



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
**POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA EN MATERIALES**

**ESTUDIO DEL FENÓMENO DE MAGNETOIMPEDANCIA Y RESONANCIA  
FERROMAGNÉTICA EN TRICAPAS METÁLICAS**

**TESIS**  
**QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:**  
**MAESTRÍA EN CIENCIA EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES**

**PRESENTA:**  
**EDUARDO LÓPEZ MOLINA**

**TUTORA:**  
**DRA. MARÍA HERLINDA MONTIEL SÁNCHEZ**  
**CENTRO DE CIENCIAS APLICADAS Y DESARROLLO TECNOLÓGICO**

**MIEMBRO DEL COMITÉ TUTOR:**  
**DR. JOSÉ ÁLVARO CHÁVEZ CARVAYAR**  
**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES**

**MIEMBRO DEL COMITÉ TUTOR:**  
**DRA. ROSALBA CASTAÑEDA GUZMÁN**  
**CENTRO DE CIENCIAS APLICADAS Y DESARROLLO TECNOLÓGICO**

**MÉXICO, D.F. ENERO 2013**



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.

---

## Agradecimientos

Al soporte financiero otorgado por CONACYT mediante beca de maestría.

Al soporte financiero del proyecto PAPIIT-UNAM No. IN111111 destinado para la compra de material y equipo de laboratorio.

Al Mtro. Alejandro Esparza García y el Sr. Martín Briseño García encargados del Laboratorio de Películas Delgadas del Centro de Ciencia Aplicada y Desarrollo Tecnológico, por su apoyo para elaborar los depósitos.

A la Mtra. Adriana Tejeda Cruz encargada del Laboratorio de Difracción de Rayos X del Instituto de Investigaciones en Materiales, por su ayuda para la obtención de los patrones de difracción de rayos X.

Al Ing. Carlos Flores Morales encargado del Laboratorio de Microscopía de Fuerza Atómica del Instituto de Investigaciones en Materiales, por la obtención de las imágenes de microscopía de fuerza atómica presentadas en éste trabajo.

Al Dr. Agustín Conde Gallardo del Departamento de Física del Centro de Investigación y Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional, por facilitar la realización de las mediciones de magnetometría de muestra vibrante.

Al Dr. Guillermo Álvarez Lucio investigador de la Escuela Superior de Física y Matemáticas del Instituto Politécnico Nacional por aportar su amplia experiencia y tiempo para la obtención de los espectros de resonancia ferromagnética que se presentan en éste trabajo. Por tener siempre un momento para escucharme.

A la Dra. Citlali Sánchez Aké por aportar su conocimiento en método de depósito, que es parte fundamental de éste trabajo.

---

Al Dr. Raúl Alejandro Valenzuela Monjarás por aportar su vasta experiencia en la revisión de éste trabajo.

Al Dr. Enrique Camarillo García por su cátedra que sirvió como base para el enriquecimiento de éste trabajo.

A mi tutora, la Dra. María Herlinda Montiel Sánchez, por la formación que he recibido, por el consejo siempre acertado y por brindarme siempre su amistad y apoyo.

A Ana Laura Ramírez Ledesma por acompañarme en éste camino, por todos los días llenos de alegría, cariño, comprensión y amor. Eres un ángel que se ha cruzado en mi camino.

A mi familia, mi madre Rita Julia Molina Gutiérrez y a mis hermanas, quienes a pesar de la distancia las mantengo cerca de mi corazón.

A mis compañeros del grupo de trabajo: Everardo, Francisco, Fernando, Arturo, Eduardo, Zeferino, gracias por su amistad y colaboración.

## *Resumen*

Con la finalidad de estudiar la correlación entre las condiciones de depósito, la microestructura y el impacto de ambas en el transporte magnético en tricapas metálicas, se obtuvieron sistemas tricapa constituidas por películas metálicas depositadas por el método de erosión catódica asistida por magnetrón. Las películas se depositaron a partir de un blanco de aleación ferromagnética suave rica en cobalto conocida como Vitrovac 6030 y de un blanco de Au. Por lo que el sistema tricapa está constituido por depósitos de conductor ferromagnético/conductor diamagnético/conductor ferromagnético (Vitrovac 6030/Au/Vitrovac 6030). Se caracterizaron las propiedades magnéticas de los sistemas tricapas con las técnicas de magnetoimpedancia y resonancia ferromagnética con el objetivo de establecer las propiedades de transporte.

Este trabajo de tesis está organizado de la siguiente forma:

En el capítulo 1 se presenta el marco teórico con los principios básicos del magnetismo, tales como: momento magnético, acoplamiento espín-orbita, intercambio y anisotropía magnética. Se define el concepto de energía magnética y procesos de magnetización, y las técnicas típicas empleadas para caracterizar estos procesos de magnetización asociados a las propiedades de transporte magnético. También se aborda brevemente el proceso de depósito y crecimiento en películas delgadas.

En el capítulo 2 se detalla el desarrollo experimental así como los parámetros que se eligieron para realizar los depósitos. Además se hace una descripción general de las técnicas utilizadas para caracterizar estructural y magnéticamente al material.

En el capítulo 3 se presentan los principales resultados experimentales y se realiza un análisis de los resultados en donde se establece una correlación entre condiciones de depósito, microestructura y propiedades magnéticas.

En el último capítulo se presenta una discusión con las conclusiones más importantes obtenidas durante el desarrollo del trabajo.

# Índice

|                                                                           |           |
|---------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Resumen</b>                                                            | <b>2</b>  |
| <b>Índice</b>                                                             | <b>5</b>  |
| <b>Introducción</b>                                                       | <b>14</b> |
| <b>1 Antecedentes</b>                                                     | <b>17</b> |
| 1.1 Fundamentos de magnetismo . . . . .                                   | 17        |
| 1.2 Intercambio magnético . . . . .                                       | 24        |
| 1.3 Anisotropía magnética . . . . .                                       | 27        |
| 1.3.1 Anisotropía magnetocristalina . . . . .                             | 28        |
| 1.3.2 Anisotropía de forma . . . . .                                      | 29        |
| 1.3.3 Magnetostricción . . . . .                                          | 31        |
| 1.3.4 Anisotropía inducida . . . . .                                      | 33        |
| 1.3.5 Anisotropía aleatoria . . . . .                                     | 34        |
| 1.4 Energía magnética, curva de magnetización y procesos de magnetización | 36        |
| 1.5 Magnetoimpedancia . . . . .                                           | 40        |
| 1.6 Resonancia ferromagnética . . . . .                                   | 44        |
| 1.7 Películas delgadas . . . . .                                          | 48        |
| 1.7.1 Crecimiento de una película delgada . . . . .                       | 49        |

|          |                                                                     |           |
|----------|---------------------------------------------------------------------|-----------|
| 1.7.2    | Consecuencias estructurales del proceso de crecimiento . . . . .    | 53        |
|          | Microestructura . . . . .                                           | 53        |
|          | Rugosidad superficial y densidad . . . . .                          | 54        |
|          | Adhesión . . . . .                                                  | 54        |
| <b>2</b> | <b>Desarrollo experimental</b>                                      | <b>56</b> |
| 2.1      | Aleaciones amorfas . . . . .                                        | 56        |
| 2.1.1    | Amorfo magnético . . . . .                                          | 59        |
| 2.1.2    | Vitrovac 6030 . . . . .                                             | 60        |
| 2.2      | Depósito mediante erosión catódica asistida por magnetrón . . . . . | 62        |
| 2.2.1    | Monocapa Vitrovac 6030 . . . . .                                    | 70        |
| 2.2.2    | Bicapa Au/Vitrovac 6030 . . . . .                                   | 73        |
| 2.2.3    | Tricapa Vitrovac 6030/Au/Vitrovac 6030 . . . . .                    | 74        |
| 2.3      | Caracterización microestructural . . . . .                          | 77        |
| 2.3.1    | Difracción de rayos X . . . . .                                     | 77        |
| 2.3.2    | Microscopía de fuerza atómica . . . . .                             | 79        |
| 2.4      | Caracterización magnética . . . . .                                 | 81        |
| 2.4.1    | Magnetometría de muestra vibrante PPMS Quantum . . . . .            | 81        |
| 2.4.2    | Magnetoimpedancia . . . . .                                         | 83        |
| 2.4.3    | Resonancia ferromagnética . . . . .                                 | 87        |
| <b>3</b> | <b>Resultados experimentales y discusión</b>                        | <b>92</b> |
| 3.1      | Difracción de rayos X . . . . .                                     | 92        |
| 3.2      | Microscopía de fuerza atómica . . . . .                             | 100       |
| 3.3      | Magnetometría de muestra vibrante . . . . .                         | 105       |
| 3.4      | Magnetoimpedancia . . . . .                                         | 110       |
| 3.5      | Resonancia Ferromagnética . . . . .                                 | 118       |

|                                 |            |
|---------------------------------|------------|
| <b>Discusión y conclusiones</b> | <b>144</b> |
| <b>Bibliografía</b>             | <b>151</b> |

# Índice de figuras

|     |                                                                                                                                                                                                                                                           |    |
|-----|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1.1 | Movimiento de precesión asociado al espín de un electrón en un átomo. Las flechas punteadas indican la dirección del movimiento. . .                                                                                                                      | 19 |
| 1.2 | Líneas de campo magnético en una muestra magnetizada. En los extremos de la muestra la dirección del campo externo es opuesta a la dirección del campo interno. El campo externo se conoce como campo demagnetizante y posee una magnitud $H_D$ . . . . . | 30 |
| 1.3 | Representación del efecto de magnetostricción. La longitud del arreglo de átomos se modifica por acción del campo magnético aplicado. .                                                                                                                   | 32 |
| 1.4 | Ejemplo de curva de magnetización. . . . .                                                                                                                                                                                                                | 38 |
| 1.5 | Dependencia de la susceptibilidad magnética en función del campo estático aplicado en ausencia de pérdidas de energía. . . . .                                                                                                                            | 47 |
| 1.6 | Dependencia de la susceptibilidad magnética en función del campo estático aplicado según la ecuación de Landau-Lifshitz-Gilbert. . . .                                                                                                                    | 47 |
| 1.7 | Etapas de crecimiento. a) Adsorción. b) Formación de núcleos. c) Nucleación. d) Formación de islas. e) Aglomeración de islas. f) Estructura con canales y huecos. g) Película continua. . . . .                                                           | 50 |
| 1.8 | Procesos de crecimiento. a) Volmer-Weber, crecimiento en islas. b) Frank-Van der Merwe, película delgada uniforme. c) Stranski-Krastanov, combinación de los anteriores. . . . .                                                                          | 52 |

|      |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |    |
|------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 2.1  | Diagrama TTT de una aleación amorfa. La línea punteada indica el proceso a seguir para obtener una aleación amorfa. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 58 |
| 2.2  | Esquema del proceso de fundición-rotación. Éste proceso permite la obtención de aleaciones amorfas. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | 58 |
| 2.3  | Erosión catódica asistida por magnetrón. Se muestra la disposición del blanco y sustrato así como una representación del proceso de erosión catódica. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                     | 67 |
| 2.4  | Izquierda: Cámara de erosión catódica asistida con magnetrón. Derecha: Panel de control del sistema de recubrimiento modular de alto vacío, Leica EM MED020. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                              | 68 |
| 2.5  | Tricapa metálica constituida por la combinación de conductores magnéticos y no magnéticos. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | 74 |
| 2.6  | Tricapa M3. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 76 |
| 2.7  | Tricapa M6. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | 76 |
| 2.8  | Representación del <i>cantilever</i> con que se analiza la superficie de las muestras, la flecha indica el movimiento de oscilación del <i>cantilever</i> en el modo de contacto intermitente. El láser se utiliza como referencia para ubicar al <i>cantilever</i> en la región que se desea analizar. . . . .                                                                                                                   | 80 |
| 2.9  | Esquema con los principales elementos de un magnetómetro de muestra vibrante PPMS Quantum. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | 82 |
| 2.10 | Diagrama con el montaje experimental que se utilizó para realizar las mediciones de magnetoimpedancia. En la Figura se observan los principales elementos del montaje como el analizador de impedancias, el cable coaxial que permite la transmisión de la corriente alterna desde el analizador hasta el portamuestras, así como las bobinas de Helmholtz que generan el campo magnético con que se excita a la muestra. . . . . | 85 |

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 2.11 a) Esquema del portamuestras utilizado para realizar las mediciones de magnetoimpedancia en las muestras, se observa la microcinta, los contactos y la región que corresponde a la muestra. b) Corte transversal de la microcinta en donde se observan los parámetros más importantes para el cálculo de la impedancia característica: $w$ , $t$ , $h$ , $\epsilon$ y la frecuencia máxima de la corriente, que en el caso del analizador alcanza un valor de $500\text{ MHz}$ . . . . . | 86  |
| 2.12 Ejemplo de espectro de resonancia ferromagnética. En azul, potencia absorbida. En rojo, derivada de la potencia con respecto al campo aplicado. Se muestran los dos valores característicos de un espectro de resonancia, el campo de resonancia $H_{res}$ y el ancho pico-pico $\Delta H_{pp}$ . . . . .                                                                                                                                                                                | 88  |
| 2.13 Ejemplo de espectro de absorción a campo bajo, <i>low-field absorption</i> (LFA), tomado de [53]. También se observa un ejemplo de curva de magnetoimpedancia MI. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | 90  |
| 3.1 Difractogramas obtenidos con la técnica de haz rasante para las muestras M1 y M4, para un trozo de cinta de Vitrovac 6030 en estado <i>as-cast</i> y uno tomado del blanco. Las líneas punteadas indican la posición de los picos más importantes. . . . .                                                                                                                                                                                                                                | 94  |
| 3.2 Difractogramas obtenidos con la técnica de haz rasante para las muestras M1, M2 y M3, así como las posiciones de los picos de difracción correspondientes a la estructura FCC de Au. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 96  |
| 3.3 Celda unitaria para Au con estructura cristalina FCC. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 97  |
| 3.4 Difractogramas obtenidos con la técnica de haz rasante para las muestras M4, M5 y M6, así como las posiciones de los picos de difracción correspondientes a la estructura FCC de Au. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 99  |
| 3.5 MFA correspondiente a la fase en la monocapa M1. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  | 101 |
| 3.6 MFA correspondiente a la topografía en la monocapa M1. . . . .                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | 101 |

|      |                                                                                                                                   |     |
|------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 3.7  | MFA correspondiente a la fase en la tricapa M3. . . . .                                                                           | 102 |
| 3.8  | MFA correspondiente a la topografía en la tricapa M3. . . . .                                                                     | 102 |
| 3.9  | MFA correspondiente a la fase en la monocapa M4. . . . .                                                                          | 102 |
| 3.10 | MFA correspondiente a la topografía en la monocapa M4. . . . .                                                                    | 102 |
| 3.11 | MFA correspondiente a la fase en la tricapa M6. . . . .                                                                           | 103 |
| 3.12 | MFA correspondiente a la topografía en la tricapa M6. . . . .                                                                     | 103 |
| 3.13 | MFA correspondiente a la fase en la bicapa M5. . . . .                                                                            | 104 |
| 3.14 | MFA correspondiente a la topografía en la bicapa M5. . . . .                                                                      | 104 |
| 3.15 | Curva de magnetización correspondiente al Vitrovac 6030. El insertado es un aumento en la región de campo magnético cero. . . . . | 105 |
| 3.16 | Curva de magnetización correspondiente a la monocapa M1. El insertado es un aumento en la región de campo magnético cero. . . . . | 106 |
| 3.17 | Curva de magnetización correspondiente a la tricapa M3. El insertado es un aumento en la región de campo magnético cero. . . . .  | 107 |
| 3.18 | Curva de magnetización correspondiente a la monocapa M4. El insertado es un aumento en la región de campo magnético cero. . . . . | 108 |
| 3.19 | Curva de magnetización correspondiente a la tricapa M6. El insertado es un aumento en la región de campo magnético cero. . . . .  | 109 |
| 3.20 | Curva de magnetización correspondiente a la bicapa M5. El insertado es un aumento en la región de campo magnético cero. . . . .   | 110 |
| 3.21 | Orientación en la que se mide la magnetoimpedancia del Vitrovac 6030.                                                             | 111 |
| 3.22 | Curvas de magnetoimpedancia correspondientes a la cinta de Vitrovac 6030 en estado <i>as-cast</i> . . . . .                       | 112 |
| 3.23 | Curvas de magnetoimpedancia correspondientes a la monocapa M1. .                                                                  | 113 |
| 3.24 | Curvas de magnetoimpedancia correspondientes a la tricapa M3. . .                                                                 | 114 |
| 3.25 | Curvas de magnetoimpedancia correspondientes a la monocapa M4. .                                                                  | 116 |
| 3.26 | Curvas de magnetoimpedancia correspondientes a la tricapa M6. . .                                                                 | 117 |

|      |                                                                                                                                                                       |     |
|------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 3.27 | Espectrómetro de resonancia paramagnética electrónica. . . . .                                                                                                        | 118 |
| 3.28 | Representación de las geometrías de medición. Se muestran los tres tipos de orientaciones con que se analizó a cada depósito. . . . .                                 | 119 |
| 3.29 | Espectros de absorción a campo bajo y de resonancia ferromagnética correspondientes a la cinta de Vitrovac 6030 en las orientaciones 1, 2 y 3. . . . .                | 120 |
| 3.30 | Campo de resonancia medido en el Vitrovac 6030. . . . .                                                                                                               | 122 |
| 3.31 | Ancho de línea de la LFA medido en el Vitrovac 6030. . . . .                                                                                                          | 122 |
| 3.32 | Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la monocapa M1 en la orientación 1 en función del ángulo de incidencia del campo estático. . . . . | 124 |
| 3.33 | Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la monocapa M1 en la orientación 3 en función del ángulo de incidencia del campo estático. . . . . | 125 |
| 3.34 | Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la monocapa M1 en las orientaciones 1, 2 y 3. . . . .                                              | 126 |
| 3.35 | Espectros de absorción a campo bajo correspondientes a la monocapa M1 en la orientación 1 en función del ángulo de incidencia del campo estático. . . . .             | 127 |
| 3.36 | Espectros de absorción a campo bajo correspondientes a la monocapa M1 en las orientaciones 1, 2 y 3. . . . .                                                          | 128 |
| 3.37 | Campo de resonancia medido en la monocapa M1. . . . .                                                                                                                 | 130 |
| 3.38 | Ancho de línea de la LFA medido en la monocapa M1. . . . .                                                                                                            | 130 |
| 3.39 | Campo de resonancia medido en la bicapa M2. . . . .                                                                                                                   | 131 |
| 3.40 | Ancho de línea de la LFA medido en la bicapa M2. . . . .                                                                                                              | 131 |

|      |                                                                                                                                                                       |     |
|------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 3.41 | Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la tricapa M3 en la orientación 1 en función del ángulo de incidencia del campo estático. . . . .  | 132 |
| 3.42 | Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la tricapa M3 en las orientaciones 1, 2 y 3 a cero grados. . . . .                                 | 133 |
| 3.43 | Campo de resonancia medido en la tricapa M3. . . . .                                                                                                                  | 135 |
| 3.44 | Ancho de línea de la LFA medido en la tricapa M3. . . . .                                                                                                             | 135 |
| 3.45 | Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la monocapa M4 en la orientación 1 en función del ángulo de incidencia del campo estático. . . . . | 136 |
| 3.46 | Espectros de absorción a campo bajo correspondientes a la monocapa M4 en las orientaciones 1, 2 y 3 a cero grados. . . . .                                            | 137 |
| 3.47 | Campo de resonancia medido en la monocapa M4. . . . .                                                                                                                 | 138 |
| 3.48 | Ancho de línea de la LFA medido en la monocapa M4. . . . .                                                                                                            | 138 |
| 3.49 | Campo de resonancia medido en la bicapa M5. . . . .                                                                                                                   | 139 |
| 3.50 | Ancho de línea de la LFA medido en la bicapa M5. . . . .                                                                                                              | 139 |
| 3.51 | Espectros de absorción extendidos correspondientes a la tricapa M6 en la orientación 1. . . . .                                                                       | 140 |
| 3.52 | Espectros de absorción a campo bajo correspondientes a la tricapa M6 en las orientaciones 1, 2 y 3 a cero grados. . . . .                                             | 141 |
| 3.53 | Campo de resonancia medido en la tricapa M6. . . . .                                                                                                                  | 143 |
| 3.54 | Ancho de línea de la LFA medido en la tricapa M6. . . . .                                                                                                             | 143 |

# Índice de tablas

|     |                                                                                                                                                       |     |
|-----|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| 2.1 | Condiciones de depósito para las monocapas a base de Vitrovac 6030.                                                                                   | 71  |
| 2.2 | Condiciones de depósito para las bicapas Au/Vitrovac 6030. . . . .                                                                                    | 73  |
| 2.3 | Condiciones de depósito para las tricapas Vitrovac 6030/Au/Vitrovac<br>6030. . . . .                                                                  | 75  |
| 3.1 | Parámetros característicos del espectro de absorción de microondas<br>correspondientes a la cinta de Vitrovac 6030 en estado <i>as-cast</i> . . . . . | 122 |
| 3.2 | Parámetros característicos del espectro de absorción de microondas<br>correspondientes a la monocapa M1. . . . .                                      | 129 |
| 3.3 | Parámetros característicos del espectro de absorción de microondas<br>correspondientes a la bicapa M2. . . . .                                        | 131 |
| 3.4 | Parámetros característicos del espectro de absorción de microondas<br>correspondientes a la tricapa M3. . . . .                                       | 134 |
| 3.5 | Parámetros característicos del espectros de absorción de microondas<br>correspondientes a la monocapa M4. . . . .                                     | 137 |
| 3.6 | Parámetros característicos del espectros de absorción de microondas<br>correspondientes a la bicapa M5. . . . .                                       | 139 |
| 3.7 | Parámetros característicos del espectros de absorción de microondas<br>correspondientes a la tricapa M6. . . . .                                      | 143 |

# Introducción

El fenómeno de magnetoimpedancia (MI) consiste en el cambio de la impedancia del conductor cuando a través de él circula una corriente AC y un campo magnético DC aplicado [1, 2, 3]. Éste fenómeno ocurre en materiales conductores, ferromagnéticos suaves. La MI depende fuertemente de la permeabilidad magnética transversal del material que es modificada por el campo magnético DC y de la frecuencia de la corriente que circula en el material.

El fenómeno de resonancia ferromagnética (RFM) consiste en la absorción resonante de ondas electromagnéticas que realiza un material ferromagnético para generar diversos procesos de magnetización [4, 5]. Consiste en la aparición de una señal de resonancia para alguna frecuencia cuando a un material se le aplican simultáneamente un campo magnético DC y perpendicular a él un campo AC a frecuencia de microondas. La primera señal de resonancia ferromagnética fue encontrada en 1946 por Griffiths al estudiar la absorción de energía de microondas en un conductor [6].

## Objetivo General

El objetivo de éste trabajo de tesis es el estudio de las propiedades magnéticas dinámicas que dan origen al transporte magnético que se presenta en sistemas tri-

capas metálicas magnéticas, como es el caso de la magnetoimpedancia y la resonancia ferromagnética, estableciendo la correlación entre las condiciones del depósito y su microestructura, así como, el impacto de la microestructura en el transporte magnético.

## **Objetivos Particulares**

1. La obtención de tricapas conductor ferromagnético/conductor diamagnético /conductor ferromagnético (Vitrovac 6030/Au/Vitrovac6030), empleando aleaciones amorfas ricas en Co obtenidas mediante enfriamiento ultra-rápido, a las que posteriormente se deposita una película delgada de Au mediante erosión catódica asistida por magnetrón.
2. El estudio del transporte magnético en cada uno de los depósitos que constituyen a las tricapas mediante mediciones electromagnéticas en función de un campo magnético externo (magnetoimpedancia y resonancia ferromagnética).
3. El estudio de la correlación entre la microestructura y las propiedades de transporte magnético en las tricapas.

## Capítulo 1

# Antecedentes

### 1.1 Fundamentos de magnetismo

El magnetismo es un comportamiento que está presente en todo material y en general en la naturaleza. Si bien el fenómeno magnético fue descubierto por el hombre hace varios milenios, fue hasta los siglos XIX y XX que varios científicos de la época como Gauss, Maxwell, Faraday (siglo XIX), Curie, Weiss, Bloch, Landau y Néel (siglo XX) comenzaron a estudiar más a fondo el fenómeno del magnetismo. Actualmente la comprensión del magnetismo es bastante amplia y se fundamenta en la teoría de la mecánica cuántica [7, 8, 9].

En la teoría de la mecánica cuántica, todo sistema físico puede ser representado por un estado cuántico al que se le asocia una función de onda que satisface a la ecuación de Schrödinger. Los estados cuánticos de los electrones en los átomos que constituyen a la materia, se caracterizan por cuatro números cuánticos: el número cuántico principal ( $n$ ), el número cuántico de momento angular orbital ( $l$ ), el número cuántico magnético ( $m_l$ ) y el número cuántico de espín ( $m_s$ ).

El magnetismo de un material se origina por la presencia de una unidad funda-

mental que se denomina momento magnético y que se describe en particular por los números cuánticos  $l$  y  $m_s$ . El momento magnético es intrínseco al movimiento que describen los electrones en el átomo.

En una representación vectorial, el movimiento del electrón en un átomo se puede considerar como la superposición del movimiento orbital alrededor del núcleo y su movimiento de espín. El movimiento total del electrón es análogo a una corriente que fluye en una espira cerrada, de acuerdo con la Ley de Ampere, éste movimiento tiene asociado un momento angular que al ser originado por cargas en movimiento tiene naturaleza magnética. Al considerar esto, el momento magnético está dado por la superposición del momento angular orbital ( $\vec{L}$ ) y el momento de espín ( $\vec{S}$ ) del electrón en el átomo, como lo indica la Ecuación 1.1.

$$\vec{m} = -m_B (\vec{L} + 2\vec{S}). \quad (1.1)$$

La cantidad vectorial  $\vec{m}$  representa al momento magnético del electrón.  $m_B$  es el magnetón de Bohr y básicamente reúne a todas las constantes del momento angular, Ecuación 1.2.

$$m_B = \frac{\mu_0 e \hbar}{2m}, \quad (1.2)$$

donde  $e$  es la carga del electrón,  $\hbar$  la constante de Planck dividida entre  $2\pi$  y  $m$  la masa del electrón.

