

00388



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES

**“NANOCRISTALIZACIÓN Y
ESTUDIO A FRECUENCIA DE
MICROONDAS DE ALEACIONES
AMORFAS RICAS EN Co”**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

DOCTOR EN CIENCIA
E INGENIERIA DE MATERIALES

PRESENTA

M. En C. MA. HERLINDA MONTIEL SÁNCHEZ

TUTOR: DR. RAÚL A. VALENZUELA MONJARÁS





Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

*La lucha interna que lleva
el hombre en la sangre,
realiza el más caro anhelo
con estudio esfuerzo y trabajo.*

F. Montiel

AGRADECIMIENTOS:

A mis Padres María Luisa y Florentino por su apoyo incondicional y enseñanzas desde el inicio de mi vida, y por darme las herramientas necesarias para forjar mi destino. A mis hermanos Adriana, Elena, Lidia y Florentino por sus consejos y ayuda. A mi pequeña sobrina Jessy: también has sido parte de este trabajo.

Y sobre todo a mi querido esposo Guillermo que con paciencia, amor e importantes consejos me ayudo a concluir este trabajo ... " Gracias por todo".

AGRADECIMIENTOS

Un sincero agradecimiento a todas las personas que contribuyeron al término de este trabajo:

- ◆ Al Dr. Raúl Valenzuela Monjarás, por su asesoría y valiosas sugerencias que ha sabido proporcionar hasta el final de este trabajo. Y sobre todo por su sincera amistad.

- ◆ Al Dr. Rafael Zamorano por las discusiones técnicas que me ha brindado durante el desarrollo de este trabajo.

- ◆ Al Dr. Israel Betancourt por el material empleado en este trabajo y sus interesantes correcciones.

- ◆ Al Dr. Francisco Morales Leal y José Manuel Saniger por ser parte de mi comité tutorial.

- ◆ Al Técnico Académico Carlos Flores por su ayuda y amable disposición en las mediciones de Microscopia de Transmisión Electrónica.

- ◆ Al grupo de mediciones Magnéticas y Biofísica de la ESFM-IPN. En especial al técnico Ignacio Colín por su apoyo durante las mediciones de resonancia ferromagnética.

- ◆ A mis compañeros de trabajo Miguel y Manolo. A mis grandes y queridas amigas que me apoyaron hasta el final de este trabajo Pilar, Susana y Tere: "mil gracias".

- ◆ A la DGEP por la beca otorgada para la realización de este trabajo.

- ◆ Al SNI por su apoyo para la terminación del trabajo de tesis.

RESUMEN

El propósito de este trabajo de investigación es el de realizar un estudio sobre la nanocrystalización de aleaciones amorfas ricas en Co mediante las técnicas de campo magnético AC, para materiales magnéticos suaves: Espectroscopia de Inductancia y Magnetoimpedancia; con el objeto de establecer las diferencias entre dos procesos de nanocrystalización que inician estructuralmente distintos. Las aleaciones amorfas $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{B}_{12}\text{Nb}_4\text{Si}_{13}\text{Cu}$ se prepararon con el método de solidificación ultra-rápida a diferentes rapidezces de enfriamiento, con el fin de inducir diferencias en la estructura.

En una primera etapa, se realizaron tratamientos térmicos a las aleaciones $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{B}_{12}\text{Nb}_4\text{Si}_{13}\text{Cu}$ inicialmente amorfa y nanocompuesta (nanocrystalales inmersos en la matriz amorfa) a una temperatura de 300 °C para tiempos 5, 10, 20 y 40 minutos.

La caracterización magnética consistió en la determinación de la evolución de las propiedades magnéticas en función de la frecuencia en el intervalo de frecuencias de 5Hz- 13 MHz en función de los tratamientos térmicos. Se establecieron las diferencias entre la nanocrystalización de la aleación amorfa en comparación con la nanocrystalización de la aleación nanocompuesta, determinando que la microestructura inicial establece las condiciones de la nanocrystalización. Se observa que la microestructura inicial induce la rapidez del crecimiento del cristal. Se demuestra que al iniciar la nanocrystalización en aleaciones nanocompuestas no coincide con alguna etapa de la nanocrystalización de una aleación amorfa, por el contrario, la dinámica de crecimiento del nanocrystal es diferente en ambas aleaciones. De tal forma se observa que para la aleación amorfa a tiempo de tratamiento térmico inicial se presenta un endurecimiento magnético y que el punto crítico de máximo ablandamiento es para 10 minutos de tratamiento térmico. En la aleación nanocompuesta se presenta el máximo ablandamiento a 5 minutos. En ambas aleaciones se observa un endurecimiento para mayores tiempos de tratamiento térmico debido al crecimiento del nanocrystal. Se establece que la anisotropía magnética del material es uniaxial y que los diferentes estados magnéticos son originados por cambios en la anisotropía magnética.

Asimismo se realizó un estudio del comportamiento magnético en función de la frecuencia en el orden de microondas (9.4 GHz), con el propósito de establecer las características del comportamiento del material en campos oscilantes mediante diferencias estructurales y geométricas. En esta parte del trabajo se realizaron mediciones a campos de microondas donde ocurre la resonancia ferromagnética, estableciéndose que los parámetros como la anisotropía y el volumen de la muestra determinan la respuesta resonante de la aleación magnética. Observándose la contribución de la anisotropía de forma e intrínseca. Se determinó que la dependencia angular del campo de resonancia es debido a la anisotropía inducida de forma. Se realizó un análisis comparativo de la respuesta a campos de microondas entre la aleación amorfa y la aleación nanocompuesta y es posible detectar la presencia de los nanocristales en la aleación nanocompuesta originando una segunda resonancia.

Adicionalmente se realizó el análisis de una señal detectada a campos H_{dc} bajos excitados con microondas y se propuso el origen físico de dicha señal. Cabe señalar que el origen y la detección de esta señal a campo bajo es tema de actualidad y aún es discusión en el campo de investigación de la Resonancia ferromagnética en materiales magnéticos. El inicio de este problema surgió en materiales superconductores de alta T_C , en los cuales se presenta un estado intermedio dando lugar a fluxoides (regiones de campo magnético) y se estableció que la señal detectada mediante absorción de microondas era debida al estado intermedio[1, 2]. En el estudio de aleaciones amorfas y nanocristalinas se presentó nuevamente esta señal y se propuso que su naturaleza fuera resonante [3]. Sin embargo en este trabajo se establece experimentalmente que el origen de esta señal es de naturaleza no-resonante cuántico y que es posible correlacionarlo con la respuesta de magnetoimpedancia, la cual se explica mediante electrodinámica clásica.

ABSTRACT

The aim of this work is to study the nanocrystallization of Co based amorphous alloys, by means of techniques of AC magnetic field for soft magnetic materials: Inductance and Magnetoimpedance spectroscopies. Amorphous alloys $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{B}_{12}\text{Nb}_4\text{Si}_{13}\text{Cu}$ were prepared by ultra-rapid solidification method at different cooling speeds, with the purpose of studying differences in the microstructure. The samples obtained are: amorphous alloy at 60 m/s (initially amorphous) and nanocompound at 40 m/s (nanocrystals immersed in amorphous matrix).

In a first stage, we carried out thermal treatments on two types of alloys: $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{B}_{12}\text{Nb}_4\text{Si}_{13}\text{Cu}$ initially amorphous, and contain a small amount of nanocrystals (nanocompound), at constant temperature of 300 °C for different annealing times: 5, 10, 20 and 40 minutes.

The magnetic characterization consisted in determination of the evolution of the magnetic properties as a function of frequency for the thermal treatments, for frequencies of 5Hz - 13 MHz.

Ferromagnetic resonance was also investigated in as-cast amorphous ribbons of the same composition, at a microwave frequency of 9.4 GHz (X band), and various orientations. When varying the angle, ϕ , between the ribbon plane and the DC magnetic field, the resonance field and the peak-to-peak separation showed a large increase as ϕ increased from 0° to 180°. On the other hand, the resonance field exhibited only very small variations as a function of the angle (θ) between the DC field and the ribbon axis. These results showed the difference between shape anisotropy (the energy needed to move the magnetization out of the plane) and induced anisotropy (creation of an in-plane easy axis).

In microwave absorption measurements at 9.4 GHz, two different absorptions were observed: a small one at low dc fields (< 200 Oe) and the other one at high dc fields (1817

Oe). The high-field absorption showed all the features of ferromagnetic resonance. In contrast, the low-field absorption exhibited different features and can be associated with surface spin rotation processes, similar to magnetoimpedance. A derivation of the absorption phenomenon on the basis of the Poynting vector is presented to relate its dependence on surface impedance. Finally, an experimental correlation between low field absorption and giant magnetoimpedance measurements was obtained.

ÍNDICE

Resumen	i
Índice	v
Introducción	1

CAPITULO I

Fundamentos básicos de Magnetismo	5
1.1 Origen del momento magnético	5
1.2 Campo Magnético e Inducción Magnética	5
1.3 Magnetización	6
1.4 Orden Magnético	6
1.5 Interacción de Intercambio	9
1.6 Anisotropía Magnética	10
1.6.1 Anisotropía Magnetocristalina	11
1.6.2 Anisotropía de forma	13
1.6.3 Anisotropía Aleatoria Variable	13
1.6.4 Anisotropía magnética Inducida	13
1.7 Dominios Magnéticos	14
1.8 Procesos de Magnetización y ciclo de histéresis	17
1.9 Materiales magnéticos amorfos	20
1.10 Materiales magnéticos nanocristalinos suaves	24
1.11 Aplicaciones de aleaciones amorfas magnéticamente suaves	28
Referencias Capítulo I	29

CAPITULO II

Técnicas de Análisis en Función de la Frecuencia	31
2.1 Espectroscopia de Impedancia	31
2.2 Espectroscopia de Inductancias	32

2.2.1	Modelado de circuitos equivalentes en Espectroscopia de Inductancia	38
2.3	Magnetoimpedancia	42
2.4	Resonancia Ferromagnética	46
2.4.1	Modos Normales de oscilación de un sistema de espines	46
2.4.2	Resonancia Magnética	47
2.4.3	Relajación y ancho de línea de resonancia	51
2.5	Medición de la Señal a campo Bajo	52
	Referencias Capítulo II	53

CAPITULO III

Procedimiento experimental		55
3.1	Obtención de aleaciones amorfas y nanocompuestas de composición: $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$	55
3.2	Caracterización Microestructural	56
3.3	Espectroscopia de Inductancias	58
3.4	Magnetoimpedancia	59
3.5	Resonancia Ferromagnética y señal a campo bajo	60
3.5.1	Consola de control del espectrómetro	62

CAPITULO IV

Resultados y Discusión		66
4.1	Nanocrystalización de Aleaciones amorfas ricas en Co	67
4.1.1	Caracterización Microestructural	67
4.1.1.1	Aleación amorfa: $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$	67
4.1.1.1.1	Difracción de Rayos X	67
4.1.1.1.2	Microscopia de Transmisión	68
4.1.1.2	Aleación nanocompuesta: $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$	73
4.1.1.2.1	Difracción de Rayos X	73
4.1.1.2.2	Microscopia de Transmisión	74
4.1.2	Espectroscopia de Inductancias	79

4.1.2.1 Aleación amorfa: $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$	79
4.1.2.1.1 Simetría Longitudinal	79
4.1.2.1.2 Simetría Transversal	86
4.1.2.2 Aleación nanocompuesta: $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$	90
4.1.2.2.1 Simetría Longitudinal	90
4.1.2.2.2 Simetría Transversal	94
4.1.3 Magnetoimpedancia	98
4.2 Resonancia Ferromagnética	105
4.2.1 Estudio RFM de la aleación amorfa $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$	106
4.2.1.1 Orientación 1	106
4.2.1.2 Orientación 2	110
4.2.1.3 Orientación 3	112
4.2.2 Estudio RFM de la aleación nanocompuesta	117
4.2.2.1 Orientación 1	117
4.2.2.2 Orientación 2	119
4.2.2.3 Orientación 3	120
4.3 Análisis de señal a campo Bajo	124
Referencias Capítulo IV	133

CAPITULO V

Conclusiones	135
5.1 Nanocrystalización de aleaciones ricas en Co	135
5.2 Resonancia Ferromagnética	136
5.3 Señal a Campo Bajo	137

INTRODUCCIÓN

En los últimos años el interés por el estudio de materiales nanocristalinos ha ido en aumento, debido a las características físicas y químicas que exhiben estos materiales; además de que generan una gran variedad de aplicaciones tecnológicas. Tal es el caso de los materiales magnéticos, los cuales han sido y seguirán siendo punto clave en la industria del almacenaje de información. Debido a que las aleaciones magnéticas nanocristalinas generalmente presentan altos valores de permeabilidad [4], es posible diseñar dispositivos cuya componente magnética sea de dimensiones pequeñas lo cual conduce a la producción de microtecnología. Otras aplicaciones de importancia de estos materiales se encuentran en los núcleos de transformadores para fuentes de alimentación, en transformadores de corriente de alta precisión, interruptores con conexión a tierra, sensores [5].

Existen diversas técnicas de preparación de obtener materiales con microestructuras nanométricas entre ellos están: la química de sol-gel, sputtering, evaporación, condensación de gas, aleación mecánica, solidificación ultra-rápida .

Con el método de solidificación ultra-rápida se obtienen aleaciones que pueden ser totalmente amorfas o que contienen una pequeña porción de nanocristales de tamaños de 20 a 30 nm dispersos en una matriz amorfa [6], esto depende de la rapidez de enfriamiento de la aleación. Sin embargo, la nanocristalización de la cinta amorfa puede ser un proceso independiente al de la obtención de la cinta amorfa y depende de las condiciones de la condiciones de preparación y del tratamiento térmico al que puede someterse la aleación.

En la actualidad existen dos familias de aleaciones base Fe que presenta las mejores propiedades magnéticas suaves: los Finemet (Fe-Cu-Nb-B-Si) y los Nanoperm (Fe-Zr-Cu-B-Si). Los Finemet son materiales suaves, sin embargo tienen magnetizaciones de saturación más bajas que las aleaciones amorfas de Fe-M (M= metaloide), debido al bajo contenido en Fe (≈ 74 at. % Fe) y a la adición de Nb y Cu (para controlar la cinética del

crecimiento del grano y la nucleación). EN contraste los Nanoperm contienen mayores cantidades de Fe ($\approx 83-89$ at. % Fe) y por tanto magnetizaciones de saturación más altas que los Finemet [7].

Existen trabajos antecesores [8, 9] en el cual se nanocrystalizan aleaciones amorfas de CoSiB las cuales no contienen elementos controladores como el Nb y Cu. En este trabajo se propone explorar las posibilidades de producir fases nanocrystalizadas en sistemas amorfos ricos en Co con elementos controladores, realizando un estudio de cada una de las aleaciones, además de la comparación entre estas. Estudiar las características magnéticas de los materiales nanocrystalinos finales, así como de las muestras obtenidas en etapas intermedias del proceso de nanocrystalización, con el objetivo de correlacionar la presencia de nanocrystalales en las aleaciones amorfas y los cambios de las propiedades magnéticas de las muestras antes y después del tratamiento térmico.

Las aleaciones amorfas nanocrystalinas presentan propiedades magnéticas importantes en función de la frecuencia, por lo que un segundo objetivo de este trabajo se enfoca al estudio del comportamiento ferromagnético de estos materiales nanocrystalinos a frecuencias de microondas. Establecer los mecanismos resonantes de absorción de microondas y los procesos absorción fuera de los parámetros correspondientes a absorciones de microondas resonantes que aún se encuentran en discusión [10, 11, 12, 13].

REFERENCIAS

- [1] G. K. Padam, S. N. Ekbote, Malay Rajan Tripathy, G. P. Srivastava and B. K. Das, *Physica C* 315, 45, (1999).
- [2] G. Alvarez and R. Zamorano; *J. Alloys Comp.* 369, 231 (2004).
- [3] A. Yelon, L.G.C. Melo, P. Ciureanu and D. Menard, *J. Magn. Magn. Mater.* 249, 257, (2002).
- [4] J. Gonzalez, N. Murillo, J. Blanco P. Quintana, E. Amano, and R. Valenzuela, *IEEE Trans. Mag.* 4812, 30, (1994).
- [5] R. Hasegawa, *J. Mag. Mag. Mat.* 215, 240, (2000).
- [6] E. S. Machlin and T.J. Rowland, *Synthesis and Properties of Metastable Phases*, Edit. (Metallurgical Society of AIME, 1980).
- [7] A. Makino, A. Inoue, T. Hatanai and T. Bitoh. *Material Science Forum*, 723, 235 (1997),.
- [8] I. Betancourt and R. Valenzuela, *IEEE Trans. Magn.* 33(5), (1997), 3973.
- [9] Tesis de maestría "Propiedades magnéticas en aleaciones nanoestructuradas", J. I. Betancourt , UNAM-IIM, 1997.
- [10] H. Montiel. G. Alvarez, M. P. Gutiérrez, R. Zamorano and R. Valenzuela, *J. Alloys Comp.* 369, 141 (2004).
- [11] A. I. Veinger, A. G. Zabrodskii and T. V. Tisnek, *Phys. Stat. Sol. (b)* 218, 189 (2000).

- [12] R. R. Rakhimov, H. R. Ries, D. E. Jones, L. B. Glebov and L. N. Glebova,
Appl. Phys. Lett. 76, 751 (2000).

CAPÍTULO I

FUNDAMENTOS BASICOS DE MAGNETISMO:

1.1 ORIGEN DEL MOMENTO MAGNÉTICO

El momento magnético de los átomos se origina a partir de la combinación de dos características del electrón en movimiento: a) el giro del electrón sobre su propio eje y b) el momento angular orbital alrededor del núcleo. De tal forma, el momento magnético puede ser expresado como la máxima torca sobre el dipolo magnético (τ_{\max}) dividido entre el campo magnético (H). Considerando el espacio libre, el momento magnético es expresado como: $\vec{m} = \frac{\tau_{\max}}{\mu_0 H}$, donde μ_0 es la permeabilidad del vacío. La intensidad del momento magnético es la intensidad del campo magnético asociado con el electrón y es cuantificado mediante el magnetón de Bohr: $\mu_B = \frac{q\hbar}{2m_e} = 9.27 \times 10^{-24} A \cdot m^2$, donde q es la carga del electrón, $\hbar = h/2\pi$ es la constante de Planck sobre 2π y m_e es la masa del electrón.

1.2 CAMPO MAGNÉTICO E INDUCCIÓN MAGNÉTICA

El campo magnético se origina cuando una carga eléctrica esta en movimiento. De tal forma cuando una corriente eléctrica fluye a través de una bobina con n vueltas, se genera un campo magnético H. La intensidad de campo magnético en este caso esta dada como:

$$H = \frac{nI}{l};$$

donde n es el número de vueltas, I es la corriente en Amperes (A) y l es la

longitud de la bobina en metros (m). Por lo tanto, las unidades de H en el sistema internacional (SI) son A/m y en el sistema CGS corresponden los Oe.

Al aplicar un campo magnético en el vacío se inducen líneas de flujo magnético. El número de líneas de flujo por unidad de volumen es conocido como densidad de flujo o inducción magnética B y es definido como: $B = \mu_0 H$.

Al colocar un material dentro de un campo magnético, la inducción magnética se

determina por la interacción de los momentos magnéticos permanentes o inducidos del material con el campo magnético. La inducción magnética de un material es: $B = \mu H$, donde μ es la permeabilidad del material.

1.3 MAGNETIZACIÓN

La magnetización (M) se define como el momento magnético total por unidad de volumen. Al considerar el momento magnético individual asociado con los electrones de un sólido y que son colectivamente alineados por un campo magnético externo se genera la magnetización M del material. La magnetización contribuye adicionalmente con el campo magnético H a la inducción magnética B . Por lo que la inducción magnética del material es:

$$B = \mu_0(H + M) \quad (1.1)$$

donde $\mu_0 H$ es la inducción generada por el campo magnético H en el vacío y $\mu_0 M$ es la inducción adicional debida a la presencia del material magnético.

1.4 ORDEN MAGNÉTICO

La susceptibilidad magnética (χ) es la propiedad intrínseca más empleada para clasificar los diferentes tipos de orden magnético presentes en los materiales. La susceptibilidad magnética se define como la razón entre la magnetización y el campo magnético aplicado.

$$\chi = \frac{M}{H} \quad (1.2)$$

Otro parámetro importante con el cual se puede clasificar el orden magnético es la permeabilidad relativa μ_r definida como: $\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0}$, donde μ_r es una cantidad adimensional.

La susceptibilidad y la permeabilidad están relacionadas como: $\mu = \mu_0(1 + \chi)$. La permeabilidad relativa está relacionada con la susceptibilidad mediante: $\mu_r = 1 + \chi$.

Tanto μ_r como χ determinan el orden magnético de los materiales y a partir de estos parámetros se clasifican los diferentes tipos de materiales magnéticos.

- a) Paramagnéticos: $\chi > 0$;
- b) Diamagnéticos: $\chi < 0$;
- c) Materiales ordenados magnéticamente: ferromagnético, ferrimagnético y antiferromagnético ($\chi > 0$).

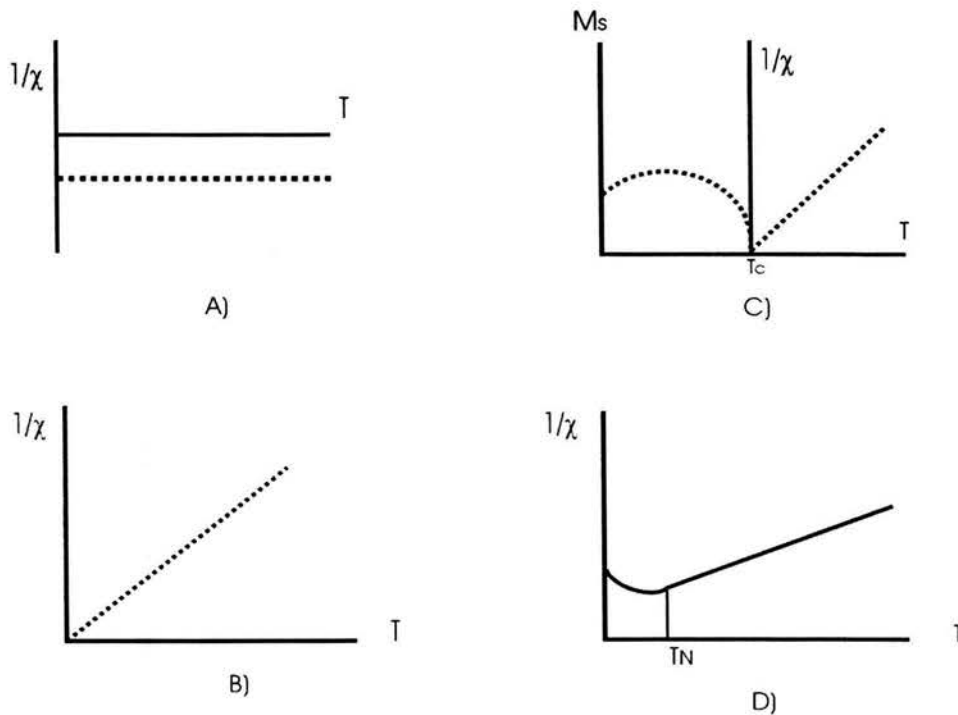


Figura 1.1 A) Diamagnético, B) Paramagnético, C) Ferromagnético
D) Antiferromagnético

Materiales Diamagnéticos. Son materiales que no presentan momento magnético neto, debido a que todos sus electrones están apareados. Al aplicar un campo magnético el momento angular orbital de los electrones genera momentos magnéticos que se oponen al campo magnético aplicado, de acuerdo con la ley de Lenz. En consecuencia, la susceptibilidad que presentan estos materiales es negativa. Materiales como el cobre, la plata y la alúmina son diamagnéticos a temperatura ambiente. Los superconductores son diamagnéticos perfectos con $\chi = -1$. Los valores de χ típicos de los materiales diamagnéticos está en el intervalo de -1×10^{-7} a 2×10^{-6} .

Materiales Paramagnéticos. El comportamiento paramagnético se presenta en materiales que tienen electrones no apareados generando así un momento magnético por átomo, debido al espín del electrón. En ausencia de un campo magnético aplicado, este momento magnético individual se orienta en forma aleatoria. Al aplicar un campo H , los momentos magnéticos se alinean con el campo, causando una magnetización positiva. En estos materiales los momentos magnéticos no interactúan y en general se requiere de campos relativamente altos para alinear los momentos magnéticos. La susceptibilidad que presentan es muy pequeña, sus valores típicos son alrededor del orden 10^{-5} .

Materiales magnéticamente Ordenados. El materiales presentan momentos magnéticos intrínsecos que se orientan e inducen una magnetización espontánea. Los metales de transición tales como Fe, Co, Ni y muchas otras aleaciones metálicas, además de óxidos organometálicos y fluoruros presentan orden magnético espontáneo. En estos materiales se observan diferentes tipos de orden magnético:

1. Ferromagnetismo: El comportamiento ferromagnético es originado por niveles de energía parcialmente llenos, como es el caso de los niveles $3d$ (metales de transición) y $4f$ (algunas tierras raras). Los momentos magnéticos en estos niveles energéticos se alinean entre ellos paralelamente dando lugar a una magnetización espontánea. En estos materiales se presentan permeabilidades relativas del orden de 10^6 .
2. Ferrimagnetismo: Este orden magnético se presenta generalmente en materiales cerámicos. Los momentos magnéticos se orientan antiparalelamente pero no se anulan completamente, como resultado presentan una magnetización.
3. Antiferromagnetismo: En estos materiales los momentos magnéticos presentes se ordenan en forma antiparalela entre ellos, en consecuencia su magnetización neta es nula. Ejemplos de materiales antiferromagnéticos son: el Mn, Cr, MnO y NiO.

Cabe mencionar que existen otros ordenamientos magnéticos más complejos tales como el cantedo o helicoidal.

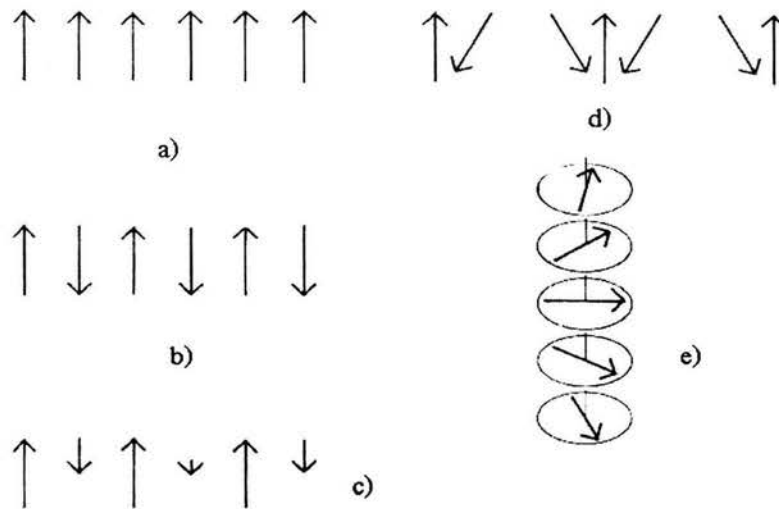


Figura 1.2-Ordenamiento de los momentos magnéticos en materiales
a) Orden ferromagnético, b) Orden antiferromagnético, c) Orden ferrimagnético
d) Orden Canteado y e) Orden Helicoidal.

1.5 INTERACCIÓN DE INTERCAMBIO

El ordenamiento de los momento magnéticos es causado por la energía de intercambio. Esta energía es de origen mecánico-cuántico y es resultado de la interacción del espín con sus vecinos más cercanos. El campo efectivo producido por esta interacción es de largo alcance, el equivalente en campo magnético es del orden de 10^9 A/m (10^7 Oe). Mediante esta interacción se establece la energía mínima para la alineación paralela o antiparalela de los espines en materiales con orden magnético.

En 1928 Heisenberg [1] estableció que la energía de intercambio E_{ex} es descrita mediante la ecuación:

$$E_{ex} = -2J_{ex}\vec{s}_1 \cdot \vec{s}_2 = -2J_{ex}s_1s_2 \cos\theta \quad (1.3)$$

donde θ es el ángulo entre los espines \vec{s}_1 , \vec{s}_2 y J_{ex} es la integral de intercambio. Para $J_{ex} > 0$, la energía mínima da origen al orden ferromagnético; para $J_{ex} < 0$ la alineaciones de los espines para minimizar la energía es antiparalelo.

En 1933 Bethe calculó las integrales de intercambio para Fe, Ni, Co, Mn y Cr como₉

función de la distancia interatómica y el radio de los orbitales 3d (aproximación Heitler-London para metales de transición). En la figura 1.3 se muestra un gráfico conocido como curva de Bethe-Salter, la cual establece el signo correcto para la J_{ex} ; de acuerdo con esta gráfica Fe, Ni y Co son ferromagnéticos y Mn y Cr son antiferromagnéticos.

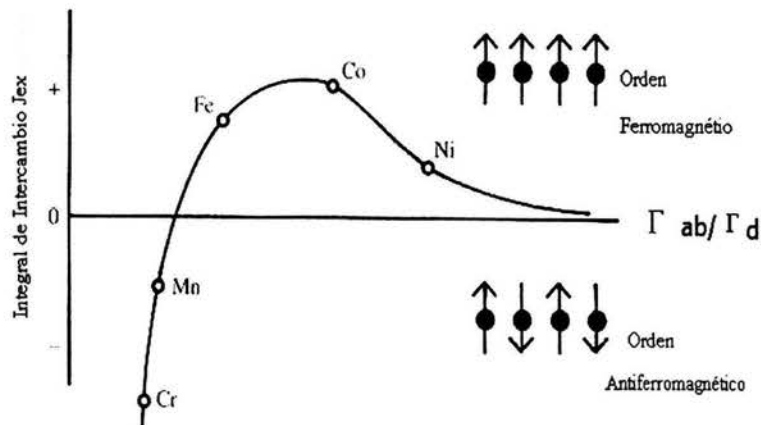


Figura 1.3-Curva Bethe-Slater, empleadas para definir el signo de la integral de intercambio.

En un sólido la interacción de intercambio es resultado de la suma sobre todos los electrones que contribuyen a la energía de intercambio, esto es:

$$E_{ex} = -2 \sum_i \sum_j J_{ij} \vec{s}_1 \cdot \vec{s}_2 \quad (1.4)$$

1.6 ANISOTROPÍA MAGNÉTICA

La anisotropía magnética está determinada por la variación de la energía interna en función de la dirección de la magnetización espontánea. La dirección de los momentos magnéticos para la cual se minimiza la energía, se llama dirección fácil. La energía necesaria para desviar a los espines de la dirección fácil es llamada energía de anisotropía. Existen diferentes tipos de anisotropía magnética en los materiales:

1. Magnetocristalina
2. De Forma

3. Aleatoria Variable
4. Inducida

1.6.1 ANISOTROPÍA MAGNETOCRISTALINA

La anisotropía magnetocrystalina es originado por la orientación del orbital d o f que está fuertemente acoplada con la red cristalina, por lo que existe un fuerte acoplamiento orbital-red. Lo que da lugar a direcciones preferentes del momento angular orbital determinadas por la simetría del cristal. La energía de anisotropía (E_K) tiene una expresión empírica en función de los cosenos directores de los ángulos entre la magnetización y los ejes cristalinos [2 - 4]:

$$E_K = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2 + \dots) \quad (1.5a)$$

donde K_1 y K_2 son las constantes de anisotropía magnetocrystalina y α son los cosenos directores.

En los materiales ferromagnéticos las energías de intercambio y magnetocrystalina locales determinan la anisotropía macroscópica total del material.

En materiales con estructura hexagonal o tetragonal se presenta una simetría axial originando una anisotropía magnetocrystalina axial, expresada como:

$$E_A = K_1 \text{sen}^2\theta + K_2 \text{sen}^4\theta + K_3 \text{sen}^4\theta \cos^4\phi + \dots \quad (1.5b)$$

Donde K_n con $n= 1, 2, 3 \dots$, la constante de anisotropía, θ es el ángulo entre la magnetización y el eje c y ϕ es el ángulo azimutal. Donde el signo de K_n depende de la dirección fácil.

En estructuras cúbicas la energía de anisotropía se expresa en función de una sola constante de anisotropía [2, 3]:

$$E_A = K_1(\cos^2\theta_1 \cos^2\theta_2 + \cos^2\theta_2 \cos^2\theta_3 + \cos^2\theta_3 \cos^2\theta_1) \quad (1.5c)$$

El campo de anisotropía (H_A) es el campo magnético necesario para desviar la magnetización 90° de la dirección fácil. El H_A para varias direcciones se expresan como:

$$\begin{aligned}
 H_A &= 2K_1 / \mu_0 M_S && \text{para el eje fácil } \langle 100 \rangle \\
 H_A &= \frac{2K_1 + 4K_2}{\mu_0 M_S} && \text{para el eje fácil } \langle 111 \rangle \\
 H_A &= 2K_1 / \mu_0 M_S && \text{para materiales uniaxiales}
 \end{aligned}
 \tag{1.6}$$

donde μ_0 la permeabilidad del vacío y M_S la magnetización de saturación.

Magnetostricción. Este efecto es originado por el acoplamiento espín - órbita. Los cambios en la dirección del espín resultan en cambios de la orientación de la orbita, como consecuencia se modifica la longitud del material, como se ilustra en la figura 1.4.

La constante de magnetostricción λ_s es definida como el cociente de la diferencia entre las longitudes inicial L_0 a campo $H=0$ y la longitud L al aplicar un campo magnético, induciéndose la magnetización de saturación y la longitud inicial.

$$\lambda_s = \frac{\Delta L}{L_0}$$

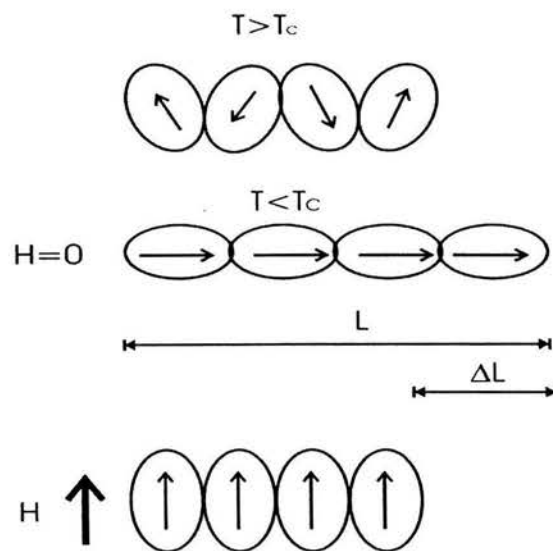


Figura 1.4- Representación esquemática del origen de magnetostricción como consecuencia del acoplamiento espín - orbita.

En materiales amorfos no se presenta la anisotropía magnetocristalina debido a la ausencia de arreglo cristalino. Sin embargo, presenta una anisotropía inducida de forma y una distribución de anisotropía aleatoria. El modelo de Herzer [5] establece este tipo de anisotropía que además de aplicarse en materiales amorfos también se emplea en magnéticos nanocristalinos.

1.6.2 ANISOTROPÍA DE FORMA

Debido a las interacciones magnetostáticas, se establece una dirección fácil a lo largo del eje de partículas alargadas, las cuales presentan la configuración de mínima energía magnetostática.

1.6.3 ANISOTROPÍA ALEATORIA VARIABLE (AAV)

Este tipo de anisotropía se emplea para estudiar materiales amorfos y se tratará más adelante. El modelo de la AAV fue introducida por Alben en 1978 y posteriormente se amplió a materiales nanocristalinos [6-9].

1.6.4 ANISOTROPÍA MAGNÉTICA INDUCIDA

En los materiales ferromagnéticos amorfos es posible inducir anisotropías magnéticas macroscópicas mediante tratamientos térmicos, campo magnéticos externos, la aplicación de una tensión mecánica o la combinación de estos procesos aplicados simultáneamente [17, 18]. Existen otros métodos para inducir anisotropía como la laminación o la extrusión para inducir una deformación mecánica en el material. La anisotropía inducida dependerá de la historia térmica del material, así como de las condiciones del tratamiento térmico. Estas anisotropías son generalmente uniaxiales.

La anisotropía inducida con campo magnético consiste en el ordenamiento de los momentos magnéticos por efecto de un campo aplicado y de la temperatura de tratamiento, menor que la temperatura de Curie del material, para minimizar la energía magnética del sistema. Su origen se encuentra en el alineamiento de los pares atómicos a lo largo de la dirección preferencial determinada por la orientación del campo aplicado durante el tratamiento. Esta anisotropía inducida presenta un cierto carácter reversible y puede disminuirse mediante un tratamiento térmico posterior.

La anisotropía inducida con tensión está íntimamente relacionada con las propiedades magnetoelásticas de los materiales. Estas anisotropías presentan dos contribuciones, una de carácter anelástico K_{an} y otra de carácter plástico K_{pl} , tal que:

$$K_{\sigma} = K_{an} + K_{pl}$$

donde K_{σ} es la anisotropía total debida a la tensión. La componente plástica de la anisotropía es de carácter permanente, mientras que la componente anelástica es reversible mediante un tratamiento térmico posterior. La componente plástica afecta en forma irreversible el orden estructural de corto alcance, de tal forma, si se realiza un pre-tratamiento en el material la anisotropía inducida con tensión es mayoritariamente de origen anelástico [17].

La anisotropía inducida con campo magnético y tensión es mayor que la suma de las anisotropías de estos tratamientos por separado, debido a que los mecanismos involucrados en la formación de esta anisotropía son complejos y no se pueden considerar como la suma de ambas anisotropías. En consecuencia la orientación de los pares atómicos depende de los cambios debidos a la tensión en el orden de corto alcance.

1.7 DOMINIOS MAGNÉTICOS

El acoplamiento entre espines debido a la interacción de intercambio y su alineación en la dirección de eje fácil determinado por la anisotropía genera un flujo magnético intenso. Esta condición minimiza la energía de intercambio y de anisotropía, sin embargo maximiza la energía magnetostática. Para minimizar la energía magnetostática, el material magnético se divide en volúmenes, llamados dominios, los cuales presentan una magnetización espontánea pero con diferente dirección, esto compensa un dominio con otro, en consecuencia la magnetización neta de material es cero. La presencia de dominios magnéticos induce el estado de mínima energía (energía de intercambio, anisotropía y magnetostática). Estos dominios magnéticos fueron propuestos por Weiss en 1906.

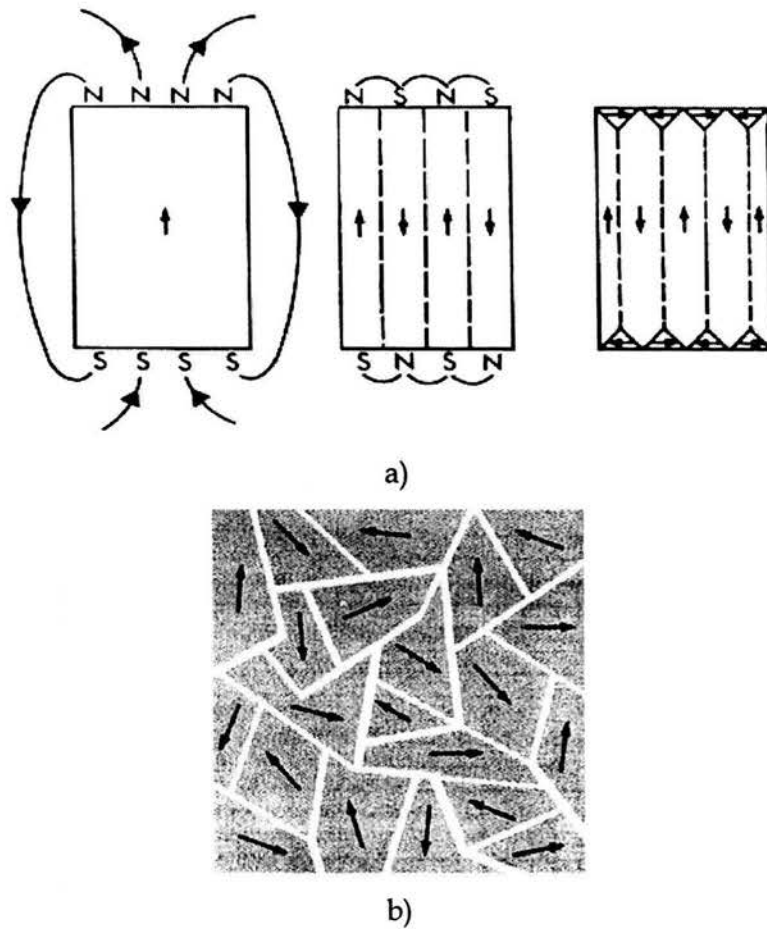


Figura 1.6 - Representación de la estructura de dominios Magnéticos
 a) reducción de la energía magnetostática mediante creación de dominios
 b) arreglo de dominios magnéticos.

Las fronteras que separan un dominio de otro se llaman paredes de dominios magnéticos. La magnetización presenta un cambio de dirección de un dominio a otro. Cuando el cambio de dirección es 180° , las paredes de dominio se conocen como paredes de Bloch. Si el cambio de dirección es 90° , las paredes magnéticas se llaman paredes de Néel. La transición de un dominio a otro genera una rotación gradual del espín hacia otra dirección. En la figura 1.6 se muestra la minimización de la energía magnetostática mediante dominios magnéticos y la estructura magnética final de un material ferromagnético.

El ancho de pared (δ_w) está determinado por dos factores:

1. La interacción de intercambio: La energía de la pared aumenta debido a que en ella los espines no están ordenados paralelamente, se presenta una contribución a la

energía total que es proporcional a la diferencia de ángulo entre espines vecinos, por lo que la interacción de intercambio aumenta el ancho de la pared para minimizar energéticamente al sistema.

2. La anisotropía: Para minimizar la energía de anisotropía se requiere una población mínima de espines orientados en la dirección fácil de magnetización.

Generalmente los anchos de pared magnética oscilan entre 50 y 250 celdas unitarias. A partir de la condición de mínima energía de intercambio y anisotropía, se define la energía de pared (E_w) y el ancho (δ_w) como, suponiendo un estructura cúbica se tiene:

$$E_w = 2\sqrt{AK_1} \quad (1.12)$$

$$\delta_w = \sqrt{\frac{A}{K_1}} \quad (1.13)$$

donde K_1 es la constante de anisotropía y A es la constante de intercambio.

La figura 1.7 muestra que la pared magnética es originada por el cambio de orientación de los espines.

