



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

“ESTUDIO DE LA PERMEABILIDAD MAGNETICA DE IMANES PERMANENTES”

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

F I S I C A

P R E S E N T A :

JULIA SUSANA PATIÑO LARRETA

DIRECTOR DE TESIS: DR. RAUL ALEJANDRO VALENZUELA MONJARAS



FACULTAD DE CIENCIAS UNAM

2005



FACULTAD DE CIENCIAS SECCION ESCOLAR

m346221



Universidad Nacional
Autónoma de México



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.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AVENIDA DE
MEXICO

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el contenido de mi trabajo recepcional.

NOMBRE: Patiño Larreta Julia Susana
FECHA: 30-06-2005
FIRMA: [Signature]

ACT. MAURICIO AGUILAR GONZÁLEZ
Jefe de la División de Estudios Profesionales de la
Facultad de Ciencias
Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo escrito:
"Estudio de la Permeabilidad Magnética de Imanes Permanentes"

realizado por Patiño Larreta Julia Susana

con número de cuenta 07594227-8 , quien cubrió los créditos de la carrera de: Física

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente

- Director de Tesis Propietario Dr. Raúl Alejandro Valenzuela Monjarás
- Propietario Dr. Alipio Gustavo Calles Martínez
- Propietario Dra. María del Pilar Gutiérrez Amador
- Suplente Dr. José Israel Betancourt Reyes
- Suplente Fís. Raúl Espejel Paz

[Handwritten signatures of Raúl Alejandro Valenzuela Monjarás, Alipio Gustavo Calles Martínez, and María del Pilar Gutiérrez Amador]

[Handwritten signature of José Israel Betancourt Reyes]

Consejo Departamental de Física

[Handwritten signature of Alicia Zarzosa Pérez]

M. EN C. ALICIA ZARZOSA PÉREZ
FACULTAD DE CIENCIAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA



DEDICATORIA

A la memoria de mi gran amigo, compañero y esposo, gracias Esteban.

A la memoria de mis padres, Marcia y Porfirio.

A la memoria de mi hermano Rodrigo.

. Les extraño.

A mis queridas hijas, Noriko y Midori, cuyo amor y comprensión me alimentan para seguir adelante cada día. Gracias por su apoyo.

Con cariño a mis hermanos Porfirio y Jaime.

A mi cuñada y sobrinos que conforman mi gran familia.

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Raúl A. Valenzuela M. jefe del grupo de investigación de materiales magnéticos, por permitirme trabajar en uno de sus proyectos, por su gran apoyo, por sus enseñanzas, por sus atinados comentarios, por dar seguimiento y continuidad para concluir el presente trabajo.

Al Profesor Raúl Espejel P, por brindarme su apoyo incondicional, sus comentarios e importantes observaciones durante la realización de este trabajo.

De igual manera agradezco al Dr. Alipio Calles M., al Dr. Israel Betancourt R. por su atenta disposición, comentarios y asesorías en la revisión de presente trabajo.

Quiero agradecer a la Dra. Ma. Del Pilar Gutierrez A. por brindarme su tiempo y apoyo, su atenta disposición y sus invaluable comentarios que enriquecieron este trabajo.

Quiero expresar mi gratitud a la Dra. Herlinda Montiel S. por su amable disposición y por sus valiosos consejos para mejorar este trabajo.

A mis compañeros de laboratorio del grupo de propiedades magnéticas del IIM:, M. en C. Raúl Ortega Z., I.Q. Miguel Chávez G., Quím. Pilar Roman G., Fis. Verónica L. Barrera C., M. en C. Guillermo M. Herrera P. por sus valiosos consejos para mejorar la exposición de este trabajo.

A Esteban Amano Toyomoto por la ayuda en cuanto al diseño y construcción del dispositivo utilizado para la realización de este trabajo.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales por todo el apoyo y las facilidades brindadas para el uso de sus instalaciones y la elaboración de este trabajo de tesis. Gracias a todo el personal, tanto administrativo como académico por su disposición y ayuda otorgada.

A la Facultad de Ciencias de la UNAM por darme la oportunidad de realizar mis estudios.

ÍNDICE

Resumen	3
Objetivos	4
Prólogo	4

Capítulo I

Propiedades magnéticas	5
I.1 Conceptos básicos	6
I.2 Orden magnético	10
Diamagnetismo	10
Paramagnetismo	11
I.2.1 Interacción de intercambio.....	12
Ferromagnetismo	13
Antiferromagnetismo	15
Ferrimagnetismo	16
I.3 Anisotropía magnética	17
I.4 Magnetostricción	18
I.5 Dominios magnéticos	19
I.6 Mecanismos de magnetización	20
I.7 Histéresis	23

Capítulo II

Ferritas	26
II.1 Tipos de ferritas	27
Ferrita suave	28
Ferrita dura	30
II.2 Aplicaciones de ferritas	32
II.3 Métodos de obtención de ferritas	34

Capítulo III

Desarrollo experimental	36
III.1 Dispositivo experimenta	36
III.1.1 Funcionamiento del sistema experimental	37
III.1.2 Componentes del dispositivo experimental	40
III.1.3 Descripción analítica de cada etapa	43
III.1.4 Calibración del dispositivo experimental	46
III.2 Mediciones experimentales	49
III.2.1 Preparación de ferritas de bario	49
III.2.2 Descripción de las mediciones	54
III.2.3 Procedimiento en las mediciones	56
III.2.4 Medición de las ferritas producidas en el laboratorio	60

Capítulo IV

Resultados experimentales	62
IV.1 Presentación de gráficas experimentales	63
IV.1.1 Secuencia con respecto a la razón de calentamiento	66
IV.2 Presentación de resultados	77
IV.2.1 Interpretación de los resultados	78
IV.3 Análisis de los resultados	81
IV.4 Conclusiones	84

Índice de Símbolos	86
Referencias y Bibliografía	87
Apéndice I	90

RESUMEN

En este trabajo se estudió la permeabilidad magnética inicial en función de la temperatura en imanes permanentes de ferrita de bario. En estos materiales la permeabilidad inicial es muy pequeña, por lo que fue necesario el diseño y construcción de un dispositivo de gran sensibilidad en función de la temperatura, cuyos datos se registraron directamente en una graficadora X - Y. Con este dispositivo se detectó que la rapidez de calentamiento fue distinta con respecto a la de enfriamiento sugiriendo que la forma de la curva de transición ferro-paramagnética depende fuertemente de la rapidez con la cual se calienta o se enfría el imán. De esta forma se estudió una muestra de ferrita de bario no magnetizada, obtenida en el laboratorio, a variaciones finas de rapidez de calentamiento, encontrándose que hay una dependencia en la forma de la curva con dicha rapidez, así como en el valor de su temperatura de transición, la cual tiene una modificación con respecto a su valor característico hasta de un 12 %. Se encontró que la diferencia puede evitarse si la rapidez en la variación de temperatura es inferior a 1 °C/min.

El análisis de los resultados obtenidos permite establecer la existencia de dos gradientes térmicos, en particular, uno dentro de la muestra y otro entre la muestra y el termopar, los cuales se detectan para diferentes rapidezces de calentamiento, cuyo intervalo de variación fue de 40.2 °C/min hasta 0.56 °C/min. En la mayor parte de los experimentos se utilizó un sistema de adquisición de datos para establecer la rapidez de calentamiento. Los experimentos se realizaron calentando la muestra ya que para estas condiciones fue posible controlar el cambio de temperatura con respecto al tiempo ($\Delta T / \Delta t$) y mantenerlo constante.

OBJETIVOS

Sintetizar en el laboratorio ferritas del tipo $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ con la técnica de preparación de los cerámicos tradicionales.

Diseñar y construir un dispositivo de alta sensibilidad para medir permeabilidades pequeñas como es el caso de las ferritas duras.

Evaluar la permeabilidad magnética inicial en imanes permanentes en función de la temperatura.

PRÓLOGO

El presente trabajo consta de 4 capítulos, a continuación se hace una breve descripción del contenido en cada uno de ellos.

En el **capítulo I** se presentan los antecedentes y definiciones de los materiales cerámicos magnéticos y se describen brevemente en términos de la susceptibilidad, los materiales Diamagnéticos, Paramagnéticos, Ferromagnéticos, Ferrimagnéticos y Antiferromagnéticos.

En el **capítulo II** se describen algunos tipos de ferritas, se mencionan algunas de sus múltiples aplicaciones y se describe el método tradicional de cerámicos para la elaboración de ferritas.

En el **capítulo III** se presentan las partes que conforman el aparato que se diseñó y construyó en el laboratorio, el cual fue punto primordial para poder estudiar las ferritas de bario. Además se describe la forma como se llevo a cabo las mediciones para su calibración y también mediciones de ferritas conocidas para determinar la confiabilidad del mismo. Se detalla además la elaboración y condiciones empleadas para la preparación de las ferritas de bario que se prepararon para este estudio.

En el **capítulo IV** se muestran las gráficas así como los resultados obtenidos de la caracterización. Se presenta el análisis detallado de los resultados, finalizando el presente trabajo con la presentación de las conclusiones.

CAPÍTULO I

PROPIEDADES MAGNÉTICAS

Introducción

Tradicionalmente el comportamiento magnético se asoció con los óxidos, como es la magnetita (Fe_3O_4). De hecho, las "piedras cargadas" que utilizaron los antiguos marinos para ayudarse en la navegación consistían en piezas de magnetita, material que abundaba en la región de Magnesia, en Asia Menor. Lugar de donde se cree, surgió el nombre de *magnetismo* ^[1].

El magnetismo es un fenómeno que se ha estudiado desde la antigüedad. Se sabe que los griegos tenían varias "teorías" para explicar porqué la magnetita atraía al hierro, sin embargo, hace poco mas de 180 años, Faraday demostró que todos los cuerpos tienen un comportamiento magnético; hoy en día se sabe que el magnetismo es una propiedad característica que presentan todos los materiales conocidos, es decir, de alguna u otra forma los materiales son magnéticos, aunque en buena parte de estos, los efectos magnéticos que presentan sean pequeños.

En los últimos años se han estudiado con mucho interés, las propiedades de los materiales cerámicos magnéticos o "imanes cerámicos". Estos son un grupo de óxidos, a los que también se conoce como ferritas, donde se encuentran ZnFe_2O_4 , NiFe_2O_4 , $\text{PbFe}_{12}\text{O}_{19}$, $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ y $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$, entre muchos otros ^[2], incluyendo soluciones sólidas como por ejemplo $\text{Ba}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$ o bien $\text{BaFe}_{12-x}\text{Ni}_x\text{O}_{19}$. Así, una ferrita es básicamente un óxido de hierro combinado químicamente con algún otro

metal. La estructura cristalina, composición química y tratamiento térmico determinan sus propiedades electrónicas. Al cambiar su composición química y estructura cristalina se puede obtener una variedad casi infinita de propiedades, lo que permite utilizarlas en un gran número de aplicaciones específicas. Las ferritas se pueden clasificar en suaves o duras dependiendo de sus propiedades magnéticas.

En la actualidad se están desarrollando ferritas para aplicarlas a dispositivos de altas frecuencia pues presentan una resistencia eléctrica muy alta y pueden operar a altas frecuencias sin pérdidas importantes de energía. El avance de la tecnología plantea la necesidad de elaborar materiales magnéticos que posean las propiedades que demanda cada aplicación en particular.

I.1 CONCEPTOS BÁSICOS

H. C. Oersted demostró en 1819 que los campos magnéticos pueden ser producidos por corrientes eléctricas y que la materia ordinaria está constituida por cargas eléctricas y no por cargas magnéticas, es decir, las únicas fuentes del campo magnético son las corrientes eléctricas. El comportamiento magnético está determinado principalmente por la estructura electrónica del material, proviene de corrientes circulares dentro de los átomos, debidas al movimiento orbital del electrón alrededor del núcleo y al giro del electrón (ó spín) sobre su propio eje; estos movimientos, orbital y de spín, son los que originan los momentos magnéticos. Las interacciones entre estos momentos magnéticos determina el tipo de orden magnético.

Debido a estos movimientos, cada electrón forma un pequeño circuito de corriente de dimensiones microscópicas el cual genera un pequeño campo magnético, por lo que puede describirse como un dipolo magnético. Por otra parte, ejemplos de dipolos magnéticos macroscópicos serían; un solenoide, un imán recto y una espira de corriente, los cuales se muestran en la figura I.1.

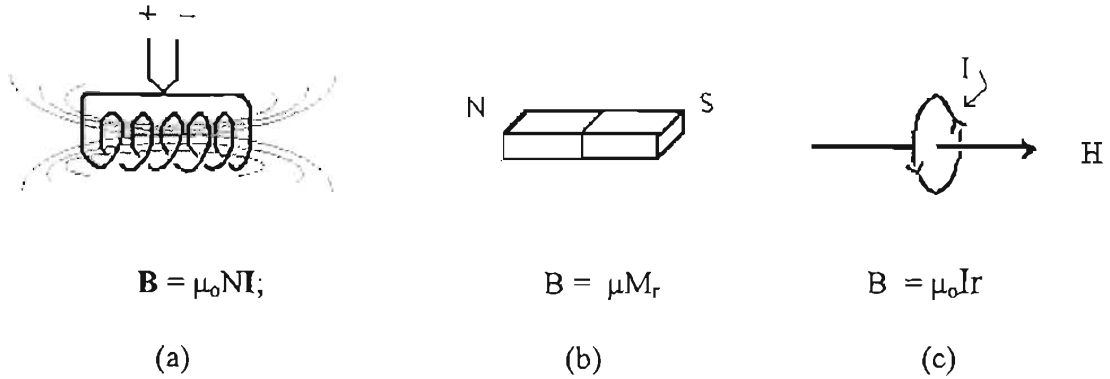


Figura. I.1 a) Solenoide, b) Imán recto, y c) Espira con corriente.

Ahora bien, estos movimientos tienen asociado un momento angular cuantizado; hay una unidad de momento magnético, en términos del cual se mide el momento del electrón orbitando o girando sobre su mismo eje, esta unidad de momento magnético se conoce como *magnetón de Bohr* ^[3]. Este valor se obtiene considerando la carga del electrón “q”, la constante de Planck “ħ” y la masa del electrón, “m”.

$$\text{Magnetón de Bohr} = \mu_B = q\hbar / 4\pi m = 9.27 \times 10^{-24} \text{ A m}^2$$

El momento magnético total del material es la suma vectorial de todos los momentos magnéticos individuales de los átomos. Casi todos los átomos en estado libre tienen un momento angular neto, por lo que también tienen momento angular magnético, pero cuando los átomos se combinan para formar moléculas o compuestos, los electrones interactúan de manera que el momento angular total es cercano a cero, excepto en los metales de transición y algunas tierras raras como Samario, Praseodimio y Neodimio.

Cada átomo se comporta como un dipolo magnético, sin embargo, en el níquel, hierro y cobalto, la interacción de intercambio hace que todos los dipolos estén alineados, aún en ausencia de un campo magnético aplicado, produciéndose una magnetización espontánea.

Cuando se aplica un campo magnético en el vacío, se producen líneas de flujo, esto se esquematiza en la figura I.2^[3], una mayor cantidad de líneas de flujo incrementa el trabajo que se puede realizar en el *campo magnético H* (en A/m). La

densidad de flujo magnético o inducción magnética **B** (en tesla) se relaciona con el campo aplicado mediante la ecuación:

$$\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H} \dots\dots\dots \text{Ec. I.1}$$

Con μ_0 , como la permeabilidad magnética del vacío, la cual es una constante y su valor en el sistema internacional de unidades es:

$$\mu_0 = 4 \pi \times 10^{-7} \text{ H/m.}$$

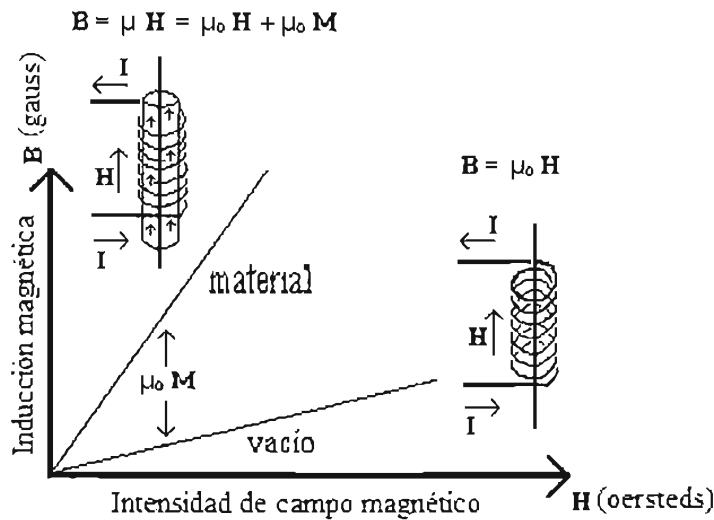


Figura I. 2 La corriente que pasa por una bobina establece un campo magnético H con una densidad de flujo B . La densidad de flujo es mayor cuando se coloca un núcleo magnético dentro de la bobina.

Una propiedad importante de los materiales magnéticos y que describe su comportamiento bajo la acción de un campo magnético es la magnetización M . Esta se define como el número de momentos magnéticos por unidad de volumen presentes en el material^[4]. La magnetización M (en A/m), representa también el incremento en la inducción magnética debida a la magnetización del material que a su vez depende del campo magnético aplicado, de modo que la inducción magnética que se produce dentro del sólido al aplicarle un campo externo H esta dada por la relación:

$$\mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{H} + \mu_0 \mathbf{M} \dots \dots \dots \text{I.2}$$

La ecuación anterior indica que el término $\mu_0 \mathbf{H}$, es producido por el campo externo y el término $\mu_0 \mathbf{M}$, es debido a la magnetización del medio.

Como la magnetización \mathbf{M} es proporcional al campo externo aplicado \mathbf{H} , existe una relación entre \mathbf{M} y \mathbf{H} dada por:

$$\mathbf{M} = \chi \mathbf{H} \dots \dots \dots \text{I.3}$$

Donde la constante de proporcionalidad χ es un parámetro característico de los materiales magnéticos y se conoce como *susceptibilidad magnética*.

Sustituyendo esta ecuación en I.2, podemos expresar la inducción magnética \mathbf{B} como:

$$\mathbf{B} = \mu_0 (1 + \chi) \mathbf{H} \dots \dots \dots \text{I.4}$$

Por lo tanto, \mathbf{B} y \mathbf{H} son proporcionales entre sí, esto es:

$$\mathbf{B} = \mu \mathbf{H} \dots \dots \dots \text{I.5}$$

Con $\mu = \mu_0 (1 + \chi)$,

La constante de proporcionalidad μ , es la *permeabilidad magnética* del material.

La ecuación I.5 nos indica que cuando se coloca un material en un campo magnético \mathbf{H} , se tiene una inducción magnética \mathbf{B} en el material, y se determina por la manera en que los dipolos magnéticos inducidos y permanentes interactúan con el campo. Si los momentos magnéticos refuerzan el campo aplicado, $\mu > \mu_0$.

Se puede describir la influencia del material magnético mediante la *permeabilidad relativa* $\mu_r = \mu / \mu_0$, y es una cantidad adimensional. Esta permeabilidad relativa se relaciona con la susceptibilidad mediante la siguiente relación:

$$\mu_r = \mu / \mu_0 = (1 + \chi) \dots \dots \dots \text{I.6}$$

Una gran permeabilidad relativa significa que el material tiene gran capacidad de magnetizarse con el campo magnético aplicado^[3]. Por ejemplo, hay materiales como el

hierro cuyo valor $\mu_r \approx 5000$ o bien ferritas con μ_r muy pequeña del orden de 2.5, sin embargo, se han reportado valores de hasta 40 000^[20]

I.2 ORDEN MAGNÉTICO

La respuesta de los materiales a campos magnéticos débiles se mide frecuentemente en términos de la susceptibilidad magnética, ecuación I.3. Dependiendo de su estructura y su comportamiento en presencia de un campo magnético externo, los materiales magnéticos se clasifican de acuerdo a la magnitud y signo de la susceptibilidad magnética en materiales diamagnéticos, paramagnéticos, ferromagnéticos, antiferromagnético y ferrimagnético. A continuación se describen los dos primeros.

Diamagnetismo

El diamagnetismo está presente en todos los materiales cuyos átomos tienen sus capas electrónicas llenas, sólo se necesita que haya electrones en movimiento. En estos materiales, cuando se aplica un campo magnético externo, los momentos magnéticos que se inducen se alinean contra dicho campo, de tal manera que producen una magnetización muy pequeña y opuesta a la dirección del campo magnético aplicado, el diamagnetismo produce una susceptibilidad magnética negativa del orden de -10^{-6} y una permeabilidad relativa aproximadamente de 0.99995, esto es, $\chi < 0$ y $\mu_r < 1$.

Ejemplos de estos materiales son: las moléculas orgánicas, los gases nobles, los metales como bismuto, cadmio, cobre, plata, estaño, zinc y mercurio; casi todos los no metales, como yodo y silicio. Los diamagnéticos perfectos son los que presentan $\chi = -1$ y corresponde a materiales superconductores, los cuales generan corrientes que se oponen totalmente al campo que se está aplicando.

Paramagnetismo

En estos materiales sus átomos tienen las capas electrónicas parcialmente llenas, de manera que no se compensa el momento magnético total debido al momento angular orbital y de espín. Por lo que los átomos tienen un momento magnético resultante distinto de cero. El paramagnetismo se produce por alineación de los momentos dipolares magnéticos de los átomos o moléculas bajo la acción de un campo magnético aplicado, induciendo una magnetización en la dirección del campo aplicado. La susceptibilidad magnética en los materiales paramagnéticos están en un intervalo de 10^{-6} hasta 10^{-2} y su permeabilidad relativa es del orden de 1.01, esto es, $\chi > 0$ y $\mu_r > 1$, de manera que las sustancias paramagnéticas tienen susceptibilidad magnética mayor que la del vacío y la magnetización a saturación que se genera es a campos bajos. La interacción del campo aplicado y la agitación térmica dan lugar a la dependencia con respecto a la temperatura descrita por la ecuación^[5]:

$$\chi = C / T \dots\dots\dots I.7$$

donde "T" es la temperatura en Kelvin, "C" es una constante conocida como constante de Curie; $C = \frac{N\mu^2}{3k_B}$; siendo k_B la constante de Boltzmann, N es el número de átomos por unidad de volumen y μ es el momento magnético atómico. La constante "C" nos da información sobre el valor del momento magnético μ , la cual no varía con la temperatura. A la ecuación I.7 se le llama **Ley de Curie**^{[20], [21]}.

Puesto que la agitación térmica distribuye aleatoriamente la dirección de los dipolos magnéticos, un incremento en la temperatura aumenta el efecto paramagnético. En ausencia de un campo magnético, estos momentos presentan direcciones al azar, no produciendo una magnetización macroscópica espontánea.

Los átomos de algunos elementos de transición y tierras raras poseen sus últimas capas parcialmente llenas con electrones desapareados que causan fuertes efectos

paramagnéticos, ejemplos de estos materiales son: el aluminio, calcio, oxígeno, platino y titanio.

I.2.1 INTERACCIÓN DE INTERCAMBIO

Heisenberg propuso en 1928 que los momentos magnéticos del espín son los que contribuyen al campo molecular, el hecho de que puedan darse distintas orientaciones entre espines, implica una interacción entre ellos, llamada interacción de intercambio, su efecto se manifiesta sobre la alineación de los espines a través de las propiedades de simetría de la función de onda que los describe. La función de onda se expresa como ψ y bajo el intercambio queda denotada en función de sus coordenadas de espacio, r y momento, s ; $\psi(r, s)$.

Considerando el sistema más simple de dos átomos a y b con un electrón cada uno, se pueden expresar las funciones de onda de estos dos electrones cuando interactúan, como combinaciones lineales de las funciones de onda de los átomos. Esta expresión se conoce como aproximación de Heitler-London^[20]:

$$E = E_a + E_b + Q \pm J_{ex} \dots \dots \dots I.8$$

donde E_a y E_b son las energías de los electrones orbitando en sus átomos separados a y b , Q es la energía de interacción electrostática y J_{ex} es la energía de intercambio o integral de intercambio cuando el electrón a se mueve alrededor del núcleo b y el electrón b , se mueve alrededor del núcleo a . Estos electrones son indistinguibles excepto por sus espines, de tal manera que espines paralelos tienen una integral de intercambio positiva y espines antiparalelos tienen una integral de intercambio negativa.

Esta energía de interacción entre dos átomos, con momentos de espín s_i y s_j , se pueden escribir como:

$$E_{ex} = -2 J_{ex} s_i \cdot s_j = -2 J_{ex} s_i s_j \cos \theta \dots \dots I.9$$

donde E_{ex} es la energía de intercambio y J_{ex} es la constante de intercambio.

Ferromagnetismo

El orden magnético denominado ferromagnetismo es de gran importancia por sus diversas e importantes aplicaciones. Un cuerpo ferromagnético posee un momento magnético espontáneo incluso en ausencia del campo magnético, esto es, los átomos tienen momentos dipolares magnéticos permanentes, causados por momentos de espines no apareados, esto se debe a que sus orbitales “d” están incompletos^[6], en el caso de los elementos de transición. En las tierras raras, los orbitales “f” son los que están incompletos. Estos momentos se alinean espontáneamente de forma paralela dando origen a una magnetización espontánea **M** por debajo de la temperatura de Curie.

En los materiales ferromagnéticos existe una fuerte interacción entre los momentos dipolares atómicos vecinos que los mantienen alineados, esto es, la interacción de intercambio, de manera que el material tendrá una magnetización distinta de cero. Al someter a estos materiales a un aumento de temperatura, se desordenan hasta un comportamiento paramagnético, figura I.4. Para el caso del ferromagnetismo, la **Ley de Curie** se convierte en **La ley de Curie - Weiss**:

$$\chi = C / (T - T_C) \dots \dots \dots I.10$$

La temperatura a la cual surge este cambio se le llama temperatura de Curie o temperatura de transición, “T_C”.

Los materiales ferromagnéticos tienen susceptibilidades de signo positivo y muy grandes, algunos del orden de 10⁵. Su permeabilidad magnética suele ser grande, esto es, $\chi \gg 0$ y $\mu_r \gg 1$.

Desde el punto de vista macroscópico, el ferromagnetismo es un estado ordenado magnéticamente, lo cual se muestra en la figura I.3(a), donde los momentos magnéticos no compensados de los electrones de los átomos vecinos de la red cristalina de un sólido, están alineados paralelamente, de tal manera que el cristal presenta un momento magnético neto. Esta suposición formulada por Heisenberg en

1928 es la base sobre la cual esta construida la teoría cuántica moderna del ferromagnetismo.

Los arreglos ordenados de momentos magnéticos encontrados en sólidos pueden ser: ferromagnético, antiferromagnético, ferrimagnéticos, helicoidal, triangular y otros más complicados, las primeras estructuras magnéticas mencionadas se representan en la figura I.3.

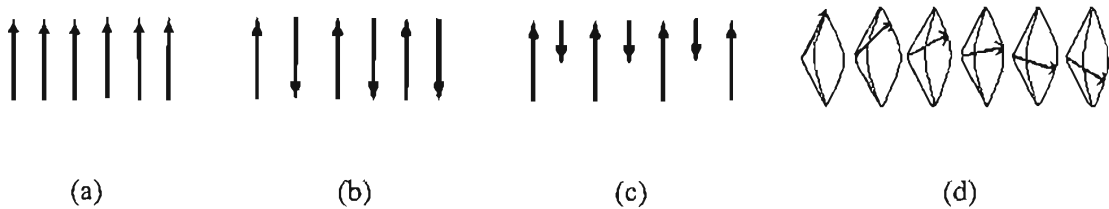


Figura I.3 Representación de arreglos ordenados de momentos magnéticos. a) ferromagnético, b) antiferromagnético c) ferrimagnético y d) helicoidal^[6].

A la temperatura de 0 K este alineamiento es completo^[7], todos apuntan en la misma dirección y la magnetización toma su máximo valor posible. Esta interacción interna es la interacción de intercambio, que es un campo ficticio dentro del material. Los efectos de orientación del campo molecular se ven contrarrestados o disminuidos por la agitación térmica y conforme la temperatura se incrementa, el arreglo de los espines es alterado, dando como resultado una dependencia de la temperatura de magnetización espontánea como se muestra en la figura I.4.