El momento de espín en el electrón tiene asociado un movimiento de precesión. En la Figura 1.1 se ejemplifica la precesión del espín en un electrón, en ella se observa al electrón describiendo una órbita cerrada a lo largo de la cual el espín ( $\vec{S}$ ) realiza la precesión.

En la representación de la mecánica cuántica los momentos angulares  $\vec{L}$  y  $\vec{S}$  son reemplazados por los operadores de momento angular orbital ( $\hat{L}$ ) y de espín ( $\hat{S}$ ), cuyos valores propios dependen de los números cuánticos  $l$  y  $m_s$  respectivamente.

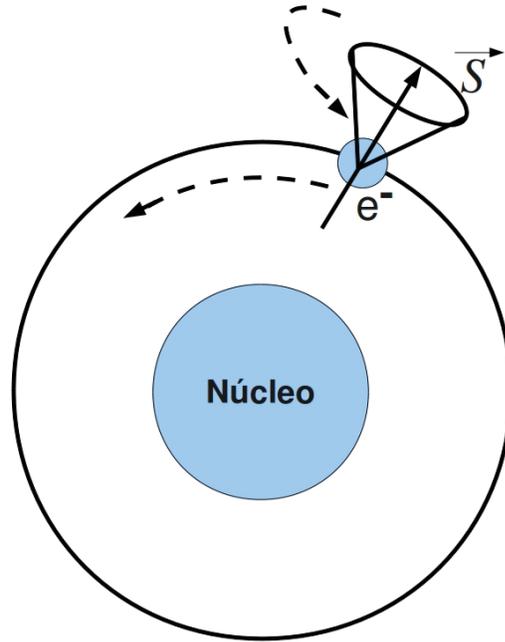


Figura 1.1: Movimiento de precesión asociado al espín de un electrón en un átomo. Las flechas punteadas indican la dirección del movimiento.

El magnetismo no se restringe a un átomo con un electrón como en la descripción anterior, los efectos magnéticos más interesantes se presentan en sólidos cuyos átomos poseen más de un electrón. El hecho más importante para explicar el magnetismo en átomos con más de un electrón es la forma en como se distribuyen los electrones en el átomo, ésta distribución obedece a dos reglas fundamentales: el principio de exclusión de Pauli y las reglas de Hund. El principio de exclusión de Pauli establece que dos electrones no pueden poseer los mismos números cuánticos, mientras que las reglas de Hund se satisfacen cuando la multiplicidad del espín es máxima.

La distribución de electrones en el átomo es tal que los momentos magnéticos de cada electrón se suman o restan de acuerdo al principio de exclusión de Pauli y a las

reglas de Hund, esto permite un gran número de comportamientos magnéticos entre los que podemos mencionar: el *diamagnetismo*, *paramagnetismo*, *ferromagnetismo*, *ferrimagnetismo* y *antiferromagnetismo*.

La teoría de la mecánica cuántica solo resuelve al átomo de hidrógeno, se complica al explicar el comportamiento de un gran número de átomos como los que forman a un material macroscópico (un material macroscópico está formado por al menos de  $10^{23}$  átomos). Para estudiar el comportamiento magnético de un material macroscópico, se debe recurrir a una propiedad magnética que también sea macroscópica.

Definamos un campo magnético  $\vec{H}$  como una región espacial en la cual un momento magnético experimenta una fuerza aplicada, éste campo magnético puede ser producido por otro momento magnético o bien por cargas en movimiento. Ahora consideremos que el campo magnético se aplica a una muestra de material, los momentos magnéticos dentro del material buscarán alinearse con el campo magnético externo. La aplicación del campo externo producirá un flujo de campo magnético en el interior del material conocido como inducción magnética  $\vec{B}$ . La inducción presente en el material es una cantidad macroscópica que se cuantifica mediante el parámetro  $\mu$  conocido como permeabilidad magnética:

$$\vec{B} = \mu \vec{H}. \quad (1.3)$$

Otra cantidad macroscópica que es de gran importancia se conoce como magnetización  $\vec{M}$ . La magnetización se define como la suma total de momentos magnéticos por unidad de volumen. La magnetización que se produce en un material es cuantificada mediante el parámetro  $\chi$  conocido como susceptibilidad magnética, ver Ecuación 1.4.

$$\vec{M} = \chi \vec{H}. \quad (1.4)$$

La permeabilidad y susceptibilidad magnética se relacionan entre sí mediante la Ecuación 1.5.

$$\chi = 1 + 4\pi\mu. \quad (1.5)$$

La susceptibilidad magnética y la permeabilidad magnética son propiedades intrínsecas de cada material, y gracias a ellas es posible realizar una clasificación del comportamiento magnético en general.

*Diamagnetismo.* Se caracteriza por presentar una  $\chi$  negativa y pequeña ( $|\chi| \sim 10^{-6}$ ). Los átomos con comportamiento diamagnético, llamados de capa cerrada, no tienen electrones desapareados por lo que la contribución de espín al momento angular total es cero, en consecuencia, el momento magnético de los átomos depende únicamente de la contribución orbital.

Al aplicar un campo magnético externo, los electrones son acelerados y desacelerados a una frecuencia angular que depende del campo aplicado. La aceleración de los electrones produce un cambio en el movimiento de precesión en el espín de los electrones que se denomina precesión de Larmor. El movimiento de precesión se produce debido a un fuerte acoplamiento espín-órbita. La aceleración de los electrones produce un campo magnético en el interior del material opuesto al campo aplicado.

El diamagnetismo perfecto se da cuando  $\chi = -1$ , en éste caso el material excluye por completo al campo externo de su interior, lo que se conoce como efecto Meissner. Éste diamagnetismo es característico del estado superconductor.

*Paramagnetismo.* Es un comportamiento magnético débil,  $\chi$  es del orden  $10^{-5} - 10^{-2}$ . Éste comportamiento es típico de materiales cuyos átomos poseen algunos electrones desapareados, en consecuencia además del momento angular orbital existe un momento de espín. El comportamiento magnético de éstos átomos depende mayormente de la contribución de espín.

Los átomos con momento magnético se consideran indistinguibles y generalmente poseen un electrón desapareado, éstos se describen mediante la estadística de Maxwell-Boltzman.

Al aplicar un campo magnético externo los átomos con momento magnético en el material se alinearán creando una magnetización, ésta magnetización depende fuertemente de la temperatura. Cuando la temperatura incrementa se inducen vibraciones térmicas que destruyen la magnetización. La susceptibilidad magnética puede ser modelada mediante la Ley de Curie, Ecuación 1.6.

$$\chi = \frac{C}{T}. \quad (1.6)$$

Existen diferentes teorías que permiten estudiar el comportamiento magnético de un material paramagnético, entre ellas se puede mencionar las teorías de Langevine y Brillouin, cuyo resultado más relevante es el comportamiento de  $\chi$  como función de  $T$ . También es posible estudiar al paramagnetismo en materiales específicos como metales y aleaciones con ayuda de la densidad de estados en el nivel de Fermi, éste se denomina paramagnetismo de Pauli.

*Ferromagnetismo.* Es un comportamiento magnético fuerte,  $\chi \gg 1$  y en ciertos materiales puede alcanzar un orden de magnitud de  $10^4$ . Los materiales con éste comportamiento presentan una magnetización espontánea aún en ausencia de campo externo. En 1907 P. Weiss explica la magnetización espontánea en estos materiales al proponer un campo magnético al que denominó campo molecular  $H_m$ . El campo molecular es un campo magnético interno que alinea a los momentos magnéticos de los átomos constituyentes. En 1928 W. K. Heisenberg emplea la teoría de la mecánica cuántica para explicar el magnetismo mediante la *Interacción de Intercambio* [7, 10], que tiene su origen en el traslape de las funciones de onda de los electrones en los átomos del material. La interacción de intercambio origina que los momentos magnéticos se orienten paralelamente entre sí aún en ausencia de campo magnético

---

externo.

La magnetización del material se reduce de forma no lineal cuando se incrementa la temperatura, hasta anularse a una temperatura conocida como temperatura de Curie  $T_c$ , por encima de ésta temperatura el material adquiere un comportamiento paramagnético. La Ecuación 1.7 se conoce como Ley de Curie-Weiss y establece la dependencia de la susceptibilidad en función de la temperatura.

$$\chi = \frac{C}{T - T_c}. \quad (1.7)$$

*Antiferromagnetismo.* En el antiferromagnetismo los átomos con momento magnético adyacentes tienen igual magnitud de momento magnético pero dirección opuesta, esto provoca que el momento magnético total se cancele. Al aplicar un campo magnético externo los espines experimentan una muy débil torca, por lo que la susceptibilidad crece aún menos que en el caso de un material paramagnético. Cuando la temperatura crece la estructura de espines se altera permitiendo que la susceptibilidad crezca (a diferencia de un material paramagnético), sin embargo por encima de una temperatura crítica la estructura de espines se destruye completamente y el material se comporta de forma paramagnética, ésta temperatura se conoce como temperatura de Néel. La Ecuación 1.8 se conoce como Ley de Curie-Weiss para la susceptibilidad magnética y es típica de los materiales antiferromagnéticos.

$$\chi = \frac{C}{T - \Theta_N}, \quad (1.8)$$

donde  $\Theta_N$  es la temperatura de Néel.

*Ferrimagnetismo.* El ferrimagnetismo es un caso especial del antiferromagnetismo. Al igual que en el antiferromagnetismo el momento magnético en átomos adyacentes apunta en dirección antiparalela, sin embargo, la magnitud del momento magnético en una dirección es mayor que en la dirección contraria, ésta situación provoca que el momento magnético no se anule en su totalidad. Los materiales ferrimagnéticos se comportan de forma similar a los ferromagnéticos aunque poseen

en general una magnetización menor. Para temperaturas mayores a la temperatura de Curie, la susceptibilidad sigue el comportamiento de la Ecuación 1.9.

$$\frac{1}{\chi} = \frac{T}{C} + \frac{1}{\chi_0}, \quad (1.9)$$

donde  $\chi_0$  es un valor constante que depende de cada material [7].

El comportamiento magnético de un material se define por la forma en como se distribuyen e interaccionan sus momentos magnéticos, la distribución e interacción de los momentos magnéticos es tal que se satisface el principio de mínima energía. En éste trabajo hay especial interés en comprender el ferromagnetismo, puesto que es el comportamiento de los sistemas que se estudian. Existen dos interacciones principales en el ferromagnetismo el *intercambio magnético* y la *anisotropía magnética*, que comenzaremos a estudiar en la siguiente sección.

## 1.2 Intercambio magnético

El ferromagnetismo es un tipo de orden magnético en el que los momentos magnéticos de átomos adyacentes tienden a orientarse paralelamente, debido al *intercambio magnético* descrito por W. K. Heisenberg en 1928 [7, 8].

En un grupo de átomos enlazados el intercambio magnético es producido por el traslape espacial de las funciones de onda asociadas a los electrones que no participan en el enlace. El origen del intercambio magnético se sustenta en la teoría de la mecánica cuántica, donde se representa al electrón como una función de onda normalizada compuesta por una parte espacial y otra asociada con el espín. Por simplicidad se parte de un sistema de dos electrones en las posiciones  $r_1$  y  $r_2$  con dos posibilidades de espín  $s_1, s_2$  ( $+1/2, -1/2$ ), la función de onda que representa a ambos electrones está dada por la Ecuación 1.10.

$$\Psi(r_1, s_1, r_2, s_2) = \phi(r_1, r_2)\sigma(s_1, s_2), \quad (1.10)$$

donde  $\Psi$  representa la función de onda completa,  $\phi$  su componente espacial y  $\sigma$  la componente asociada al espín. La función de onda completa  $\Psi(r_1, s_1, r_2, s_2)$  generalmente posee una estructura compleja, sin embargo puede representarse como el producto de dos funciones de onda correspondientes a cada electrón,  $\Psi(r_1, s_1, r_2, s_2) = \Psi_1(r_1, s_1)\Psi_2(r_2, s_2)$ .

La normalización de  $\Psi$  ( $|\Psi|^2 = 1$ ) genera dos soluciones matemáticas para la función de onda, Ecuaciones 1.11 y 1.12, sin embargo sólo la Ecuación 1.12 es la solución válida para electrones desde el punto de vista físico.

$$\Psi(r_1, s_1, r_2, s_2) = \Psi(r_2, s_2, r_1, s_1), \quad (1.11)$$

$$\Psi(r_1, s_1, r_2, s_2) = -\Psi(r_2, s_2, r_1, s_1), \quad (1.12)$$

En el caso de la Ecuación 1.11 se tiene que  $\Psi_1(r_1, s_1)\Psi_2(r_2, s_2) = \Psi_1(r_2, s_2)\Psi_2(r_1, s_1)$  en consecuencia, los dos electrones representados por las funciones  $\Psi_1$  y  $\Psi_2$  pueden poseer la misma posición y el mismo espín, lo que no satisface al principio de exclusión de Pauli, por lo tanto, la Ecuación 1.11 no es una solución permitida. En el caso de la Ecuación 1.12 se tiene que  $\Psi_1(r_1, s_1)\Psi_2(r_2, s_2) = -\Psi_1(r_2, s_2)\Psi_2(r_1, s_1)$ , el signo de las funciones de onda debe ser diferente, ésto permite que la solución satisfaga los principios fundamentales de la mecánica cuántica.

La validez de la Ecuación 1.12 implica que existe una antisimetría ante el intercambio entre la componente espacial y de espín de la función de onda completa; en otras palabras, si los espines de los electrones en el átomo son antiparalelos entonces la función de onda espacial debe ser simétrica ante el intercambio de coordenadas espaciales, Ecuación 1.13; al contrario, si los espines de los electrones de los átomos son paralelos entonces la función de onda espacial debe ser antisimétrica, Ecuación 1.14.

$$\phi_s(r_1, r_2) = \frac{1}{\sqrt{2}} [\phi_1(r_1)\phi_2(r_2) + \phi_2(r_1)\phi_1(r_2)], \quad (1.13)$$

$$\phi_a(r_1, r_2) = \frac{1}{\sqrt{2}} [\phi_1(r_1)\phi_2(r_2) - \phi_2(r_1)\phi_1(r_2)]. \quad (1.14)$$

Una vez conocida la expresión para la función de onda de los electrones en el átomo, el siguiente paso para definir el origen del intercambio magnético es encontrar la energía del sistema. En mecánica cuántica la energía de un sistema o su valor esperado se obtiene mediante la siguiente ecuación:

$$E = \int \phi^* H \phi dV = \int \phi^*(r_i) H \phi(r_i) dV_i, \quad (1.15)$$

donde  $H$  es el Hamiltoniano del sistema,  $i = 1, 2$ .

Al sustituir a  $\phi$  como  $\phi_s$  y  $\phi_a$ , la Ecuación 1.15 se reduce a la Ecuación 1.16.

$$E = E_1 + E_2 + E_{12} \pm J_{12}, \quad (1.16)$$

donde:

$$E_1 = \int \phi_1^*(r_i) H_i \phi_1(r_i) dV_i, \quad (1.17)$$

$$E_2 = \int \phi_2^*(r_i) H_i \phi_2(r_i) dV_i, \quad (1.18)$$

$$E_{12} = \int \int \phi_1^*(r_1) \phi_2^*(r_2) H_{12} \phi_1(r_1) \phi_2(r_2) dV_1 dV_2, \quad (1.19)$$

$$J_{12} = \int \int \phi_1^*(r_1) \phi_2^*(r_2) H_{12} \phi_2(r_1) \phi_1(r_2) dV_1 dV_2. \quad (1.20)$$

$E_1$  y  $E_2$  representan la energía de los electrones 1 y 2 respectivamente, mientras que  $E_{12}$  representa la energía producida por la interacción de Coulomb entre los dos electrones. La energía  $J_{12}$  no tiene un equivalente en física clásica, representa la energía producida por el intercambio de dos electrones entre dos órbitas, se conoce como integral de intercambio. La integral de intercambio mostrada en la Ecuación 1.20 es el origen del intercambio magnético, a pesar de que en éste caso corresponde a un átomo con dos electrones, ésta definición se puede generalizar para átomos enlazados con más de un electrón.

Considere dos átomos enlazados entre si, cada uno con un electrón, existe una probabilidad de que los electrones intercambien lugares (intercambio similar al encontrado en el átomo con dos electrones), ésta probabilidad tiene asociada una energía que se conoce como energía de intercambio,  $E_{ex}$ , Ecuación 1.21.

$$E_{ex} = -2J_{ex}\bar{S}_i \cdot \bar{S}_j, \quad (1.21)$$

donde  $J_{ex}$  es la integral de intercambio, y  $\bar{S}_i, \bar{S}_j$  son los momentos de espín de los electrones  $i, j$  respectivamente.

Si  $J_{ex}$  es positiva la energía de intercambio se minimiza cuando los espines son paralelos y se maximiza cuando los espines son antiparalelos, si  $J_{ex}$  es negativa entonces el estado de mínima energía se alcanza cuando los espines se alinean antiparalelamente.

El orden ferromagnético es consecuencia de la energía de intercambio. El comportamiento magnético se relaciona con el intercambio magnético, sin embargo no es la única energía que origina al orden magnético, también se presenta por ejemplo la *anisotropía magnética*.

### 1.3 Anisotropía magnética

La anisotropía magnética se refiere a la dirección preferencial en la que los momentos magnéticos se orientan de forma espontánea. Se origina por el acoplamiento angular orbital con la estructura del material. La anisotropía magnética produce un cambio en las propiedades magnéticas de un material en función las posiciones y direcciones relativas dentro de él [8, 9].

Existen varios tipos de anisotropía magnética entre los que se puede mencionar la *anisotropía magnetocristalina*, *anisotropía de forma*, *anisotropía debida a esfuerzos*,

*anisotropía inducida* y *anisotropía aleatoria*, todos ellos se abordarán a continuación.

### 1.3.1 Anisotropía magnetocristalina

La anisotropía magnetocristalina se presenta en materiales con estructura cristalina y policristalina. Éste tipo de anisotropía se produce por el acoplamiento del momento angular orbital con la estructura cristalina del material. La anisotropía magnetocristalina permite la existencia de direcciones preferenciales dentro del material en las que los momentos magnéticos se orientan espontáneamente, éstas direcciones preferenciales se conocen individualmente como eje de fácil magnetización; en el caso opuesto también existen direcciones en las que los momentos magnéticos no se alinean espontáneamente, éstas direcciones se conocen como eje de difícil magnetización.

Al aplicar un campo magnético externo, la eficiencia con que se magnetiza el material dependerá de la orientación del campo externo en comparación con el eje de fácil magnetización. Cuando la dirección del campo externo coincide con el eje de fácil magnetización, la energía requerida para llegar a la magnetización de saturación será mínima. Cuando la dirección del campo externo no coincide con el eje de fácil magnetización, los momentos magnéticos rotan hasta alinearse con el campo externo, ésta rotación hace que dentro del cristal se almacene energía conocida como energía de anisotropía magnetocristalina  $E_{mc}$  [8]; al retirar el campo magnético la energía de anisotropía magnetocristalina es utilizada por cierta porción de los momentos magnéticos para regresar al eje de fácil magnetización.

La energía de anisotropía magnetocristalina por unidad de volumen se expresa mediante la serie  $\sum_{i=0}^n K_i \cdot G_i$ , donde  $K_i$  es la constante de anisotropía magnetocristalina y  $G_i$  es un factor geométrico que depende de la estructura del material. Para una celda cúbica, la energía de anisotropía magnetocristalina se escribe mediante la

Ecuación 1.22.

$$E_{mc} = K_0 + K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) + \dots, \quad (1.22)$$

donde  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  y  $\alpha_3$  son los cosenos directores con respecto a los ángulos  $a$ ,  $b$  y  $c$  del cristal, además, cuando las potencias de los cosenos directores son grandes incluyendo en ocasiones el coeficiente de  $K_2$  los términos se desprecian.

La anisotropía magnetocristalina se debe principalmente a la fuerte interacción entre el acoplamiento espín-órbita y la red. En un material cristalino los átomos que constituyen al material están fuertemente anclados a la red cristalina, por lo que las órbitas de los electrones y sus espines también lo están. Cuando un campo magnético externo se aplica a un material, se produce una torca y por lo tanto una reorientación en los espines de los electrones, la reorientación afecta también a la órbita del electrón la cual está fuertemente acoplada a la red cristalina, se requiere de un campo externo de mayor intensidad para reorientar a los espines de los electrones. La energía de anisotropía magnetocristalina es la energía requerida para superar a la interacción entre el acoplamiento espín-órbita y la red.

En un cristal, la anisotropía magnetocristalina actúa como un campo magnético que intenta mantener a todos los momentos magnéticos paralelos al eje de fácil magnetización. Éste campo magnético paralelo al eje de fácil magnetización se conoce como campo de anisotropía y se denota por  $\vec{H}_K$ . Las pequeñas fluctuaciones en la magnetización son suprimidas por  $\vec{H}_K$ .

### 1.3.2 Anisotropía de forma

La forma de un material produce un tipo de anisotropía magnética conocido como anisotropía de forma. Considere un material ferromagnético esférico en el que no hay un eje de fácil magnetización (material magnético suave o un policristal en

el que el promedio de anisotropía magnetocrystalina es cero), al aplicar un campo magnético externo la magnetización se puede obtener en forma idéntica prácticamente en cualquier dirección.

Al aplicar un campo magnético a un material no esférico, la anisotropía geométrica del material produce diferencias en la distribución del campo magnético, y en consecuencia la magnetización se modifica debido a la forma del material. La diferencia de la magnetización en el material producto de su forma se puede explicar al definir una cantidad que se conoce como campo demagnetizante,  $\vec{H}_D$ .

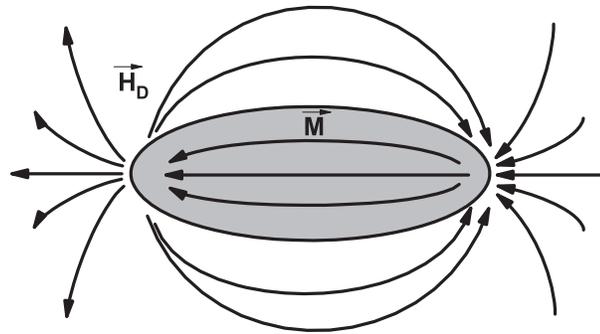


Figura 1.2: Líneas de campo magnético en una muestra magnetizada. En los extremos de la muestra la dirección del campo externo es opuesta a la dirección del campo interno. El campo externo se conoce como campo demagnetizante y posee una magnitud  $H_D$ .

En una muestra ferromagnética magnetizada, las líneas de campo magnético se cierran dentro de la muestra obedeciendo a Ley de Gauss para campos magnéticos, esto genera un campo magnético externo conocido como campo demagnetizante, el cual posee dirección opuesta a la magnetización, ver Figura 1.2. El campo demagnetizante en una muestra es proporcional a la magnetización, esto se puede ver en

la Ecuación 1.23.

$$\vec{H}_D = -N_D \vec{M}, \quad (1.23)$$

donde  $N_D$  es el factor demagnetizante que depende de la forma del material. Puesto que el campo demagnetizante varía con de la forma de la muestra, las propiedades magnéticas de la muestra también dependen de la anisotropía de forma.

La energía que produce el campo demagnetizante es una energía magnetostática  $E_{ms}$  y se define como:

$$E_{ms} = -\frac{1}{2} \vec{H}_D \cdot \vec{M}. \quad (1.24)$$

### 1.3.3 Magnetostricción

Cuando se aplica un esfuerzo a un material ferromagnético la estructura de dominios magnéticos del material se modifica, lo que puede generar una modificación sustancial en las propiedades magnéticas del material como su permeabilidad magnética y su *remanencia*, ésta es una nueva fuente de anisotropía debida a esfuerzos.

El esfuerzo que se aplica al material puede ser generado de forma indirecta mediante un campo magnético. En éste caso particular las dimensiones del material pueden modificarse por acción del campo externo, éste efecto se llama magnetostricción. En 1842 J. P. Joule descubrió que cuando una barra de hierro se magnetiza, sus dimensiones se modifican en comparación con el estado demagnetizado, el cambio en las dimensiones del material se cuantifica mediante el símbolo  $\lambda$  dado por la Ecuación 1.25.

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l}, \quad (1.25)$$

donde la fracción  $\Delta l/l$  representa el cambio fraccionario en las dimensiones del material.

El origen de la magnetostricción es la fuerte interacción entre el acoplamiento

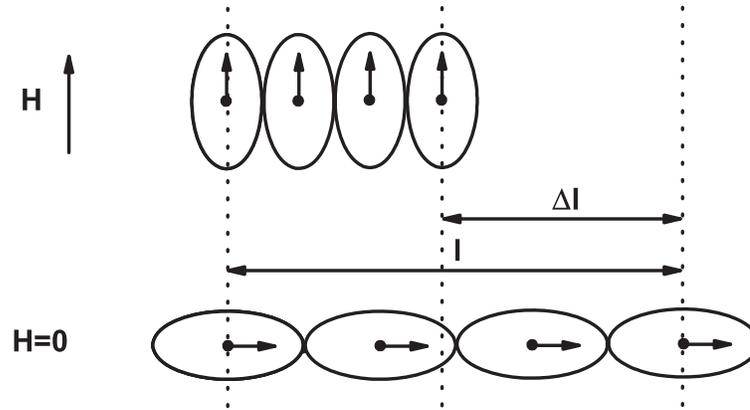


Figura 1.3: Representación del efecto de magnetostricción. La longitud del arreglo de átomos se modifica por acción del campo magnético aplicado.

espín-órbita con la red. En la Figura 1.3 se representa el efecto de magnetostricción, aunque éste suele ser de mucho menor intensidad del orden de  $10^{-5}$ . Los puntos negros representan núcleos atómicos, las flechas indican el momento magnético de los átomos y los óvalos densidades electrónicas. Debido al acoplamiento espín-órbita con la red, la rotación de los momentos magnéticos en la dirección del campo aplicado produce una deformación de las órbitas de los electrones, ésta deformación produce a su vez una modificación en la longitud del arreglo de átomos.