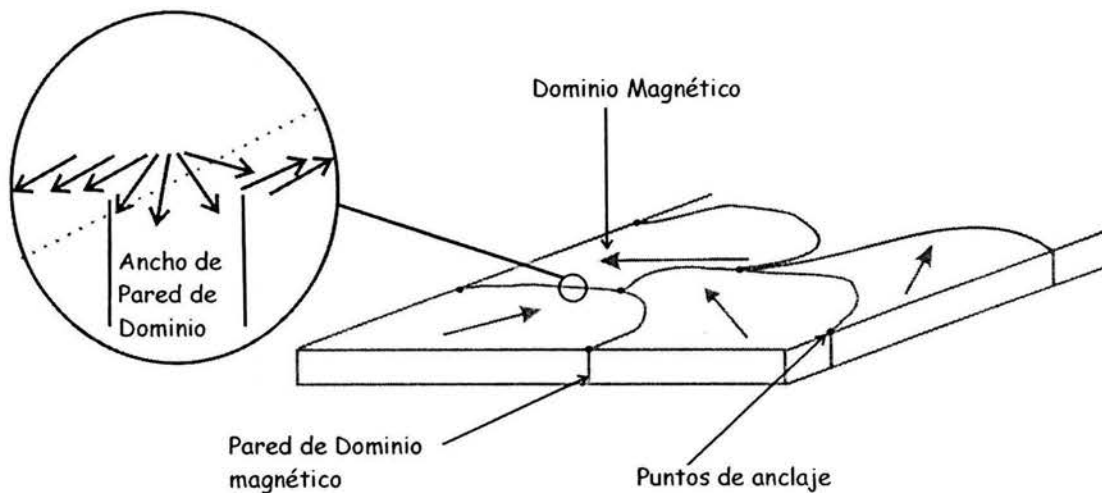


Figura 1.7 Pared de dominio magnético.

1.8 PROCESOS DE MAGNETIZACIÓN Y CICLO DE HISTÉRESIS

Las propiedades magnéticas intrínsecas de los materiales son las siguientes: la magnetización de saturación, la temperatura de Curie y la anisotropía magnetocristalina. Estas propiedades dependen fuertemente de la composición química, de la temperatura, de la magnetización de saturación y de la anisotropía. Las propiedades magnéticas extrínsecas de los materiales son la permeabilidad, el campo coercitivo y el producto (BH); son parámetros macroscópicos que dependen principalmente de la microestructura y pueden ser determinados mediante mediciones del cambio de la magnetización bajo el efecto de un campo magnético aplicado. Este cambio en la magnetización, debida al campo magnético describe una curva llamada ciclo de histéresis.

Esta curva de magnetización se presenta debida a los procesos de magnetización que se originan por la interacción de los dominios magnéticos con el campo aplicado, cuando el campo es barrido en forma cíclica.

En un proceso de magnetización se pueden distinguir tres mecanismos desde $H=0$ hasta el campo de saturación H_{Sat} , dependiendo de la magnitud de H :

- $H < H_c$; donde H_c es el campo crítico, se induce una región inicial lineal. En esta región la orientación de los espines en la dirección del campo (figura 1.8) es resultado a la deformación elástica o abombamiento de la pared magnética, sin que ocurra un desplazamiento. Es decir, la pared esta anclada y se presenta una deformación elástica sin cambio de puntos de anclaje, este proceso de magnetización es reversible. En esta región de la curva, la permeabilidad es constante y se le llama permeabilidad inicial (μ_0), y el punto donde el campo cambia de pendiente se le conoce como campo crítico o de propagación (H_c).
- $H \geq H_c$. Cuando el valor del campo aplicado es mayor al campo crítico H_c , la pared presenta el desplazamiento, mecanismo mediante el cual suceden cambios drásticos en la inducción B para pequeños incremento de campo ΔH . Los dominios en la dirección del campo externo H crecen a expensas de los otros. El campo crítico depende de los defectos en el material como son defectos puntuales, dislocaciones, fronteras de grano, porosidades e incluso la superficie del material actúan como sitios de anclaje y obstaculizan el movimiento de la pared incrementando el valor del

- campo crítico.
- $H \gg H_c$. Para lograr el estado de saturación, se requiere orientar los dominios restante en la dirección del campo aplicado, para lograr esto se requiere un mecanismo de rotación de espines para su reorientación, el cual ocurre a valores altos de campo aplicado.

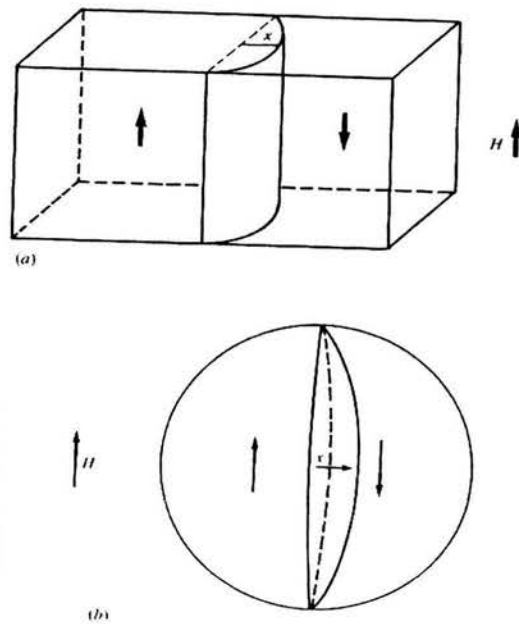


Figura 1.8 Abombamiento de pared en a)pared rectangular b) grano esférico

Después de alcanzar la saturación, cuando el H aplicado se reduce, la inducción B no regresa a cero, sino que se presenta una inducción remanente a $H=0$, resultado de que al finalizar el desplazamiento de las paredes quedan ancladas en puntos diferentes a los iniciales. Al aplicar un campo externo en la dirección contraria a la inicial, se presenta nuevamente la deformación reversible de la pared para campos pequeños. Para que exista el desplazamiento de pared se requiere de un campo mayor al campo crítico inicial, este campo se conoce como campo coercitivo; en este punto la pared comienza su desplazamiento orientando a los espines a una nueva dirección de saturación. Al desaparecer nuevamente el campo aplicado se presenta una inducción remanente de signo contrario.

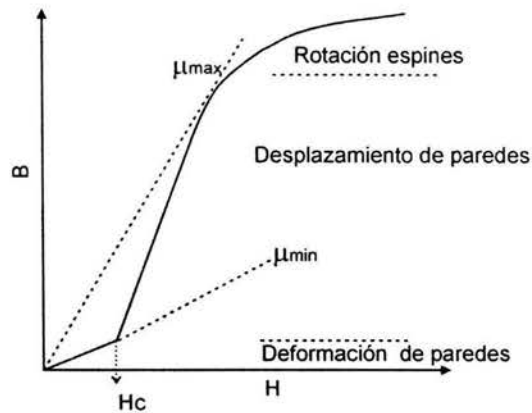


Figura 1.9 Procesos de magnetización.

Este ciclo completo se le conoce como ciclo de histéresis y describe los mecanismos magnéticos anteriormente mencionados.

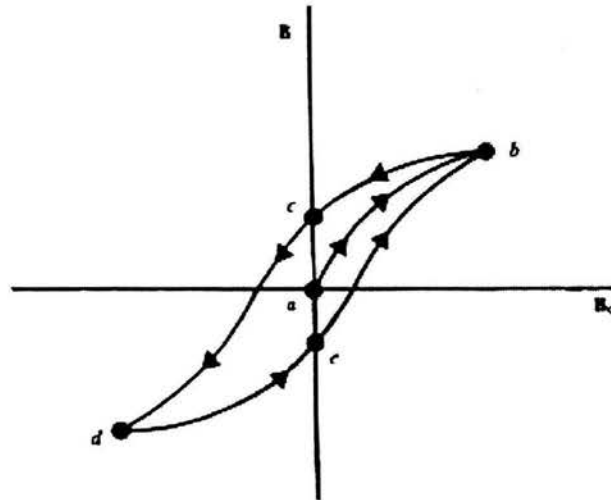


Figura 1.10 Curva de magnetización (*ab*) y su curva asociada de histéresis (*abcde*) para una muestra de hierro.

Cuando un material se magnetiza fácilmente y presenta campos coercitivos (H_c) muy pequeños recibe el nombre de materiales magnéticamente suave ($H_c < 1kA/m$). Un material duro o imán permanente requiere de campos altos para modificar su estado de magnetización y en consecuencia presenta campos coercitivos grandes ($H_c > 10kA/m$).

1.9 MATERIALES MAGNÉTICOS AMORFOS

En las últimas dos décadas se han desarrollado una gran variedad de aleaciones amorfas que presentan propiedades magnéticas importantes que promueven la investigación de sus propiedades físicas tales como: arreglo atómico, propiedades magnéticas, estados electrónicos y propiedades magneto-ópticas [10].

Un sólido cristalino se caracteriza por poseer un arreglo estructural periódico de largo alcance. Un cristal perfecto se puede abordar tanto teórica como experimentalmente con relativa precisión. Sin embargo, los materiales reales presentan imperfecciones debidas a dislocaciones, defectos estructurales, impurezas etc., que complican el estudio de estos. Los metales amorfos no tienen periodicidad de largo alcance, ni orden atómico, por lo que son diametralmente diferentes a los cristalinos.

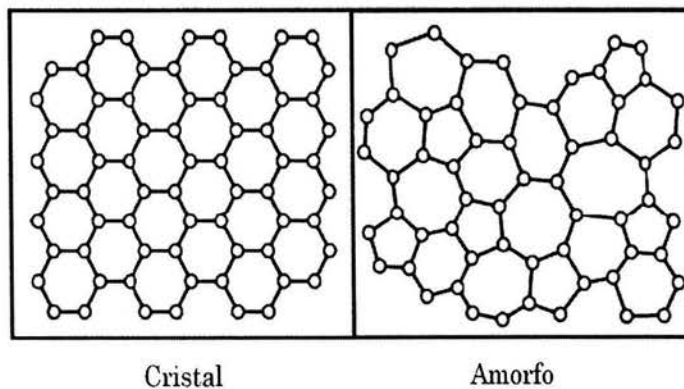


Figura 1.11- Estructura cristalina y amorfa

El sólido amorfo se encuentra en estado metaestable separado del estado base termodinámico por una barrera de energía ΔE .

El tamaño de esta barrera de energía proporciona una medida de la estabilidad del estado metaestable; la razón entre la cristalización y el tiempo de vida media del estado metaestable es proporcional a $\exp\left(\frac{\Delta E}{k_B T}\right)$, con T la temperatura y k_B la constante de Boltzmann [15]. Cuando un estado metaestable es sometido a temperaturas

suficientemente altas este estado se transforma inevitable e irreversiblemente en un sólido cristalino con una o más fases cristalinas y/o amorfas diferentes.

Las aleaciones amorfas magnéticas han sido consideradas en general como excelentes materiales magnéticos suaves, debido a su falta de periodicidad estructural, lo que resulta en valores muy bajos de H_c , consecuencia directa de anisotropías muy pequeñas. Tradicionalmente, las aleaciones amorfas metal de transición-metaloides son las más explotadas para aplicaciones magnéticas suaves [9] debido a su muy bajo campo coercitivo (del orden de decenas de mA/m), su alta magnetización de saturación (0.5-1.8 T), su alta permeabilidad magnética (10^4 - 10^5) y su mínima o nula anisotropía. Estas cualidades son resultado en gran parte de la ausencia de defectos cristalinos como fronteras de grano que dificultan el movimiento de paredes magnéticas. Además poseen propiedades mecánicas importantes como alta dureza y resistencia a la fractura, lo que posibilita su aplicación en dispositivos expuestos a desgaste continuo [16].

La existencia de aleaciones amorfas ferromagnéticas muestra que el intercambio magnético entre primeros vecinos origina que los espines de átomos de la primera y segunda esfera de coordinación se ordenen al átomo origen, teniendo energía de intercambio para un alcance suficiente para crear una distribución espacial de los espines en todo el material. Estos materiales llegan a tener temperaturas de Curie del orden de 800 K.

Existen diferentes métodos para obtener materiales amorfos y dependiendo del método de preparación las muestras amorfas pueden ser películas delgadas, discos, hilos o cintas, etc., en general estos métodos son:

- a) Evaporación térmica.
- b) Sputtering
- c) Solidificación ultra-rápida

En este trabajo, las muestras magnéticas que se emplearon se obtuvieron mediante el método de solidificación ultra-rápida.

Solidificación ultra-rápida. Esta técnica consiste en inyectar material fundido sobre un sustrato macizo de Cu en forma de disco con movimiento giratorio a altas velocidades

tangenciales (típicamente ≥ 40 m/s o más) Fig. 1.11 y 1.12. La transferencia tanto de calor (debida al alto coeficiente de transferencia térmica del Cu) como del momento angular (debido a la rotación) resulta en velocidades de enfriamiento del orden de 10^6 K/s, lo que permite la obtención de materiales amorfos o nanoestructurados (materiales policristalinos con tamaño de grano promedio inferior a 60 nm). El enfriamiento ultra-rápido de aleaciones tiene varias ventajas respecto a la preparación convencional (colada en lingote) de metales. Se puede diseñar la composición de la aleación independientemente que exista o no en estado cristalino, extiende el intervalo de solubilidad sólida, los cristales primarios que llegan a formarse durante la solidificación son muy pequeños y en general se benefician las propiedades mecánicas. En contraste, durante la colada de aleaciones en lingote se forman con frecuencia dos o más fases con tamaños de grano variable, lo que generalmente afecta en forma negativa las propiedades mecánicas. Las impurezas por ejemplo, suelen facilitar la formación de precipitados o inclusiones no deseables en la colada en lingote; esto se puede tolerar en esta técnica debido al tamaño reducido de grano. En materiales nanoestructurados preparados mediante enfriamiento ultra-rápido, los granos reducidos pueden aumentar la resistencia al esfuerzo, la fatiga y la fractura, mejorando simultáneamente propiedades físicas y químicas. En consecuencia, las aplicaciones de estos materiales incluyen una amplia variedad de aleaciones como son aleaciones a base de Fe para aplicaciones estructurales, aleaciones a base de Al con destacadas propiedades mecánicas, de estabilidad térmica y resistencia a la corrosión, aleaciones a base de Cu con características superconductoras o con efecto de memoria de forma, aleaciones a base de Mg de con alta resistencia a la corrosión, a la fractura y con alta ductilidad [10]. Por otra parte, los materiales amorfos se caracterizan por tener una alta resistividad eléctrica, ausencia de defectos microestructurales, alto límite elástico y alta resistencia a la corrosión [10]. Aunque originalmente no se esperaba encontrar propiedades magnéticas en aleaciones amorfas, la búsqueda de materiales desordenados base Fe llevó al descubrimiento de materiales amorfos con orden ferromagnético [10].

Esta variedad de aleaciones amorfas magnéticas, se pueden clasificar como:

- (MT - M): Donde MT son metales de transición y M son metaloides (B, Si), la función del Si es la de prevenir la oxidación mientras el B induce el

estado amorfo.

- (TR - MT): con TR tierras raras y MT metales de transición, las tierras raras generan una alta anisotropía en consecuencia los materiales que se obtienen son imanes permanentes.

Actualmente las aleaciones amorfas del tipo MT - M son las más empleadas para aplicaciones magnéticas debido a sus propiedades tales como: el bajo campo coercitivo, alta magnetización a saturación, alta permeabilidad y mínima anisotropía; estas propiedades son consecuencia de la ausencia de defectos cristalinos o fronteras de granos que obstaculicen el movimiento de paredes magnéticas y de la anisotropía aleatoria.

Las aleaciones más importantes de este tipo son:

- Aleaciones de Fe. Poseen los valores más grandes de inducción de saturación (1.7-1.75 T) [16], y valores altos de magnetostricción ($\lambda_s \approx 30 \times 10^{-6}$), sin embargo presentan menos pérdidas de núcleo que las Fe-Si cristalinas.
- Aleaciones de Fe-Ni. El contenido de Ni controla la formación amorfa, mejorando su ductilidad y reduciendo su constante de magnetostricción ($\lambda_s \approx 10^{-6}$).
- Aleaciones de Co. Tienen las mejores características como materiales suaves, con magnetización a saturación media ($M_s \approx 0.5 - 0.8 \text{ T}$), magnetostricciones pequeñas, permeabilidades altas y campos coercitivos bajos.

Se ha estudiado intensamente el efecto de la nanocristalización en aleaciones ricas en Fe; en Co, también se han obtenido algunos resultados [11]. Una probable ventaja de

nanocristalizar Co_AFe_B $\left(\frac{A}{B} \approx 15\right)$, es que la constante de magnetostricción λ_s es casi nula (≈ 0), y se obtendrían materiales aún más suaves.

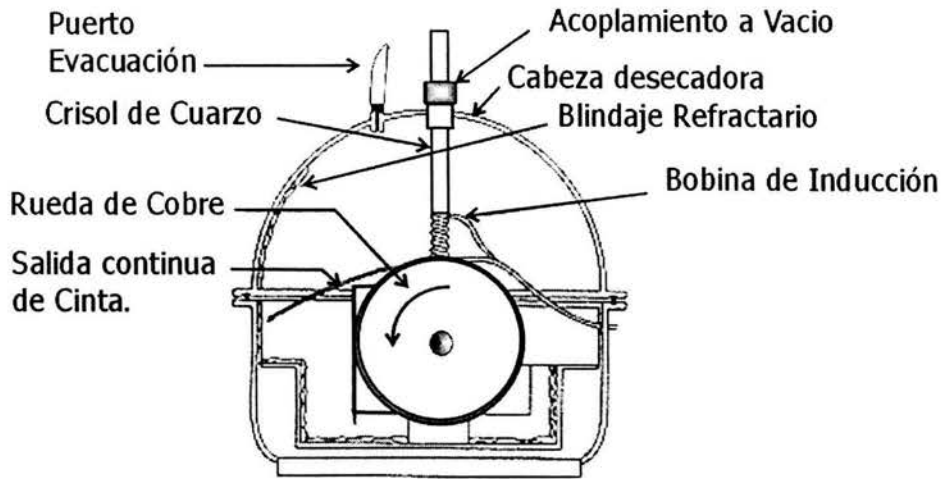


Fig1.11- Diagrama del sistema de enfriado rápido para cintas amorfas.

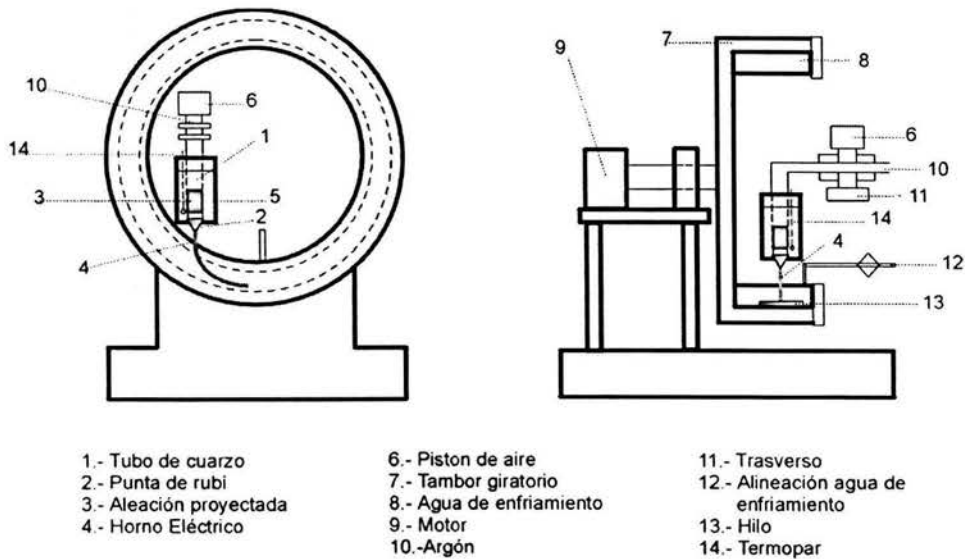


Fig1.12 Diagrama del sistema de enfriado rápido para hilos.

1.10 MATERIALES MAGNÉTICOS NANOCRISTALINOS SUAVES

La primera aleación amorfa magnética producida por métodos de enfriado rápido fue el FeBSi; Las modificaciones iniciales sobre esta aleación para nanocristalizarla fueron hechas por Yoshizawa et. al [14], en las cuales se agregaban pequeñas cantidades de Nb y Cu, de tal forma que con la presencia del Cu se aumentaba el índice de nucleación mientras que el

Nb inhibía el crecimiento del grano. Yoshizawa reportó por primera vez una estructura de granos ultrafina en una aleación amorfa rica en Fe; en tal aleación obtuvo cristales de tamaño de 20 nm (mediante tratamiento térmico). Contra lo esperado la nanocrystalización no afectó negativamente las propiedades magnéticas de la aleación, dado que normalmente la presencia de una fase cristalina con dimensiones de cristales de cientos de nm o mayores dificulta la dinámica de las paredes magnéticas y en consecuencia los procesos de magnetización [12, 13]. Por consiguiente la nanocrystalización de aleaciones amorfas benefició las propiedades magnéticas (disminución del campo coercitivo, incremento en la permeabilidad magnética y disminución de las pérdidas por núcleo) del material.

Un argumento que explica el beneficio de la nanocrystalización sobre los parámetros magnéticos fue propuesta por Herzer [7], a través del modelo de anisotropía aleatoria variable (AAV), en el cual sugiere que el tamaño de grano de los cristales inmersos en la matriz amorfa promedia a cero tanto a la anisotropía como al campo coercitivo con tamaños de grano pequeños, lo cual origina las características propias de materiales magnéticamente suaves. También se considera que estos cambios en las propiedades magnéticas puede ser entendido por la disminución de la magnetostricción [12].

Anisotropía Aleatoria Variable: Entre los mecanismos que influyen para determinar que los materiales nanocrystalinos presenten propiedades magnéticamente suaves, se encuentra el diámetro del grano, cuya magnitud tiene que ser similar a la longitud de intercambio ferromagnético entre nanocrystalos, y que la anisotropía magneto - cristalina de los granos sea suprimida por la homogeneidad de la interacción de intercambio [7].

Estos procesos son análogos a los existentes en materiales amorfos donde se considera una anisotropía local, cuyo promedio aleatorio tiende a cero, de tal forma que la anisotropía no interviene en los procesos de magnetización, este modelo es llamado "Anisotropía Aleatoria Variable (AAV)" y fue propuesto originalmente por Alben [7]. Empleando el modelo de Alben de AAV, G. Herzer [6] hizo las modificaciones para materiales nanocrystalinos.

El desorden estructural de los materiales ferromagnéticos es la razón de que las

interacciones entre momentos magnéticos sean aleatorias; esta interacción aleatoria puede ser de dos tipos: por un intercambio isotrópico aleatorio y la anisotropía aleatoria. La primera evidentemente no afecta en forma contundente a los procesos de magnetización, dado que no se rompe la asimetría rotacional del Hamiltoniano que induce el intercambio. Sin embargo la anisotropía aleatoria variable es generada por anisotropías locales que deberían cancelarse en el material amorfo [5]. Sin embargo, estudios anteriores muestran que esto no siempre sucede [6, 7], en consecuencia se crea un balance entre la anisotropía y las fuerzas de intercambio, induciendo procesos magnéticos dependientes de la anisotropía promedio.

La interpretación de las propiedades magnéticas de materiales con tamaños de grano muy pequeños toma como base el modelo de anisotropía aleatoria variable (AAV) de Alben [9], aplicado originalmente a materiales amorfos ferromagnéticos. La idea básica consiste en considerar un ensamble de granos ferromagnéticos de tamaño D acoplados con la anisotropía aleatoria variable magnetocristalina (K_1).

La anisotropía efectiva influye en los procesos de magnetización, resultado del promedio de los N granos con volumen V , donde:

$$N = \left(\frac{L_{EX}}{D} \right)^3 \text{ y } V = \frac{K_1}{\sqrt{N}} \quad (1.7)$$

con L_{EX} la longitud de intercambio. Para un número finito de granos la dirección de fácil magnetización está determinada por fluctuaciones estáticas. Como consecuencia la densidad de anisotropía $\langle K \rangle$ es determinada por una amplitud de fluctuaciones de la energía de anisotropía de los N granos, esto es:

$$\langle K \rangle = \frac{K_1}{\sqrt{N}} = K_1 \left(\frac{D}{L_{EX}} \right)^{\frac{3}{2}} \quad (1.8)$$

Donde L_{EX} esta relacionada en forma autoconsistente con la anisotropía promedio, por lo que es posible redefinir la longitud de intercambio como:

$$L_{EX} = \sqrt{\frac{A}{\langle K \rangle}} \quad (1.9)$$

con A constante de intercambio.

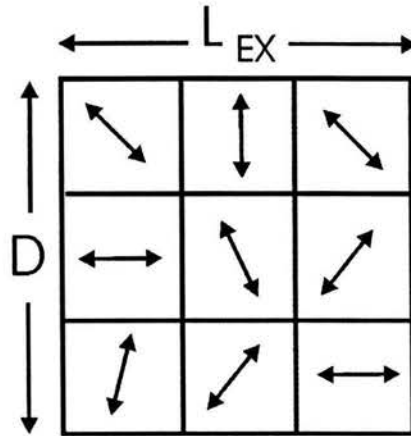


Fig. 1.5 Representación esquemática del modelo de anisotropía Aleatoria variable. Las flechas indican las fluctuaciones aleatorias de la anisotropía magnetocristalina

Esta renormalización es resultado del balance entre la anisotropía y la energía de intercambio; dado que la anisotropía magnetocristalina se anula por la magnitud de la interacción de intercambio la cual domina todo el tiempo.

Combinando las ecuaciones anteriores se tiene que:

$$\langle K \rangle \approx \frac{K_1^4}{A^3} \cdot D^6 \quad (1.10)$$

Es necesario señalar que estos resultados están basados en fluctuaciones estáticas que no involucran la simetría de la anisotropía.

En consecuencia el hecho más significativo es la dependencia lineal de $\langle K \rangle$ con la sexta potencia del tamaño de grano. Por lo tanto la relación del campo coercitivo (H_C) y la permeabilidad inicial (μ_i) con $\langle K \rangle$, de acuerdo con la teoría de rotación coherente de

espín [6], se expresa como:

$$H_c = p_c \frac{\langle K \rangle}{J_s} \approx p_c \frac{K_1^4 \cdot D^6}{J_s \cdot A^3} \quad (1.11)$$

$$\mu_i = p_\mu \frac{J_s^2}{\mu_0 \langle K \rangle} \approx p_\mu \frac{J_s^2 \cdot A^3}{\mu_0 K_1^4 \cdot D^6}$$

Por lo tanto, H_c y μ_i son función de D^6 ; de acuerdo con esto la sensible dependencia del tamaño de grano con $\langle K \rangle$ se refleja en las propiedades magnéticas suaves de estos materiales [7].

En forma general este es el modelo de Herzer empleado para estudiar materiales nanocristalinos y se empleará para estudiar las aleaciones amorfas nanocristalizadas de este trabajo.

1.11 APLICACIONES DE ALEACIONES AMORFAS MAGNÉTICAMENTE SUAVES

Las aleaciones amorfas presentan un gran impacto en las aplicaciones tecnológicas. Algunas de las aplicaciones se presenta en el empleo de núcleos de transformadores de alta y baja potencia. Estos materiales se caracterizan también por sus bajos valores de magnetostricción en comparación con materiales cristalinos, lo cual reduce sensiblemente el núcleo de transformadores hasta en un 75%. En operación a altas frecuencias las pérdidas debido a corrientes de eddy se reducen significativamente.

Una aplicación que requiere la combinación de propiedades magnéticas y mecánicas es la fabricación de sensores magnetoelásticos y transductores.

REFERENCIAS

- [1] W. Heisenberg, *Z. Phys.*, 49, 619 (1928).
- [2] David Jiles, "Introduction to Magnetism and Magnetic Materials" Ed. Chapman and Hall, (1991).
- [3] R.C. O'Handley en "Modern Magnetic Materials". Ed. John Wiley and Sons, Nueva York, (2000).
- [4] Valenzuela R. *Chemistry of Solid State Materials No. 4 "Magnetic Ceramics"* , Ed. Cambridge, (1994).
- [5] G. Herzer, *IEEE Trans. Magn.*, 26, 1397 (1990).
- [6] G. Herzer, *IEEE Trans. Magn.*, 25, 3327 (1989).
- [7] G. Herzer, *IEEE Trans. Magn.*, 30, 4800 (1994).
- [8] G. Herzer, *Physica Scripta*, T49, 307 (1993).
- [9] R. Alben, J. J. Becker and M. C. Chi, *J. Appl. Phys.* 49, 1653 (1978).
- [10] J. A. Fernández-Baca and Wai-Yim Ching *The Magnetism of amorphous metals and alloys*, Edit. World Scientific Publishing, (1995).
- [11] J. Israel Betancourt, Tesis de Maestría "Propiedades magnéticas en aleaciones nanoestructuradas", IIM-UNAM, (1997).
- [12] Herzer G., "Nanostructured and Non- Crystalline Materials" Ed. World Scientific Singapur (1994)
- [13] Quintana P. Amano E., Valenzuela R. and Irvine, *J. Appl. Phys.* 75, 6940 (1994)
- [14] Y. Yoshizawa, S. Oguma and K. Yamauchi, *J. Appl. Phys.* 64 , 6044 (1988).
- [15] C. Kittel, "Introduction to Solid State Physics " .Ed. John Wiley and Sons, Nueva York, (1996).
- [16] A. Makino, A. Inoue, T. Hatanai and T. Bitoh. *Material Science Forum*,

235, 723, (1997).

[17] H. Fujimori, and T. Masumoto, *Mtrnas. Japan. Inst. Metals*, 17, (1976), 75.

[18] O. V. Nielsen and H. R. Hiltzinger, *Solid State Comunication*, 35, (1980)

281

CAPITULO II

TÉCNICAS DE ANÁLISIS EN FUNCIÓN DE LA FRECUENCIA

El estudio de las propiedades de los materiales en función de la frecuencia es importante por sus aplicaciones tecnológicas. Existen diversas técnicas experimentales que permiten identificar los mecanismos eléctricos-magnéticos para diferentes tiempos de relajación. En este trabajo se emplearon las técnicas: espectroscopia de Inductancia, Magnetoimpedancia y Resonancia Ferromagnética.

La Espectroscopia de inductancia es una técnica que nos permite estudiar los procesos de magnetización en función de la frecuencia con la posibilidad de separar dichos procesos de acuerdo a su tiempo de relajación. Esta técnica se deriva de la Espectroscopia de Impedancia.

2.1. ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIAS (EZ)

La espectroscopia de impedancias (EZ) es una técnica que se emplea en el estudio del comportamiento de los portadores de carga en granos y fronteras de granos de materiales policristalinos, así como en los procesos que intervengan en la conductividad. Permite también medir directamente la respuesta eléctrica en función de la frecuencia. Además es indispensable en el estudio de propiedades eléctricas, determinar los diferentes mecanismos de conducción y de polarización que presentan los materiales.

Esta técnica se apoya en las propiedades dieléctricas de los materiales y los mecanismos presentes a diferentes rangos de frecuencia. A bajas frecuencias, todos los mecanismos de polarización contribuyen a la respuesta global del material. A medida que la frecuencia aumenta, solo los procesos más rápidos capaces de responder al campo de excitación (con constantes de tiempo de relajación pequeñas) permanecen activos. De forma análoga se establecen las energías de activación para la conducción de los portadores de carga. Así, para bajas frecuencias se observa conducción iónica en el grano o en la frontera de grano y a altas frecuencias los electrones son los portadores de carga.

En la figura 2.1 se observan los diferentes mecanismos de polarización. A bajas frecuencias se presentan las polarizaciones dipolar eléctrica, iónica y electrónica. Para altas frecuencias solamente permanece activa la polarización electrónica.

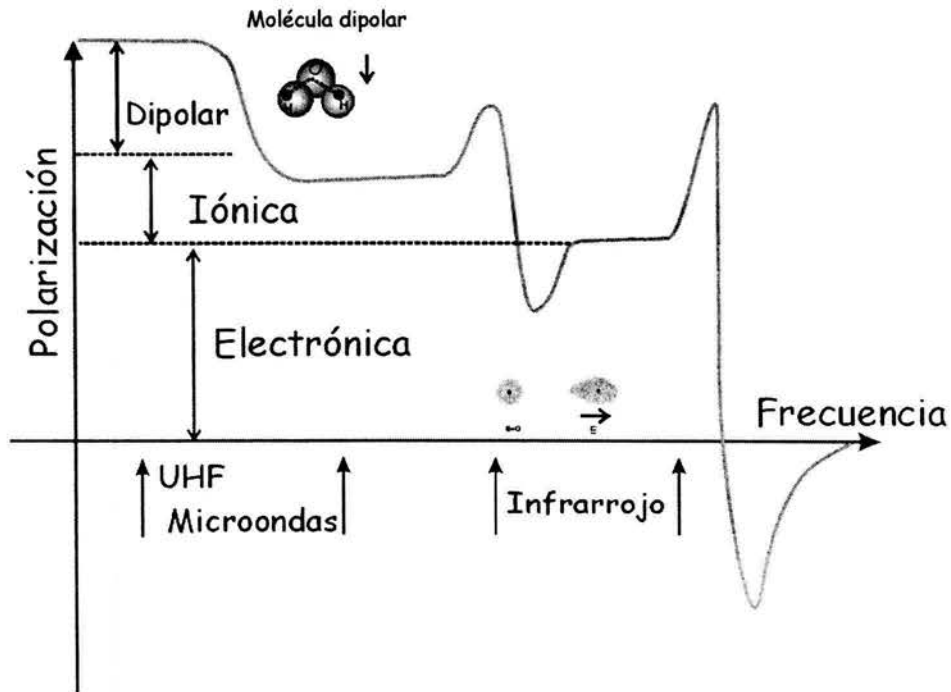


Figura 2.1.-Dependencia con la frecuencia de los diferentes procesos de polarización. A bajas frecuencias todos los mecanismos de polarización son excitados, conforme aumenta la frecuencia los mecanismos con tiempos de relajación más lentos no son excitados.

Bajo la consideración de que los materiales presentan un comportamiento homogéneo, es posible modelar su respuesta eléctrica cuando se les aplica un campo externo en términos de circuitos eléctricos. Los circuitos pueden generarse con elementos eléctricos equivalentes como: resistencia (R), inductancia (L) y capacitancia (C). A pesar de las controversias que presenta esta aproximación se emplea desde hace más de 15 años para la descripción del comportamiento dieléctrico de muchos materiales [1].

2.2.-ESPECTROSCOPIA DE INDUCTANCIAS (EI)

Para obtener información de la EI de los procesos de magnetización, se requiere trabajar en función de la permeabilidad (o en su caso inductancias) compleja $\mu^* = \mu' + j\mu''$, la cual

está relacionada con la impedancia de la forma:

$$\mu^* = \frac{jk}{\omega} Z^*$$

Con k un factor geométrico y $\omega=2\pi f$ la frecuencia angular. Se generan gráficos en el plano complejo (μ' vs. μ''), entre las permeabilidades real e imaginaria en función del Logaritmo de la frecuencia para determinar los mecanismos magnéticos.

En el plano complejo μ' vs μ'' se representa como una semicircunferencia, figura 2.2, cuando la dispersión tiene un carácter de relajación.

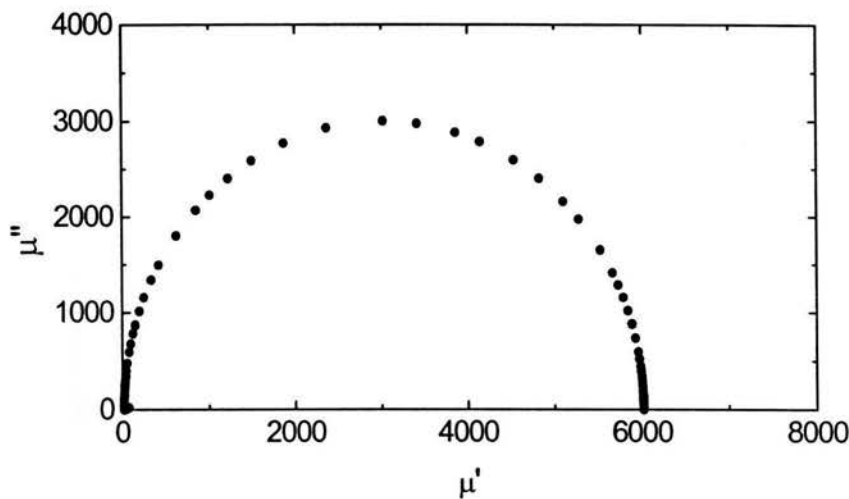


Figura 2.2-Respuesta en el plano complejo del Abombamiento de pared para un hilo amorfo CoFeSiB.

Con esta técnica es posible determinar los diferentes procesos de magnetización que contribuyen a la permeabilidad y que están en función de la frecuencia. Generalmente en los materiales ferro y ferrimagnéticos se presentan los siguientes procesos a bajas frecuencias (Hz-MHz) y que modifican el estado de magnetización del material.

Los procesos magnéticos se pueden clasificar en procesos reversibles: abombamiento de la pared magnética y rotación de espín y los no reversibles: desplazamiento de pared magnética. El movimiento reversible de paredes y la rotación de espines son independientes al campo aplicado para campos menores que el campo crítico H_C , mientras que los

procesos irreversibles inducen respuesta con histéresis y son función del campo aplicado [2].

- La rotación de espines figura 2.3. En este proceso se observa la interacción de resonancia de la onda electromagnética con momento magnético de precesión. El material ferromagnético dispone de momentos magnéticos y en él se inducen rotaciones, pero si la frecuencia de la onda electromagnética coincide con la frecuencia natural de precesión, esta rotación se conoce como resonancia ferromagnética. La rotación de espines es un proceso con tiempos de relajación pequeños, a altas frecuencias se encuentra activo hasta que la frecuencia del campo se iguale a la frecuencia de resonancia ferromagnética del sistema, de acuerdo con la ecuación de Larmor: $\omega_0 = \gamma H_0$.

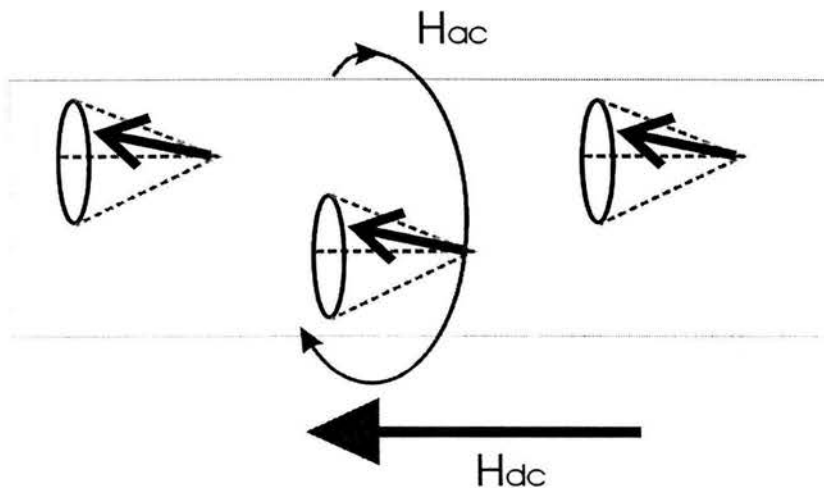


Figura 2.3-rotación de espín.

- Deformación reversible de las paredes, es un movimiento reversible de la pared debido al acoplamiento entre la pared de dominio con el campo externo aplicado, este movimiento se describe en forma de un abombamiento elástico figura 2.4.

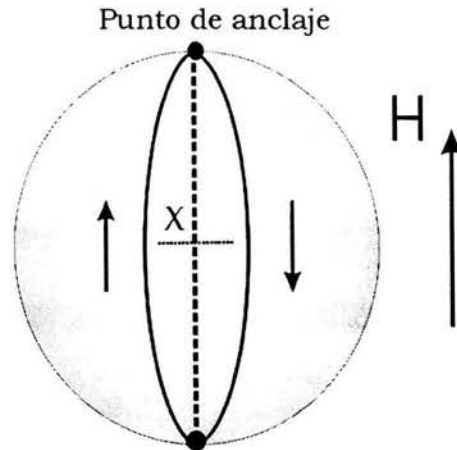


Figura 2.4. Abombamiento de pared, procesos reversible de magnetización.

- Desplazamiento de paredes de domino, implica la deformación elástica, desanclaje, desplazamiento y anclaje de la pared. Por lo que el desplazamiento de pared es un mecanismo complejo Fig. 2.5.

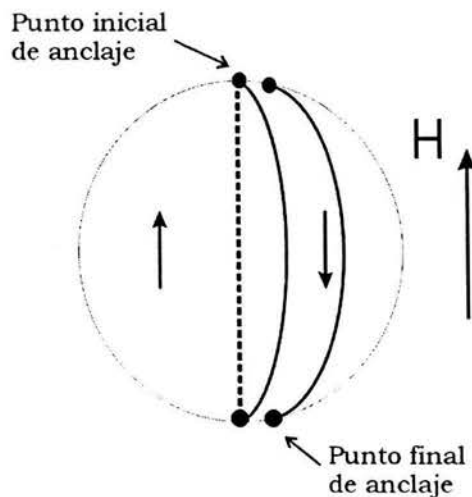


Figura 2.5 Desplazamiento de pared magnética.

Los procesos de magnetización debidos a la pared magnética, el desplazamiento de pared resulta ser el proceso más lento, presenta tiempos de relajación más grandes por lo que la frecuencia de excitación es pequeña. La deformación de paredes (abombamiento de pared), presenta tiempos de relajación mas pequeños que el desplazamiento de pared. En la figura 2.6 ilustran los proceso magnéticos reversibles e irreversibles.

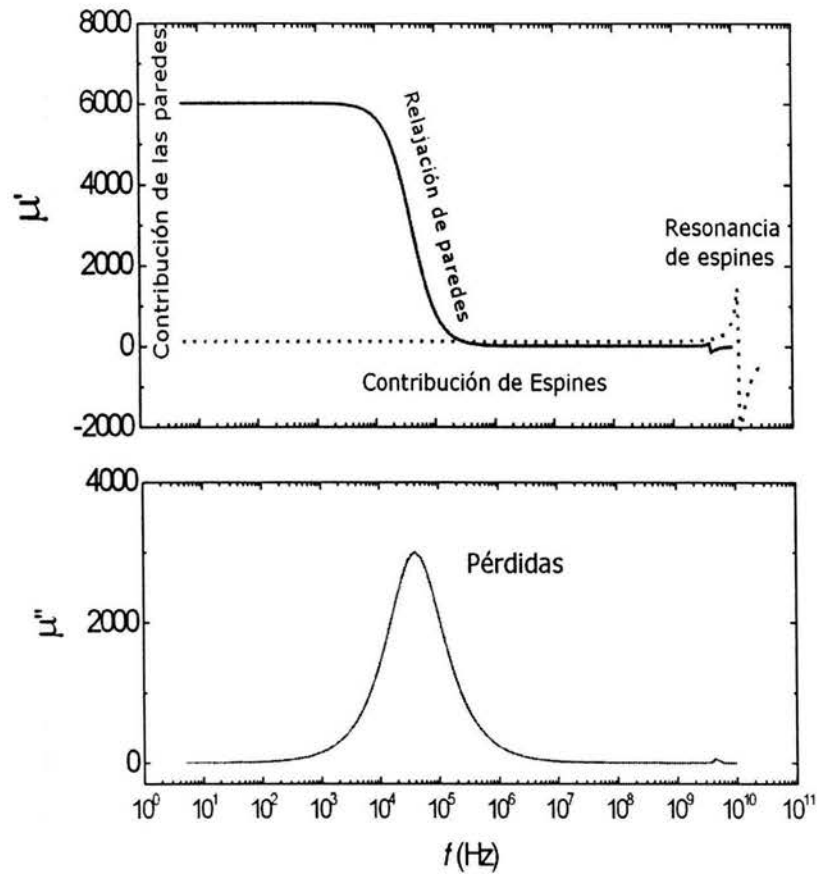


Fig. 2. 6- Procesos de magnetización.