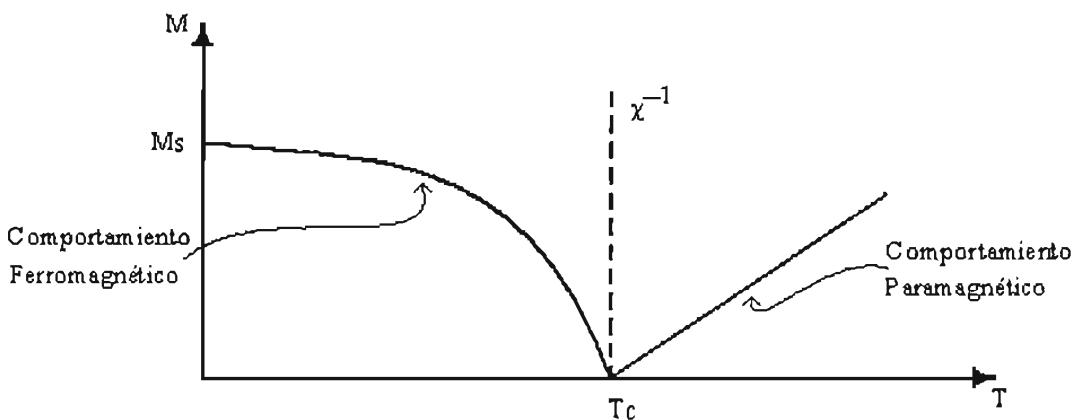


Figura I.4 Comportamiento de magnetización espontánea y susceptibilidad en materiales ferromagnéticos^[3].

Cuando una muestra de material ferromagnético es enfriada por debajo de la temperatura de Curie, se vuelven a formar los dominios ferromagnéticos y el material se vuelve ferromagnético de nuevo, sus momentos magnéticos se alinean nuevamente de forma que vuelve a tener un momento magnético neto.

El ferromagnetismo se exhibe generalmente en los metales como hierro, níquel, cobalto, y sus aleaciones, en algunas tierras raras como el gadolinio y en unos cuantos óxidos tales como EuO y CrO . Este último usado como medio de grabación en cintas magnéticas de audio.

Antiferromagnetismo

Otro orden magnético que se presenta en algunos materiales, es el antiferromagnetismo, en el cual la interacción de intercambio favorece la alineación antiparalela de los momentos magnéticos producidos en dipolos vecinos, a bajas temperaturas (Fig. I.5(b)), por lo que la magnetización resultante es cero. La temperatura a partir de la cual desaparece el orden magnético, se llama temperatura de Néel (T_N), el valor de la susceptibilidad es del orden de 10^{-3} . En este tipo de materiales la presencia de un campo magnético externo les afecta poco y sólo se presenta a temperaturas relativamente bajas y algunas veces por debajo de la temperatura ambiente^[8].

Para el antiferromagnetismo, la dependencia respecto a la temperatura tiene la forma:

$$\chi = C / (T + \theta) \dots \dots \dots \text{I.11}$$

Donde " θ " es la temperatura de Weiss, en este caso, $\theta \neq T_N$ para casi todos los antiferromagnéticos, véase la figura I.5.

El óxido de manganeso, MnO , fue el primer material en el que se detectó esta alineación de sus momentos magnéticos. Otros materiales antiferromagnéticos son el cromo y muchos óxidos de metales de transición.

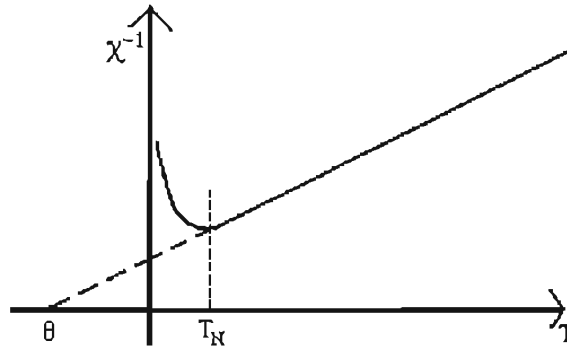


Figura I.5 Inverso de la susceptibilidad en un material antiferrimagnético en función de la temperatura^[9].

La siguiente figura (I.6), muestra las variaciones de la susceptibilidad magnética con la temperatura para algunos de los órdenes magnéticos ya descritos.

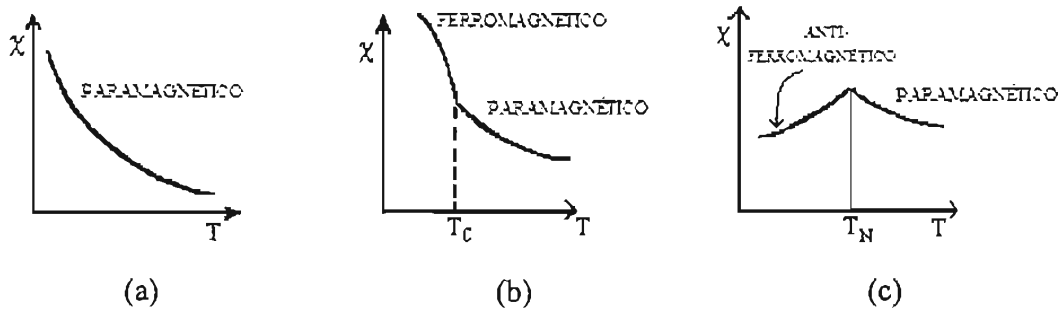


Figura I.6 a) Material paramagnético, b) Material ferromagnético y c) Material antiferromagnético^[11].

Ferrimagnetismo

Un caso particular de los antiferromagnetos son los materiales ferrimagnéticos^[7]. Los materiales ferrimagnéticos muestran una alineación antiparalela de momentos atómicos adyacentes, sin embargo los momentos no son de la misma magnitud y no se compensan por completo (figura I.3(c)), es decir, que tienen momento magnético resultante distinto de cero y por ello hay una respuesta grande al campo magnético

externo pero no tan grande como en los materiales ferromagnéticos. El ferrimagnetismo tiene una forma más complicada de dependencia de temperatura, pues la magnetización dentro de la estructura cristalina puede tener una variación diferente con la temperatura. Los materiales ferrimagnéticos pueden proporcionar una permeabilidad considerable.

La magnetización de los materiales ferrimagnéticos tienen su máximo valor justo antes de llegar a la temperatura de Curie, hasta que, estrictamente hablando, resulta ser cero una vez superada esta temperatura. Sin embargo, existen algunas ferritas con estructura cristalina de tipo granate que tienen una temperatura de compensación, es decir, la temperatura a la cual se anula la magnetización.

Los óxidos cerámicos suelen ser ferrimagnéticos. Como grupo, estos materiales se denominan ferritas las cuales tienen una resistencia eléctrica alta, mayor que los ferromagnéticos de tipo metálico y por tanto una conductividad baja lo que las hace útiles para muchas aplicaciones electrónicas. Hay muchos tipos de ferritas, un grupo se basa en la magnetita, Fe_3O_5 , que es la antiguamente conocida piedra magnética. De ellas se hablará más ampliamente en el siguiente capítulo.

I.3 ANISOTROPÍA MAGNÉTICA

La energía que se requiere para desviar el vector de magnetización de su dirección fácil debido a un campo magnético externo, se denomina *energía de anisotropía*^[9]. Los materiales ferromagnéticos pueden presentar tres tipos de anisotropía: La *anisotropía magnetocristalina*, debida a la dirección preferencial en la cual se orientan los momentos magnéticos dentro del cristal; la *anisotropía magnetoelástica* debida a las tensiones mecánicas dentro del material y la *anisotropía de forma*, debida a factores geométricos del material.

Cuando no se aplica un campo magnético externo, la magnetización no tiene una orientación arbitraria con respecto a los ejes cristalográficos. Existen direcciones preferenciales de magnetización, esto es, ejes de fácil magnetización, en la cual la energía total del cristal es mínima. En cristales cúbicos, las direcciones fáciles son la

$\langle 100 \rangle$ ó $\langle 111 \rangle$ y en cristales hexagonales la dirección fácil puede ser la $\langle 0001 \rangle$. Este proceso se denomina anisotropía magnetocristalina porque tiene la misma simetría que la estructura cristalina^[15].

La energía necesaria, E_k para desviar el vector de magnetización de la dirección preferencial, puede expresarse en términos de la expansión en serie de los cosenos de los ángulos entre el vector de magnetización y los ejes cristalográficos:

$$E_k = k_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + k_2 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) + \dots \quad \text{I.12}$$

Donde k_1, k_2 se llaman constantes de anisotropía magnetocristalina y los términos α son los cosenos de los ángulos. En algunos casos $k_1 \gg k_2$ de manera que se puede considerar k_1 como el valor representativo de la anisotropía. En los cristales hexagonales sólo hay un eje de fácil magnetización, el eje cristalográfico, c . Se denominan cristales uniaxiales y su energía de anisotropía puede escribirse como:

$$E_k = k_1 \sin^2 \theta + k_2 \sin^4 \theta \dots \quad \text{I.13}$$

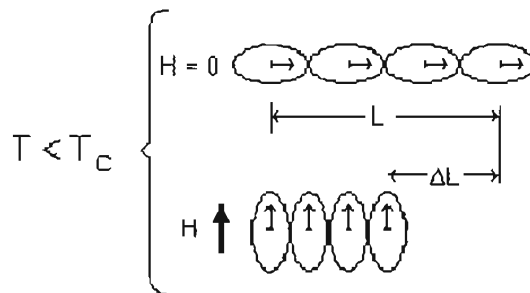
donde θ es el ángulo entre el vector de magnetización y el eje c .

Las constantes de anisotropía varían fuertemente con la temperatura y casi siempre disminuyen su valor conforme aumenta la temperatura y llegan a cero a la temperatura de Curie^[20].

I.4 MAGNETOSTRICCIÓN

Cuando un material ferromagnético es magnetizado, sus dimensiones cambian ligeramente, y la muestra se expande o contrae en la dirección de la magnetización. Esta deformación elástica reversible inducida magnéticamente se denomina magnetostricción. La magnetostricción es otro efecto relacionado con el acoplamiento espín-orbita^{[4] [8] [15] [20]}. Los cambios en la dirección de espín provocan cambios en la orientación del orbital, lo que a su vez modifica ligeramente la longitud de la muestra, ΔL (figura I.7). Se expresa mediante $\lambda_s = \Delta L / L_0$, donde λ_s es la constante de

magnetostricción, L_0 es la longitud inicial de la muestra y $\Delta L = L - L_0$. La deformación, ΔL es muy pequeña y λ_S se encuentra en el intervalo de 10^{-5} a 10^{-6} como es el caso de algunas ferritas, por ejemplo; Fe_3O_4 cuya $\lambda_S = +4 \times 10^{-5}$ o bien MnFe_2O_4 cuya $\lambda_S = -5 \times 10^{-6}$.



I.7 Representación esquemática del origen de la magnetostricción en términos del acoplamiento espín-orbita^[20].

I.5 DOMINIOS MAGNÉTICOS

Los *dominios magnéticos* son pequeñas regiones en las cuales los dipolos o momentos magnéticos se encuentran alineados en una dirección paralela por debajo de la temperatura de Curie. Los límites entre los dominios magnéticos se llaman paredes de dominio o paredes de Bloch^[6], estos separan los dominios individuales. Dentro de cada dominio todos los espines están alineados, pero los diferentes dominios están alineados en diferentes orientaciones entre sí. Las paredes son zonas en las cuales la dirección del momento magnético cambia de orientación de forma gradual y continua de un dominio a otro, figura I.8. Cuando se aplica un campo magnético al material, los dominios que están alineados en la dirección del campo, crecen a expensas de los dominios no alineados. Este campo proporciona la fuerza requerida para que se muevan las paredes. Estas se desplazan y tienden a quedarse o “anclarse” en su nueva posición. Conforme se incrementa el campo, los dominios orientados favorablemente continúan creciendo y ocurre una mayor magnetización resultante. Esta estructura de

dominios constituye la base de los procesos de magnetización. El ancho de la pared de dominio δ_w depende de la energía de intercambio, E_{ex} , la cual favorece una rotación lenta de los espines y de la energía de anisotropía, E_k , que por el contrario, tiende a una rotación brusca.

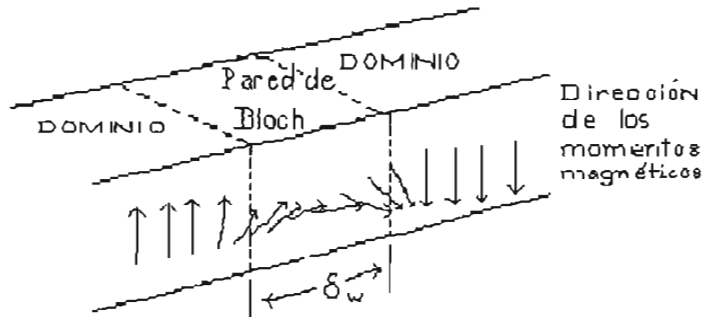


Figura I.8 Modelo de una pared de dominio de Bloch, las líneas discontinuas limitan el ancho (δ_w) de la pared de dominio.

I.6 MECANISMOS DE MAGNETIZACIÓN.

En los materiales ferromagnéticos y ferrimagnéticos, los procesos de magnetización son similares, la diferencia es que en los cerámicos ferrimagnéticos se considera el momento magnético resultante del arreglo antiparalelo y en los metales ferromagnéticos, se consideran los momentos magnéticos atómicos paralelos^{[10] [15]}. Cuando un material magnético se somete a la acción de un campo externo, su magnetización aumenta conforme se incrementa el campo hasta alcanzar un valor máximo, esto es, cuando todos los momentos magnéticos están orientados en la misma dirección bajo la acción de éste campo magnético externo \mathbf{H} , se denomina *magnetización de saturación*, \mathbf{M}_s .

Ahora bien, el cambio en la magnetización es resultado de mecanismos de magnetización como son: la deformación reversible de las paredes (abombamiento de la pared de dominio), rotación individual de los espines dentro de los dominios y desplazamiento irreversible de las paredes magnéticas^{[12] [18]}.

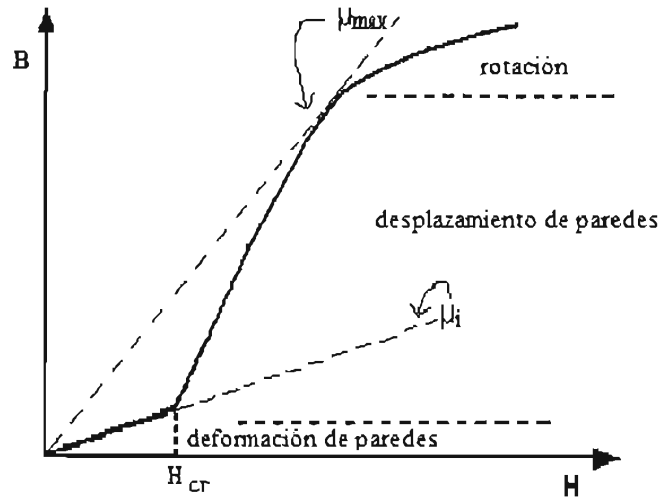


Figura I.9 Curva de magnetización que indica los mecanismos de magnetización en cada intervalo de H . La permeabilidad, μ_i , corresponde a la pendiente de la curva a valores pequeños del campo^[20].

Los cambios en la magnetización pueden mostrarse a través de curvas de magnetización $\mathbf{M} = \mathbf{M}(H)$. Para los materiales ferromagnéticos y ferrimagnéticos, suele utilizarse la permeabilidad μ , en lugar de la susceptibilidad porque la inducción \mathbf{B} , puede medirse directamente (Ec. I.5). La permeabilidad relativa μ_r , da una idea de lo fácil que puede magnetizarse un material, ya que $\mu_r = 1$ y corresponde a la permeabilidad del vacío, $\mu_r = \mu / \mu_0 = (1 + \chi)$.

Lo más importante que puede observarse en una curva de magnetización es que, cambios pequeños en la magnitud del campo aplicado dan lugar a cambios muy grandes en la magnetización del sistema cuando $\mu_r \gg 1$ debido al movimiento de las paredes de dominio (fig. I.9). El efecto de campo sobre los espines de las paredes es muy importante porque ellos están en un estado de equilibrio muy sensible entre direcciones fáciles y pueden ser reorientados por el campo sin dificultad. Las variaciones de la magnetización son grandes porque un pequeño desplazamiento de la pared involucra la inversión de los espines dentro del volumen substancial del dominio, de tal manera que éste aumenta a expensas del volumen del dominio con la orientación opuesta al campo.

Cuando las paredes de los dominios se desplazan por la acción del campo externo, hay un aumento en el volumen de los dominios que están magnetizados de manera paralela al campo aplicado, \mathbf{H} , y una disminución en el volumen de los dominios que están magnetizados en la dirección opuesta al campo. Conforme aumenta el campo, todos los dominios en la dirección opuesta tenderán a alinearse en la dirección de aquél (fig. I.10). Sin embargo, habrá dominios que no estén orientados ni de manera paralela, ni antiparalela al campo o puede ser que el campo no esté orientado en una dirección que coincida con una dirección fácil.

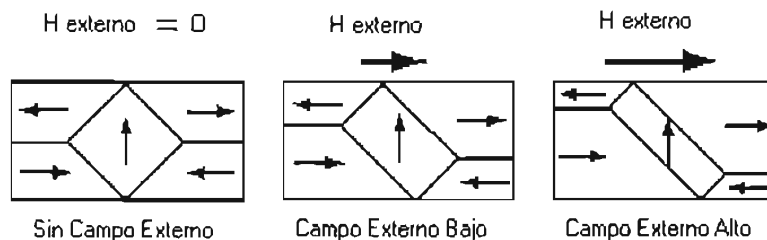


Figura I.10 Dominios que cambian su dirección de magnetización aproximándose a la dirección del campo aplicado, $\mathbf{H}^{[21]}$.

En el caso general, para alcanzar la magnetización de saturación (todos los espines alineados con el campo) se requiere un mecanismo de rotación de los espines. Este mecanismo toma lugar a valores altos del campo externo e involucra altos estados de energía en el material porque el campo tiene que vencer la energía de anisotropía. Por el contrario, el movimiento de las paredes ocurre por inversión progresiva de una pequeña fracción de espines, de una dirección fácil a otra.

El desplazamiento de las paredes no se inicia para cualquier valor del campo, existe un *campo crítico*, H_{cr} , por debajo del cual la pared no se desplaza. El valor del campo crítico depende del número de defectos que haya en la muestra, ya sea defectos puntuales, dislocaciones, porosidad, presencia de otras fases y aún las superficies de las muestras, las cuales actúan como sitios de anclaje de las paredes^[15]. El valor del campo crítico aparece en la curva de magnetización como un cambio en la pendiente (fig. I.9). Una característica importante de la magnetización producida por la deformación elástica de las paredes es su reversibilidad, esto es, las paredes recuperan su posición inicial cuando se suspende el campo y la magnetización regresa también a

su valor inicial. El valor de la permeabilidad en este intervalo de campo varía de manera lineal. Es lo que se conoce como permeabilidad inicial y se define como:

$$\mu_i = (\Delta B / \Delta H)_{H \rightarrow 0} \dots \dots \dots \text{I.14}$$

El desplazamiento irreversible de las paredes de un dominio se inicia cuando se tiene un aumento grande en la magnetización a valores mayores del campo crítico, $H > H_{cr}$ y tiene como resultado: la deformación elástica, desanclaje y desplazamiento de las paredes (proceso irreversible).

Estos procesos se pueden representar gráficamente a través de las curvas de magnetización de los materiales ferromagnéticos. Son curvas que no regresan sobre sí mismas al aumentar o disminuir el campo de magnetización, estas curvas se conocen como ciclos de histéresis del material y son propios de cada muestra, ya que representan el comportamiento del material con respecto al campo H.

I.7 HISTÉRESIS

El comportamiento de un material en un campo magnético que varía entre 0 y $\pm H_{max}$, es el ciclo de histéresis y se puede definir como el retardo en los cambios de magnetización debido a las variaciones en el campo magnético aplicado, esto es, al someter el material al incremento y disminución del campo magnético externo^[13].

La curva dentro del ciclo de histéresis, en la figura I.11 del punto 1 al 2, muestra la relación inicial de **B - H** para la magnetización de una muestra desmagnetizada. Esta curva de magnetización representa los principales mecanismos de magnetización. Para valores pequeños del campo la pendiente de la curva corresponde a la permeabilidad inicial μ_i , la cual se aprecia mejor en la figura I.9 y el cambio en esa pendiente indica que se ha llegado al valor del campo crítico.

A medida que se aumenta el campo H, la magnetización se aproxima a su valor de saturación y una vez que el campo se suspende, la magnetización no se hace cero, sino

que disminuye hasta un valor llamado *magnetización remanente*, B_r . Esto se ve más claramente en la figura I. 11.

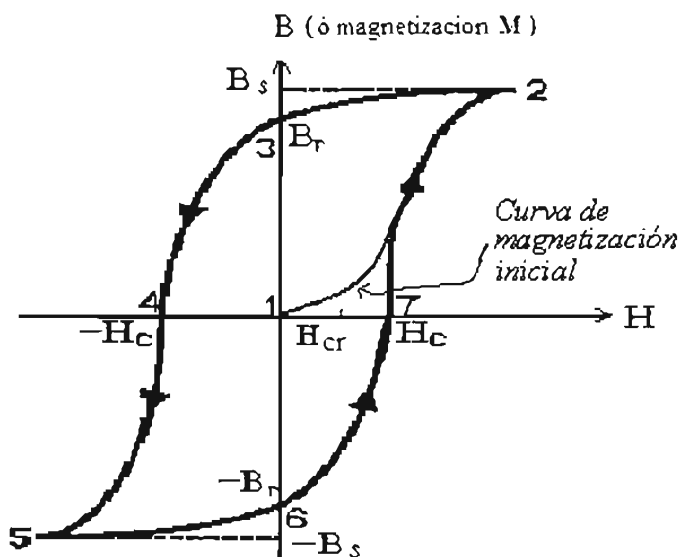


Figura I.11 Ciclo de histéresis ferromagnética que muestra el efecto de campo magnético sobre la inducción magnética. El alineamiento dipolar lleva a la saturación de la magnetización (2,5), a una remanencia (3,6) y un campo coercitivo (4,7).

Cuando el campo magnético es invertido el material será forzado a desmagnetizarse, este campo invertido necesario para reducir la magnetización a cero se le conoce como *campo coercitivo* o coercitividad, H_c .

El ciclo de histéresis puede obtenerse angosto o bien ancho dependiendo del material al que se le está aplicando el campo, estos materiales pueden clasificarse como: *materiales magnéticos blandos* que son fáciles de magnetizar y desmagnetizar y *materiales magnéticos duros* difíciles de magnetizar y desmagnetizar. Con los primeros se obtiene un ciclo de histéresis angosto, lo que implica que tienen una alta permeabilidad magnética y una fuerza coercitiva pequeña ($H_c < 10$ Oe.), figura I.12(a). En el caso de los materiales duros, su ciclo de histéresis es ancho, por lo que tienen una permeabilidad magnética pequeña y un alto campo coercitivo ($H_c > 100$ Oe.), figura I.12(b). De manera que según el tipo de ciclo de histéresis, los materiales ferromagnéticos pueden clasificarse como está en la figura I.12.

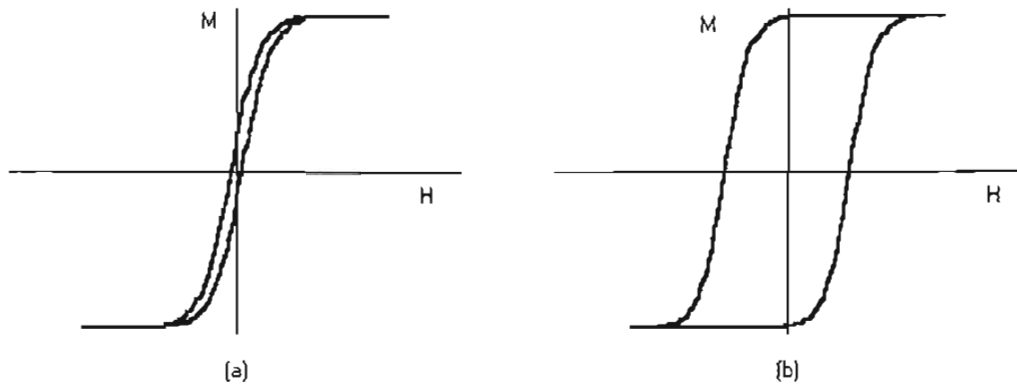


Figura I.12 Ciclos de histéresis para material suave (a) y material duro (b).

Resumiendo, la conducta magnética de diferentes materiales ferromagnéticos se caracteriza con sus curvas de histéresis, que son gráficas de la densidad de flujo magnético, \mathbf{B} o de magnetización \mathbf{M} , en función del campo magnético aplicado, \mathbf{H} obtenidas por la magnetización y desmagnetización de un material ferromagnético o ferrimagnético.

CAPITULO II

FERRITAS

Las manifestaciones de magnetismo en los distintos tipos de materiales como son algunos metales con sus aleaciones y ciertos óxidos magnéticos abren nuevos campos de investigación, pues con el avance de la tecnología ya existente en la industria eléctrica y electrónica, surge la necesidad de elaborar materiales magnéticos que posean propiedades particulares para aplicaciones específicas, ya que los materiales magnéticos van a la vanguardia en el desarrollo tecnológico^[1].

Las ferritas se empezaron a investigar a mediados del siglo XX, fueron dos científicos japoneses quienes le dieron una aplicación industrial^[17], prepararon ferritas de cobre y cobalto. Posteriormente L. Néel, en Francia publicó su teoría sobre ferrimagnetismo (1948). Esto originó que las principales investigaciones sobre materiales magnéticos fueran principalmente de ferritas como un material magnético básico, investigaciones que todavía hoy en día, se realizan en laboratorios de todo el mundo.

Las ferritas se han usado en una gran cantidad de aparatos, como radios en los cuales se utilizan altas frecuencias, para amplificar éstas señales se utilizan como núcleos, como antenas de radio de amplitud modulada, en los cinescopios de los televisores y monitores de computo, aquí se utilizan como direccionadores del haz de electrones que son precisamente campos magnéticos que varían en el tiempo a altas frecuencias, generados por espiras enrolladas en núcleos de ferrita, la cual intensifica el campo magnético y presenta bajas pérdidas de energía por calentamiento. De manera que las ferritas se fabrican con la forma geométrica de un toroide, pastillas, cintas, dependiendo de la aplicación que se requiera.

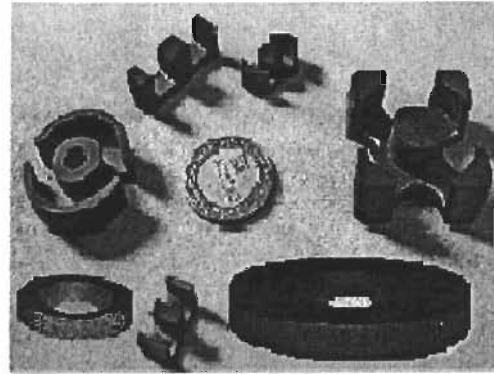
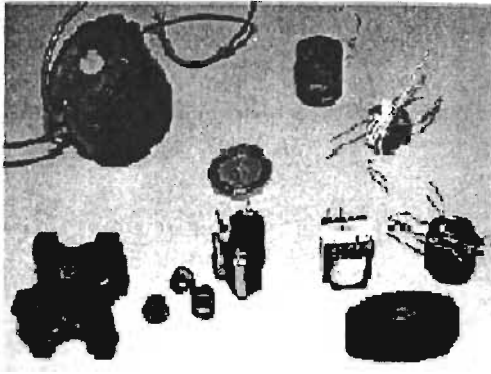


Figura II.1 Ferritas fabricadas actualmente.