Un valor grande para la constante de anisotropía  $K_1$  normalmente tiene acompañado un valor grande de  $\lambda$  [8]. Cuando el esfuerzo aplicado a un material es del tipo elástico, el material retoma sus dimensiones originales al retirar el esfuerzo. Cuando un esfuerzo de mayor intensidad excede el límite elástico del material, éste modifica permanentemente sus dimensiones y en consecuencia sus propiedades magnéticas se modifican permanentemente.

### 1.3.4 Anisotropía inducida

En un material se puede inducir anisotropía magnética al aplicarle diversos tratamientos, tales como tratamientos térmicos, magnéticos, esfuerzos, deformaciones, irradiaciones o combinaciones de los anteriores, a continuación se listan algunos.

*Tratamiento térmico magnético.* Usualmente se la llama tratamiento termomagnético. Consiste en calentar al material a una temperatura mayor a la temperatura de Curie y luego enfriarlo al mismo tiempo que se le aplica un campo magnético, como resultado en el material se induce una anisotropía uniaxial en dirección del campo aplicado. El material adquiere un eje de fácil magnetización en dirección del campo aplicado, incluso después de terminar el tratamiento.

*Tratamiento térmico con esfuerzos.* Éste tratamiento consiste en calentar al material al mismo tiempo que se le aplica un esfuerzo de magnitud  $\varepsilon$ , si la temperatura es lo suficientemente alta como para promover la difusión de átomos, la distribución de átomos se vuelve anisotrópica. En un material magnético, el esfuerzo aplicado se acopla con la magnetostricción propia del material para modificar su estructura de dominios. Si el producto  $\lambda\varepsilon$  es grande y positivo, la magnetización local en cada dominio tiene dirección paralela al esfuerzo; si el cociente  $\lambda\varepsilon$  es negativo, la magnetización hace un ángulo recto con respecto al esfuerzo [8].

*Deformaciones plásticas.* Cuando a una aleación o metal puro se le aplica una deformación plástica se promueven cambios sustitucionales en las posiciones de sus átomos, ésto sucede sin necesidad de aplicar un tratamiento térmico. Al haber cambios estructurales, la deformación plástica induce una anisotropía uniaxial. El método usual para crear deformaciones plásticas es el laminado.

*Irradiación magnética.* El bombardeo de un material mediante neutrones, electrones, iones o rayos gamma, usualmente modifica sus propiedades físicas y químicas.

Las colisiones sobre el material ocasionan que los átomos se desplacen a posiciones intersticiales o vacancias (defectos puntuales). En el caso de un material magnético, la distorsión en su estructura producto de las colisiones induce anisotropía magnética.

### 1.3.5 Anisotropía aleatoria

La anisotropía aleatoria constituye un modelo que explica el comportamiento de la anisotropía magnética en *aleaciones amorfas* y *nanocristalinas* y como consecuencia sus propiedades magnéticas suaves. En el caso de una *aleación amorfa* la ausencia de estructura cristalina produce que la anisotropía magnetocristalina sea nula. Una aleación nanocristalina es un conjunto de nanocristales embebidos en una matriz amorfa. Individualmente los nanocristales poseen una anisotropía magnetocristalina, sin embargo en conjunto, la anisotropía aleatoria establece que el promedio de la anisotropía magnetocristalina  $\langle K \rangle$  se hace cero cuando el tamaño de los nanocristales se aproxima a cero [11, 12, 13].

Las condiciones que debe cumplir una *aleación amorfa* o nanocristalina para ser considerada en el modelo de anisotropía aleatoria son: que el tamaño de los nanocristales no exceda los 50 nm, que los nanocristales sean monodominio sin importar su estructura cristalina y que la anisotropía de los nanocristales no sea uniaxial (ausencia de saturación) [12, 13, 14].

En una aleación nanocristalina la anisotropía de los nanocristales es un promedio dado por  $K_1/\sqrt{N}$ , donde  $N$  es el número de nanocristales presentes en la aleación. Cuando el diámetro de los nanocristales ( $D$ ) es pequeño estos quedan contenidos en un volumen delimitado por la *longitud de intercambio*  $L_{ex}$ , así el número de nanocristales está dado por:  $N = (L_{ex}/D)^3$ . La longitud de intercambio dada por la Ecuación 1.26, indica el punto en que la interacción de intercambio magnético empieza a competir con la anisotropía magnética local en el material [14, 15].

$$L_{ex} = \sqrt{\frac{A}{\langle K \rangle}}, \quad (1.26)$$

$A$  es la constante de intercambio y es igual a  $(nJS^2/a)$ , donde  $n$  es el número de átomos por celda unidad y  $a$  es el parámetro de red de la celda unidad.

La longitud de intercambio representa la distancia mínima característica sobre la cual la magnetización varía apreciablemente, los momentos magnéticos de los nanocristales que se encuentran dentro de ésta escala son forzados por la interacción de intercambio a alinearse paralelamente, esto a pesar de la anisotropía de cada nanocristal [15]. En consecuencia, la anisotropía efectiva dada como un promedio de todos los nanocristales se reduce en magnitud.

Matemáticamente el promedio de la anisotropía está dado por la Ecuación 1.27.

$$\langle K \rangle = \frac{K_1}{\sqrt{N}} = K_1 \left( \frac{D}{L_{ex}} \right)^{\frac{3}{2}} = \frac{K_1^4}{A^3} \cdot D^6. \quad (1.27)$$

Se observa que si  $K_1$  es cero como en el caso de una *aleación amorfa*, el promedio de la anisotropía magnetocristalina es también cero. Si el diámetro de los nanocristales disminuye ( $D \rightarrow 0$ ) entonces el promedio de la anisotropía magnetocristalina rápidamente se va a cero.

El modelo de anisotropía variable predice que el campo coercitivo se aproxima a cero cuando el tamaño del nanocristal tiende a cero, propiedad de un material ferromagnético suave. En el caso contrario cuando aumenta el tamaño del nanocristal el campo coercitivo crece, entonces el material comienza a perder sus propiedades magnéticas suaves. La Ecuación 1.28 muestra la dependencia del campo coercitivo en función del tamaño de nanocristal [12, 16, 17].

$$H_c = p_c \frac{\langle K \rangle}{M_s} = p_c \frac{K_1^4 \cdot D^6}{M_s \cdot A^3}, \quad (1.28)$$

donde  $p_c$  es una constante adimensional que depende de la estructura del cristal, se

determina experimentalmente y es proporcional al cociente entre la magnetización remanente y la magnetización de saturación.

El modelo también predice que al disminuir el diámetro del nanocrystal la permeabilidad inicial (permeabilidad correspondiente a la curva de magnetización inicial) aumenta. En el caso contrario, conforme aumenta el tamaño del nanocrystal la permeabilidad inicial disminuye rápidamente. Valores grandes de permeabilidad inicial son característicos de los materiales ferromagnéticos suaves. La Ecuación 1.29 describe la dependencia de la permeabilidad inicial en función del tamaño de nanocrystal [12].

$$\mu_i = p_\mu \frac{M_s^2}{\mu_0 \langle K \rangle} = p_\mu \frac{M_s^2 \cdot A^3}{\mu_0 \cdot K_1^4 \cdot D^6}, \quad (1.29)$$

donde  $p_\mu$  es una constante adimensional que depende de la estructura del cristal y que se determina experimentalmente,  $\mu_0$  es la permeabilidad magnética del vacío.

## 1.4 Energía magnética, curva de magnetización y procesos de magnetización

La energía magnética es la energía necesaria para llevar a un sistema de un estado de magnetización inicial a uno final. Cuando un sistema cambia su estado de magnetización mediante transferencia de energía se dice que éste realiza un proceso de magnetización.

Cuando se coloca un momento magnético dentro de un campo magnético, el campo magnético ejerce una torca sobre el momento magnético que tiende a cambiar su orientación. El cambio de orientación en el momento magnético tiene asociada una energía potencial dada por la Ecuación 1.30.

$$U = -\vec{m} \cdot \vec{H}, \quad (1.30)$$

donde  $U$  es la energía potencial,  $\vec{m}$  es el vector de momento magnético y  $\vec{H}$  es el vector de campo magnético. La energía dada por la Ecuación 1.30 corresponde a un sólo momento magnético en presencia de un campo magnético, en el caso de un material volumétrico el concepto de momento magnético se modifica por el de magnetización.

Al aplicar un campo magnético a un material ferromagnético la magnetización dada como la suma de momentos magnéticos por unidad de volumen también se modifica. La energía externa requerida por el material para modificar su magnetización proviene del campo aplicado y se conoce como energía magnetostática dada por la Ecuación 1.31.

$$U = -\frac{1}{2} \int \int \int \vec{M} \cdot \vec{H} dV. \quad (1.31)$$

La interacción de intercambio en un material ferromagnético produce que los momentos magnéticos se orienten paralelamente entre sí, sin embargo esto no quiere decir que todos los momentos magnéticos dentro del material se encuentren alineados paralelamente, la forma en como se orientan los momentos magnéticos depende de una compleja minimización de las energías de: intercambio, anisotropía magnética y magnetostática. Un material en el que todos los momentos magnéticos están orientados paralelamente, produce un campo magnético externo *demagnetizante* con una energía muy grande, en lugar de esto para reducir su energía, el material se divide en regiones espaciales llamadas dominios magnéticos, dentro de los cuales los momentos magnéticos se encuentran alineados paralelamente, al hacer esto la magnetización total es muy pequeña. Los dominios magnéticos están separados por regiones espaciales en donde la orientación del momento magnético cambia de la orientación de un dominio a la orientación de otro dominio, éstas separaciones se conocen como paredes de dominio.

Cuando se aplica un campo magnético a un material ferromagnético la respuesta

del material puede estudiarse mediante la curva de magnetización  $M(H)$  (también es común utilizar la curva de inducción magnética  $B(H)$ ). La curva de magnetización es producida por la dinámica de crecimiento de los dominios magnéticos y a partir de ella se pueden obtener varios parámetros que son característicos de cada material.

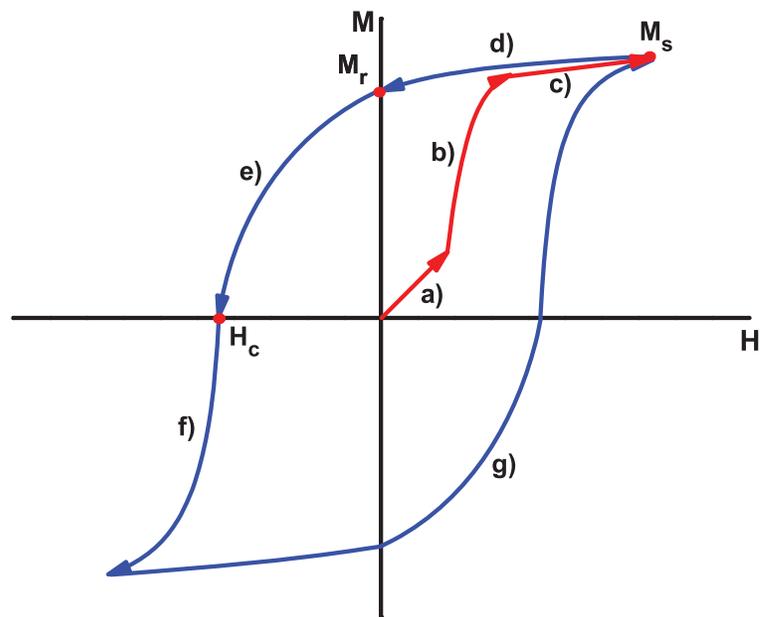


Figura 1.4: Ejemplo de curva de magnetización.

En la Figura 1.4 se muestra un ejemplo de curva de magnetización. Al aplicar un campo magnético externo de baja intensidad los dominios magnéticos con orientación paralela al campo externo crecen produciendo un abombamiento en la pared magnética, esto sucede porque una pequeña porción de los momentos magnéticos giran para alinearse con el campo externo, Figura 1.4 parte (a), en ésta región al retirar el campo magnético externo, el material retoma su estructura de dominios original, por esto se dice que el abombamiento de pared tiene un comportamiento reversible y puede ser modelado mediante la ecuación de un oscilador armónico [8].

Al aplicar un campo magnético de mayor magnitud, los dominios con orienta-

ción paralela al campo aplicado crecen debido a que gran parte de los momentos magnéticos de otros dominios se orientan con el campo externo, debido a esto la magnetización en el material aumenta, Figura 1.4 parte (b). En ésta región la pared de dominio se desplaza promoviendo el crecimiento de los dominios magnéticos con orientación paralela al campo externo, éste comportamiento deja de ser reversible.

Finalmente al incrementar el campo magnético externo, los momentos magnéticos terminan por alinearse, mediante un proceso que se conoce como rotación de espín. En éste punto la magnetización en el material alcanza un máximo denotado por  $M_s$  conocido como magnetización de saturación y se dice que el material se encuentra en estado saturado, Figura 1.4 parte (c).

Al reducir el campo externo, Figura 1.4 parte (d), la magnetización en el material se reduce pero no se hace cero. Cuando el campo externo se hace cero en el material existe una magnetización conocida como remanencia  $M_r$ . Para reducir la magnetización en el material hasta cero, es necesario aplicar un campo magnético externo en dirección opuesta al campo que produjo la saturación, éste campo magnético se conoce como campo coercitivo y se denota por  $H_c$ , Figura 1.4 (e).

Es posible saturar al material al usar un campo magnético mayor al campo coercitivo, Figura 1.4 parte (f). Ésta saturación es en magnitud igual a la saturación producida inicialmente, pero se considera negativa por tener dirección opuesta. La parte (g) de la Figura 1.4 es complementaria a las ya descritas.

Un material con valores grandes para  $H_c$  y  $M_r$  se denomina material magnético duro, mientras que un material que posee un valor pequeño para  $H_c$  se denomina material ferromagnético suave. Estas propiedades permiten a los materiales ferromagnéticos una gran variedad de aplicaciones.

El cambio en la magnetización de un material ferromagnético se representa mediante una curva de magnetización. El área encerrada entre dos puntos de una curva

de magnetización representa entonces la energía por unidad de volumen requerida para llevar al material de un estado de magnetización 1 a un estado de magnetización 2. El área encerrada por la curva de magnetización y la densidad de energía por unidad de volumen ( $u$ ) se relacionan mediante la Ecuación 1.32.

$$u = \int_{M_1}^{M_2} H dM, \quad (1.32)$$

donde  $M_1$  y  $M_2$  son las magnetizaciones en los puntos 1 y 2 respectivamente y  $dM$  es un diferencial de magnetización.

En materiales con débil magnetismo la relación magnetización-campo magnético es una función lineal dada por:  $M = \chi H$ , por lo que la densidad de energía dada en la Ecuación 1.32 se simplifica en la Ecuación 1.33.

$$u = \frac{1}{2} \chi H^2. \quad (1.33)$$

## 1.5 Magnetoimpedancia

La magnetoimpedancia por definición es el cambio relativo en la impedancia ( $Z$ ) de un conductor ferromagnético suave en presencia de un campo magnético externo ( $H$ ). El efecto de magnetoimpedancia se cuantifica con la Ecuación 1.34 [18].

$$\frac{\Delta Z}{Z} (\%) = 100\% \times \frac{Z(H) - Z(H_{max})}{Z(H_{max})}, \quad (1.34)$$

donde  $H_{max}$  es un campo de referencia que en éste caso es el campo magnético requerido para que la impedancia alcance un máximo.

El efecto de magnetoimpedancia depende de las propiedades magnéticas y eléctricas de un material. La impedancia de un conductor ferromagnético sometido a una corriente alterna está dada por el cociente  $V_{ac}/I_{ac}$  medido en los extremos

del conductor. En el caso de un conductor ferromagnético de longitud  $l$  y sección transversal  $q$ , la impedancia puede expresarse mediante la Ecuación 1.35 [18].

$$Z = \frac{V_{ac}}{I_{ac}} = \frac{l E_z(S)}{q \langle j_z \rangle_q} = R_{dc} \frac{j_z(S)}{\langle j_z \rangle_q}, \quad (1.35)$$

donde  $E_z$  y  $j_z$  son las componentes longitudinales del campo eléctrico y densidad de corriente respectivamente,  $R_{dc}$  es la resistencia eléctrica dc,  $S$  es la superficie del conductor y  $\langle j_z \rangle_q$  es el valor promedio de la densidad de corriente longitudinal en la sección transversal  $q$ .

De acuerdo a la Ecuación 1.35 a excepción de una constante, la impedancia es el cociente entre la densidad de corriente superficial y la densidad de corriente transversal que pasan por el conductor. La densidad de corriente varía de acuerdo a la geometría del conductor, su forma analítica debe satisfacer a las ecuaciones de Maxwell, en particular debe cumplir con la ecuación reducida de Maxwell [18]. La obtención de una solución analítica para la densidad de corriente se complica debido a que en el material además de los procesos de conducción existen procesos de magnetización. Para establecer una forma analítica para  $j_z$  se debe delimitar la frontera del problema además de aproximar a una región lineal en la que se cumple que  $B = \mu H$ , entonces la impedancia para una película plana infinita está dada por la Ecuación 1.36 [18].

$$Z = R_{dc} \cdot \iota \kappa a \coth(\iota \kappa a), \quad (1.36)$$

donde  $\iota$  es la unidad imaginaria ( $\iota^2 = -1$ ),  $2a$  es el espesor de la película y  $\kappa$  es igual a  $(1 + \iota)/\delta_m$ , donde  $\delta_m$  se denomina profundidad de penetración y está dada por la Ecuación 1.37.

$$\delta_m = \frac{c}{\sqrt{4\pi^2 f \sigma \mu_T}}, \quad (1.37)$$

donde  $c$  es la velocidad de la luz,  $f = \omega/2\pi$  es la frecuencia de la corriente AC que fluye a lo largo de la película,  $\sigma$  es la conductividad eléctrica del material y  $\mu_T$  es la permeabilidad magnética transversal de la película.

La profundidad de penetración (Ecuación 1.37) indica la profundidad de la película delgada a la cual se transmite y concentra la corriente AC, ésta profundidad se mide a partir de la superficie de la película. En la Ecuación 1.37 conforme aumenta la frecuencia de transmisión la profundidad de penetración disminuye, en consecuencia, al considerar una película con conductividad eléctrica grande ( $\sim 10^7$ ) la corriente se concentra en una capa delgada de la superficie. La impedancia dada por la Ecuación 1.36 depende de la profundidad de penetración, por esto, variaciones en la profundidad de penetración trae como consecuencia cambios en la impedancia de la película.

La profundidad de penetración también se modifica al realizar variaciones en la permeabilidad magnética transversal de la película, como se observa en la Ecuación 1.37. La forma más directa para variar a  $\mu_T$  es aplicar un campo magnético estático (DC) a la película. El campo estático produce un cambio en la magnetización de la película y la componente transversal de la permeabilidad crece o disminuye. Debido a la relación entre  $Z$ ,  $\delta_m$  y  $\mu_T$ , las variaciones del campo magnético estático producen modificaciones en la impedancia de la película, éste es el origen de la magnetoimpedancia.

La impedancia dada por la Ecuación 1.35 aplica para cualquier sistema físico en el que circule una corriente alterna, esto incluye a los circuitos eléctricos. En la Ecuación 1.35 tanto  $V_{ac}$  como  $I_{ac}$  dependen del tiempo, por lo que la forma general para representarlas es mediante números complejos, la propiedad de cerradura de los números complejos trae como consecuencia que  $Z$  también tenga una representación como número complejo. En la teoría de circuitos, la impedancia se puede representar como un número complejo con una componente real denominada resistencia  $R$  y una parte imaginaria conocida como reactancia  $X$ , tal y como se muestra en la Ecuación 1.38.

$$Z = R + iX. \quad (1.38)$$

La reactancia dada en la Ecuación 1.38 es la oposición al paso de corriente alterna por el circuito, los elementos eléctricos que son característicos de éste comportamiento son los capacitores e inductores. Cuando la reactancia es producida por un inductor, en la Ecuación 1.38, el término  $X$  se sustituye por  $\omega L$  con lo que se llega a la Ecuación 1.39.

$$Z = R + i\omega L. \quad (1.39)$$

Los inductores desde el punto de vista físico, son representados mediante materiales magnéticos que son capaces de generar campos magnéticos cuando se les aplica alguna excitación externa, los campos magnéticos modifican el paso de corriente a través del material. Al aplicar un campo magnético estático a un material ferromagnético suave, la inducción magnética del material se modifica lo que produce una variación en  $L$ , en consecuencia la impedancia varía, nuevamente ahora desde una representación en teoría de circuitos, la modificación de  $L$  trae como consecuencia el efecto de magnetoimpedancia.

La respuesta de magnetoimpedancia en una película plana se puede dividir en tres regiones de frecuencia [18]:

1. *Frecuencias muy bajas* (del orden de 1-10 kHz). La impedancia con el campo estático es atribuida a la respuesta inductiva, la cual es proporcional a la permeabilidad transversal del material. Por lo tanto, a muy bajas frecuencias el cambio de la impedancia del material se origina exclusivamente por efectos magnetointuctivos causados por los procesos de magnetización reversibles.

2. *Frecuencias bajas e intermedias* (en el intervalo de algunos cientos de MHz, radiofrecuencia). En este intervalo de frecuencias el efecto de profundidad de penetración es muy intenso, el incremento de la impedancia es debido a rotaciones de espín que son excitados con el campo estático. La curva característica de magnetoimpedancia corresponde a dos máximos los cuales coinciden con la anisotropía

magnética.

3. *Frecuencias altas* (en la región de Microondas, GHz). En estas frecuencias la magnetoimpedancia se asocia con los grandes cambios en la penetración de piel que son causados por el mismo mecanismo que origina a la *resonancia ferromagnética*, el cual se abordará en la siguiente Sección. El máximo de magnetoimpedancia se presenta a campos de gran intensidad para los cuales la película está magnéticamente saturada.

## 1.6 Resonancia ferromagnética

En un experimento típico de resonancia ferromagnética una muestra ferromagnética es colocada en una cavidad al extremo de una guía de ondas, la guía de ondas permite la transmisión de microondas ( $f \sim GHz$ ) desde un generador hasta la muestra. Fuera de la cavidad se encuentran dos electroimanes capaces de generar un campo magnético estático de gran intensidad ( $H \sim T$ ). La muestra es sometida simultáneamente a dos campos magnéticos perpendiculares entre sí, un campo magnético alterno asociado a la microonda y un campo magnético estático producido por los electroimanes [19, 20].

Experimentalmente se encuentra que las microondas pierden energía cuando inciden en la muestra, la pérdida alcanza un máximo a medida que el campo magnético estático crece. La energía perdida por la microonda es absorbida y utilizada por la muestra para generar diferentes procesos de magnetización.

Cuando un material ferromagnético es expuesto a un campo magnético externo, el material realiza diferentes procesos de magnetización, éstos procesos producen cambios en la magnetización total del material que se asocian a una dinámica de magnetización la cual se describe mediante la Ecuación 1.40, conocida como ecuación

de Landau-Lifshitz-Gilbert.

$$\frac{\partial \vec{M}}{\partial t} = -\gamma \vec{M} \times \vec{H} - \frac{\gamma \eta}{M^2} \vec{M} \times (\vec{M} \times \vec{H}), \quad (1.40)$$

donde  $\vec{M}$  es la magnetización de la muestra,  $\vec{H}$  es el campo magnético efectivo que actúa en la muestra,  $\gamma$  se denomina razón giromagnética y representa la relación entre el momento magnético total y el momento angular total de los átomos dentro material,  $\eta$  representa un parámetro disipativo con unidades de campo magnético. El primer término en la Ecuación 1.40 representa el giro que realiza la magnetización para orientarse paralelamente con el campo efectivo, el segundo término representa a aquellas fuerzas de fricción que se oponen al giro de la magnetización.

El campo magnético efectivo que se aplica a la muestra tiene la forma dada en la Ecuación 1.41.

$$\vec{H} = \vec{H}_0 + \vec{H}_{ac}, \quad (1.41)$$

donde  $\vec{H}_0$  es el campo estático producido por los electroimanes y  $\vec{H}_{ac}$  es el campo alterno asociado a la microonda. El campo estático hace que los momentos magnéticos de los átomos se alineen paralelamente en una orientación preferencial, mientras que el campo magnético alterno contribuye en la precesión de los momentos magnéticos. En consecuencia la magnetización producida por el campo efectivo se puede escribir como lo indica la Ecuación 1.42.

$$\vec{M} = \vec{M}_0 + \vec{M}_{ac}, \quad (1.42)$$

donde  $\vec{M}_0$  representa la componente de la magnetización estática y  $\vec{M}_{ac}$  la magnetización dinámica producida por el campo magnético alterno.