A campos menores que H_C solo se activan los procesos reversibles de pared y la rotación de espines. Para campos mayores a H_C opera también el mecanismo irreversible de desplazamiento de pared.

El movimiento de las paredes de dominio en materiales ferromagnéticos, se puede describir mediante la ecuación de movimiento [3, 4]:

$$m \frac{d^2x}{dt^2} + \beta \frac{dx}{dt} + \alpha x = 2M_s H(t) \quad (2.1)$$

donde:

m = masa efectiva de la pared de dominio,

β = coeficiente de amortiguamiento,

α = constante del resorte,

M_s = magnetización de saturación,

$H(t)$ = campo aplicado en función del tiempo,

x = desplazamiento de pared,

t = tiempo

El campo crítico H_C es el campo necesario para que exista el desplazamiento de pared. Se describe considerando una aproximación del movimiento de paredes a velocidad constante por la acción de un campo. Bajo estas condiciones la aceleración $\frac{d^2x}{dt^2}$ y la fuerza restauradora αx desaparece dado que la velocidad es constante por lo que $\frac{dx}{dt} = v$ y la ecuación de movimiento es:

$$\beta v = 2M_s H(t) \quad (2.2)$$

despejando en función de la velocidad

$$v = \frac{2M_s}{\beta} H = CH \quad (2.3)$$

donde $C = \frac{2M_s}{\beta}$ es la movilidad de la pared, estas condiciones establecen la existencia de un campo mínimo H_C (también llamado campo de propagación). Este campo es el umbral entre los procesos de dinámicos de la pared ya que por debajo de este campo solo existe el abombamiento de pared y campo mayores al H_C se presenta el desplazamiento y abombamiento de pared.

Rescribiendo la ecuación 2.3 :

$$v = C(H - H_C) \quad (2.4)$$

Esta ecuación de movimiento describe la dinámica de las paredes de dominio ancladas [5].

2.2.1 MODELADO DE CIRCUITOS EQUIVALENTES EN ESPECTROSCOPIA DE INDUCTANCIA

En la espectroscopia de Inductancias se emplea un modelado de circuitos equivalentes, en el cual se trata de describir los fenómenos magnéticos que se originan por la presencia de una perturbación externa (en este caso campo magnético). La posibilidad de relacionar fenómenos físicos con circuitos equivalentes es una de las ventajas de la EI, pues se ha demostrado [6] que mediante una transformación espacial el comportamiento eléctrico o magnético de un material (ϵ o μ) corresponde a una capacitancia, inductancia o impedancia, en consecuencia, a resistores, capacitores e inductores y la posibilidad de generar un circuito eléctrico para cada respuesta del material. La desventaja presente es que existe una cantidad finita de circuitos eléctricos que describen un mismo comportamiento físico. Sin embargo, se considera que el arreglo más sencillo es el correcto, siempre y cuando cumpla con las restricciones del problema. De tal forma el criterio que se sigue para el modelado de circuitos equivalentes es el de asociar directamente los elementos del circuito y la física del sistema [7].

En términos de circuitos equivalentes, para $H < H_C$ el circuito eléctrico equivalente que modela el comportamiento de abombamiento de pared es un arreglo en paralelo RL , donde L representa la magnetización debida al abombamiento de pared y R los procesos disipativos que involucran el abombamiento. La rotación de espines presente a campos bajos se modela mediante arreglo RLC . Adicionalmente se considera la contribución del alambre y la resistencia interna del equipo así como su representación en forma circuital es un arreglo RL en serie. La respuesta en forma circuital de los procesos de magnetización se muestra en la figura 2.7.

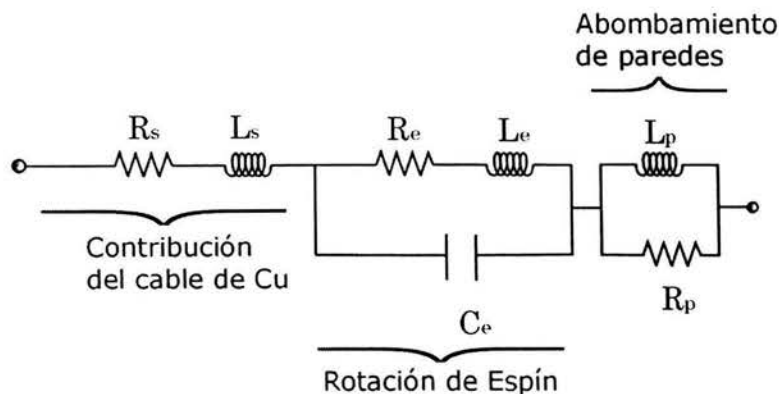


Figura 2.7- Circuito equivalente de los procesos de magnetización reversibles

Para campos $H > H_c$ además de presentarse el abombamiento de pared y la rotación de espines se activa el desplazamiento de pared el cual se representa como un circuito RL en paralelo adicional a los circuitos correspondientes a los procesos antes descritos, figura 2.8.

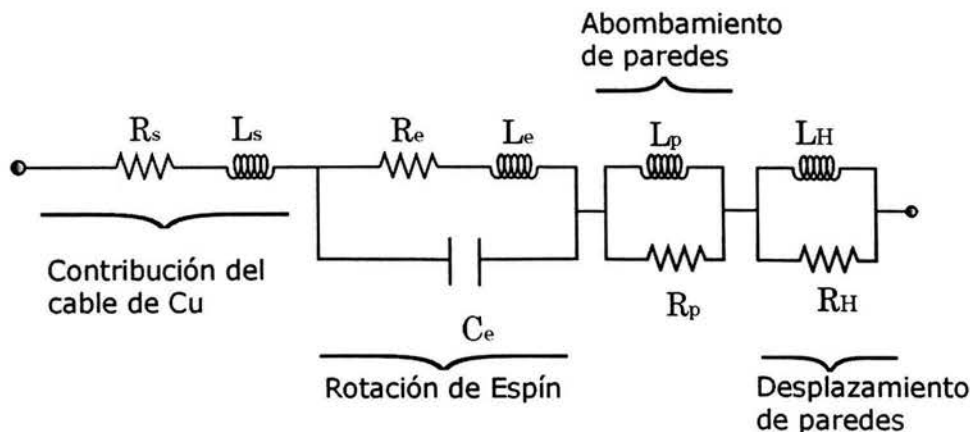


Figura 2.8- Circuito Equivalente para $H > H_c$

Considerando que se obtienen directamente valores de impedancia se realiza la transformación:

$$L^* = \frac{j}{\omega} Z^* \quad (3.1)$$

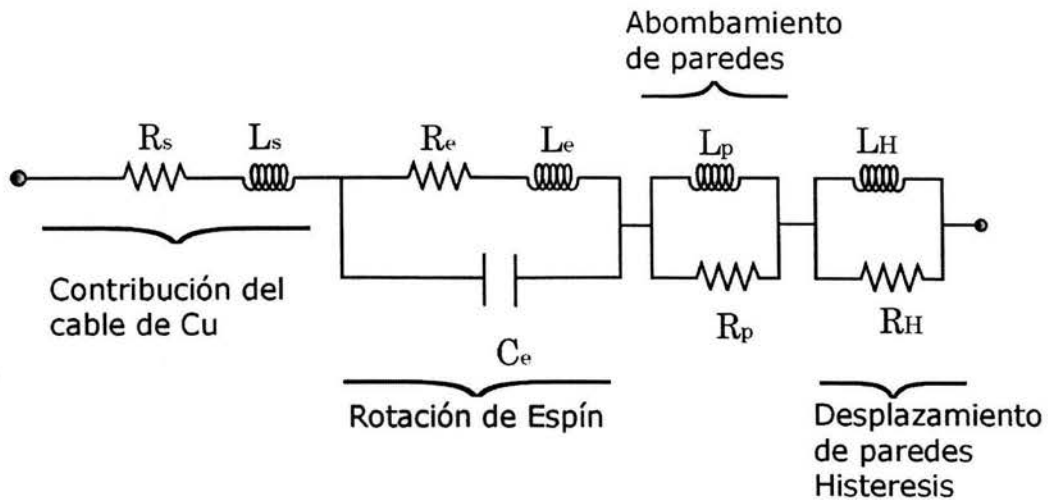
donde $\omega = 2\pi f$ es la frecuencia angular, L^* es la inductancia compleja y Z^* es la impedancia compleja. Considerando que la inductancia se relaciona con la permeabilidad como:

$$\mu^* = KL^* \quad (3.2)$$

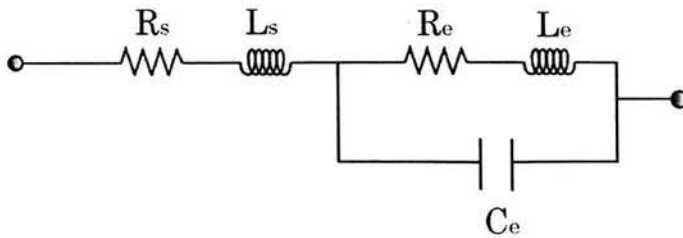
donde K es la constante geométrica determinada por la muestra. Todas las muestras presentan las mismas dimensiones y por lo tanto se considera la misma constante geométrica para cada composición.

En esta técnica se realiza un proceso de "limpiado" para obtener la respuesta únicamente de la pared magnética, cabe mencionar que la respuesta del material se puede ser modelado mediante circuitos eléctricos, como se observa en la Figura 2.9.

A) Medición $H_{dc}=0$ y $H_{ac}>H_p$



B) Con muestra, $H_{dc}=64 \text{ kA/m}(80 \text{ Oe})$



A-B

Respuesta de las Paredes de Dominio

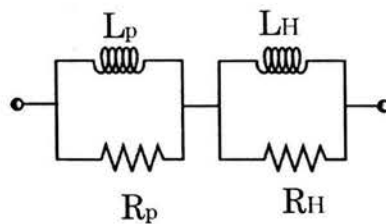


Figura 2.9 Arreglos circuitales que modelan la respuesta de los procesos magnéticos para mediciones longitudinales.

La descripción del circuito en serie $R_S L_S$ corresponde al dispositivo de medición que involucra un solenoide el cual induce un campo magnético. El circuito $R_e L_e C_e$ es asociado a la rotación de espines, este circuito describe el movimiento de precesión y que para cierta frecuencia en particular representa la resonancia de espín. La respuesta de la pared magnética se puede modelar con dos circuitos $L_p R_p$ y $L_H R_H$ que describen los mecanismos de abombamiento de paredes y desplazamiento de pared (histéresis, respectivamente).

Empleando el álgebra de circuitos eléctricos se puede eliminar la respuesta de la rotación de espín. Esto se logra saturando la muestra con un campo H_{dc} y excitando con un H_{ac} de tal forma la respuesta en estas condiciones es debido a la rotación de espín. Al realizar el campo $H_{dc}=0$ y excitar el material con el H_{ac} la respuesta que se presenta es la del espín mas el de las paredes magnéticas, de esta forma una resta es suficiente para obtener únicamente la respuesta de la pared magnética.

2.3.- MAGNETOIMPEDANCIA

La magnetoimpedancia (MI) se define como el cambio de la impedancia eléctrica (AC) en un conductor magnético suave, al cual se le aplica una corriente alterna de baja intensidad y frecuencia constante, con el propósito de inducir un campo alterno H_{ac} , en presencia de un campo magnético H_{dc} externo; como se muestra en la Figura 2.10. Los cambios en la impedancia son originados por la variación de la magnetización del material con el campo magnético H_{dc} y la excitación del campo magnético alterno afectando, así, los mecanismos conductivos. En consecuencia estos cambios en la impedancia reflejan modificaciones en la estructura magnética. La dependencia de la impedancia con el campo magnético es inducida por la habilidad de los mecanismos de magnetización de responder al campo H_{ac} . Por lo que el incremento en la impedancia es función de la permeabilidad eficaz del material en la dirección del campo producido por la corriente.

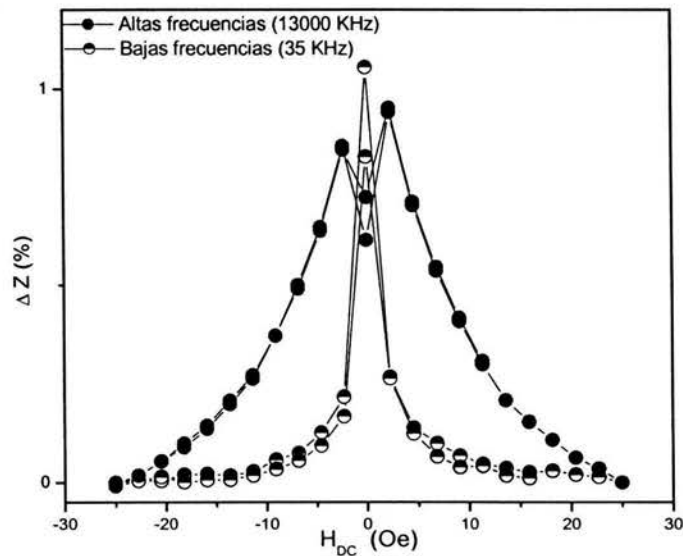


Figura 2.10- Curvas MI típicas obtenidas en Vitrovac, a dos diferentes frecuencias (etiquetadas como baja y alta) como función de un campo magnético aplicado.

La respuesta de MI está en función de la frecuencia y en general se puede dividir en tres regiones:

1. *Frecuencias muy bajas (del orden de 1- 10 kHz)* la dependencia de la impedancia con el campo H_{dc} es atribuida a la respuesta inductiva, la cual es proporcional a la permeabilidad circunferencial (o transversal) del material. Por lo tanto a muy bajas frecuencias el cambio de la impedancia del material es origina exclusivamente por efectos magnetointuctivos causados por los procesos de magnetización reversibles.
2. *Frecuencias bajas e Intermedias en el intervalo de algunos cientos MHz (radiofrecuencia)*, en este intervalo de frecuencias el efecto de piel es muy fuerte, el incremento de la impedancia es debido a rotaciones de espín que son excitados con el H_{ac} . La curva característica corresponde a dos máximos los cuales coinciden con la anisotropía magnética.
3. *Frecuencias Altas en la región de Microondas(GHz)* En estas frecuencias la respuesta es superficial por la presencia constante del efecto de piel. En la actualidad se encuentra en discusión lo que sucede a esta frecuencias, existiendo dos puntos de vista. El primer criterio establece que la respuesta GMI corresponde formalmente al comportamiento resonante ferromagnético del material [8, 9, 10]. El segundo criterio establece la contribución de dos componentes de polarización de naturaleza magnética y eléctrica [11]

Las regiones de frecuencia en los que se ocurren estos comportamientos depende del material bajo estudio.

La razón de magnetoimpedancia (MIR) se determina mediante la razón:

$$\Delta Z = 100 \times \frac{|Z(H_{dc}) - Z(H_s)|}{|Z(H_s)|} \quad (2.5)$$

La magnetoimpedancia gigante (GMI), es el mismo fenómeno que MI. La diferencia consiste en que GMI es una respuesta de los materiales a frecuencias altas y el efecto superficial da lugar a cambios grandes en la impedancia de hasta del 600% en algunos materiales.

Para altas frecuencia, el efecto de GMI se ha explicado por medio de electrodinámica clásica, como una interacción entre el campo magnético H_{ac} y la magnetización debida al campo H_{dc} , el efecto de GMI es principalmente originado por cambios en la componente resistiva de la impedancia, dado que es un efecto superficial. Esto causa que la corriente se limita a la

superficie de la muestra, reduciendo el efecto de la sección transversal del material, produciendo un aumento en la componente resistiva de la impedancia. Por lo que a altas frecuencias es determinante el efecto de piel en el comportamiento de la magnetoimpedancia.

Una descripción matemática del efecto superficial se ha obtenido de la electrodinámica clásica mediante las ecuaciones de Maxwell [12].

Para un conductor que lleva una corriente alterna sinusoidal, la penetración o profundidad de la piel (δ), se da por la expresión conocida

$$\delta = \left(\frac{\rho}{\mu_0 \mu_{ef} \pi f} \right)^{1/2} \quad (2.6)$$

donde f es la frecuencia del campo H_{ac} , ρ es la resistividad del material, y μ_{eff} es la permeabilidad efectiva en el caso del efecto GMI.

Se ha mostrado [12, 13, 14] que para una sistema laminar la impedancia (Z) se relaciona con la profundidad superficial a través de la expresión siguiente:

$$Z = R_{dc} \cdot jka \coth(jka) \quad (2.7)$$

$$k = \frac{1+j}{\delta}$$

donde R_{dc} es la resistencia dc, y al espesor del conductor. Siguiendo las expresiones (2.6) y (2.7), la impedancia de un conductor magnético es dependiente de la permeabilidad efectiva a través de la profundidad superficial. La permeabilidad efectiva se origina de dos contribuciones: el movimiento de pared de dominio y oscilaciones de la magnetización de dominio, debidas a un campo aplicado externo.

A frecuencias bajas, el movimiento de pared de dominio determina la permeabilidad.

Mientras que a frecuencias altas el movimiento de pared de dominio es fuertemente amortiguada por corrientes microscópicas eddy y la contribución de la rotación de la magnetización es dominante. Generalmente, este proceso produce una permeabilidad compleja. El amortiguamiento del movimiento de la pared de dominio a altas frecuencias reduce los efectos de histéresis, que generalmente es la fuente de la histéresis magnética.

El método experimental consiste en aplicar una corriente alterna con un puente de impedancias, al mismo tiempo se aplica un campo magnético H_{dc} , mediante un solenoide en cuyo interior se coloca el porta muestra, con la finalidad de inducir una nueva orientación de dominios transversales o circunferenciales, obteniéndose únicamente los efectos de los dominios longitudinales.

El campo magnético externo H_{dc} es aplicado en forma longitudinal y perpendicular a la dirección de flujo de corriente eléctrica que induce el campo alterno H_{ac} , como muestra la figura 2.11.

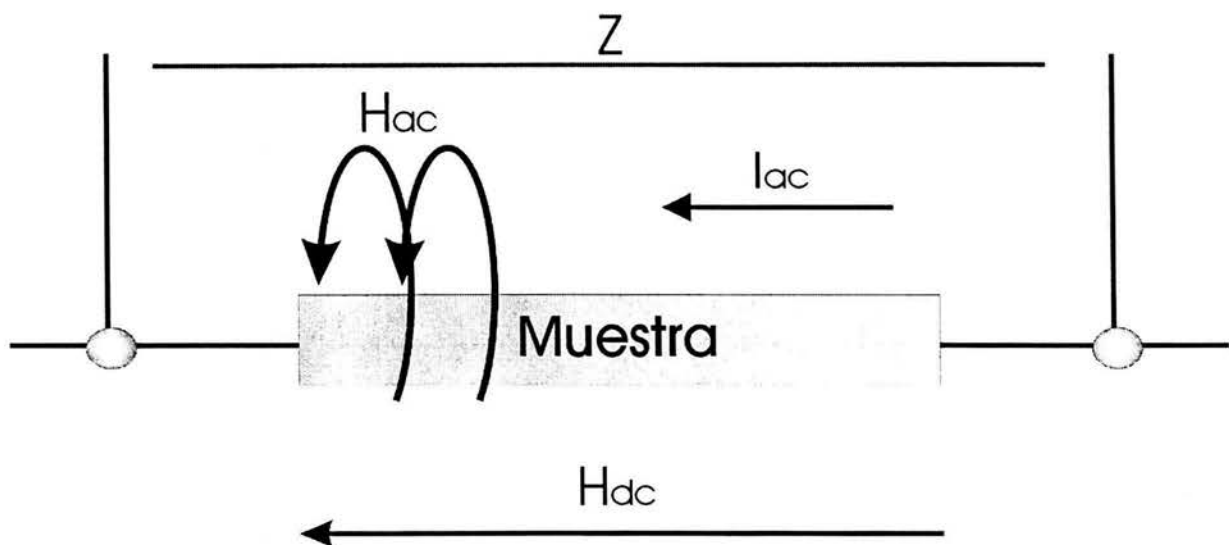


Figura 2.11- Ilustración de la medición de impedancia básica.

2.4. RESONANCIA FERROMAGNÉTICA (RFM)

2.4.1 MODOS NORMALES DE OSCILACIÓN DE UN SISTEMA DE ESPINES

Un modelo sencillo que permite explicar las propiedades magnéticas de una sustancia es aquel en el cual el material se representa por un conjunto de momentos magnéticos que surgen como consecuencia del momento angular total de los átomos que lo forman. La forma en que interactúan estos momentos magnéticos, cómo se distribuyen, y cual es su densidad determinan las propiedades magnéticas de un material en particular.

Una sustancia ferromagnética se distingue de otras por una fuerte interacción entre los espines vecinos que hace que estos se alineen paralelamente uno respecto a otro. Esta fuerza recibe el nombre de interacción de intercambio. A 0 grados Kelvin todos los espines, y por lo tanto todos los momentos dipolares magnéticos asociados, se encuentran alineados paralelamente dando lugar a un momento magnético máximo $M(0)$.

Se sabe del electromagnetismo elemental que un momento magnético colocado dentro de un campo magnético constante realiza un movimiento alrededor de la dirección de éste, (precesión) de frecuencia es igual a γH . El parámetro γ es la razón giro magnética cuyo valor es igual a $2.21 \times 10^5 \frac{\text{rad/s}}{\text{A/m}}$ ($\frac{\gamma}{2\pi} = 2.8024 \frac{\text{MHz}}{\text{G}}$). Para intensidades del campo de algunos cientos de kA/m la frecuencia de precesión se encuentra en el intervalo de las microondas. Si un campo de radio frecuencia h_{rf} con una frecuencia angular igual a γH_0 se aplica normalmente al campo constante, el torque $\vec{M} \times \vec{h}_{rf}$ estará en una dirección tal que el ángulo de precesión aumentará a expensas de la energía tomada del campo de radio frecuencia. Además, como veremos posteriormente todos los espines precesarán al unísono. Este comportamiento recibe el nombre de modo uniforme de oscilación y es de importancia central en la explicación del comportamiento de un material ferromagnético o ferrimagnético excitado por un campo variable de alta frecuencia.

La clasificación de los modos de oscilación (modos normales) de un sistema de espines se realiza de acuerdo a las aproximaciones que se empleen al considerar las distintas interacciones que tienen lugar dentro del sistema. Si la longitud de onda del modo de

oscilación es del orden de las dimensiones de la muestra, los efectos de los campos dipolares superficiales se tienen que considerar explícitamente. En este caso dichos modos reciben el nombre de modos magnetostáticos. Si por el contrario, la longitud de onda del modo es mucho menor que las dimensiones de la muestra los campos dipolares superficiales no se toman en cuenta. Además, en este caso, el campo producido por la magnetización del material se asume que se propaga instantáneamente. Los modos que cumplen estos dos requisitos son las ondas de espín las cuales pueden ser descritas por su vector de onda

$$\vec{k} = \frac{2\pi}{\lambda_k} \mu_k \text{ donde } \mu_k \text{ es un vector unitario y } \lambda_k \text{ la longitud de onda de espín.}$$

De entre los modos magnetostáticos, el más importante es el uniforme. Kittel en 1946 [13, 14, 15] estudió los modos magnetostáticos uniformes que describen la resonancia ferromagnética.

2.4.2 RESONANCIA MAGNÉTICA

En la resonancia ferromagnética el momento magnético total electrónico de un material precesa alrededor de la dirección de un campo magnético estático (figura 2.12), absorbiéndose fuertemente la energía de un campo transversal de microondas cuando su frecuencia es igual a la frecuencia de precesión [18, 19].

Las características principales de la resonancia ferromagnética son:

1. La permeabilidad transversal compleja es muy grande debido a que la magnetización en un material ferromagnético en un campo estático es mucho más grande que la magnetización electrónica ó paramagnética nuclear en el mismo campo.
2. La forma de la muestra bajo estudio toma un papel importante debido a los factores de desmagnetización.
3. El fuerte acoplamiento de intercambio entre los espines del material ferromagnético tiende a suprimir las contribuciones dipolares en el ancho de línea, por lo que la línea de resonancia ferromagnética tiende a ser delgada.
4. El efecto de saturación ocurre a valores bajos de potencia rf (microondas) de absorción, lo que no ocurre en sistemas de espín nuclear. A mayor potencia, la

resonancia ferromagnética se puede descomponer en modos de ondas espín antes de que la magnetización pueda rotar a su dirección inicial.

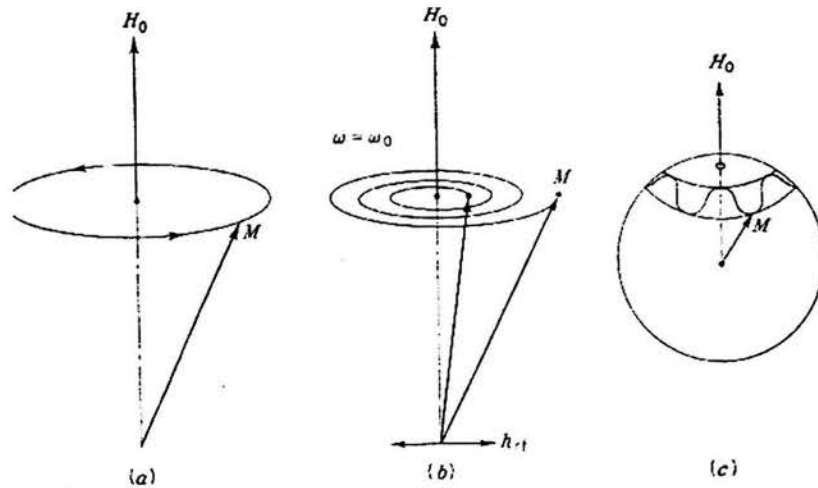


Figura 2.11- Precesión amortiguada de la magnetización M alrededor del campo magnético H

La ecuación usada para describir la dinámica de la RFM es

$$d\mathbf{M}/dt = \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{H}_{\text{eff}}) + \text{Amortiguamiento} \quad (2.8)$$

Donde \mathbf{H}_{eff} es el campo magnético efectivo que actúa sobre el material, este campo incluye al campo magnético aplicado y otros campos "internos" que contiene toda la información sobre la muestra; como es el campo de desmagnetización, debido a la geometría de la muestra (forma), el campo de anisotropía, y algunos otros campos que puedan estar presentes. \mathbf{M} es la magnetización y γ es una constante conocida como la razón giromagnética.

Un término fenomenológico es usualmente empleado para describir el amortiguamiento, por simplicidad este término generalmente se desprecia, aunque su valor proviene de la ecuación Landau-Lifshitz-Gilbert: $(\alpha/M_s)(\mathbf{M} \times d\mathbf{M}/dt)$, donde M_s es la magnetización de saturación y α es la constante de amortiguamiento de Gilbert [19]. Esto causa una precesión amortiguada del momento magnético alrededor de la dirección del campo a la frecuencia ν_0 .

En un experimento RFM, la muestra está sujeta a un campo de microondas de frecuencia fija perpendicular a un campo magnético estático, cuya magnitud puede variar. A cada valor de campo, la potencia absorbida por una muestra es medida, esta absorción puede tener uno o más mínimos y máximos, respectivamente, correspondiente a los modos de resonancia. El campo al que ocurre la resonancia será llamado campo de resonancia, el cual depende de varios parámetros magnéticos.

La frecuencia de resonancia ferromagnética bajo un campo aplicado H_0 es [21]:

$$\omega_0 = \gamma \left\{ \left[H_0 + (N_y - N_z) M_s \right] \left[H_0 + (N_x - N_y) M_s \right] \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (2.9)$$

donde N_x, N_y, N_z son los coeficientes de desmagnetización a lo largo de cada uno de los ejes coordenados, ω_0 es la frecuencia de resonancia del modo uniforme. Si la dirección del eje Z coincide con la del campo constante la igualdad (2.9) toma diferentes aspectos de acuerdo a la geometría de la muestra.

a) Para una esfera $N_x = N_y = N_z$ y (5) se reduce a [22, 23]

$$\omega_0 = \gamma H_0 \quad (2.10)$$

b) En un disco infinito en el plano xy con el campo constante en el plano del disco $N_x = 1, N_y = N_z = 0$ y

$$\omega_0 = \gamma \left[H_0 (H_0 + M_s) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.11)$$

c) Para igual geometría que en b pero con el campo constante normal al plan del disco $N_x = N_y = 0, N_z = 1$ y

$$\omega_0 = \gamma (H_0 - M_s) \quad (2.12)$$

- d) Si la muestra es un cilindro infinito con el campo constante a lo largo de su eje entonces $N_x = N_y = 1, N_z = 0$ y

$$\omega_0 = \gamma \left(H_0 - \frac{M_s}{2} \right) \quad (2.13)$$

- e) Finalmente para igual geometría que en d pero con el campo normal al eje del cilindro $N_x = N_y = 1/2, N_z = 0$ y

$$\omega_0 = \gamma \left[H_0 \left(H_0 - \frac{M_s}{2} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.14)$$

Se puede calcular la resonancia ferromagnética en todo el espacio, obteniéndose la condición de resonancia general [16, 17, 21, 22], como:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma} \right)^2 = \{ H(\cos\theta \cos\theta_H + \text{sen}\theta \text{sen}\theta_H (\cos\phi - \cos\phi_H)) - 4\pi M_{\text{eff}} \cos 2\theta + H_K \cos 2\theta \text{sen}^2 \phi \} \times \\ \{ H(\cos\theta \cos\theta_H + \text{sen}\theta \text{sen}\theta_H (\cos\phi - \cos\phi_H)) - 4\pi M_{\text{eff}} \cos^2 \theta + H_K (\cos^2 \phi - \text{sen}^2 \theta \text{sen}^2 \phi) \} - \{ H_K \cos\theta \cos\phi \text{sen}\phi \} \quad (2.15)$$

Donde θ_H y ϕ_H = ángulo del campo H_{dc} en coordenadas esféricas, M_{eff} es la magnetización efectiva y H_K es la anisotropía.

Se pueden considerar casos particulares y resolver completamente la ecuación.

Como caso particular se toma el eje de la muestra es perpendicular al campo H_{dc} . Se consideran las condiciones $\theta = \theta_H$ y $\phi = \phi_H = \pi/2$ (90°). Sustituyendo en la ecuación 2.15 y reduciendo la ecuación se tiene:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma} \right)^2 = \{ H(\cos^2 \theta + \text{sen}^2 \theta) - 4\pi M_{\text{eff}} (\cos^2 \theta - \text{sen}^2 \theta) \} \times \{ H(\cos^2 \theta + \text{sen}^2 \theta) - 4\pi M_{\text{eff}} \cos^2 \theta + H_K \} \quad (2.16)$$

Despejando H se obtiene la dependencia angular del campo de resonancia con respecto a la variación angular.

Por otra parte consideremos los casos extremos $\theta = 0^\circ$

$\cos(0^\circ) = 1$

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \{H + 4\pi M_{eff}\} \times \{H + 4\pi M_{eff} + H_K\} \quad (2.17)$$

Cuando $\cos(90^\circ) = 0$

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \{H - 4\pi M_{eff}\} \times \{H + H_K\} \quad (2.18)$$

La ecuación 2.14 bajo ciertas restricciones se emplea para el cálculo del campo de resonancia para geometrías particulares.

2.4.3 RELAJACIÓN Y ANCHO DE LÍNEA DE RESONANCIA

La determinación del origen y de los mecanismos de relajación no es una tarea que se realice de forma fácil y directa. Existen muchas vías por las cuales la energía del modo uniforme se puede disipar. El campo de radio frecuencia excita al modo uniforme que cede su energía directamente a la red, a las ondas de espín que son degeneradas con él y al fondo térmico.

En la RFM el parámetro experimental que se emplea comúnmente para caracterizar a las pérdidas en el intervalo de frecuencias de las microondas es el ancho de la línea de resonancia. Inicialmente ΔH se definió como la diferencia en valores del campo constante aplicado para aquellos puntos que se encuentran a ambos lados de la curva de resonancia, y que están a la mitad de su altura. Posteriormente, debido a la aparición de nuevos fenómenos, el concepto se amplió. Las generalizaciones más importantes son el ancho de línea de las ondas de espín que se define de manera similar a la del modo uniforme pero

considerando que $\lambda_k \ll L$. Donde L es el espesor de una lámina muy grande y λ_k el ancho de línea de las ondas de espín.

La forma comúnmente empleada para determinar el ancho de la línea de resonancia consiste en obtener la curva de resonancia variando el valor de H_0 y determinar los puntos correspondientes a la mitad de la altura de la curva obtenida.

2.5 MEDICIÓN DE LA SEÑAL A CAMPO BAJO (SCB).

Esta técnica emplea también la instrumentación presente en los espectrómetros EPR, RFM y mide la absorción de microondas en barridos de ida y vuelta de un campo magnético H_{dc} aplicado a un material (en un intervalo -2500 Gauss y +22500 Gauss) realizando ciclos de barrido simétricos desde ± 0.1 G a ± 2500 Gauss y asimétricos de $-2,500$ Gauss $\leq H_{dc} \leq 22500$ Gauss[10, 26, 27].

En esta técnica se detecta además del perfil de absorción de microondas como función del campo magnético H_{dc} aplicado (en una región negativa de campo), la presencia o ausencia de ciclos de histéresis, señalando con ello la presencia o ausencia de una absorción irreversible de energía a microondas en el material. Estos ciclos siguen la metodología de los ciclos de histéresis magnética que se aplican a materiales ferromagnéticos.

Es una técnica nueva y la interpretación sobre los mecanismos presentes para la absorción de microondas aún se encuentra en discusión [23 - 27].

REFERENCIAS

- [1] E. Perea-Bedolla, E. Amano-Toyomoto y A. Huanosta-Tera, *Ciencia* 46, 183 (1995)
- [2] A. Globus, *J. Phys.* C1-38, C1-163 (1977).
- [3] J. M. Yellup and B. A. Parker, *J. Phys. Sta. Sol. A* 55, 137 (1979).
- [4] A. Rae and R. Steiger, *Amer. Cer. Soc. Bull.* 73 (7), 58 (1994).
- [5] G. Aguilar-Sahagun, P. Quintana, E. Amano, J. T. S. Irvine and R. Valenzuela *J. Appl. Phys.*, 75 (10), 7000 (1994).
- [6] E. Amano Toyomoto y A. Huanosta, *Ciencia*, 47, 93 (1996).
- [7] R. Valenzuela, *J. Alloys Com.*, 40, 369, (2004).
- [8] V. Siruguri and S. N. Kaul *J. Phys.: Condens Matter*, 84567 (1996).
- [9] M. Rivore ang G. Suran, *J. Appl. Phys.* 78, 1899 (1995).
- [10] Guillermo Alvarez Lucio, Tesis de Maestría "Estudio MAMMAS, LFS y EPR de materiales superconductores cerámicos de alta T_c ", IPN-ESFM (2000).
- [11] M. Knobel, M. Vazquez and L. Krauss *Handbook of Magnetic Materials*, Chaper 5, Elsevier Science (2003).
- [12] L. V. Panina and K. Mohri, *Appl. Phys. Lett.* 65, 1189 (1994).
- [13] R. S. Beach and A. E. Berkowitz, *Appl. Phys. Lett.* 64, 3652 (1994).
- [14] F. L. Machado, B. L. Da Silva, S. M. Rezende and C. S. Martins, *J. Appl. Phys.* 75, 6563 (1994).
- [15] C. Kittel, *Phys Rev.*, 75, 1556 (1946).
- [16] C. Kittel, *Phys Rev.*, 70, 281 (1946).
- [17] J. H. Van Vleck, *J. Chem. Phys.*, 9, 85 (1941).
- [18] C. Kittel, *Phys Rev.*, 73, 155 (1948).
- [19] J. H. Van Vleck, *Physica*, 15, 197 (1949).
- [20] C. Kittel, *Phys Rev.*, 76, 743 (1949).
- [21] L. Landau and E. Lifshitz, *Physica*, 8, 153 (1935)
- [22] O. Kohmoto, *J. Mag. Mag. Mat.*, 280, 262 (2003)..

- [23] A. Yelon, D. Ménard, M. Britel and Ciureanu, *App. Phys. Lett.* 69, 3084 (1996).
- [24] T. Óvari, H. Chiriac, M. Vasquez and A. Hernando, *IEEE Trans. Mag.* 3445, 36, (2000).
- [25] D. P. Makhnovskiy, L.V. Panina and J. Mapps, *Phys. Rev. B*, 63, 144424, (2001).
- [26] H. Montiel. G. Alvarez, M. P. Gutiérrez, R. Zamorano and R. Valenzuela, *J. Alloys Comp.* 369, 141 (2004).
- [27] G. Alvarez and R. Zamorano; *J. Alloys Comp.* 369, 231 (2004).

CAPÍTULO III

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

El desarrollo experimental de este trabajo se llevó a cabo en tres etapas:

1. Estudio de la nanocrystalización de las aleaciones amorfas ricas en Co de composición: $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$.
2. Estudio de las aleaciones a altas frecuencias en la región de microondas (RFM- Resonancia Ferromagnética).
3. Estudio de las aleaciones en la región de microondas a campos bajos (SCB- señal a bajos campos).

Cabe señalar que se trabajó solo con una composición con diferentes características estructurales.

3.1-OBTENCIÓN DE ALEACIONES AMORFAS Y NANOCOMPUESTAS DE COMPOSICIÓN: $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$.

Se obtuvieron aleaciones metálicas amorfas mediante la técnica de solidificación ultrarápido, en forma de cintas delgadas cuyo espesor es de $25\mu\text{m}$, dependiendo de la velocidad de obtención se pueden obtener aleaciones amorfas o cristalizadas. En este trabajo las aleaciones empleadas presentan la misma composición química pero diferente microestructura, obtenidas con las siguientes velocidades:

- Aleación totalmente amorfa preparada a una velocidad de rotación del sustrato de 60 m/s en la orilla.
- Aleación nanocompuesta con nanocristales distribuidos en las orillas y centro de la aleación. La velocidad de rotación usada fue de 40 m/s.

En las aleaciones obtenidas se realizaron tratamientos térmicos a temperatura constante de $300\text{ }^\circ\text{C}$ y diferentes tiempos de tratamiento térmico, siendo estos: 5 minutos, 10 minutos, 20

minutos y 40 minutos.

El tratamiento térmico se realizó mediante un horno Fisher Scientific, colocando la muestra en un tubo de cuarzo de 40 cm de longitud y 6 cm de diámetro, en el cual es posible inyectar gas Argón para generar una atmósfera inerte con el propósito de evitar que la aleación se oxide. Cabe mencionar que las aleaciones estudiadas presentan una composición que inhibe la oxidación. Para el análisis composicional se empleó el Microscopio electrónico de Barrido (MEB).

Para el proceso de Nanocrystalización se prepararon todas las muestras con las mismas dimensiones: 2mm X 30mm X 25 μ . Después del tratamiento térmico se evaluaron los cambios microestructurales mediante microscopía de transmisión (MET).

3.2 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

Difracción de rayos X (DRX). La microestructura de las aleaciones base Co en estudio, se determinó mediante un difractómetro de rayos X marca Siemens D-500 utilizando radiación k_{α} del cobre desde $2\theta=15$ hasta $2\theta=95$, a una velocidad de barrido de 0.02 °/seg.

El análisis composicional se realizó con MEB empleando el método cualitativo ZAF. La composición determinada en este análisis es similar a las aleaciones obtenidas, indicando que durante la obtención de las aleaciones no se presentó pérdida de material.

Las composiciones determinadas son:

- *Aleación amorfa:* Co 65.93% atómico, Fe 3.99% atómico, Si 12.93% atómico, Nb 3.99 % atómico ,B 11.99 % atómico, Cu 1.17% atómico.
- *Aleación nanocompuesta:* Co 65.96% atómico, Fe 3.97% atómico, Si 12.94% atómico, Nb 3.96 % atómico ,B 11.98 % atómico, Cu 1.19% atómico.

Microscopía de Transmisión (MET).

La Microscopía Electrónica de transmisión es una técnica capaz de proporcionar una importante información de la estructura de un material, como la identificación de las fases presentes, orientación de estas con respecto a la matriz, descripción de los defectos de un

crystal y dislocaciones del cristal en el plano. Esto es posible mediante la imagen directa de la muestra o por el patrón de difracción a través de la imagen que forma el haz de electrones al penetrar la muestra

Los principios en los que se basa la MET se describen en forma general a continuación [17]. En MET un haz de electrones monocromático es acelerado, generalmente con un voltaje de 100KV, sobre la muestra. Los haces transmitidos presentan habitualmente un ancho de 0.5 a 0.2 nm, son refractados y recolectados a la salida de la muestra mediante electroimanes. Cada átomo del cristal dispersará el haz incidente con una longitud de onda en fase con una dirección cristalográfica determinada. La onda plana incidente en un átomo es propagada como una onda esférica con un ángulo 2θ respecto a la dirección incidente. La intensidad del haz de electrones depende de la posición y naturaleza del átomo dentro de la celda unidad, así como del tamaño y forma del cristal.

Para realizar una medición en MET, es necesario preparar las muestras de tal forma que sean lo suficientemente delgadas para que los electrones puedan transmitirse a través de la muestra. Esto se logra mediante métodos químicos o con un adelgazador iónico. La energía del electrón en el MET determina el grado de penetración electrónica en una muestra específica, por lo que el grosor de la muestra es determinante para realizar este tipo de mediciones.

Esta técnica es de gran importancia, dado que por métodos convencionales cristalográficos (como lo es la difracción de rayos X) resultaría más complicada la determinación de la nanoestructura.

Mediante el empleo de MET fue posible determinar en las aleaciones investigadas el estado de cristalización y el crecimiento del cristal, así como la homogeneidad de los cristales generados durante el tratamiento térmico. Para realizar la caracterización de la microestructura de las aleaciones mediante TEM, se adelgazo la muestra de 25 μm a 15 μm mediante bombardeo de electrones, esto con el fin de detectar los electrones transmitidos. El equipo empleado para el adelgazamiento de la muestra fue un Precisión Ion Polishing System de Gatan Inc.

El microscopio empleado fue JEOL JEM- 1200EX Electrón Microscopy a 120KV.

3.3 ESPECTROSCOPIA DE INDUCTANCIA (EI)

Las aleaciones tratadas térmicamente y las aleaciones originales se caracterizaron mediante EI. Se empleó un analizador de impedancias modelo HP4192, en el intervalo de frecuencias de 5 Hz a 13 MHz, registrándose la impedancia compleja de las muestras. Todas las mediciones se realizaron a temperatura ambiente. En esta técnica se emplearon dos condiciones geométricas diferentes: Transversal y Longitudinal.

En la geometría Transversal se aplica un corriente AC directamente en la muestra induciéndose un campo H_{ac} transversal de acuerdo a la regla de la mano derecha como se muestra en la figura 3.1.