El nombre de ferrita^[15] originalmente se usó para una clase de óxidos mixtos que tienen una estructura de espinela y la fórmula de manera general es $[MFe_2O_4]$, donde $[M]$ es un ión metálico divalente. El término se ha extendido para incluir otros óxidos, que no necesariamente contienen hierro, los cuales tienen propiedades magnéticas similares. En general las ferritas poseen una alta resistencia eléctrica, la cual reduce la existencia de corrientes parásitas inducidas en el material

II.1 TIPOS DE FERRITAS

Existen diversos tipos de ferritas, se clasifican algunas veces por su estructura que puede ser de espinela, granate y hexagonal. Las principales ferritas de espinela junto con las de estructura hexagonal forman la rama principal en materiales magnéticos para aplicaciones en electrónica. La forma más común de estructura cristalina de una ferrita suave es la de espinela. Las espinelas presentan una estructura cristalina con dos subredes de cationes, estos cationes con momento magnético no nulo presentes en cada subred cristalina imponen un orden magnético o topológico en el material.

La estructura de la espinela es una estructura común de óxido mixto, en la cual los iones de oxígeno forman un empaquetamiento cúbico compacto, la figura II.2 muestra su modelo. Los sitios coordinados de manera tetraédrica son sitios A y los coordinados de manera octaédrica son sitios B. En la estructura de espinela normal y en la estructura de la espinela inversa, los iones de óxido están dispuestos con empaquetamiento cúbico compacto, pero en la estructura de espinela normal, los cationes trivalentes ocupan sitios octaédricos y los cationes divalentes ocupan sitios tetraédricos, mientras que en la estructura espinela inversa los iones metálicos divalentes ocupan sitios octaédricos y los iones trivalentes están divididos entre los tetraédricos y octaédricos. En la figura II.2 se muestra la estructura espinela de una ferrita.

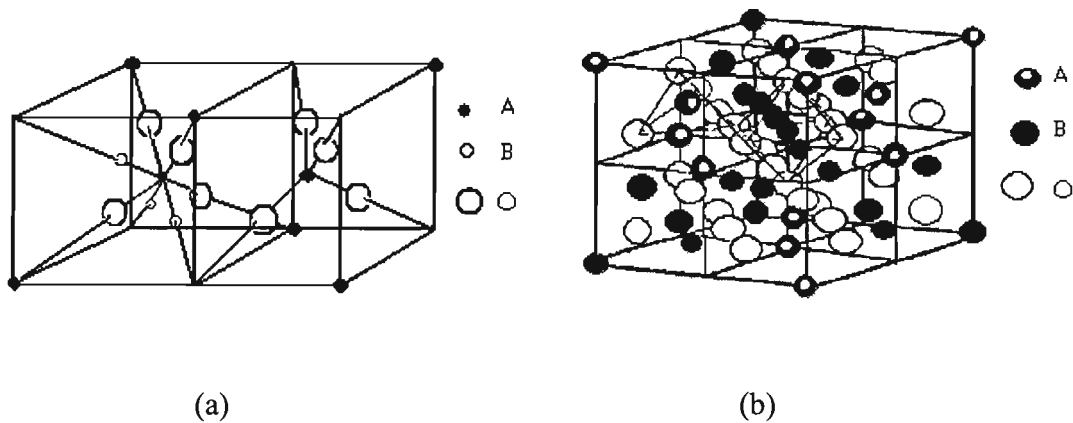


Figura II.2 Modelo de la estructura de espinela. (a).- Un cuadrante de la celda unitaria. (b).- Celda unitaria^[20].

La estructura hexagonal, la cual es de interés en el presente trabajo se muestra más adelante. A continuación se describirán de forma breve las ferritas dependiendo de su respuesta al aplicarle un campo magnético.

Ferrita suave

Hay materiales que son fáciles de magnetizar, pero en cuanto se deja de aplicar el campo magnético, el material se desmagnetiza, es decir, la magnetización desaparece;

a ellos se les denomina materiales magnéticos suaves. Tienen una permeabilidad magnética elevada ($\mu_r \sim 1 \times 10^5$) y un bajo campo coercitivo H_C , (< 10 Oe). Son compuestos cerámicos que contienen Fe^{2+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} o Ni^{2+} .

La permeabilidad inicial se incrementa con la temperatura y tiende a un valor elevado cerca del punto de Curie, a partir del cual, μ decae. La pendiente de la caída en el punto de Curie indica la homogeneidad de la muestra. La figura II.3 muestra una gráfica que describe este comportamiento, el pico que se observa se denomina pico de Hopkinson^[19]. Este pico corresponde al momento del cambio de fase que tiene lugar cuando se llega a la temperatura de Curie.

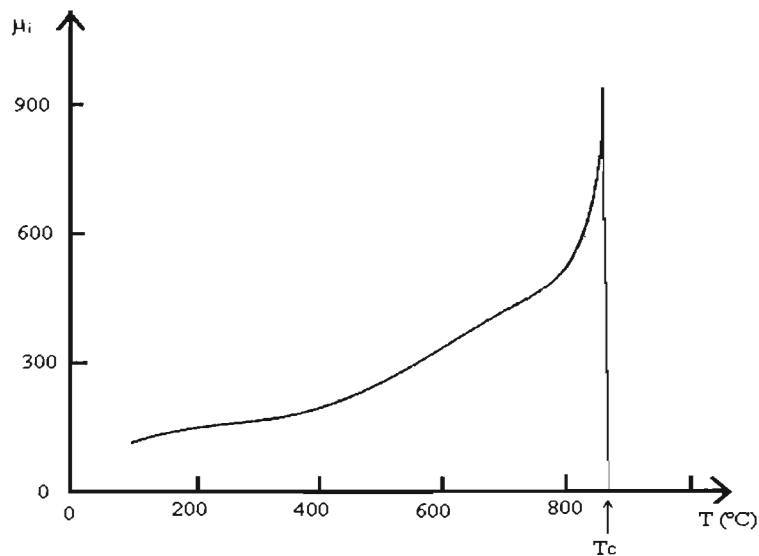


Figura II.3.- Gráfica de la permeabilidad inicial en función de la temperatura para una ferrita suave^[20].

La ferrita suave tiene una permeabilidad magnética inicial μ_i constante sobre una amplia banda de frecuencia. Estos materiales pueden utilizarse en núcleos de transformadores para altas frecuencias.

Hay una frecuencia límite, f_0 , que indica la frecuencia máxima a la que el material es capaz de magnetizarse con el campo alterno aplicado y se obtiene de manera aproximada, por la relación^[22]:

$$f_0 = 1000 / \mu_i ; \text{ en (MHz) } \dots \text{ II.1}$$

En la región próxima a f_0 , la permeabilidad magnética decae bruscamente y las pérdidas magnéticas incrementan súbitamente. Estas pérdidas magnéticas incluyen pérdidas residuales y pérdidas por corrientes parásitas. De manera que los núcleos magnéticos hechos de este tipo de ferritas deben ser usados a frecuencias menores que f_0 .

La alta permeabilidad magnética de una ferrita depende de muchos factores, los más comunes son: la homogeneidad en la composición química (microestructural), que está relacionada con la alta pureza de los componentes del material, y la magnetización espontánea, esto se favorece con un sinterizado adecuado.

La característica más importante de las ferritas suaves con respecto a otros materiales magnéticos, es la posibilidad de trabajar en tecnología de altas frecuencias.

Desde el descubrimiento de las pérdidas por corrientes de Eddy^[23], inversamente proporcionales a la resistividad y que se incrementan con el cuadrado de la frecuencia, la alta resistividad comenzó a ser un factor esencial en los materiales magnéticos en altas frecuencias de trabajo.

Ferrita dura

Se denomina así a los materiales cerámicos con magnetismo permanente. Tienen una permeabilidad magnética baja (ligeramente mayor que 1). Son materiales magnéticos con un alto campo coercitivo (> 100 Oe), es decir, una fuerte magnetización que se mantiene después de que el campo magnético se ha retirado y una alta inducción de remanencia, es decir, una magnetización residual que es estable aún cuando se les aplique un campo desmagnetizante de intensidad considerable^[20]. Las ferritas duras son usadas como magnetos o imanes permanentes, pues generan campos magnéticos sin una fuente eléctrica. Sus altos campos de coercitividad se deben a su anisotropía magnetocristalina y de forma.

Dentro de los materiales más importantes para imanes permanentes están la ferrita de bario ($\text{BaO}(\text{Fe}_2\text{O}_3)_6$) y la de estroncio ($\text{SrO}(\text{Fe}_2\text{O}_3)_6$), conocidas como ferritas tipo M, que presentan una estructura hexagonal (fig. II.4). Algunas de sus ventajas son su bajo peso específico, baja densidad^[2] y un bajo costo, ya que no requieren níquel o cobalto en su preparación. Sus propiedades magnéticas se hallan poco influenciadas por la presencia de impurezas y por las condiciones del proceso térmico con que se elaboran^[15] en términos generales. Para obtener una gran fuerza coercitiva y alta densidad es importante que el sinterizado se realice a baja temperatura, controlando el crecimiento de grano. Estos materiales presentan una estructura cristalina hexagonal, como se muestra en la figura II.4.

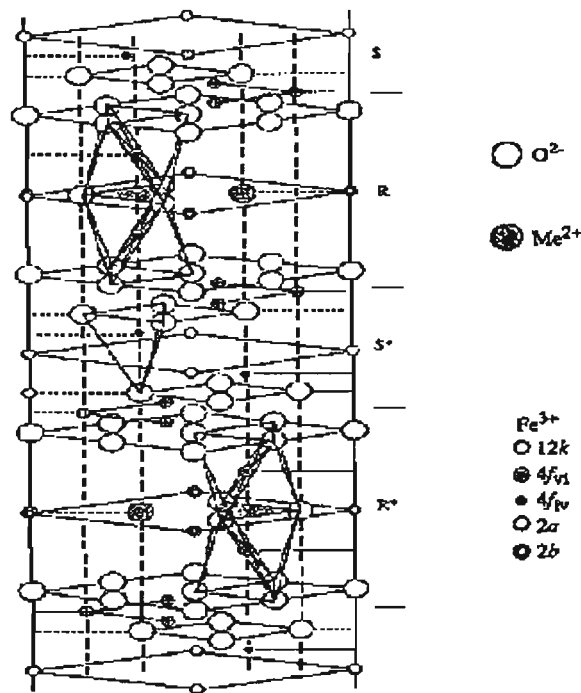


Figura II.4.- Estructura hexagonal compacta. La red espacial es hexagonal simple^[20].

La elaboración de ferritas duras es similar al de ferritas suaves, con algunas estrategias específicas, como el prensado en presencia de un campo magnético, para el caso de la producción de un magneto anisotrópico. El método de prensado en húmedo ante un campo magnético mejora las características de este tipo de magnetos.

La clasificación de las ferritas no es sólo suaves y duras, sino varias intermedias entre ellas están las semi-duras y en general cada fabricante tiene en sí sus propias clasificaciones^[24], sin embargo, el interés de este trabajo son las ferritas duras.

Un comportamiento que se detectó en las ferritas suaves inicialmente y posteriormente se encontró también en las ferritas duras fue el *Efecto o pico de Hopkinson*^{[19],[28] - [32]}, este comportamiento se observa justo antes de la transición ferromagnética. Al aumentar la temperatura en un material ferrimagnético con un campo H constante, se somete a la ferrita a una expansión térmica, lo que hace que exista una compresión entre sus momentos magnéticos, es decir, se tiene anisotropía magnetoelástica. A través de la permeabilidad inicial se observa este cambio, ($\mu(T)$). Cuando la muestra se está acercando a T_C , debido a la formación de pequeñas regiones que se comportan como nano-dominios, tienden a orientarse con el campo aplicado, incrementando así la permeabilidad de la ferrita. Por lo que se considera que en el proceso de transición se originan pequeñas regiones donde aún no se elimina en forma total el cambio de momentos magnéticos; estas regiones se comportan en forma similar a las partículas de nano-dominio propuestas por el modelo teórico^[28]. Cuando se incrementa aún más la temperatura, estas regiones también se pierden, en consecuencia la permeabilidad, μ del material tiende a la permeabilidad del vacío, μ_0 . En términos de μ_r , su valor tiende a 1, ($\mu_r \approx 1$).

II.2 APLICACIONES DE FERRITAS

Las ferritas tienen una gran cantidad de aplicaciones en la industria y tecnología actuales, desde los llamados imanes cerámicos hasta motores de pasos (Stepper-motors) de alta confiabilidad y potencia, además de tener una gama de tamaños y resoluciones que no hubiera sido posible sin las ferritas magnéticas. La aplicación tal vez más espectacular es la de los sistemas de posicionamiento de los transductores de *lectura-escritura* de los discos duros de alta capacidad de almacenamiento para computadora, que son indispensables para obtener la resolución y repetibilidad

necesaria para lograr la gran densidad de almacenamiento de información de las unidades actuales^[22].

Por su alta permeabilidad y estabilidad con respecto a la temperatura, las ferritas suaves se usan en una amplia gama de filtros, en transformadores de altas frecuencias, en acopladores de impedancias y en amplificadores. Como transforman señales de baja amplitud en variaciones de flujo magnético, se usan en transformadores, generadores y motores. De igual manera se usan en electromagnetos, utilizados en los laboratorios para generar altos campos magnéticos (de hasta 1.25 teslas), en relevadores utilizados como instrumento de control *abrir y cerrar* circuitos (básicamente es una bobina con una capa magnetizable y un componente movable). Juegan un papel importante también en la composición de los recubrimientos magnéticos en los medios de grabación, tanto de *datos* para uso en computación, como en los usados para audio y video, así como en la construcción de los cabezales de dichos instrumentos.

La aplicación de las ferritas duras se ha enfocado en electrónica, en diversos artículos de computadoras, así como también en instrumentos de medición en laboratorios como son galvanómetros y amperímetros, de igual manera en motores, generadores, rotores, teléfonos, interfonos, intercomunicadores, cabezas magnéticas de grabadora de videocintas, y fue de gran uso en los discos flexibles de equipos de cómputo, microondas, micrófonos, interruptores, juguetes y altavoces, en yugos de deflexión, para sistemas de CTR (en pantallas de osciloscopios).

Sin embargo la aplicación más extendida en este tipo de ferritas es en la construcción de núcleos de transformadores para fuentes pulsadas. Ellos transfieren potencia y operan en frecuencias de algunos cientos de Hertz hasta algunos cientos de MegaHertz con potencias que van desde algunos miliwatts en los transformadores de *señal*, hasta algunos cientos de watts en los transformadores de potencia, sin olvidarnos de los filtros *pasa-bajos, pasa-altos y pasa-bandas*, utilizados ampliamente en la tecnología de comunicaciones; así como los núcleos para modificar la inductancia en las bobinas de los circuitos resonantes, utilizados también en comunicaciones.

Otra aplicación importante es la configuración de la geometría de campos magnéticos al presentar un camino de baja reluctancia^[23], en manejo de haces de

electrones y partículas cargadas en general, como los usados desde tubos de rayos catódicos hasta aceleradores de partículas y manejo de iones en general.

Podemos afirmar que sin la existencia de la gran variedad de ferritas que hay actualmente, la tecnología en las áreas mencionadas estaría fuertemente restringida. Siendo un material tan versátil y con la gran cantidad de compuestos, se obtiene una amplia gama de características, de manera que se hace prácticamente imposible cubrir esta demanda en forma comercial, por lo que se hace indispensable que los laboratorios que trabajan en investigación y desarrollo en estas áreas, puedan reproducir sus propias ferritas a la medida de sus necesidades, al menos mientras la demanda de las nuevas variedades hace posible su fabricación comercial la cual por supuesto sería en grandes cantidades. La ferrita intermedia entre las suaves y duras, denominada semi-dura tenía aplicaciones típicas en las memorias de computadoras, así como en la grabación magnética, en audio y video.

II.3 MÉTODOS DE OBTENCIÓN DE FERRITAS

Existen varios métodos que permiten obtener ferritas con determinadas propiedades magnéticas, algunos de estos métodos son: el de tratamiento hidrotérmico, el de vía húmeda por complejación, que comprende los métodos de precursor de citrato, el de sol-gel y el de sol-gel auto-combustión, el método por vía húmeda de coprecipitación y el método de cerámica tradicional^{[19],[24]}.

En el presente trabajo sólo se utilizó el método de cerámica tradicional para la obtención de ferritas. En el capítulo IV se dará en detalle la secuencia del procedimiento, así como los dispositivos usados en el mismo.

En el método de cerámica tradicional están involucrados procesos de mezclado, molienda, calcinado, prensado o moldeado y sinterizado. En ocasiones se añade después de la calcinación un plastificante y antes del prensado se puede agregar también un dopante.

El preparado del cuerpo cerámico requiere tamaños de partículas de orden micrométrico, por lo que la molienda y el mezclado son etapas importantes en la

preparación del cuerpo. Los compuestos principales involucrados en el proceso deben de mezclarse perfectamente. La manera más común para producir un material precursor de una cerámica es convertir los agregados en los que se halla la materia prima en polvos finos mediante una molienda, para ello se usan molinos de bolas con paredes cerámicas, con los cuales es posible alcanzar tamaños de partícula de dimensiones micrométricas o menores. Es común llevar a cabo el proceso de mezclado agregando en el proceso agua o algún solvente orgánico (alcohol, acetona). Una vez realizado el mezclado, los componentes son puestos a secar y se les acondiciona para el proceso de moldeado. Comúnmente se añade una sustancia orgánica que se quema sin dejar residuos durante una etapa previa a la sinterización del cuerpo moldeado. Este aditivo es para dar consistencia a la pieza que se quiere elaborar y que no se desmorone al momento de sacar la muestra de la prensa donde se hace el moldeado.

El proceso de moldeado consiste en poner los componentes de la cerámica ya mezclados y acondicionados en la cavidad de un molde y someterlo a presión ya sea usando una prensa uniaxial o por prensado isostático, en este trabajo se usó el primero mencionado. Es importante hacer bien el prensado para no tener poros, es decir, obtener las muestras más densas y en consecuencia serán más homogéneas, lo cual se considera de mayor calidad en su elaboración.

El proceso de sinterizado consiste en obtener un material denso y duro mediante el calentamiento de un polvo compactado durante cierto tiempo a una temperatura lo suficientemente alta para promover la difusión de los componentes del polvo, pero claramente menor que la temperatura de fusión del componente principal del polvo. Esto se hace con la ayuda de un horno, los cuales pueden ser para un proceso por lotes o continuo.

Hay diversos mecanismos de sinterizado como es: el de fase líquida, el de flujo viscoso, el de reacción en estado sólido. Para este trabajo se usó el de sinterizado en estado sólido, pues fue el que mejor se adaptaba a las necesidades requeridas.

CAPITULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Este capítulo consta de tres etapas: La primera es describir el diseño y construcción del dispositivo experimental. En la segunda, se enumeran los pasos para la calibración del dispositivo experimental para llevar a cabo las mediciones. En la tercera, se detalla la preparación de las ferritas de bario.

III.1 DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

El estudio de variaciones térmicas de la permeabilidad inicial de ferritas puede usarse como prueba cualitativa en la preparación de muestras de ferritas o para detectar el intervalo de temperatura en el cual el material está o no en fase ordenada, (es decir, la temperatura de transición ferro-paramagnética o punto de Curie) así como el conocer las interacciones magnéticas y muchas otras características importantes para aplicaciones específicas.

Anteriormente las mediciones de la permeabilidad inicial como una función de la temperatura se realizaban midiendo la inductancia de muestras en forma toroidal en un puente de impedancias a diferentes temperaturas. El intervalo en el que es importante hacer las mediciones es desde la temperatura ambiente hasta la temperatura de Curie, de manera que el intervalo de temperatura a medir es grande y como también se necesita hacer a intervalos muy pequeños, la técnica resulta lenta.

En el punto de Curie, la permeabilidad inicial cae de un valor alto hasta cerca de 1. La verticalidad de esta caída proporciona una evaluación de la homogeneidad química de la muestra. Por tanto, en una muestra homogénea químicamente, la función $\mu_i =$

$\mu_i(T)$ permite determinar con gran certeza la temperatura de Curie del material en la temperatura que corresponde al “pico de Hopkinson” en la curva $\mu_i(T)$.

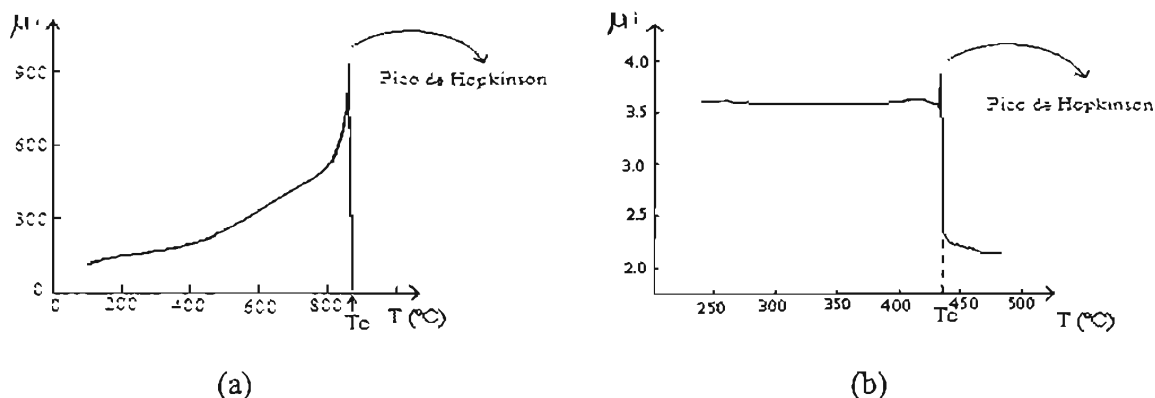


Figura III.1.- Permeabilidad inicial en función de la temperatura. (a) Ferrita suave^[20]
(b) Ferrita dura.

En las gráficas de la figura III.1, se ve como el pico de Hopkinson^[30] se detecta en ferritas suaves y puede ser detectado en ferritas duras bajo ciertas condiciones.

Existen varios métodos para la medición de la temperatura de transición, además del puente de impedancias, como son^[22]: Calorimetría diferencial de barrido, Dilatación térmica, Conductividad eléctrica, Magnetización a saturación y otros; pero en ninguno de ellos se obtiene de forma clara el punto exacto de transición, pues aparece como una pequeña perturbación que es en general difícil de observar.

Dado que los imanes permanentes estudiados en este trabajo de tesis tienen un valor muy pequeño de permeabilidad inicial, fue posible extender el uso de dispositivos para medir $\mu_i(T)$ en materiales magnéticos “suaves”^[27]. De aquí surgió la necesidad de diseñar otro dispositivo para el estudio de las transiciones magnéticas en ferritas *duras*, por lo que este nuevo aparato permite observar en detalle los materiales magnéticos de muy baja permeabilidad.

III.1.1 Funcionamiento del sistema experimental

El sistema aquí descrito sirve para una amplia gama de ferritas. En el presente trabajo, son de interés las ferritas de bario hexagonal, ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$), de manera que de

ahora en adelante a éstas se les denominará sólo como "ferrita(s)" y cualquier otra, que sea necesario mencionar, se especificará de cual se trata.

Se embobina una ferrita para obtener un transformador, se aplica una señal en el embobinado primario, por lo que se induce en el embobinado secundario un voltaje proporcional al flujo magnético total. La figura III.2 muestra la disposición del embobinado y la geometría de la ferrita.

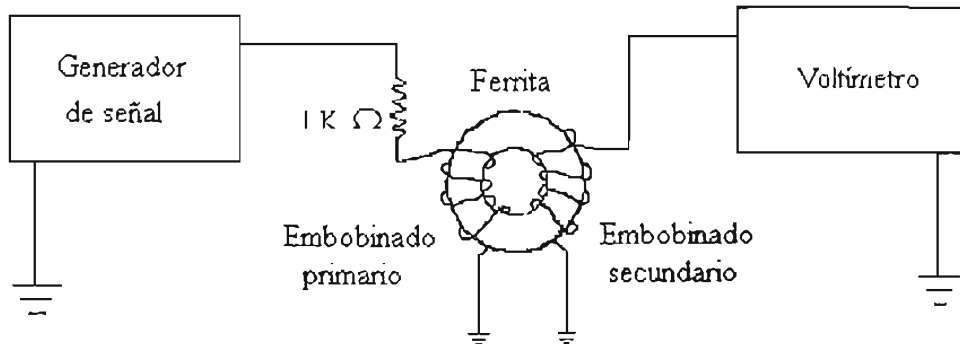


Figura III.2.- Ferrita de forma toroidal embobinada. Se aplica una señal en el embobinado primario para inducir una señal en el embobinado secundario.

Lo anterior se describe en el siguiente análisis:

El flujo ϕ es proporcional a la inductancia L y a la corriente aplicada I ,

$$\phi = LI \dots \dots \dots \text{III.1}$$

De manera que la inductancia para el toroide, en términos de sus dimensiones será:

$$L = \frac{\mu N^2}{2\pi} Y L n \frac{r_2}{r_1} \dots \dots \dots \text{III.2}$$

donde: r_1 = radio interno, r_2 = radio externo, Y = grosor de la ferrita y N = número de vueltas del embobinado. La permeabilidad se definió como μ .

Suponemos $L =$ constante, como: $V_s = L dI_s/dt$, entonces;

$$V_s = \frac{\mu N^2}{2\pi} Y L n \frac{r_2}{r_1} \frac{dI_s}{dt} \dots \dots \dots \text{III.3}$$

en este caso, tanto V_s como I_s corresponden al voltaje y corriente en el embobinado secundario. La siguiente figura muestra el toroide, así como los parámetros que intervienen en las ecuaciones de esta sección:

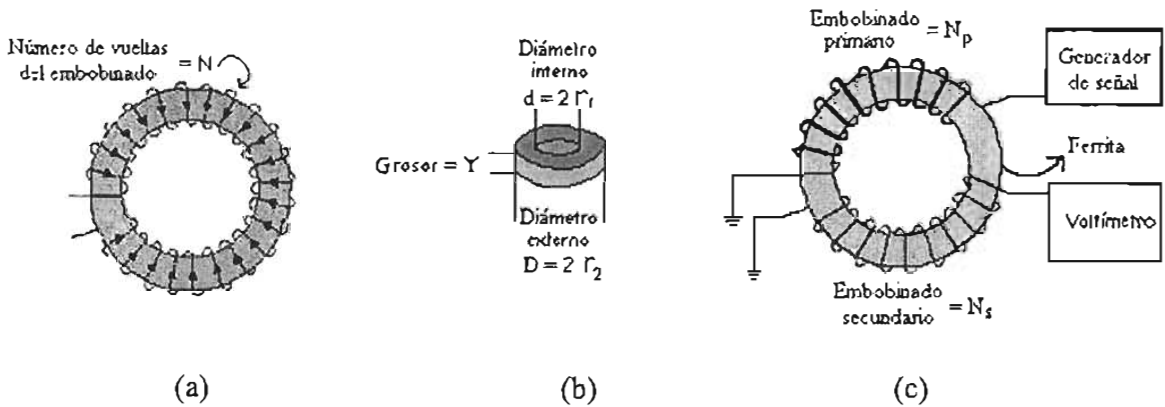


Figura III.3.- (a).-Toroide con embobinado. (b).-Dimensiones de muestra toroidal. (c).-Toroide con embobinado primario y secundario.