La ausencia del término disipativo en la Ecuación 1.40 permite encontrar una solución analítica para la magnetización en función del campo efectivo aplicado. Al sustituir las Ecuaciones 1.41 y 1.42 en 1.40, y al considerar las direcciones relativas entre los campos magnéticos, la solución componente a componente está dada por

las Ecuaciones 1.43, 1.44 y 1.45.

$$i\omega M_{acx} + \gamma H_0 M_{acy} = \gamma M_0 H_{acy}, \quad (1.43)$$

$$-\gamma H_0 M_{acx} + i\omega M_{acy} = -\gamma M_0 H_{acx}, \quad (1.44)$$

$$i\omega M_{acz}. \quad (1.45)$$

Las Ecuaciones 1.43, 1.44 y 1.45 indican una dependencia lineal entre  $\vec{M}$  y  $\vec{H}$ , ésta dependencia debe coincidir con la definición de susceptibilidad magnética  $\chi = M/H$ , que es válida para todo material ferromagnético. Las componentes de la magnetización se pueden obtener de las Ecuaciones 1.43, 1.44 y 1.45, éstas componentes se representan en las Ecuaciones 1.46, 1.47 y 1.48.

$$M_{acx} = \chi_a H_{acx} + i\chi_b H_{acy}, \quad (1.46)$$

$$M_{acy} = -i\chi_b H_{acx} + \chi_a H_{acy}, \quad (1.47)$$

$$M_{acz} = 0, \quad (1.48)$$

donde se observa que  $\chi$  además de ser un número complejo depende de la dirección en que se magnetiza el material. Las componentes para la susceptibilidad magnética están dadas por las Ecuaciones 1.49 y 1.50.

$$\chi_a = \frac{\gamma M_0 \omega_H}{\omega_H^2 - \omega^2}, \quad (1.49)$$

$$\chi_b = \frac{\gamma M_0 \omega}{\omega_H^2 - \omega^2}. \quad (1.50)$$

donde  $\omega_H$  es igual a  $\gamma H_0$ .

Las Ecuaciones 1.49 y 1.50 representadas en la Figura 1.5 tienen una discontinuidad para el valor  $\omega = \omega_H$ . La susceptibilidad magnética es una consecuencia de la fuerte interacción entre los espines de los electrones que conforman al material. Cuando la frecuencia de microondas coincide con la frecuencia de precesión de los espines, toda la energía de la microonda es utilizada por los espines para

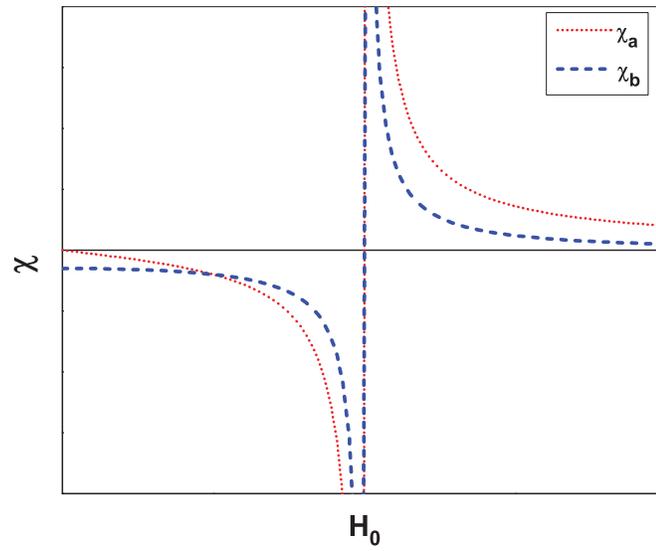


Figura 1.5: Dependencia de la susceptibilidad magnética en función del campo estático aplicado en ausencia de pérdidas de energía.

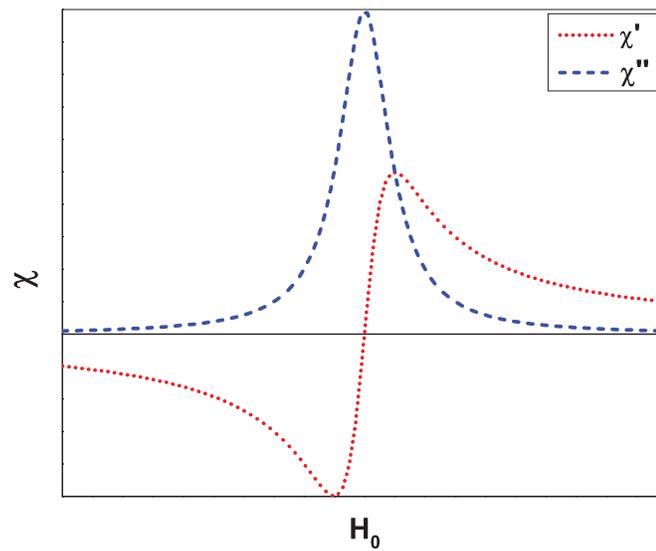


Figura 1.6: Dependencia de la susceptibilidad magnética en función del campo estático aplicado según la ecuación de Landau-Lifshitz-Gilbert.

invertir su dirección esto se conoce como resonancia ferromagnética y provoca que la susceptibilidad magnética cambie abruptamente de signo.

La susceptibilidad magnética obtenida al incluir el término disipativo de la ecuación Landau-Lifshitz-Gilbert se representa en la Figura 1.6, en éste caso la susceptibilidad magnética se puede escribir como la suma de una parte real  $\chi'$  y una parte imaginaria  $\chi''$ .

En un experimento típico de resonancia ferromagnética se grafica la derivada de la potencia de microondas absorbidas con respecto a la variación de campo aplicado en función del campo aplicado ( $\partial P/\partial H$  vs.  $H$ ), donde la derivada  $\partial P/\partial H$  es proporcional a la derivada  $\partial\chi''/\partial H$  [20].

## 1.7 Películas delgadas

Una película delgada es un material bidimensional creado por condensación de diferentes especies de materia átomos/moléculas/iones. Se consideran materiales bidimensionales debido a que sus espesores son muy pequeños ( $\sim nm$ ) comparados con sus longitudes a lo largo y ancho ( $\sim mm$ ).

Las películas delgadas poseen propiedades únicas que no son observadas en materiales en bulto, resultado del proceso de crecimiento, tamaño (efectos cuánticos), orientación cristalina y aspectos multicapas. Por lo general las películas delgadas son depositadas en un sustrato mediante evaporación térmica, descomposición química (CVD) y/o mediante evaporación de una fuente de material por irradiación de especies energéticas o fotones (erosión catódica) [21].

### 1.7.1 Crecimiento de una película delgada

El proceso de crecimiento de una película delgada se lleva a cabo en tres etapas: 1) un proceso estadístico de nucleación, 2) crecimiento de los núcleos en tres dimensiones controlado mediante difusión superficial, para formar una estructura tipo red y 3) un subsecuente llenado para formar una película continua. Previo al crecimiento de una película delgada se cumple con un depósito que se lleva a cabo en tres etapas:

- 1) Producción de las especies atómicas, moleculares o iónicas.
- 2) Transporte de las especies al sustrato a través de un medio.
- 3) Condensación en el sustrato.

Cuando las especies son depositadas en el sustrato comienza el proceso de crecimiento de la película delgada, que puede ser descrito en siete etapas diferentes y que son representadas en la Figura 1.7:

a) Las especies impactan con el sustrato, perdiendo la componente normal de la velocidad con que llegan (con esto se reduce su energía) y físicamente son absorbidas por el sustrato.

b) Inicialmente las especies absorbidas no están en equilibrio térmico con el sustrato por lo que tienden a moverse sobre su superficie. Durante ésta etapa interactúan entre sí formando agregados más grandes llamados núcleos (*clusters*).

c) Los núcleos de igual forma son termodinámicamente inestables y pueden ser desorbidos por el sustrato dependiendo de los parámetros del depósito. Cuando los núcleos colisionan con otras especies comienza el crecimiento de grano. Luego de alcanzar un tamaño crítico, los núcleos se vuelven termodinámicamente estables y la barrera de nucleación alcanza un límite. A ésta etapa se le llama etapa de nucleación.

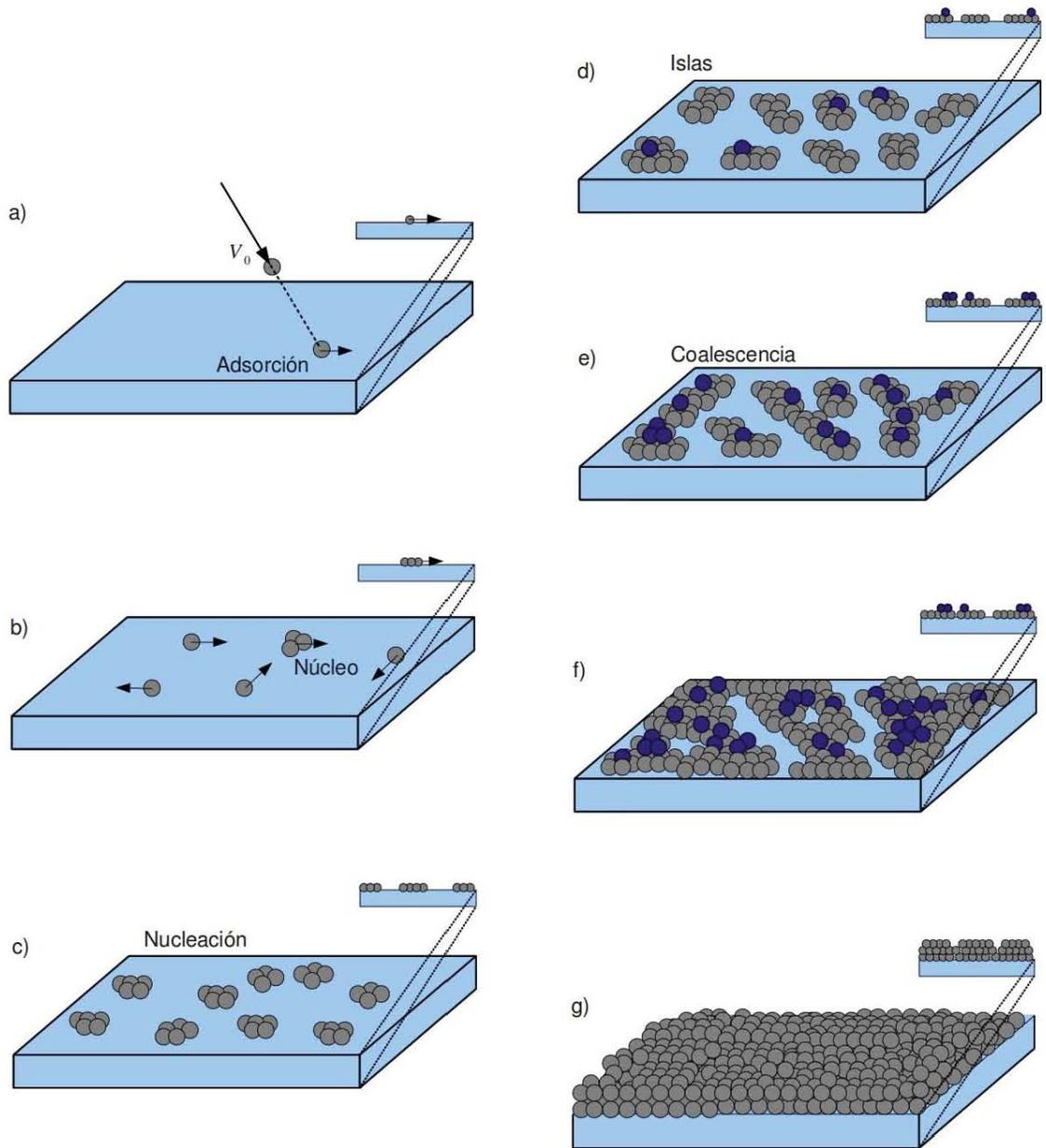


Figura 1.7: Etapas de crecimiento. a) Adsorción. b) Formación de núcleos. c) Nucleación. d) Formación de islas. e) Aglomeración de islas. f) Estructura con canales y huecos. g) Película continua.

d) El crecimiento de los núcleos en el sustrato provoca una saturación de la densidad de nucleación la cual depende de la energía de las especies incidentes, razón de incidencia, energía de activación de adsorción, desorción, difusión térmica y la temperatura, topografía y naturaleza química del sustrato. Un núcleo puede crecer paralelo al sustrato mediante absorción de otros ya depositados o bien, puede crecer perpendicularmente mediante incidencia directa de especies; por lo general el crecimiento lateral en ésta etapa es mayor al crecimiento perpendicular. Los núcleos crecen formando agregados de mayor tamaño llamados islas.

e) Etapa de coalescencia. Las islas coalescen con otros agregados con lo que se reduce el área superficial libre del sustrato. La tendencia a formar islas de mayor tamaño se conoce como aglomeración y es forzada por el incremento de la movilidad superficial de las especies absorbidas (debido al incremento de la temperatura del sustrato). También se puede dar la formación de nuevos núcleos en áreas previamente descubiertas.

f) Las islas aglomeradas crecen, lo que produce canales y poros no cubiertos en el sustrato. La estructura de la película delgada cambia de islas discontinuas a una estructura con porosidades.

g) En la etapa final de crecimiento el llenado de canales y poros forma una película continua.

La energía es el principal factor a considerar en los procesos de crecimiento de una película delgada, por un lado se encuentra la energía de la superficie del sustrato  $\gamma_s$ , que determina como se distribuyen los átomos sobre la superficie del sustrato, la energía de la película  $\gamma_f$  asociada a los átomos que se unen para formar el depósito y la energía que existe en la región interfacial átomo-sustrato  $\gamma_{fs}$ . Los diferentes procesos de crecimiento forman estructuras como las que se muestran en la Figura 1.8, el crecimiento tipo Volmer-Weber es predominante cuando  $(\gamma_s - \gamma_{fs}) < \gamma_f$ ,



Figura 1.8: Procesos de crecimiento. a) Volmer-Weber, crecimiento en islas. b) Frank-Van der Merwe, película delgada uniforme. c) Stranski-Krastanov, combinación de los anteriores.

mientras que el crecimiento tipo Frank-Van der Merwe ocurre en el caso contrario cuando  $(\gamma_s - \gamma_{fs}) > \gamma_f$ .

El proceso de crecimiento de una película delgada inicia cuando los átomos llegan a la superficie del sustrato, donde realizan un movimiento Browniano para posteriormente ser atrapados por los centros de nucleación o bien, ser desorbidos por el sustrato. El tiempo de residencia  $\tau_s$  de un átomo depende del movimiento vibracional de la estructura del sustrato, éste tiempo puede ser calculado mediante la Ecuación 1.51.

$$\tau_s = \tau_\nu \exp\left(\frac{E_{ad}}{kT}\right), \quad (1.51)$$

donde  $\tau_\nu$  es el periodo vibracional perpendicular a la superficie,  $E_{ad}$  es la energía de adsorción del sustrato,  $k$  es la constante de Boltzman y  $T$  la temperatura del sustrato. Con ayuda de la Ecuación 1.51 se puede calcular el tiempo de equilibrio  $\tau_e$  que tarda un átomo en alcanzar el equilibrio térmico con el sustrato.

$$\tau_e = \tau_s \exp\left(\frac{-E_{ad}}{kT}\right). \quad (1.52)$$

Cuando  $E_{ad} \gg kT$  los átomos son adsorbidos por el sustrato y permanecen en él. Si  $E_{ad} \ll kT$  los átomos son evaporados del sustrato.

### **1.7.2 Consecuencias estructurales del proceso de crecimiento**

La estructura de una película delgada depende de su cinética de crecimiento y por lo tanto de diferentes parámetros de depósito como: fuente y energía de las especies incidentes, ambiente gaseoso, además de la temperatura, naturaleza química y topografía del sustrato. Una vez en el sustrato existen varios factores que modifican la movilidad superficial de las especies adsorbidas entre los que podemos mencionar: energía cinética de las especies incidentes, razón de depósito, supersaturación (valor de presión/solución por encima de la cual se obtiene condensación en fase sólida), condensación (fracción de las especies incidentes adsorbidas) y tipos de impurezas en el sustrato.

#### **Microestructura**

El tamaño lateral de los granos formados en una película delgada crece al disminuir la supersaturación e incrementar la movilidad superficial de las especies adsorbidas, depósitos con granos grandes bien definidos se forman a altas temperaturas de sustrato y altas energías de las especies incidentes. En el otro extremo, para muy altas energías la movilidad se reduce por penetración de especies en el sustrato, reduciendo el tamaño de grano. Cuando la película se hace más gruesa, el grano se hace más prominente. El uso de tratamientos térmicos (recocidos) post-depósito modifican el tamaño de grano.

También existen microestructuras de película delgada altamente desordenadas, constituidas a base de granos muy finos con diámetros menores a los 20 Å. Los patrones de difracción de éstos depósitos son del tipo halo, similares a los encontrados en estructuras amorfas (orden de corto alcance). Éstas microestructuras son

obtenidas en condiciones de alta supersaturación y baja movilidad superficial; esto se favorece al disminuir la temperatura del sustrato, al introducir impurezas reactivas y/o mediante codepósito de átomos con diferentes tamaños.

### **Rugosidad superficial y densidad**

Tanto la rugosidad de la superficie del depósito como la densidad del mismo está determinada por la barrera de nucleación y la supersaturación. Cuando la barrera de nucleación es baja y hay una alta supersaturación, el tamaño crítico del núcleo es pequeño y la densidad de nucleación es alta, esto trae como consecuencia depósitos suaves (poco rugosos) y densos. En el caso contrario, las películas resultan rugosas. Una alta movilidad superficial favorece la formación de depósitos suaves (poco rugosos). Incrementar la temperatura del sustrato además del espesor del depósito permite obtener superficies suaves (poco rugosos), además bajo estas mismas condiciones la densidad del depósito aumenta hasta alcanzar el límite en el caso de materiales en bulto.

### **Adhesión**

La adhesión entre una película delgada y el sustrato en el que se deposita depende fuertemente de la naturaleza química del sustrato, su limpieza y topografía microscópica. La adhesión mejora al aumentar la energía cinética de las especies incidentes, mientras mayor sea la energía de adsorción del depósito y cuanto mayor sea la densidad de nucleación inicial. Los depósitos más compactos se adhieren mejor al sustrato que en el caso de depósitos pobres.

Las películas depositadas incluyen esfuerzos internos originados durante el proceso de crecimiento que afectan la adhesión del depósito, para entender este efecto debe considerarse la energía elástica asociada. La densidad de energía elástica por

unidad de volumen  $u_v$  se expresa en la Ecuación 1.53:

$$u_v = \frac{\sigma^2}{2Y}, \quad (1.53)$$

donde  $\sigma$  es el esfuerzo interno y  $Y$  es el módulo de Young. La adhesión entre una película delgada y el sustrato se afecta por la densidad de energía elástica superficial  $u_s$  la cual depende del espesor de la película  $d$ .

$$u_s = \frac{\sigma^2 d}{2Y}. \quad (1.54)$$

Si  $u_s$  es mayor a la energía de adhesión el depósito se desprenderá del sustrato, además como se observa en la Ecuación 1.54, dado que  $u_s$  aumenta al aumentar el espesor del depósito existe un espesor crítico a partir del cual la película delgada se desprende.

## Capítulo 2

# Desarrollo experimental

### 2.1 Aleaciones amorfas

El interés en el desarrollo de aleaciones amorfas ha cobrado un renacido auge a partir de 1990, cuando se comenzaron a reportar un considerable número de aleaciones amorfas de sistemas en base Zr, Mg, Fe, La, Ti y Cu, con propiedades fisico-químicas notables. Sus particulares propiedades radican en que en este tipo de aleaciones no existe la presencia de una fase cristalina y por lo tanto se elimina por completo la presencia de defectos cristalinos, lo que permite tener mayores permeabilidades y magnetizaciones de saturación, así como campos coercitivos menores. Entre estos materiales, las aleaciones base hierro son las más importantes debido no solo a que el hierro es uno de los elementos más abundantes en la naturaleza sino también por su bajo costo, sus excelentes propiedades magnéticas, alta resistencia mecánica y su gran resistencia a la corrosión. Desde su aparición en 1995 se han dedicado muchos esfuerzos para mejorar sus propiedades físicas y químicas.

Estas aleaciones amorfas han sido obtenidas en diferentes geometrías (cintas, cilindros, películas, microhilos, etc.). Sin embargo las películas delgadas son de

gran interés debido a su geometría, dimensiones que confieren propiedades y características únicas para aplicaciones en dispositivos electrónicos [18].

Un material amorfo está constituido por átomos distribuidos con un orden de corto alcance. En la década de los 60 se descubrieron ciertas familias de aleaciones que al enfriarse de estado líquido a muy baja temperatura, solidificaban como materiales no cristalinos. Estas aleaciones se conocen ahora como aleaciones amorfas o vidrios metálicos [8]. El método usual de obtención de las aleaciones amorfas es por enfriamiento ultra-rápido y una de las técnicas más utilizadas es la fundición-rotación (melt-spinning). El enfriamiento ultra-rápido elimina parte de la energía térmica que los átomos requieren para moverse dentro de la fundición, esto evita que los átomos dentro del material se difundan para formar agregados con orden de largo alcance, como en el caso de un cristal. El diagrama de fases para una aleación amorfa (TTT, Tiempo-Temperatura-Transformación) se muestra en la Figura 2.1, en el diagrama se muestra que es de gran importancia enfriar al material en un breve lapso de tiempo para evitar que en la aleación se formen cristales, la línea punteada indica el proceso a seguir para la obtención de una aleación amorfa.

En el proceso de fundición-rotación, ver Figura 2.2, los metales que formarán la aleación son colocados en un crisol (a base de vidrio, alumina, etc.) que se encuentra rodeado por una bobina de inducción cuya función es fundir los metales. Una vez obtenida la fundición, se inyecta gas argón a presión ( $\sim KPa$ ) en el crisol para que salga eyectada la aleación a través de un pequeño orificio. El líquido eyectado cae en una rueda que además de estar a baja temperatura (razones de enfriamiento entre  $10^5$  y  $10^6 Kseg^{-1}$ ) realiza un movimiento de rotación. En el caso de aleaciones metálicas se elige una rueda de cobre, cromo o acero templado mecánicamente blanda, cuidadosamente pulida y limpia.

El material obtenido del proceso de fundición-rotación posee geometría de cintas

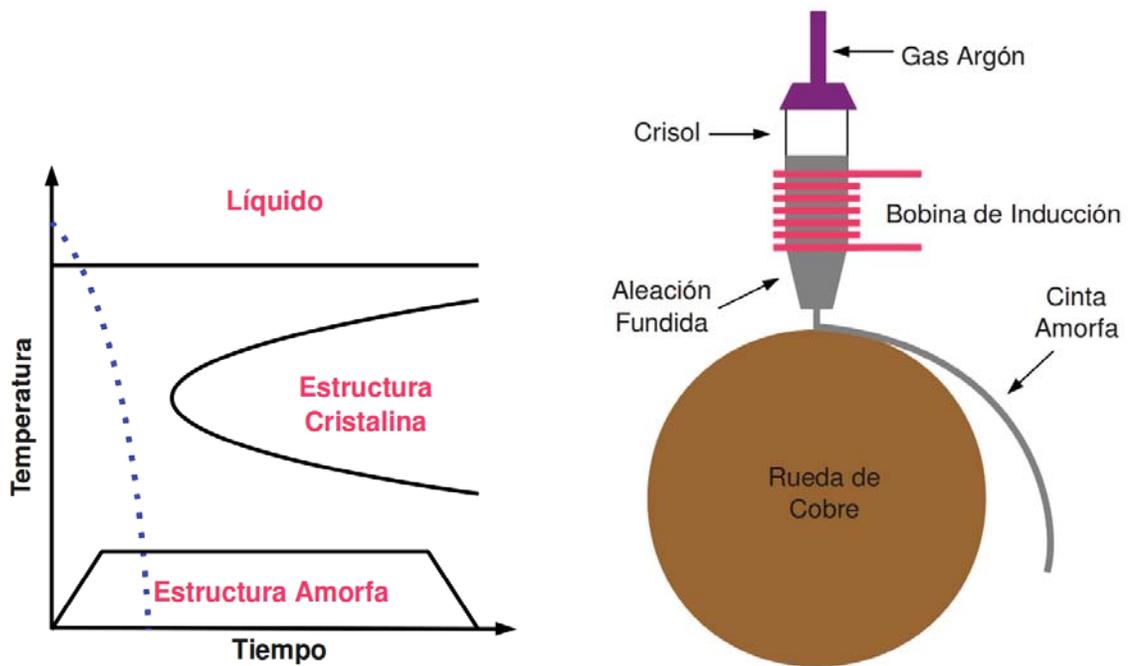


Figura 2.1: Diagrama TTT de una aleación amorfa. La línea punteada indica el proceso a seguir para obtener una aleación amorfa.

Figura 2.2: Esquema del proceso de fundición-rotación. Éste proceso permite la obtención de aleaciones amorfas.

cuyas dimensiones y homogeneidad varían de acuerdo a las condiciones de obtención. Los espesores de las cintas son del orden de  $30 \mu m$  por algunos milímetros de ancho y varios metros de longitud, estas dimensiones se logran al controlar algunas condiciones de obtención como: la razón de flujo volumétrico ( $500$  a  $700 \text{ mm}^3 \text{ seg}^{-1}$ ), ángulo de eyección ( $75$  a  $90^\circ$ ), velocidad de giro de la rueda ( $18$  a  $50 \text{ mseg}^{-1}$ ) y diámetro del orificio en el crisol ( $0.4$  a  $1.85 \text{ mm}$ ) [22].

### 2.1.1 Amorfo magnético

Las aleaciones amorfas magnéticas más importantes poseen aproximadamente un 80% de Fe, Ni y/o Co, átomos con propiedades ferromagnéticas y un 20% de átomos metaloides como el B y Si que tienden a formar vidrios y que promueven una estructura amorfa en la aleación.

Entre las características principales de éste tipo de aleaciones podemos mencionar magnetizaciones de saturación entre 1.5 y 1.9  $T$ , anisotropía magnética muy baja, magnetostricciones en el rango  $20\text{-}30 \times 10^{-6}$  (excepto en aleaciones de Co, donde es menor o negativa) y muy altas resistividades eléctricas  $\sim 1 \mu\Omega m$ . En el estado *as-cast* las aleaciones suelen ser fuertes y duras pero también dúctiles [8].

En 1967 P. Duwez y S. C. H. Lin [23] realizaron la primera aleación amorfa ferromagnética en el Instituto de Tecnología de California, la composición más estudiada fue  $\text{Fe}_{82.3}\text{P}_6\text{C}_{1.7}$ . Ésta aleación mostraba un comportamiento ferromagnético suave, tenía una magnetización de saturación de 0.68  $T$ , campo coercitivo de 3  $Oe$  y temperatura de Curie de 593  $K$ . En 1971 surge comercialmente la primera aleación magnética de composición  $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{C}_6$  con el nombre de Aleación Metglas 2826 de Allied Signal.