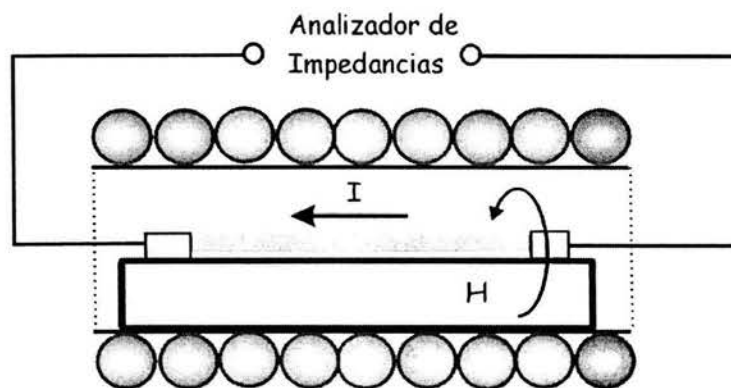


Figura 3.1.- Geometría Transversal, para mediciones de EI.

En la geometría longitudinal se aplica una corriente a un embobinado de 50 vueltas con sección transversal de 10mm de ancho por 5mm de alto. En este embobinado se induce un campo longitudinal como se observa en la figura 3.2.

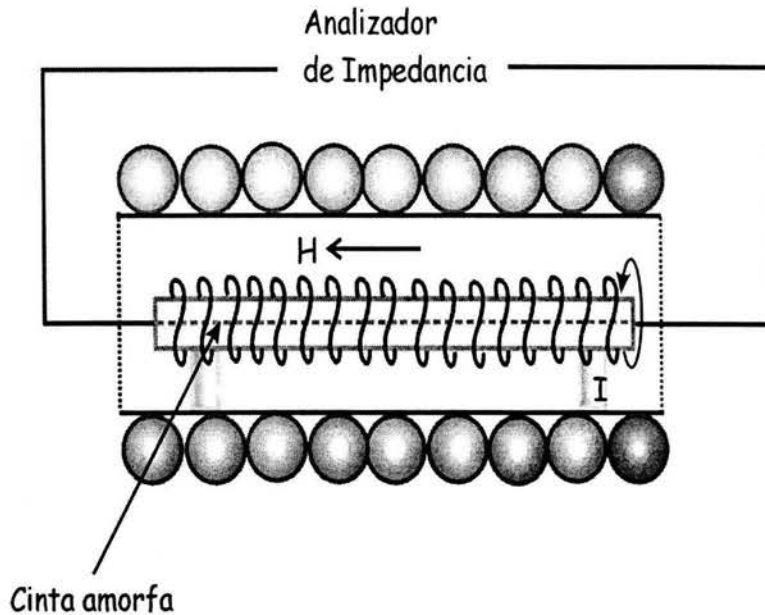


Figura 3.2.- Geometría longitudinal para mediciones EI.

En ambas geometrías se realizan mediciones con campo $H_{dc}=0$ y $H_{dc}=80$ Oe para eliminar la contribución de la rotación de espín y la resistencia del alambre de Cu. Obteniendo, así únicamente la respuesta de la pared magnética.

3.4 MAGNETOIMPEDANCIA (MI)

Las mediciones de MI se realizaron con el analizador de Impedancias HP4192 en la simetría transversal debido a que se requiere de un corriente AC para inducir un campo alterno H_{ac} . Se emplea un embobinado de 80 vueltas y de dimensiones de 10 cm de longitud y 6 cm de diámetro para generar campos H_{dc} de hasta 80 Oe.

A diferencia de EI donde se presentan variaciones en función de la frecuencia, la técnica MI se requieren variaciones en función del campo H_{dc} para establecer la dependencia de la impedancia con el campo. Para realizar las variaciones de campo se empleo un lock-in Amplificador. En la figura 3.3 siguiente se muestra un esquema del equipo de medición.

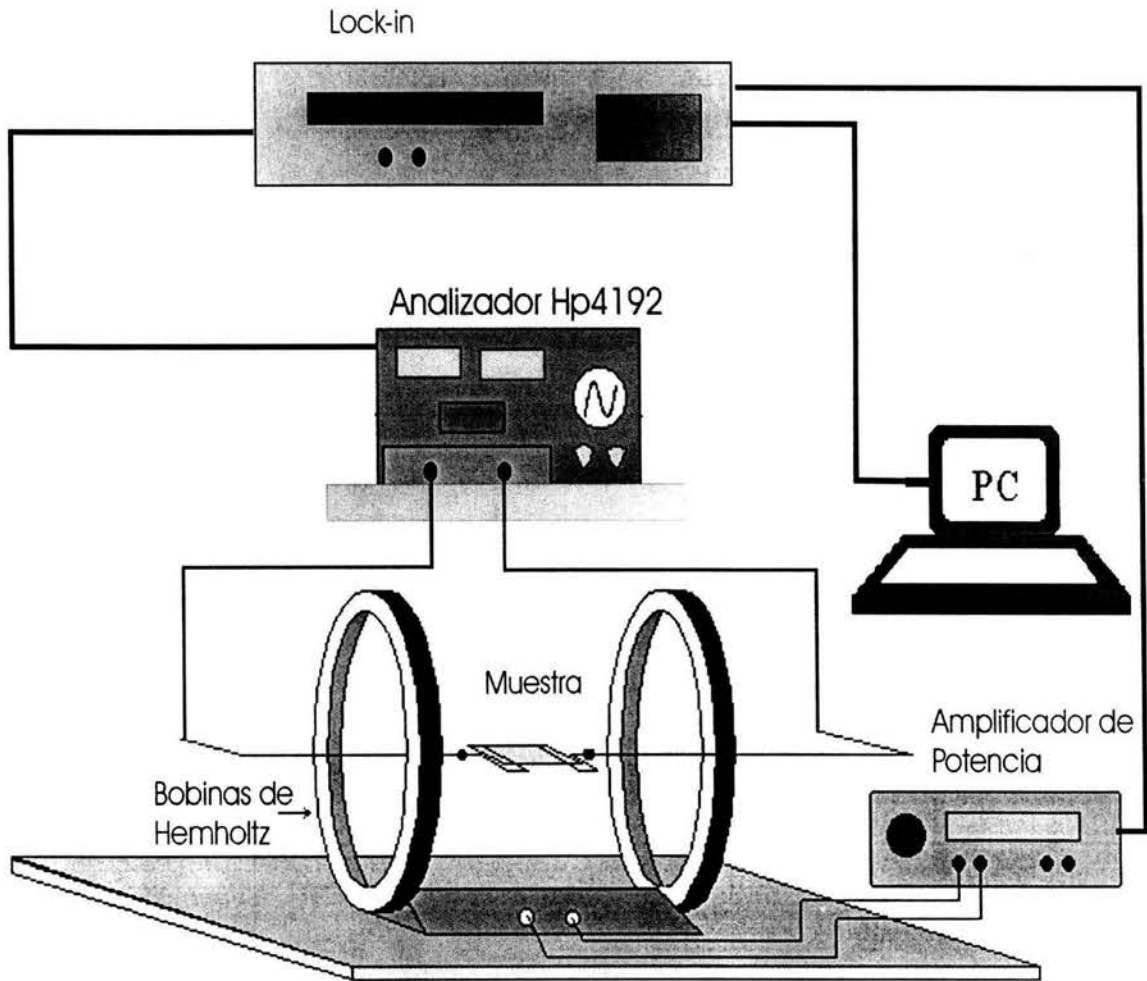


Figura 3.3- Sistema de medición de la Técnica MI.

Se aplicaron diferentes frecuencias (f) : a) $f < f_r$, b) $f = f_r$, c) $f > f_r$.

donde F_r es la frecuencia de relajación de las paredes magnéticas, las mediciones se realizaron con variaciones de campos de 0 - 20 Oe.

3.5 RESONANCIA FERROMAGNÉTICA (RFM) Y SEÑAL A CAMPOS BAJOS (SCB)

El equipo básico en los experimentos RFM y SCB consta de un espectrómetro EPR (resonancia paramagnética electrónica) JEOL modelo JES-RE3X, el equipo se muestra en la figura 3.4.

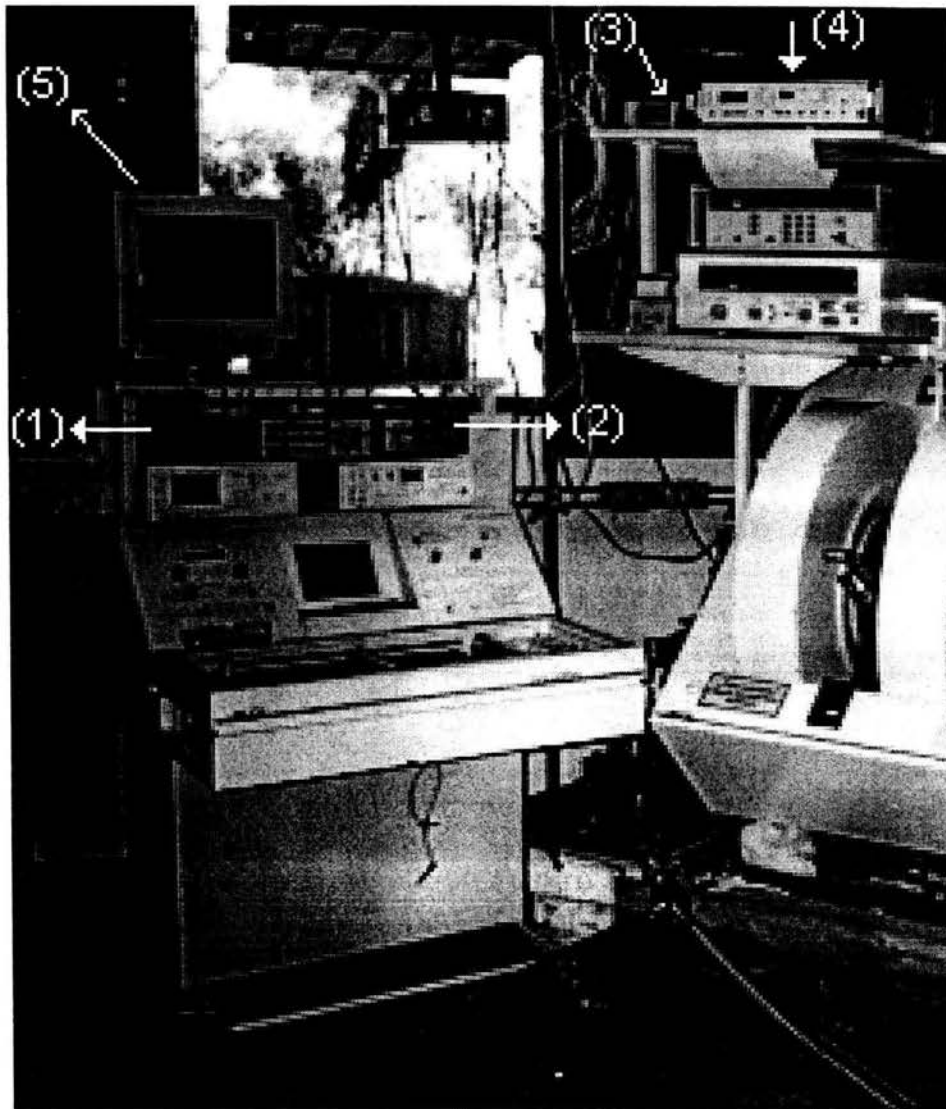


Figura 3.4.- Espectrómetro de resonancias paramagnéticas empleado en las mediciones RFM.

El espectrómetro presenta las siguientes partes principales:

1. **Fuente de microondas.** Presenta básicamente una fuente de microondas en banda X (9.1 GHz) y otra banda Q (35 GHz), las cuales se emplean para generar un campo de microondas H_{μ} . Cada una de estas fuentes esta compuesta por una unidad de microondas con un circuito AFC- Control Automático de Frecuencias y una fuente de voltaje para un diodo Gun oscilador. Este campo es dirigido a una cavidad cilíndrica resonante TE_{011} mediante una guía de ondas.
2. **Fuente de campo magnético.** Consta de un electroimán capaz de inducir un campo magnético estático H_{dc} en un rango de 0a 14000G, el cual es alimentado por una

fuentes de corriente con capacidad de 0 a 200 A. Este electroimán contiene entre sus polos a la cavidad resonante. La uniformidad del campo magnético en el electroimán es del orden de 10^{-4} Gauss.

3. **Cavidad Resonante.** La cavidad es del tipo TE_{011} , cilíndrica y se coloca en el centro del electroimán, esta cavidad se ilustra en la figura 3.5.

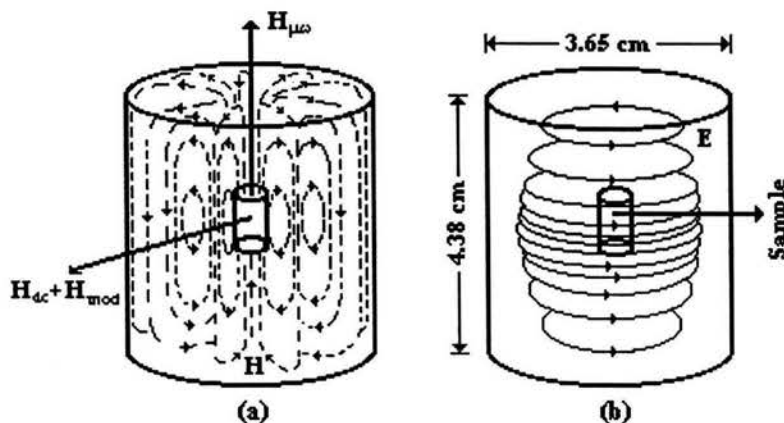


Figura 3.5- Cavidad resonante TE_{011} (a) Líneas de campo magnético y (b) líneas de campo eléctrico

3.5.1 Consola de control del espectrómetro.

Presenta una unidad de barrido de campo magnético. Su función es la de controlar la unidad y que se pueda ajustar el centro y barrido de campo magnético. Se tiene también un detector y amplificador look-in su función es la de amplificar la señal RFM recibida por la muestra, desde la consola es posible controlar los parámetros: frecuencia de modulación, modo de dirección (1° o 2° derivada), fase de la señal, ancho de modulación, ganancia y rapidez de respuesta del equipo, osciloscopio y graficador.

En la figura 3.6 se presenta un diagrama a bloques del espectrómetro RFM.

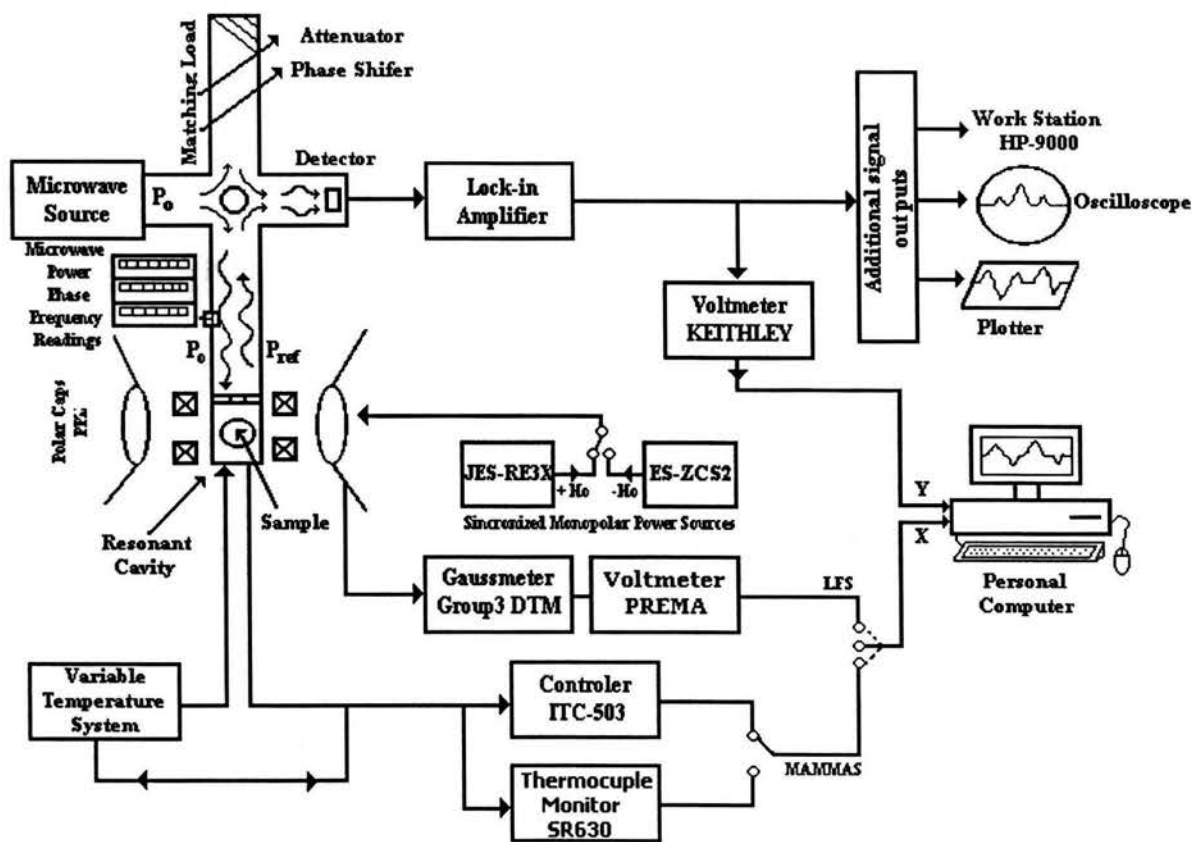


Figura 3.7. Diagrama a bloques del espectrómetro de resonancia Paramagnética Electrónica (EPR).

En las mediciones de señal a campo bajo se emplea el espectrómetro EPR modificado, con la finalidad de implementar esta técnica nueva. Mediante una fuente de corriente bipolar marca JEOL modelo Es-ZCS2 y un par de piezas polares cónicas truncadas, marca JEOL modelo PPZ, se implemento la capacidad de 1 equipo de producir campos magnéticos de entre -2150 a 21100 Gauss, recorriendo suavemente un cruce a cero de campo magnético. Los datos experimentales obtenidos en RFM y SCB se capturan con un PC, usando el formato IEEE-488 con instrumentación estándar GPIB. Las dimensiones de las muestras empleadas es de 1 mm X 4 mm. Se conservo el eje de la muestra, para estas mediciones. En las mediciones de RFM y SCB se emplearon diferentes orientaciones de medición.

1. **Orientación 1:** El eje de la muestra es perpendicular al campo H_{dc} y paralelo al campo H_{ac} . Las variaciones angulares son en el eje de la muestra

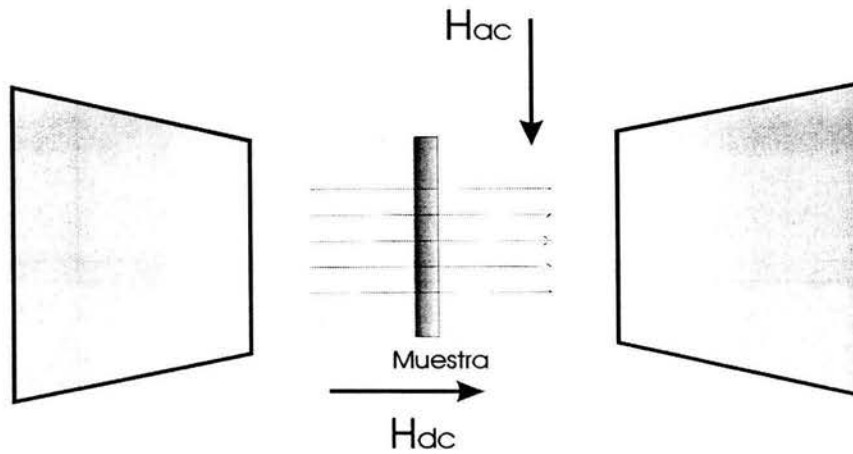


Figura 3.7 Orientación 1

2. **Orientación 2:** El eje de la muestra es paralelo al campo H_{dc} y perpendicular al Campo H_{ac} . Las variaciones angulares son sobre el eje transversal.

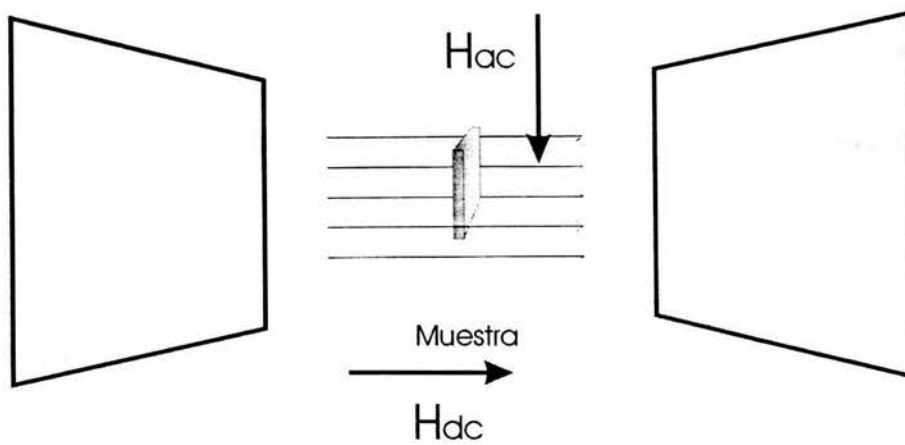


Figura 3.8- Orientación 2

3. **Orientación 3:** El eje de la muestra es perpendicular al campo H_{dc} y perpendicular al campo H_{ac} . La variación angular es en el plano de la muestra.

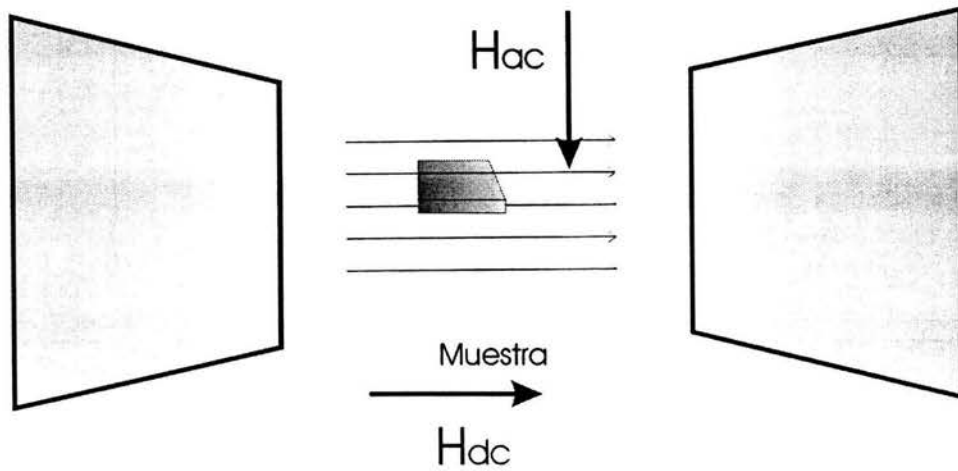


Figura 3.9- Orientación 3

CAPITULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados experimentales se presentan en tres secciones.

1. En la primera sección se caracterizan las etapas de la nanocristalización de las aleaciones ricas en Co mediante Microscopia de transmisión (MET), Espectroscopia de Inductancia (EI) y Magnetoimpedancia (MI). Todas las aleaciones estudiadas tienen la misma composición, la primera serie de aleaciones se obtuvieron amorfas y la segunda serie se obtuvo nanocompuesta ya que la aleación presenta regiones con nanocristales inmersos en la matriz amorfa (ver Capítulo 3 para caracterización de las aleaciones). Ambas aleaciones fueron preparadas con la misma técnica pero con diferentes rapidezces de enfriamiento. Las aleaciones fueron sometidas a diferentes tiempos de tratamiento térmico a temperatura constante de 300 °C, en una atmósfera inerte de argón para eliminar la posibilidad de oxidación del material.
2. En la segunda sección se analiza el comportamiento de las aleaciones sin tratamiento térmico, tanto para las amorfas como para las nanocompuestas, a altas frecuencias en la región de microondas (9.46 GHz, Banda X), detectando su resonancia Ferromagnética (RFM), la cual es determinada por los diferentes campos de anisotropía existentes (intrínseca o de forma). La respuesta RFM de las aleaciones depende de la geometría de los campos: estático (H_{dc}) y alterno (H_{ac}) en función de los ejes principales de la muestra. Adicionalmente, se estudia la dependencia angular del campo de resonancia en función de la dirección transversal y longitudinal de las aleaciones.
3. La tercera sección presenta la observación y análisis de modos de absorción que no corresponden a RFM. En esta sección se investigan los procesos involucrados en esta absorción de microondas magnéticamente modulada.

Cabe mencionar que las técnicas empleadas para el análisis de la segunda y tercera sección fue RFM en banda X (9.4 GHz), obteniendo la resonancia Ferromagnética, y una absorción a campo cero.

4.1 NANOCRISTALIZACIÓN DE ALEACIONES AMORFAS RICAS EN Co.

A continuación se presenta el análisis microestructural de las aleaciones amorfa y nanocompuesta tratadas a diferentes tiempos con una temperatura constante de 300°C

4.1.1 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

4.1.1.1 ALEACIÓN AMORFA: $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$

4.1.1.1.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Primero se realizó difracción de Rayos X (DRX) en las aleaciones, verificando que la primera serie de aleaciones eran inicialmente amorfas antes del proceso de nanocrystalización.

En la figura 1 se presenta el patrón DRX de la aleación amorfa $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$, en la cual se observa el patrón DRX característico de un material amorfo. En este se observa la ausencia de intensidades debidas a familias de planos propios de un material cristalino. Se observa la presencia de una distribución de intensidades debida a interacciones de primeros vecinos y a una distribución aleatoria de átomos.

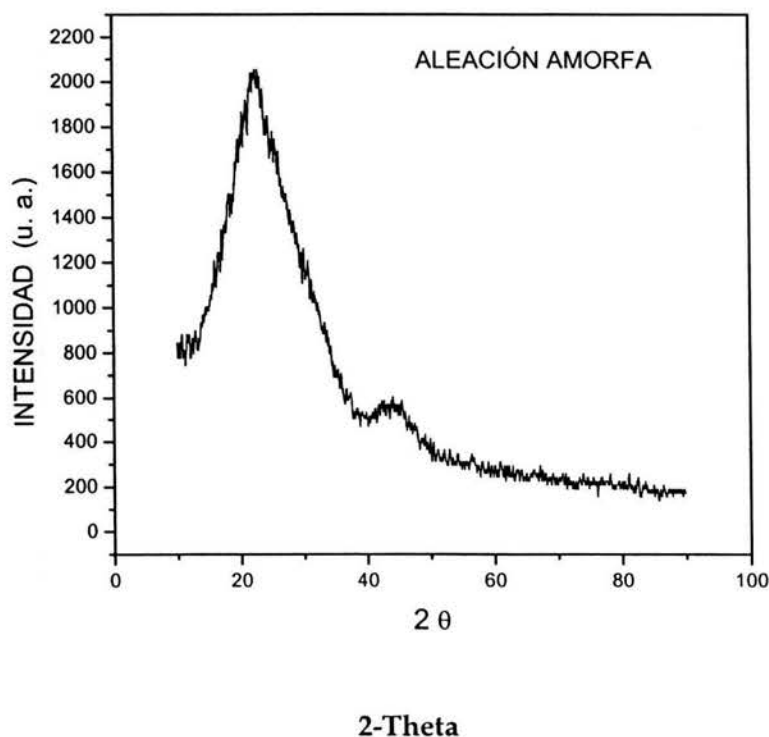


Figura 4.1. DRX de la aleación amorfa de $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$.

4.1.1.1.2 MICROSCOPIA DE TRANSMISIÓN (MET)

Por medio de microscopia de transmisión se determinaron las diferentes etapas de la nanocrystalización en las aleaciones amorfas, para diferentes tiempos de tratamiento térmico a una temperatura $T=300\text{ }^{\circ}\text{C}$. Se realizaron barridos en diferentes zonas del material para determinar la estructura promedio de las aleaciones amorfas.

La dinámica de la nanocrystalización a diferentes tiempos de tratamiento térmico se describe a continuación:

1. Sin tratamiento térmico: Se obtiene el patrón de difracción clásico de un material amorfo (figura 4.2 a) el cual corresponde a un anillo alrededor del haz transmitido. La formación del anillo es debida a la distancia de los primeros vecinos. En la Imagen a campo claro no se distingue ninguna estructura. No se determina la presencia de nanocristales.

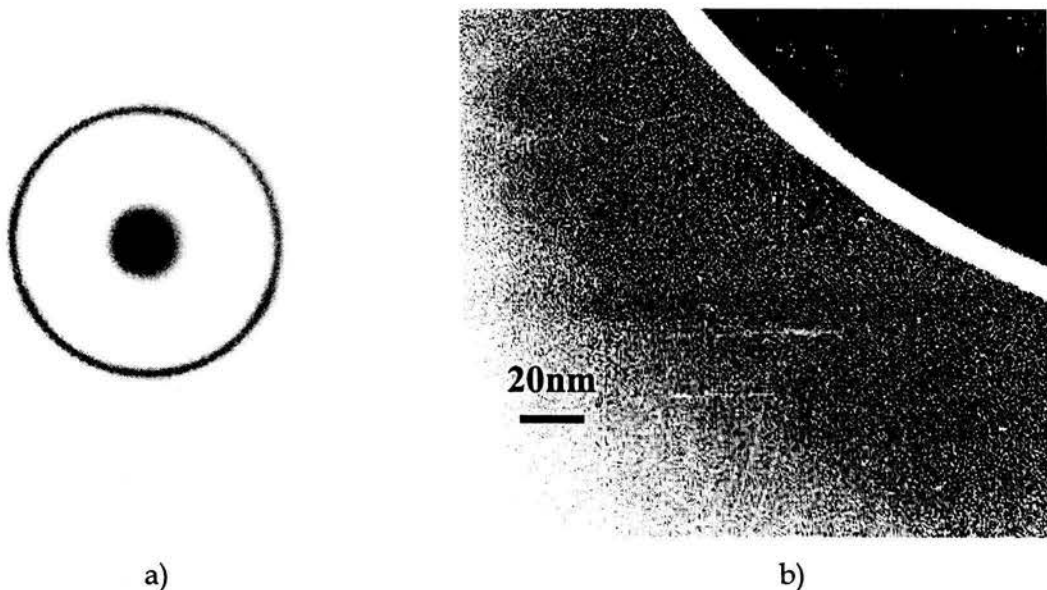


Figura 4.2 Fotografías de MET para la aleación amorfa sin tratamiento térmico, a) Patrón de Difracción, b) Imagen a campo claro.

2. 5 minutos de tratamiento térmico: después del tratamiento térmico se observan al menos 4 anillos de difracción. Se observa el inicio del crecimiento de nanocristales con distribución aleatoria inducida por el proceso de nucleación. En esta etapa de tratamiento térmico el tamaño del nanocristal es muy pequeño, aproximadamente del orden de 2 a 3 nm, razón por lo cual los anillos presentes son difusos. En la figura 4.3 a) se presenta el patrón de difracción y en la figura 4.3 b) se muestra la imagen a campo claro donde se observan el inicio de la formación del nanocristal.

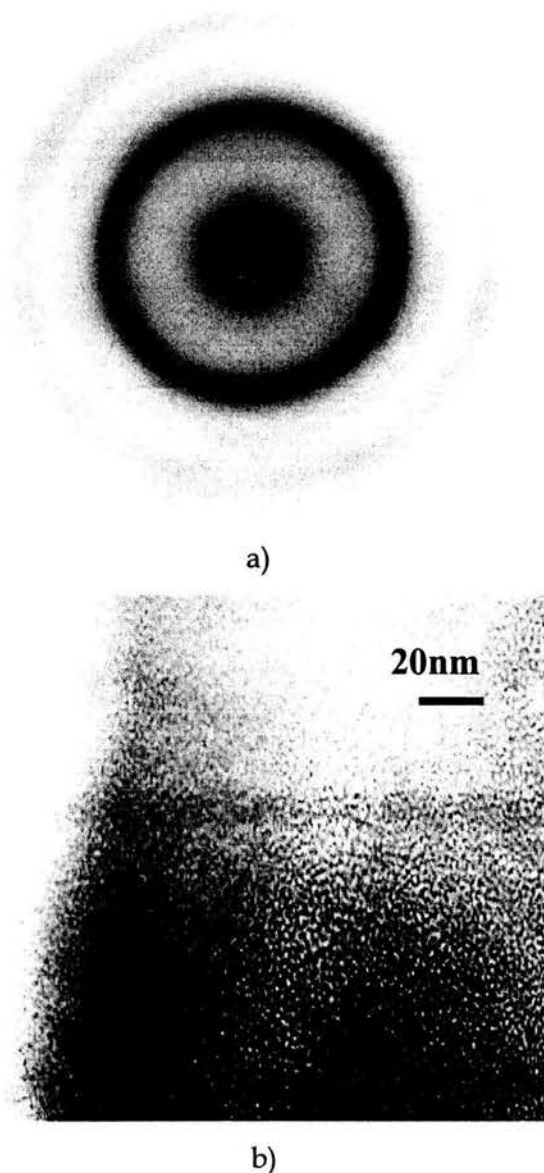


Figura 4.3 Fotografías de MET para la aleación amorfa rica en Co con 5 minutos de tratamiento térmico, a) Patrón de Difracción, b) Imagen a campo claro.

3. 10 minutos de tratamiento térmico. Se establece la formación de pequeños nanocristales y en forma homogénea se presentan cristales hexagonales del orden de 7nm, separados por la matriz amorfa como se observa en la figura 4.4 b). En el patrón de difracción se observa (figura 4.4 a)) la presencia de anillos bien formados debidos a los nanocristales, sin embargo no es posible establecer la composición de los nanocristales y determinar completamente su arreglo estructural, debido a las diferentes fases que nanocrystalizan.

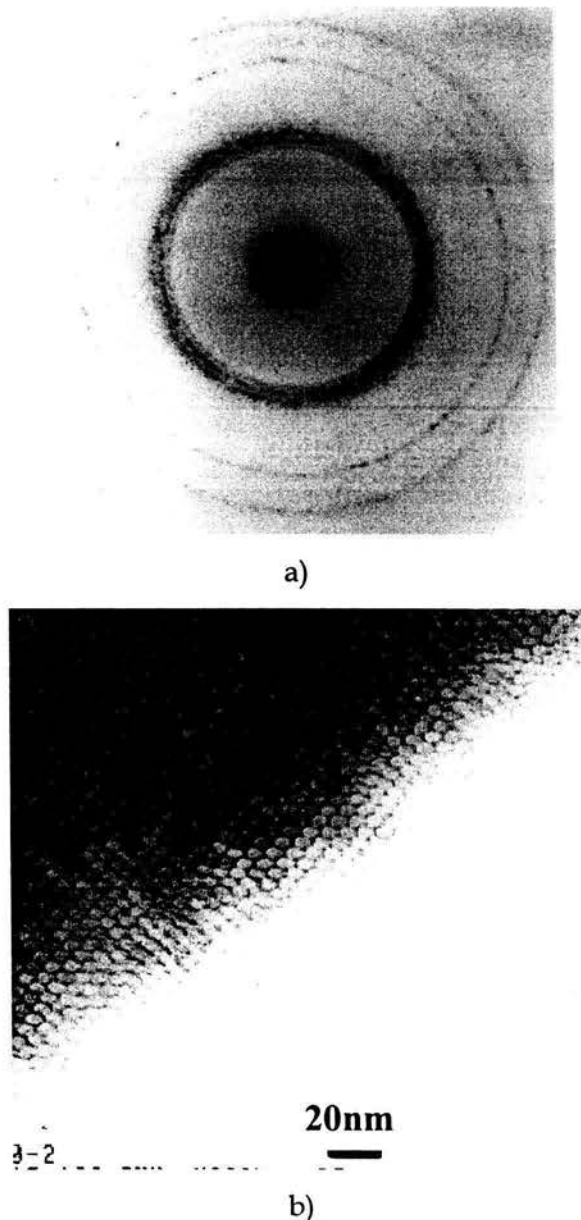


Figura 4.4 Fotografías de TEM para la aleación amorfa rica en Co con 10 minutos de tratamiento térmico, a) Patrón de Difracción, b) Imagen a campo claro.

4. 20 minutos de tratamiento térmico. Se observa el crecimiento gradual de los nanocristales lo cual se refleja en el incremento de anillos y la presencia de orientaciones preferenciales, figura 4.5 a). En esta etapa de tratamiento térmico se observan nanocristales del orden de 25 a 35 nm (figura 4.5 b)). Se pierde la homogeneidad presentada en la etapa anterior .

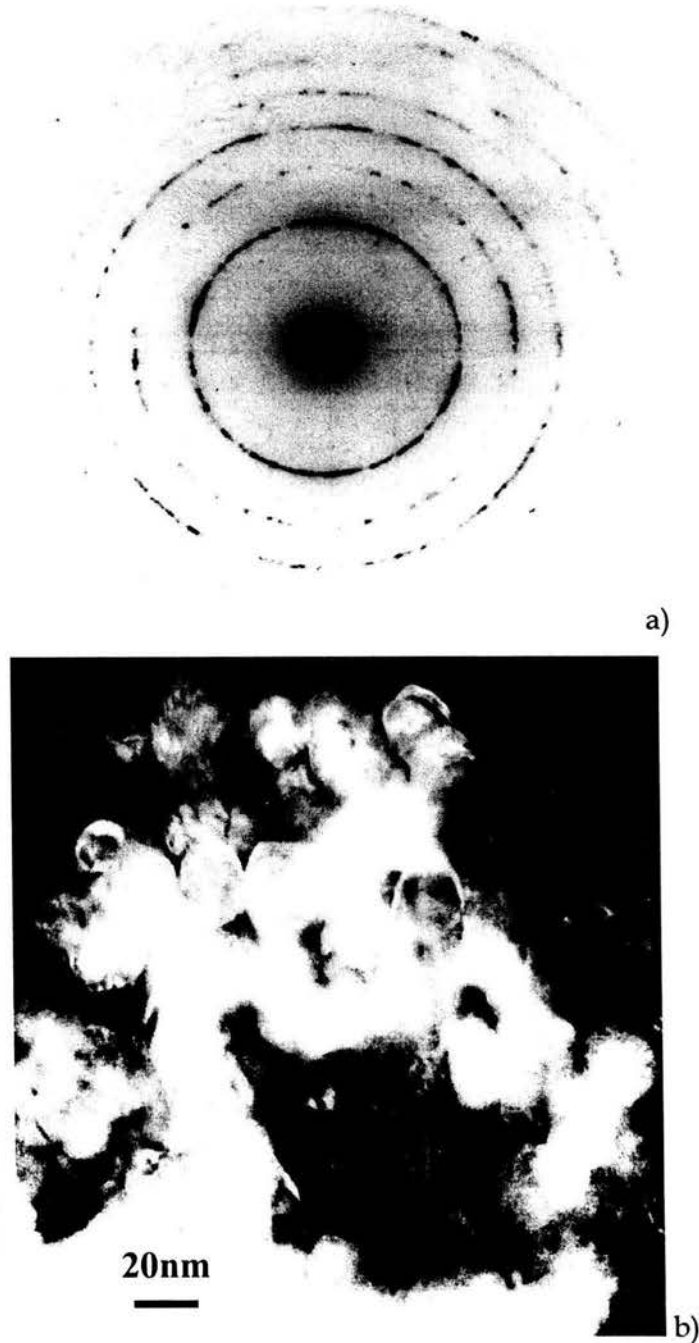


Figura 4.5 Fotografías de MET para la aleación amorfa rica en Co con 20 minutos de tratamiento térmico, a) Patrón de Difracción, b) Imagen a campo claro.

5. 40 minutos de tratamiento térmico: Finalmente se observa el crecimiento de cristales del orden de 80 nm en forma no homogénea, figura 4.6.

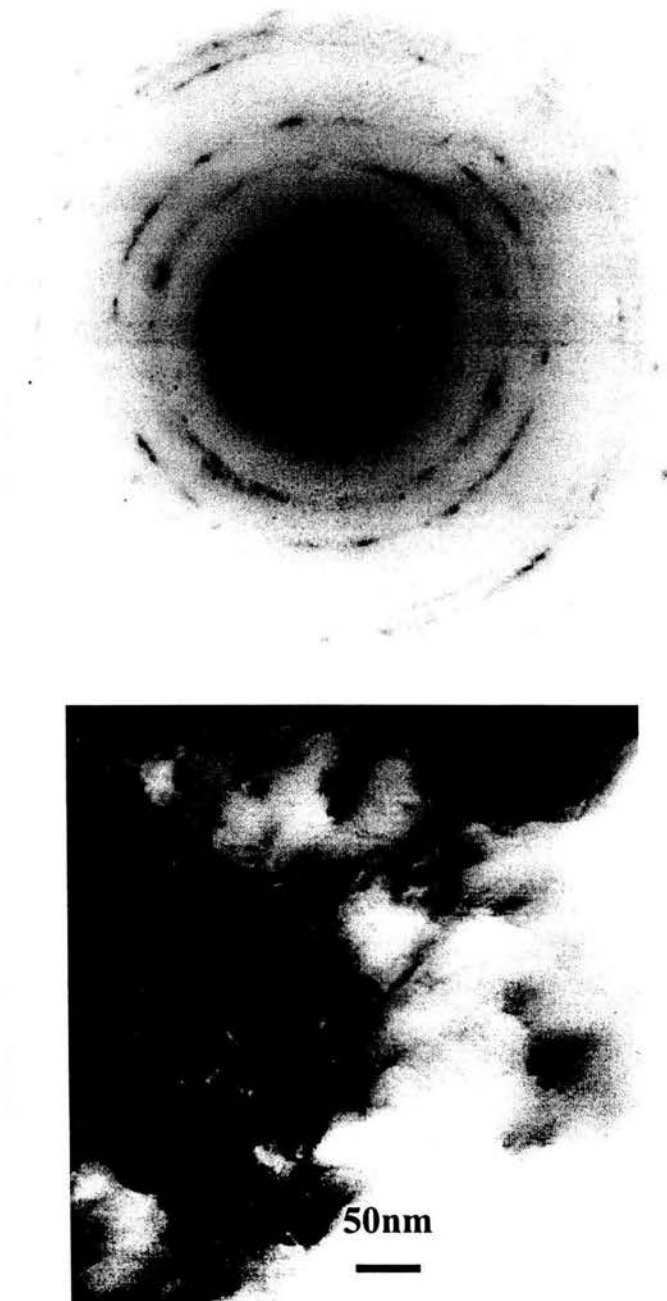


Figura 4.6. Fotografías de MET para la aleación amorfa rica en Co con 40 minutos de tratamiento térmico, a) Patrón de Difracción, b) Imagen a campo claro.

4.1.1.2 ALEACIÓN NANOCOMPUESTA $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$.

Se presentan los cambios microestructurales de las aleaciones nanocompuestas originados por el tratamiento térmico.

4.1.1.2.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X.

La Figura 4.7 presenta el patrón de DRX para la aleación de $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$, localizándose intensidades correspondientes a la presencia de regiones nanocristalizadas. Bajo estas condiciones microestructurales se inicia el tratamiento térmico.