Por otro lado, se sabe que en un transformador ideal y señal senoidal (donde no hay corrientes parásitas):

$$\frac{I_s}{I_p} = \frac{N_p}{N_s} \Rightarrow I_s = \frac{N_p}{N_s} I_p$$

Sustituyendo N^2 por N_s en la ecuación III.3, se tiene la expresión:

$$V_s = \frac{\mu N_s^2}{2\pi} \cdot Y \cdot Ln \frac{r_2}{r_1} \cdot \frac{N_p}{N_s} \cdot \frac{dI_p}{dt} \Rightarrow V_s = \frac{\mu N_s N_p}{2\pi} \cdot Y \cdot Ln \frac{r_2}{r_1} \cdot \frac{dI_p}{dt}$$

pero $I_p = I_0 \text{ sen } \omega t \Rightarrow \frac{dI_p}{dt} = \omega I_0 \text{ cos } \omega t$

$$\therefore V_s = \frac{\mu N_s N_p}{2\pi} \cdot Y \cdot Ln \frac{r_2}{r_1} \cdot \omega I_0 \text{ cos } \omega t \dots \dots \text{III.4}$$

$$|V_s| = \frac{\omega \mu N_s N_p}{2\pi} \cdot Y \cdot Ln \frac{r_2}{r_1} \cdot I_0 \dots \dots \text{III.5}$$

Para lograr esto, electrónicamente debe realizarse lo siguiente:

Se introduce una corriente en el embobinado primario de la forma: $I_p = I_0 \sin \omega t$, con lo que se obtiene un voltaje en el embobinado secundario, esta señal se amplifica y se pasa por un filtro pasa-bandas para reducir el ruido. En caso de que se necesite mayor nivel de voltaje en la salida, se amplifica dos veces más. En la salida se coloca un rectificador de precisión, cuyo factor de escala es de 10.

En total se obtiene una ganancia de:

$$V_O = V_S a_1 m a_2 d \quad \Rightarrow \quad V_S = V_O / a_1 m a_2 d \quad \dots \quad \text{III.6}$$

donde d es el factor de escala del divisor, m es el factor de escala del multiplicador, a_1 y a_2 son constantes de proporcionalidad del rectificador y acoplador respectivamente.

Igualando las ecuaciones III.5 y III.6, se despeja μ , obteniendo así la ecuación del permeabilómetro:

$$\mu = 2\pi V_O / a_1 m a_2 d \omega I_0 N_p N_s Y L n \frac{r_2}{r_1} \dots \dots \dots \text{III.7}$$

La frecuencia de muestreo de 10 kHz se escogió a partir del hecho de que al efectuar mediciones a esta frecuencia se evita la interferencia de corrientes parásitas y conexiones eléctricas que se presentarían a muy altas frecuencias (de cientos de MHz), y a bajas frecuencias se tendría una respuesta en V_S muy pequeña porque es proporcional a la frecuencia, (ec. III.5).

Para tomar las medidas en el permeabilómetro se considera la muestra como un transformador de núcleo cerrado. Para facilitar los cálculos, se utiliza una geometría toroidal.

III.1.2 Componentes del dispositivo experimental

El diseño de los circuitos que conforman el dispositivo experimental, al cual se le denominará *permeabilómetro*, es parte de lo que conforma nuestro sistema experimen-

tal. El permeabilómetro fue hecho pensando en las características de las muestras de ferritas que se desea analizar. En el presente trabajo se desarrolla un dispositivo que cumple con las características deseadas. A continuación se enumera cada una de sus partes dando una breve descripción^{[23] - [25], [33]}.

1.- *Generador de Wien* .- Es un generador de señales que proporciona una señal de corriente alterna (CA) de amplitud y frecuencia fijas para usar en la operación de un amplificador u otro circuito lineal. En nuestro caso se tiene un amplificador, ya que la señal de salida del generador es pequeña.

2.- *Amplificador de Potencia* .- Proporciona una versión de mayor potencia de la señal de cualquier fuente de entrada que se le aplique; el uso particular que se le da es el de amplificar la señal a la salida del generador de Wien. Este amplificador recibe la señal de bajo nivel del generador y la entrega con el nivel adecuado para excitar magnéticamente a la muestra.

3.- *Amplificador de Voltaje* .- Con este se incrementa el voltaje de la señal tomada de la muestra, en particular, aumenta la señal de salida inducida por la muestra en el secundario de forma controlada manualmente en cuatro valores prefijados, que son: 25, 10, 1 y 0.5 veces la señal inicial. Este circuito es uno de los cambios hechos para poder medir no sólo ferritas duras, sino también ferritas suaves.

4.- *Filtro pasa-bandas* .- Un filtro es un dispositivo para permitir o eliminar determinadas frecuencias en la señal que lo atraviesa. El filtro pasa-bandas emplea dos etapas, la primera es un filtro pasa-altos y la segunda es un pasa-bajos, siendo la operación combinada la respuesta pasa-banda deseada. De manera que con este circuito se restringe la frecuencia con la que se trabaja, dejando un intervalo predeterminado.

5.- *Divisor* .- Este es un divisor de voltaje, como su nombre lo indica, divide la señal de entrada. Se diseñó para tres escalas que se consideraron necesarias y fue con el fin de atenuar la señal en caso de llegar al voltaje de saturación.

6.- *Rectificador de Precisión* .- Este circuito convierte la corriente alterna (CA) en corriente directa (CD) o continua. La señal que se tiene a la entrada de este circuito es de CA y para medir dicha señal ya sea a través de una graficadora o un procesador de datos, se necesita tener una señal de CD.

7.- *Acoplador* .- La magnitud de la señal de los sistemas de amplificación necesitan un acoplador, pues los elementos que conforman el circuito pueden desestabilizar la señal. En particular, los filtros presentan una superposición en la señal de salida por lo que es necesario tener un acoplador directamente a la salida del filtro.

8.- *Filtro pasa bajos* .- Es un filtro que sólo deja pasar señales de frecuencias bajas, este filtro define aún más la frecuencia con la que se trabaja que es de 10 kHz. El primer filtro hace una primera selección de frecuencias y este último permite que sólo se trabaje en la frecuencia deseada.

9.- *Detector de Niveles* .- Es un circuito que registra la amplitud de la señal que pasa por él, y si este sobrepasa determinado nivel, lo indica. En nuestro dispositivo, este circuito es útil, ya que, si se tienen señales que sobrepasen el nivel que nuestros aparatos registran, estos se saturan.

10.- *Detector de Saturación* .- Este es un dispositivo que indica cuando el detector de niveles se empieza a saturar, es decir, cuando la señal de salida es muy grande y no es posible medirla. Es bastante sensible, de manera que cuando se enciende, es aviso oportuno para disminuir la amplitud de la señal, de manera que se evite la saturación y se puedan seguir tomando medidas.

A continuación se esquematiza con un diagrama a bloques cada una de las etapas del permeabilómetro, (figura III.4), el equipo se puede usar como una fuente regulada de 12 volts y como un amplificador de potencia ya sea junto o independiente.

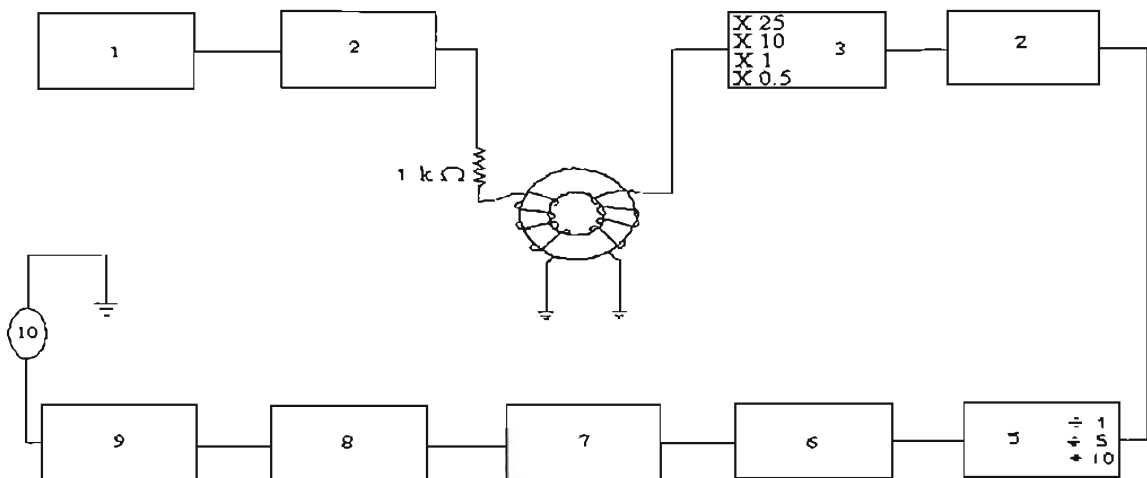


Figura III.4 Diagrama a bloques del Permeabilómetro. La numeración corresponde a la descripción dada antes de la figura.

El sistema total debe incluir un horno, un termopar y una graficadora X – Y. Se puede implementar también una computadora y una interfase A /D (pasar de Analógico a Digital) para control y monitoreo de los experimentos.

III.1.3 Descripción analítica de cada etapa

El generador de señales suministra un voltaje, el cual se incrementa mediante el amplificador de potencia, este voltaje se aplicará a la ferrita como una corriente en el embobinado primario. Ambos circuitos se muestran en las figuras III.5 y III.6.

En los circuitos, las unidades para el caso de las resistencias están en Ohms (Ω) y para los capacitores en Farads (F). Los prefijos se indican directamente y su valor es: $M = 1 \times 10^6$, $k = 1 \times 10^3$, $\mu = 1 \times 10^{-6}$, $n = 1 \times 10^{-9}$, $p = 1 \times 10^{-12}$.

Los amplificadores operacionales usados en todos los circuitos exceptuando el amplificador de potencia son del tipo 741.

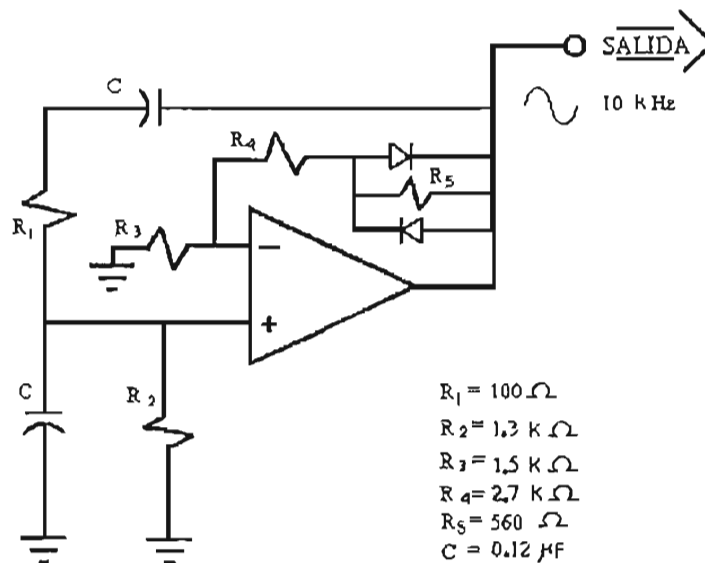


Figura III.5 Generador de Wien (1).

En el caso del amplificador de potencia, que es el circuito que se muestra a continuación, los amplificadores operacionales usados son del tipo 747 y el voltaje de

alimentación V^+ y V^- corresponde a ± 18 volts en todos los casos. Los transistores son: NPN -MJ 1001- Y PNP -MJ 901-, su voltaje de alimentación V^+ y V^- corresponde a ± 15 volts respectivamente.

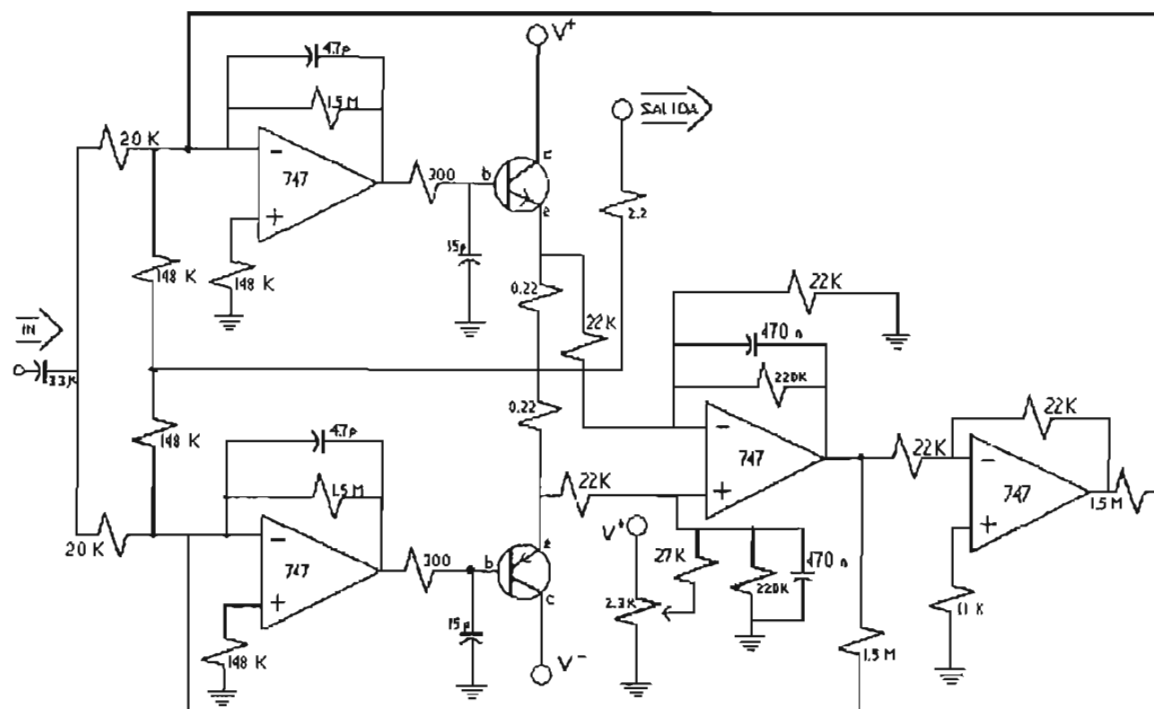


Figura III.6 Amplificador de potencia (2).

En el embobinado secundario aparece un voltaje inducido, proporcional al voltaje aplicado en el embobinado primario, esto es, $V_S = nV_p$, donde V_S es el voltaje en el embobinado secundario, V_p es el voltaje aplicado en el embobinado primario y "n" es la relación de vueltas primario-secundario. Este al ser aplicado al amplificador de voltaje, (3), se multiplica por una constante, esto es, $V_A = A V_S$, donde V_A es el voltaje que se obtiene en el amplificador y "A" la constante de proporcionalidad del amplificador, (ganancia). La cual es seleccionada manualmente en cuatro pasos, (0.5, 1, 10, 25).

En general, aún para muestras con elevada permeabilidad, el voltaje en el secundario es pequeño, así que es importante tener alta sensibilidad en el secundario para poder obtener un voltaje detectable; sin embargo, esto implica amplificar también

el ruido. Para evitarlo, se utiliza un filtro pasa-banda. Estos circuitos se muestran en la figura III.7, en ellos también se utilizaron amplificadores operacionales 741.

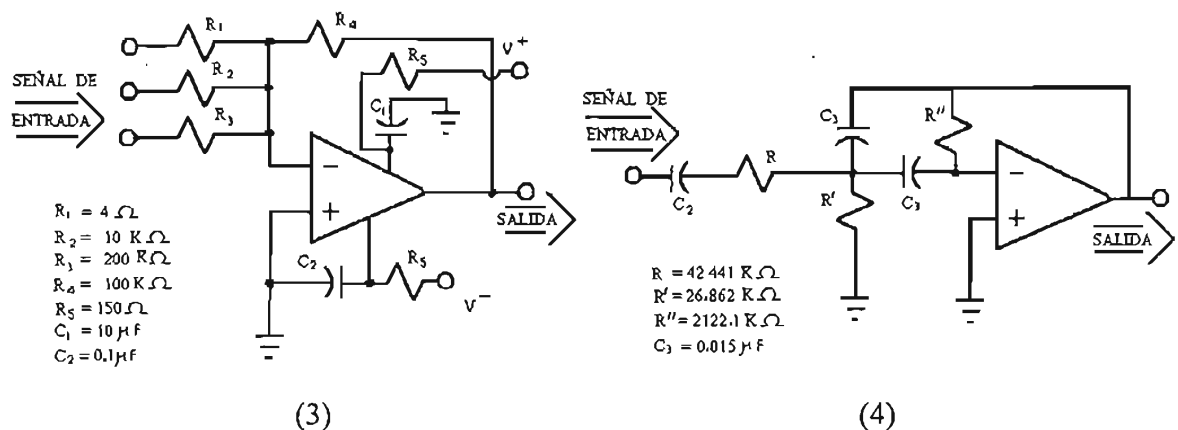


Figura III.7 Amplificador de voltaje, (3), conectado al Filtro pasa-banda, (4).

Otra ventaja en este diseño es que cuando se efectúa el experimento y en un momento dado se satura el amplificador, se opta por dividirla por un factor fijo pre-establecido, figura III.8(5) Es decir, se ajusta el factor de amplificación de entrada.

A la salida del divisor de voltaje se usó un rectificador de precisión, el cual es más eficiente para pequeñas señales, figura III.8(6).

En este punto del circuito se coloca un filtro pasa-bajos para asegurar no tener componentes de la frecuencia fundamental de 10 kHz, o sus armónicas.

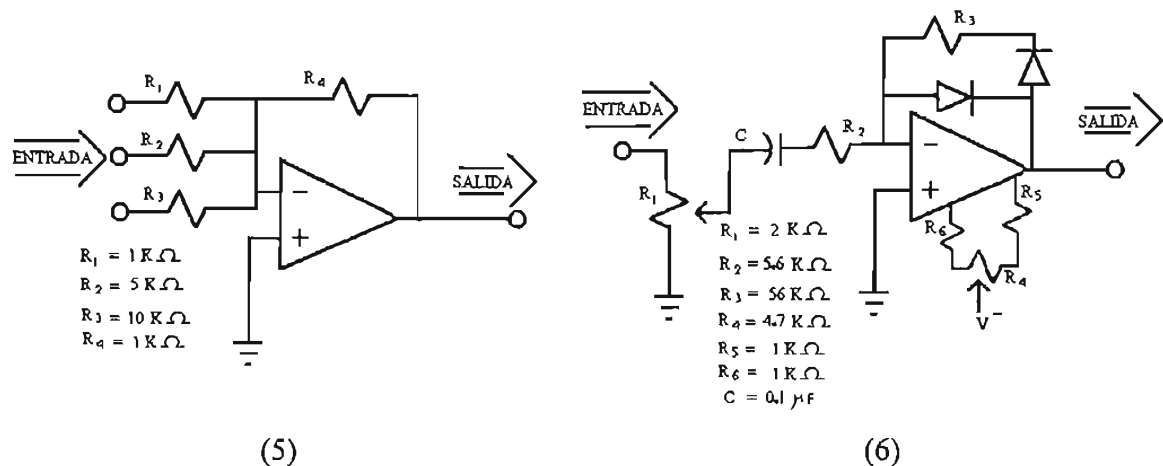


Figura III.8 Divisor de voltaje, (5), conectado al Rectificador de precisión, (6).

La señal que se recibe pasa ahora por el acoplador el cual evita problemas de carga a la señal de salida de corriente directa, (CD). De ahí es filtrada a través del pasa-bajos, el cual elimina fluctuaciones no deseadas. Posteriormente, la señal pasa al detector de nivel. En el mismo circuito se encuentra el indicador de saturación que es un diodo emisor de luz (LED- light emissor diode), figura III.9.

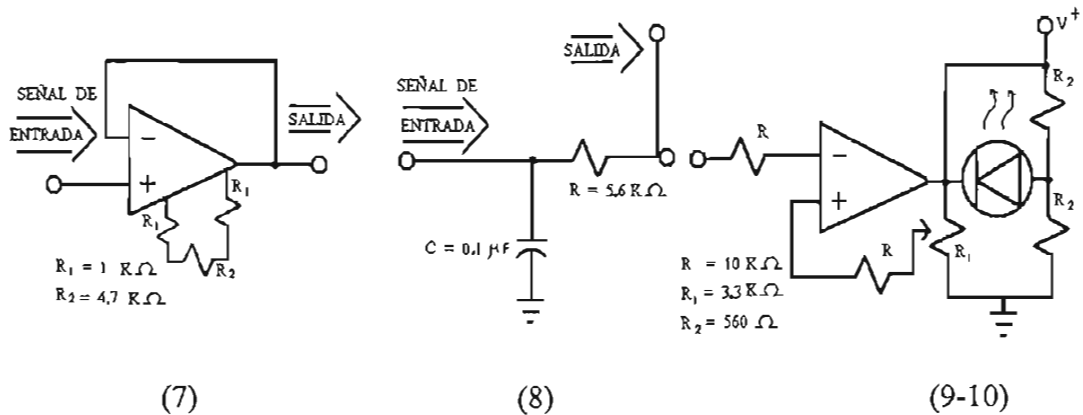


Figura III.9 Acoplador, (7). Filtro pasa-bajos, (8). Detector de nivel, (9) y Led, (10).

Se puede resumir esta sección en los siguientes puntos:

- Se obtuvo una ecuación para interpretar el voltaje de salida como una señal proporcional a la permeabilidad μ .
- Se diseñó y estableció la función de transferencia del sistema.
- Se construyó el sistema electrónico de medición.
- Se calibró el dispositivo.
- Se evaluó el funcionamiento del aparato, dando ejemplos de medición.

III.1.4 Calibración del dispositivo experimental

El dispositivo consta de varias etapas, donde dos de ellas se pueden variar manualmente y son: La de ganancia de voltaje; la cual está conectada a la señal inducida en el embobinado secundario, esto es para casos donde la señal es demasiado

pequeña y es difícil de detectar. La segunda etapa es un divisor de voltaje, que sirve para atenuar la señal, en casos donde dicha señal resulte demasiado grande y pueda llegar a saturación.

Con el fin de encontrar el intervalo de linealidad del dispositivo experimental, se midió la permeabilidad del aire, para extrapolar a la permeabilidad del vacío. En este caso se utilizó como núcleo un toroide de plástico, el cual puede considerarse como si no existiera material, con la ventaja de que en él, es fácil hacer el embobinado. La geometría fue toroidal, y sus dimensiones fueron: $r_2 = 17.5$ mm, $r_1 = 4.55$ mm, $Y = 9.85$ mm, la señal se aplicó a la frecuencia $f = 10$ kHz, que es la frecuencia de interés en este trabajo. Se embobinó con $N_p = 33$ y $N_s = 33$, se le aplicó un voltaje al embobinado primario, V_{prim} , midiendo el voltaje inducido en el embobinado secundario, V_{sec} . Esto se hizo aplicando voltajes entre 0 y 5 volts rms.

Se obtuvieron una serie de gráficas de V_{sec} en función del V_{prim} . Cada gráfica corresponde a todas las posibles combinaciones de ganancias y divisiones de voltaje, las combinaciones de estos dos parámetros son los que nos indican el intervalo donde el dispositivo se comporta de forma lineal. Las gráficas obtenidas se presentan de manera conjunta en la figura III.10, por ser más claro el intervalo donde el comportamiento es lineal.

En la serie de mediciones que se llevaron a cabo, se observó linealidad a partir de 0.01 V, cabe recordar que el dispositivo experimental se diseñó precisamente para medir valores muy pequeños, con alto nivel de ganancia por ello la importancia de determinar el comportamiento de todo el sistema en un amplio intervalo de valores para trabajar sólo donde su comportamiento sea lineal.

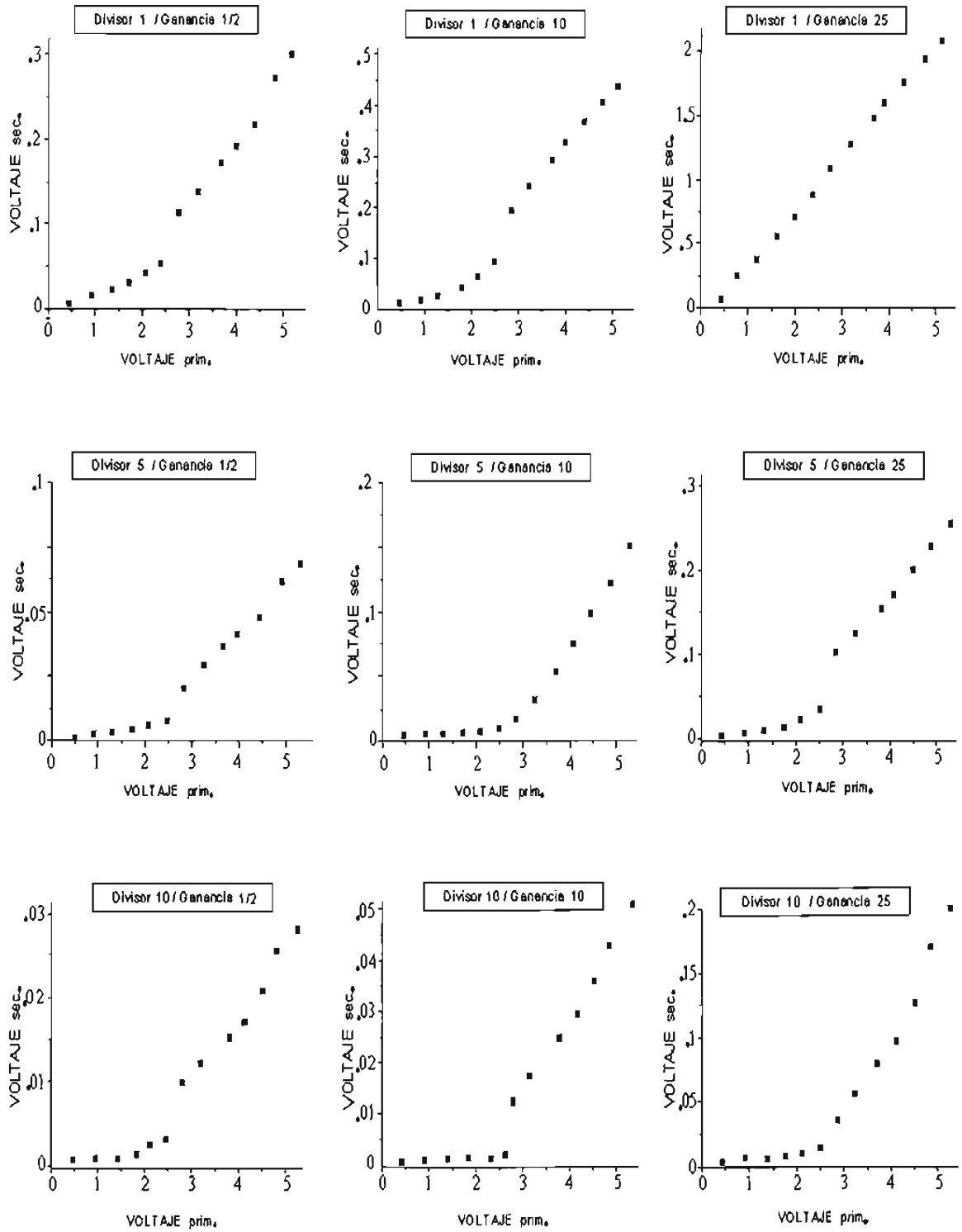


Figura III. 10 Gráficas obtenidas con núcleo de aire.

III.2 MEDICIONES EXPERIMENTALES

En el presente trabajo se utilizaron además de las ferritas de bario elaboradas en el laboratorio otras ferritas que fueron: De *Ytrio*, cuyas primeras aplicaciones fueron los discos flexibles 3.5 in. con capacidad de 4 MB, actualmente todavía se usan en memorias de componentes; las cinta profesional de Hi - 8mm de Toshiba y la cinta DAT solf de Sony. El otro tipo de ferritas que se usó fue de *hierro pulverizado dopada de Bario* (marca "Amidon associates", TDK, Phillips) y *dopada de Litio*, (marca "Palomar engineers"), que son de uso comercial.

Se llevaron a cabo dos series de mediciones con estos tipos de ferritas duras. Obteniendo valores de permeabilidad magnética como una función de la temperatura pasando por el punto de transición o temperatura de Curie (T_C). La primera serie de mediciones se hizo a las muestras cuyas características ya se conocían, esto fue con fin de corroborar la veracidad del aparato diseñado, es decir, empleándolas como referencia. De esta forma, se espera que el sistema para medir la permeabilidad magnética quede calibrado. Una vez hecho esto, se lleva a cabo la segunda serie de mediciones para caracterizar a las ferritas duras fabricadas en el laboratorio, que es el objetivo de este trabajo. A continuación se plantea la descripción la preparación de las ferritas.