En 1988 Y. Yoshizawa, S. Oguma y Y. Yamauchi [24] investigadores de Hitachi Metals descubrieron que la adición de Cu en algunas aleaciones de Fe-Nb-Si-B mejoraba las propiedades magnéticas suaves. También se descubrió que bajo un tratamiento térmico adecuado (recocido a 823  $K$  durante 1 *hr*) el Cu funcionaba como un centro de nucleación promoviendo la formación de nanocristales dentro de la aleación amorfa (granos de Fe-Si con diámetros de  $\sim 10 \text{ nm}$ ), proceso denominado nanocristalización. Ese mismo año surge en el mercado la primera aleación magnética suave con nanocristalización llamada Finemet con composición  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{-Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ . La nanocristalización produce propiedades magnéticas suaves extraor-

dinarias pero también hace al material extremadamente frágil.

En las últimas dos décadas han surgido un gran número de aleaciones amorfas con propiedades magnéticas suaves tales como el Nanoperm hecho a base de Fe-M-B (M=Zr, Hf, Nb) y el Hitperm aleación a base de (Fe-Co)-M-B-Cu, y que además presenta nanocristalización [25, 26].

Actualmente se comercializan diferentes tipos de aleaciones amorfas magnéticas, a continuación mencionaremos algunas. Vitrovac (6006, 6015, 6025, 6030, 6150) es un tipo de aleación magnética suave hecha a base de Co, sus propiedades más relevantes son:  $T_c$  entre 423 y 758 K,  $T_{crist}$  entre 703 y 803 K, resistencia eléctrica entre 1.1 y 1.4  $\mu\Omega cm$  e inducciones de saturación entre 0.41 y 1 T. Vitroperm (500, 800), presenta nanocristalización y está hecha a base de Fe y con presencia de Cu, posee  $T_c$  de 873 K y resistencia eléctrica de 1.2  $\mu\Omega m$  [27]. Las aleaciones Metglas (2605SA1, 2605S3A, 2705M, 2714A, 2826MB) cuyas composiciones varían pero el elemento base es Fe, Co o Ni [28], poseen  $T_c$  entre 498 y 672 K,  $T_{crist}$  entre 683 y 823 K, resistencias eléctricas entre 1.3 y 1.42  $\mu\Omega m$  e inducciones de saturación entre 0.57 y 1.56 T.

### 2.1.2 Vitrovac 6030

El Vitrovac 6030 es una aleación amorfa con propiedades magnéticas suaves, su composición química es la siguiente:



Algunas propiedades de ésta aleación reportadas por el fabricante [27, 29] son:  $T_c = 638$  K,  $T_{crist} = 753$  K, inducción de saturación  $B_s = 0.82$  T, resistencia eléctrica  $R = 1.3$   $\mu\Omega m$  y campo coercitivo estático  $H_c = 1$   $Am^{-1}$ . Posee una alta inducción de

saturación sin remanencia notable (rápida demagnetización) y baja permeabilidad (apenas mayor a 2000, baja en comparación a otras aleaciones similares), lo que reduce las pérdidas de energía.

Éste material se produce en forma de cinta ( $23 \mu m$  de espesor,  $1 cm$  de ancho y varios metros de longitud) por enfriamiento ultra-rápido mediante la técnica de fundición-rotación. Desde el punto de vista magnético en estado *as-cast* la cinta posee una magnetostricción menor a  $1 \times 10^{-6}$  y baja coercitividad ( $1 Am^{-1}$ ). Se ha reportado que es posible modificar la estructura amorfa de la cinta mediante tratamientos térmicos (recocidos a temperaturas entre  $523$  y  $873 K$  durante periodos de  $1 hr$ ) para crear nanocristales de entre  $10$  y  $20 nm$  de diámetro [30], con este procedimiento la cinta modifica sus propiedades incrementando su campo coercitivo más de 5 ordenes de magnitud (logrando una transición de un material magnético suave a un material con propiedades magnéticas semi-duras).

El Vitrovac 6030 debido a sus propiedades magnéticas suaves es utilizado para mejorar el funcionamiento y costo de dispositivos que operan en el rango de media y alta frecuencia, gracias a las bajas pérdidas de energía en el material, resultado del muy eficiente proceso de demagnetización y a su gran magnetización de saturación.

Se ha reportado el uso de Vitrovac 6030 en transformadores para fuentes de poder en los últimos años [27, 31, 32]. Con ésta aleación se logra un mejor funcionamiento en comparación con los núcleos de transformadores tradicionales de acero al silicio o aleaciones Fe-Ni (pérdidas de  $1-5 Wkg^{-1}$  en Vitrovac 6030 comparadas con  $30-50 Wkg^{-1}$  en acero al silicio).

Se utiliza como blindaje en cavidades con la finalidad de confinar y acelerar rayos de iones pesados. La gran magnetización de saturación del Vitrovac permite un mayor gradiente de aceleración ( $90$  a  $130 kVm^{-1}$ ) en comparación con las cavidades de ferrita ( $10 kVm^{-1}$ ) [33].

Una de las aplicaciones de gran relevancia de ésta aleación ha sido en los dispositivos del tipo sensor (detectando campo magnético, corriente y/o esfuerzos mecánicos) con aplicación en numerosas áreas. Estos sensores magnéticos juegan un papel fundamental en la tecnología moderna y son usados en diferentes campos como ingeniería, biología y medicina (grabación magnética de alta densidad, mediciones geomagnéticas, detección de campos magnéticos en navegación, detectores de movimiento y posición, sistemas antirrobo, ensayos no destructivos, investigaciones espaciales, mediciones diamagnéticas en el cuerpo humano, etc.) [34, 35, 36].

## **2.2 Depósito mediante erosión catódica asistida por magnetrón**

El método de depósito mediante erosión catódica es ampliamente usado en la industria e investigación para elaborar principalmente películas delgadas a partir de una gran variedad de materiales. El primer depósito mediante erosión catódica fue observado de manera fortuita en el año de 1852 por W. R. Grove quien estudiaba la polarización de gases [37].

En el experimento, Grove mantenía diferentes volúmenes de gas polarizado en un tubo que previamente se había llevado a presión de vacío, la polarización del gas se llevaba a cabo al aplicarle una diferencia de potencial con ayuda de dos electrodos localizados a los extremos del tubo. Luego de cierto tiempo Grove observó la aparición de un depósito polvoriento en uno de los electrodos con los que se aplicaba la diferencia de potencial. A pesar de que el depósito obtenido por Grove no era lo suficientemente grande como para ser analizado, éste representa el primer reporte de un depósito realizado por erosión catódica.

Actualmente los aspectos fundamentales del método de erosión catódica tales

como la evaporación de los materiales a depositar, la formación del estado de *plasma*, las fuentes de evaporación del material, el flujo de gas, las interacciones gas-sólido, los procesos de nucleación-crecimiento de una película delgada, la naturaleza del sustrato y la relación estructura-propiedades de las películas delgadas, constituyen un área de la ciencia bastante explorada y sin embargo en vías de estudio [21, 38].

Si bien el principio físico de la erosión catódica es el mismo de hace más de siglo y medio, en la actualidad el refinamiento del método permite controlar un gran número de variables relacionadas con el proceso de depósito. En la actualidad los equipos de erosión catódica permiten ajustar los diferentes parámetros del depósito de acuerdo a los requerimientos deseados.

En un equipo de erosión catódica un blanco del material a depositar se coloca en un portablancos en el interior de una cámara de vacío, el sustrato sobre el que se desea depositar el material se coloca sobre una platina que se encuentra dentro de la misma cámara a una distancia determinada del blanco.

Una vez colocado el blanco y el sustrato, la cámara de vacío se cierra y se procede a extraer el aire dentro de su interior con un sistema de alto vacío. El vacío se requiere para evitar el depósito de especies extrañas al blanco y con ello asegurar que el material depositado es de la misma naturaleza química que el blanco.

Luego de alcanzar la presión de vacío deseada, se inyecta algún gas inerte en la cámara de vacío (normalmente argón) el cual es el medio que se encarga de erosionar al blanco y con ello desprender las especies que posteriormente se depositan. La presión del gas depende de los requerimientos del depósito.

El proceso de depósito inicia cuando se aplica una diferencia de potencial entre el blanco y el sustrato. Al aplicar la diferencia de potencial, una porción de los átomos del gas inerte se ionizan. Cuando la presión y temperatura del gas ionizado aumentan, el gas transita gradualmente a un estado de la materia conocido como

*plasma.*

Un plasma es un gas parcialmente ionizado cuyas partículas responden fuerte y colectivamente ante campos electromagnéticos. El estado plasma se alcanza cuando los electrones en los átomos que forman al gas adquieren suficiente energía como para separarse del núcleo, esto produce un gran número de iones y electrones que se mueven libremente y que responden de manera colectiva ante campos electromagnéticos. A diferencia de un gas que por lo general es un buen aislante eléctrico, debido a su constitución un plasma es un buen conductor de corriente eléctrica. El estado de plasma se caracteriza por ser energéticamente mayor a los tres estados fundamentales de la materia (la energía de un plasma es del orden de  $10^5$  eV/partícula, en un gas el orden es de  $10^4$  eV/partícula y en un líquido o sólido los ordenes de energía se encuentran entre  $10^3$  y  $10^2$  eV/partícula) [38, 39].

Las partículas que conforman al plasma interactúan entre ellas y también ante el campo eléctrico que se genera entre los electrodos. Las partículas con carga positiva son aceleradas hacia el cátodo mientras que las partículas con carga negativa son aceleradas hacia el ánodo (en el caso del argón los iones  $\text{Ar}^+$  que poseen carga positiva son acelerados hacia el cátodo en donde se encuentra el blanco a depositar, mientras que los electrones son acelerados hacia el ánodo en donde se encuentra la platina con el sustrato sobre el que se hace el depósito).

Cuando las condiciones de ionización del gas permiten la formación de iones con carga positiva (por ejemplo  $\text{Ar}^+$ ), la aceleración producida por el campo eléctrico termina cuando los iones colisionan con el cátodo. Cuando la energía de un ion es lo suficientemente grande y se da la colisión ion-blanco, las especies que conforman al blanco son lentamente desprendidas de su superficie. El desprendimiento de un gran número de especies produce la erosión del blanco y la evaporación de las especies que lo conforman.

Las especies que son evaporadas del blanco se desprenden en todas direcciones, cuando la posición del sustrato es adecuada, el depósito en el sustrato de las especies evaporadas permite el crecimiento de una película delgada.

Cuando se dan las condiciones para la formación de iones con carga positiva el subproducto de los átomos son electrones. Los electrones con carga negativa son acelerados hacia el ánodo por la presencia del campo eléctrico, la aceleración termina en una colisión entre los electrones y el ánodo en donde se encuentra la platina y el sustrato. La colisión de los electrones no produce la erosión de la platina o el sustrato, en lugar de esto la colisión continua de electrones puede provocar el calentamiento de alguno de los elementos que conforman al ánodo, debido a esto en ciertos depósitos se utiliza un sistema de enfriamiento para evitar el calentamiento del sustrato.

Cuando se aplica una diferencia de potencial de baja intensidad a un gas no ionizado, la magnitud de la diferencia de potencial no varía en el tiempo, esto se debe a que un gas se comporta como un aislante eléctrico. Cuando se aplica una diferencia de potencial a un plasma, la buena conducción del plasma produce que los electrones viajen del cátodo al ánodo contrarrestando a la diferencia de potencial aplicada. Para mantener en el plasma una diferencia de potencial constante es necesario inyectar una corriente constante entre los electrodos del equipo de erosión catódica. Los equipos que operan a corriente constante se conocen como equipos de erosión catódica DC.

Los equipos de erosión catódica DC son utilizados cuando los electrodos son buenos conductores, las distancias entre blanco y sustrato son de alrededor de 10 *cm*, el diámetro del blanco es de alrededor de 15 *cm*, la presión de vacío previa al depósito es menor a  $10^{-5}$  *mbar* y la presión de gas se mantiene entre  $10^{-3}$  y  $10^{-2}$  *mbar* [38].

Una variante de los equipos de erosión catódica DC que se utiliza para depositar materiales aislantes, son los equipos de erosión catódica RF (radiofrecuencia). En un equipo de erosión catódica RF, una fuente de poder de radiofrecuencia emite radiación electromagnética que se suma a la descarga que se mantiene entre los electrodos, ésta señal ejerce una oscilación en los electrones del plasma. La oscilación produce colisiones entre electrones y gas, lo que induce una mayor ionización en los átomos del gas. La mayor incidencia de iones en el cátodo aumenta el número y la energía de las especies depositadas en el sustrato.

Tanto los equipos de erosión catódica DC como RF poseen una baja razón de erosión, esto se debe a la baja eficiencia para la producción de iones. Una forma para aumentar la eficiencia de ionización de los átomos, es aplicar un campo magnético en dirección perpendicular a la superficie del blanco. De acuerdo a la Ley de Lorentz dada por la Ecuación 2.2, la fuerza que ejerce el campo magnético sobre los electrones en superposición con la fuerza proveniente del campo eléctrico, hace que los electrones realicen un desplazamiento helicoidal para llegar al ánodo. En el desplazamiento helicoidal los electrones colisionan con más átomos en comparación con desplazamientos en línea recta hasta el ánodo. El incremento en las colisiones electrón-átomo producen una mayor eficiencia en la ionización del gas y en consecuencia aumentan la razón de erosión.

$$\vec{F} = q(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}), \quad (2.2)$$

donde  $\vec{F}$  es la fuerza que siente la partícula de carga  $q$  por la presencia de los campos eléctrico  $\vec{E}$  y magnético  $\vec{B}$  cuando viaja a una velocidad  $\vec{v}$ .

En la Figura 2.3 se presenta un esquema de un equipo de erosión catódica DC al cual se le ha incluido un campo magnético perpendicular a la superficie del blanco, también se muestra la colisión ion-blanco que se encarga de erosionar al blanco y producir las especies que se depositan en el sustrato.

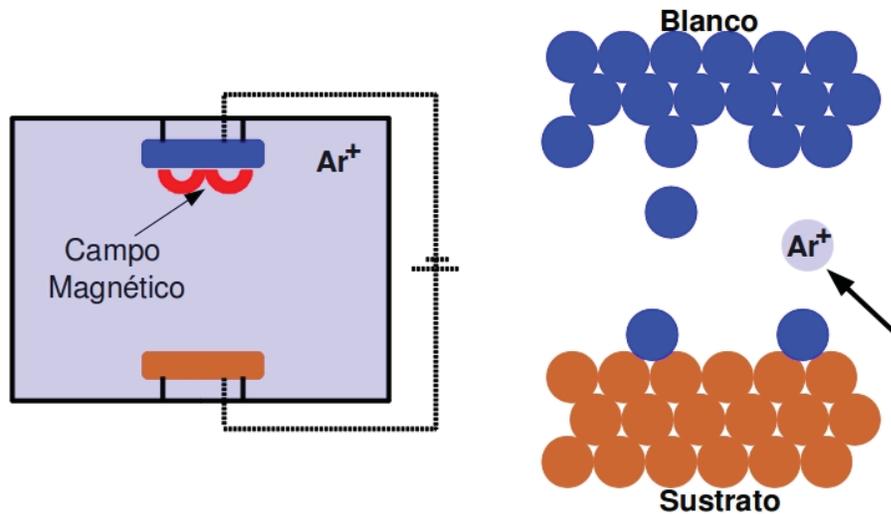


Figura 2.3: Erosión catódica asistida por magnetron. Se muestra la disposición del blanco y sustrato así como una representación del proceso de erosión catódica.

Los equipos de erosión catódica con magnetron son ampliamente utilizados en la producción industrial para depositar metales y aleaciones, debido a su gran eficiencia su funcionamiento, es barato y su tamaño se reduce en comparación con las dimensiones de un equipo DC o RF. Los depósitos generados por éste método poseen estructuras policristalinas o amorfas [38]. La erosión produce un incremento en la temperatura del cátodo, por esto generalmente los equipos de erosión catódica asistidos por magnetron incluyen un sistema de refrigeración para evitar el sobrecalentamiento del blanco.

El campo magnético que asiste al equipo de erosión catódica DC es producido por un arreglo de imanes permanentes conocido como magnetron, a éste tipo de método de erosión se le conoce como erosión catódica asistida por magnetron.

Se han realizado depósitos en una cámara de erosión catódica DC asistida por magnetron, en un sistema de recubrimiento modular de alto vacío modelo Leica EM

MED020, como el que se observa en la Figura 2.4. El equipo de erosión catódica mostrado en la Figura 2.4 permite llegar a un vacío del orden de  $10^{-6}$  mbar, también regula la entrada de gas a la cámara durante el proceso de erosión, al igual que la corriente y/o voltaje con que se ioniza el gas. El equipo de erosión catódica se mantienen en funcionamiento continuo durante lapsos de 999 s (16 min 39 seg), posterior a estos lapsos se puede volver a iniciar un ciclo de erosión de forma inmediata. El magnetrón se encuentra en la parte superior de la cámara de erosión y está rodeado de un sistema de recirculación de agua que le sirve para disminuir su temperatura durante el proceso de erosión.



Figura 2.4: Izquierda: Cámara de erosión catódica asistida con magnetrón. Derecha: Panel de control del sistema de recubrimiento modular de alto vacío, Leica EM MED020.

El procedimiento para llevar a cabo los depósitos consta de los siguientes pasos. Primero, dentro de la cámara de erosión se coloca el blanco a depositar en el portablancos al igual que un sustrato limpio sobre el que se realiza el depósito,

enseguida se recubre el blanco con un obstructor. Segundo, se enciende el sistema de alto vacío y se extrae el aire de la cámara hasta llegar a un vacío lo suficientemente alto como para asegurar que no hay especies contaminantes que se puedan depositar. Tercero, se inyecta gas argón en la cámara a una presión constante al mismo tiempo que se fija una corriente y/o una diferencia de potencial, los valores de la presión, corriente y voltaje se determinan a partir de la formación del plasma. Cuarto, se erosiona el blanco a depositar durante 60 s sin retirar el obstructor, esto se hace para evaporar la superficie del blanco cualquier contaminante que se haya adherido durante la manipulación del blanco. Quinto, se retira el obstructor y comienza el depósito en el sustrato, se fija el tiempo en que se realiza el depósito en lapsos de 999 s hasta alcanzar el tiempo total deseado. Sexto, una vez alcanzado el tiempo total del depósito se retira la presión de argón, la corriente y voltaje para evitar un crecimiento mayor al deseado, posteriormente se apaga el sistema de vacío y se purga la cámara con gas nitrógeno hasta que la presión interna de la cámara se iguale con la presión del medio ambiente. Finalmente después de estos pasos es posible retirar el depósito para posteriormente realizar las caracterizaciones estructurales, magnéticas y de transporte correspondientes.

En ésta tesis se estudian las propiedades magnéticas y de transporte de depósitos de tricapas metálicas. Las tricapas metálicas son sistemas elaborados por tres depósitos de por lo menos dos materiales metálicos distintos, en donde los depósitos adyacentes están constituidos por diferentes materiales. Los materiales que se eligieron para formar las tricapas son Vitrovac 6030 y oro. El Vitrovac 6030 se deposita en una cámara de erosión catódica DC asistida con magnetrón mientras que el oro se deposita en un cámara de erosión catódica RF asistida con magnetrón.

### 2.2.1 Monocapa Vitrovac 6030

Las tricapas metálicas a estudiar incluyen un primer depósito a partir de la aleación amorfa Vitrovac 6030 fabricada por Vaccumschmelze. Ésta aleación se elige debido a que posee buenas propiedades magnéticas suaves, además, puesto que está formada por una combinación de metales de transición (Co, Fe, Mo) y metaloides (Si, B) posee interesantes propiedades de conducción.

Para realizar el depósito de Vitrovac 6030 se elabora un blanco con trozos de la cinta sobrepuestos, los trozos se colocan de manera que se cubre por completo el área de la superficie que posteriormente se someterá a erosión (el área de la superficie es un círculo de 5 *cm* de diámetro). La geometría del blanco es tal que su superficie es lo más homogénea posible, esto se hace para evitar una devastación irregular y con ello alguna modificación en la composición del depósito.

El blanco de Vitrovac 6030 se coloca sobre una placa de composición Fe-Ni en el portablanco del equipo de erosión catódica. El blanco se adhiere a la placa vía atracción magnetostática, esto permite que las cintas de Vitrovac 6030 se mantengan estáticas durante el proceso de depósito y no se modifique la composición de la película delgada.

El sustrato sobre el que se deposita la capa a base de Vitrovac 6030 es un portaobjetos de vidrio Pyrex, también conocido como vidrio de borosilicato cuya composición química es un 80% SiO<sub>2</sub>, 15% B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y 5% de otros compuestos (Na<sub>2</sub>O, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O) [40]. El sustrato tiene dimensiones 7.5 *cm* de largo, 2.5 *cm* de ancho y 2 *mm* de espesor.

Se elige éste tipo de sustrato porque posee una estructura amorfa al igual que el Vitrovac 6030, lo que puede reducir los esfuerzos en la interfaz sustrato-depósito al prevenir la incompatibilidad entre los parámetros de red de ambos materiales,

ésto puede generar una muy buena adhesión en la película delgada. También posee una alta estabilidad química que impide la recombinación de especies del sustrato con especies del depósito, esto se previene la aparición en el depósito de especies ajenas al blanco. Posee también un bajo coeficiente térmico de dilatación que evita la aparición de esfuerzos en caso de calentar el sustrato. Desde el punto de vista magnético el vidrio Pyrex no contribuye a las mediciones magnéticas realizadas en la etapa de caracterización.

Se hacen dos depósitos de Vitrovac 6030 en sustratos de vidrio Pyrex bajo las condiciones de la Tabla 2.1.

| Nombre | Sustrato     | Corriente<br>$I$ (mA) | Presión de Vacío<br>$P_{vac}$ (mbar) | Presión de Argón<br>$P_{arg}$ (mbar) | Tiempo de<br>Depósito $t_d$ (s) |
|--------|--------------|-----------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|
| M1     | Vidrio Pyrex | 3                     | $2.8 \times 10^{-5}$                 | $3 \times 10^{-2}$                   | 4920                            |
| M4     | Vidrio Pyrex | 3                     | $1.7 \times 10^{-5}$                 | $2.9 \times 10^{-2}$                 | 4920                            |

Tabla 2.1: Condiciones de depósito para las monocapas a base de Vitrovac 6030.

Los depósitos se realizan de forma continua a temperatura ambiente de 300 K a presión de argón y corriente constantes. Una vez depositadas, las películas delgadas se retiran del equipo de erosión catódica y se realiza una medición de su espesor con un perfilómetro modelo Dektak II. Los espesores medidos para los depósitos M1 y M4 son de alrededor de 320 nm. La principal diferencia entre M1 y M4 como se observa en la Tabla 2.1 es la presión de vacío previo al depósito, ésta pequeña diferencia es determinante en la microestructura y propiedades del depósito.

La presión de vacío que se alcanza previo al depósito es importante porque representa la cantidad de gas atmosférico que se extrae de la cámara de erosión y que es ajeno al proceso de erosión catódica. Si la presión de vacío es lo suficientemente baja, se reduce el gas del ambiente y se incrementa el camino libre medio de las

especies que participan en los procesos de erosión y depósito. Además la presión de vacío determina el número de átomos de argón que se introducen en la cámara y que participan en los procesos de erosión y depósito.

Para estimar la cantidad de gas atmosférico y de argón que está presente en la cámara de erosión previo al depósito y durante el depósito se recurre a la aproximación del gas ideal. La ecuación 2.3 es una representación de la Ley del gas ideal.

$$PV = NR_uT, \quad (2.3)$$

donde  $P$  es la presión del gas,  $V$  su volumen,  $N$  es el número de moles de gas,  $R_u = 8314 \text{ Pa m}^3/\text{kg mol K}$  es la constante universal de los gases y  $T$  la temperatura.

Entonces previo al depósito de M1, de acuerdo con la aproximación del gas ideal y al considerar la presión de vacío y el volumen de la cámara ( $V = 5.205 \times 10^{-3} \text{ m}^3$ ), se tiene que dentro de la cámara hay  $3.519 \times 10^{12}$  moléculas de gas atmosférico; mientras que previo al depósito de M4 el número de moléculas de gas atmosférico es  $2.136 \times 10^{12}$ . Por lo tanto debido a la diferencia en la presión de vacío, durante la formación de M1 hay  $1.383 \times 10^{12}$  más moléculas de gas atmosférico que en el proceso de depósito de M4, esto trae como consecuencia que en la formación de M1 en comparación con M4 hay una mayor presencia de gas atmosférico que termina por disminuir el camino libre medio de las especies que participan en la erosión y depósito.

Con respecto a la cantidad de gas argón que está presente en la cámara de vacío, durante la formación de M1, de acuerdo a la aproximación de gas ideal hay  $3.767 \times 10^{15}$  átomos de argón, mientras que en el caso de M4 hay  $3.642 \times 10^{15}$  átomos de argón. La diferencia entre las presiones de vacío previas a la formación de M1 y M4, trae como consecuencia que durante la formación de M1 hay  $1.25 \times 10^{14}$  más moléculas de argón que durante la formación M4, esta diferencia también modifica a los procesos de erosión y depósito.

### 2.2.2 Bicapa Au/Vitrovac 6030

Las bicapas metálicas incluyen una capa de oro (Au) depositada sobre las monocapas a base de Vitrovac 6030 previamente obtenidas. El depósito se realiza con un equipo de erosión catódica RF asistido con magnetrón, con la finalidad de incrementar la razón de depósito de oro. Para realizar los depósitos se utilizó un blanco comercial de oro con pureza del 99.99%.