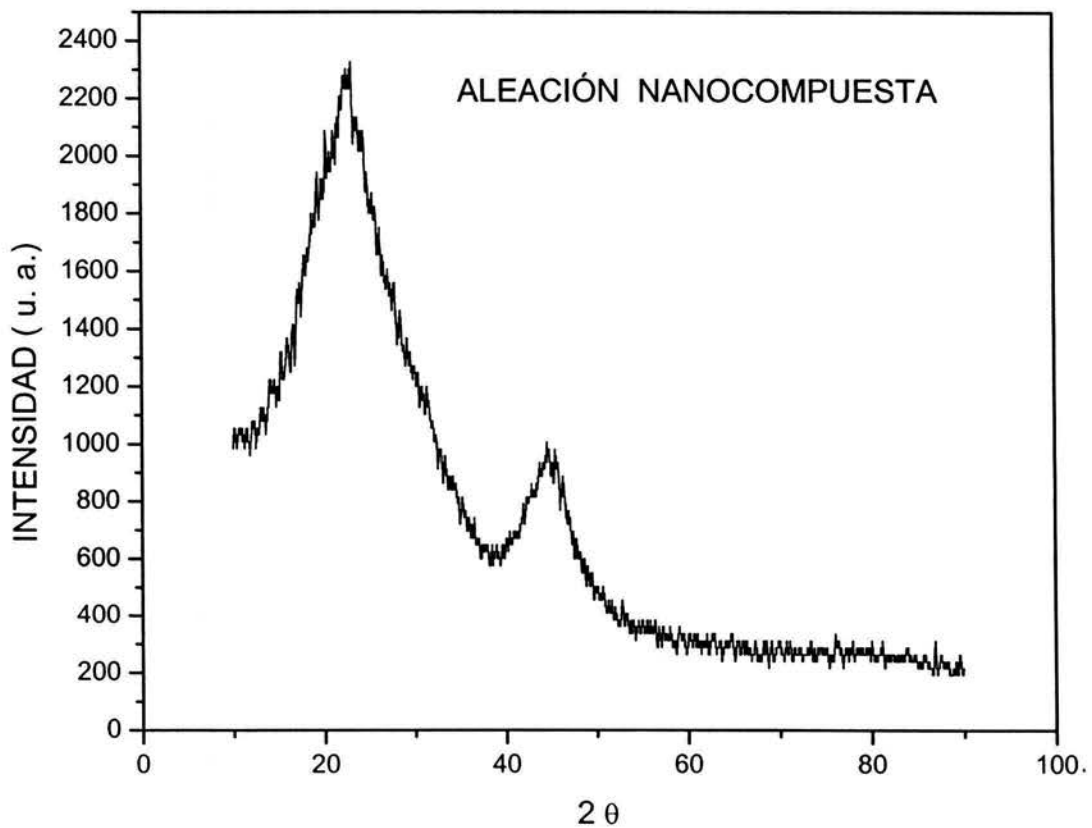


Figura 4.7. DRX de la aleación nanocompuesta $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$ donde se localizan intensidades correspondientes a nanocristales.

4.1.1.2.2 MICROSCOPIA DE TRANSMISIÓN (MET)

Con microscopía de transmisión se determinaron las diferentes etapas de la nanocrystalización en las aleaciones amorfas con nanocrisales iniciales, para los diferentes tiempos de tratamiento térmico a temperatura constante $T= 300\text{ }^{\circ}\text{C}$. Los barridos se realizaron en diferentes zonas para promediar un comportamiento general.

1. Sin tratamiento térmico: Se obtiene el patrón de difracción de un material amorfo (figura 4.8 a)), con indicios de la presencia de nanocrisales. Debido a la presencia de varios anillos difusos. Sugiriendo que la presencia de estos anillos indica un ordenamiento.

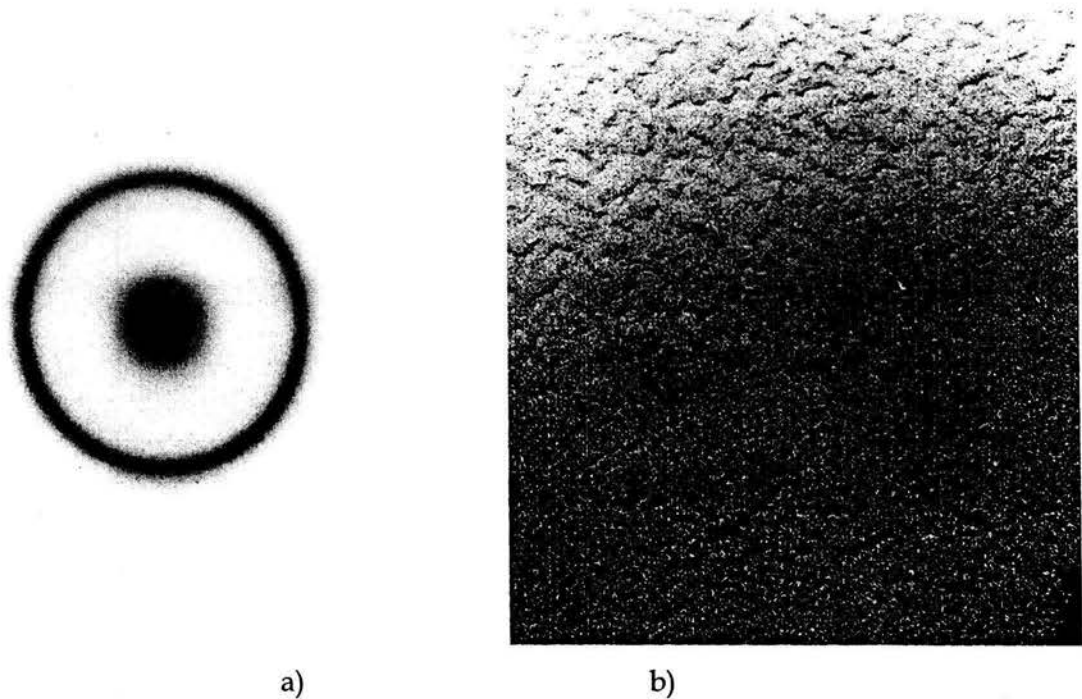
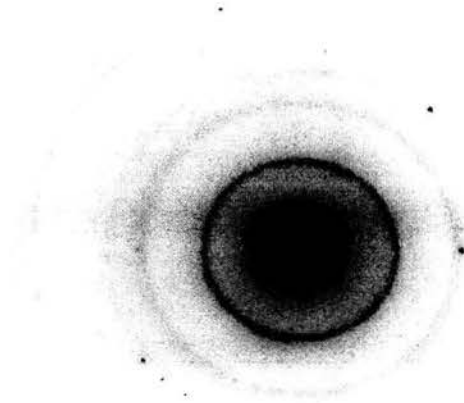
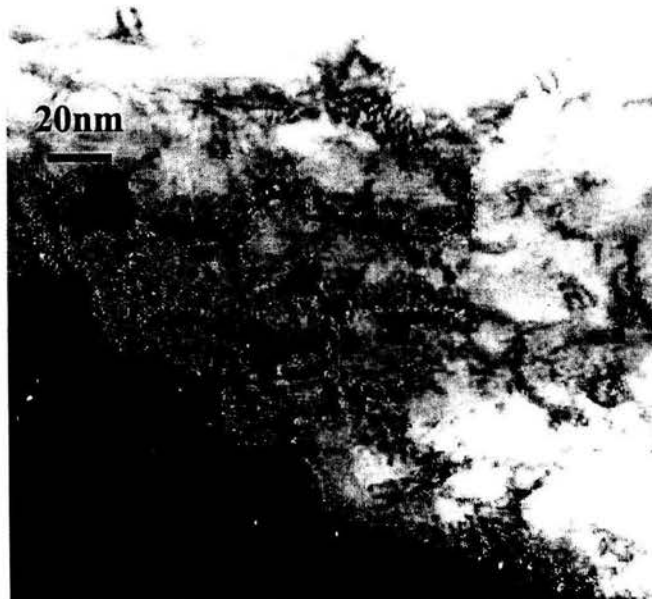


Figura 4.8 Fotografías de TEM para la aleación nanocompuesta sin tratamiento térmico, a) Patrón de Difracción, b) Imagen a campo claro.

2. 5 minutos de tratamiento térmico: Después de 5 minutos de tratamiento térmico a observan al menos 3 anillos de difracción (figura 4.9 a)), lo cual indica el crecimiento de nanocristales. El tamaño de nanocristal presente a 5 minutos de tratamiento térmico es de 25 nm.



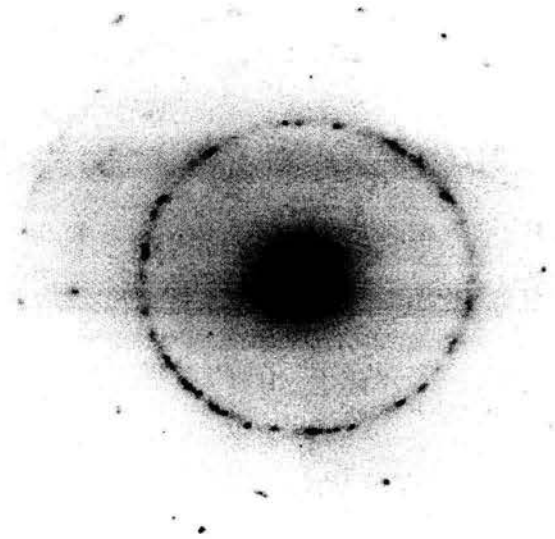
a)



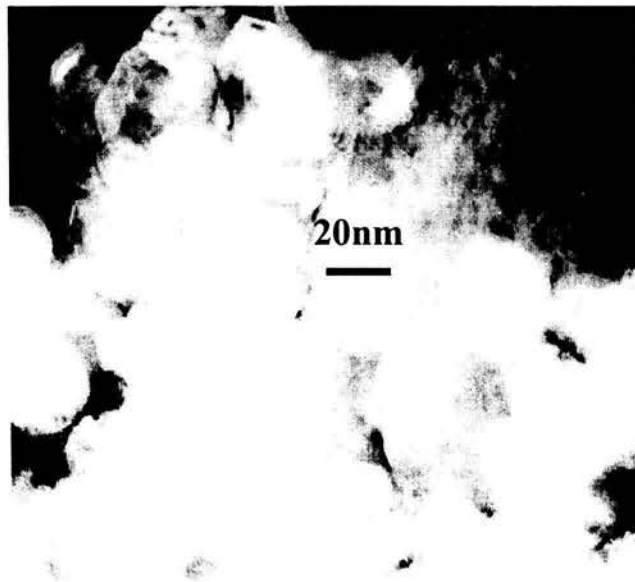
b)

Figura 4. 9. Fotografías de TEM para la aleación nanocompuesta rica en Co con 5 minutos de tratamiento térmico, a) Patrón de Difracción, b) Imagen a campo claro.

3. 10 minutos de tratamiento térmico. Se localizan nanocristales del orden de 100 nm distribuidos homogéneamente. El patrón de difracción muestra claramente la presencia de al menos 3 anillos donde se distribuyen puntos originados por las direcciones cristalográficas debidos a nanocristales, figura 4.10.



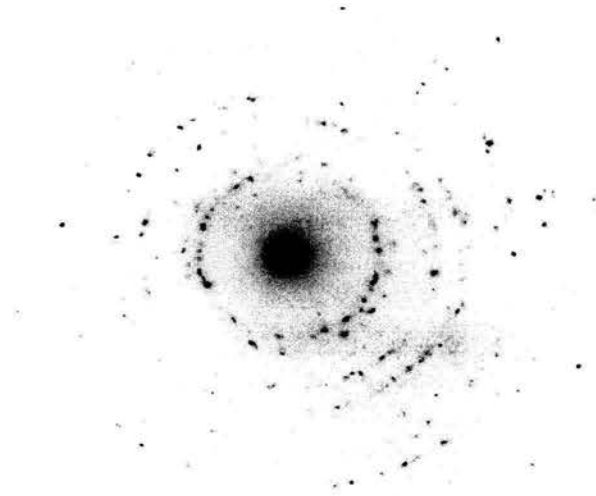
a)



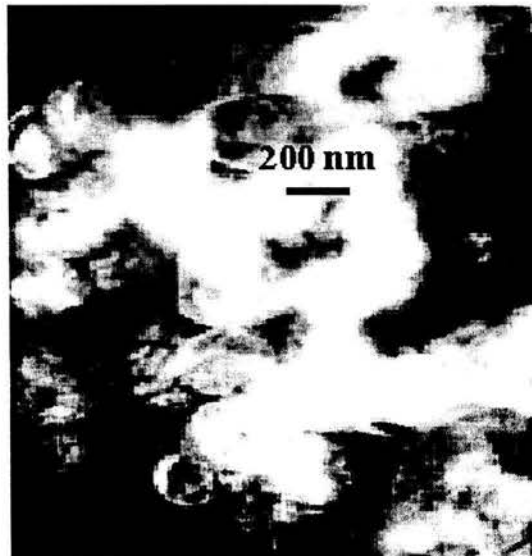
b)

Figura 4.10. Fotografías de TEM para la aleación nanocompuesta rica en Co con 10 minutos de tratamiento térmico, a) Patrón de Difracción, b) Imagen a campo claro.

4. 20 minutos de tratamiento térmico. El Patrón de Difracción presenta un drástico incremento en la presencia de anillos, formados por puntos bien resueltos. Indicando un crecimiento mayor del tamaño del nanocrystal, figura 4.11.



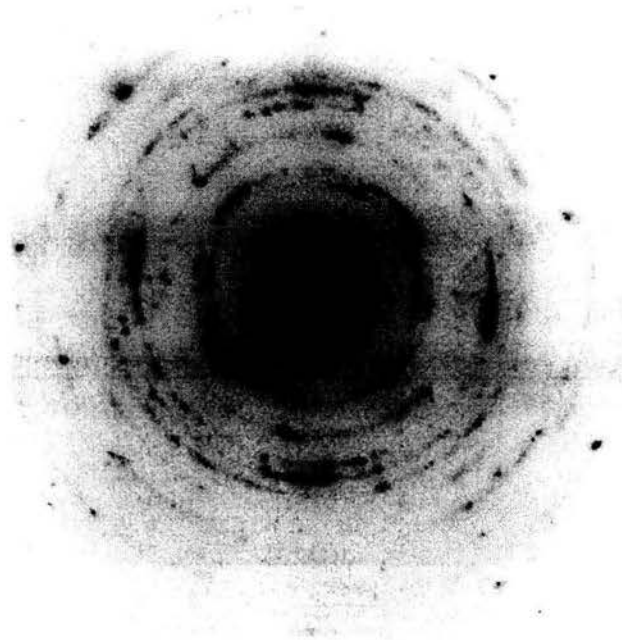
a)



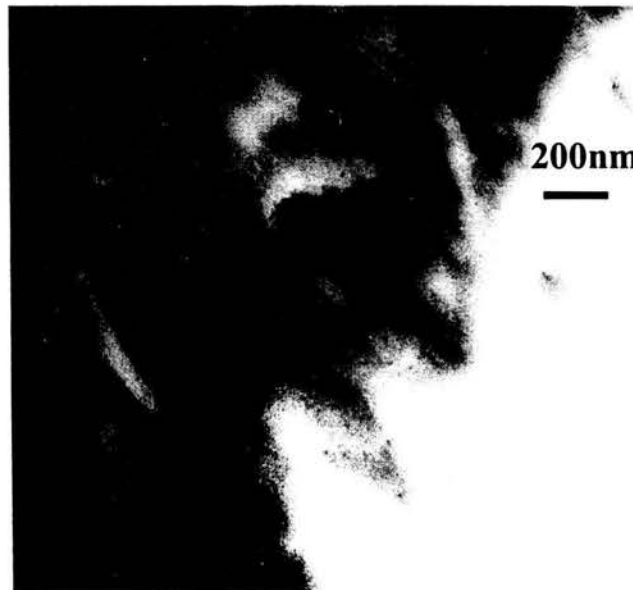
b)

Figura 4.11. Fotografías de TEM para la aleación nanocompuesta rica en Co con 20 minutos de tratamiento térmico, a) Patrón de Difracción, b) Imagen a campo claro.

5. 40 minutos de tratamiento térmico: Se observa un drástico crecimiento de los nanocristales (del orden de 600 nm). Alcanzándose a observar familias de planos de difracción de monocristales particulares, figura 4.12.



a)



b)

Figura 4.12. Fotografías de TEM para la aleación nanocompuesta rica en Co con 40 minutos de tratamiento térmico, a) Patrón de Difracción, b) Imagen a campo claro.

4.1.2 ESPECTROSCOPIA DE INDUCTANCIAS.

Mediante espectroscopia de Impedancias (EI) se realizaron mediciones de inductancia en función de la frecuencia en la aleación amorfa, así, como de cada uno de los tratamientos térmicos. Determinando la variación de la permeabilidad inicial μ_i (mediante la inductancia real L_r) y la frecuencia de relajación en función de la temperatura del tratamiento.

Las mediciones se realizaron para dos simetrías diferentes: longitudinal y transversal, para indicar la dirección de ablandamiento o endurecimiento magnético debido a los diferentes tratamientos térmicos.

La inductancia es directamente proporcional a la permeabilidad mediante un factor (G) determinado de acuerdo a la geometría de la muestra.

La expresión que relaciona μ con L es:

$$\mu^* = GL^*$$

μ^* es la permeabilidad compleja y L^* es la inductancia compleja, y $G = \frac{l}{N^2 S}$, para campo ac longitudinal (donde l es la longitud del embobinado, N es el número de vueltas y S la sección transversal de la muestra).

Dado que se realizaron mediciones sobre muestras del mismo tamaño, tienen el mismo factor geométrico, y es posible realizar una comparación directa con L_r

4.1.2.1 ALEACIÓN AMORFA $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$

4.1.2.1.1 SIMETRÍA LONGITUDINAL

En la figura 4.13 se muestra el gráfico del plano complejo L_i (inductancia imaginaria)- L_r (inductancia real), en función del tiempo del tratamiento térmico. Cabe señalar que en estos gráficos, cada punto representa una frecuencia diferente en el intervalo de 5Hz y 13 MHz; la máxima frecuencia se localiza cerca del origen. El experimento se realizó con un campo ac longitudinal de $H_{ac}=10.5\text{A/m}$ y un campo magnético dc $H_{dc}= 80 \text{Oe}$ mediante un solenoide de 200 vueltas y 10 cm de longitud.

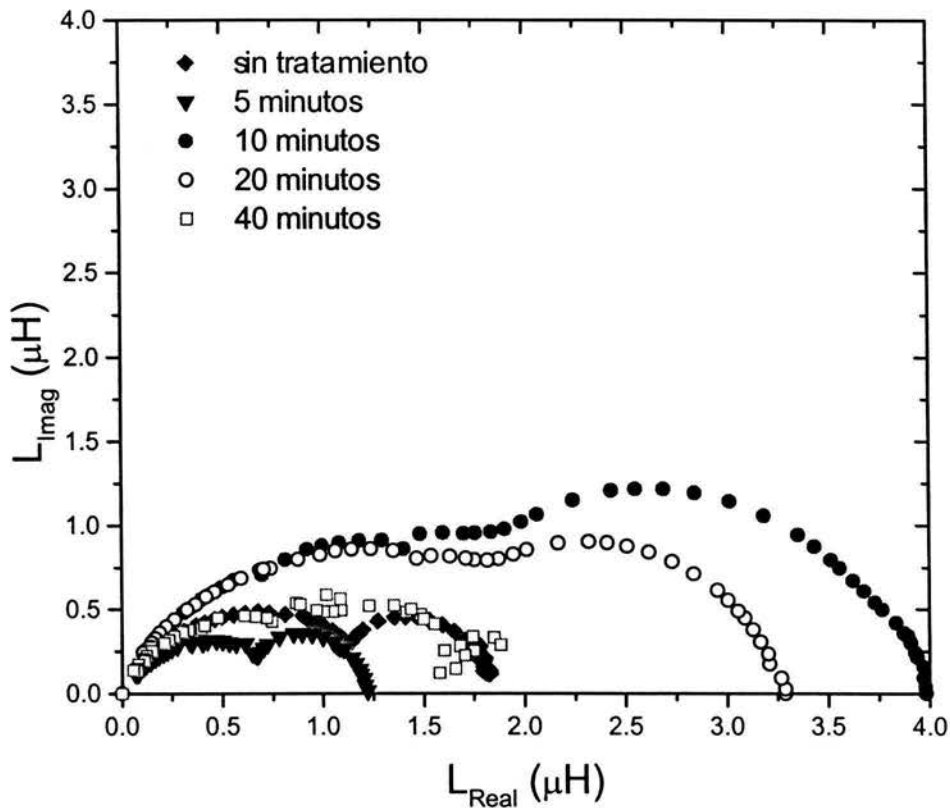


Figura 4.13. Comportamiento magnético en función de la frecuencia para los diferentes tiempos de tratamiento térmico de la aleación CoFeSiNbBCu medidas en simetría longitudinal.

La figura 4.13 muestra dos semicircunferencias como respuesta del abombamiento y desplazamiento de las paredes magnéticas, esto es, para frecuencias altas se observa el abombamiento de las paredes y para frecuencias bajas se tiene el desplazamiento de la pared magnética, cuando la amplitud del campo aplicado es superior al campo de propagación. El desplazamiento de las paredes magnéticas esta asociado al comportamiento de histéresis del material, mientras el abombamiento de las paredes magnéticas es un proceso reversible. Debido que las muestras son muy suaves su campo de propagación es muy pequeño, en consecuencia, a pesar de que el campo ac longitudinal aplicado es el mínimo instrumental, es suficiente para inducir el desplazamiento de las paredes magnéticas ($H_p \approx 12 \text{ A/m}$). Por lo que no es posible separar ambos procesos.

Mediante de la variación de la inductancia real a campos bajos, es posible detectar los cambios de la permeabilidad. La L_r es la recta horizontal que corta el eje "y" (corresponde a la meseta) en los gráficos de L_r VS f (frecuencia). En gráficas L_i - L_r , el diámetro de la semicircunferencia es proporcional a la permeabilidad real, de tal forma que para el primer tratamiento térmico (5 min.) se presenta un endurecimiento magnético observado por la disminución de la inductancia real. En los siguientes tratamientos se observa un ablandamiento magnético localizándose un máximo para 10 minutos de tratamiento, posteriormente se encuentra una disminución de L_r . En los 40 minutos de tratamiento se localiza una disminución drástica en la respuesta magnética y una dispersión muy grande en la respuesta a frecuencia. La figura 4.14 muestra la evolución de L_r como respuesta del tiempo de tratamiento térmico.

Para esta simetría se localizan dos puntos de endurecimiento: el primero a los 5 minutos de tratamiento, debido a que el inicio de la nanocrystalización no comienza con la aparición súbita de una población significativa de nanocristales. Por el contrario, en el inicio se induce una nucleación gradual de los nanocristales. En esta etapa, el tamaño de los cristales es menor que la longitud de intercambio característica de la matriz amorfa, presentándose zonas con pocos nanocristales y muy separados entre sí, dando lugar a momentos magnéticos no acoplados. Se generan puntos de anclaje inducidos por el crecimiento del tamaño de grano, inhibiendo el desplazamiento de las paredes magnéticas y en consecuencia se presenta un endurecimiento magnético [1, 2, 3]. El segundo endurecimiento se presenta a los 40 minutos, el cual corresponde al aumento en el tamaño de grano y en consecuencia en la presencia de nuevos puntos de anclaje debidos a fronteras entre granos y matriz amorfa.

Para los tiempos de tratamiento térmico intermedios (10 y 20 minutos) se presenta un claro ablandamiento magnético, el cual es respuesta de la disminución de la distancia entre nanocristales y en consecuencia en una fuerte interacción de intercambio. Este comportamiento ha sido reportado [4, 5] en aleaciones ricas en Fe mediante técnicas de campo coercitivo.

El comportamiento de L_i en función de la frecuencia para los diferentes tiempos de tratamiento térmico, determina las variaciones de la frecuencia de relajación de acuerdo a los estados de endurecimiento o ablandamiento del material, originadas por el recocido.

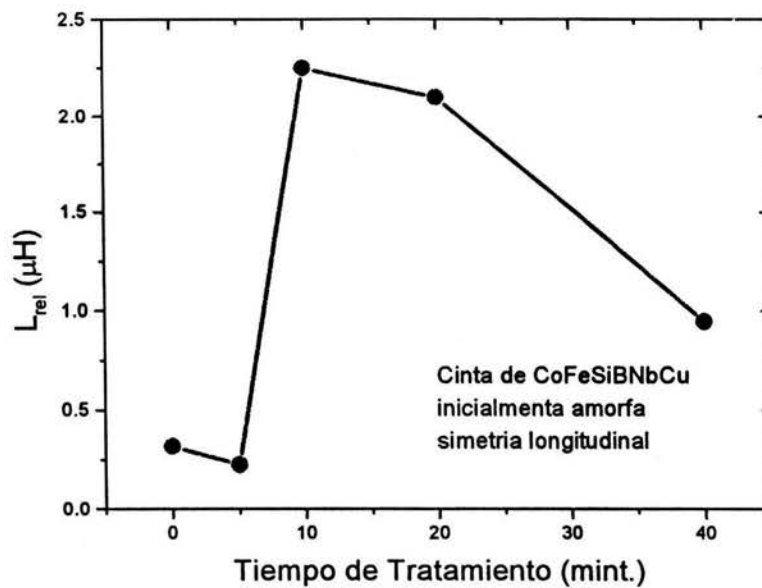


Figura 4.14. Comportamiento de inductancia real VS el tiempo de tratamiento térmico, en simetría longitudinal.

Con mediciones de magnetometría de muestra vibrante (MMV) se corroboraron los estados de ablandamiento y endurecimiento debido a los cambios de la microestructura inducidos por el tratamiento térmico en esta simetría. En la figura 4.15 a) se muestra el comportamiento del campo coercitivo en función de los tratamientos térmico y en la figura 4.15 b) se muestra la variación del campo coercitivo con el tamaño de nanocrystal. Por lo que los resultados obtenidos con MMV coinciden con las mediciones de Inductancia. De tal forma se encuentra un endurecimiento a 5 minutos donde la distribución de nanocristales no es homogénea y el tamaño de nanocrystal es muy pequeño lo cual induce un incremento en el campo coercitivo (H_C). Para 10 minutos se observa un claro ablandamiento que corresponde a la distribución de nanocristales más homogénea, ver figura 4.4.

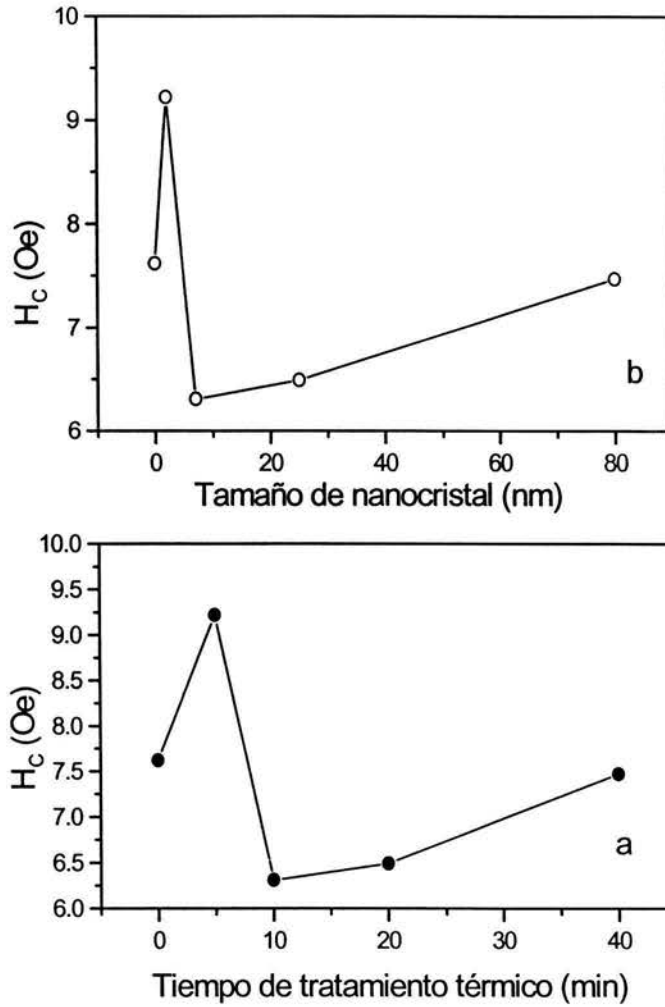


Figura 4.15. a) Dependencia del campo coercitivo H_c con el tiempo del tratamiento térmico, b) Dependencia del campo coercitivo H_c con el tamaño de nanocristales mediciones en simetría longitudinal.

En esta etapa del tratamiento térmico es posible hacer la aproximación de la longitud de intercambio (L_{Inter}), establecida por la teoría de Herzer de la anisotropía aleatoria variable, dada como:

$$L_{Inter} = \sqrt{\frac{A}{\langle K \rangle}} \quad (4.1)$$

donde A es la constante de Intercambio y $\langle K \rangle$ es la anisotropía promedio determinada como:

$$\langle K \rangle \approx \frac{K_1^4}{A^3} \cdot D^6 \quad (4.2)$$

esto es la longitud de intercambio es proporcional :

$$L_{inter} = \frac{C}{D^3} \quad (4.3)$$

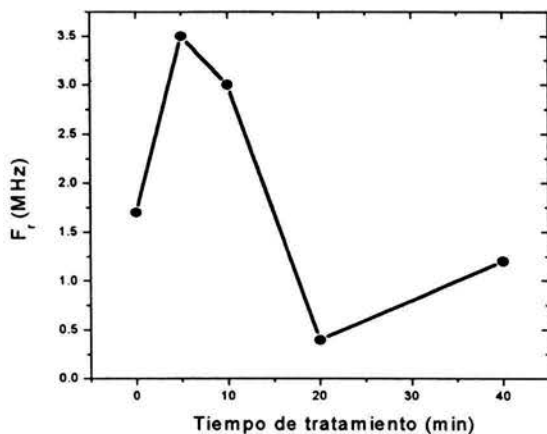
con $C = \frac{A^2}{K_1^2}$, de esta forma para nanocristales muy pequeños la longitud de intercambio tiende a infinito y para valores grandes de nanocristales tiende a cero. En este caso el tamaño de nanocrystal obtenido a 10 minutos es del orden con el reportado en otros trabajos [6, 7] donde obtienen una longitud de intercambio del orden de 35 nm.

Para los tratamientos de 20 y 40 minutos se observa un endurecimiento debido al aumento del tamaño de los nanocristales, que corresponde a un incremento en el campo coercitivo.

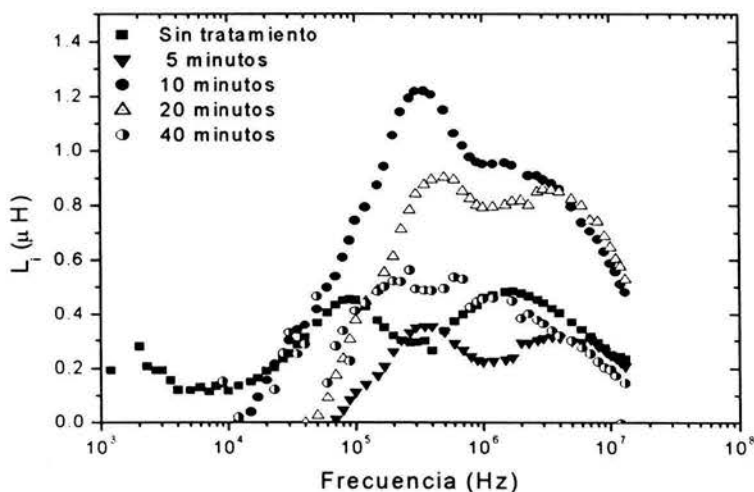
En la Figura 4.16 a) se observa la variación de la frecuencia de relajación de abombamiento de pared (que corresponde al primer semicírculo), con el tiempo del tratamiento térmico. Para 5 minutos se presenta un máximo lo cual es indicativo de un endurecimiento, conforme aumenta el tiempo de tratamiento se presenta una disminución en la frecuencia de relajación, reflejo del ablandamiento magnético. Para 40 minutos se localiza nuevamente un endurecimiento por lo que nuevamente aumenta la frecuencia de relajación, en concordancia con L_r . En la figura 4.16 b) se presenta la dependencia de L_i en función de la frecuencia para los diferentes tiempos de recocido.

Al realizar una comparación entre las figuras 4.14 y 4.16 a), observamos que a medida que aumenta la permeabilidad disminuye la frecuencia de relajación. Esto se explica al

considerar que en un material magnéticamente suave posee pocos centros de anclaje induciendo paredes magnéticas largas, lo cual implica una distancia grande entre bordes anclados de pared y en consecuencia mayor área de vibración por la excitación del campo externo. Por lo tanto se presenta una pared magnética más fácil de deformar. Por el contrario en presencia de muchos centros de anclaje, disminuye el área de pared susceptible a la deformación y en consecuencia produce un estado de endurecimiento.



a)



b)

Figura 4.16. a) Frecuencia de relajación en función del tiempo del tratamiento térmico, b) Inductancia imaginaria en función de la Frecuencia para cada tiempo del tratamiento térmico en simetría longitudinal.

4.1.2.1.2 SIMETRÍA TRANSVERSAL

Para esta misma aleación se realizó el análisis de las propiedades magnéticas en función del tiempo de tratamiento térmico en la simetría transversal. Todos los experimentos se realizaron con un campo ac transversal de amplitud (RMS) $H_{ac} = 10.5$ A/m y un campo dc $H_{dc} = 80$ Oe.

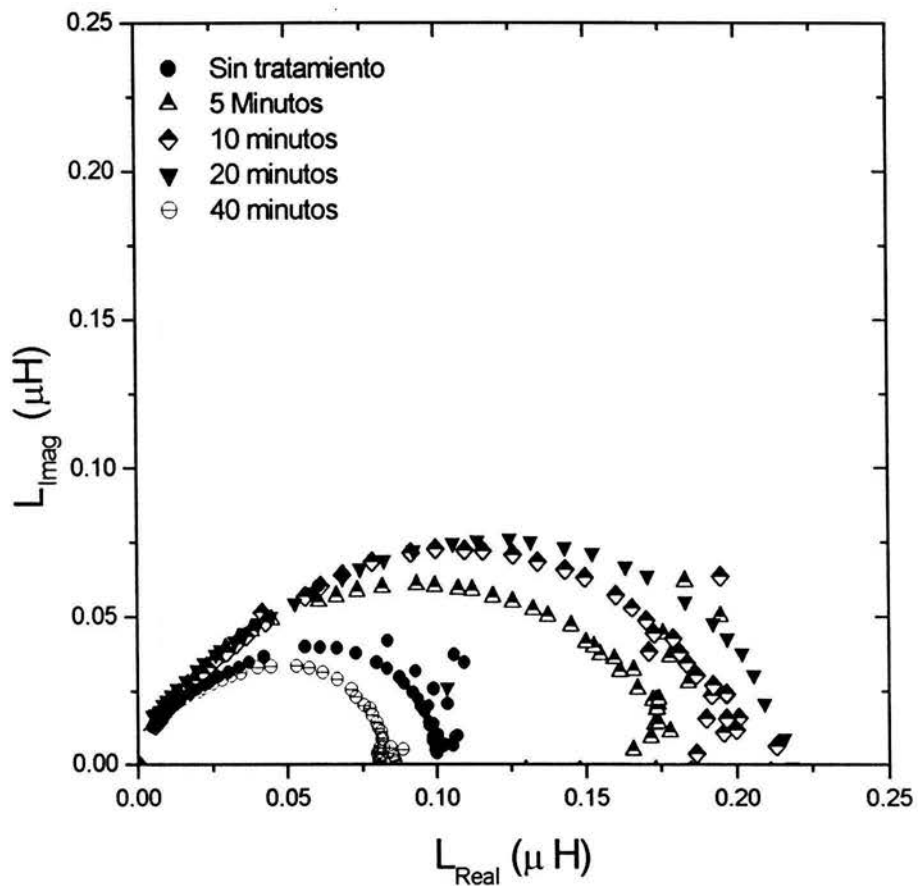


Figura 4.17. Plano complejo L_i vs. L_r en la simetría transversal.

En la figura 4.17 se grafica el plano complejo L_i vs L_r , donde se observa una semicircunferencia correspondiente al abombamiento de la pared magnética.

Esta dirección no presenta la propagación de la pared magnética ($H_p \approx 12 \text{ A/m}$), por lo tanto no se observa la segunda semicircunferencia asociada al desplazamiento de la pared. Esto sugiere que el campo aplicado es menor al campo de propagación, por lo que el campo aplicado no es suficiente para activar el desplazamiento de las paredes magnéticas, presentándose únicamente la condición reversible del abombamiento de pared. Esto se puede explicar a que el eje de fácil magnetización es el longitudinal y no el transversal.

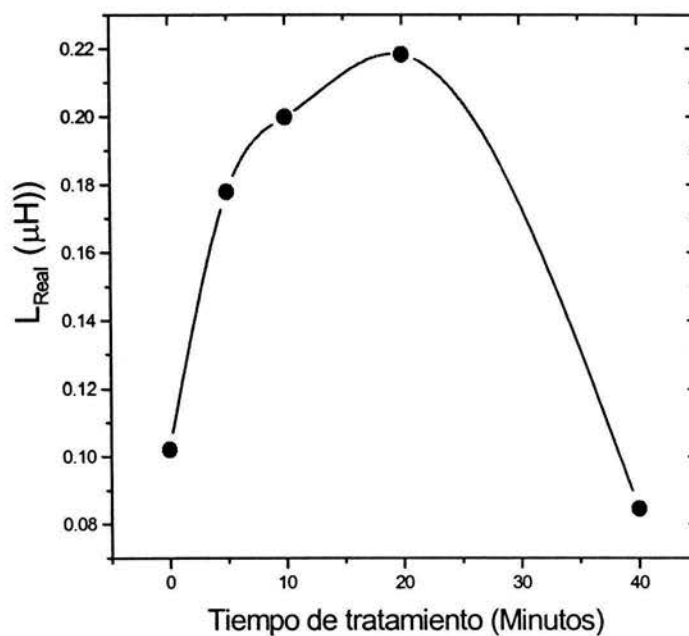
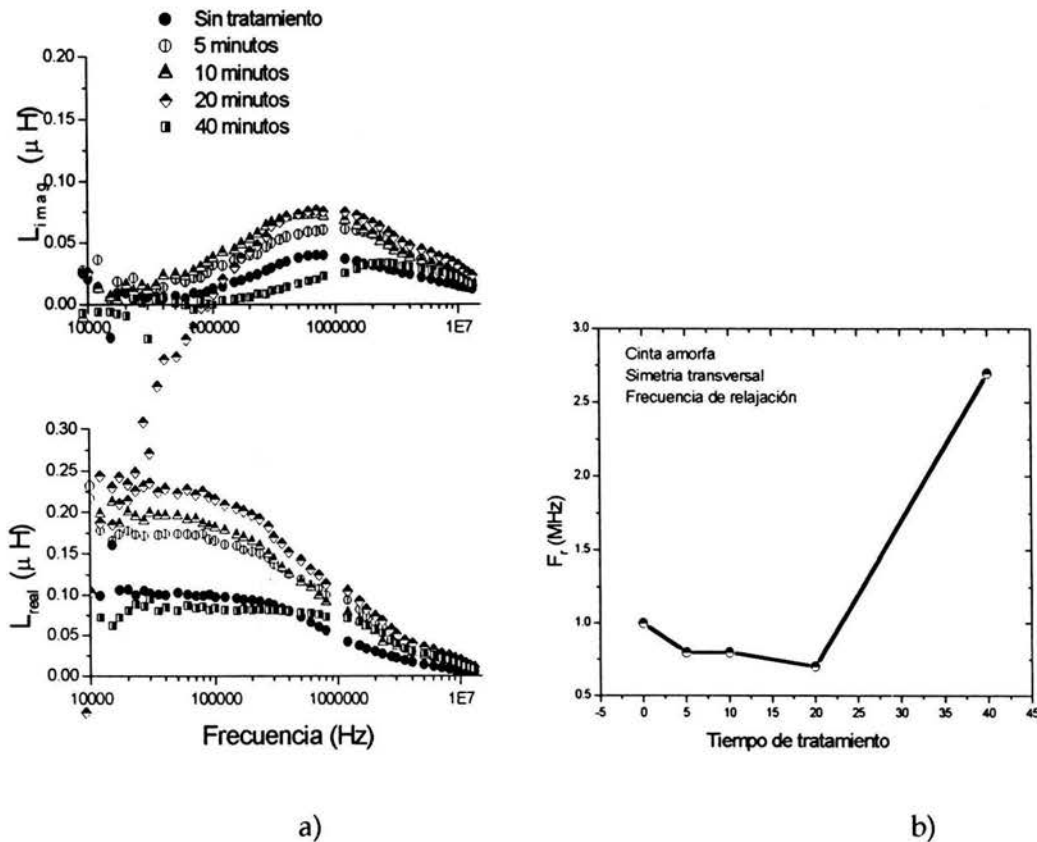


Figura 4.18. Comportamiento de inductancia real vs. el tiempo de tratamiento térmico, en simetría transversal.

En esta simetría se detecta un incremento en L_r para los tiempos de tratamiento correspondientes a 5, 10 y 20 minutos, donde a diferencia de la simetría longitudinal, no se detecta endurecimiento magnético al inicio del tratamiento térmico. Para 40 minutos se observa una clara disminución en la inductancia real. En esta dirección se observa una clara evolución del ablandamiento magnético proporcional al tiempo de tratamiento térmico. Esto indica que la homogeneidad del crecimiento de los nanocristales se ve favorecida en la dirección transversal. De tal forma la L_{Inter} es óptima para el intercambio magnético en estos

tiempos de tratamiento. Esto puede explicarse de la ecuación (4.3) donde además del tamaño de nanocrystal se involucra también a la anisotropía magnetocristalina de los nanocristales. Esto sugiere que crecen en una dirección preferencial. De tal forma se presenta un ablandamiento gradual en esta dirección hasta que el tamaño de nanocrystal aumenta en forma significativa originando puntos de anclaje.



a) Inductancia real e imaginaria en función de la Frecuencia para cada tiempo del tratamiento térmico.
 b) Frecuencia de relajación en función del tiempo del tratamiento térmico, en simetría transversal.

En la figura 4.18 se observa el comportamiento de L_r en función del tiempo del tratamiento térmico.

Las figuras 4.19 a) y 4.19 b) presentan la evolución de la frecuencia de relajación en función del tiempo de tratamiento térmico. A permeabilidades (L_r) altas corresponden frecuencias de relajación bajas. Este comportamiento se explica con el producto de Snoek [8], es muy aplicado en el estudio de ferritas a frecuencias altas, sin embargo en metales no se emplea.

Cabe mencionar que las aleaciones $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$ están diseñadas para tener un campo de anisotropía (H_K) cercana a cero. Como consecuencia del tiempo del tratamiento se favorece esta condición obteniendo respuesta en ambas direcciones, sin embargo en la dirección longitudinal se puede presentar desplazamiento de la pared magnética mientras que en la dirección transversal la presencia de centros de anclaje disminuye este proceso.