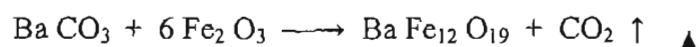
III.2.1 Preparación de ferritas de bario

En el presente trabajo la elaboración de las ferritas se hizo considerando tener el mayor grado de pureza, es decir, eliminando componentes que puedan afectar el producto terminado^{[20],[20],[26]}. Aunque la mezcla se hizo añadiendo alcohol etílico para tener homogeneidad en los polvos, la molienda se llevó a cabo en seco. Para el calcinado y prensado en particular, en esta elaboración de ferritas no se empleó un **dopante**, así como tampoco se usó un aditivo **plastificante**. Esto con la finalidad de no tener alguna reacción entre el dopante y algún óxido de nuestros componentes. Por su

parte el plastificante, podría ocasionar la aparición de porosidad al momento del calcinado.

Secuencia en la preparación

La preparación se hizo de la siguiente manera: Se utilizaron polvos de óxido de hierro y de carbonato de bario ambos con una pureza del 99.9 %. Los reactivos se pesaron en cantidades estequiométricas para preparar la composición $Ba Fe_{12}O_{19}$ de acuerdo a la reacción:



Con una balanza analítica se pesaron las cantidades de los componentes en este caso 20 gr de carbonato de bario y 80 gr. de óxido de hierro para obtener 100 gr. de muestra.

Cuando se hizo la preparación de muestras se procesó en cuatro lotes de una misma composición, es decir, 25 gr de compuesto para cada lote. Se fijó una sola temperatura de tratamiento térmico, esto fue para facilitar el proceso de mezclado y molienda, ya que por las características de los instrumentos del laboratorio, es preferible hacer el proceso en pequeñas cantidades.

Mezclado y secado

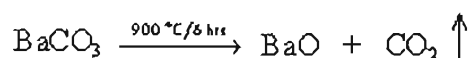
El compuesto se mezcló con alcohol etílico haciendo una suspensión. Se colocó en un agitador de aspas el cual puede trabajar por varios días, en él se colocó la mezcla en proporción de 25 gr. de compuesto y un 1 lt. de alcohol, poniéndole un agitador, cuyas aspas se diseñaron de forma tal que casi no salpicara. La mezcla se agitó durante 24 hrs. para asegurar su homogeneidad, posteriormente se colocó la mezcla en un vaso de precipitados y este a su vez en una parrilla en la mínima escala para asegurar la evaporación del alcohol, nunca se dejó de agitar durante el calentamiento que fue de 24 hrs. Una vez evaporado el alcohol, se procedió a moler.

Molienda

La molienda se realizó en un mortero de ágata, en él se colocan pequeñas cantidades del compuesto y se va moliendo con la mano del mortero, este proceso se lleva a cabo hasta que en el compuesto desaparecen posibles grumos y puntos blancos, obteniéndose una textura de talco. Este proceso se hizo durante una hora para cada lote de compuesto. El compuesto ya molido se deposita nuevamente en un vaso de precipitados, el cual se coloca en la parrilla una hora más para asegurar una mezcla totalmente seca. Tanto el mezclado como la molienda se llevaron a cabo a temperatura ambiente. Los dos procesos anteriores se repitieron hasta terminar el compuesto, la figura III.11(a), muestra los dispositivos usados en esta parte.

Calcinación

Este es un tratamiento térmico que se le da a la mezcla para lograr la fase cristalina, se usó una mufla programada para calentar hasta 900° C. La reacción en la calcinación es:



El material una vez calcinado se molió de nuevo en el mortero de ágata, se hizo en seco para producir estructuras finas con pequeños tamaños de grano y obtener un polvo más homogéneo, esto es para eliminar la presencia de aglomerados y facilitar los procesos de difusión durante el tratamiento térmico. El calcinado se realizó en una mufla Thermolyne modelo 47900 que permite la programación de varios segmentos de calentamiento y puede realizar tratamientos térmicos hasta 1200° C, se muestra en la figura III.11(c).

La figura III.11, muestra los dispositivos que se utilizaron para la elaboración de las ferritas en el laboratorio.

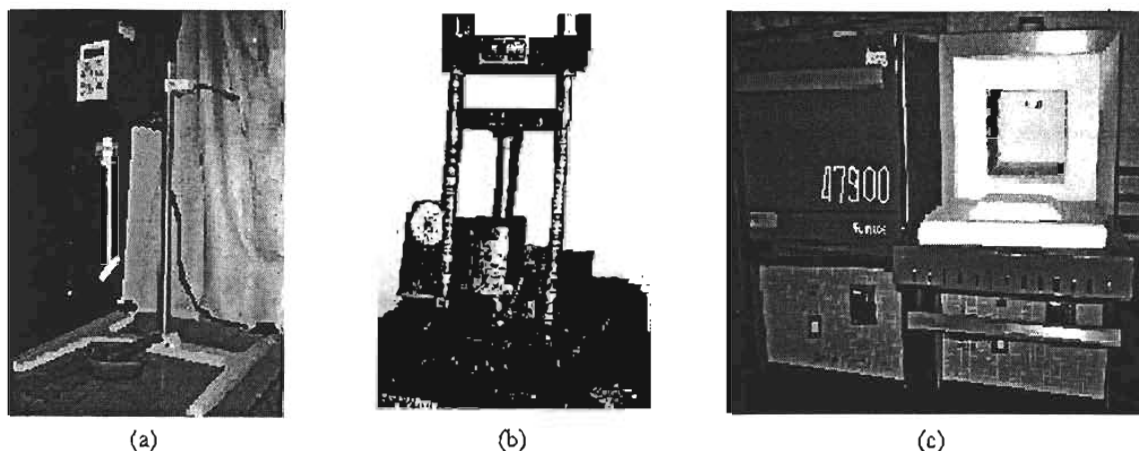


Figura III.11.- a).-Mortero y agitador de aspas. b).- Prensa unidireccional. c).- Horno para sinterizar.

Prensado

Las condiciones y la forma en que se preparan las muestras consolidadas de ferrita en polvo para posteriormente llevar a cabo el prensado, puede ser un factor determinante en las propiedades magnéticas de las mismas. Por lo que durante la preparación en este caso de los toroides es importante controlar la forma en que se alimenta el polvo en la cavidad del dado, la velocidad y el tiempo de compactación así como la presión aplicada.

La mezcla obtenida se compactó en forma toroidal empleando una presión de 4 ton/cm^2 durante 1 minuto, esto con el fin de lograr el máximo empaquetamiento de partículas y la mayor homogeneidad, obteniéndose así las diferentes muestras toroidales de ferrita de bario. Por el tamaño de la prensa se sugiere hacer los toroides con 4 g de compuesto.

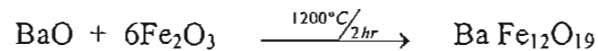
En la prensa se sugiere engrasar ligeramente todos los componentes de hierro para asegurar un buen deslizamiento en el momento de prensado y una vez obtenido el toroide es necesario limpiar todos los componentes antes de hacer un nuevo toroide.

Se utilizaron dos dados en forma de toroide de acero inoxidable del 420 cuyas dimensiones variaron alrededor de los 20 mm de diámetro exterior, 5 mm de diámetro interior. El espesor quedó determinado por la presión ejercida en los toroides. La

prensa utilizada es unidireccional marca Craver Laboratory Press que alcanza una fuerza máxima de 11 toneladas métricas. Se muestra en la figura III.11 (b).

Sinterización

El proceso de sinterización debe darse por debajo de la temperatura de fusión del componente que tenga menor fusión. La reacción en esta fase es:



La sinterización convierte un polvo compacto en una estructura más densa de cristalitos unidos por una frontera de grano.

El sinterizado de las piezas prensadas se llevó a cabo en una mufla marca *Thermolyne* la cual se programó para llevar las muestras desde la temperatura ambiente hasta 1200 °C que fue la temperatura del tratamiento térmico. Se consideró una alta temperatura para promover la difusión de los componentes del polvo y fue a la presión atmosférica con el fin de obtener un material denso y duro. Durante el proceso de sinterizado se cuidó de que el calentamiento y enfriamiento fuera con rapidez controlada, para evitar que las piezas se agrietaran.

Se hicieron varias muestras, aunque algunas de ellas se dañaron o agrietaron, se obtuvieron 6 en total con un buen acabado, las dimensiones se muestran en la tabla III.1. Como el tratamiento térmico fue el mismo para todas las muestras, el tamaño de grano se considera el mismo. En cuanto a las dimensiones del toroide, se usaron dos dados distintos de prensado para su elaboración, por ello la variación de tamaño. Esto se hizo porque la cantidad de compuesto para la elaboración de ferritas no alcanzó para hacer todas del tamaño inicial, el molde más grande fue el que se usó primero. Cuando se consideró que se tenía poco polvo se usó un molde más pequeño. En estas últimas, el grosor fue más pequeño porque el polvo restante se pesó y se dividió para obtener muestras iguales. La dimensión final de cada ferrita varió un poco ya que el acabado de las piezas se realizó por pulido para quitar pequeños excedentes en las orillas y mejorar la regularidad de las superficies, sin embargo, la máxima variación es de 3

décimas de milímetro en las primeras cuatro de las 6 que se seleccionaron y que corresponden a un mismo molde. En las siguientes ya no se pulió tanto de manera que la diferencia entre ellas, siendo de un mismo molde es máximo de 3 centésimas de milímetro. La densidad se determinó a través de un programa en la computadora, donde se ingresan; el peso, grosor y los diámetros interno y externo de la ferrita. El programa usa la fórmula de densidad, ($\rho = m/V$), haciendo las conversiones en cuanto al peso y el ajuste en cuanto a que se trata del volumen de un toroide. Las dimensiones de las ferritas se midieron con un Vernier digital marca Mitutoyo Corp. con escala de centésimas de milímetro y el peso se obtuvo con una balanza digital de precisión marca Ohaus, modelo Explorer con escala de diezmilésimas de gramo.

Muestra Ba Fe ₁₂ O ₁₉	Diámetro externo	Diámetro interno	Grosor (mm)	Peso (gr)	Densidad (gr/cm ³)
# 1	18.81 mm	5.24 mm	3.05 mm	2.8181	3.610
# 2	18.65 mm	5.20 mm	3.67 mm	3.3631	3.657
# 3	18.96 mm	5.21 mm	4.12 mm	3.6860	3.547
# 4	18.84 mm	5.12 mm	3.91 mm	3.5274	3.597
# 5	16.37 mm	4.86 mm	3.06 mm	2.0541	3.538
# 6	16.34 mm	4.83 mm	3.05 mm	2.0632	3.535

Tabla III.1 Dimensiones de las ferritas elaboradas en el laboratorio

Como una primera aproximación se hizo una misma medida con todas las ferritas, como los datos fueron similares, se tomaron tres muestras representativas para las mediciones. La selección se hizo tomando las tres primeras de la tabla III.1.

III.2.2 Descripción de las mediciones

Para la primera serie de evaluaciones, se tienen un grupo de muestras con los valores dados por el fabricante en forma de gráficas, en un rango de frecuencias, (apéndice I). Las ferritas usadas para esta parte son seis: una es ferrita de bario

magnetizada, cuatro son de hierro pulverizado; una adicionada con Litio y las tres restantes adicionadas con Bario. Por último una ferrita, denominada "YIG" (Ytrio, Hierro, granate), $Y_3Fe_2(FeO_4)_3$, la cual se preparó en el Instituto de Investigaciones en Materiales.

En la tabla III.2 se presentan las dimensiones y valores de las ferritas en cuanto a permeabilidad inicial, temperatura de Curie e intervalo de frecuencia óptima en la que se puede trabajar con ellas, es decir, frecuencias en las que no hay pérdidas por corrientes de Eddy. Estos datos son proporcionados por el fabricante, en el caso de las ferritas comerciales, los datos se obtienen del Apéndice I.

Tipo de ferrita	Dimensiones r_2, r_1, Y (mm)	Permeabilidad inicial relativa	Temp. Curie(°C)	Frecuencia optima de trabajo en ferrita.
YIG $Y_3Fe_5O_{12}$	$r_2=9.6$ $r_1=4.6$ $Y=3.2$	$\mu_r = 700$	$T_c = 250\text{ °C}$	100 kHz a 4.5 MHz
Bario magnetizada toroidal	$r_2= 10.9$ $r_1= 4.7$ $Y= 6.25$	$\mu_r = 2.0$	$T_c = 450\text{ °C}$	1 kHz a 10 MHz
Hierro pulverizado "A" (LiFe)	$r_2= 7.8$ $r_1= 3.8$ $Y= 3.35$	$\mu_r = 6.0$	$T_c = 160 - 200$	10 MHz a 50 MHz
Hierro pulverizado "A" (BaFe)	$r_2= 6.6$ $r_1=2.6$ $Y= 2.4$	$\mu_r = 5.0$	$T_c = 180 - 220$	1 MHz a 50 MHz
Hierro pulverizado "R" (BaFe)	$r_2= 9.6$ $r_1= 5.4$ $Y= 3.3$	$\mu_r = 10$	$T_c = 180 - 200$	0.5 MHz a 15 MHz
Hierro pulverizado "G" (BaFe)	$r_2= 9.9$ $r_1=2.8$ $Y= 3.85$	$\mu_r = 50$	$T_c = 150 - 200$	1 MHz a 5 MHz

Tabla III.2 Dimensiones y valores dados por el fabricante (Apéndice 1).

Posteriormente se mostrará una tabla similar con los datos que se obtuvieron una vez hechas las mediciones.

Para la segunda serie de mediciones se trabajó con ferritas hexagonales de bario, hechas en el laboratorio, su composición es $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$. Estas ferritas son las que se caracterizaron, por lo cual, se realizaron numerosas mediciones para comprobar la reproducibilidad del experimento, además de tener una alta estadística para determinar la temperatura de Curie en forma más exacta.

III.2.3 Procedimiento en las mediciones

En la sección anterior se habló de qué ferritas se evaluaron, en esta parte se explica cómo fueron hechas las mediciones y se muestran los resultados obtenidos sólo para las ferritas que ya se conocen los valores que se tienen que obtener. La disposición del sistema para llevar a cabo las mediciones se ejemplifica a continuación en la figura III.12.

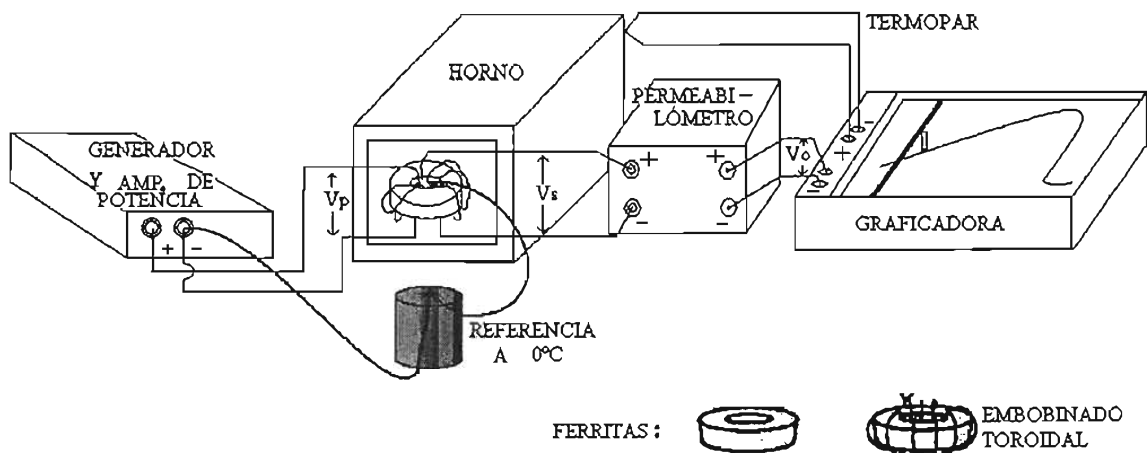


Figura III.12 Disposición del dispositivo experimental.

Dado que el dispositivo electrónico puede dar información con un error de 2.5 mV, al trabajar con altas ganancias, es decir al aumentar la señal hasta 25 veces, se considera un excelente aparato libre de *ruido*.

Los experimentos consistieron en variar la rapidez de calentamiento, la muestra se dejó enfriar en el horno manteniendo éste cerrado con el fin de no someter a la muestra a cambios bruscos de temperatura.

La primera serie de experimentos que se llevaron a cabo, se inició con una muestra cuya permeabilidad magnética es ~20 veces mayor que la permeabilidad de las ferritas que son de interés en este proyecto. Se procedió a embobinar en forma toroidal la ferrita de YIG y se colocó dentro del horno, en un soporte que permite mantenerla en el centro, tal como lo muestra en la figura III.12.

Las mediciones de permeabilidad magnética se realizaron en el intervalo de temperatura de 20 °C a 275°C con una rapidez de calentamiento de 36 °C/min y constante. Registrándose la temperatura de transición de Curie, que a partir de ahora denotaremos T_C , en 238 °C. A partir de 275°C se dejó enfriar la muestra, se detectó que el enfriamiento es diferente al calentamiento pues $\Delta T / \Delta t$ no es constante en esta parte del proceso. La curva que se midió se muestra en la figura III.13.

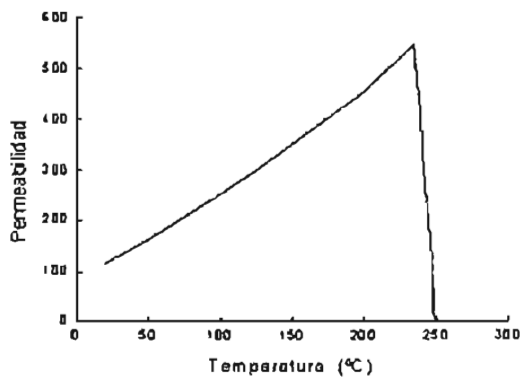


Figura III.13 Permeabilidad inicial en función de la temperatura de la ferrita de YIG.

Con estas pruebas se verifica que pueden medirse valores altos de permeabilidad, lo cual establece la versatilidad del dispositivo experimental.

Además se detectó el voltaje de salida en cada componente del permeabilómetro para tener la constante de proporcionalidad de cada etapa y comparar con la constante que se obtiene al medir externamente la señal, encontrando que al multiplicar cada uno de los factores de cada etapa nos da la constante que se obtiene al final de la última etapa del permeabilómetro. Esto se verificó además para una ferrita de bario comercial (Ba com.) y para una fabricada en el laboratorio (Ba lab.). Los datos se encuentran en la tabla III.3.

	YIG	Ba com.	Ba lab.	Máx. dif.
Multiplicación de las constantes de cada etapa	85.9	85.04	85.5	0.86
Constante al final del permeabilómetro	84.47	83.66	84.0	0.81

Tabla III.3.- Constante de proporcionalidad del permeabilómetro.

La diferencia máxima (máx. dif.) en los valores de las constantes medidas está comprendida en la incertidumbre del multímetro con el que se midió el voltaje, de manera que se puede tener confiabilidad en las mediciones.

La siguiente ferrita que se midió fue la de bario magnetizada, (tabla III.2). Haciendo el mismo procedimiento que con la primera ferrita, se obtuvo su permeabilidad magnética inicial, desde la temperatura ambiente, (20 °C), hasta la temperatura de 475 °C. El registro exacto de la temperatura se hizo con un termopar que se encuentra en el centro de la muestra, registrando así el incremento de temperatura, el cual fue constante, en este caso de 4.0 °C/min, medido a través de la graficadora, de aquí se obtuvo la curva de calentamiento (figura III.14). La T_C registrada fue de 442 °C y $\mu_r = 2.1$.

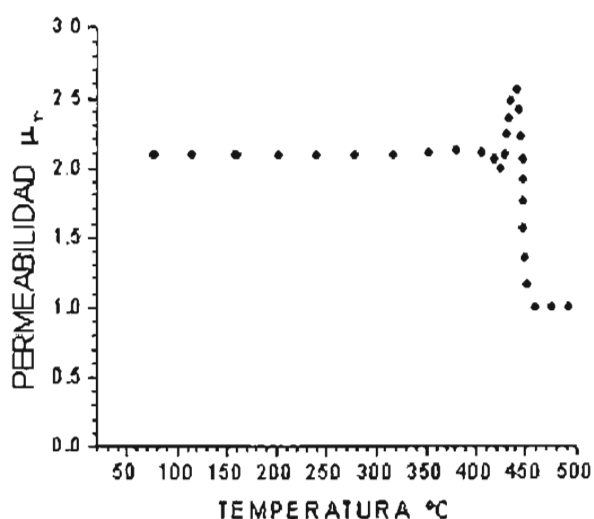


Figura III.14 Permeabilidad inicial de una ferrita de bario magnetizada.

Con rapidez de calentamiento de 4.0 °C/min

Para las siguientes cuatro ferritas de la tabla III.2, se procedió de igual manera; se inició el calentamiento a la temperatura ambiente, hasta que se detectó la temperatura de Curie. A partir de entonces se apagó el horno, dejándolo enfriar. La rapidez de calentamiento para todas ellas fue de 4.0 °C/min.

La gráfica de la figura III.15 es un buen ejemplo de las curvas obtenidas en esta parte.

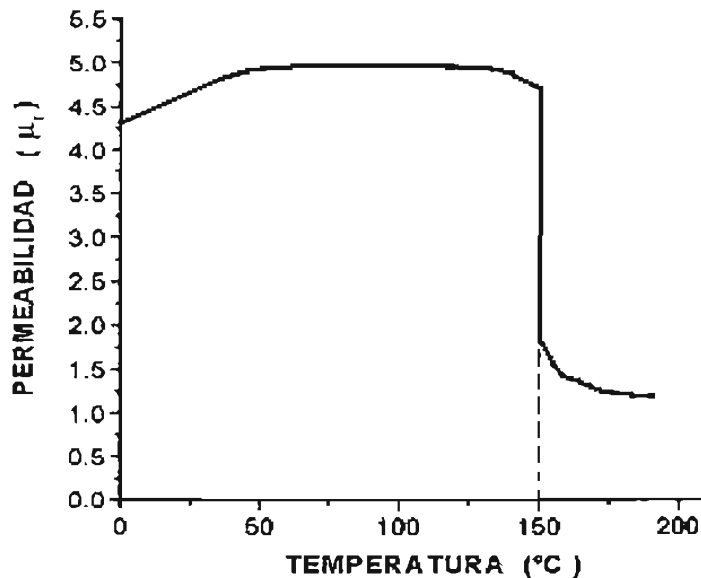


Figura III.15 Permeabilidad inicial de una ferrita de hierro pulverizado adicionada con Litio.

Las curvas encontradas de estas cuatro ferritas tienen el mismo comportamiento, sin embargo, los valores medidos de permeabilidad inicial, (μ_r) y de la temperatura de Curie, (T_C), son distintos para cada muestra, estos valores se encuentran en la tabla III.4. El valor de la permeabilidad, estuvo dentro del intervalo dado por el fabricante (dependiendo de la ferrita, su valor está entre $2 < \mu_r < 50$), de igual manera el valor de la temperatura de Curie fue el esperado según los valores proporcionados por el fabricante, en el caso de la muestra magnetizada su T_C fue del orden de 400° C, en el caso de las ferritas de hierro pulverizado, T_C varió de 150° C a 180° C por último, en el caso de la ferrita de YIG, su T_C fue del orden de 250° C, esto resalta al comparar con los valores de la tabla III.2. Como los valores medidos se encuentran en el

intervalo dado por el fabricante, (tabla III.2), es claro que el permeabilómetro es un buen dispositivo para medir la permeabilidad de las ferritas en general.

Tipo de ferrita	Densidad (gr/cm ³)	Permeabilidad y vueltas del embobinado prim.(p)-sec.(s)	Inductancia, # de espiras	Temp.Curie(°C)	Frecuencia a la que se trabajó
YIG Y ₃ Fe ₅ O ₁₂	ρ = 4.499	μ _r = 698.45 N _p = 9 N _s = 18	L = 400 μh n = 35	T _c = 232 °C	10 kHz
Bario magnetizada toroidal	ρ = 1.065	μ _r = 2.0351 N _p = 10 N _s = 25	L = 17.8 μh n = 91	T _c = 404 °C	10 kHz
Hierro pulverizado "A" (LiFe)	ρ = 4.457	μ _r = 5.575 N _p = 9 N _s = 18	L = 2.7 μh n = 31	T _c = 150 °C	10 kHz
Hierro pulverizado "A" (BaFe)	ρ = 4.044	μ _r = 5.2993 N _p = 11 N _s = 22	L = 1.4 μh n = 24	T _c = 184 °C	10 kHz
Hierro pulverizado "R" (BaFe)	ρ = 4.479	μ _r = 10.247 N _p = 11 N _s = 24	L = 5.5 μh N = 37	T _c = 182 °C	10 kHz
Hierro pulverizado "G" (BaFe)	ρ = 2.978	μ _r = 47.69 N _p = 11 N _s = 24	L = 6.8 μh n = 12	T _c = 162 °C	10 kHz

Tabla III.4 Valores obtenidos de densidad, permeabilidad inicial relativa, inductancia y temperatura de Curie. En todos los casos se trabajó a 10 kHz.

III.2.4 Medición de ferritas producidas en el laboratorio

Una vez determinada la respuesta del permeabilómetro para las mediciones de nuestro interés, se procedió a la caracterización de las ferritas de bario fabricadas en el Instituto de Investigaciones en Materiales, para ello se tuvo control sobre las siguientes características como son:

- Dimensión y forma de la muestra.
- Control sobre tamaño de grano.

Se realizaron los experimentos haciendo variaciones en la rapidez de calentamiento. El experimento consistió en poner a la ferrita dos embobinados (al igual que en los casos anteriores), uno denominado primario; donde se aplica una corriente senoidal (I_0) y el otro, embobinado secundario; donde aparece un voltaje inducido (V_s), la figura III.12, muestra la disposición de la ferrita dentro del horno y cómo se obtiene la señal para obtener su gráfico. La corriente aplicada es constante durante todo el proceso y se incrementa la temperatura. El intervalo de rapidez de calentamiento V_C fue desde 41.2 °C/min hasta 0.26 °C/min. Estas mediciones se hicieron para las tres primeras ferritas de la tabla III.1, las curvas obtenidas fueron similares tanto en forma como en su temperatura de Curie, por lo que sólo se presenta las curvas de una de ellas.

Las curvas y valores obtenidos se presentan en el siguiente capítulo de manera más detallada por tratarse de los resultados experimentales.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS EXPERIMENTALES

En este capítulo se presentan las gráficas obtenidas, así como los resultados encontrados al estudiar la dependencia entre la rapidez de calentamiento de las muestras con su temperatura de Curie, (T_C). Se mencionó anteriormente que con las seis muestras obtenidas se hicieron mediciones, las curvas se obtuvieron para una misma rapidez de calentamiento, las cuales fueron bastante similares tanto en forma como en el valor de su T_C . De hecho la diferencia podría considerarse como incertidumbre propia de los aparatos (graficadora y permeabilómetro). Dada esta similitud se escogió una de las ferritas para llevar a cabo todas las mediciones, que fue la “# 2 de la tabla III.1”, la elección se hizo considerando que tuviera el mínimo de imperfecciones en su superficie.

Se dispusieron las mismas condiciones experimentales para todas las curvas presentadas, a saber: El voltaje que se aplica en el embobinado primario es un valor constante V_p , de manera que el voltaje que se induce en el embobinado secundario será proporcional a la permeabilidad de las ferritas a estudiar, es decir, $V_s = K\mu$ donde K , contiene todos los parámetros que son constantes (ecuación desarrollada en el capítulo III).

Las mediciones de los aparatos son las mismas en todos los intervalos, ya que aún haciendo cambios de escala, esta fue la misma para todos los casos. De manera que se considera como variación únicamente la rapidez de calentamiento, la cual se disminuyó de manera gradual, a través de un controlador de temperatura conectado directamente al horno donde se calentó la muestra, este dispositivo fue el que permitió controlar la rapidez de calentamiento.