Se elige éste material debido a que es uno de los mejores conductores metálicos (conductividad en bulto  $\sigma = 4.55 \times 10^7 \Omega^{-1}m^{-1}$  a temperatura ambiente). Además posee una alta resistencia a la oxidación y gran estabilidad química. En éste trabajo se desean estudiar las propiedades de conducción en tricapas metálicas, la utilización de la capa de oro puede aumentar la conducción de los materiales a estudiar. El oro tiene un comportamiento diamagnético, por lo que la contribución magnética de la capa de oro al magnetismo total de la bicapa es muy débil o nula.

El oro tiende a cristalizar a diferencia del Vitrovac 6030 y del vidrio Pyrex que poseen estructuras amorfas. Una vez depositado, la interfaz cristal-amorfo será determinante en los procesos de magnetización y conducción, además es de gran interés determinar si los esfuerzos presentes en la interfaz cristal-amorfo permiten que exista adhesión en la bicapa.

Las condiciones de depósito para el oro se muestran en la Tabla 2.2.

| Nombre | Sustrato | Corriente<br>I (mA) | Presión de Vacío<br>$P_{vac}$ (mbar) | Presión de Argón<br>$P_{arg}$ (mbar) | Tiempo de<br>Depósito $t_d$ (s) |
|--------|----------|---------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|
| M2     | M1       | 9                   | $2 \times 10^{-5}$                   | $4.5 \times 10^{-3}$                 | 1050                            |
| M5     | M4       | 9                   | $2 \times 10^{-5}$                   | $4.5 \times 10^{-3}$                 | 1050                            |

Tabla 2.2: Condiciones de depósito para las bicapas Au/Vitrovac 6030.

Los depósitos de oro se realizan de forma continua a temperatura ambiente de 300 K a presión de argón y corriente constantes. El tiempo de vacío en ambos depósitos de oro es de 15300 s (4 horas 15 min) que corresponden aproximadamente a una presión de vacío de  $2 \times 10^{-5}$  mbar. El espesor de los depósitos de oro se calculó experimentalmente en 50 nm (el cálculo es previo a éste trabajo y se basa en la obtención de diferentes depósitos para los que se determina la relación: espesor contra tiempo de depósito). Las bicapas presentan suficiente adherencia, tanta como para evitar desprendimiento luego de manipularlos durante su caracterización.

### 2.2.3 Tricapa Vitrovac 6030/Au/Vitrovac 6030

Se ha reportado recientemente el descubrimiento de interesantes propiedades magnéticas y de transporte eléctrico en tricapas metálicas como las que se muestran en la Figura 2.5, en particular se ha estudiado el fenómeno de magnetoimpedancia y resonancia ferromagnética [41].

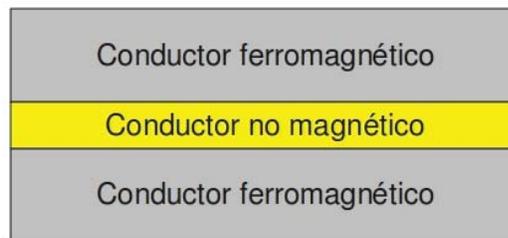


Figura 2.5: Tricapa metálica constituida por la combinación de conductores magnéticos y no magnéticos.

Las tricapas metálicas que se estudiaron tienen la estructura mostrada en la Figura 2.5. En este trabajo las tricapas están constituidas por un primer depósito de base de Vitrovac 6030 (conductor magnético), un segundo depósito de oro (conductor

no magnético) y finalmente un tercer depósito a base de Vitrovac 6030 (conductor magnético).

Para la obtención de las tricapas metálicas se realiza un depósito de Vitrovac 6030 sobre las bicapas Au/Vitrovac 6030 previamente obtenidas. Las condiciones del nuevo depósito a base de Vitrovac 6030 se muestran en la Tabla 2.3.

| Nombre | Sustrato | Corriente<br>$I$ (mA) | Presión de Vacío<br>$P_{vac}$ (mbar) | Presión de Argón<br>$P_{arg}$ (mbar) | Tiempo de<br>Depósito $t_d$ (s) |
|--------|----------|-----------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------|
| M3     | M2       | 3                     | $2.8 \times 10^{-5}$                 | $3 \times 10^{-2}$                   | 4920                            |
| M6     | M5       | 3                     | $1.7 \times 10^{-5}$                 | $2.9 \times 10^{-2}$                 | 2306                            |

Tabla 2.3: Condiciones de depósito para las tricapas Vitrovac 6030/Au/Vitrovac 6030.

Las condiciones para el último depósito a base de Vitrovac 6030 en M3 son las mismas con las que se obtuvo la monocapa M1, mientras que las condiciones de depósito para M6 son las mismas que para M4 con excepción del tiempo de depósito. En M6 el tiempo de depósito menos de la mitad del usado para obtener a M4. Esto se hace para buscar que la microestructura y morfología de los depósitos a base de Vitrovac 6030 en cada tricapa sean parecidas. La disminución del tiempo de depósito para M6 en comparación con M4 se hace para estudiar como varían las propiedades de la tricapa cuando las capas magnéticas tienen diferentes espesores.

Otra diferencia fundamental entre las tricapas M3 y M6 además de los espesores, es la presión de vacío a la que se purga la cámara donde se realiza el depósito a base de Vitrovac 6030, ésto se puede observar al comparar las Tablas 2.1 y 2.3. Mientras que para M3 se alcanzó una presión de vacío de  $2.8 \times 10^{-5}$  mbar, para M6 se llegó hasta una presión de vacío de  $1.7 \times 10^{-5}$  mbar. La presión de vacío (al igual que en la formación de las monocapas) modifica el camino libre medio de los iones que

erosionan al blanco y de las especies que se depositan; además la presión de argón en la cámara modifica la cantidad de átomos de argón que erosionan al blanco, esto influye en las razones de erosión y depósito.

Es así como se han obtenido dos tricapas metálicas que son representadas en las Figuras 2.6 y 2.7.

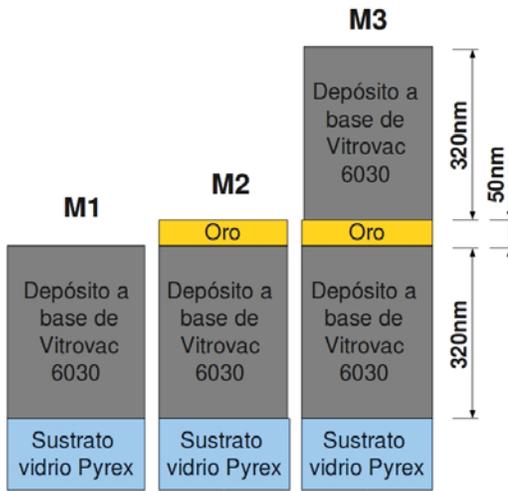


Figura 2.6: Tricapa M3.

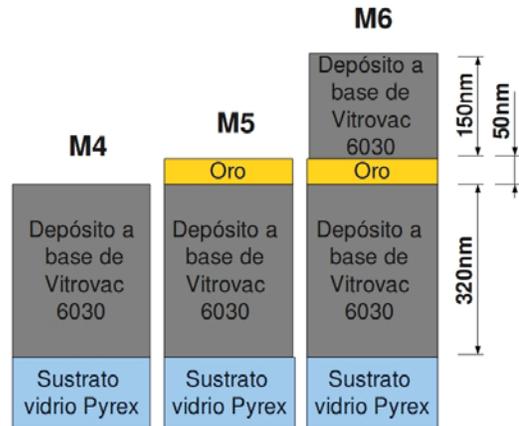


Figura 2.7: Tricapa M6.

Para realizar los depósitos posteriores a la monocapa se recubre una región del sustrato con un portaobjetos de vidrio Pyrex de tal forma que el depósito se realiza únicamente en la región descubierta del sustrato, esto permite obtener regiones aisladas con cada tipo de depósito con la finalidad de caracterizar a cada uno por separado y así comparar como se alteran sus propiedades en conjunto, sin embargo el sistema final es una tricapa. En la siguiente Sección se muestra la caracterización de cada uno de los depósitos.

## 2.3 Caracterización microestructural

### 2.3.1 Difracción de rayos X

La difracción de rayos X es una técnica de caracterización con la que es posible obtener detalles estructurales internos del orden de  $\text{\AA}$  [42]. Los rayos X son un tipo de radiación electromagnética con longitud de onda en el rango de 0.5 a  $2.5\text{\AA}$ , ubicada entre la radiación gamma y ultravioleta. Ésta radiación es producida cuando algún tipo de partícula cargada eléctricamente, usualmente electrones, es desacelerada rápidamente. Por lo general la radiación es producida en un tubo de rayos X que contiene dos electrodos, los electrones en el cátodo son acelerados hacia el ánodo (blanco) por medio de una diferencia de potencial, al llegar al ánodo los electrones colisionan generando radiación.

La longitud de onda emitida depende de las longitudes de onda características del blanco metálico conocidas como líneas características, éstas líneas se relacionan con transiciones en los niveles energéticos ( $K$ ,  $L$ ,  $M$ , etc.) que se producen en los átomos del blanco. La mayor parte de la energía cinética de los electrones que colisionan con el blanco se transforma en calor, sólo cerca del 1% se transforma en rayos X. Normalmente los blancos que producen rayos X emiten en más de una longitud de onda, por ésta razón es común utilizar filtros que permiten la transmisión de cierto tipo de radiación.

Luego de ser generados, los rayos X son dirigidos a la muestra a analizar. Cuando los rayos X interactúan con la materia éstos son parcialmente transmitidos y parcialmente absorbidos. La absorción de rayos X en el material se presenta de dos formas, mediante dispersión a través de los átomos del material y mediante absorción real. En la absorción real los fotones colisionan inelásticamente con los electrones en los átomos del material, al hacer esto, la energía de los fotones es utilizada por

los electrones para realizar transiciones en los niveles energéticos del átomo.

Cuando los electrones realizan transiciones energéticas, emiten radiación característica en todas direcciones con la misma longitud de onda del fotón que incide en el material. La radiación que proviene del material corresponde a un gran número de transiciones energéticas, como resultado de la interferencia de la radiación proveniente de cada átomo. La interferencia puede ser constructiva o destructiva, su naturaleza depende de la longitud del camino medio en el que viajan los fotones emitidos. Diferencias en la longitud del camino medio de los fotones, producen diferencias de fase, que a su vez produce cambios en la amplitud de la onda resultante.

En un experimento típico los rayos X inciden haciendo un ángulo  $\theta$  con la superficie de la muestra, posteriormente se crea una dispersión de tal manera que los rayos X que son reemitidos con un ángulo igual al de incidencia llegan a un detector. Instrumentalmente, un difractómetro de rayos X es capaz de analizar la radiación emitida barriendo el ángulo  $\theta$ , como resultado se genera una gráfica en la que se relaciona la intensidad de emisión de la muestra contra el ángulo de incidencia, ésta gráfica se conoce como difractograma de rayos X el cual es un patrón de difracción de rayos X que es característico de cada material.

En el caso de un material cristalino, la longitud del camino medio coincide con las posiciones atómicas periódicas, esto genera interferencia constructiva. La interferencia constructiva genera en el patrón de difracción picos intensos bien definidos que coinciden con los planos cristalinos del material. El ángulo de incidencia  $\theta$  y la distancia  $d$  entre los planos cristalinos del material están relacionados mediante la Ley de Bragg dada por la Ecuación 2.4.

$$n\lambda = 2d \operatorname{sen}(\theta), \quad (2.4)$$

donde  $n$  es un número entero que representa la diferencia de camino medio.

En la actualidad existen diversas técnicas que permiten el análisis de rayos X en varios tipos de muestra. En éste trabajo de tesis se busca estudiar la microestructura en películas delgadas y multicapas, la técnica más adecuada para analizar a éste tipo de muestras se conoce como difracción de rayos X por haz rasante.

En la técnica de haz rasante, el haz de rayos X se mantiene fijo haciendo un pequeño ángulo con la superficie de la muestra (menor a  $5^\circ$ ), luego de incidir en el material, la radiación proveniente de la muestra atraviesa un sistema rejilla-monocromador (el sistema selecciona radiación monocromática) para finalmente llegar al detector de rayos X. Es importante mencionar que el haz de rayos X incidente se mantiene fijo en toda la medición, el barrido angular lo realiza el detector.

La técnica de haz rasante permite disminuir la señal de difracción proveniente del sustrato y aumentar la señal proveniente de la película delgada o multicapa. La radiación de rayos X penetra a gran profundidad dentro de cualquier tipo de materia y normalmente es poco sensitiva para detectar detalles superficiales, la técnica de haz rasante se utiliza para eliminar ésta restricción, al mantener casi paralelamente al haz con respecto a la superficie de la muestra se asegura que la mayor parte de la radiación interactúe únicamente con la película delgada o multicapa. Ésta técnica permite obtener información estructural de cada depósito de la tricapa lo que representa una ventaja en la etapa de caracterización.

### **2.3.2 Microscopía de fuerza atómica**

La técnica de microscopía de fuerza atómica permite obtener imágenes tridimensionales, de alta resolución y en tiempo real de la superficie de muestras planas, con la finalidad de estudiar su topografía. Por medio de las imágenes es posible obtener información acerca de la microestructura, rugosidad, profundidad, morfología y en ciertos casos acerca de la estructura magnética del material (MFM) [43].

Un microscopio de fuerza atómica analiza las interacciones de la superficie de la muestra con una punta que se localiza en el extremo de un *cantilever*. Las fuerzas de Van der Waals entre la punta y la muestra provocan una deflexión en el *cantilever* la cual es medida por un detector. La traslación del *cantilever* sobre la muestra y la medición de su deflexión generan una micrografía de la superficie de la muestra. En la Figura 2.8 se muestra un esquema en donde se representa el *cantilever* y su interacción con la muestra a analizar.

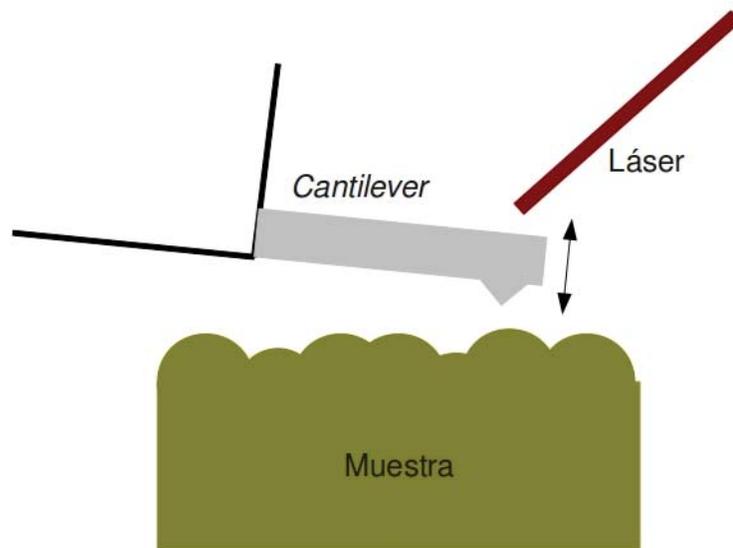


Figura 2.8: Representación del *cantilever* con que se analiza la superficie de las muestras, la flecha indica el movimiento de oscilación del *cantilever* en el modo de contacto intermitente. El láser se utiliza como referencia para ubicar al *cantilever* en la región que se desea analizar.

Los microscopios de fuerza atómica funcionan bajo varios modos de operación entre los que se pueden mencionar los siguientes. El modo de contacto en el que la punta se traslada sobre la superficie de la muestra creando una imagen topográfica. El modo de contacto intermitente (*tapping*) en el que la topografía se determina

cuando la punta se mueve de forma intermitente a la superficie de la muestra. El modo de fase en el que se obtiene una imagen con contraste generada por las diferencias de adhesión entre la punta y superficie de la muestra, las diferencias de adhesión son provocadas por las fuerzas de Van der Waals entre la punta y la superficie de la muestra. El modo de fuerza magnética en el que se mide el gradiente de fuerza magnética generado por la superficie de la muestra. El modo de tunelamiento en el que se aplica una diferencia de potencial entre una punta conductora y la superficie de la muestra, la diferencia de potencial genera una corriente en los átomos superficiales del material por efecto túnel, la variación de la corriente en función de la distancia punta-muestra permite generar una imagen topográfica de la muestra. El modo de operación se determina de acuerdo a las características físicas de la muestra y las propiedades a medir.

## 2.4 Caracterización magnética

### 2.4.1 Magnetometría de muestra vibrante PPMS Quantum

La magnetometría de muestra vibrante PPMS (*Physical Property Measurement System*) Quantum es una técnica muy sensitiva para determinar propiedades magnéticas en un material. En un experimento típico una muestra del material a analizar se coloca en un portamuestras al extremo de una varilla no magnética.

El extremo de la varilla en donde se coloca la muestra se introduce en una cavidad en la que se encuentra un arreglo lineal de bobinas y un solenoide superconductor. El arreglo lineal de bobinas tiene la función de detectar el flujo magnético proveniente de la muestra y el solenoide superconductor tiene la función de producir un campo magnético lo suficientemente grande como para saturar a la muestra. El otro extremo de la varilla se conecta a un motor lineal que genera vibraciones mecánicas

y que hace que la muestra oscile y se produzca el corte de líneas de campo magnético [44]. En la Figura 2.9 se muestra un esquema con los elementos principales de un magnetómetro de muestra vibrante PPMS Quantum.

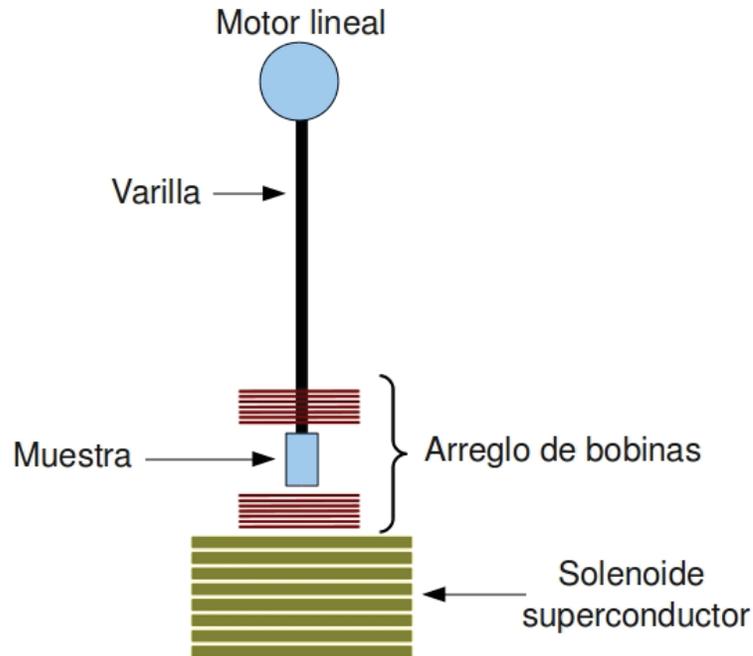


Figura 2.9: Esquema con los principales elementos de un magnetómetro de muestra vibrante PPMS Quantum.

Después de montar la muestra, sobre ella se induce una vibración mecánica de baja frecuencia ( $40\text{ Hz}$ ) y baja amplitud (algunos milímetros o algunas décimas de milímetro). El campo magnético producido por el solenoide interactúa con la muestra de material modificando su magnetización, el cambio de la magnetización en la muestra produce un cambio de flujo magnético que es medido por las bobinas detectoras mediante diferencias de potencial. El cambio de posición de la muestra en combinación con el voltaje medio en las bobinas detectoras permite estimar la cantidad de momento magnético en el material [8]. Un magnetómetro de muestra

vibrante es capaz de medir la magnetización e inducción magnética de una muestra de material, permite la obtención de curvas de magnetización de materiales ferromagnéticos suaves y con ello es posible determinar parámetros importantes como  $\chi$  o  $\mu$ .

## 2.4.2 Magnetoimpedancia

En un experimento de magnetoimpedancia se analiza el cambio de la impedancia en función del campo magnético externo aplicado, el análisis se basa en la obtención de una curva en la que se compara el cambio de la impedancia medida en el material contra el campo aplicado [45, 46].

La impedancia de un material depende de la profundidad de penetración en que la corriente está confinada, ésta profundidad a su vez se define en función de la frecuencia ( $f$ ) de la corriente AC y de las propiedades físicas  $\sigma$  y  $\mu$  del material. Las mediciones de magnetoimpedancia en una muestra requieren la aplicación de un campo magnético que modifica a la permeabilidad magnética del material, tanto  $f$  como  $\sigma$  se mantienen constantes durante la medición.

Las curvas de impedancia en función del campo magnético aplicado se obtienen para una frecuencia determinada, cuyo valor tiene asociado un proceso de magnetización determinado [47].

Las mediciones de impedancia se realizaron en el Laboratorio de Películas Delgadas en el Centro de Ciencia Aplicada y Desarrollo Tecnológico. Las mediciones se obtuvieron mediante un analizador de impedancias modelo Agilent 4395A a cargo de la Dra. María Herlinda Montiel Sánchez. El analizador de impedancias puede operar en un rango de 100  $kHz$  a 500  $MHz$ .

El analizador de impedancias es un equipo de alta sensibilidad que es capaz de

medir muy pequeñas contribuciones eléctricas, para hacer un análisis adecuado se deben eliminar contribuciones adicionales a la impedancia que no correspondan a la muestra que se analiza, debido a esto se requiere de un montaje experimental cuidadoso.

El transporte de ondas electromagnéticas con frecuencias del orden de  $MHz$  o mayores, modifica la concepción que se tiene acerca de los cables y contactos tradicionales, para estas frecuencias el transporte de ondas electromagnéticas requiere el uso de *líneas de transmisión*. Una línea de transmisión es un medio en donde se propagan ondas electromagnéticas, el uso de una línea de transmisión correcta para realizar las mediciones permite asegurar que la impedancia es únicamente contribución de las muestras que se desean estudiar.

La Figura 2.10 muestra un diagrama con el montaje experimental que se utilizó para realizar las mediciones de magnetoimpedancia. En la Figura se observa el analizador de impedancias y conectado a él un cable coaxial que funciona como línea de transmisión. Un cable coaxial consta de dos conductores cilíndricos concéntricos separados por una capa de material dieléctrico, ésta configuración permite confinar a las ondas electromagnéticas en el interior del cable coaxial. Los cables coaxiales permiten la transmisión de ondas electromagnéticas a distancias relativamente grandes y además funcionan de manera ideal en un ancho de banda de algunos  $MHz$  hasta algunos  $GHz$ , éstas son las razones principales por las que se utilizan este tipo de líneas de transmisión para realizar las mediciones.

El cable coaxial permite la propagación de la corriente alterna desde el analizador de impedancias hasta el portamuestras en donde se coloca la muestra a analizar. El montaje experimental tiene una impedancia característica de  $50 \Omega$ . En la Figura 2.10 también se observa una bobina de Helmholtz que se utiliza para aplicar el campo magnético estático sobre la muestra a analizar. Para realizar las mediciones

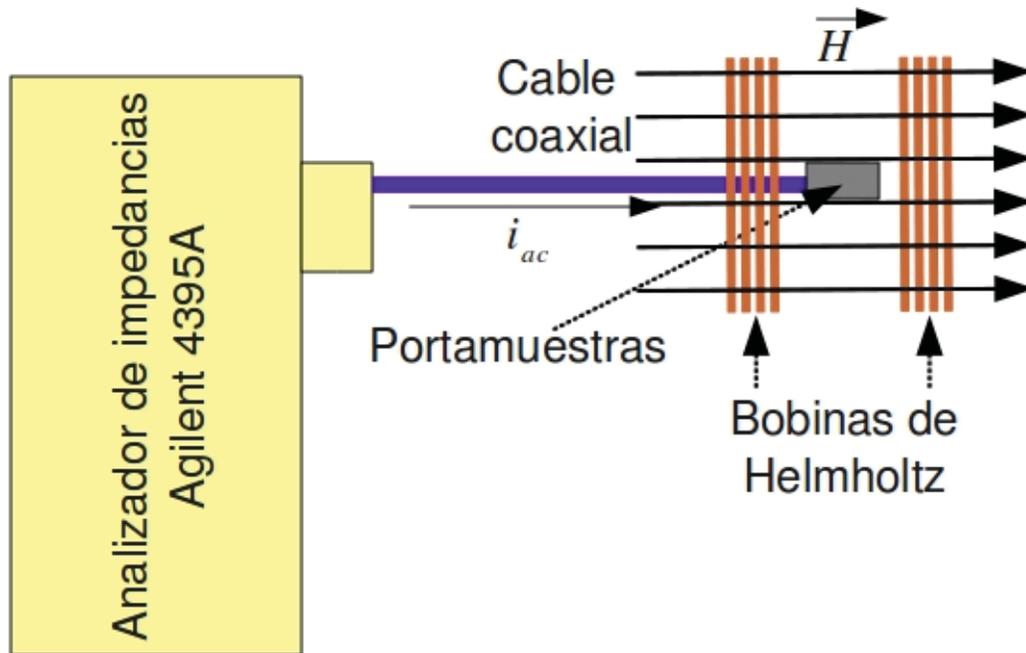


Figura 2.10: Diagrama con el montaje experimental que se utilizó para realizar las mediciones de magnetoimpedancia. En la Figura se observan los principales elementos del montaje como el analizador de impedancias, el cable coaxial que permite la transmisión de la corriente alterna desde el analizador hasta el portamuestras, así como las bobinas de Helmholtz que generan el campo magnético con que se excita a la muestra.

de magnetoimpedancia se eligió un portamuestras como el que se representa en la Figura 2.11. El portamuestras posee una línea de transmisión de placas paralelas en forma de una microcinta desbalanceada [48].