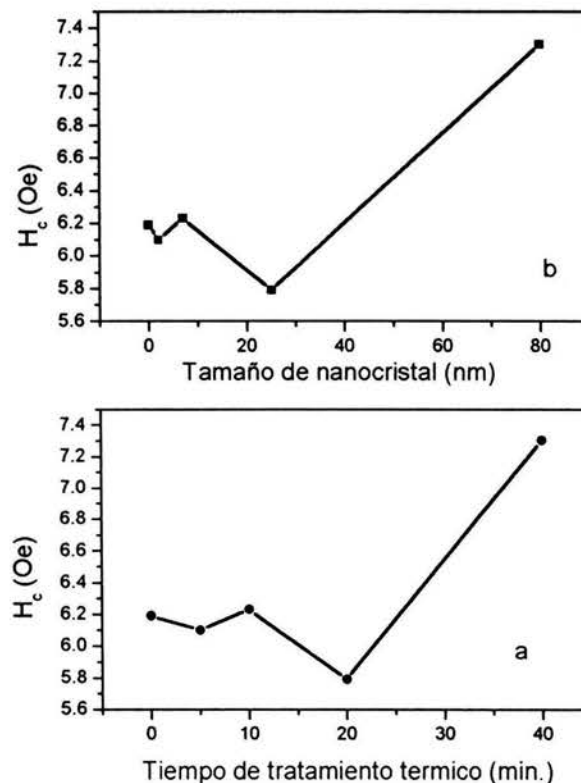


Figura 4.20. Mediciones en simetría Transversal
 a) Dependencia del campo coercitivo H_c con el tiempo del tratamiento térmico,
 b) Dependencia del campo coercitivo H_c con el tamaño de nanocristales.

Para esta orientación también se realizaron mediciones MMV donde se presentó el mismo comportamiento, determinado mediante Espectroscopia de Inductancias. En la figura 4.20 a) se observa el comportamiento del H_c con los tiempos de tratamiento térmico. Para los tratamientos térmicos de 5, 10, 20 minutos el H_c disminuye, obteniendo un mínimo a 20

minutos, para 40 minutos de tratamiento térmico se observa un claro incremento en el campo coercitivo, que corresponde al máximo crecimiento de los nanocristales, ver figura 4.20 b).

4.1.2.2 ALEACIÓN NANOCOMPUESTA $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$.

4.1.2.2.1 SIMETRÍA LONGITUDINAL

De la misma forma que en la aleación amorfa, se realizaron mediciones de Espectroscopia de Inductancia para dos direcciones: longitudinal y transversal con los mismos campos H_{ac} y H_{dc} conservando los parámetros de medición y logrando una comparación entre la respuesta de los diferentes tratamientos.

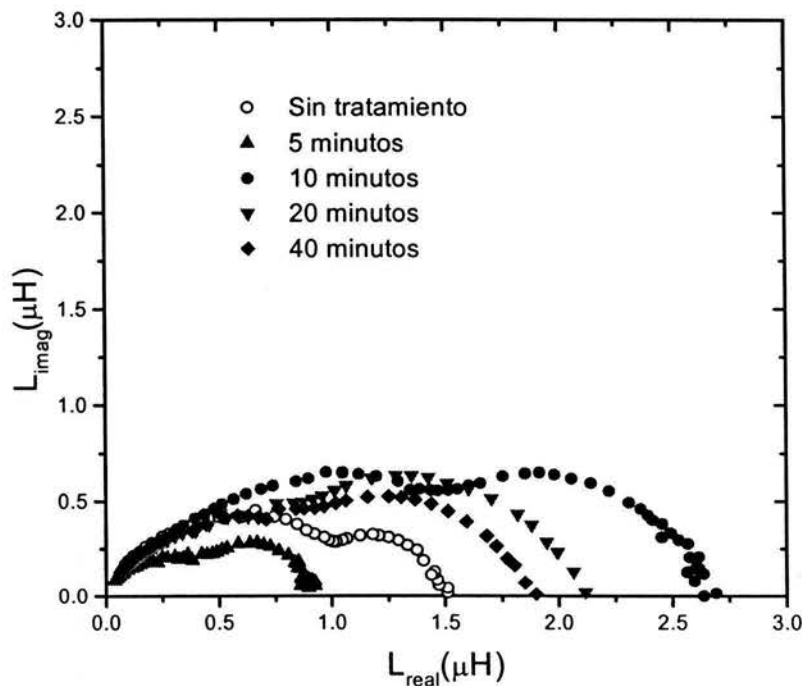


Figura 4.21. Comportamiento magnético en función de la frecuencia para los diferentes tiempos de tratamiento térmico de la aleación CoFeSiNbBCu .

La figura 4.21 corresponde a la gráfica del plano complejo L_i vs. L_r , donde se observa la evolución de la respuesta de L_r para los diferentes tiempos de tratamiento térmico. En el

inicio del recocido (5 minutos) se presenta una disminución en la respuesta de L_r , lo que indica un endurecimiento inicial debido al crecimiento de los nanocristales existentes, originando la formación de mayor población de nanocristales. Para 10 minutos de tratamiento térmico se presenta un máximo en L_r . Para 20 y 40 minutos de tratamiento comienza a disminuir L_r como consecuencia del anclaje de las paredes debido a la presencia de cristales de dimensiones mayores incrementando la anisotropía.

En la figura 4.22 se observa la dependencia de L_r en función del tiempo del tratamiento térmico. En esta aleación, se presenta el comportamiento típico entre la frecuencia de relajación y L_r esto es para frecuencias altas corresponden inductancias (permeabilidades) bajas. En esta gráfica se observa un claro endurecimiento inicial a los 5 minutos de tratamiento térmico. Este efecto se explica debido al crecimiento superficial de los nanocristales; este proceso de cristalización induce en la fase amorfa un fuerte esfuerzo interno que incrementa drásticamente la anisotropía del sistema y en consecuencia la permeabilidad disminuye. A los 10 minutos de tratamiento se presenta un ablandamiento debido al crecimiento homogéneo de los nanocristales lo cual sugiere que la distribución de nanocristales es homogéneo y en consecuencia el promedio de la anisotropía aleatoria variable es un mínimo aumentando la permeabilidad. En los últimos tratamientos (20 y 40 minutos) ocurre nuevamente un endurecimiento magnético originado por el crecimiento de los nanocristales, creando centros de anclaje en la matriz amorfa.

Esto es consecuencia del comportamiento de la magnetización de saturación (M_s) y de la anisotropía, que se correlacionan de acuerdo con la siguiente ecuación :

$$\mu = GL = \frac{M_s^2}{3K_1} \quad (4.4)$$

De aquí podemos establecer que al incrementarse la anisotropía disminuye la permeabilidad y permeabilidad es proporcional al cuadrado de la magnetización de saturación.

Cabe mencionar que en esta aleación nanocompuesta, el crecimiento de los nanocristales es más abrupto que en la aleación amorfa, como consecuencia no se obtiene nanocristales del

orden de unidades de nm.

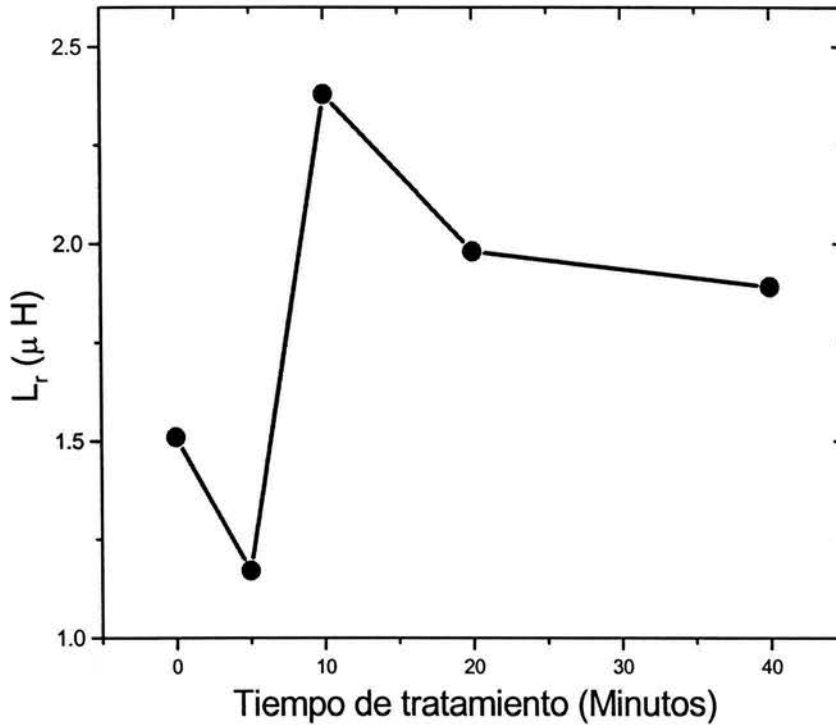


Figura 4.22. Comportamiento L_r en función del tiempo del tratamiento térmico En la simetría longitudinal de la aleación nanocompuesta.

En la figura 4.23 se observa la dependencia de la frecuencia de relajación en función del tiempo del tratamiento térmico. En esta aleación, se presenta el comportamiento típico entre la frecuencia de relajación y L_r esto es para frecuencias altas corresponden inductancias (permeabilidades) bajas.

El comportamiento de la frecuencia de relajación del abombamiento de la pared con los tratamiento térmicos coincide con el observado en las variaciones L_r en función del tratamiento térmico. Así, para el primer tiempo de tratamiento térmico el crecimiento de los nanocristales generan un incremento en la anisotropía y en consecuencia un aumento en la energía magnética; esto contribuye al crecimiento de centros de anclaje de esta forma el material se endurece y la frecuencia de relajación aumenta. A los 10 minutos de tratamiento térmico la energía de intercambio presenta una longitud de correlación de intercambio

homogénea, debido a la presencia de nanocristales homogéneos del orden de 5 nm y en consecuencia, una disminución en la anisotropía aleatoria variable y por lo tanto frecuencias de relajación bajas; indicativo de un ablandamiento magnético. Para 20 y 40 minutos de tratamiento el crecimiento de los cristales es mas significativo por lo que la permeabilidad tiende a disminuir.

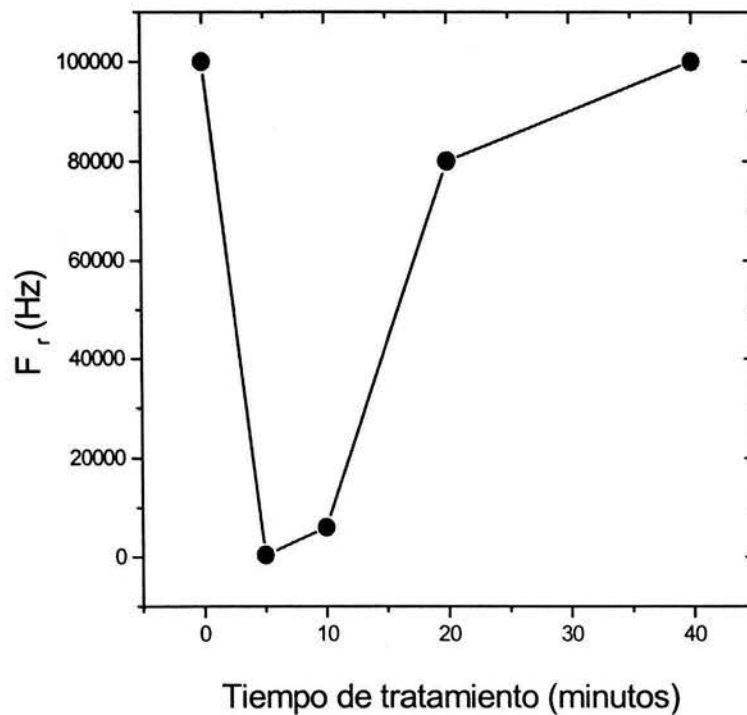


Figura 4.23. Frecuencia de relajación del abombamiento de pared en función del tiempo del tratamiento térmico.

En mediciones de MMV se determinaron los campos coercitivos en función del tratamiento térmico y del tamaño de nanocristal (figura 4.24). Obteniéndose el mismo comportamiento de ablandamiento endurecimiento del material que el determinado con espectroscopia de Inductancias. De tal forma se observa un endurecimiento a 5 minutos correspondiente a un aumento del campo coercitivo y un ablandamiento a 10 minutos de tratamiento térmico correspondiente a una disminución del H_c .

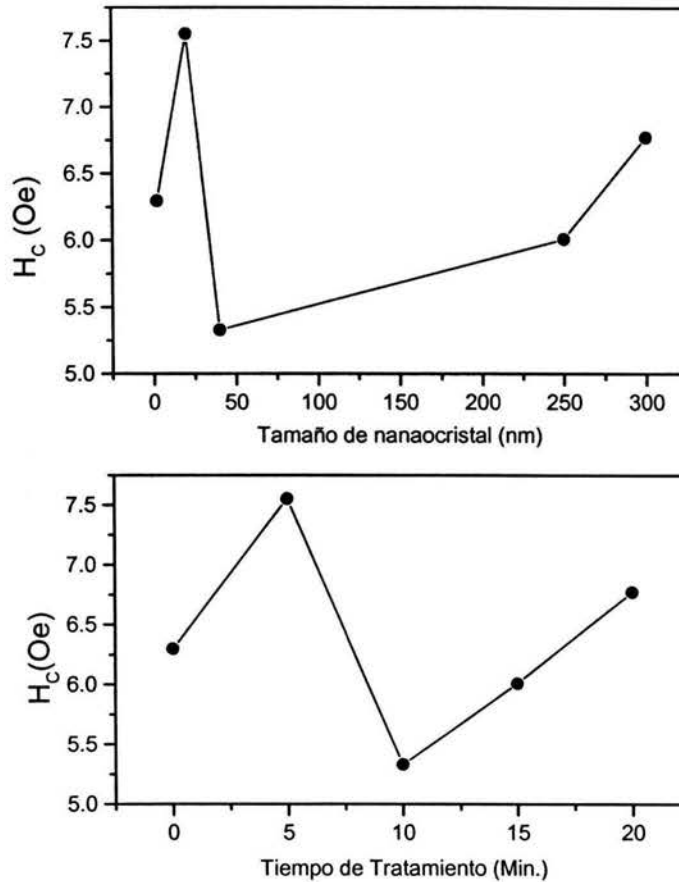


Figura 4.24. Mediciones en simetría Longitudinal de la aleación nanocompuesta
 a) Dependencia del campo coercitivo H_c con el tiempo del tratamiento térmico,
 b) Dependencia del campo coercitivo H_c con el tamaño de nanocristales.

4.1.2.2.2 SIMETRÍA TRANSVERSAL

Se realizaron mediciones para esta dirección encontrándose que el cambio debido a los tiempos de tratamiento térmico es muy pequeño en comparación a la aleación inicialmente amorfa, por lo que la respuesta en el plano complejo presenta mayor dispersión. En la figura 4.25 se grafica el plano complejo L_i vs L_r , donde se observa la variación de L_r para cada tiempo de tratamiento.

En la figura 4.26 se muestra la respuesta de L_r en función del tiempo de tratamiento térmico. A los 5 minutos se observa un aumento de L_r lo cual representa un ablandamiento ; para

10, 20 y 40 minutos se observa una decrecimiento paulatino de L_r , lo cual establece un endurecimiento debido al crecimiento abrupto de los nanocristales. Esto es consecuencia a la presencia inicial de los nanocristales donde la nucleación ya esta inducida y se muestra un crecimiento inmediato del nanocrystal, como se observa en la figura 4.26.

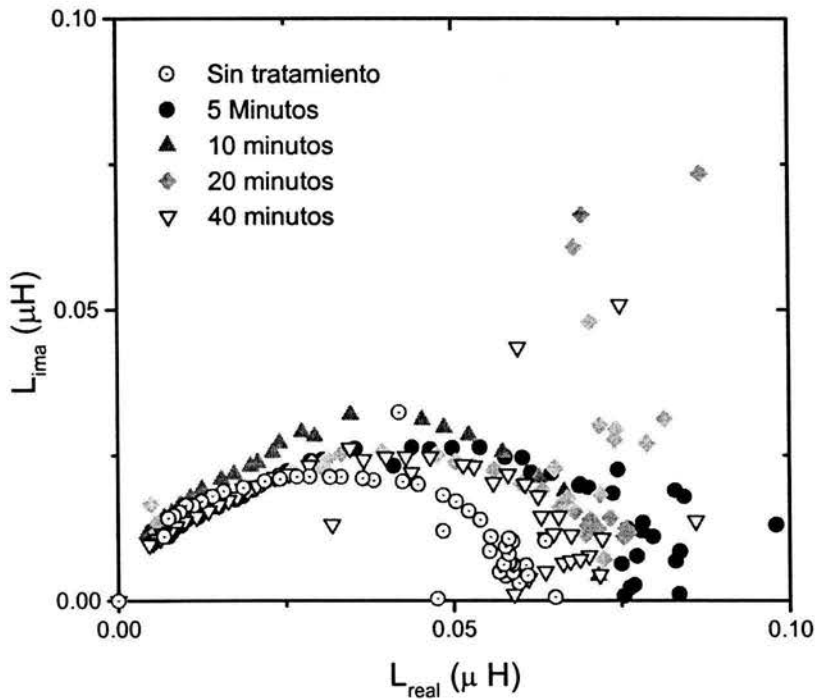


Figura 4.25 Plano complejo Li vs. Lr en la simetría transversal Para la aleación nanocompuesta.

La frecuencia de relajación presenta una disminución debida al ablandamiento magnético consecuencia del crecimiento del nanocrystal, sin rebasar las dimensiones de los nanocristales generándose una longitud de intercambio mayor.

En la figura 4.25 se muestra la respuesta de la frecuencia de relajación debido al tiempo del tratamiento térmico. Donde se observa una disminución en el punto de ablandamiento, que corresponde a 5 minutos, para los siguientes tiempos de tratamientos se observa un incremento en la frecuencia de relajación lo cual indica un endurecimiento magnético.

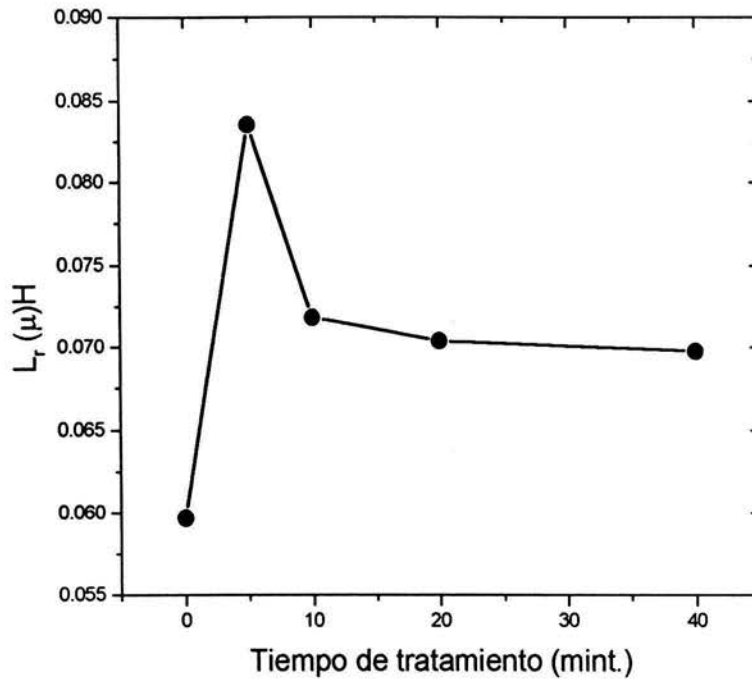


Figura 4.26 Comportamiento L_r en función del tiempo del tratamiento térmico, para simetría transversal.

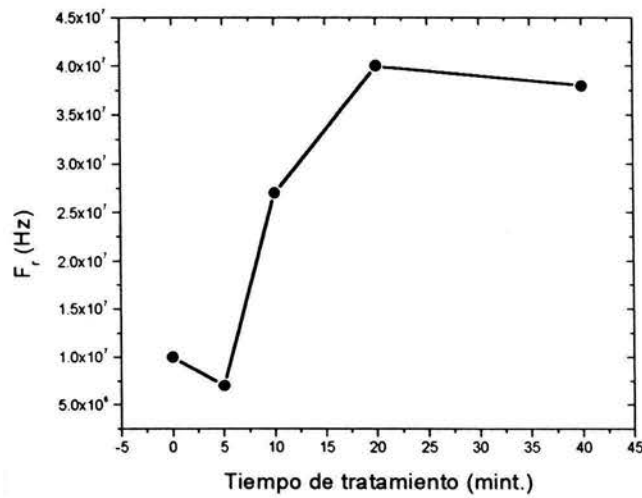


Figura 4.27. Frecuencia de relajación del abombamiento de pared en función del tiempo del tratamiento térmico.

En mediciones de MMV Se obtienen los mismos puntos de ablandamiento y endurecimiento en las diferentes etapas de tratamiento térmico. De tal forma se presenta un mínimo en H_c para 5 minutos de tratamiento térmico lo cual representa un ablandamiento y para los posteriores tiempos de tratamiento térmico se incrementa el H_c en forma gradual, es consecuencia del rápido crecimiento de los nanocristales y en consecuencia del aumento de la anisotropía.

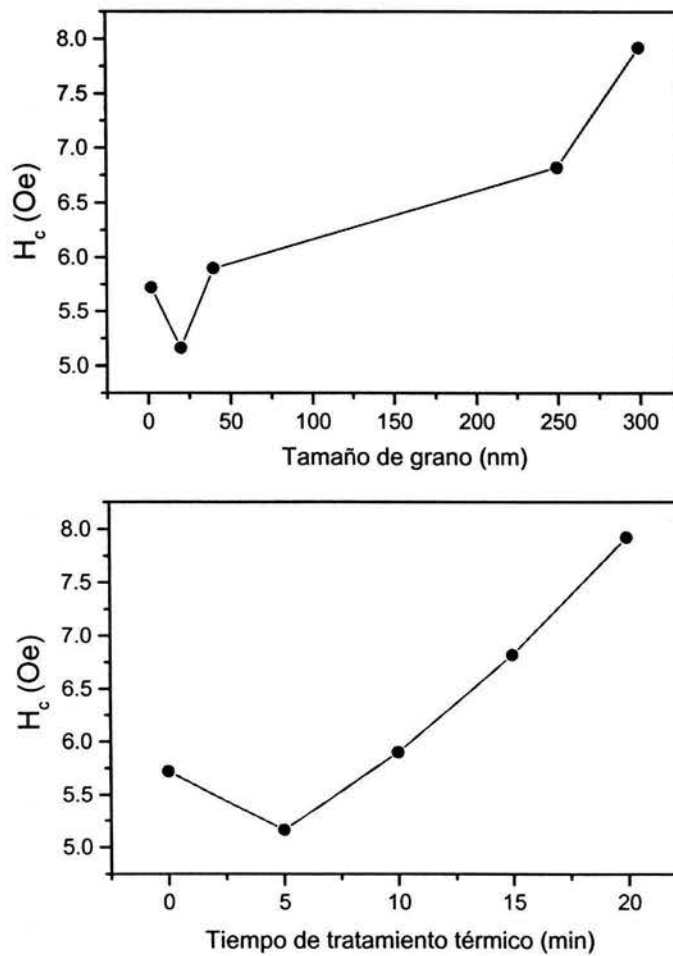


Figura 4.28. Mediciones en simetría transversal de la aleación nanocompuesta
a) Dependencia del campo coercitivo H_c con el tiempo del tratamiento térmico,
b) Dependencia del campo coercitivo H_c con el tamaño de nanocristales.

4.1.3 MAGNETOIMPEDANCIA (MI)

Se realizaron mediciones de magnetoimpedancia a frecuencias menores y mayores a la frecuencia de relajación de la pared (F_{rel}), únicamente en la aleación amorfa sin tratamientos térmicos. Con el objetivo de identificar los diferentes contribuciones de los mecanismos de magnetización presentes para cada frecuencia. A bajas frecuencias se observa la respuesta del espín más el abombamiento de la pared magnética, dando lugar a una respuesta reversible. A frecuencias mayores la respuesta de la pared cesa, presenta la respuesta del espín y el efecto de la penetración de piel.

El comportamiento de L_r en función de la frecuencia depende de los diferentes procesos de magnetización que a su vez son consecuencia de las propiedades magnéticas del material (anisotropía, permeabilidad y frecuencia de relajación), en consecuencia los diversos mecanismos que dan origen a la magnetoimpedancia para distintos intervalos de frecuencias.

En la figura 4.29 se observa la respuesta de las inductancias real e imaginaria en función de la frecuencia para diferentes campos ac y campo $H_{dc}=80$ Oe. De tal forma para $H_{ac}=10.5$ A/m en dirección transversal (fig. 4.29 a) se observa inicialmente una meseta que corresponde al abombamiento de pared magnética conforme aumenta la frecuencia, presentándose la relajación de la pared, seguida de la respuesta debida únicamente al espín, considerando que el $H_p \approx 12$ A/m. En la figura 4.29 b) para $H_{ac}=11$ A/m, se tiene un comportamiento similar a la respuesta anterior. Para campos ac mayores ($H_{ac}=18$ y 63 A/m) a la respuesta reversible de la pared se agrega el desplazamiento, por lo que desaparece la meseta que describe la dinámica de la pared magnética. Es necesario señalar que la rotación de espín descrita en magnetoimpedancia se diferencia de la resonancia ferromagnética dado que la frecuencia resonante de precesión de espín es a frecuencias mucho más altas, en la región de GHz, donde se cumple la ecuación de Larmor.

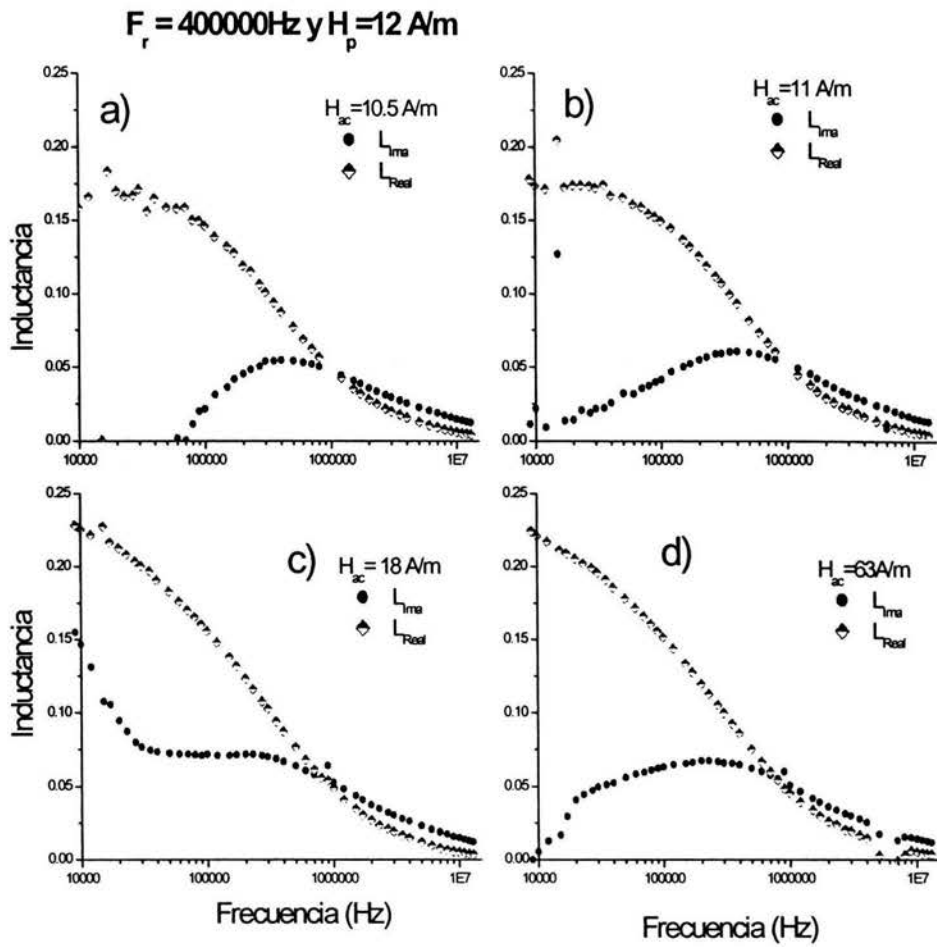


Figura 4.29. Respuesta de L_i y L_r en función de la frecuencia para diferentes campos ac.

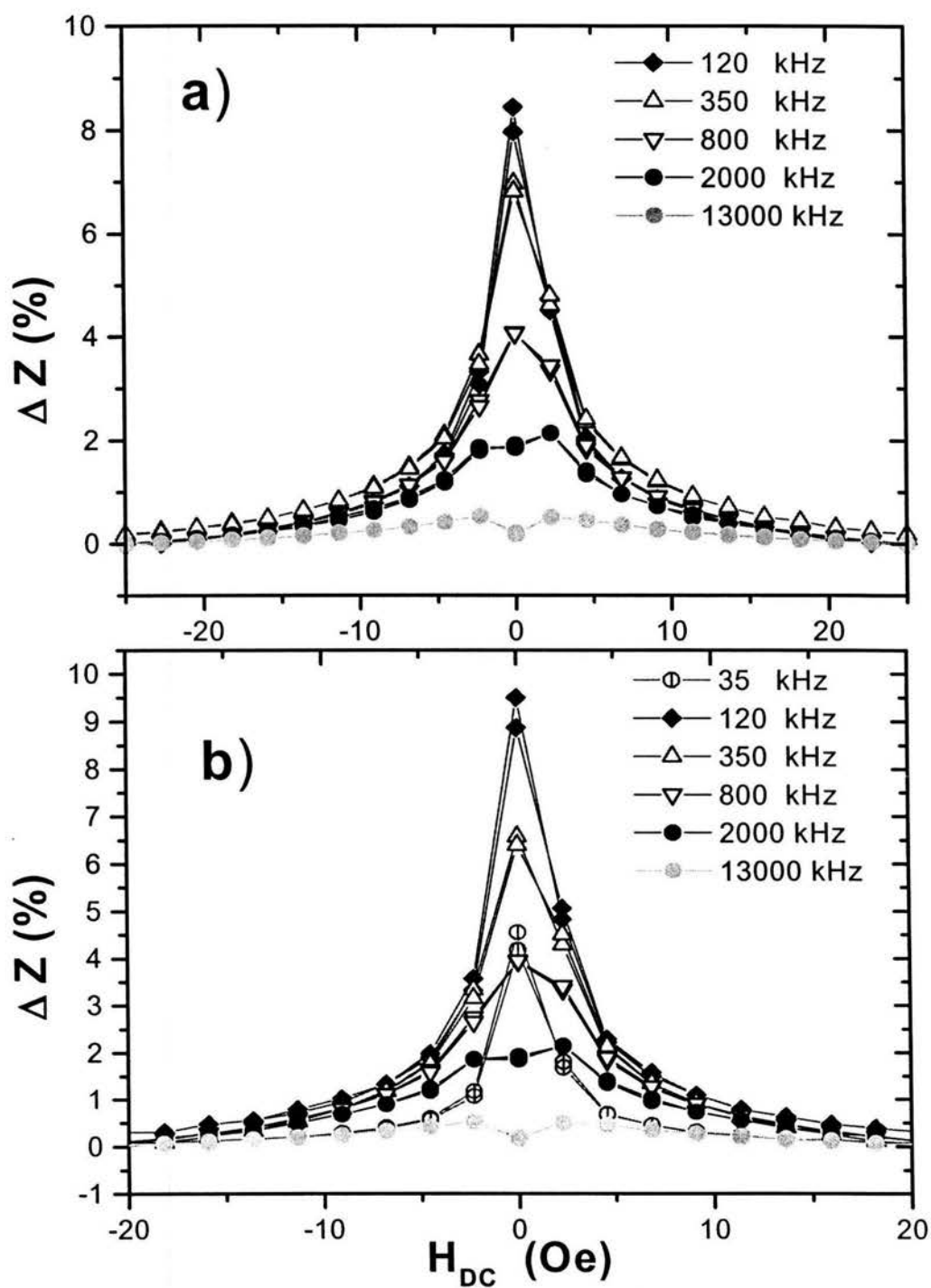


Figura 4.30. respuesta de la Magnetoimpedancia para diferentes campos ac
 a) $H_{ac}=11$ A/m , b) $H_{ac}=63$ A/m.

La figura 4.30, muestra el gráfico de ΔZ en función del campo magnético dc. Para $H_{ac}= 11$ A/m, figura 4.30 a), a frecuencias menores a la relajación de la pared magnética y campo menor al de propagación ($H_p=12$ A/m), presenta la respuesta MI del abombamiento de pared más la rotación de espín, conforme aumenta la frecuencia la respuesta tiende a disminuir. A campo ac mayor (figura 4.30 b)), tiene un comportamiento muy similar al de campos ac bajos, pero con una ligera histéresis, debido al desplazamiento de pared magnética originado por la excitación ac. Para frecuencias mayores a la frecuencia de relajación se obtienen dos máximos debidos a la respuesta únicamente del espín. Este comportamiento permite establecer que la evolución de la MI que esta determinada por la frecuencia y el campo ac.

Por otra parte es interesante analizar las componentes de la MI. Por lo que se muestran las componentes real e imaginaria de la impedancia donde se observa que la parte imaginaria es la respuesta dominante y la que determina los mecanismos involucrados en MI (figura 4.31), esto es de esperarse pues la correlación entre la impedancia compleja y la permeabilidad compleja esta dado como: $Z^* = (-jG/\omega)\mu^*$, donde G es el factor geométrico y ω es la frecuencia aplicada. Por lo tanto Z_i es proporcional a μ_r , y por lo ello Z_i es la respuesta de los procesos magnéticos involucrados en MI. Por el contrario Z_r determina los fenómenos disipativos derivados de los procesos magnéticos ya que esta directamente correlacionada con la inductancia imaginaria.

En la figura 4.31 se observa el comportamiento anteriormente descrito. Encontrando a esta frecuencia la respuesta dominante corresponde al abombamiento de la pared, la dinámica de este proceso reversible de la magnetización describe un máximo centrado a campo cero. Al aumentar el campo dc se genera una fuerza de fricción la cual amortigua la dinámica del abombamiento de pared, hasta alcanzar la saturación. En la condición de saturación las paredes magnéticas desaparecen y en consecuencia el abombamiento de pared tiende a cero.

La figura 4.32 presenta el comportamiento de la MI para una frecuencia mayor a la frecuencia de relajación del abombamiento de la pared. A altas frecuencias las paredes magnéticas no responden a la excitación del campo ac. El único mecanismo presente es la rotación de

espín. El espín precesa la en dirección del campo ac al mismo tiempo que interacciona con el campo dc. En consecuencia la amplitud de precesión alcanza un máximo (el cual corresponde al campo de anisotropía) y disminuye posteriormente.

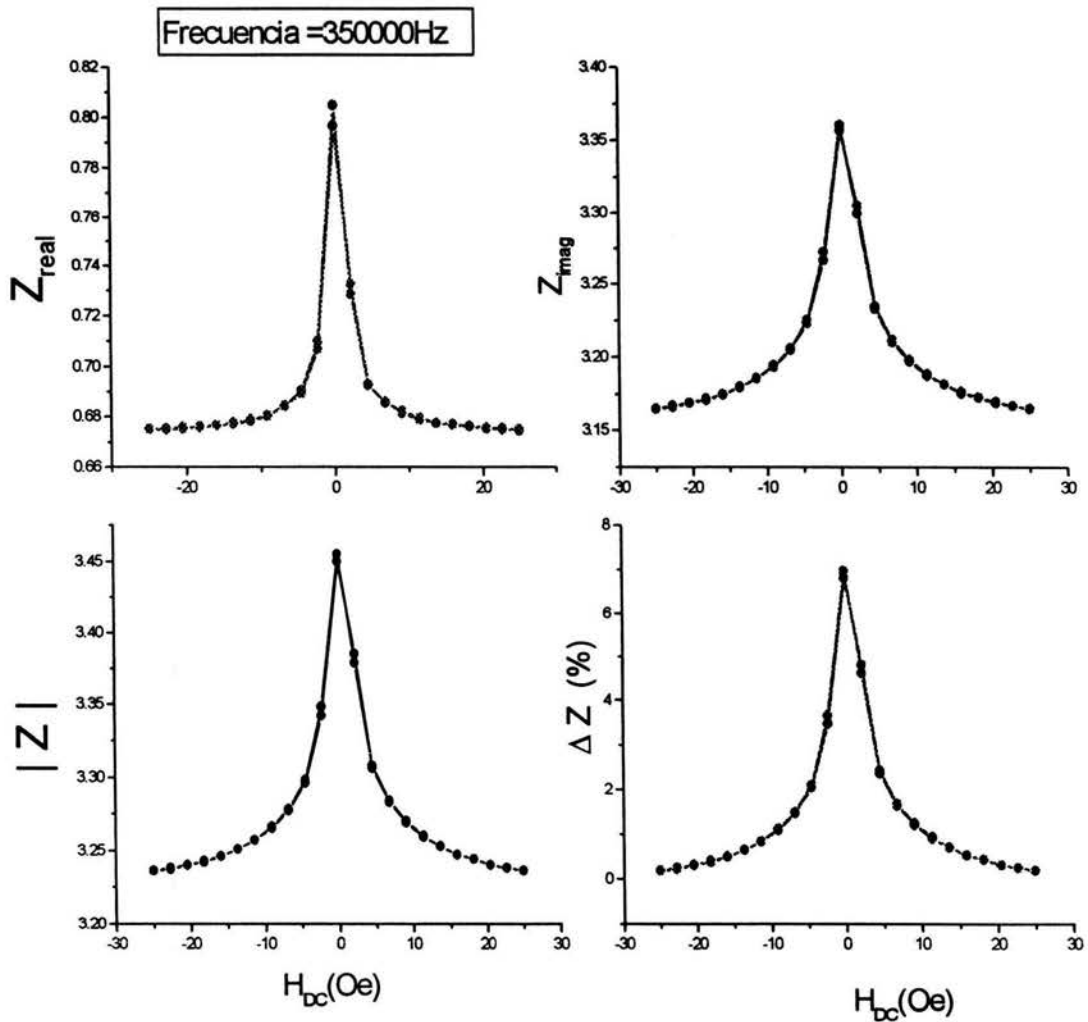


Figura4.31. Componentes de MI a 350 kHz.

La respuesta característica a estas frecuencias es por rotación de espín y describe dos máximos; Localizados casi en forma equidistante tanto a campo dc positivo y negativo.

La mitad de la diferencia de estos máximos corresponde al campo de anisotropía . Esta correlación es muy bien aceptada [9,10], cualitativamente se establece que en estos máximos se logra desviar los momentos magnéticos de su dirección preferencial a campos altos (positivos o negativos) se logra la saturación y en campos alrededor de cero se presenta un cambio en su dirección sin llegar a saturar. El comportamiento de los momentos magnéticos alrededor de campo cero sugiere una dinámica inicial diferente al estado saturado y que esta determinado por los mecanismos magnéticos superficiales y la permeabilidad transversal.

En este caso la componente imaginaria de MI describe la dinámica de espín, mientras que en la parte real se muestra nuevamente un máximo. De tal forma que al obtener el valor absoluto de la impedancia, la componente dominante sigue siendo Z_i .

Los estudios de MI clásicos toman en cuenta únicamente la razón de la impedancia (ΔZ , ver capítulo 2). Sin embargo, considerando las contribuciones real e imaginaria por separado, es posible hacer un análisis más claro sobre los procesos de magnetización y particularidades del sistema.

Por otra parte, la anisotropía no depende de la frecuencia, ni del campo de propagación dado que es una propiedad intrínseca de la aleación amorfa. Por el contrario, las variaciones de anisotropía se presentan acompañado de cambios del arreglo atómico.

El campo de anisotropía se puede determinar mediante el promedio del ancho de pico a pico en las aleaciones amorfas la anisotropía que se obtiene es $H_K=16.5$ Oe

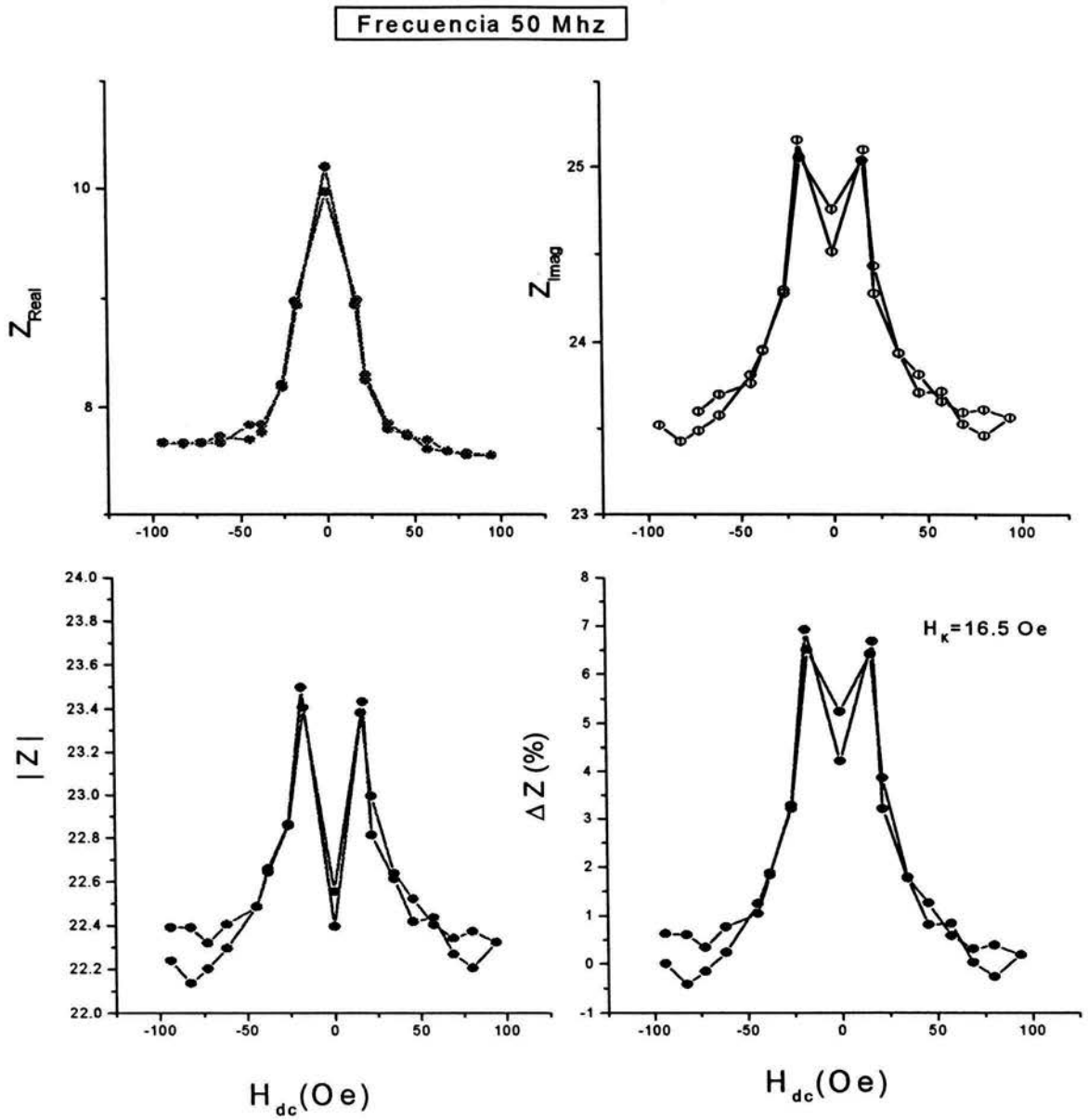


Figura 4.32. Componentes de MI para 50 MHz.