IV.1 Gráficas experimentales

De los gráficos presentados en la figura IV.1, se observa que al aplicar un campo magnético a las ferritas de bario y dependiendo de la rapidez de calentamiento, la curva obtenida tiene cambios significativos tanto en la forma de la curva de permeabilidad como en el valor de la T_C . Las siguientes gráficas corresponden a la ferrita de bario cuyas dimensiones son: Diámetro externo, (D_{ext}) de 18.65 mm, diámetro interno, (d_{int}) de 5.20 mm y grosor, (Y) de 3.67 mm. Su peso es de 3.3631 g.

En las curvas (a) y (b) de la figura IV.1, se advierte que hay un cambio drástico en la permeabilidad inicial relativa, sin embargo, en el caso de la gráfica (a) es un cambio “lento” que empieza a la temperatura de 380 °C y a la temperatura de 426 °C, la permeabilidad tiende a ser constante. En el caso de la gráfica (b), este cambio ocurre a la temperatura de 437 °C y es una caída abrupta. De aquí se observa que dependiendo de la rapidez de calentamiento, la curva encontrada tiene cambios substanciales tanto en la forma de la curva como en el valor de su temperatura crítica.

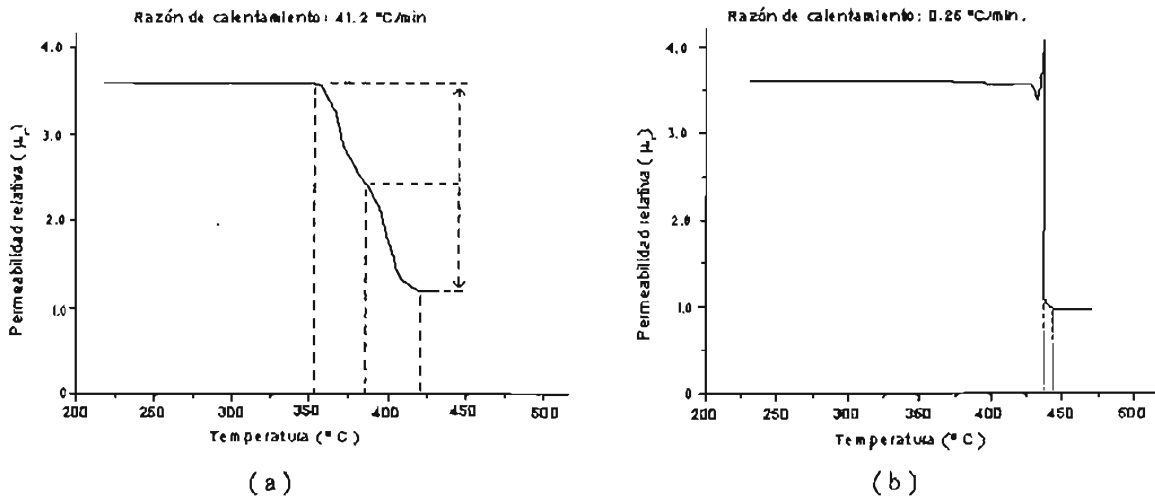


Figura IV.1 Permeabilidad relativa en función de la temperatura de una ferrita de bario elaborada en el laboratorio.

Se hicieron medidas en un amplio intervalo de rapidez de calentamiento, en la tabla IV.1, se enumeran estas rapidezces y se exponen los datos encontrados al variar la rapidez de calentamiento, como son la temperatura a la cual se inicio el cambio de fase

y el valor de la permeabilidad relativa (μ_r) una vez que se llega a la fase paramagnética. Se presentan todas las curvas cuyas modificaciones dependientes de la rapidez de calentamiento son más significativas.

#	Razón de calentamiento (°C/min)	μ_r a Temperatura ambiente	Temperatura en que disminuye μ_r	Temperatura en que deja de variar μ_r	Permeabilidad después de Tc
1	41.2	3.63	355 °C	423 °C	1.17
2	40.2	3.6	370 °C	426 °C	1.17
3	36	3.63	390 °C	430 °C	1.17
4	35	3.63	390°C	430 °C	1.17
5	30	3.57	390 °C	439 °C	1.17
6	18	3.5	394 °C	439 °C	1.17
7	9	3.5	413 °C	441 °C	1.16
8	4.5	3.5	418 °C	441 °C	1.13
9	4.4	3.5	418 °C	441 °C	1.13
10	3.6	3.5	420 °C	441 °C	1.13
11	3.3	3.5	420 °C	441 °C	1.13
12	2.25	3.6	434 °C	444 °C	1.13
13	1.125	3.6	436 °C	444 °C	1.13
14	0.56	3.6	437 °C	444 °C	1.13
15	0.26	3.6	437 °C	444 °C	0.98

Tabla IV.1 Características de las curvas de permeabilidad de la ferrita de bario como función de la rapidez de calentamiento.

De los datos de la tabla IV.1 se escogieron las curvas siguiendo los siguientes criterios:

-De la # 1 y # 2, cuya razón de calentamiento es de 41.2 y 40.2 °C/min, respectivamente, se encontró con un amplio intervalo de temperatura al pasar de la fase ferrimagnética a la fase paramagnética, de la tabla IV.1 se observa que este intervalo es de 68 y 56 °C, también respectivamente, de manera que se escogió sólo una de las curvas con esta característica que fue la # 2.

-De la # 3 a la # 6, se eliminaron las intermedias por considerar tener una marcada diferencia considerando los gráficos de los extremos.

-De la # 8 a la # 11, la máxima variación de la razón de calentamiento es de 1.2°C, el inicio de la transición reflejada en la caída de la curva presenta una diferencia de 2 °C entre las curvas, que tienen una razón de calentamiento de 4.5°C/min a 3.3°C/min, transformándose a la fase paramagnética con la misma temperatura, que es de 441°C. Se escogió solamente un gráfico representativo que fue el de la rapidez de 4.5°C/min.

-No hay variación en la forma de las curvas # 14 y # 15, la T_C detectada es la misma para ambas razones de calentamiento y se llega a la fase paramagnética a la misma temperatura (444°C), por lo que se muestra sólo una de ellas, que es la de 0.56°C/min.

El intervalo en el que se obtuvieron las distintas gráficas, es reproducible en su totalidad bajo las mismas condiciones.

Las curvas # 1 y # 15, que corresponden a los datos de la tabla IV.1 se presentaron en la figura IV.1, al inicio de este apartado.

La temperatura de Curie reportada para la ferrita de bario es del orden de 450 °C. En las curvas de la gráfica IV.1; es clara una T_C en el caso de la curva (b), ya que hay una caída casi vertical, sin embargo, en el caso de la curva (a) no está claro cual es la T_C , en este caso se considera el punto medio entre los dos valores donde la permeabilidad se mantiene constante y esa temperatura es considerada la T_C . Las temperaturas registradas en (a) y (b) son respectivamente 389 °C y 437 °C. La diferencia de temperatura entre una y otra gráfica es de 48 °C. La tabla IV.2 enumera la selección de rapidez de calentamiento que se utilizó para analizar cada gráfica.

Datos de una ferrita de bario (#)	Razón de calentamiento (°C/min)	μ_r a Temperatura ambiente
# 1	40.2	3.6
# 2	36	3.63
# 3	30	3.57
# 4	18	3.6
# 5	9	3.6
# 6	4.5	3.6
# 7	2.25	3.6
# 8	1.125	3.6
# 9	0.56	3.6

Tabla IV.2.- Número de gráficas que se analizarán para una ferrita de bario.

El incremento de temperatura se hizo desde la temperatura ambiente, del orden de 20 °C hasta llegar a la T_C . En las gráficas sólo se muestra a partir de los 200 °C porque además de mostrar la temperatura crítica, es a partir de este intervalo donde los cambios son notables, antes de esta temperatura, la permeabilidad relativa es constante. Lo mismo se observa en todas las mediciones. Las gráficas se presentan en secuencia de mayor a menor rapidez de calentamiento, para dar un seguimiento del cambio de las curvas conforme se va haciendo más lento el calentamiento de las muestras.

Fue el hecho de encontrar una gran diferencia en la temperatura de Curie, lo que indujo a disminuir de manera fina y cuidadosa la rapidez de calentamiento para detectar a partir de qué valor, la curva no presenta cambios drásticos. Obteniendo así las gráficas que se presentan a continuación, en cada una de ellas se especifica cuál es la rapidez de calentamiento a la que se realizó el experimento. Cabe mencionar que este procedimiento se hizo para todas las muestras elaboradas en el laboratorio, obteniendo los mismos resultados. La tabla IV.2, enumera la selección de gráficas utilizadas.

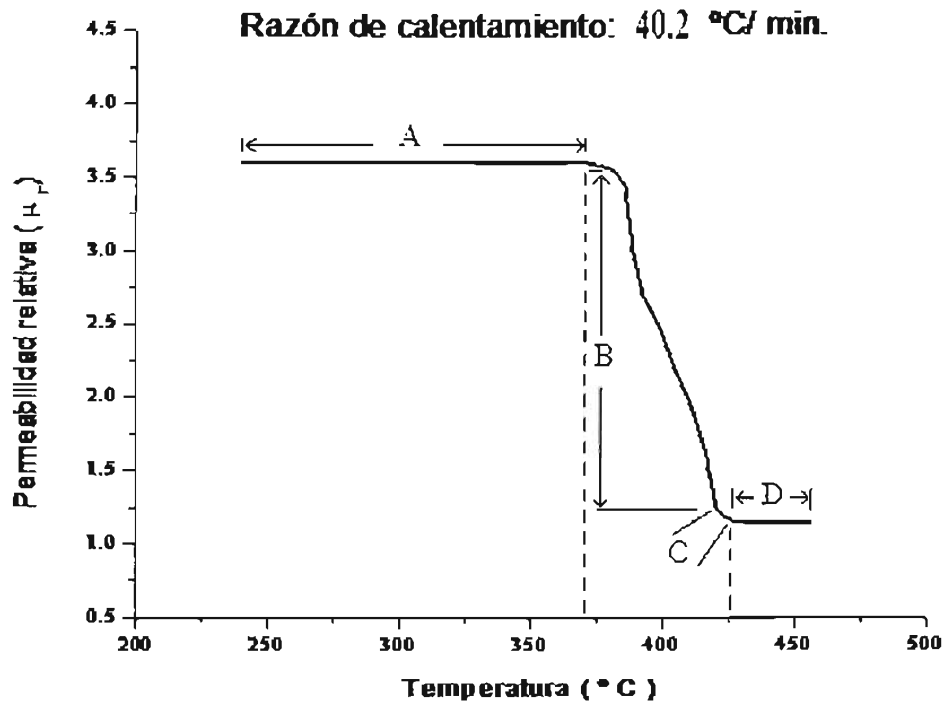
IV.1.1 Secuencia con respecto a la razón de calentamiento

Razón de calentamiento de 40.2 °C/min.

La rapidez de calentamiento se eligió al colocar el control del horno a la temperatura que se quiere alcanzar, en este caso fue a 500 °C, la razón de calentamiento está sujeta a la velocidad propia del horno.

La permeabilidad relativa (μ_r) en este caso se mantuvo constante y su valor fue de 3.6 hasta la temperatura de 370 °C, marcado en la gráfica como zona "A", fue a partir de esta temperatura que la μ_r comenzó a disminuir suavemente, está señalado como la zona "B" en la gráfica IV.1. Esta parte marca la transición cuando la ferrita pasa de la

fase ferrimagnética a la fase paramagnética, el cambio se llevó a cabo en un intervalo de temperatura de 56 °C, donde se considera que se alcanzó la temperatura de Curie (T_C).

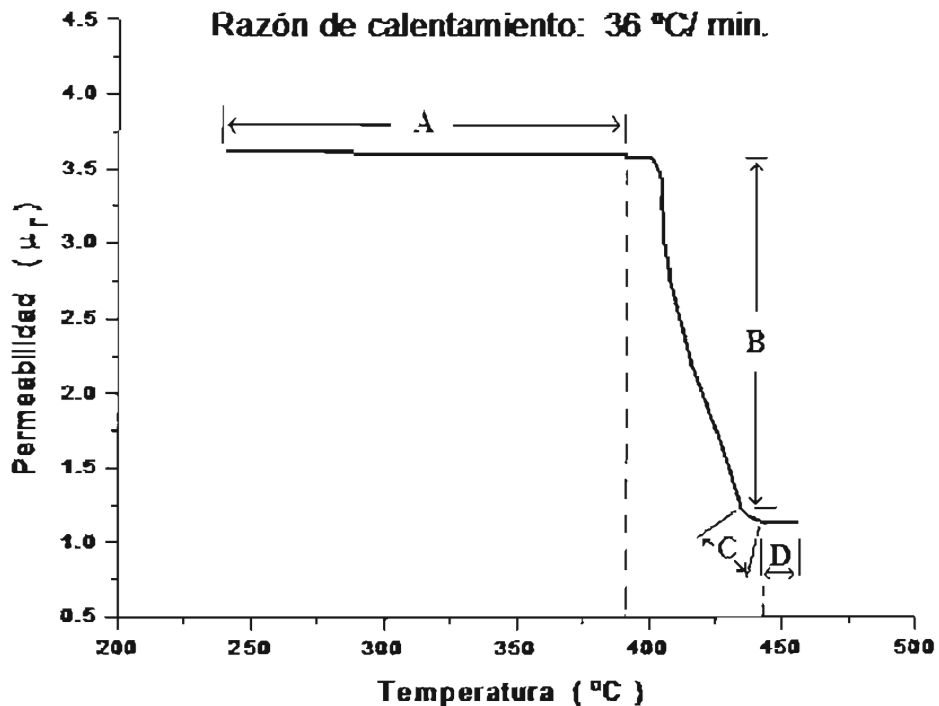


Gráfica IV.1 Curva de la ferrita de bario, (datos # 1 de la tabla IV.2), sometida a una rapidez de calentamiento de 40.2 °C/min.

Antes de que μ_r tienda a ser constante después de la transición, la curva cambia de dirección describiendo un codo, en la gráfica se indica como la zona “C”, esto ocurre a la temperatura de 417 °C, siendo $\mu_r = 1.23$. A la temperatura de 426 °C, zona “D”, la μ_r se mantiene constante con un valor de 1.17, indicando que la ferrita está en la fase paramagnética.

Razón de calentamiento de 36 °C/min.

Con el controlador de temperatura se disminuyó la rapidez con la que el horno llega a la temperatura de 500 °C, de manera que la siguiente razón de calentamiento que se empleo para continuar con la caracterización fue de 36 °C/min, (gráfica IV.2)

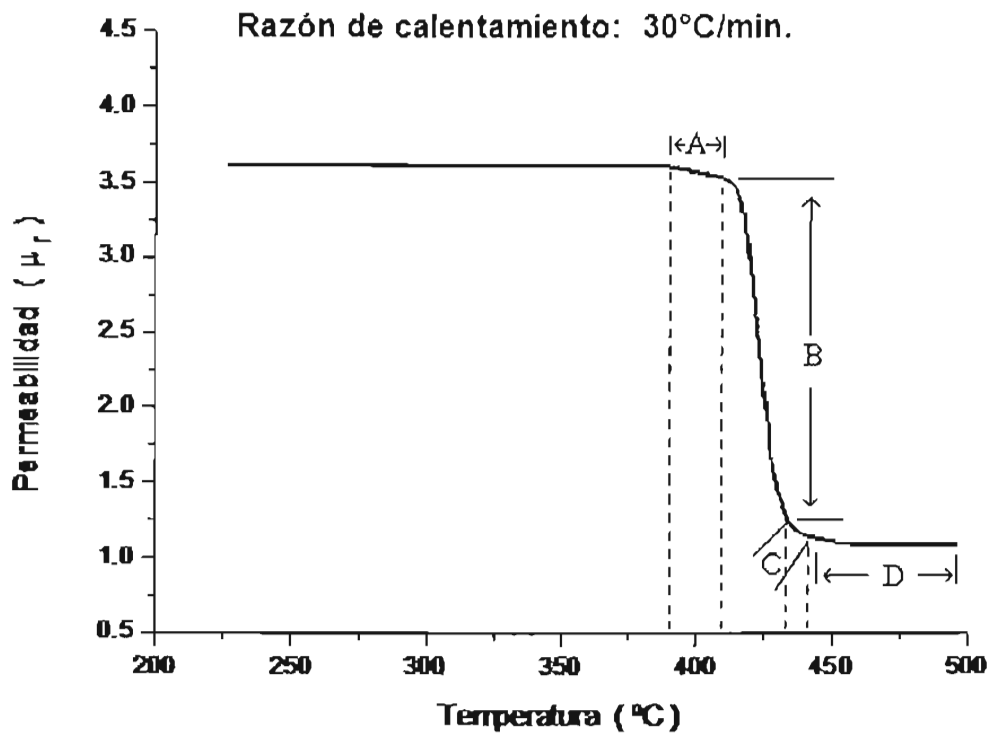


Gráfica IV.2.- Curva de la ferrita de bario, (datos # 2 de la tabla IV.2), sometida a una rapidez de calentamiento de 36 °C/min.

La μ_r se mantiene constante en la zona "A" con un valor de 3.63 hasta llegar a la temperatura de 390 °C, a partir de ahí, empieza a disminuir el valor de la permeabilidad (zona "B"), esto es a la temperatura de 430 °C, siendo $\mu_r = 1.25$. El intervalo de temperatura en el que se realiza el cambio de fase es de 40 °C. En la siguiente parte de la curva, zona "C", su dirección cambia describiendo nuevamente un codo que indica la tendencia de la señal a estabilizarse. Y a la temperatura de 439 °C, el valor de μ_r se mantiene constante con un valor de 1.17.

Razón de calentamiento de 30 °C/min.

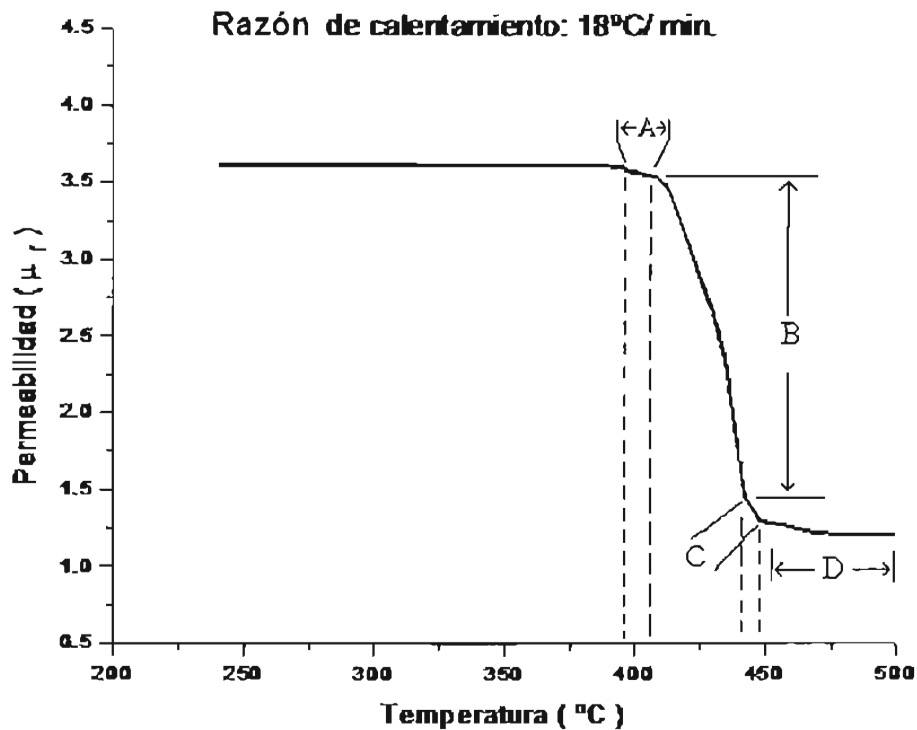
Para esta rapidez de calentamiento, se observa en la curva de la gráfica IV.3, que la permeabilidad relativa empieza a disminuir ligeramente de 3.6 a 3.5 (zona A), a partir de 390 °C, pero es a la temperatura de 408 °C cuando se nota un cambio, el cual es visiblemente el cambio de fase, (zona B). A la temperatura de 435 °C la señal tiende a cambiar de dirección, (zona C) y a los 441 °C, se observa que μ_r empieza a estabilizarse (zona D). Por último, la permeabilidad tiende a un valor constante de $\mu_r = 1.17$, el cual se alcanza a la temperatura de 444 °C.



Gráfica IV.3.- Curva de la ferrita de bario, (datos # 3 de la tabla IV.2), sometida a una rapidez de calentamiento de 30 °C/min.

Razón de calentamiento de 18 °C/min.

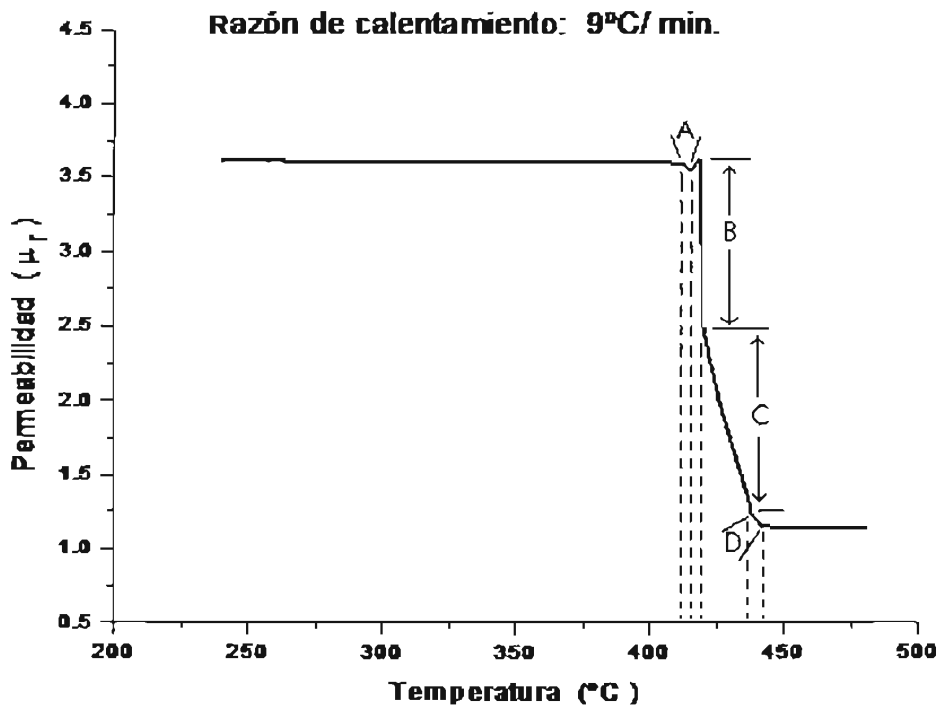
El siguiente gráfico, (IV.4), se obtuvo al calentar la ferrita a 18 °C/min, la razón de calentamiento es menor a la que se usó en la gráfica anterior, en este caso el cambio radica en los valores de temperatura al cual se detecta el cambio de fase, esto es, empieza a disminuir ligeramente la permeabilidad a la temperatura de 394 °C, teniendo una $\mu_r = 3.6$ (zona A), disminuye más claramente a la temperatura de 408 °C tendiendo a una caída constante (con una pendiente negativa), en la zona "B", a la temperatura de 437 °C. En los siguientes cuatro grados, la señal describe un cambio de dirección, marcado como zona "C" y la permeabilidad tiende a ser constante a partir de 444 °C, en este caso, al mismo valor que en las gráficas anteriores, el cual es $\mu_r = 1.17$, zona "D".



Gráfica IV.4.- Curva de la ferrita de bario, (datos # 4 de la tabla IV.2), sometida a una rapidez de calentamiento de 18 °C/min.

Razón de calentamiento de 9 °C/min.

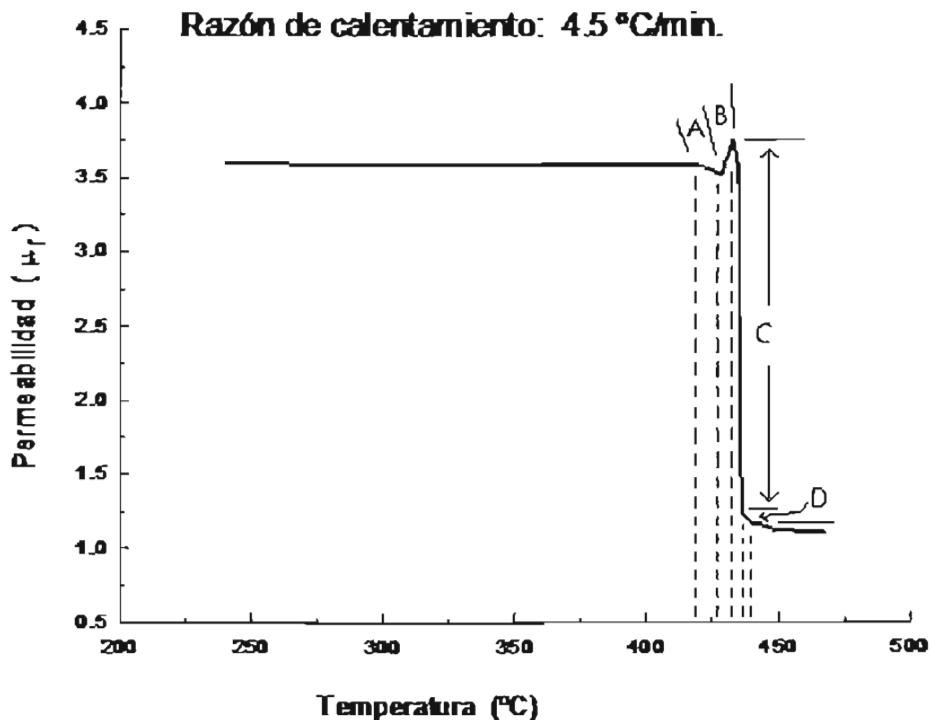
Este gráfico, (IV.5), se obtuvo con la rapidez de calentamiento de 9 °C/min. En esta curva hay un cambio notable con respecto a las anteriores, la permeabilidad disminuye de su valor inicial que es 3.6 cuando se llega a la temperatura de 413 °C, tomando el valor de 3.56 de permeabilidad relativa a la temperatura de 415 °C, zona "A". En este punto vuelve a aumentar la permeabilidad al valor inicial de 3.6, teniendo este máximo a la temperatura de 417 °C. En esta temperatura vuelve a disminuir la μ_r mostrando que se está llevando a cabo el cambio de fase. Nuevamente se tiene en el descenso una pendiente hasta los 420 °C, zona "B", cambiando dicha pendiente hasta la temperatura de 437 °C, zona "C" donde tiende a estabilizarse el valor de μ_r . Al llegar a la temperatura de 441 °C, en la zona "D", μ_r es constante y toma el valor de 1.16. Hay un pequeño cambio en la forma que muestra la curva antes de que se tenga el cambio de fase, no se había detectado antes, de manera que se prosiguió con la siguiente rapidez de calentamiento.



Gráfica IV.5 Curva de la ferrita de bario, (datos # 5 de la tabla IV.2), sometida a una rapidez de calentamiento de 9 °C/min.

Razón de calentamiento de 4.5 °C/min.