Una microcinta consta de un plano conductor separado de un plano tierra por medio de una capa de material dieléctrico. La microcinta se fabrica con la tecnología de circuitos impresos utilizando como sustrato un material dieléctrico, su costo es bajo, permite la transmisión de ondas electromagnéticas con frecuencias máximas

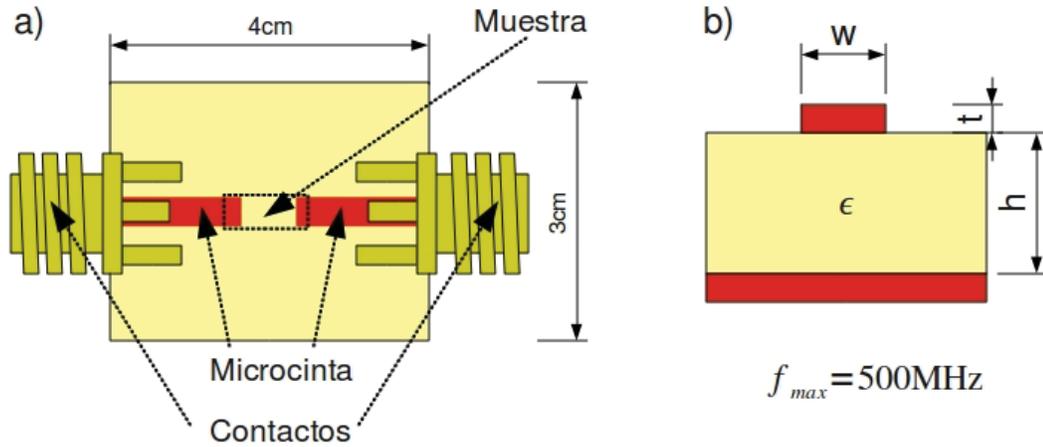


Figura 2.11: a) Esquema del portamuestras utilizado para realizar las mediciones de magnetoimpedancia en las muestras, se observa la microcinta, los contactos y la región que corresponde a la muestra. b) Corte transversal de la microcinta en donde se observan los parámetros más importantes para el cálculo de la impedancia característica:  $w$ ,  $t$ ,  $h$ ,  $\epsilon$  y la frecuencia máxima de la corriente, que en el caso del analizador alcanza un valor de  $500 \text{ MHz}$ .

de cientos de  $\text{GHz}$  y ofrece una gran ventaja para el montaje de muestras planas como películas delgadas. Las muestras a analizar se montan en la microcinta con ayuda de *pintura de plata*. La pintura de plata es una dispersión coloidal formada por partículas de plata dispersas en solvente, en el montaje experimental la pintura de plata actúa como contacto.

La impedancia característica de la microcinta depende de su ancho ( $w$ ), su espesor ( $t$ ), el ancho de la capa de material dieléctrico ( $h$ ) y la permitividad del dieléctrico ( $\epsilon$ ), la forma explícita de la impedancia en función de estos factores combina una serie de aproximaciones teóricas y empíricas [49, 50, 51]. La impedancia depende explícitamente de  $w$ ,  $t$ ,  $h$  y  $\epsilon$ , sin embargo  $Z$  también depende de la frecuencia de las ondas electromagnéticas que viajan por la microcinta, esto se debe principalmente

al cambio de la permitividad eléctrica del dieléctrico producido por el cambio en la frecuencia de las ondas electromagnéticas [52].

El cambio en la permitividad del dieléctrico así como la dependencia de  $Z$  con respecto a  $w$ ,  $t$ ,  $h$  y  $\epsilon$  hace que el diseño de la microcinta permita realizar mediciones en un amplio rango de frecuencias. Para realizar las mediciones se ha optado por mantener una impedancia característica del portamuestras en  $50 \Omega$  así como una frecuencia promedio de  $30 \text{ MHz}$ , lo que equivale a elegir los siguientes parámetros de la microcinta:  $w = 3.086 \text{ mm}$ ,  $t = 35 \mu\text{m}$  y  $h = 1.6 \text{ mm}$ . El material dieléctrico está constituido por fibra de vidrio y una resina epoxi con denominación genérica FR-4, la permitividad eléctrica del material es de 4.25 y se mantiene constante en un rango de  $100 \text{ kHz}$  a  $30 \text{ MHz}$ .

### 2.4.3 Resonancia ferromagnética

En un experimento de resonancia ferromagnética se analiza la potencia de microondas absorbida por un material ferromagnético en función del campo aplicado. La relación potencia-campo debido a detalles experimentales se obtiene de forma indirecta al graficar la derivada  $\partial P/\partial H$  contra  $H$ .

La absorción de microondas en un material depende de los procesos de magnetización que se llevan a cabo en su interior. Los procesos de magnetización en un material pueden ser cuantificados mediante cambios en su susceptibilidad o permeabilidad magnética. En consecuencia existe una fuerte dependencia entre  $P$  y las propiedades  $\chi$  y  $\mu$  del material.

Cualquier variación de  $P$  trae en consecuencia variaciones en  $\chi$  o  $\mu$ . La derivada  $\partial P/\partial H$  es proporcional a la primer derivada de la componente imaginaria de la susceptibilidad magnética  $\partial\chi''/\partial H$  o bien a la primer derivada de la componente

imaginaria de la permeabilidad magnética  $\partial\mu''/\partial H$ . La fuerte dependencia entre  $P$ ,  $\chi$  y  $\mu$  convierte a la resonancia ferromagnética en una técnica de caracterización poderosa para determinar las propiedades magnéticas de un material.

La forma de línea de un espectro de resonancia ferromagnética como el que se observa en la Figura 2.12 depende de las propiedades magnéticas de cada material, en general se compone por un campo de resonancia de magnitud  $H_{res}$  y un ancho de resonancia pico-pico  $\Delta H_{pp}$ .

La magnitud  $H_{res}$  representa el valor del campo estático en el cual el material realiza absorción resonante de potencia de microondas  $P$ . La condición para que

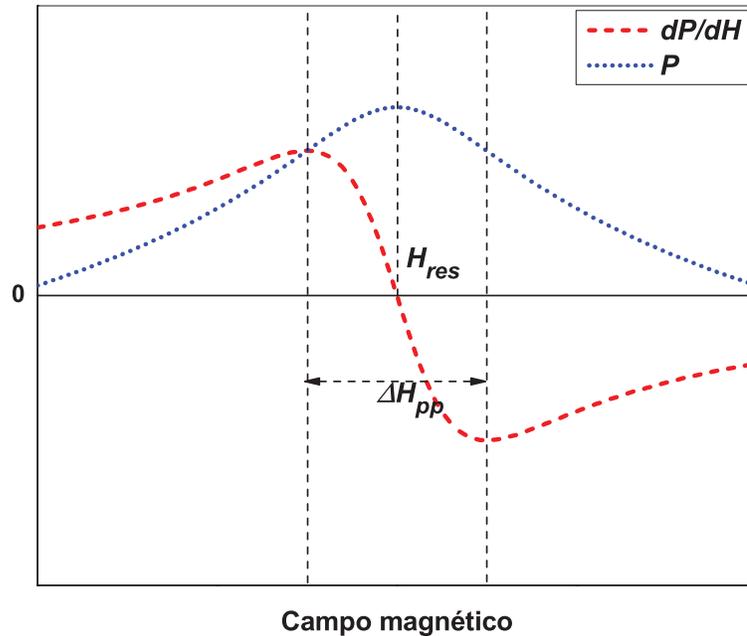


Figura 2.12: Ejemplo de espectro de resonancia ferromagnética. En azul, potencia absorbida. En rojo, derivada de la potencia con respecto al campo aplicado. Se muestran los dos valores característicos de un espectro de resonancia, el campo de resonancia  $H_{res}$  y el ancho pico-pico  $\Delta H_{pp}$ .

ocurra la resonancia ferromagnética es que el material sea ferromagnético, que esté magnéticamente saturado y que la frecuencia de microondas sea igual a la frecuencia de precesión de los espines del material. La Ecuación 2.5 se conoce como ecuación de Larmor e indica la condición que debe cumplir el material para que exista resonancia ferromagnética.

$$\omega = \gamma H_0, \quad (2.5)$$

donde  $\omega$  es la frecuencia de la microonda,  $\gamma$  es la razón giromagnética del electrón y  $H_0$  es el campo estático aplicado.

El ancho de resonancia pico-pico  $\Delta H_{pp}$  es inversamente proporcional al tiempo de relajación de la muestra. Cuando se cumple la condición de resonancia, la energía de la onda es absorbida por el material y el espín es excitado de su estado base a un estado energético mayor, el tiempo de relajación es el tiempo que requiere un espín excitado para regresar a su estado base.

En ausencia de campo externo un material ferromagnético debido a la interacción de intercambio posee un campo interno  $\vec{H}_{int}$ . En un experimento de resonancia ferromagnética al aplicarle a un material ferromagnético un campo estático  $\vec{H}_0$ , el campo efectivo es la suma del campo interno más el campo aplicado. El campo de resonancia en un material ferromagnético  $\vec{H}_{res}$  es la suma del campo interno más el campo aplicado, como lo muestra la Ecuación 2.6.

$$\vec{H}_{res} = \vec{H}_{int} + \vec{H}_0, \quad (2.6)$$

donde  $\vec{H}_{int}$  está dado como la suma del campo de anisotropía magnética  $\vec{H}_K$ , el campo de intercambio magnético  $\vec{H}_J$  y el campo demagnetizante  $\vec{H}_D$ , como lo indica la Ecuación 2.7,

$$\vec{H}_{int} = \vec{H}_K + \vec{H}_J + \vec{H}_D, \quad (2.7)$$

en un caso general el campo de anisotropía está constituido por un campo de

anisotropía por magnetostricción  $\vec{H}_\lambda$ , un campo de anisotropía magnetocristalina  $\vec{H}_{mag}$  y un campo de anisotropía de forma  $\vec{H}_{forma}$ , de acuerdo con la Ecuación 2.8.

$$\vec{H}_K = \vec{H}_\lambda + \vec{H}_{mag} + \vec{H}_{forma}. \quad (2.8)$$

La interacción de intercambio en un material ferromagnético hace que el tiempo de relajación de los espines sea corto y por lo tanto el  $\Delta H_{pp}$  sea grande. En un

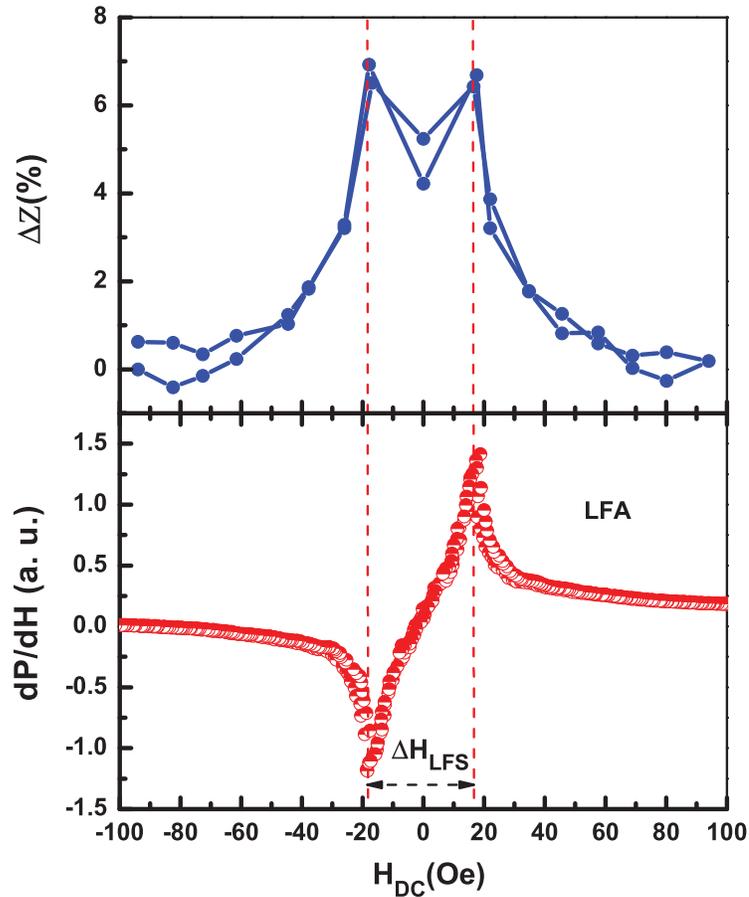


Figura 2.13: Ejemplo de espectro de absorción a campo bajo, *low-field absorption* (LFA), tomado de [53]. También se observa un ejemplo de curva de magnetimpedancia MI.

material ferromagnético la interacción de intercambio provoca que los espines de los electrones tiendan a permanecer alineados, cuando una excitación externa hace que uno de los espines se alinie en dirección opuesta al resto, la interacción de intercambio hace que rápidamente el espín con orientación opuesta vuelva a su estado base, debido a esto el tiempo de relajación es corto.

El espectro mostrado en la Figura 2.12 es característico de un material ferromagnético, sin embargo ésta no es la única absorción que presentan este tipo de materiales. En 2005 H. Montiel y colaboradores [53] reportaron la existencia de un modo de absorción en cintas amorfas ferromagnéticas al que denominaron absorción a campo bajo (*low-field absorption*, LFA). La absorción a campo bajo se presenta en regiones de campo menores a  $0.01 T$  a diferencia de la resonancia ferromagnética que ocurre a campos estáticos del orden de  $0.1 T$ .

A diferencia de la resonancia ferromagnética, la absorción a campo bajo muestra histéresis, como se observa en la Figura 2.13. La LFA se puede correlacionar con la magnetoimpedancia respectiva y con el campo coercitivo de la curva de magnetización del material mediante el campo de anisotropía, por lo que el ancho de absorción a campo bajo  $\Delta H_{LFS}$  medido entre los extremos de la histéresis es proporcional a la anisotropía del material [53].

## Capítulo 3

# Resultados experimentales y discusión

Cabe señalar que los resultados experimentales y la discusión se enfoca en el estudio de seis sistemas diferentes: monocapas M1 y M4 (*Vitrovac 6030*), bicapas M2 y M5 (*Au/Vitrovac 6030*), tricapas M3 y M6 (*Vitrovac 6030/Au/Vitrovac 6030*).

### 3.1 Difracción de rayos X

Se obtuvieron los patrones de difracción de rayos X mediante la técnica de DRX de haz rasante para los depósitos que constituyen a las tricapas. Adicionalmente se obtuvieron patrones de difracción de la cinta después de su obtención (en estado *as-cast*) y de un trozo de cinta que previamente se utilizó como parte del blanco para realizar los depósitos (el calor del plasma en la cámara de erosión junto a la corriente que alimenta al cátodo actúan como tratamiento térmico sobre la cinta). Las mediciones se realizaron en un difractómetro Siemens modelo D500, con una fuente de Cu con línea de emisión Cu-K $\alpha_1$  con longitud de onda  $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ .

Se usó un monocromador secundario de grafito para asegurar la transmisión de radiación  $\text{Cu-K}\alpha_1$ .

El Vitrovac 6030 es una aleación amorfa formada principalmente por Co. Mediante DRX es posible establecer como afecta el proceso de depósito a la aleación original, esto se determina mediante los patrones de difracción de las monocapas M1 y M4 al compararlos con el patrón de difracción de la aleación en estado *as-cast* y con el trozo de cinta del blanco.

Como se observa en la Figura 3.1 la cinta de Vitrovac 6030 en estado *as-cast* posee un patrón de difracción con dos picos anchos, el primero a 21.93 grados y el segundo de menor intensidad en 45.26 grados, éste patrón será la referencia para determinar si existen cambios en la microestructura de los depósitos. La monocapa M1 tiene un patrón de difracción muy similar al de la cinta de Vitrovac 6030, la posición de los picos en el patrón de difracción de la monocapa M1 coincide con la posición de los picos presentes en el difractograma correspondiente al Vitrovac 6030. La semejanza entre los patrones de difracción para M1 y la cinta en estado *as-cast* permite establecer que la monocapa M1 conserva una estructura amorfa similar al de la cinta de Vitrovac 6030 en estado *as-cast*.

La monocapa M4 tiene un patrón de difracción similar al de la cinta de Vitrovac 6030 que se tomó del blanco luego de hacer el depósito, ver Figura 3.1. Los patrones de difracción indican que la microestructura del depósito y de la cinta se modifican en comparación con M1 y la cinta de Vitrovac 6030 en estado *as-cast*, los patrones de difracción corresponden a un sistema en el que se han formado precursores para nanocristalización. Cabe señalar que el Vitrovac 6030 tiene la característica de nanocristalizar cuando se somete a un tratamiento térmico por encima de los 753 K.

Esto sugiere que durante el proceso de depósito los átomos de cobalto interac-

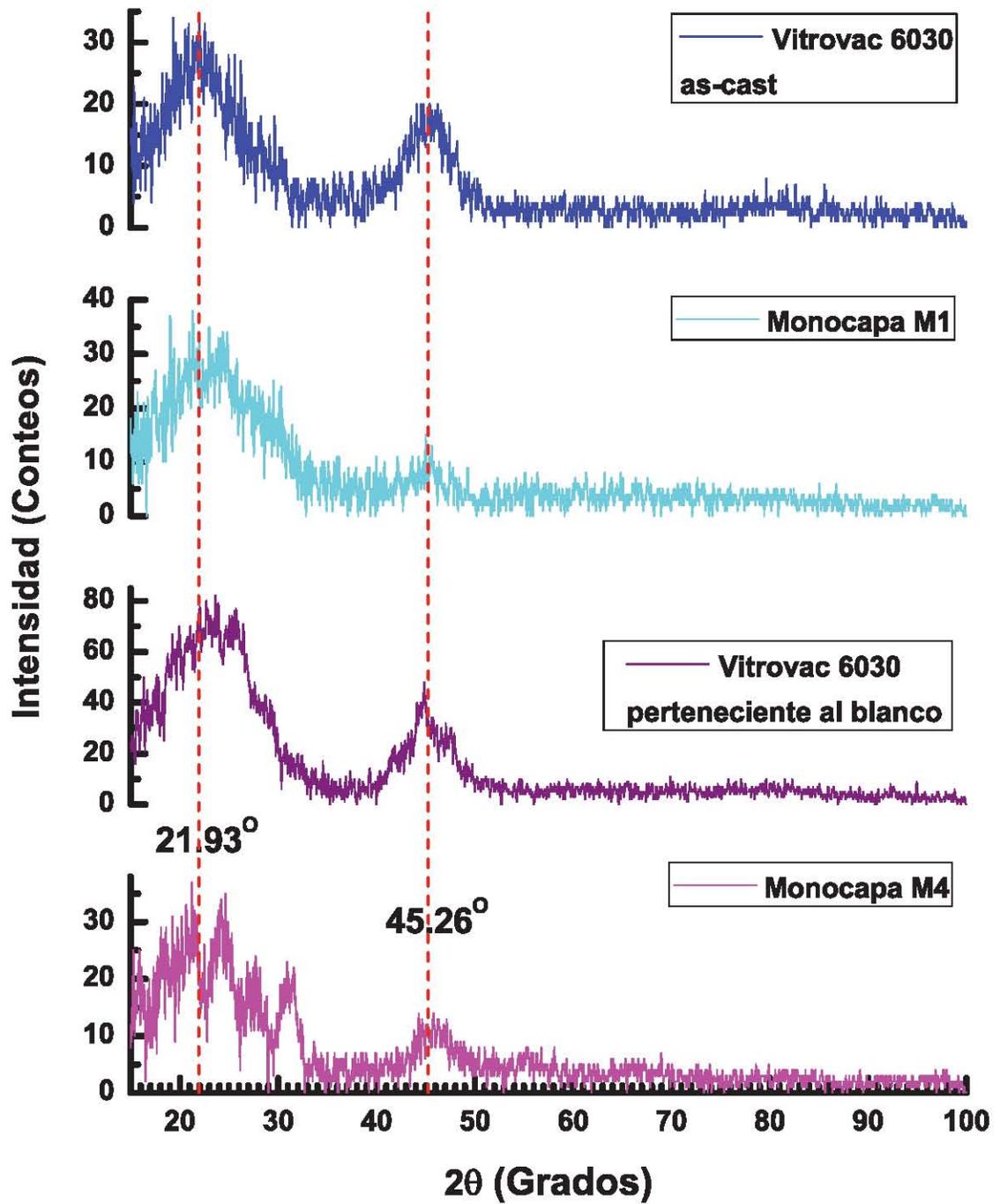


Figura 3.1: Difractogramas obtenidos con la técnica de haz rasante para las muestras M1 y M4, para un trozo de cinta de Vitrovac 6030 en estado *as-cast* y uno tomado del blanco. Las líneas punteadas indican la posición de los picos más importantes.

cionan entre sí y con el resto de los elementos que constituyen a la aleación para formar nanoestructuras en base cobalto con una primera esfera de coordinación recurrente, una evidencia de que esto ocurre es la posición del pico más intenso en los difractogramas de diferentes aleaciones de cobalto que está entre 42.92 y 47.42 grados. La distribución de las nanoestructuras determinan la forma del patrón de difracción, picos estrechos como los que se observan en el patrón de difracción de M4 indican que existen ciertas nanoestructuras recurrentes que se convierten en nucleadores para la nanocristalización.

El tamaño de los precursores para la nanocristalización puede ser estimado con ayuda de la ecuación de Scherrer (Ecuación 3.1) aunque esta estimación tiene asociado un error grande [54].

$$L = \frac{K\lambda}{B \cos \theta}, \quad (3.1)$$

donde  $L$  es el diámetro del cristal,  $K$  es una constante numérica con valor de 0.93,  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X incidentes (previamente mencionada),  $B$  es el ancho de pico en el valor medio de la amplitud (medido en radianes) y  $\theta$  el ángulo de Bragg. En el caso de M4 para evitar el ruido experimental se puede elegir arbitrariamente a  $\theta$  como  $15.64^\circ$  mientras que  $B$  es igual a 0.059 radianes, así el tamaño estimado de los nucleadores para la nanocristalización es de  $24.3 \text{ \AA}$ .

Las condiciones de depósito para M1 y M4 producen dos diferencias importantes, por un lado el camino libre medio de las especies que participan en los procesos de erosión y depósito así como la cantidad de especies participan en ambos procesos, estas diferencias modifican la razón y energía de las especies depositadas y por tanto la forma en como se ordenan y la microestructura que forman.

En conclusión el patrón de difracción de la monocapa M1 es característico de un material amorfo mientras que el de M4 indica la presencia de nucleadores de nanocristalización. La diferencia en el camino libre medio y la cantidad de especies

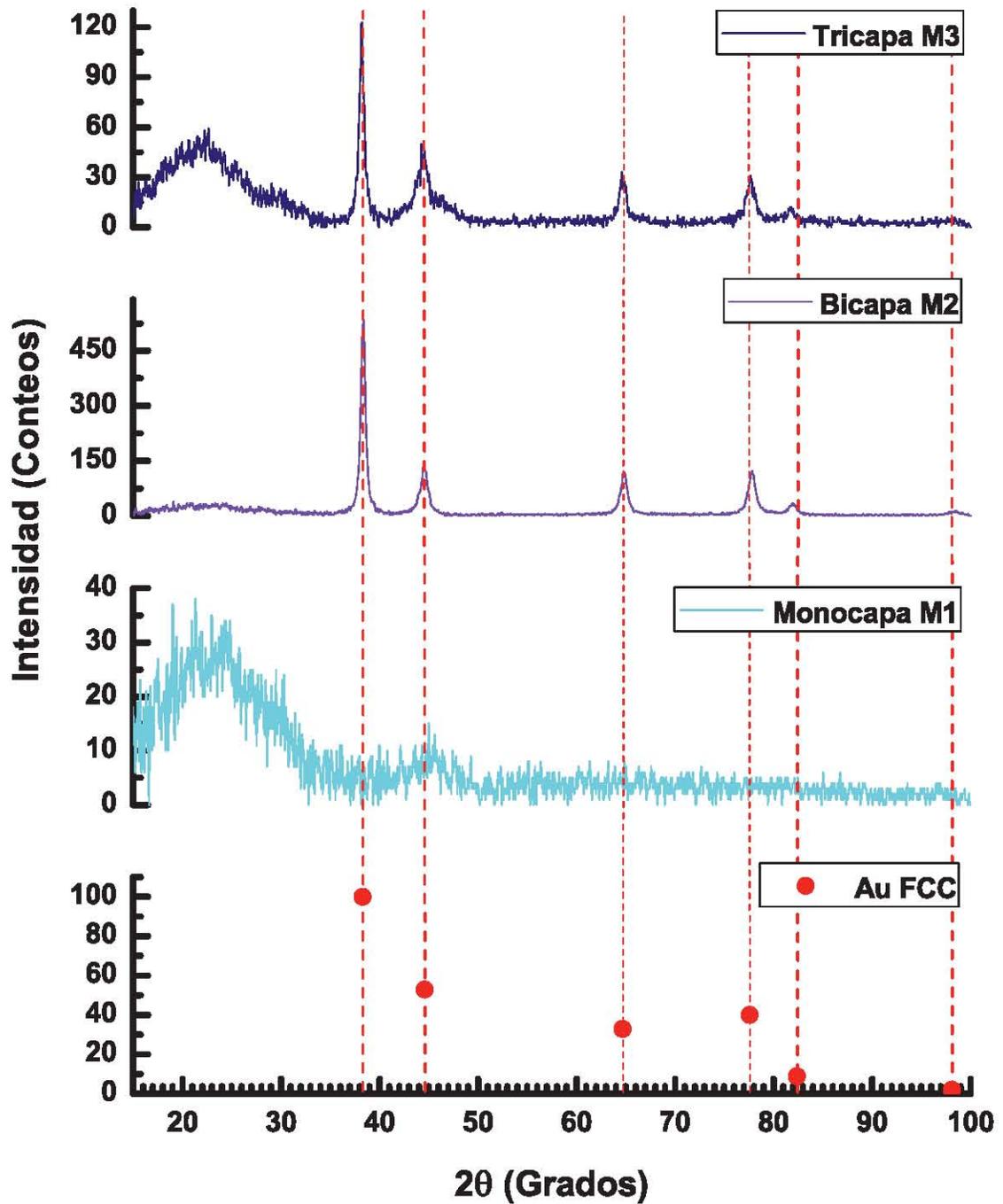


Figura 3.2: Difractogramas obtenidos con la técnica de haz rasante para las muestras M1, M2 y M3, así como las posiciones de los picos de difracción correspondientes a la estructura FCC de Au.

que participan en los procesos de erosión y depósito de M4 en comparación con M1, trae como consecuencia que M1 tenga una microestructura mayoritariamente amorfa y que M4 tenga una microestructura amorfa en la que hay nucleadores de nanocrystalización con orden a primeros vecinos.