4.2 RESONANCIA FERROMAGNÉTICA (RFM)

Esta sección presenta el estudio de aleaciones ricas en Co ($\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$) a altas frecuencias (9.46 GHz), mediante RFM. Los principales parámetros magnéticos que se obtienen con esta técnica son: la magnetización de saturación (M_s) y el campo de resonancia (H_{Res}).

El estudio se realizó en las aleaciones sin tratamiento térmico, tanto como para la aleación amorfa como para la aleación nanocompuesta.

Se realizaron estudios a diferentes orientaciones de las aleaciones, debido a que esta técnica es muy sensible a la orientación del sistema. Una teoría general de la resonancia ferromagnética en una orientación aleatoria solamente puede ser aproximada mediante métodos numéricos y computacionales, pero existen tres orientaciones particulares en las cuales se simplifica el cálculo numérico. El análisis de la RFM de las aleaciones se realizó en dichas orientaciones particulares, para el detalle sobre las orientaciones analizadas en RFM ver sección 3.5.

La ecuación general de la resonancia ferromagnética para coordenadas esféricas es [6, 7, 8]:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \{H(\cos\theta\cos\theta_H + \text{sen}\theta\text{sen}\theta_H(\cos\phi - \cos\phi_H)) - 4\pi M_{\text{eff}}\cos 2\theta + H_K\cos 2\theta\text{sen}^2\phi\} \times \\ \{H(\cos\theta\cos\theta_H + \text{sen}\theta\text{sen}\theta_H(\cos\phi - \cos\phi_H)) - 4\pi M_{\text{eff}}\cos^2\theta + H_K(\cos^2\phi - \text{sen}^2\theta\text{sen}^2\phi)\} - \dots(4.1) \\ \{H_K\cos\theta\cos\phi\text{sen}\phi\}$$

donde ω es la frecuencia angular ($\omega=2\pi f_0$ y $f_0=9.46$ GHz), γ es la razón giromagnética, H_{dc} es el campo dc aplicado, H_K es el campo de anisotropía, θ_H y ϕ_H son ángulos del campo dc en coordenadas esféricas que pueden ser restringidos dependiendo de la orientación de la aleación.

Partiendo de esta ecuación se obtienen los casos particulares para $\theta = 0^\circ$ y 90° , en las tres orientaciones. Las restricciones geométricas en cada orientación establecen la dependencia angular de H_{Res} . De la ecuación general (4.1) se consideran los casos particulares y se calcula numéricamente el comportamiento del H_{Res} en función de la posición angular.

4.2.1 ESTUDIO RFM DE LA ALEACIÓN AMORFA ($\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$)

4.2.1.1 ORIENTACIÓN 1

En esta orientación, el eje longitudinal de la muestra se coloca perpendicular al campo H_{dc} y paralelo al campo H_{ac} (ver sección 3.5). Las variaciones angulares se realizan sobre el eje longitudinal que es siempre perpendicular al campo H_{dc} .

En la figura 4.30 se presenta la resonancia ferromagnética de la aleación amorfa a 0° . En esta orientación se presentan dos centros de absorción. La primero centrado a campo magnético cero correspondiente a una absorción diferente a RFM, su análisis se presentará en la siguiente sección. La segunda absorción se encuentra a campos de alrededor de 180 mT y se describe como una absorción RFM, el estudio de esta señal se describe en esta sección.

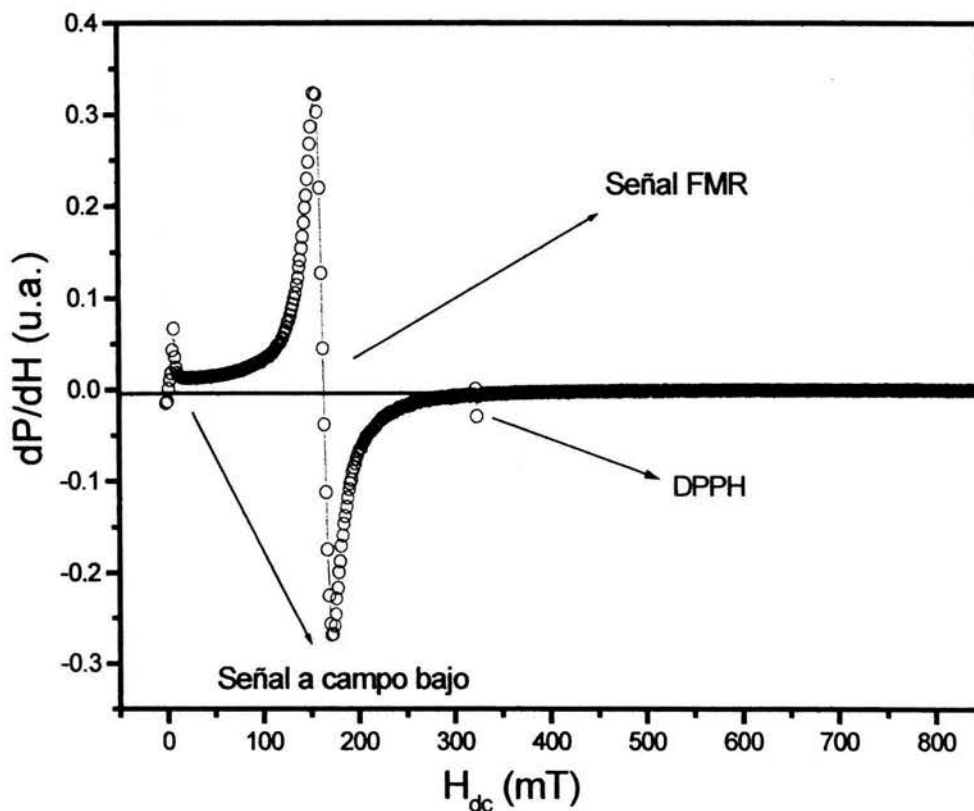


Figura 4.30.- Resonancia Ferromagnética de la aleación amorfa $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$ donde el DPPH es un marcador para determinar con exactitud el campo magnético.

Para esta orientación es posible restringir las variaciones angulares de acuerdo con las condiciones de geometría del sistema, de tal forma, $\theta = \theta_H$ y $\phi = \phi_H = 90^\circ$. Sustituyendo estas restricciones en la ecuación (4.1) y tomando $\theta = 0^\circ$ se obtiene:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \{H_{\perp} + 4\pi M_{eff}\} \times \{H_{\perp} + H_K\} \quad (4.2)$$

esta ecuación corresponde a la ecuación de resonancia de Kittel [9], para un material con simetría laminar en esta orientación. En particular, con H_K muy pequeña, donde el eje fácil (coincide con el eje longitudinal) es perpendicular al H_{dc} y $\omega = 2\pi f_0$ la frecuencia angular, γ es la razón giromagnética, H_{\perp} es el campo dc perpendicular al eje fácil de la cinta y H_K el campo de anisotropía.

Cabe mencionar que el valor de la anisotropía inducida se determina a partir de mediciones de magnetoimpedancia, sin embargo el valor de la anisotropía es muy pequeño para estas aleaciones, por lo es posible realizar los cálculos considerando $H_K \ll 1$.

Para $\theta = 90^\circ$ se tiene:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \{H_{\perp} + 4\pi M_{eff}\} \times \{H_{\perp} + 4\pi M_{eff} + H_K\} \quad (4.3)$$

y a partir de la condición de resonancia, donde $H_{\perp} = H_{Res}$ y $M_{eff} = M_S$, se determinan la magnetización de saturación (M_S) para 0° y 90° respectivamente de las ecuaciones (4.2) y (4.3). Para $\theta = 0^\circ$, $H_{Res} = 0.1645$ mT y se obtiene del cálculo que $4\pi M_S = 4567$ G, y para $\theta = 90^\circ$, $H_{Res} = 0.8192$ mT se obtiene del cálculo que $4\pi M_S = 3876$ G.

Al comparar estos resultados con mediciones hechas en un magnetómetro de muestra vibrante (VSM), se obtiene que $M_S = 5262$ G, diferente a los valores calculados mediante RFM. Esta diferencia entre la M_S obtenida mediante RFM y VSM, se explican con el hecho que un material conductor a campos de altas frecuencias, presenta el fenómeno de penetración de

piel, por lo tanto la respuesta del material corresponde exclusivamente a la superficie. En VSM el experimento se realiza a campos H_{dc} , y la saturación corresponde a todo el volumen de la aleación [10].

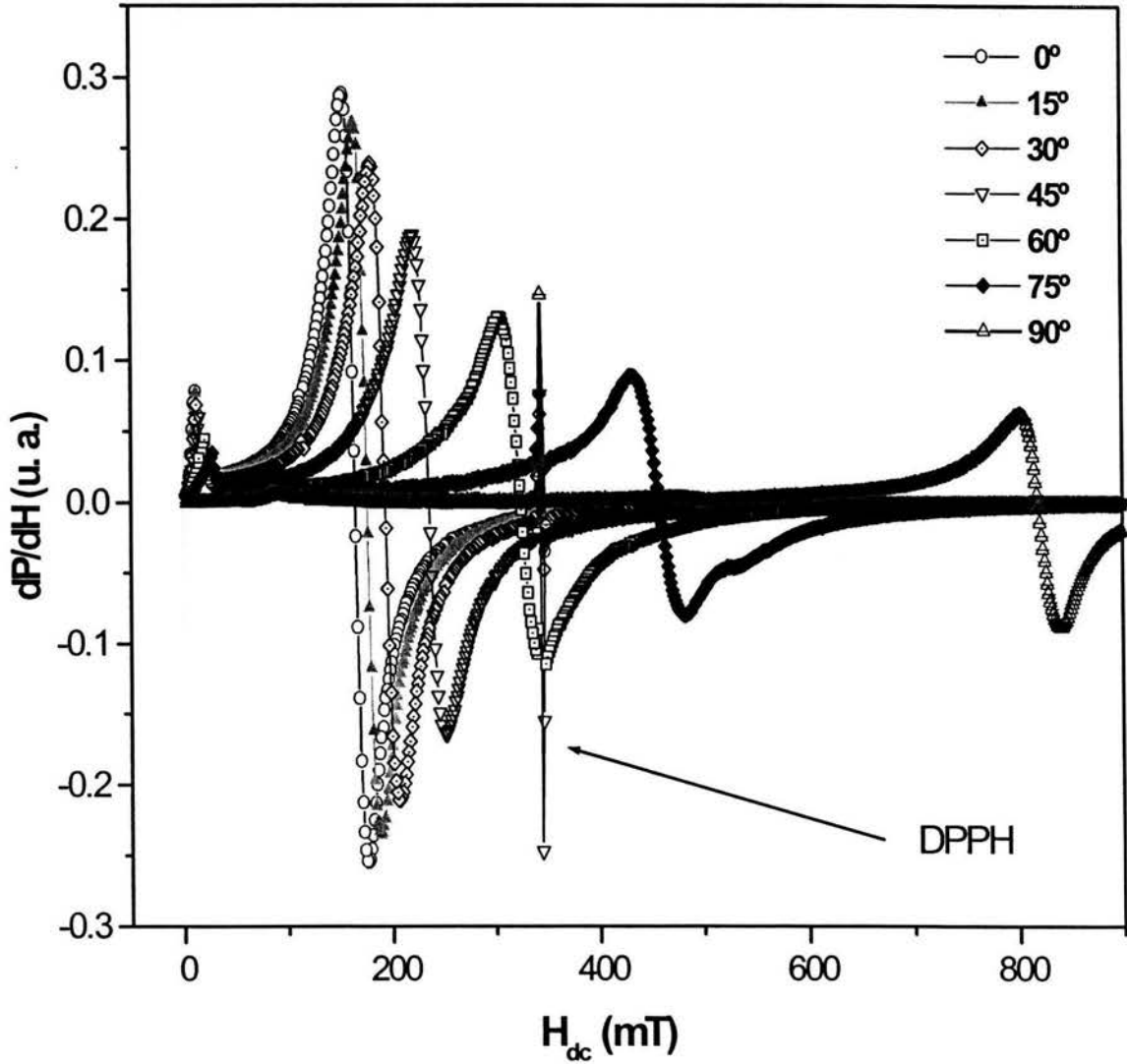


Figura 4.31- Dependencia angular de la se\u00f1al RFM en la aleaci\u00f3n amorfa $Co_{66}Fe_4Si_{13}Nb_4B_{12}Cu$

Tambi\u00e9n cabe mencionar que existen diferencias entre los valores obtenidos en la M_s entre 0°

y 90° . Estas diferencias se explican, mediante la anisotropía de forma. Es decir, para $\theta = 0^\circ$ el eje longitudinal es perpendicular a H_{dc} , sin embargo la saturación magnética ocurre dentro del plano de la muestra, por lo que sólo requiere la energía suficiente para vencer la anisotropía inducida de la muestra (a pesar de que la composición y el carácter amorfo de la aleación favorecen anisotropías cercanas a cero, se presenta una pequeña anisotropía $H_K = 1.65^{-3} mT$ debida a esfuerzos en el estado amorfo inducidos por la técnica de preparación). Para $\theta = 90^\circ$, el eje longitudinal también se encuentra perpendicular a H_{dc} , pero la saturación se realiza fuera del plano y la energía que requiere para la saturación corresponde a la anisotropía de forma (H_{Forma}). Es decir, dado que el eje de fácil magnetización para estas muestras está en la dirección axial (eje longitudinal), esto implica que para $\theta = 0^\circ$ la rotación de los espines es dentro del plano y sobre el eje transversal, restringido por el ancho de la muestra (2mm), mientras que para $\theta = 90^\circ$ la orientación de los espines es en la normal de la superficie de la muestra y restringido por el grosor de esta ($30\mu m$); en consecuencia se requiere de mayor energía para saturar magnéticamente a $\theta = 90^\circ$. Como resultado H_{Res} aumenta y M_S disminuye a $\theta = 90^\circ$. Determinándose las diferencias en H_{Res} que van de $\theta = 0$ con $H_{res}=0.1645 mT$, hasta $\theta = 90$ con $H_{Res}=0.8192 mT$, de 90° a 180° el comportamiento es similar como se muestra en la figura 4.31.

De la ecuación (4.2) es posible establecer la dependencia angular del H_{Res} , obteniendo como parámetro de ajuste M_S .

La figura 4.32 muestra los datos experimentales y el ajuste teórico, observando que se obtiene un comportamiento cercano entre ellos. Para 0° y 180° corresponden a mínimos, debido a que en estas posiciones solo se presenta la anisotropía inducida del material (saturación dentro del plano). Para 90° se presenta un máximo dado que la anisotropía presente es la de forma (saturación fuera del plano). La ecuación 4.1 se utilizó para determinar la dependencia angular de H_{Res} .

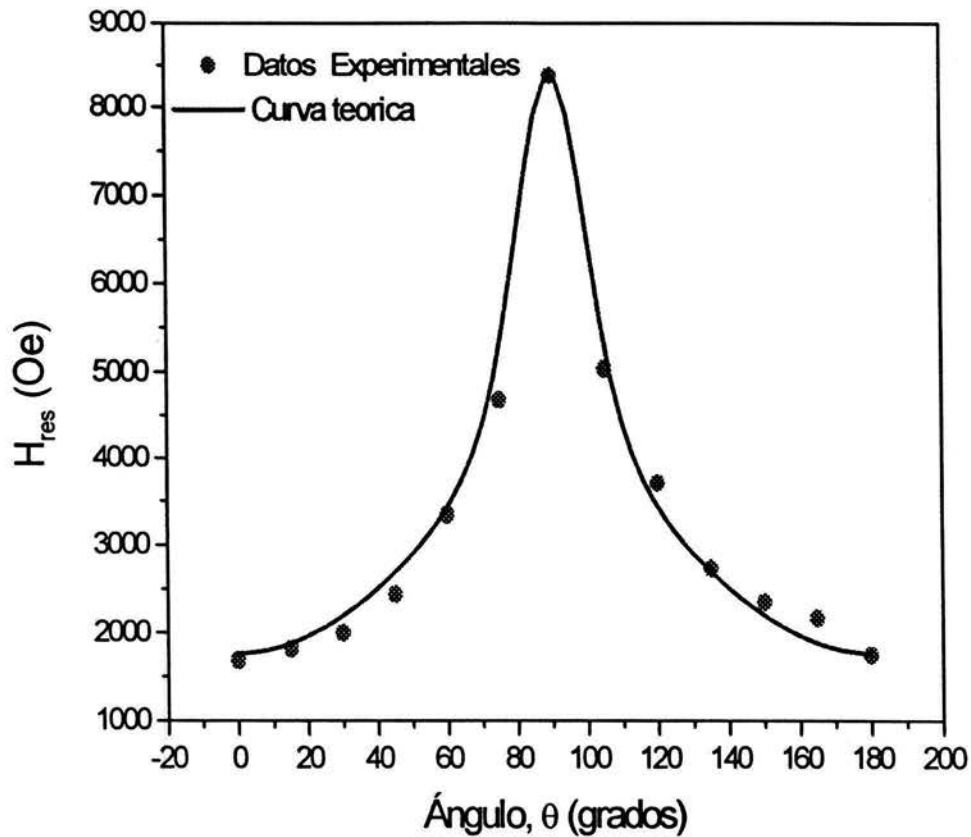


Figura 4.32.- Dependencia angular del campo de resonancia para la orientación 1.

4.2.1.2 ORIENTACIÓN 2

En esta orientación el eje longitudinal es perpendicular a H_{ac} y paralelo a H_{dc} , de tal forma que la variación angular se realiza alrededor del eje difícil. Esta orientación presenta el mismo patrón de comportamiento que la orientación 1. A pesar que el eje longitudinal es paralelo a H_{dc} en esta orientación, mientras que en la orientación 1 el eje longitudinal es perpendicular a H_{dc} . Para el cálculo de M_S en $\theta = 0^\circ$ y 90° se emplearon las ecuaciones 4.2. y 4.3 respectivamente, sustituyendo $H_{\perp} = H_{\parallel}$ y de la condición de resonancia $H_{\parallel} = H_{Res}$ y $M_{eff} = M_S$. De tal forma, para $\theta = 0^\circ$ se presenta un mínimo en $H_{Res} = 0.1664$ mT con magnetización de saturación $M_S = 4680$ G. Para $\theta = 90^\circ$ se presenta un máximo en $H_{Res} = 0.6621$

mT con $M_S = 5013$ G.

La dependencia angular de H_{Res} se determinó con la ecuación 4.1. En la figura 4.33 se observa la dependencia angular del campo de resonancia.

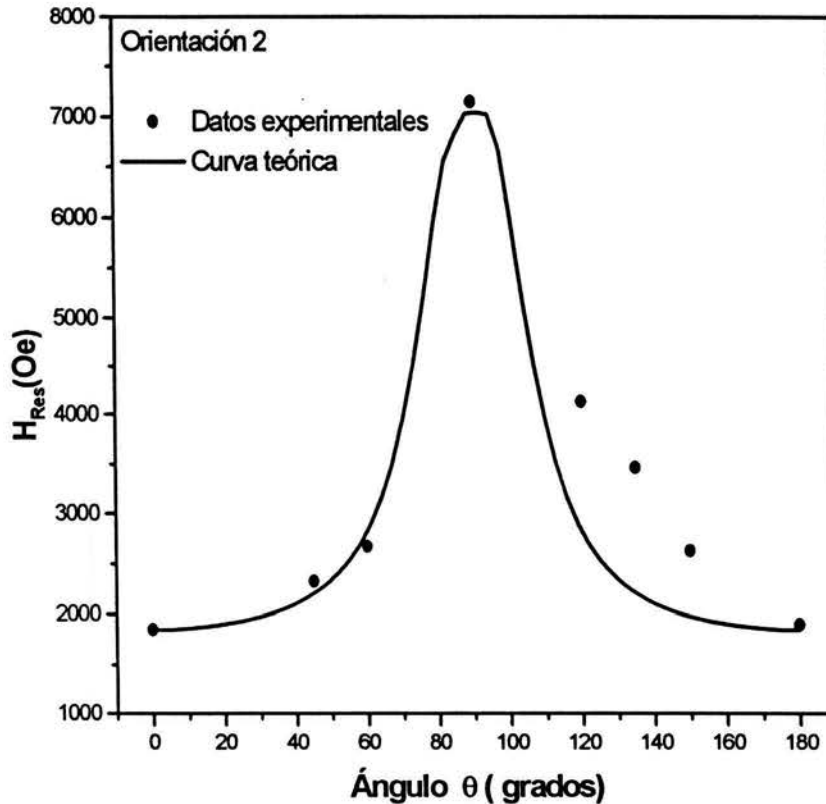


Figura 4.33.- Dependencia angular del campo de resonancia para la orientación 2.

De igual forma que en la orientación 1, para $\theta = 0^\circ$ la saturación se presenta dentro del plano de la cinta, la anisotropía en este caso es la inducida por el material. Para $\theta = 90^\circ$ la saturación se realiza fuera del plano, por lo que la anisotropía total del sistema es la anisotropía de forma.

Se presentan diferencias entre las saturaciones encontradas entre $\theta = 0^\circ$ y $\theta = 90^\circ$ en las orientaciones 1 y 2, a pesar de que la dependencia angular de H_{Res} sigue el mismo comportamiento en ambas orientaciones. Sin embargo, por la sensibilidad de la técnica se detecta que el eje fácil de magnetización resulta ser el eje longitudinal y su orientación

con el campo variable. De tal forma que en la orientación 1 el eje fácil se encuentra paralelo a H_{ac} , mientras que el campo H_{dc} es perpendicular, como resultado la precesión de espín es de mayor amplitud; lo cual se ve reflejado en el valor de la magnetización de saturación.

En la orientación 2, el eje fácil es perpendicular al campo H_{ac} por lo que la precesión del espín presenta una amplitud menor que en la orientación 1 y en consecuencia el valor de la magnetización de saturación aumenta.

Este efecto es resultado de la orientación de H_{ac} con respecto a la dirección de la anisotropía de la muestra. De esta forma, es posible determinar la dirección del eje fácil a partir de la orientación de H_{ac} con el eje de la muestra.

Es posible calcular la anisotropía intrínseca del sistema mediante la ecuación $H_K = |H_{\perp} - H_{\parallel}|$ con $\theta = 0^\circ$, de tal forma se tiene que $H_K = |H_{Res01} - H_{Res02}| = 0.1664 - 0.1645 = 0.0019mT$, es decir es la diferencia de los campos de resonancia para ambas orientaciones, comparando con la anisotropía determinada con MI ($H_K=1.65^{-3}$ mT, 16.5Oe) encontramos que son muy cercanas.

4.2.1.3 ORIENTACIÓN 3

En esta orientación el eje longitudinal se encuentra perpendicular a H_{ac} . Cuando $\theta = 0^\circ$ el eje longitudinal es paralelo al campo H_{dc} , para $\theta = 90^\circ$ es perpendicular a H_{dc} (ver sección 3.5).

Las restricciones angulares para esta orientación son: $\theta = \theta_H = 0^\circ$ y $\phi = \phi_H$, a partir de estas condiciones y de la ecuación (4.1) se obtiene la relación que determina la dependencia angular de H_{Res} , y sustituyendo las condiciones de resonancia $H = H_{Res}$ y $M_{eff} = M_S$, se tiene

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \{H - 4\pi M_S H_K \sin^2 \phi\} \times \{H - 4\pi M_S + H_K \cos^2 \phi\} - \{H_K \cos \phi \sin \phi\} \quad (4.4)$$

En los casos límite cuando $\phi = 0^\circ$ se tiene que:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \{H - 4\pi M_S\} \times \{H - 4\pi M_S + H_K\} \quad (4.5)$$

Para $\phi = 90^\circ$ sigue que

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \{H - 4\pi M_S\} \times \{H + 4\pi M_S + H_K\} \quad (4.6)$$

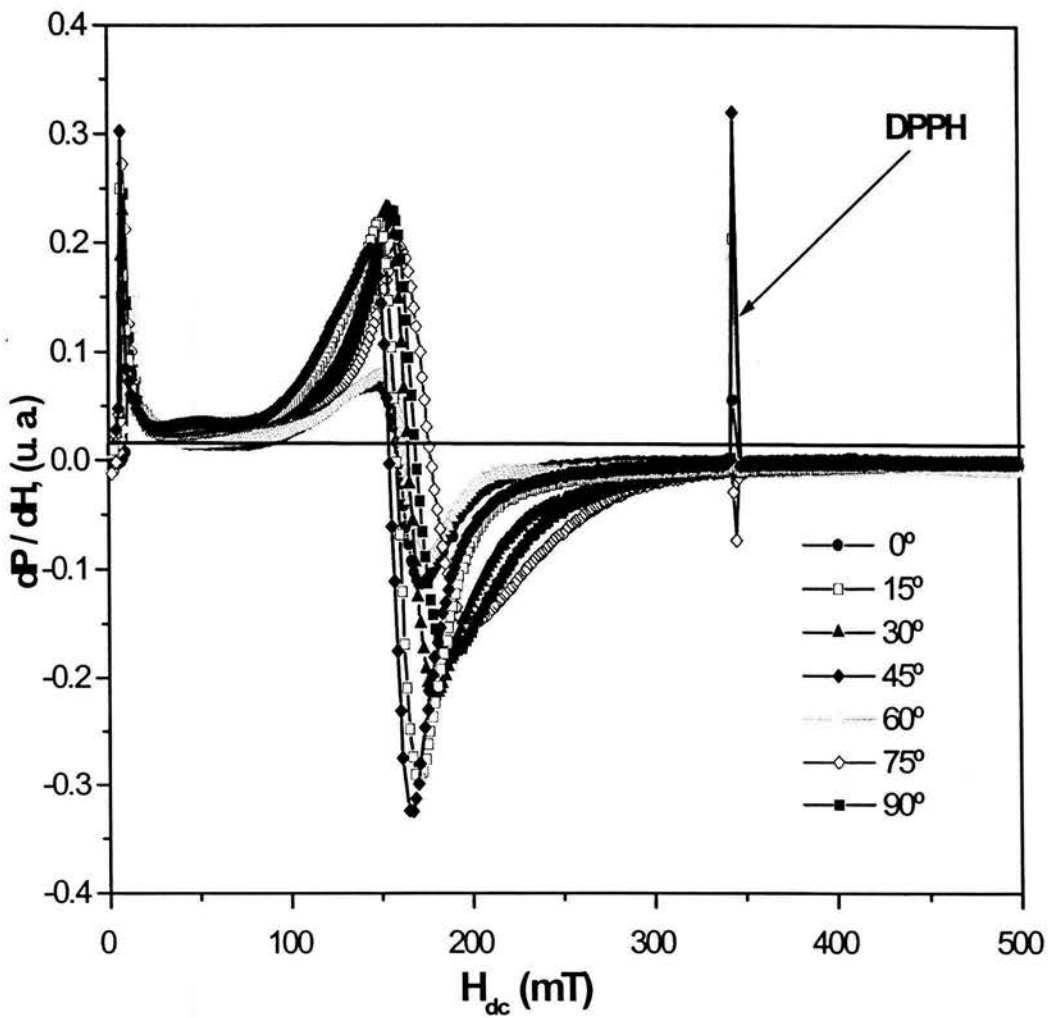


Figura 4.34.- Dependencia angular de la señal RFM en la aleación amorfa $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$.

Estas expresiones se reducen a las ecuaciones de Kittel [9] para un sistema laminar con variaciones angulares dentro del plano.

En la figura 4.34 se muestra la dependencia angular de la señal RFM para la orientación 3. Observando que la variación de H_{Res} es de algunos Oe, a diferencia de las orientaciones anteriores, donde la variación del H_{Res} es mucho mayor.

De la ecuación 4.4 se determinó la dependencia angular de H_{Res} , obteniéndose una buena correspondencia. En la figura 4.35 se observan los datos experimentales y teóricos para la orientación 3.

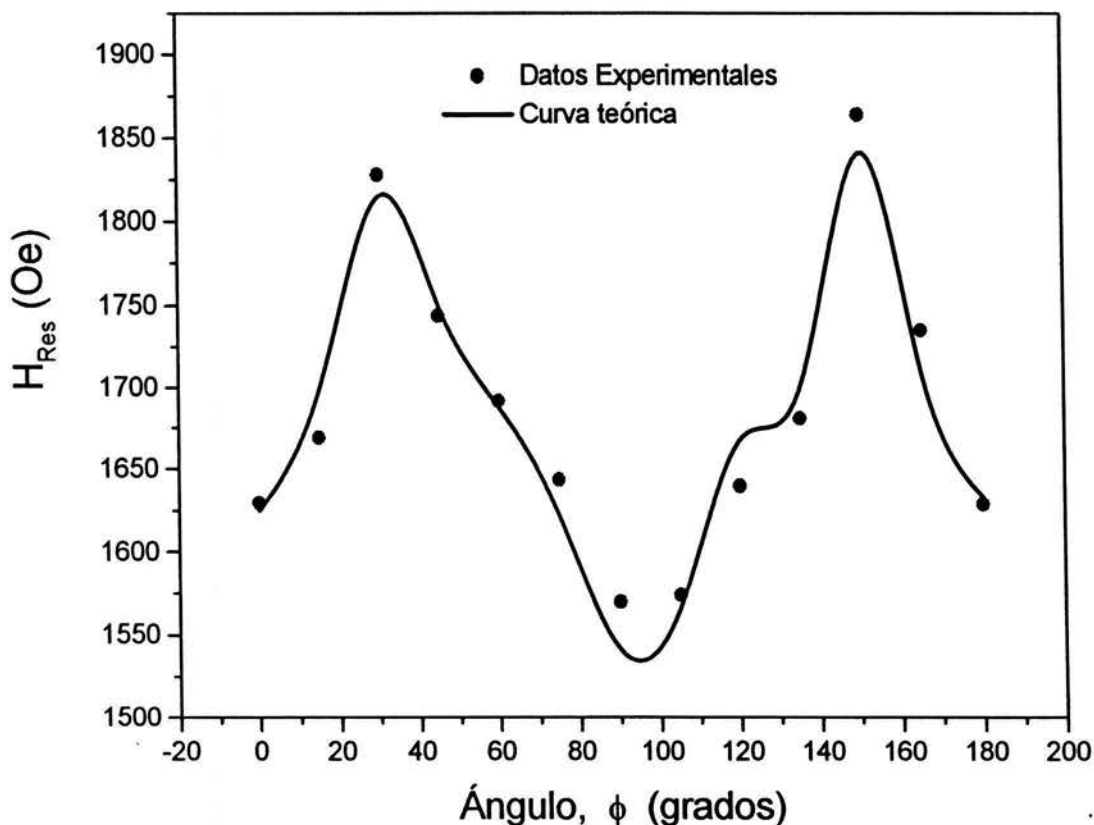


Figura 4.35.- Dependencia angular del campo de resonancia para la orientación 3.

En esta orientación se presentan dos máximos a $\phi = 30^\circ$ y 150° , para $\phi = 0^\circ$ y 180° se localizan los mínimos. En esta orientación, la saturación magnética se presenta únicamente dentro del plano para cualquier ángulo. Esto indica que la anisotropía presente en el sistema es solamente la anisotropía inducida. Razón por la cual en el campo de resonancia se inducen pequeñas variaciones.

Los valores de magnetización de saturación se calcularon con las ecuaciones 4.5 y 4.6 de tal forma para $\phi = 0^\circ$ $H_{Res} = 0.1629$ mT con $M_S = 4534.56$ G y para $\phi = 30^\circ$ se presenta un $H_{Res} = 0.18282$ mT obteniéndose $M_S = 4232.1$ G, para $\phi = 150^\circ$ se presenta un $H_{Res} = 0.1869$ mT obteniéndose $M_S = 4152.781$ G.

Observando que en estos puntos particulares el valor calculado de la magnetización de saturación no cambia tan drásticamente como en las orientaciones 1 y 2. Este comportamiento solamente se ha detectado en ferritas [11, 12] y se explica debido a que los ejes difíciles de magnetización son determinados por la estructura cristalina y forman un ángulo con respecto al eje fácil. En este caso, el comportamiento se presenta en aleaciones amorfas por lo que se puede establecer que es debido a la alta geometría de la muestra y que la dirección fácil de magnetización es el eje longitudinal donde se localiza un mínimo en el H_{Res} , además, los ejes difíciles de magnetización dentro del plano corresponden precisamente a 30° y 105° .

Tabla 4.1.- Valores del campo de resonancia y valores calculados de la magnetización de saturación (M_S) para las tres orientaciones

Orientación		0°	90°	30°	150
1	H_{Res} (Oe)	1645	8192	----	----
	M_S (G)	4567	3876	----	----
2	H_{Res} (Oe)	1664	6621	-----	-----
	M_S (G)	4680	5013	----	---
3	H_{Res} (Oe)	1629	----	1828.2	1869
	M_S (G)	4534.56	----	4232.1	4152.781

4.2.2 ESTUDIO RFM DE LA ALEACIÓN NANOCOMPUESTA

Se realizaron mediciones en las mismas orientaciones que en la aleación amorfa.

4.2.2.1 ORIENTACIÓN 1

En esta aleación se encuentra el mismo comportamiento que en la aleación amorfa. Se obtiene un campo de resonancia inicial de 0.1817 mT (para $\theta = 0^\circ$) y se observa un drástico incremento a $\theta = 90^\circ$ con $H_{Res} = 0.8019$ mT. Observándose nuevamente la influencia predominante de la anisotropía de forma sobre la anisotropía inducida. Se modeló el comportamiento encontrado mediante las ecuaciones de Kittel [9] para esta geometría.

En la figura 4.36 se presenta la resonancia ferromagnética y la variación del H_{Res} con respecto a variaciones angulares.

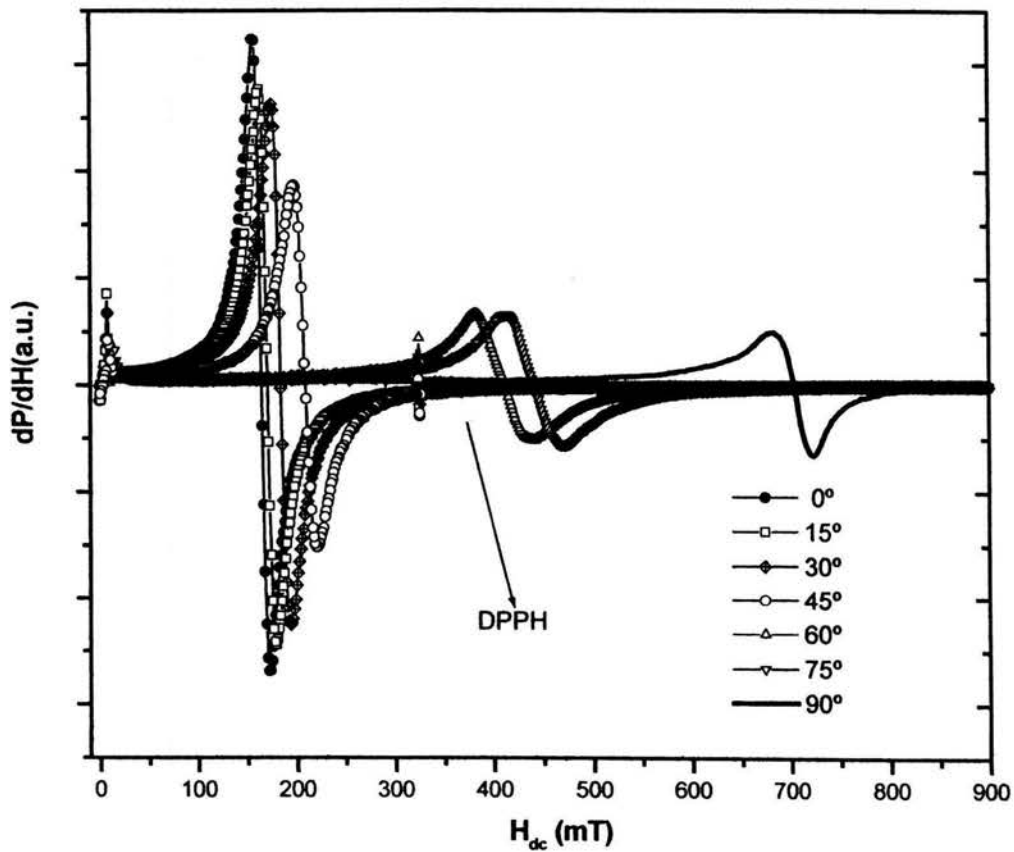


Figura 4.36.- Dependencia angular de la RFM en la aleación nanocompuesta: $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Si}_{13}\text{Nb}_4\text{B}_{12}\text{Cu}$.

Se realizó el cálculo de la magnetización de saturación, para los casos particulares a $\theta = 0^\circ$ y $\theta = 90^\circ$. Los cálculos se realizaron con el mismo procedimiento matemático que se emplea en la aleación amorfa. Las ecuaciones (4.2) y (4.3) se usaron nuevamente para determinar la magnetización de saturación (M_s) para 0° y 90° respectivamente. Para $\theta = 0^\circ$ con $H_{Res}=0.1817$ mT y se obtiene del cálculo que $4\pi M_s$ es 4879 G, y para $\theta = 90^\circ$ con $H_{Res}=0.8019$ mT se obtiene del cálculo que $4\pi M_s=3875$ G.

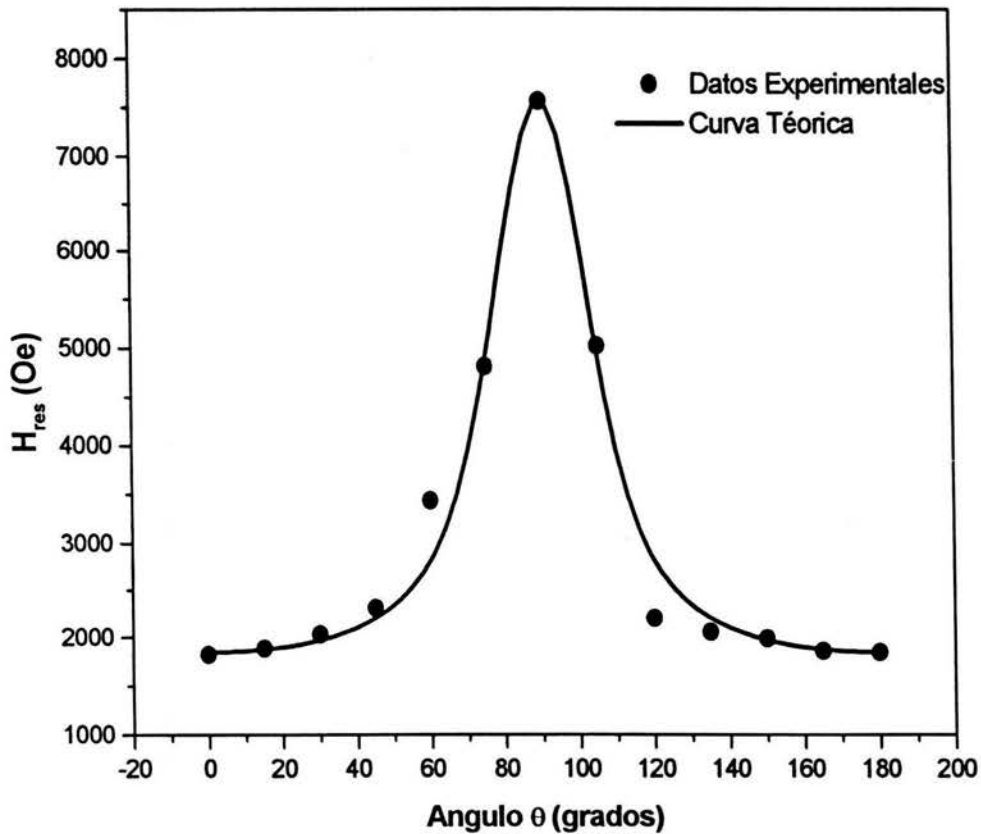


Figura 4.37.- Dependencia angular del campo de resonancia para la orientación 1.

Los valores obtenidos para la magnetización también son menores a los determinados por MMV como se presentó en la aleación amorfa.

Estas diferencias encontradas en los valores de M_s , son consecuencia de las diferencias experimentales de las técnicas empleadas. En mediciones MMV no se aplica campo alterno y la saturación se lleva a cabo en presencia de campo H_{dc} . Por otra parte en RFM se aplica un campo de microonda perpendicular al campo H_{dc} , esta condición induce el efecto de penetración de piel, observado en materiales conductores ferromagnéticos suaves. Por lo que en VSM se mide la respuesta del volumen de la aleación mientras que para RFM el comportamiento es superficial.

Mediante las ecuaciones de Kittel para esta orientación se modelo la dependencia angular del campo de resonancia, obteniéndose un muy buena aproximación.

En la figura 4.37 se muestran los datos experimentales y la curva teórica para esta orientación.

4.2.2.2 ORIENTACIÓN 2

En esta orientación se presenta un comportamiento similar al detectado en la aleación amorfa. Al igual que en la orientación 1 se observa la dependencia angular del campo de resonancia que se modela mediante la ecuación 4.1.

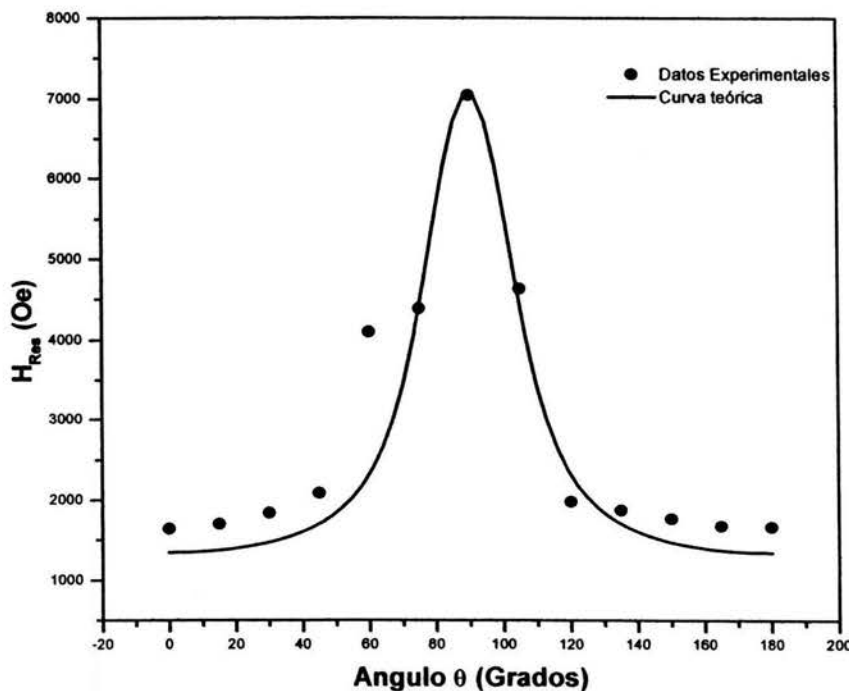


Figura 4.38.- Dependencia angular del campo de resonancia para la orientación 2.

En la figura 4.38 se muestran los datos experimentales y la curva teórica, presentando un buen ajuste.