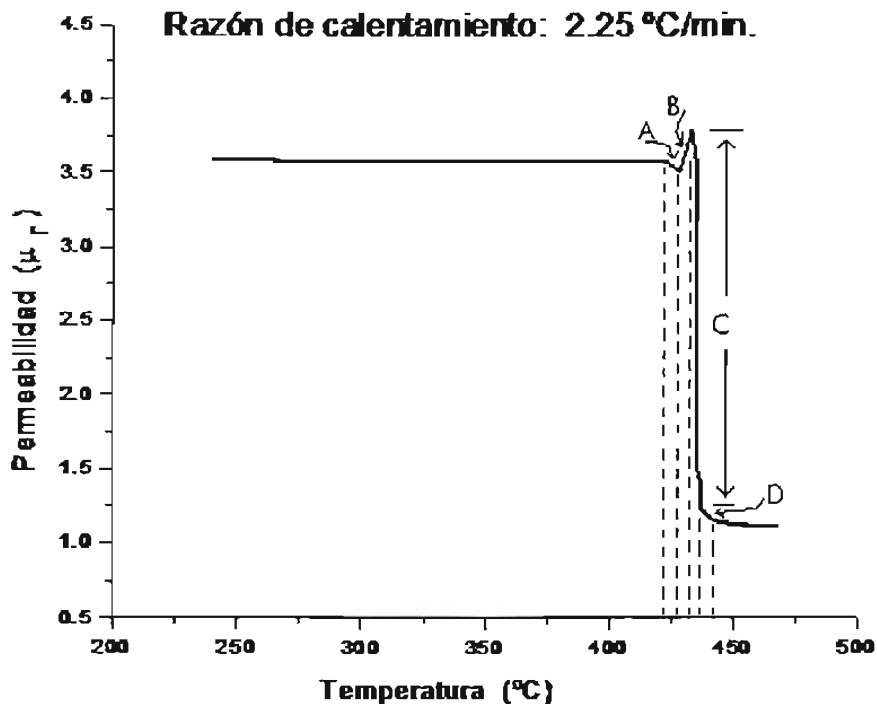
En esta curva se repite el comportamiento de la gráfica anterior al momento de llevarse a cabo el cambio de fase, sólo que su forma ahora está bien definida. Nuevamente se tiene una permeabilidad relativa de 3.6 y a la temperatura de 418 °C disminuye la permeabilidad siendo $\mu_r = 3.51$ a los 428 °C, marcado como zona "A". Después vuelve a aumentar la permeabilidad para llegar a $\mu_r = 3.7$ a la temperatura de 433 °C, en la gráfica se marca como zona "B". En este punto disminuye la permeabilidad de forma lineal a $\mu_r = 1.18$ y llega a la temperatura de 441 °C, que es la zona "C". El material ha alcanzado la fase paramagnética y a la temperatura de 444 °C de manera suave la permeabilidad tiene el valor de $\mu_r = 1.13$, zona "D". Esta gráfica tiene una forma distinta a las anteriores, por lo que se repitió todo el proceso, encontrándose que los resultados son reproducibles.



Gráfica IV.6 Curva de la ferrita de bario, (datos # 6 de la tabla IV.2), sometida a una rapidez de calentamiento de 4.5 °C/min.

Razón de calentamiento de 2.25 °C/min.

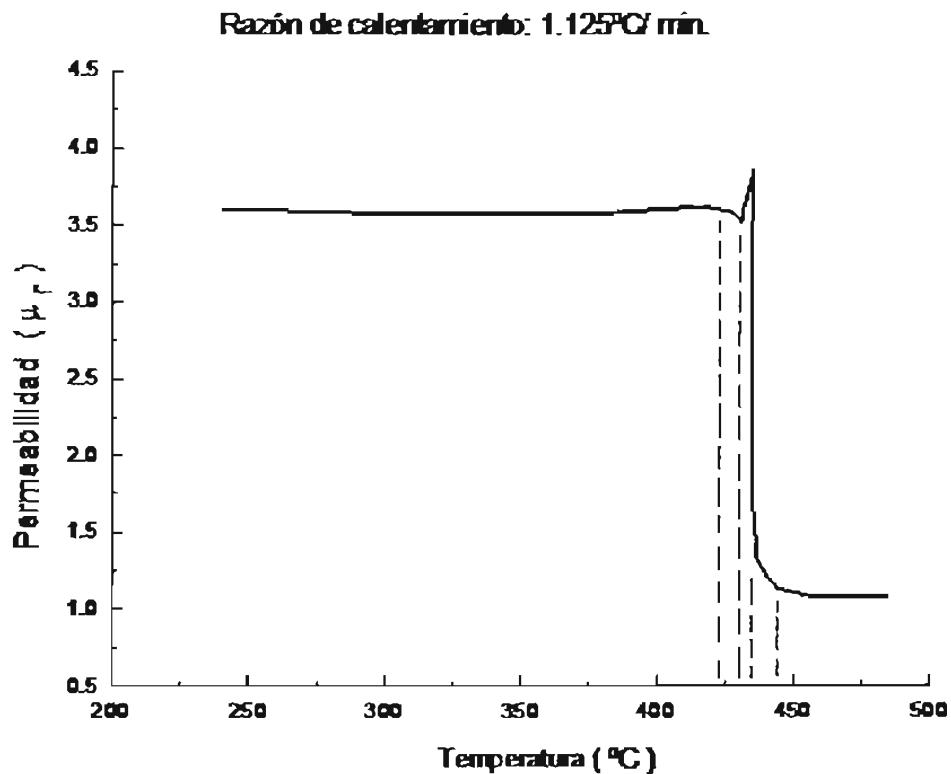
Esta curva se parece bastante a la que se obtuvo con la rapidez anterior, aumentan ligeramente los valores tanto de la temperatura como el de la permeabilidad en el momento que describe el pico antes del cambio de fase, esto es, μ_r a la temperatura de 420 °C va disminuyendo, del valor de 3.6 hasta llegar a $\mu_r = 3.52$ en este mínimo, marcado como zona "A", la temperatura es de 422 °C. Sube nuevamente la permeabilidad llegando a $\mu_r = 3.75$, ahora este máximo se tiene a la temperatura de 434 °C, que es la zona "B", el cambio de fase se obtiene entre 434 °C y 437 °C, zona "C", sin embargo, se considera que llegó a la fase paramagnética a la temperatura de 444 °C que es donde el valor de μ_r ya no sigue disminuyendo, alcanzando el valor de $\mu_r = 1.13$, zona "D". La curva se registró hasta 470 °C, sin notar mayor cambio en el valor de μ_r .



Grafica IV.7.- Curva de la ferrita de bario, corresponde a los datos # 7 de la tabla IV.2, sometida a una rapidez de calentamiento de 2.25 °C/min.

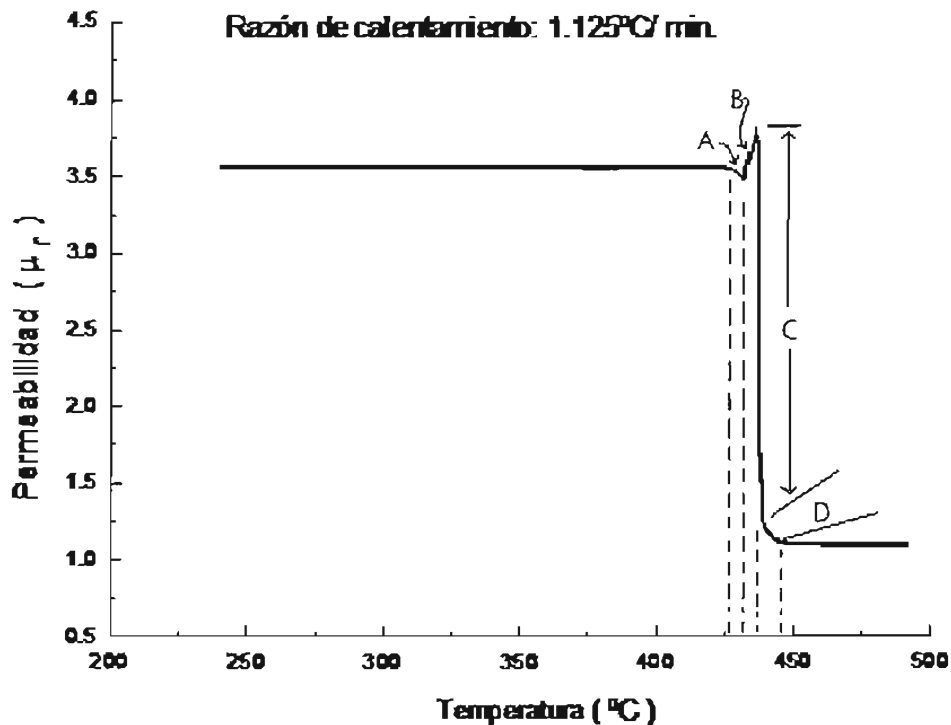
Razón de calentamiento de 1.125 °C/min.

Dado que en las dos curvas anteriores se notó el mismo comportamiento, además de que se hicieron algunas repeticiones de ellas, se consideró hacer el calentamiento desde la temperatura ambiente hasta los 200 °C de manera rápida (9°C/min.), para registrar si había algún cambio en la forma de la curva, se dejó 20 minutos a esta temperatura para permitir estabilizar la muestra y a partir de ahí se cambió la razón de calentamiento a 1.125 °C/min. Se nota el cambio en la curva al no haber calentado la muestra desde un principio con la misma rapidez, se considera que se tiene un gradiente en ella, posiblemente porque era necesario más tiempo para que se estabilizara su temperatura.



Gráfica IV.8.- Curva de la ferrita de bario, (datos # 8 de la tabla IV.2), calentando a 9°C/min. los primeros 200°C.

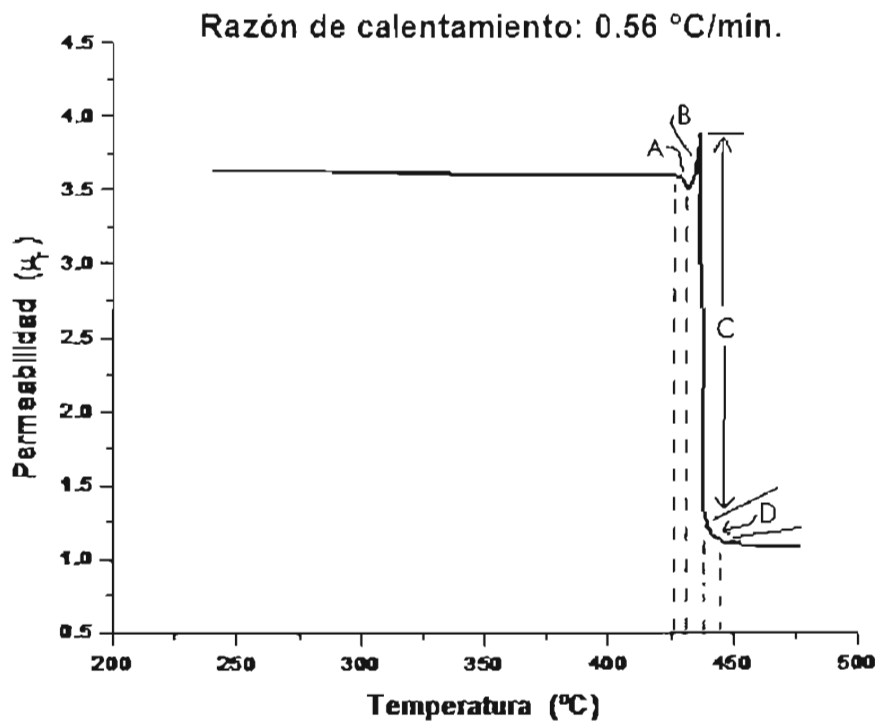
Repitiendo la rapidez de calentamiento desde la temperatura ambiente hasta 480 °C, se obtuvo el mismo comportamiento en la ferrita, una vez que se llegó a 400 °C. En ambas curvas la permeabilidad empieza a disminuir a la temperatura de 423 °C, obteniéndose $\mu_r = 3.52$, a la temperatura de 430 °C, en la zona "A". Nuevamente aumenta μ_r , alcanzando su máximo valor de 3.85 a la temperatura de 436 °C, zona "B". A partir de esta temperatura se efectúa el cambio de fase, llegando a la temperatura de 437 °C donde la permeabilidad tiende a ser constante, zona "C". Se estabiliza la señal a partir de 444 °C, marcado como zona "D" y al llegar a 450 °C se puede asegurar que la permeabilidad relativa es constante, siendo el valor de $\mu_r = 1.13$.



Gráfica IV.9.- Corresponde a la curva # 8 de la tabla IV.2, de una ferrita de bario, calentando desde la temperatura ambiente hasta 480°C con la rapidez de 1.125°C/min.

Razón de calentamiento de $0.056^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Este gráfico corresponde a la rapidez de calentamiento más baja que se consideró útil de reportar, la cual se obtuvo a $0.56^{\circ}\text{C}/\text{min}$, esto se contempló porque no hay cambios significativos entre esta curva y la que se obtiene al trabajar con la siguiente rapidez de calentamiento que fue de $0.26^{\circ}\text{C}/\text{min}$.



Gráfica IV.10 Curva de la ferrita de bario, (datos # 9 de la tabla IV.2), sometida a una rapidez de calentamiento de $0.56^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

El calentamiento se hizo con la misma rapidez durante todo el proceso. La permeabilidad, al igual que en las anteriores gráficas es de 3.6, al alcanzar la temperatura de 427°C la permeabilidad tiende a disminuir adquiriendo el valor de 3.5 a la temperatura de 432°C , (zona "A"), a partir de este punto vuelve a aumentar el

valor de la permeabilidad, llegando su μ_r a 3.88, a la temperatura de 437 °C, (zona “B”). A partir de esta temperatura, la permeabilidad disminuye drásticamente hasta llegar a $\mu_r = 1.15$, este cambio se produce a la misma temperatura, (zona “C”). Después se tiene un cambio de dirección a partir del cual la señal tiende a un valor constante, (zona “D”), el cual se alcanzó a la temperatura de 444 °C, siendo la $\mu_r = 1.13$. La temperatura máxima a la que se llegó fue de 480 °C.

IV.2 Presentación de los resultados

De manera más detallada se muestran los datos que se obtienen de las distintas gráficas en forma condensada en la tabla IV.3 para visualizar los cambios encontrados en las mediciones.

Razón de calentamiento (°C/min)	Temperatura a la que disminuye μ_r	Intervalo de cambio de fase	Intervalo en el que μ_r se estabiliza	Temperatura la que μ_r es constante	μ_r después de Tc
40.2	370 °C	375-417 °C	417-426	437 °C	1.17
36	390 °C	408-430 °C	430-439	444 °C	1.17
30	390 °C	408-437 °C	437-441	444 °C	1.17
18	394 °C	408-437 °C	437-441	448 °C	1.17
9	413 °C	417-437 °C	437-441	444 °C	1.16
4.5	418 °C	433-437 °C	437-441	444 °C	1.13
2.25	420 °C	434-437 °C	437-441	444 °C	1.13
1.125	423 °C	436-437 °C	437-441	444 °C	1.13
0.56	427 °C	437 °C	439-441	444 °C	1.13

Tabla IV.3 Intervalos de temperatura donde se presentan cambios de las 9 gráficas anteriores.

En la figura IV.2 se muestran las gráficas de T vs μ_r para distintas razones de calentamiento, en ella se visualizan las diferencias de μ_r en función de la temperatura. En los intervalos de la tabla IV.3 se nota claramente esta dependencia al comparar la forma de las curvas. Con líneas punteadas se marca la temperatura en la figura IV.2, en la cual se empieza a detectar el cambio de fase para cada rapidez de calentamiento.

Algunas curvas se omiten solamente para evitar que se traslapen y no se distingan los cambios que se desean resaltar.

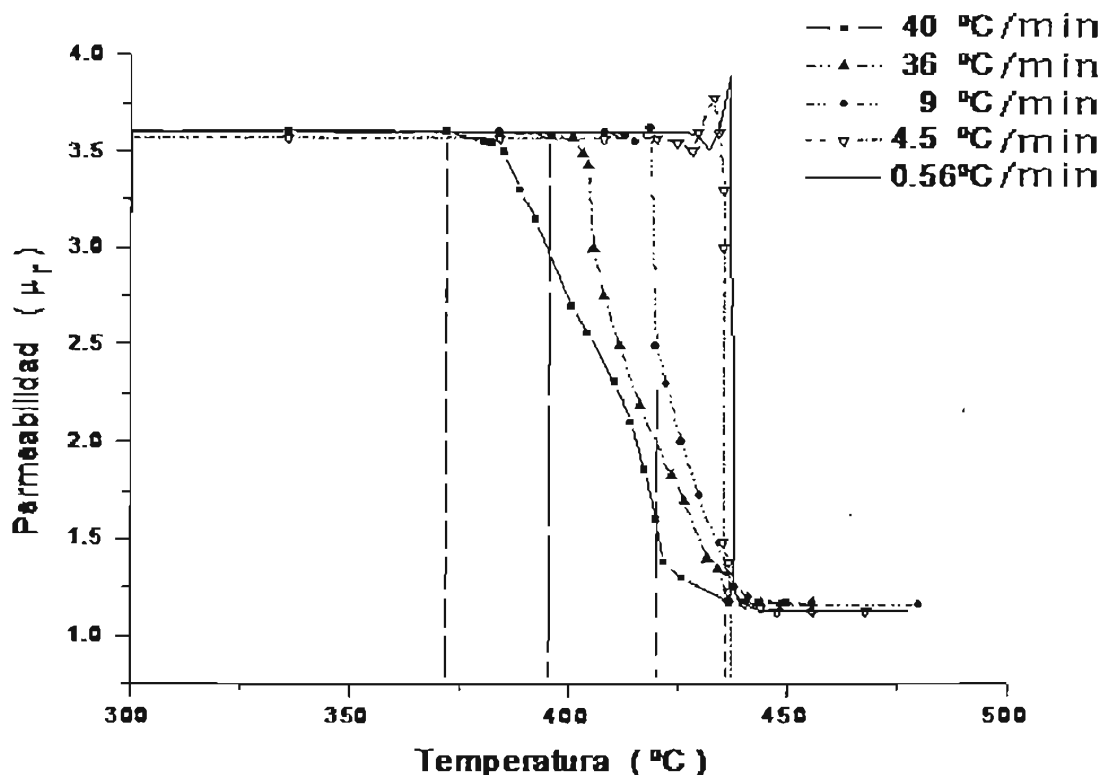


Figura IV.2 Curvas que se obtienen a diferentes valores de rapidez de calentamiento.

La T_C medida en estas curvas, considerando de mayor a menor rapidez son respectivamente 409, 413, 420, 433 y 437 °C en las dos últimas curvas donde las razones de calentamiento son de 4.5 y 0.56 °C/min, se puede observar claramente el cambio abrupto de la permeabilidad μ_r al momento de la transición. En el análisis de resultados se hablará de las condiciones óptimas para trabajar.

IV.2.1 Interpretación de resultados

Al aplicar un campo magnético a las ferritas de bario se observó que dependiendo de la velocidad de calentamiento, la curva encontrada tenía cambios sustanciales en la dinámica de transición y en consecuencia en el valor de su temperatura crítica. Se

realizaron mediciones en un amplio intervalo de rapidez de calentamiento, las curvas que se muestran en la figura IV.3, son los extremos del intervalo utilizado.

Cuando se obtienen curvas cuya transición se lleva a cabo en un intervalo de temperaturas, como es el caso de la curva de mayor rapidez, (figura IV.3), la temperatura T_C se determina generalmente prolongando dos líneas a partir de donde μ_r es constante (esto es, al inicio y al final de la transición), encontrando el punto medio entre los dos valores de μ_r , se proyecta el valor que le corresponde de temperatura que en este caso fue de 409 °C. Sin embargo, se consideró también el determinar la T_C tomando el intervalo de temperatura donde ocurre la transición, pues el análisis se hace con respecto a gradientes de temperatura. Para esta consideración la temperatura fue de 404 °C. La diferencia entre estas dos formas para determinar T_C fue de 5 °C, la incertidumbre que se tiene para la temperatura es de ± 1.25 °C, de manera que se aleja un poco del intervalo de incertidumbre, por lo que se consideró de mayor exactitud en particular para la ferrita de bario, la T_C determinada en el intervalo donde la permeabilidad es constante, es decir, $T_C = 409$ °C.

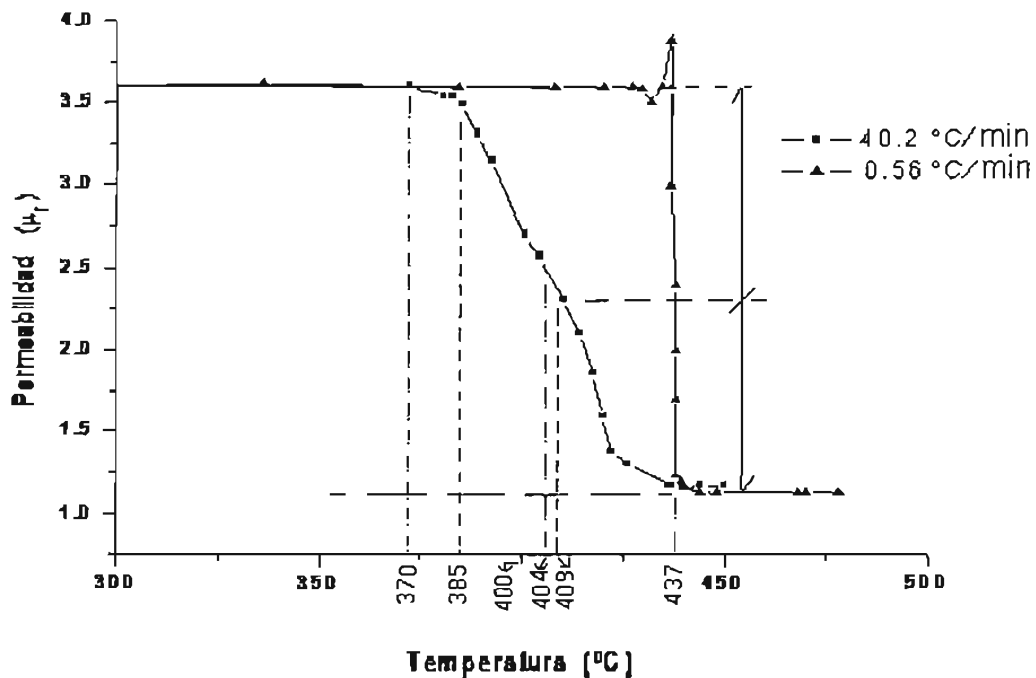


Figura IV.3 Curvas que corresponden a los extremos de razón de calentamiento utilizado para la ferrita de bario.

ESTA TESIS NO SALE
DE LA BIBLIOTECA

Al calentar las *muestras* lentamente las curvas son totalmente reproducibles, así como el valor de la temperatura de Curie, como se observa en la gráfica de menor rapidez de la figura anterior, (IV.3). El hecho de que se observe la transición en la ferrita cuando el termopar indica una temperatura inferior a 450 °C ($T_c \sim 450$ °C), significa que el termopar presenta un pequeño gradiente con respecto a la muestra

Debido a que T_C es única para cada material, es de esperarse que para cualquiera de las ferritas de bario utilizadas en el experimento, se obtenga un valor constante de T_C , sin embargo, no es así. Este hecho sugiere que definitivamente existe un gradiente en lo que conforma el sistema de calentamiento para la *muestra*, pues al hacer un calentamiento lento, la *muestra* se calienta de manera homogénea, lo cual permite que todo lo que conforma el sistema, (muestra y su soporte, termopar y su soporte) dentro del horno se caliente también de manera homogénea; hay que recordar que el termopar y la muestra son materiales diferentes (el termopar es metálico y la ferrita es un cerámico), esto ocasiona que se generen gradientes de temperatura y en consecuencia, que se tengan zonas con diferentes temperaturas, dando así un desfase en la respuesta a los cambios de temperatura.

En realidad el gradiente entre muestra y termopar es debido a que el horno puede calentar rápidamente sus paredes, formándose corrientes de convección que se detectan a través del termopar, el cual es muy sensible, por consiguiente, la temperatura que proporciona no es propiamente la de la *muestra*, sino del centro del horno y el termopar se encuentra en el centro de la muestra sin tener contacto con sus paredes. Comportamiento que se observa cuando el calentamiento se hace de forma rápida.

La existencia de este gradiente se minimiza al calentar lentamente, pues se da tiempo a que la *muestra* y el termopar tengan la misma temperatura del horno, detectándose los pequeños cambios de temperatura y eliminándose de esta manera el gradiente existente.

Ahora bien, la curva de permeabilidad que se observa en la figura IV.3 es un valor promedio del comportamiento de todos los granos que constituyen la *muestra*. Existe una porción de ella que ya alcanzó la T_c , microscópicamente observamos su transición, pero con una cierta pendiente en una zona de la curva, ya que esta

transición está ocurriendo prácticamente en regiones diferentes, la pendiente observada en la curva con rapidez de $40.2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ de la figura IV.3 es de -0.05 , entonces resulta que la transición ocurre en un intervalo de temperaturas y no en un valor único como se espera.

Se observa que no sólo cambia el valor detectado de T_C , sino la forma de la curva, consecuencia de que el proceso de transición de fase es más homogéneo para calentamientos lentos. Esto se traduce a transiciones espontáneas. Cuando la rapidez es grande se generan regiones con diferente temperatura y la dinámica de transición se vuelve compleja y difusa por lo que la permeabilidad se extiende en un intervalo mayor de temperatura y disminuye en forma gradual con la temperatura.

IV.3 Análisis de resultados

Como ya se sabe, la temperatura crítica (T_C) de cada material es única, en el caso de las ferritas de bario este valor es del orden de $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ (reportada en la literatura). El hecho de que se registre en la gráfica que la permeabilidad disminuye a una temperatura determinada, indica que la muestra está llegando a su temperatura de transición, por otro lado el termopar detecta la temperatura del lugar donde se colocó, que es en el centro de la muestra, sin que haga contacto con ella. Para entender esto se muestra el siguiente diagrama de la figura IV.4, donde observamos el medio donde se está propagando el aumento de temperatura. Vemos en la figura, (IV.4) como está la ferrita dentro del horno, se ve que aunque el termopar detecte estar a una temperatura, si el calentamiento del horno se hace rápido, la muestra tendrá una inercia propia (porque el metal es mejor conductor térmico que el cerámico del cual está hecha la ferrita), de manera que tardará en llegar a dicha temperatura. Como el cambio es tan rápido, la temperatura dentro del horno no es igual entre la muestra y el termopar, sin embargo si se calienta el horno lentamente, el interior de sus paredes y lo que se tenga dentro del horno aumentará su temperatura conjuntamente. En la figura IV.4(b) se ve la disposición del termopar, que se colocó siempre en el mismo lugar, que corresponde al centro de la ferrita.

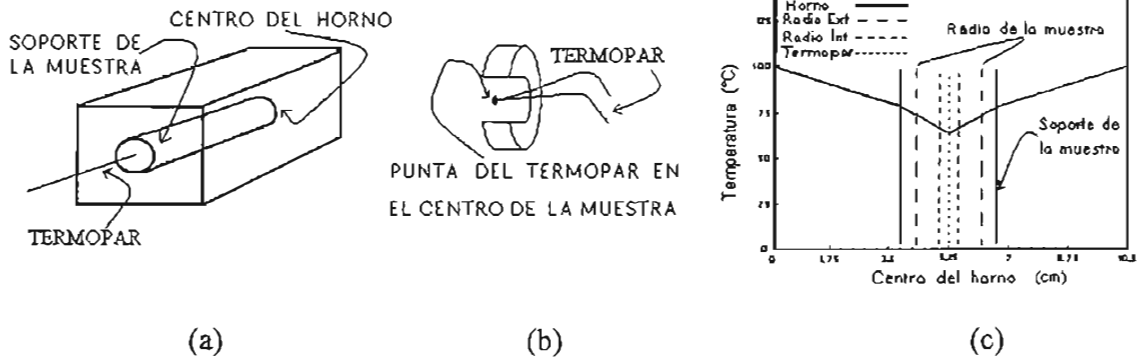


Figura IV.4 (a).- Disposición de la ferrita dentro de la muestra, (b).-Disposición del termopar con respecto a la ferrita y (c).- Posición de la muestra dentro del horno.

En la gráfica (c) de la figura anterior, se visualiza la posición de las paredes del horno con respecto a la ferrita marcando la distancia entre ambos, así como la posición que tiene el soporte donde se coloca la *muestra*. En esta gráfica se dibujó también el

gradiente de temperatura, el cual se considera lineal, tal como está marcado, ya que las dimensiones dentro del horno son del orden de 10 centímetros.

Esta variación de temperatura se registró cuando se trabajó a la rapidez de $40.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ que fue donde se tuvo la mayor diferencia de T_c . El gradiente se considera desde que la muestra empieza a cambiar su fase ferrimagnética hasta donde la fase es totalmente paramagnética.

Para conseguir que sean casi nulos los gradientes de temperatura existentes se requiere tener un proceso termodinámico en equilibrio y en consecuencia un calentamiento muy lento. Con ello se asegura que el gradiente entre la *muestra* y el termopar sea mínimo o se elimine.

