.- F. Reif "Fundamentos de física estadística y térmica" p 494-495 McGraw Hill Book Company, 1968.
- 14.- O.S. Heavens "Thin film physics" p 116, Methuen & Coltd, 1970.

- 15.- O.S. Heavens "Thin film physics" p 116, op. cit.
- 16.- J.S. Blackmore, Solid State Physics" p 163, W.B. Saunders Company, 1974
- 17.- D.C. Larson "Size-Dependent Electrical Conduction in thin metal films and wires" p 85, Academic Press, Inc. New York and London, 1971.
- 18.- D.C. Larson "Size-Dependent Electrical Conduction in thin metal films and wires" p 87, op. cit.
- 19.- S.B. Soffer, Journal of applied physics Vol. 36 p 3947, 1965.
- 20.- C.A. Wert and R.M. Thomson "Física de los sólidos" p 143 McGraw-Hill Book Company, 1967.
- 21.- C.A. Wert and R.M. Thomson " Física de los sólidos" p 143 op. cit.
- 22.- C. Kittel "Introducción a la física del estado sólido" p 307-308, Segunda edición, Reverté S.A. 1975.
- 23.- C. Kittel "Introducción a la física del estado sólido" p 527-530 op. cit.
- 24.- J.H. Van Vleck, Review Modern Physics, Vol. 17 No. 27, 1945
- 25.- M.J. Klein and R.S. Smith "Thin ferromagnetic films" p 378, Physical Review Vol. 81, No. 3, 1951.
- 26.- C.A. Neugebauer, Newkirk, Vermilyea "Structure and properties of thin films" p 342, op. cit.
- 27.- N.F. Mott "The electrical conductivity of transition metals" p 701, op. cit.
- 28.- J.S. Blakemore "Solid state physics" p 441, segunda edición, W.B. Saunders Company, 1974
- 29.- J.S. Blakemore "Solid state physics" p 441 op. cit.
- 30.- N.F. Mott "The electrical conductivity of transition metals" p 713 op. cit.
- 31.- S. Chaudhuri, A. K. Pal and A.K. Barua "Effects of agglomeration and magnetic boundary scattering on the electrical resistivity of nickel films" p 3465, Journal of applied physics, Vol. 46, No. 8, 1975.

- 32.- J.C. Anderson "The use of thin films in physical investigations" p 269
op. cit.
- 33.- C. Kittel "Introducción a la física del estado sólido" p 227, op. cit.
- 34.- R.B. Belser and W. H. Hicklin "Temperature coefficients of resistance of
metallic films in the temperature range 25° to 600°C"
p 315, Journal of applied physics, Vol. 30, No. 3, 1959.
- 35.- B.C. Sales, M. B. Maple and F.L. Vernon, III "Initial oxidation kinetics
near the Curie temperature of nickel" p 488, Physical
Review B, Vol. 18, No. 1, 1978.
- 36.- C.A. Neugebauer, Newkirk, Vermilyea "Structure and properties of thin
films" p 393, op. cit.
- 37.- M.J. Klein and R.S. Smith "Thin ferromagnetic films" p 378, op. cit.
- 38.- C.A. Neugebauer, Newkirk, Vermilyea "Structure and properties of thin
films" p 342, op. cit.
- 39.- R.B. Belser and W. H. Hicklin "Temperature coefficients of resistance of
metallic films in the temperature range 25° to 600°C,
p 315 op. cit.

FIGURAS

- 1.1 D.C. Larson "Size-Dependent Electrical Conduction in thin metal films
and wires" p 87 op. cit.
- 1.4 C.A. Neugebauer, Newkirk, Vermilyea "Structure and properties of thin
film" p 343 op. cit.
- 1.5 J.C. Blakemore "Solid state physics" p 441, op. cit.
- 1.6 R. M. Bozorth "Ferromagnetism" p 763, D. Van Nostrand Company, Inc.
United States of America, 1951.
- 4.3 J.C. Anderson "The use of thin films in physical investigations" p 269, op.cit.

4.12 B.C. Sales, M. B. Maple and F. L. Vernon, III "Initial oxidation kinetics near the Curie temperature of nickel" p 488 op. cit.