Las ecuaciones 4.2 y 4.3 se emplearon para el cálculo de la magnetización de saturación. De tal forma para $\theta = 0^\circ$ se presenta un mínimo, la magnetización de saturación es de $M_S = 4543$ G y el $H_{Res} = 0.1643$ mT. Mientras para $\theta = 90^\circ$ se presenta un máximo con $M_S = 4986$ G y el $H_{Res} = 0.7022$ mT.

4.2.2.3 ORIENTACIÓN 3

En esta orientación se observan dos sitios de absorción resonante diferentes. Los cuales se comportan diferente con la variación angular. En la Figura 4.39 se presenta la respuesta RFM en función de la variación angular.

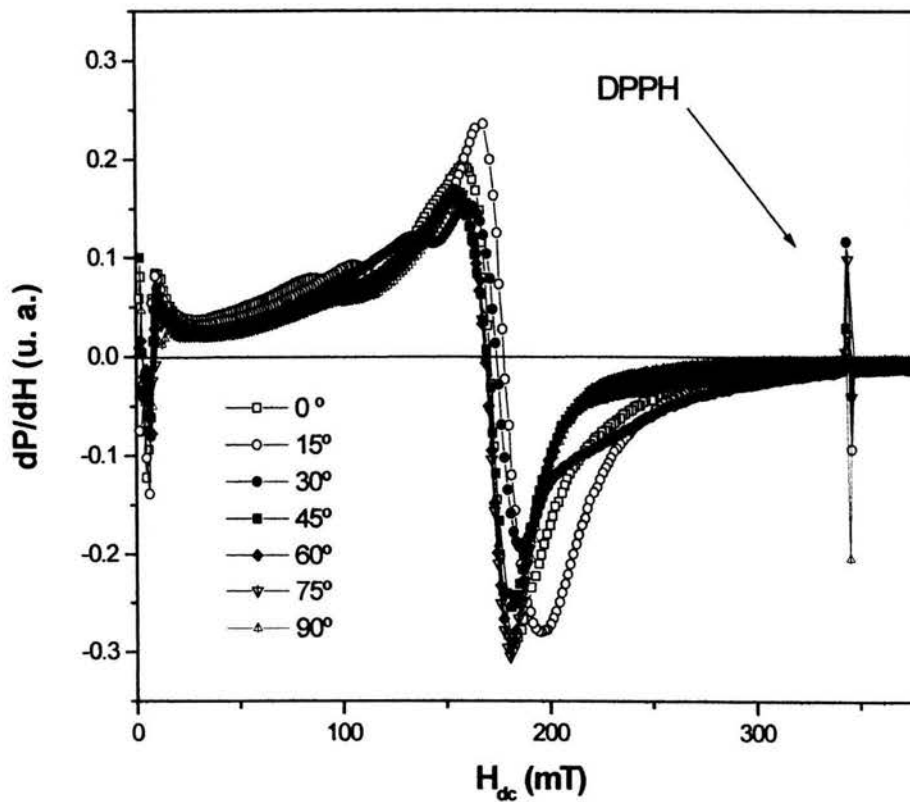


Figura 4.39.- Dependencia angular de H_{Res} en la aleación nanocompuesta $Co_{66}Fe_4Si_{13}Nb_4B_{12}Cu$.

Este comportamiento difiere del obtenido en la aleación amorfa para esta misma orientación, dado que en el primer análisis se detecta solo un modo de absorción resonante asociado a la respuesta de la aleación amorfa. La obtención de dos absorciones resonantes es indicativo de la presencia de otra fase que satisface las condiciones de resonancia ferromagnética. Esta segunda resonancia se asocia a la presencia de nanocristales inmersos en la matriz amorfa. Tanto los nanocristales como la matriz amorfa son de naturaleza ferromagnética y por tanto presentan un respuesta resonante bajo la excitación de un campo alterno en la región de microondas.

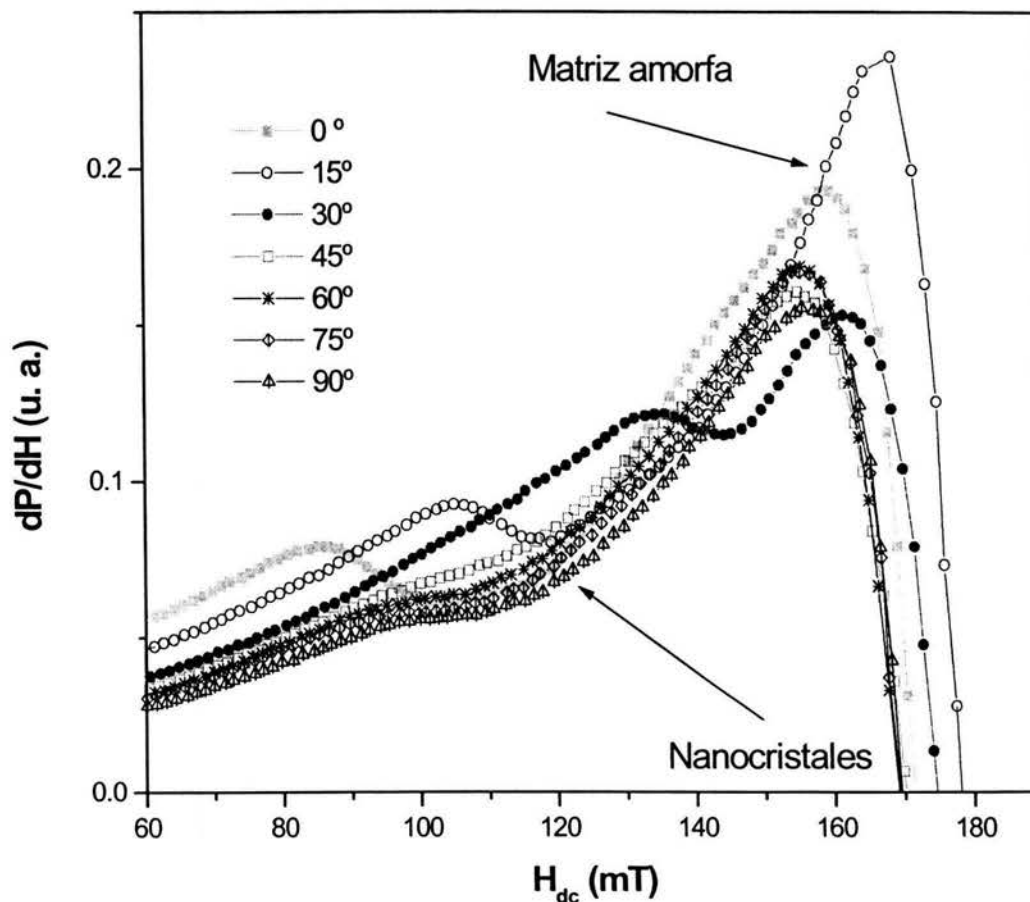


Figura 4.40.- Detalle de la resonancia ferromagnética para una aleación con nanocristales inmersos en la matriz amorfa.

En esta orientación las variaciones angulares se realizan siempre dentro del plano, además es posible observar las respuestas por separado de la matriz amorfa y de los nanocristales, ya que ambos tienen un H_{Res} diferente. Generándose con esto un desacoplamiento debido a que la respuesta de la matriz amorfa es comparativamente diferente con la respuesta de los nanocristales.

En las anteriores orientaciones para esta misma aleación, la respuesta es similar a la obtenida en la aleación amorfa, debido a que la respuesta dominante es determinada por la anisotropía de forma. Por lo que la respuesta del nanocristal presenta un acoplamiento con la matriz amorfa y la respuesta resonante es solamente una; esta condición es considerada para proponer el modelo de anisotropía aleatoria de Herzer [5].

Sin embargo para esta orientación las variaciones angulares entre el eje fácil y el campo H_{dc} se realizaron dentro del plano de la muestra, donde H_{ac} permaneció perpendicular al plano de la muestra.

Estas condiciones inducen un desacoplamiento entre la absorción resonante de los nanocristales y la matriz. Esta respuesta es consecuencia directa de la anisotropía intrínseca, dado que en la orientación 3 es la única anisotropía que se observa. Este comportamiento sugiere que la anisotropía de la matriz amorfa es diferente a la anisotropía de los nanocristales. Este comportamiento fue sugerido anteriormente [13].

Debido a que presenta una doble respuesta RFM, la dependencia angular del H_{Res} no se puede modelar con las ecuaciones de Kittel, sin embargo, es posible discriminar la respuesta de la matriz amorfa de la respuesta de los nanocristales y determinando así, que el comportamiento únicamente es debido a la matriz amorfa que es determinado en la sección 4.3.1.3. El comportamiento angular de la parte nanocristalina no se puede modelar dado que el tamaño de los nanocristales y la distribución no es homogénea.

En la figura 4.40 se muestra el detalle de los dos modos de absorción el correspondiente a los nanocristales se localiza alrededor de campos bajos mientras la respuesta de la matriz amorfa se encuentra en la misma región que el mostrado en las demás orientaciones.

En la figura 4.41 se muestra la respuesta de H_{res} como función de las variaciones angulares.

Dentro del modelo de Herzer [5] se establece que para una aleación amorfa con nanocristales existe un acoplamiento entre sus anisotropías y en consecuencia el proceso de magnetización

es en conjunto solo uno. Sin embargo esta consideración se establece para una sola orientación que corresponde a la orientación 1 donde se observa únicamente una sola resonancia ferromagnética. En el caso de la orientación 3 se observa un desacoplamiento entre la matriz amorfa y los nanocristales resultado de la alta sensibilidad del sistema con las geometrías.

Sin embargo, dentro de este modelo falta establecer la dependencia del comportamiento magnético bajo la perturbación de un campo H_{ac} , así como la dinámica de los procesos magnetización dependientes de la orientación de los campos H_{dc} y H_{ac} .

Con este resultados se demuestra que existe un acoplamiento entre la matriz amorfa y los nanocristales pero para ciertas condiciones geométricas, de esta forma es posible establecer las condiciones experimentales para observar un desacoplamiento, cuando la respuesta de la matriz amorfa es comparable con la respuesta de los nanocristales, que es precisamente la excitación de campos altos ac dentro del plano de la muestra.

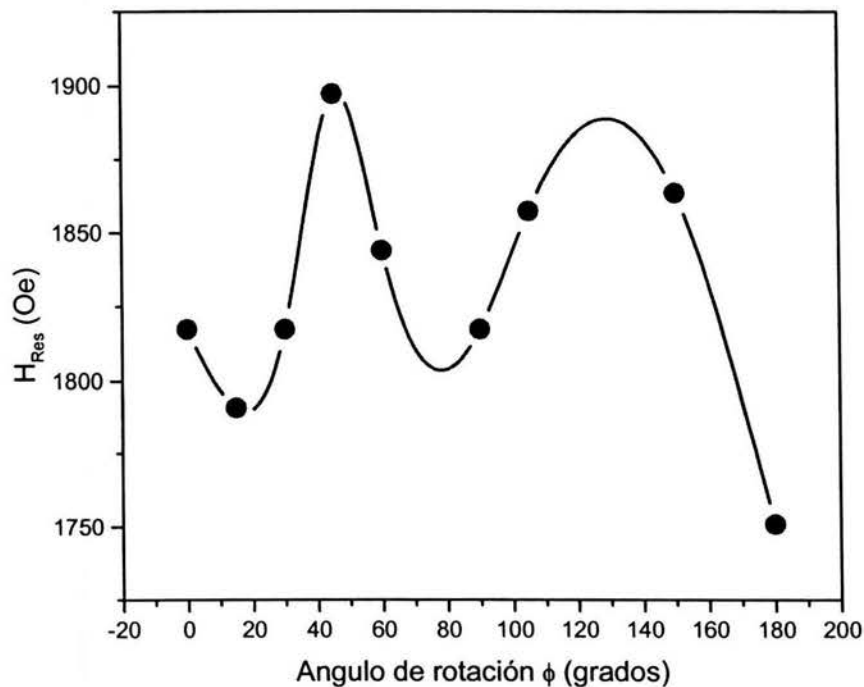


Figura 4.41.- Dependencia angular del campo para la aleación nanocompuesta de resonancia para la orientación 3

4.3 ANÁLISIS DE LA SEÑAL A CAMPO BAJO (SCB).

La señal a campo bajo (SCB) sigue la metodología de los ciclos de histéresis magnética presentes en materiales ferro y ferrimagnéticos, es decir, esta señal se presenta alrededor de campo magnético cero en mediciones RFM en las aleaciones ricas en Co. En investigaciones anteriores [14, 15] se identifica esta respuesta como debida a procesos magnéticos a altas frecuencias. Sin embargo existe una controversia sobre naturaleza resonante o no resonante de esta señal [16, 17]. Esta absorción es debida a diferentes procesos y mecanismos disipativos, originados por diferentes regímenes de movimiento e interacción entre espines a altas frecuencias aunado a la presencia del efecto de piel.

La técnica de medición es clave para la obtención de esta respuesta ya que se requiere de un barrido desde campos magnéticos negativos a positivos [18, 19]. Esta técnica fue empleada inicialmente en estudios de superconductores de alta temperatura crítica [20, 21, 22]

En la figura 4.42 y 4.43. se muestra la absorción de microondas de la aleación magnética amorfa rica en Co para dos configuraciones diferentes correspondientes a la orientación 1 y 2 (ver sección 3.5). Registrándose en ambos casos dos absorciones a diferentes regiones de campo magnético. La primera a campos altos que corresponde a la absorción de resonancia ferromagnética RFM, y la otra señal centrada a campo magnético cero (SCB).

La SCB se caracteriza principalmente por ubicarse alrededor de campo cero, tener histéresis y una fase inversa a la respuesta RFM de las aleaciones estudiadas. Estas características de la SCB determinan que esta absorción es de naturaleza diferente a la que da origen a la absorción RFM. Esto es concluido a partir de que las condiciones específicas de resonancia no se satisfacen plenamente; además que la presencia de histéresis involucra procesos no uniformes de magnetización y la fase inversa determina un mínimo de absorción. Sin embargo, en la actualidad es un tema de controversia, debido a que se ha propuesto que para frecuencias menores a GHz esta SCB sea una huella de RFM [23]; en otros casos se considera que MI es un absorción RFM [24]. Por lo que se establece que para altas frecuencias la SCB sea otra RFM. Se tienen antecedentes de que existen resonancias a campos cercanos a cero en muestras no saturadas, donde la estructura de dominio de paredes contribuye a este fenómeno [25, 26]. Sin embargo, la respuesta donde ocurre esta resonancias no sucede estrictamente en campo cero. A continuación se establecen las diferencias experimentales

entre MI y RFM, además se establecen los posibles procesos que detectan ambas técnicas. Cabe señalar que algunos autores establecen que la SCB es resonante, en consecuencia MI se encuentra relacionada con un proceso resonante, es necesario hacer énfasis de que el carácter resonante se restringe a un modelo clásico, donde cualquier proceso de absorción es resonante a cualquier frecuencia.

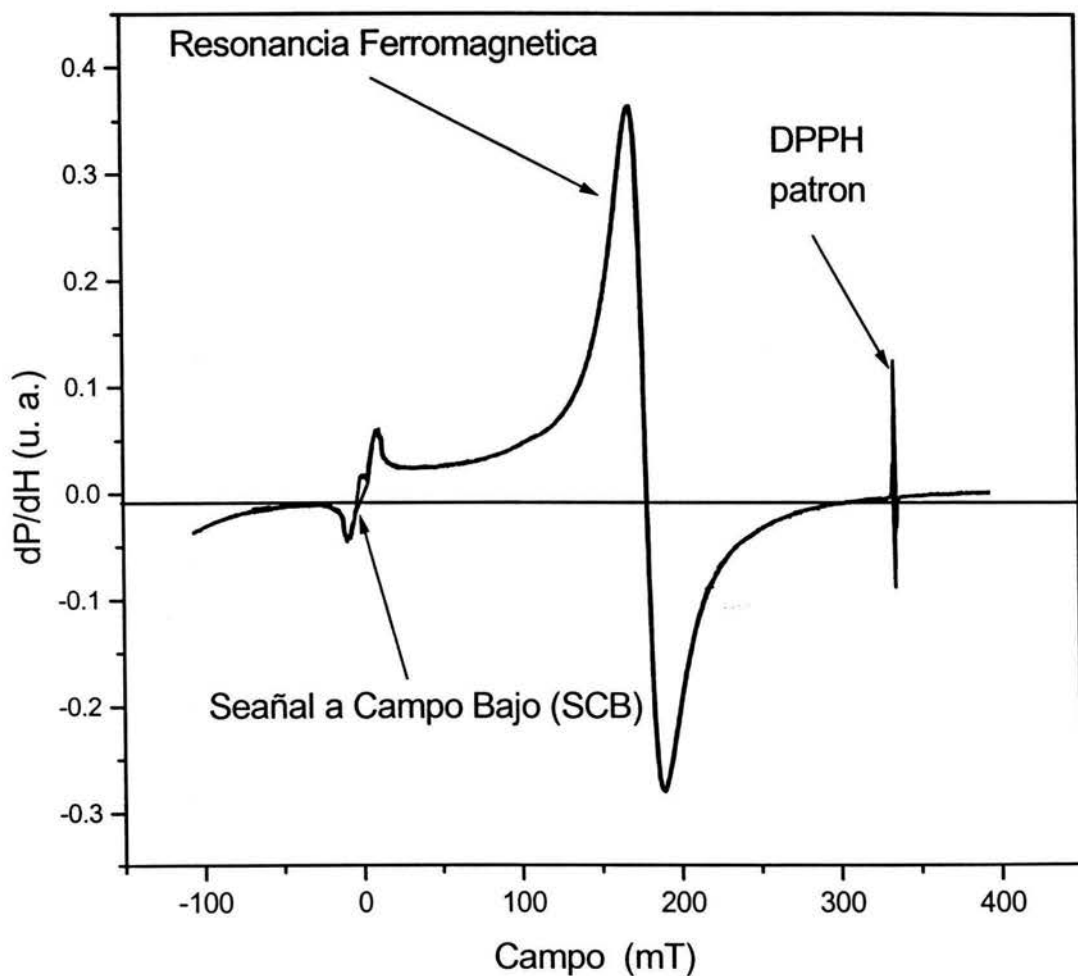


Figura 4.42.-Espectro de RFM de la aleación amorfa rica en Co orientación1.

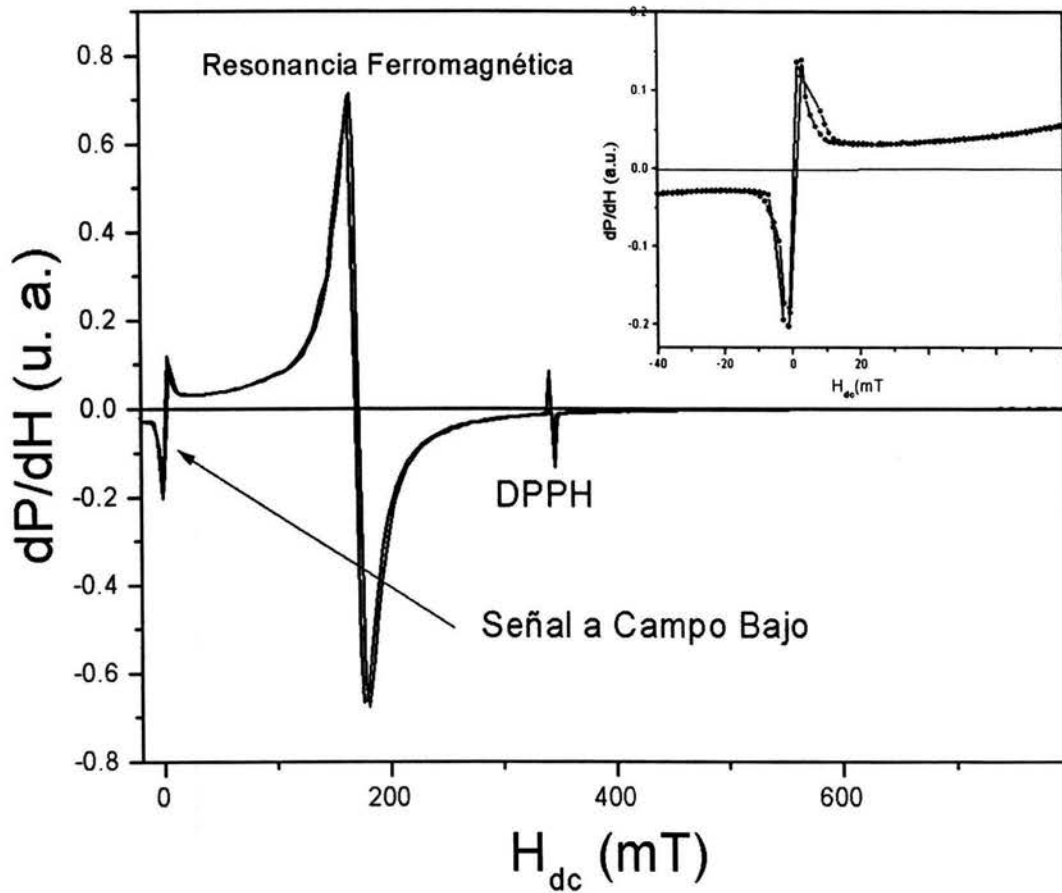


Figura 4.43.-Espectro RFM extendido de la aleación amorfa rica en Co en la orientación 2. En el inset se muestra detalle de la SCB.

Se realizaron mediciones SCB para las tres orientaciones estudiadas en la sección anterior (sección 3.5), determinándose que la SCB presenta diferente comportamiento para cada orientación como se observa en la figura 4.44. Esto sugiere que esta señal depende fuertemente de la anisotropía del sistema y de la geometría del arreglo experimental. Para la orientación 1 se observa un respuesta con histéresis, con ancho de pico a pico es de 0.006 mT (60 Oe). En la orientación 2 se observa una ligera histéresis y un ancho de pico a pico de 0.0017 mT (17 Oe). En la orientación 3 se presenta la respuesta más compleja con un fuerte carácter de histéresis con ancho de pico a pico de 0.0028 mT (28 Oe). Todas las señales detectadas presentan fase inversa. El origen de este comportamiento es debido a la posición del campo H_{ac} en relación con el eje de fácil magnetización:

1. En la orientación 1; el eje de fácil magnetización es paralelo H_{ac} , originado que los procesos de magnetización que ocurren sean no uniformes.
2. En la orientación 2; el eje de fácil magnetización es perpendicular a H_{ac} , esta orientación coincide con la geometría empleada en MI, los procesos que ocurren son más eficientes y homogéneos.
3. En la orientación 3; el campo H_{ac} es normal a la superficie de la muestra y perpendicular al eje de fácil magnetización.

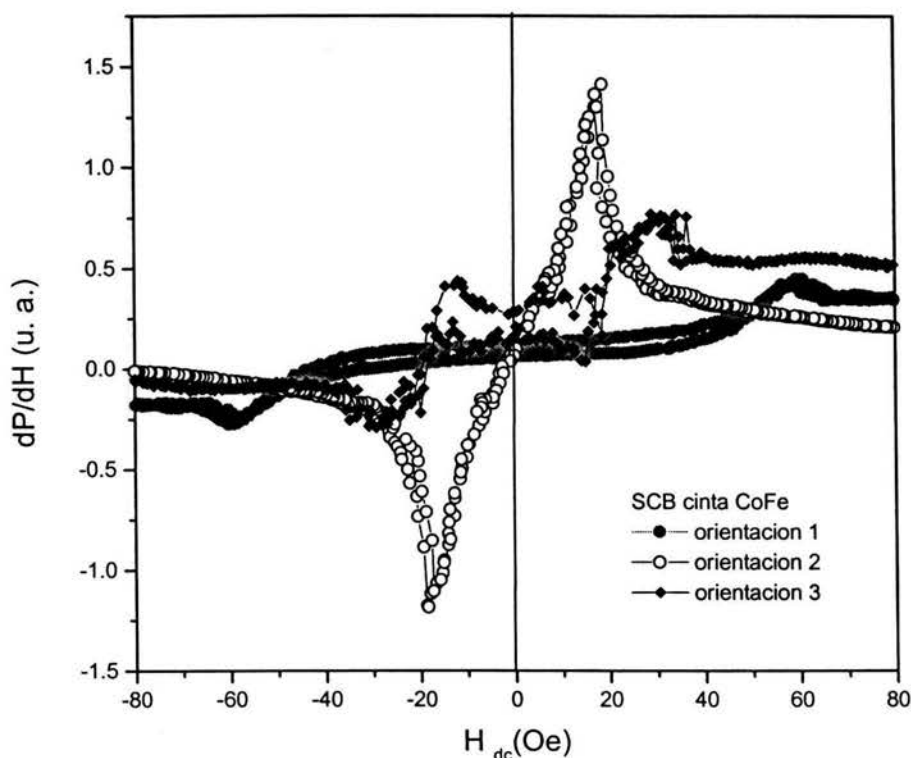


Figura 4.44 Mediciones de SCB para la aleación amorfa rica en Co en las tres orientaciones diferentes (1, 2, 3).

De acuerdo con los resultados anteriores es posible discriminar la orientación 1 y 3 para establecer una comparación entre las técnicas MI y RFM dado que presentan el mismo arreglo geométrico experimental. De tal forma se puede realizar una correlación entre las técnicas de medición MI y SCB en los mismos intervalos de campo H_{dc} . En la figura 4.45 se observa esta comparación donde se detecta que los picos máximos de MI coinciden con el

mínimo y el máximo de la SCB, tales rasgos determinan el valor del campo de anisotropía. Esta coincidencia nos permite correlacionar ambas mediciones y establecer que los procesos que originan estas respuestas son los mismos, sin establecer con ello que las técnicas sean idénticas, es decir, que en condiciones particulares estas técnicas pueden ser equivalentes.

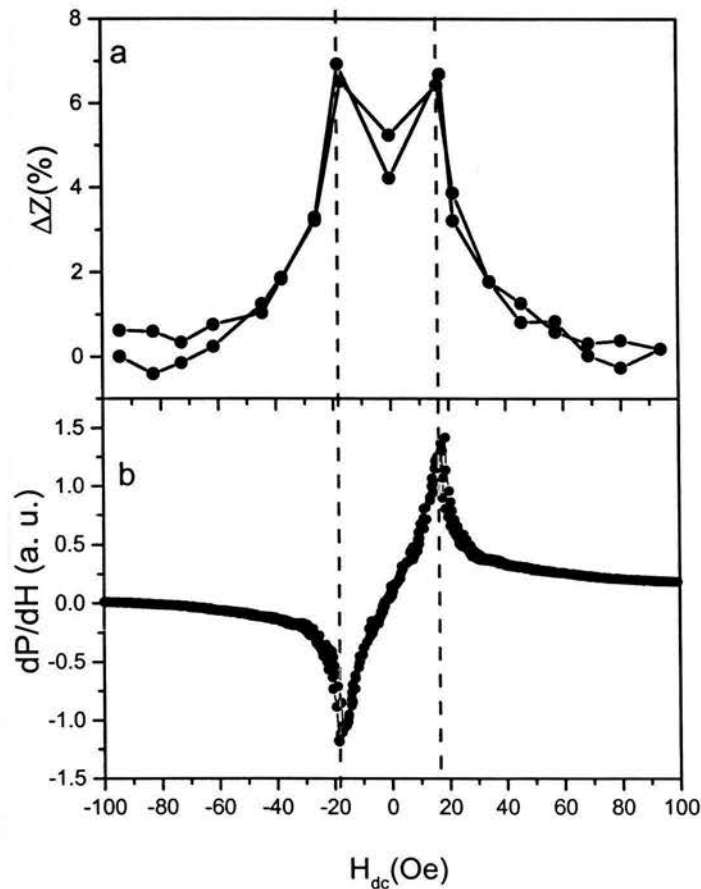


Figura 4.45 Correlación entre las mediciones a) MI y b) SCB para la aleación amorfa rica en Co.

Adicionalmente se realizó una comparación entre las técnicas VSM y SCB, observándose que existe una correlación similar con MI como se observa en la figura 4.46. Esto establece que los procesos que originan la absorción SCB están relacionados con los procesos de magnetización antes de llegar a la saturación. Para altas frecuencias, estos procesos involucran el cambio en la dirección de la magnetización dentro de los dominios debido a la rotación de espín y la respuesta superficial causada por el efecto de la penetración de piel.

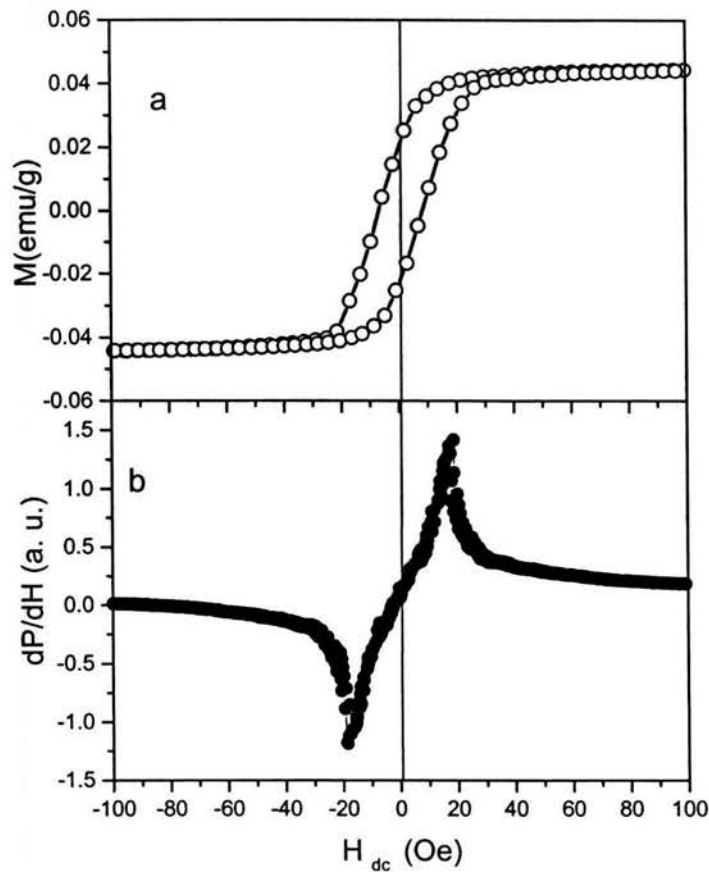


Figura 4.46 Correlación entre las mediciones a) VSM y b) SCB para la aleación amorfa rica en Co.

Estos resultados sugieren que la naturaleza de los mecanismos que dan origen a la absorción SCB es el cambio de la permeabilidad en función del campo H_{dc} hasta llegar a la saturación; debido a la excitación a las altas frecuencias es una respuesta inducida por la superficie de la muestra. Este comportamiento coincide con el fenómeno que ocurre en MI.

Por tal motivo, podemos establecer que la respuesta SCB queda completamente identificada como una absorción originada a procesos de magnetización (rotación de espín y penetración de piel) y es en esencia diferente a la absorción resonante RFM.

De esta forma se establece una correlación experimental entre SCB y MI, y no con RFM. En un trabajo previo se consideran que la respuesta MI no es formalmente una respuesta RFM

[27], por el contrario determina que en MI son otros los procesos que ocurren a altas frecuencia. En este trabajo se demuestra experimentalmente que efectivamente MI no se correlaciona con RFM, por el contrario se establece una clara correlación entre las señales de absorción MI y SCB.

Las diferencias experimentales entre RFM y MI son en primera estancia la frecuencia de operación, por otra parte en RFM se observa únicamente la parte disipativa (Z'' - impedancia imaginaria) y en MI se obtienen ambas componentes de la impedancia compleja. Sin embargo, es posible establecer una correlación entre estas respuestas a pesar que existen ciertas diferencias experimentales. De esta forma, podemos establecer que la naturaleza de la señal SCB es debida a la rotación de espín por la excitación del campo H_{ac} y a los cambios de volúmenes en los dominios magnéticos en función del campo H_{dc} . Presentandose además una competencia entre la absorción de la rotación de espín y los dominios magnéticos con el efecto de piel que se presenta a estas frecuencias.

Una demostración sencilla de que la SCB no es de carácter cuántico, es empleando el vector de Poynting complejo que surge de la teoría electromagnética clásica

$$\hat{S} = [\hat{E}(\vec{r}) \times \hat{H}^*(\vec{r})] \quad (4.7)$$

cuya parte real es justamente la densidad de potencia de tiempo Promedio [28]. Por lo tanto la densidad de absorción estará expresada a través del vector de Poynting promedio como:

$$S = \text{Re}(EH^*) \quad (4.8)$$

donde $\text{Re}(x)$ es la parte real del argumento. Empleando la definición de la impedancia superficial $Z_s = \frac{E_s}{H_s}$, la densidad de absorción superficial será expresada como:

$$S_s = \frac{1}{2} |H_{ac}|^2 \text{Re}(Z_s) = \frac{1}{2} |H_{ac}|^2 R_s \quad (4.9)$$

donde $R_s = \text{Re}(Z_s)$ es la resistencia superficial que corresponde a la parte real de la impedancia y H_{ac} es la magnitud del campo magnético AC, de tal forma la potencia absorbida por la muestra será

$$S_s = P = H_{ac}^2 \text{Re}(Z_s) \quad (4.10)$$

Por otra parte la impedancia superficial se puede determinar con la siguiente expresión:

$$Z_s = \frac{E_s}{\int J_{TOT} dx} = \frac{E_s}{H_s} \quad (4.11)$$

donde $J_{TOT} = J_0 e^{-\gamma y}$. Por lo tanto

$$\int J_{TOT} = \int_0^{\infty} J_0 e^{-\gamma y} = \frac{-J_0}{\gamma} \left[e^{-\gamma y} \right]_0^{\infty} = \frac{J_0}{\gamma}$$

γ es la constante de Propagación compleja definida como:

$\gamma = \sqrt{j\omega\mu(\sigma + j\omega\epsilon)}$ para buenos conductores se tiene que $\sigma \gg \omega\epsilon$ en consecuencia se puede ignorar la contribución de $\omega\epsilon$ por ser insignificante, por lo que $\gamma = \sqrt{j\omega\mu(\sigma)}$, que al sustituir en la integral se tiene: $\frac{J_0}{\sqrt{j\omega\mu(\sigma)}}$ y sustituyendo en la impedancia superficial

tenemos:

$$Z_s = \frac{E}{\frac{J_0}{\sqrt{j\omega\mu\sigma}}} = \frac{1}{\sigma} \sqrt{j\omega\mu\sigma} \quad (4.12)$$

Dado que $\sqrt{j} = 1 \pm j$, por lo tanto:

$$Z_s = (1 - j) \frac{1}{\sigma \delta}$$

De esta forma la parte real de la impedancia superficial es $\text{Re}(Z_s) = R_s = \frac{1}{\sigma \delta} = \sqrt{\frac{\omega \mu}{2 \sigma}}$ y sustituyendo en la potencia de absorción tenemos que para altas frecuencias la absorción se presenta mediante

$$S_s = P = H_{ac}^2 \text{Re}(Z_s) = H_{ac}^2 \frac{1}{\sigma \delta} \quad (4.13)$$

Esto es la densidad de absorción a altas frecuencias esta determinada por el inverso de la conductividad y de la penetración de piel excitados por un campo H_{ac} constante.

Por otra parte la energía de absorción por unidad de volumen y tiempo es [28]

$$P = \frac{\omega}{2\pi} \oint H dM \quad (4.14)$$

y considerando la absorción por rotación de espín en materiales magnéticos.

$$P = \frac{\omega}{2\pi} \oint H_{ac} (\chi' \cos \omega t + \chi'' \sin \omega t) H_{ac} d(\cos \omega t)$$

$$P = \frac{\omega}{2} (H_{ac})^2 \chi''(\omega) \quad (4.15)$$

Por lo tanto se presentara absorción por rotación de espines que serán afectados por la penetración de piel de acuerdo a la ecuación(4.13).

Como caso particular cuando $\omega = \omega_0 = \gamma \mu_0 H_0$ que corresponde a la ecuación de Larmor, la absorción es debida a la presesión de espines que corresponde a la resonancia ferromagnética.

Por lo que en experimentos de RFM es posible obtener absorciones no resonantes cuánticas (SCB) y absorciones resonantes cuánticas (Resonancia Ferromagnética)

REFERENCIAS

- [1] M. Vazquez, P. Marin, H. A. Davies and A. O., Olofinjana, *Appl. Phys. Lett.*, 64, 23 (1994).
- [2] Gomez Polo, et. al. *Phys. Rev.*, 25, 3396 (1996).
- [3] J. I. Betancourt, Tesis de maestría: "propiedades Magnéticas en aleaciones nanoestructuradas", UNAM-IIM, 1997.
- [4] G. Herzer, *IEEE Trans. Magn.*, 26, 1397 (1990).
- [5] G. Herzer, *IEEE Trans. Magn.*, 25, 3327 (1989).
- [6] M. Rivore and J. Suran, *J. Appl. Phys.* 78(3), 1899 (1995).
- [7] O. Kohmoto, *J. Magn. Magn. Mat.* 280,262, (2003).
- [8] V. Siriguri and S. N. Kaul, *J. Phys. Cond. Matter*, 8, 4545 (1996).
- [9] C. Kittel, *Phys Rev.*, 76, 743 (1949).
- [10] J. M. Garcia-Beneytez, F. Viani, L. Brunetti, H. Garcia -Miquel and M. Vazquez, *Sens. Act.* 81, 78 (2000).
- [11] P.E. Tannewald, *Phys. Rev.* 99(2), 463 (1955).
- [12] J. O. Artman, *Phys. Rev.* 105(1), 74 (1957).
- [13] G. Suran, H. Ouahmane and D. H. Shin, *J. Appl. Phys.* 91(10), 8429 (2002).
- [14] F. J. Owens, *J. Phys. Chem. Solids* 58, 1311 (1997).
- [15] R. R. Rakhimov, H. R. Ries, D. E. Jones, L. B. Glebov and L. N. Glebova, *Appl. Phys. Lett.* 76, 751 (2000).
- [16] A. Yelon, D. Ménard, M. Britel and Ciureanu, *App. Phys. Lett.* 69, 3084 (1996).
- [17] D. P. Makhnovskiy, L.V. Panina and J. Mapps, *Phys. Rew. B*, 63, 144424, (2001).
- [18] G. Alvarez and R. Zamorano; *J. Alloys Comp.* 231, 369 (2004).
- [19] H. Montiel. G. Alvarez, M. P. Gutiérrez, R. Zamorano and R. Valenzuela, *J. Alloys Comp.* 141, 369 (2004).

- [20] A. I. Veinger, A. G. Zabrodskii and T. V. Tisnek, *Phys. Stat. Sol. (b)* 218, 189 (2000).
- [21] F. J. Owens, *J. Phys. Chem. Solids* 58, 1311 (1997).
- [22] R. R. Rakhimov, H. R. Ries, D. E. Jones, L. B. Glebov and L. N. Glebova, *Appl. Phys.*
- [23] A. Yelon, D. Menard, M. Britel and P. Ciureanu, *Appl. Phys. Lett.* 69, 20, (1996).
- [24] M. Knobel, M Vazquez and L. Kraus, *Handbook of Mag. Mat. Chaper 5*, Ed. Elsevier Science (2003)
- [25] M. Domínguez, J.M. García-Beneytez, M. Vázquez, S.E. Lofland and S.M. Bhagat, *J. Magn. Magn. Mater*, 117, 249, (2002).
- [26] J.M. García-Beneytez, F. Vinai, L. Brunetti, H. García-Miquel and M. Vazquez, *Sensors & Act.*, 81, 78, (2000).
- [27] D. P. Makhnovskiy, L.V. Panina and J. Mapps, *Phys. Rew. B*, 63, 144424, (2001).
- [28] J. D. Jackson, "Classical Electrodynamics", Ed. John Wiley & Sons N. Y. (1990)

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

5.1 NANOCRISTALIZACIÓN DE ALEACIONES RICAS EN Co

Las aleaciones ricas en Co estudiadas, (la inicialmente amorfa y la inicialmente con nanocristales) presentaron procesos diferentes de nanocrystalización. Esto es debido a que los procesos de tratamiento térmico no presentan la propiedad de superposición, es decir, el material amorfo no tiene las mismas etapas de nanocrystalización que la aleación nanocompuesta, por el contrario son procesos diferentes y esto afecta las propiedades magnéticas.

De esta forma la aleación inicialmente amorfa presenta el mayor ablandamiento a los 10 minutos de tratamiento térmico mientras que la aleación con nanocristales iniciales presenta un ligero ablandamiento magnético a los 5 minutos. Esto se determina mediante el incremento relativo de L_r obtenido mediante la técnica de EI.

También se ve afectada la anisotropía debido a las diferentes condiciones iniciales de la microestructura en estas aleaciones. En la aleación amorfa se observa un crecimiento gradual de la anisotropía en ambas direcciones: longitudinal y transversal; es consecuencia de que el crecimiento de los nanocristales es más homogéneo.

En la aleación nanocompuesta se ve una clara tendencia a una respuesta longitudinal mientras que la respuesta en la dirección transversal es casi nula, esto se debe al rápido crecimiento de los nanocristales ya existentes.

La técnica de EI (Espectroscopia de Inductancias) es sensible a los cambios de permeabilidad en las aleaciones magnéticas debidos a los tratamiento térmicos,

por lo que se establece la evolución de las propiedades magnéticas de las aleaciones estudiadas mediante la variación de la inductancia real en función del tiempo del tratamiento térmico.

5.2 RESONANCIA FERROMAGNÉTICA (RFM)

El estudio de la resonancia ferromagnética de las aleaciones (sin tratamiento térmico) amorfa y nanocompuesta, presenta una fuerte dependencia de la orientación del campo con la muestra.

En las orientaciones 1 y 2 se presentaron comportamientos similares en las aleaciones amorfa y nanocompuesta. Esto se explica por la fuerte anisotropía de forma. En estas orientaciones se considera como respuesta única y puede ignorarse cualquier otro tipo de anisotropía.

En la orientación 3 por el contrario se elimina la anisotropía de forma y se presenta la anisotropía inducida al sistema, por la solidificación ultra-rápida, lo cual hace diferentes las respuestas de las aleaciones.

En la aleación amorfa se presenta un comportamiento único de la fase amorfa observándose dos máximos. Debidos posiblemente a que la anisotropía intrínseca no es totalmente longitudinal, en consecuencia presenta una distribución de anisotropías orientadas preferencialmente en forma longitudinal, esta anisotropía puede ser inducida por el método de obtención como ocurre en los hilos magnéticos.

En la aleación nanocompuesta se observa un desacoplamiento entre la fase nanocristalina y la fase amorfa. Este desacoplamiento es importante debido a que tanto los materiales amorfo como nanocompuesta se estudian bajo el modelo de anisotropía aleatoria variable (AAV) de Herzer y una de las condiciones iniciales es el acoplamiento de la fase amorfa con la nanocristalina. Sin embargo, este desacoplamiento puede ser resultado de la presencia no homogénea de los nanocristales.

5.3 SEÑAL A CAMPO BAJO (SCB)

El estudio de la respuesta de la aleación a campos bajos fue de interés debido a que el origen de esta señal aun se encuentra en discusión. En este trabajo de investigación se propone una demostración en donde se relaciona con la parte real de la Impedancia, en consecuencia el origen de esta señal es debida a procesos disipativos asociados con la magnetización. La aparición de histéresis y la fase inversa a la señal RFM sugiere fuertemente que esta respuesta es no resonante,; además que no satisface la ecuación de resonancia de Larmor.