Haciendo diferentes pruebas se encontró que si la velocidad de calentamiento es menor a $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$, el gradiente de temperatura dentro de la muestra se reduce totalmente así como el gradiente con respecto al termopar. Se observa que a la

velocidad de calentamiento para valores por debajo de los 4 °C/min, se elimina el gradiente del termopar.

Al realizar los experimentos se detectó que a partir de la rapidez de 9 °C/min, la curva describe un pico justo antes de iniciar el descenso de μ_r , esto se conoce como *pico de Hopkinson* y es característico de las ferritas en general^{[28]-[32]}, por ser esta característica interesante para el estudio de las mismas, es importante que el calentamiento de las muestras se haga a partir de esta rapidez, que es cuando se empieza a visualizar este pico.

Al calentar con una velocidad de 0.56 °C/min , como vemos en la gráfica IV.3, se observa que la transición ocurre cerca de la T_c esperada, la curva cambia abruptamente hasta llegar a casi 1, y la pendiente tiende a infinito, esto es, $m = 2.755/ 0$. Comparando los valores de la pendiente para las curvas en la gráfica IV.3 vemos que el comportamiento de la curva con un calentamiento de 0.56 °C/min. se acerca al teórico esperado.

Razón de calentamiento (°C/min)	Diferencia de μ_r (Y_2-Y_1)	Diferencia de T_c (X_2-X_1)	$m = \frac{\Delta Y}{\Delta X}$	Diferencia con respecto al valor T_c	Diferencia de T_c con respecto a $V_C = 40.2^\circ\text{C}/\text{min}$
40.2	-2.41	46	-0.05	35 °C	437 - 402 = 35°C
9	-2.200	20	-0.11	10 °C	437 - 417 = 20°C
4.5	-2.560	4	-0.64	4	437 - 433 = 4 °C
2.25	-2.600	3	-0.86	3	437 - 434 = 3 °C
1.125	-2.670	2	-1.34	2	437 - 436 = 1 °C
0.56	-2.725	0	∞	-	437 - 437 = 0 °C

Tabla IV.4.- Valores de la pendiente al momento del cambio de fase.

La incertidumbre que se tiene para la temperatura de Curie, dado por la graficadora es ± 1.25 °C y para la permeabilidad, dado por el multímetro es ± 0.005 V. La diferencia máxima de temperatura T_C en las últimas cuatro gráficas de la tabla IV.4 es de 4°C. Esta diferencia no se elimina tomando en cuenta las incertidumbres, por lo que se considera que esto se debe a un gradiente entre la muestra y el termopar.

La pendiente de la curva en el momento de transición da información sobre la homogeneidad de la muestra, esto quiere decir que si la ferrita no es homogénea, la transición presenta una caída en un amplio intervalo de temperatura ya sea por inhomogeneidad térmica o química. Por el contrario, si la transición es vertical implica homogeneidad del material, demostrando así, que conforme se disminuye la rapidez de calentamiento, se detecta una caída casi vertical de la permeabilidad relativa siendo totalmente vertical para rapidezces de $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ o menores.

Si se quieren reproducir las curvas sin gradientes de temperatura, la rapidez de calentamiento no debe ser mayor a $1.125\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Si se quiere tener una buena aproximación del comportamiento de la ferrita y obtener su T_C de la manera más rápida, basta con incrementar la temperatura a una razón de $4.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ para obtener resultados con un margen de error de $4.0\text{ }^{\circ}\text{C}$, lo cual es un valor muy cercano al que se obtiene cuando se calienta la muestra con una rapidez de calentamiento menor a $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Estas razones de calentamiento son importantes ya que el tiempo que toma hacer una caracterización puede variar desde 14:00 horas para la razón de $0.56\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, o bien de 1:45 horas para la razón de $4.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Considerando que sea necesario caracterizar una gran cantidad de ferritas, como sería en el caso de una industria, es importante optimizar el tiempo de análisis.

IV.4 CONCLUSIONES

El aparato que se diseñó y construyó para medir la permeabilidad tiene una sensibilidad excelente y un rechazo grande al ruido, por lo que el aparato sirve para medir las permeabilidades, μ_r en el intervalo de 1 a 50, para las ferritas hexagonales.

El mismo aparato a la vez tiene factor de escala y divisores para medir la permeabilidad en materiales cuyo valor es del orden de 600, como es el caso de las ferritas cúbicas. Con una incertidumbre de ± 0.005 en voltaje, (V).

Las curvas de permeabilidad magnética en función de la temperatura, mostraron una fuerte dependencia con la rapidez de calentamiento; los resultados obtenidos pueden interpretarse en base a la existencia de dos gradientes térmicos, uno entre la muestra y el termopar y el otro dentro de la misma muestra. Estos gradientes son muy pequeños para las rapidezces de calentamiento iguales o menores a $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$, por lo que éste es el límite práctico que conduce a la curva real, exenta de efectos de origen térmico.

Considerando esa misma rapidez de calentamiento, ($1^{\circ}\text{C}/\text{min}$), es posible detectar si la muestra que se está analizando es homogénea. En este caso se encontró que el valor de T_C para la ferrita de bario pura es de 437°C , que es un valor bastante cercano a lo esperado, que es de 450°C .

ÍNDICE DE SÍMBOLOS

B = Campo magnético inducido	N_p = Número de vueltas del embobinado primario
C = Capacitancia	N_s = Número de vueltas del embobinado secundario
d_{int} = Diámetro interior (de la ferrita)	P = Polarización
D_{ext} = Diámetro exterior (de la ferrita)	r₁ = Radio interior de la muestra
f = Frecuencia	r₂ = Radio exterior de la muestra
H = Campo magnético	T = Temperatura
H_C = Campo coercitivo	T_A = Temperatura ambiente
H_{cr} = Campo crítico	T_C = Temperatura de Curie
I = Corriente aplicada	T_N = Temperatura de Néel
I₀ = Corriente inicial	V_e = Voltaje de entrada
I_p = Corriente en el embobinado primario	V_s = Voltaje de salida
I_s = Corriente en el embobinado secundario	Y = Grosor (de la ferrita)
k = Constante de anisotropía magnetocristalina	λ_s = Constante de magnetostricción
K = Constante de proporcionalidad	μ = Permeabilidad magnética
L = Inductancia	μ_i = Permeabilidad inicial
M = Magnetización	μ₀ = Permeabilidad del vacío
M_r = Magnetización remanente	μ_r = Permeabilidad relativa
M_s = Magnetización de saturación	ρ = Densidad
N = Número de vueltas del embobinado	φ = Flujo Magnético
	χ = Suceptibilidad magnética
	ω = Frecuencia de la señal

BIBLIOGRAFIA

- [1] Bitter, F.
Imanes.
Doubleday Company, Buenos Aires. 1972.
- [2] Craik, A.J.
Magnetic Oxides.
Wiley Interscience, U.K. 1975.
- [3] Askeland, D.
La ciencia y la ingeniería de los materiales.
Gpo. Editorial Iberoamericano, USA. 1987.
- [4] Betancourt, J. I.
Propiedades Magnéticas en aleaciones nanoestructuradas.
Tesis de maestría, UNAM. 1997.
- [5] Wohlfarth, E. P.
Ferromagnetic Materials.
Three-volume Serie North Holland, Amsterdam. (1980-1983).
- [6] Kittel, Ch.
Introduction to solid state physics.
John Wiley-Sons, USA. 1996.
- [7] Bozorth, R.M.
Ferromagnetics.
IEEE Press, New York. 1993.
- [8] Mckeehan, L.W.
Magnetismo.
Reverté, Barcelona. 1971.
- [9] Cullity, B.D.
Introduction to Magnetism Materials.
Adisson-Wesley, London. 1972.
- [10] Escobar, M. A.
Predicción Analítica del Ciclo de Histéresis Ferromagnético.
Tesis Profesional, UNAM. 1983.

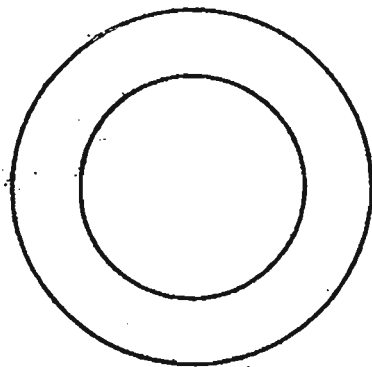
- [11] Smart L. & Moore E.
Solid State Chemistry: an introduction
Chapman-Hall, London. 1995.
- [12] Globus, A.
Influence des dimensions des parois sur la permeabilité iniziale.
Comptes Rendus de l'Academie des Sciences, París. 1962, 255, 1709-11
- [13] Globus, A. & Guyot, M.
Wall displacement and building in magnetization mechanisms of the hysteresis loop.
Phys. Stat. Sol. 1972, 52, 427-430.
- [14] Mneyá, M.G.
Nuevas profesiones del imán.
Emir, Moscú. 1985.
- [15] Gutiérrez, M. P.
Propiedades eléctricas y magnéticas de fronteras de grano en óxidos ferrimagnéticos.
Tesis de doctorado, UNAM. 2001.
- [16] Cruz, Chamizo y Garritz.
Estructura Atómica, un enfoque químico.
Addison-Wesley Iberoamericana, USA. 1987.
- [17] Kato, Y. & Takei, T. (1932) Japan Patent 98,844
- [18] Jiles, D.
Introduction to magnetism and magnetic materials.
Chapman-Hall, London. 1991.
- [19] Loaec, J.
Thermal hysteresis of initial permeability in soft ferrites at transition temperature
J. Phys. D- Applied Phys. 26 (1993) 963-966
- [20] Valenzuela, R. A.
Magnetic Ceramics.
Cambridge University Press, UK. 1994.
- [21] Herrera P.G.
Estudio y modelado de las propiedades magnetodinámicas de las ferritas de Ni-Zn dopadas. Tesis de maestría, UNAM. 2005.
- [22] Roman, M. P.
Síntesis de ferritas de Ni-Zn por el método de cerámica tradicional y coprecipitación dopados con Bi_2O_3 y SiO_2 .
Tesis profesional, UNAM. 2003.

- [23] Thornton, P. A. & Colangelo, V. J.
Fundamentals of Engineering Materials.
Prentice & Hall, Inc., London. 1985.
- [24] Burr & Brown.
Diseño y Aplicación de Amplificadores Operacionales.
Wiley Interscience, U.K. 1971.
- [25] Wai-Kai, Ch.
Passive and Active Filters, Theory and Implementations
John Wiley and Sons, New York. 1986.
- [26] Reed, J.S.
Principles of Ceramics Processing.
John Wiley and Sons, New York. 1995.
- [27] Cedillo, E. Ocampo, J. Rivera, V. and Valenzuela, R.
An apparatus for the measurement of initial magnetic of temperature.
J. Phys. E: Sci. Instrum., Vol. 13 (1980) 383-386.
- [28] Popov, O. Rachev, P. Mikhov, Calderón, F. M. Sánchez, J.L. Leccabue, F.
Experimental study of the Hopkinson effect in fine $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ particles.
J. of Magnetism and Magnetic Materials. 99 (1991) 119-122.
- [29] Popov, O. and Mikhov, M.
Hopkinson effect in an assembly of single domain particles thermomagnetic curves
of $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ - type ribbons.
J. of Magnetism and Magnetic Materials. 75 (1988) 135-140.
- [30] Popov, O. and Mikhov, M.
Thermal activation and the Hopkinson effect.
J. of Magnetism and Magnetic Materials. 82 (1989) 29-32.
- [31] Popov, O. Sánchez, J.L. Rachev, P. Leccabue, F. and Mikhov, M.
The Hopkinson effect in $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ fine particles.
J. Appl. Phys. 69 (1991) 5148-5151.
- [32] He, K.Y. Xu, H. Wang, Z. and Cheng, L.Z.
Hopkinson effect in soft magnetic materials.
J. of Materials Science & Technology. 16 (2000) 145-147.
- [33] Boylestad & Nashelsky
Electrónica, teoría de circuitos.
Prentice-Hall, Hispanoamérica, S.A. México. Quinta ed. 1994.

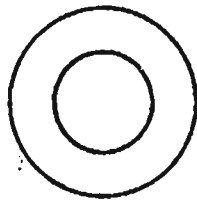
APÉNDICE I

Tablas y gráficas de Ferritas comerciales proporcionadas por el fabricante.

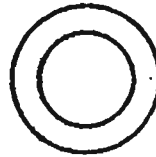
IRON POWDER TOROID CORES



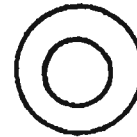
T-200



T-106



T-80



T-68



T-50



T-25

Chart showing uH per 100 turns

CORE SIZE	MIX 2 .5-30MHz u=10	MIX 6 10-90MHz u=8.5	MIX 12 60-200MHz u=4	SIZE OD (in.)	SIZE ID (in.)	SIZE Height (in.)	PRICE USA \$
T-200	120			2.00	1.25	.55	3.25
T-106	135			1.06	.56	.44	1.50
T-80	55	45		.80	.50	.25	.80
T-68	57	47	21	.69	.37	.19	.65
T-50	51	40	18	.50	.30	.19	.55
T-25	34	27	12	.25	.12	.10	.40

Color Code.

MIX	COLOR
2	Red
6	Yellow
12	Green / White

To find number of turns needed:

$$N = 100 \sqrt{\frac{\text{desired } \mu\text{H}}{\mu\text{H per 100 turns (from chart)}}$$

Or use coil calculator. To use calculator lay a straightedge from core type to desired uH. Read number of turns from center scale. Example: T-200-2 core to obtain 30 uH number of turns is 50.

Also available.

Ferrite beads 20-500 MHz \$2.00 Doz. (.047" hole)

Wideband chokes 20-500 MHz 95 cents each.

(Z=850 ohms) (1/4" dia. .4" long)

Ordering information. Specify both core size and mix for toroids. Packing and shipping 50 cents per order USA and Canada, \$2.00 elsewhere for air delivery worldwide. 6 percent tax in California.

PALOMAR ENGINEERS

Box 455 Escondido, Calif. 92025

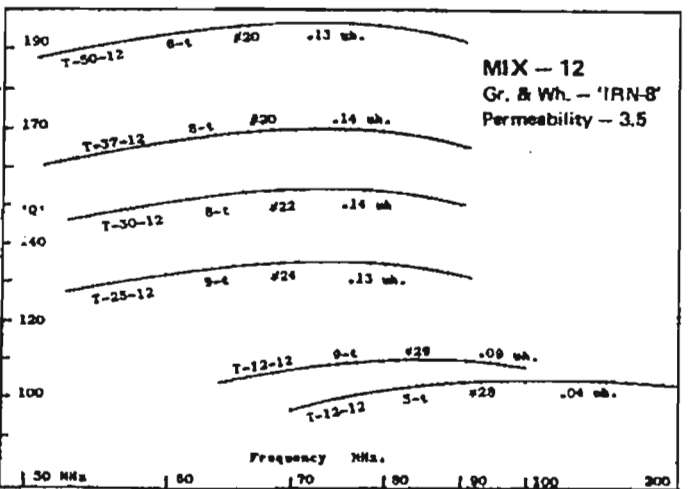
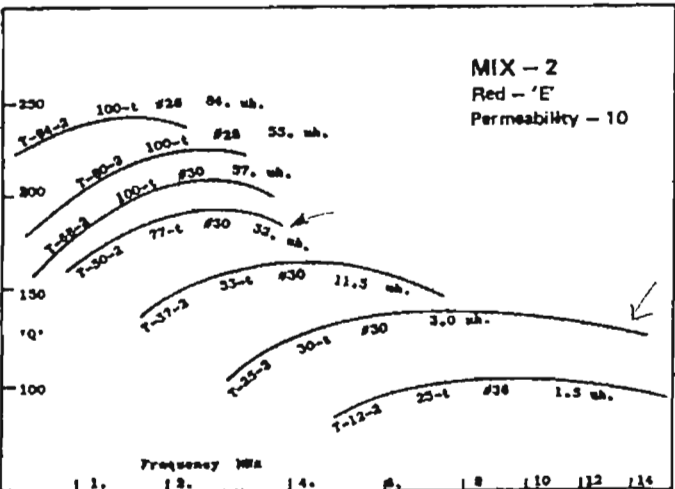
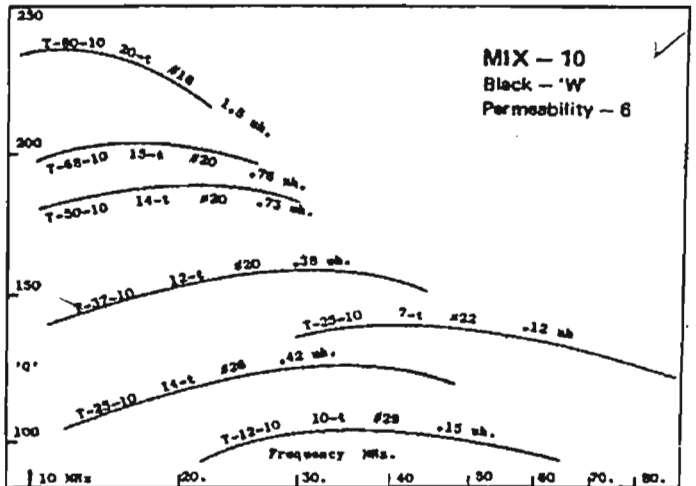
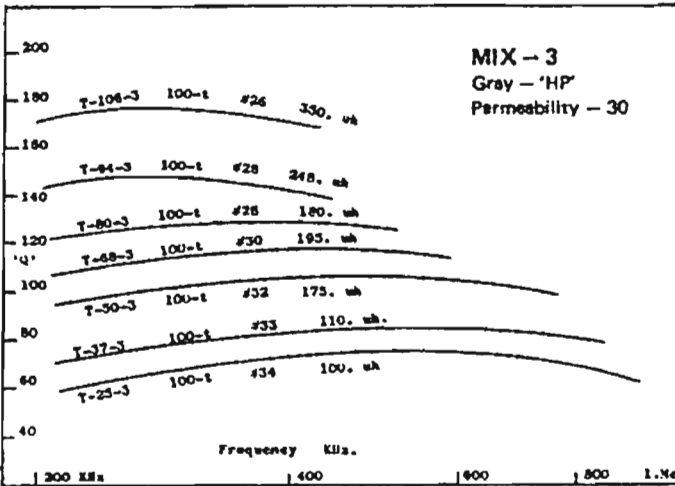
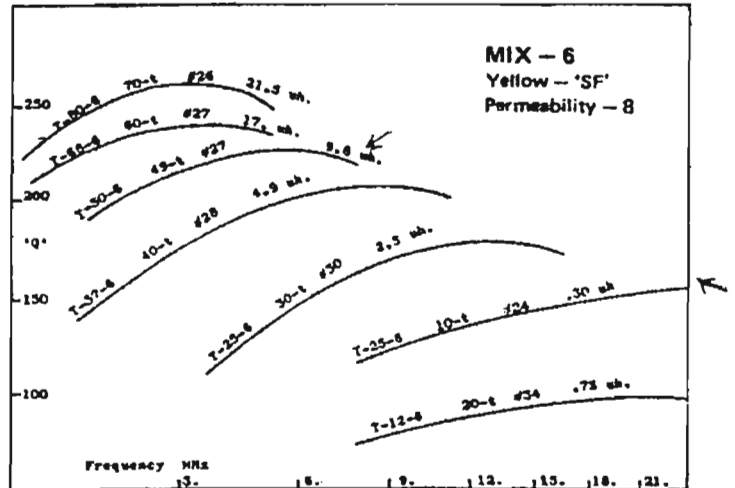
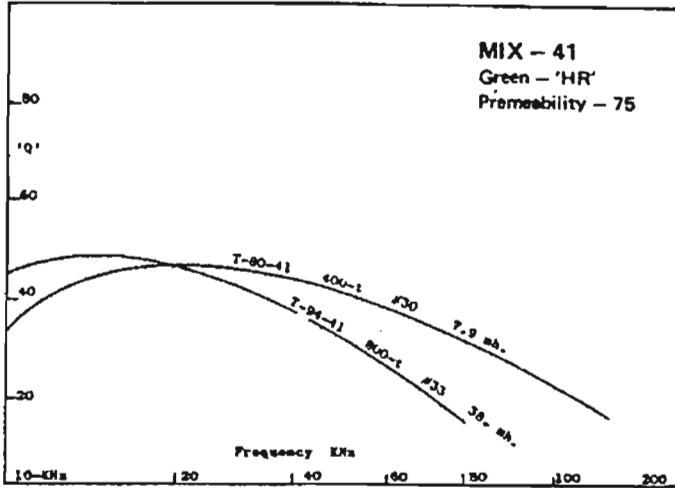
Telephone 714 - 747-3343

IRON POWDER TOROIDAL CORES

Q—CURVES

Revision A

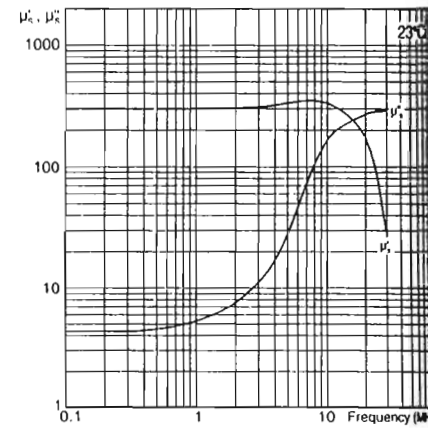
The following Q-curves will serve as a guide in the selection of R.F. Toroid Cores for your application. Performance extracts are typical of a wide variety of cores in our supply.



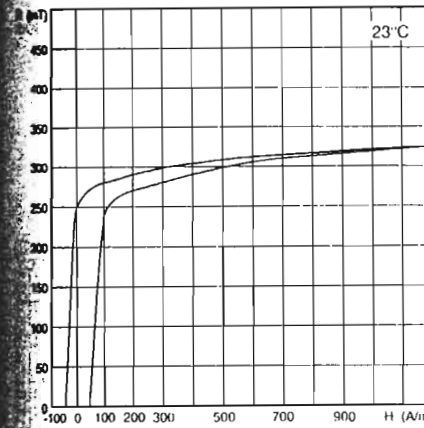
Parameter	Symbol	Standard Conditions of test	Unit	FA1
Initial Permeability (nominal)	μ_i	B<0.1mT 10kHz 25°C		370 ±20%
Saturation Flux Density (typical)	B_{sat}	H=796 A/m ≈10 Oe 25°C 100°C	mT	310
Remanent Flux Density (typical)	B_r	H→0 (from near Saturation) 10kHz 25°C	mT	270
Coercivity (typical)	H_c	B→0 (from near Saturation) 10kHz 25°C	A/m	60
Loss Factor (maximum)	$\frac{\tan \delta_{(r.e)}}{\mu_i}$	B<0.1mT 25°C 400kHz		10 ⁻⁴ 65
Curie Temperature (minimum)	θ_c	B<0.10mT 10kHz	°C	145
Resistivity (typical)	ρ	1 V/cm 25°C	ohm-cm	1 x 10 ⁸

A nickel-zinc ferrite combining moderate permeability with high volume resistivity and low dielectric loss. These characteristics provide optimum performance in some broadband RF applications. Available in a variety of toroidal, multi aperture, and bead cores, coilsforms, and bobbins.

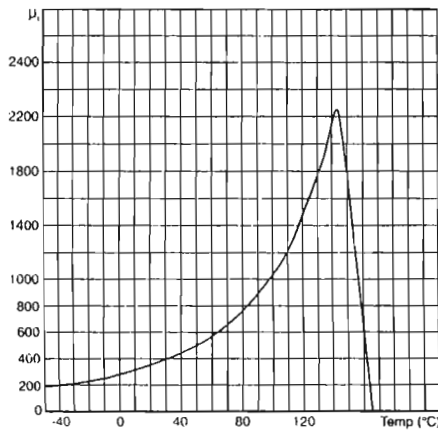
Complex Permeability vs. Frequency



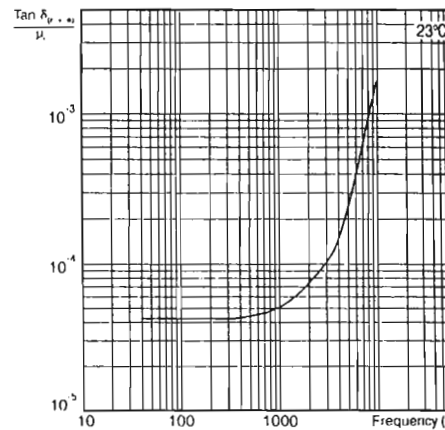
Dynamic Magnetisation: Typical B-H Loop



Initial Permeability vs. Temperature



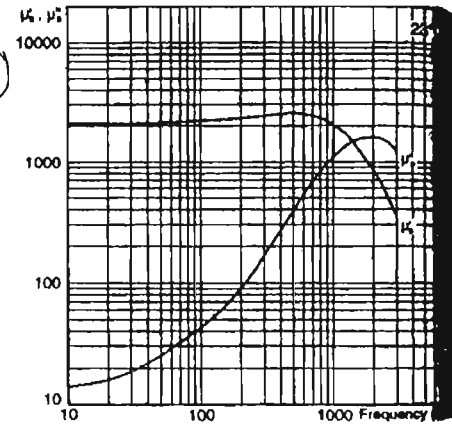
Relative Loss Factor vs. Frequency



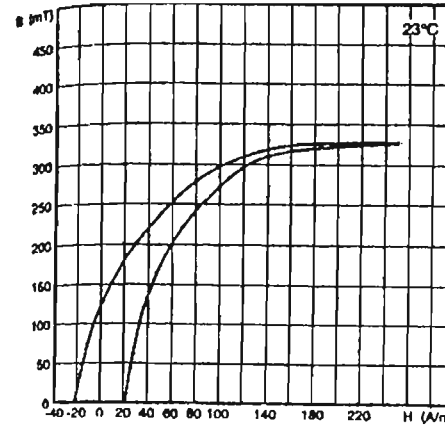
Parameter	Symbol	Standard Conditions of test	Unit	P10
Initial Permeability (nominal)	μ_i	B<0.1mT 10kHz 25°C	-	2000 ±20%
Remanent Flux Density (typical)	B_r	H=0 (from near saturation) 10kHz 25°C	mT	120
Coercivity (typical)	H_c	B=0 (from near saturation) 10kHz 25°C	A/m	22
Loss Factor (maximum)	$\frac{\tan \delta}{\mu_i}$	B<0.1mT 25°C 10kHz 100kHz	10^{-4}	6 15
Temperature Factor	$\frac{\Delta \mu_i}{\mu_i \cdot \Delta T}$	+25°C to +55°C B<0.1mT 10kHz	$10^{-2}/^\circ\text{C}$	0 to +2
Curie Temperature (minimum)	t_c	B<0.10mT 10kHz	$^\circ\text{C}$	150
Die-accommodation Factor (max)	$\frac{\Delta \mu_i}{\mu_i}$	B<0.25mT 50°C 10 to 100 mins	10^{-4}	8
Hysteresis Material Constant(max)	T_h	B from 1.5 to 3mT 10kHz 25°C	$10^{-2}/\text{mT}$	2.4
Resistivity (typical)	ρ	1 V/cm 25°C	ohm-cm	100

A manganese-zinc ferrite designed for low power transformer pot cores, balun cores, and suppression beads, and low frequency tuned circuits.
Typical core shapes: Ring cores, beads, Pot and RM cores.

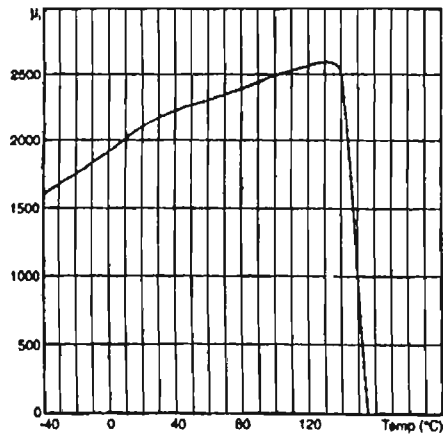
Complex Permeability vs. Frequency



Dynamic Magnetisation: Typical B-H Loops



Initial Permeability vs. Temperature



Relative Loss Factor vs. Frequency