La Figura 3.2 muestra los patrones de difracción correspondientes a los depósitos M1, M2 y M3. En el caso de M2 se puede observar claramente que el Au depositado cristaliza en una estructura cF4, se trata de una estructura cúbica centrada en las caras (FCC) con 4 átomos por celda unidad, ver Figura 3.3. El corrimiento de los picos en  $38.91$ ,  $40.97$  y  $49.22^\circ$  indica que existen esfuerzos entre la estructura cristalina del oro y el depósito a base de Vitrovac 6030.

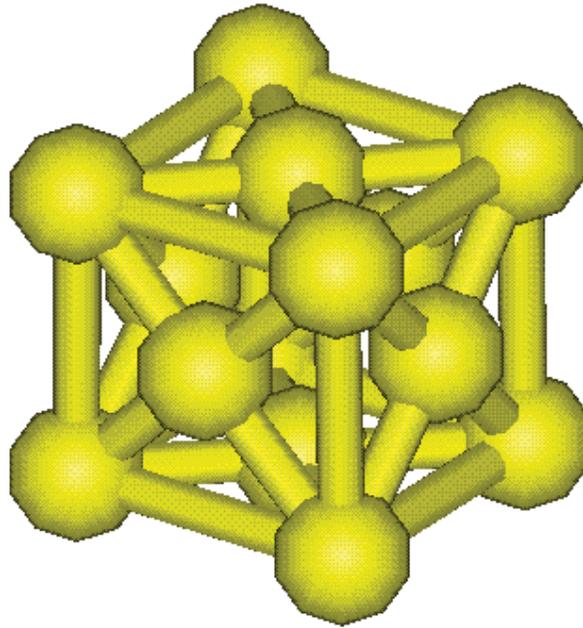


Figura 3.3: Celda unitaria para Au con estructura cristalina FCC.

La estructura cristalina tiene asociado el grupo espacial  $Fm\bar{3}m$ , el cual está compuesto por: dos planos espejo perpendiculares a las direcciones  $[100]$  y  $[010]$ ,

además de una roto-reflexión de orden 3 en la dirección [111]. La celda unitaria tiene un parámetro de red de  $4.06 \text{ \AA}$ .

Consideremos la muestra M2, con ayuda de la Ecuación 3.1 y al elegir de forma arbitraria a  $\theta$  en  $19.14^\circ$  y  $B$  en  $0.0105$  radianes se tiene en consecuencia un diámetro de cristal de  $14.24 \text{ nm}$ . La capa de Au en M2 posee una estructura nanocristalina bien definida, que se acopla con la monocapa a base de Vitrovac 6030 con estructura amorfa, ésto sucede a pesar de las diferencias estructurales entre ambos depósitos.

En la Figura 3.2 también se observa el patrón de difracción correspondiente a la tricapa M3, la última capa a base de Vitrovac 6030 se deposita de manera amorfa. La tercer capa a base de Vitrovac 6030 posee una estructura amorfa aún cuando se deposita sobre la superficie del depósito de Au nanocristalino, esto indica que el material amorfo se mantiene y su estructura no se modifica de forma importante por la presencia de la fase cristalina. Concluyendo que la estructura amorfa del Vitrovac 6030 es estable.

La tricapa M3 posee una estructura de capas del tipo Amorfo magnético / Conductor cristalino no magnético / Amorfo magnético, cuyas propiedades magnéticas y de transporte eléctrico se estudian posteriormente en la presente tesis.

La Figura 3.4 muestra los patrones de difracción correspondientes a las muestras M4, M5 y M6. En el caso de M5 se observa nuevamente que la capa de oro posee una estructura nanocristalina del tipo cF4 con parámetro de red de  $4.0699 \text{ \AA}$ , cuya celda unitaria se muestra en la Figura 3.3. De acuerdo con la Ecuación 3.1 al considerar a  $\theta$  como  $19.14^\circ$  y  $B$  en  $0.0129$  radianes, el diámetro de los nanocristales es de  $11.59 \text{ nm}$ ,  $2.64 \text{ nm}$  más pequeños en comparación con M2.

El diámetro calculado para los nanocristales de Au en M5 es  $18.6\%$  más pequeño comparado con el de M2. El depósito adyacente a M2 a base de Vitrovac 6030 posee una estructura amorfa, mientras que el depósito adyacente a M5 posee una

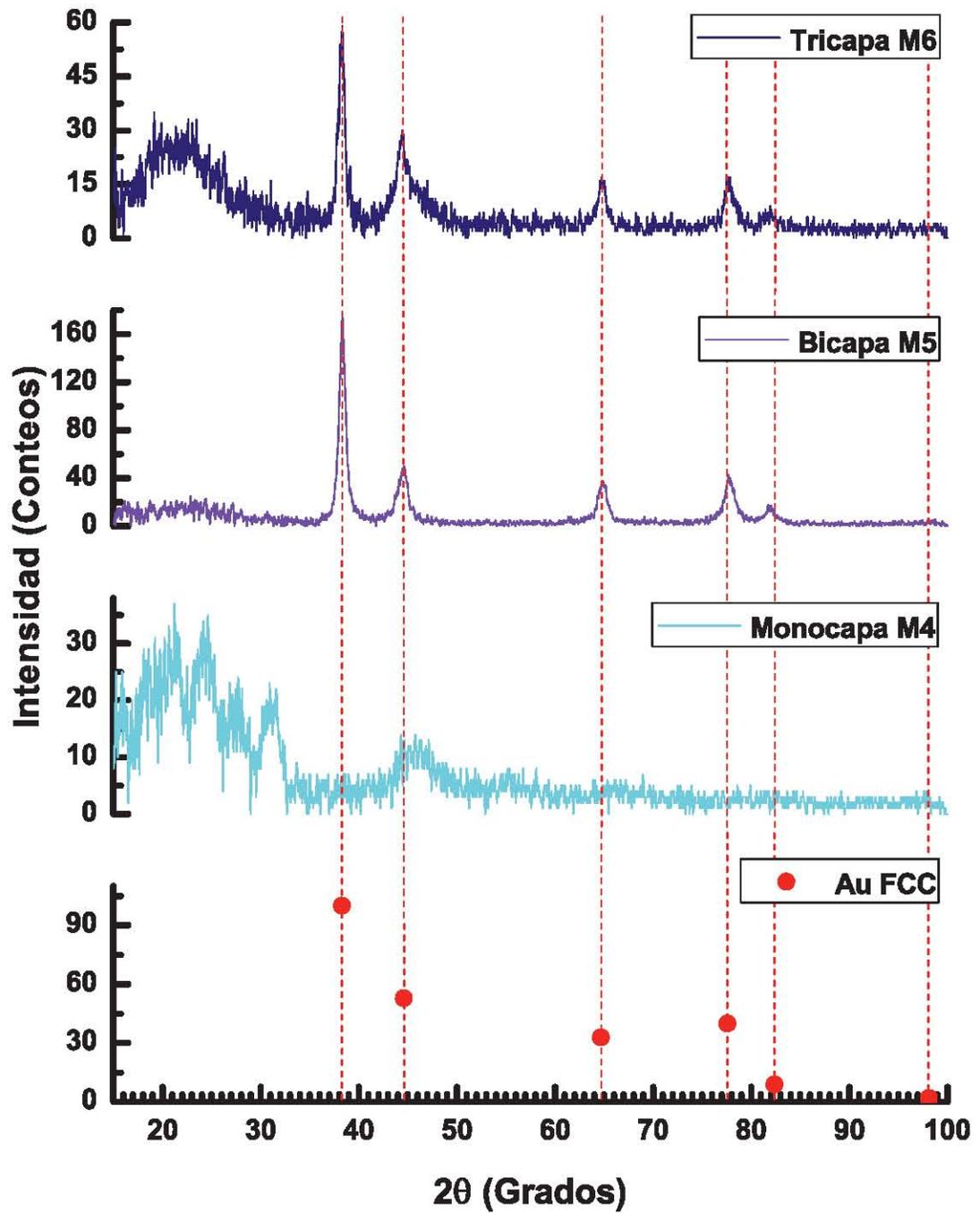


Figura 3.4: Difractogramas obtenidos con la técnica de haz rasante para las muestras M4, M5 y M6, así como las posiciones de los picos de difracción correspondientes a la estructura FCC de Au.

estructura amorfa con precursores para nanocrystalización. El sustrato en M2 tiene estructura amorfa, la capa de oro posee nanocristales más grandes debido a que se acopla la fase nanocrystalina del oro con la fase amorfa del sustrato; en el caso de M5 los nucleadores para la nanocrystalización del sustrato inducen esfuerzos en los nanocristales de oro, esto hace que el diámetro de los nanocristales de oro sea menor en comparación con M2.

La tricapa M6 posee un patrón de difracción en el que se observa la formación de precursores de nanocrystalización de menor tamaño a los que se observan en M4. Al comparar los patrones de difracción de M4 y M6, se puede notar que en M6 también existe la presencia de precursores para la nanocrystalización pero estos son menos evidentes que en M4. La capa de Au en M6 reduce el crecimiento de precursores en el último depósito a base de Vitrovac 6030.

En resumen la monocapa M1 a base de Vitrovac 6030 posee una estructura amorfa, mientras que M4 posee una estructura amorfa pero con la presencia de nucleadores para la nanocrystalización. Los depósitos de Au en las bicapas M2 y M5 (Au / Vitrovac 6030) poseen nanocristales con estructura cristalina cF4. Los nanocristales de Au en M5 son de 11.59 *nm* y en M2 son de 14.24 *nm*. En las tricapas M3 y M6 (Vitrovac 6030 / Au / Vitrovac 6030) el último depósito a base de Vitrovac 6030 se deposita mayoritariamente en estado amorfo.

## **3.2 Microscopía de fuerza atómica**

Se obtuvieron imágenes por microscopía de fuerza atómica de las superficies en cada uno de los depósitos con la finalidad de estudiar su microestructura, topografía, rugosidad y morfología, estas características influyen en las propiedades magnéticas y de transporte en cada sistema. Las imágenes por microscopía de fuerza atómica se

obtuvieron en un microscopio de fuerza atómica modelo Jeol JSPM-4210 con puntas piramidales fabricadas a base de Silicio con longitud de 10 a  $15\mu m$ .

En la Figura 3.5 se muestra la imagen formada por las mediciones de la fase en la monocapa M1. Las mediciones de la fase en las imágenes se relaciona con la distribución de las fuerzas de repulsión y atracción de Van der Waals que ejerce la superficie de la muestra sobre la punta de silicio, una región grande con fuerzas de Van der Waals homogéneas se relaciona con la presencia de granos de mayor tamaño, por el contrario regiones con una distribución inhomogénea en las fuerzas de Van der Waals se asocia a una muestra con granos pequeños.

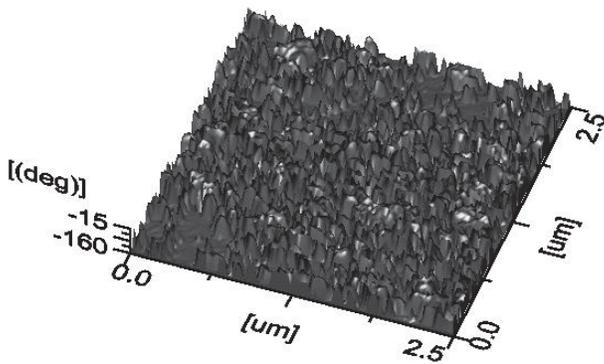


Figura 3.5: MFA correspondiente a la fase en la monocapa M1.

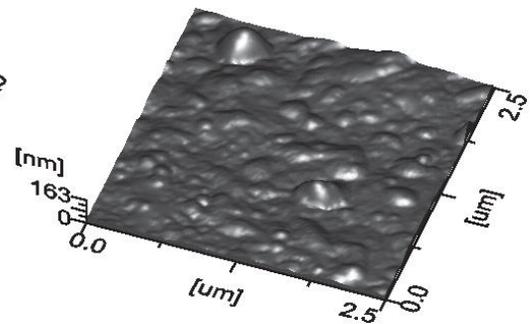


Figura 3.6: MFA correspondiente a la topografía en la monocapa M1.

La Figura 3.5 muestra una distribución homogénea de pequeños granos muy bien definidos. En la Figura 3.6 se muestra una imagen con la topografía de la monocapa M1, se observa un depósito rugoso con la presencia de aglomerados, esto es consecuencia de la formación de los agregados observados en la Figura 3.5 y de la herencia que tiene la superficie del sustrato en el crecimiento del depósito.

En la Figura 3.7 se muestra la imagen formada por las mediciones de la fase en la tricapa M3. La imagen muestra interacciones de Van der Waals bastante

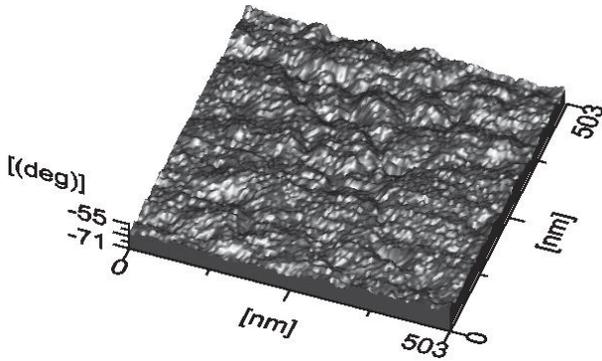


Figura 3.7: MFA correspondiente a la fase en la tricapa M3.

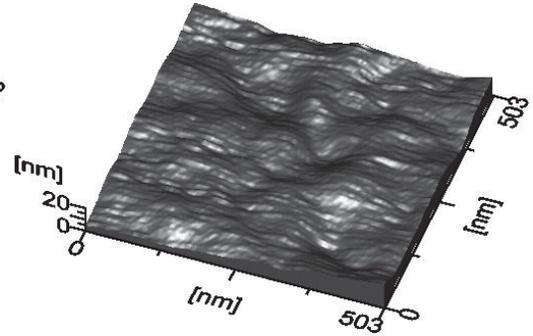


Figura 3.8: MFA correspondiente a la topografía en la tricapa M3.

homogéneas, ésta homogeneidad indica que no existe la presencia de nanocristales o agregados de gran tamaño. En la Figura 3.8 se muestra una imagen con la topografía de la tricapa M3, se observa un depósito con rugosidad menor a los 20 *nm* y la presencia de canales y huecos.

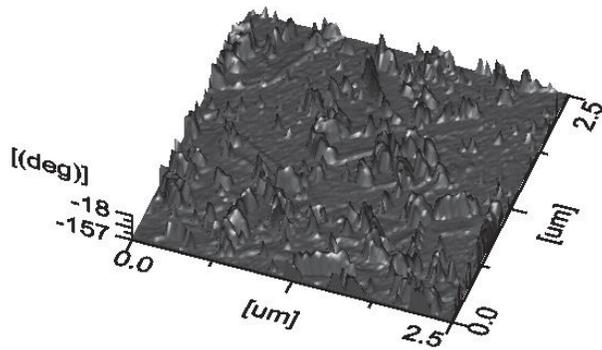


Figura 3.9: MFA correspondiente a la fase en la monocapa M4.

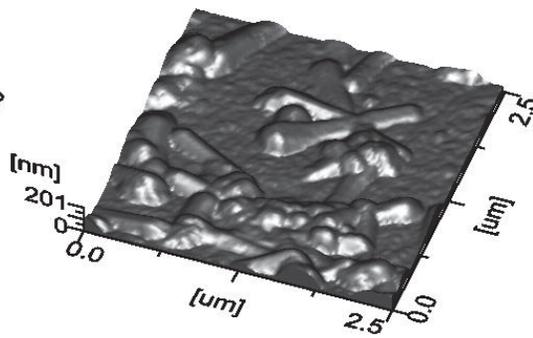


Figura 3.10: MFA correspondiente a la topografía en la monocapa M4.

En la Figura 3.9 se muestra la imagen obtenida en la medición de la fase para la monocapa M4. Existe una distribución no homogénea de las fuerzas de Van der

Waals lo que indica la presencia de pequeños agregados distribuidos de manera no homogénea a diferencia de M1. En la Figura 3.10 se muestra la topografía correspondiente a M4, la distribución no homogénea de agregados produce un depósito rugoso ( $201 \text{ nm}$ ) con la presencia de estructuras complejas bien definidas a diferencia de M1 en la que el depósito es más homogéneo y sin la presencia de estructuras tan complejas. También hay herencia de la superficie del sustrato.

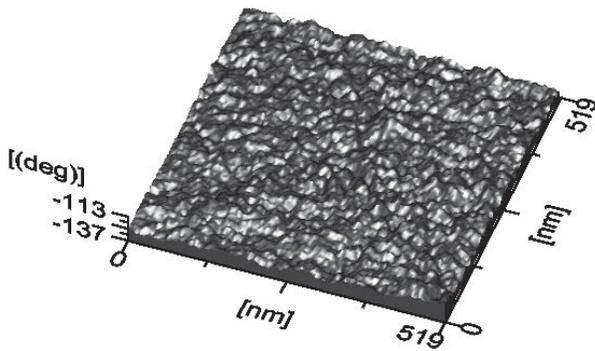


Figura 3.11: MFA correspondiente a la fase en la tricapa M6.

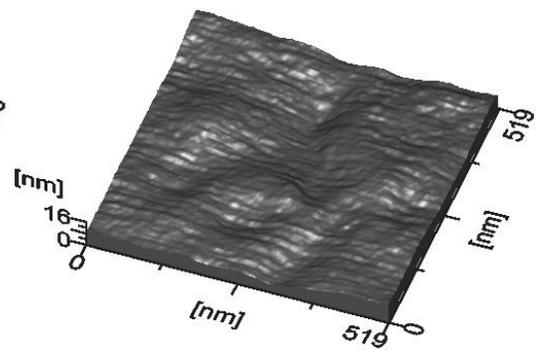


Figura 3.12: MFA correspondiente a la topografía en la tricapa M6.

En la Figura 3.11 se muestra la imagen obtenida en la medición de la fase para la tricapa M6. La distribución no homogénea de las fuerzas de Van der Waals indica la presencia de una microestructura mejor definida que en el caso de M3, el tamaño de los granos es mayor que en M3. En la Figura 3.12 se muestra la topografía correspondiente a M6, al igual que para M3 el depósito presenta una superficie suave con presencia de canales y huecos.

En la Figura 3.13 se muestra la imagen correspondiente a la medición de la fase en la bicapa M5. La distribución de las fuerzas de Van der Waals corresponden a un depósito con una microestructura bien definida, la microestructura está constituida por aglomerados con diámetros que van desde los  $50$  hasta los  $150 \text{ nm}$ . En la

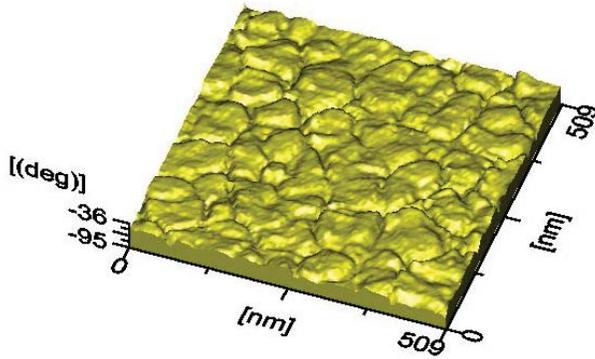


Figura 3.13: MFA correspondiente a la fase en la bicapa M5.

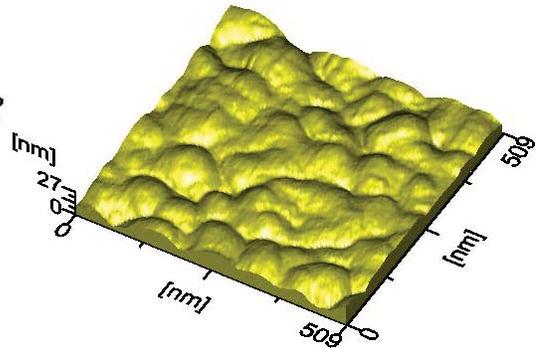


Figura 3.14: MFA correspondiente a la topografía en la bicapa M5.

Figura 3.14 se muestra la topografía correspondiente a la bicapa M5, en éste caso la superficie es rugosa y está formada principalmente por aglomerados.

En resumen, la monocapa M1 presenta una superficie con granos distribuidos de manera homogénea a diferencia de la monocapa M4. El aumento del camino libre medio así como la disminución de las especies que erosionan y se depositan, tienen como consecuencia que las especies que se depositan tengan suficiente energía como para recombinarse en la superficie del sustrato y formar la estructura que se observa. Tanto en M1 como en M4 se observa la presencia de los defectos superficiales del sustrato. En el caso de las tricapas M3 y M6 se observan depósitos más homogéneos que en las monocapas, la diferencia entre ambas es que M6 posee agregados de mayor tamaño que M3. Una gran diferencia entre monocapas y tricapas es que el depósito de las monocapas se realiza sobre vidrio mientras que las tricapas se depositan en oro, esta diferencia modifica la energía que el sustrato absorbe y en consecuencia se modifica la cinética del proceso de depósito, razón por la cual las tricapas son muy parecidas a pesar de las diferencias en las condiciones de depósito. En caso del oro forma pequeños agregados de un tamaño considerablemente mayor a cualquiera de

los otros depósitos, esto coincide con el análisis de rayos X de donde se sabe que el depósito de oro es nanocristalino.

### 3.3 Magnetometría de muestra vibrante

Las mediciones de magnetometría de muestra vibrante se realizaron con un Magnetómetro de Muestra Vibrante Dyna Cool PPMS Quantum. El magnetómetro es capaz de medir la cantidad de momento magnético que hay en un material, la magnetización se calcula posteriormente a partir del momento magnético y el volumen o masa del material. En el caso de los depósitos, es muy complicado conocer la masa de cada muestra por lo que la magnetización se estimó a partir de su volumen aproximado.

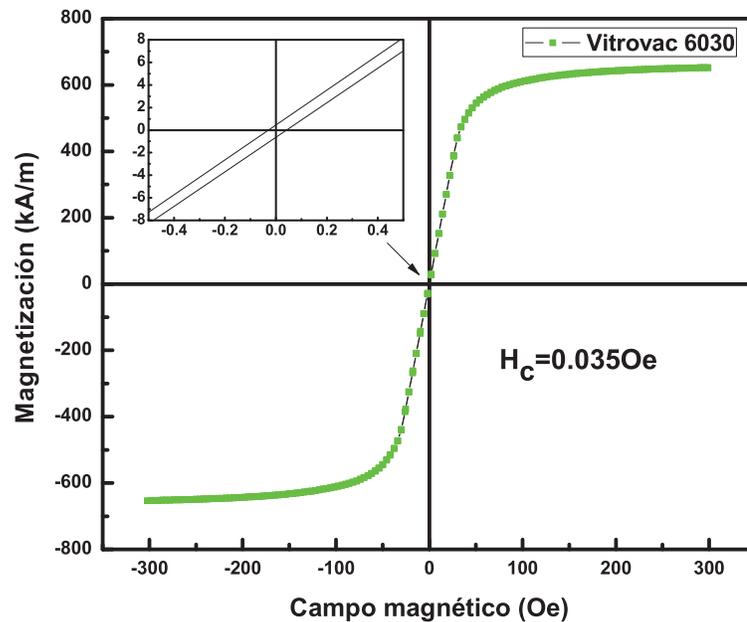


Figura 3.15: Curva de magnetización correspondiente al Vitrovac 6030. El insertado es un aumento en la región de campo magnético cero.

En la Figura 3.15 se muestra la curva de magnetización correspondiente al Vitrovac 6030 en estado *as-cast*. Se observa que es un material ferromagnético suave, posee una magnetización de saturación de  $652 \text{ kA/m}$  así como un campo coercitivo de  $0.035 \text{ Oe}$ . La magnetización de saturación equivale a una inducción magnética de  $0.8193 \text{ T}$  cercana a la que indica el fabricante.

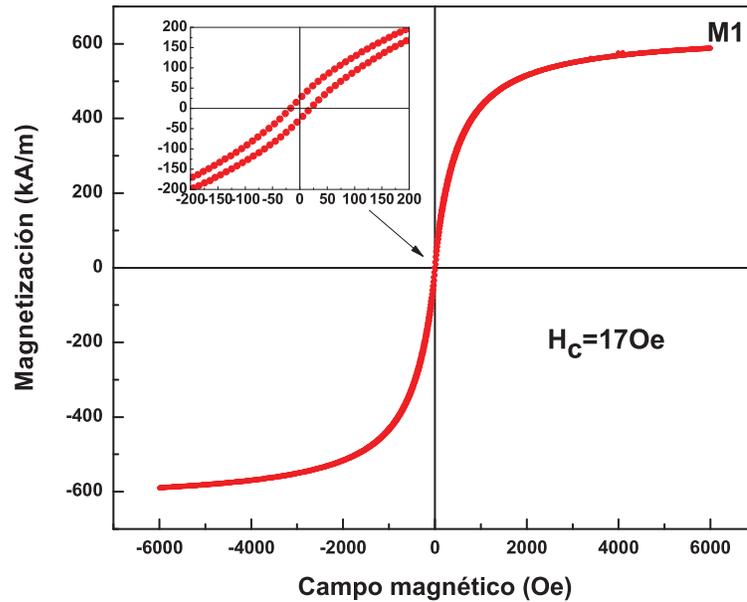


Figura 3.16: Curva de magnetización correspondiente a la monocapa M1. El inserto es un aumento en la región de campo magnético cero.

En la Figura 3.16 se muestra la curva de magnetización obtenida para la monocapa M1. Se observa que la monocapa es un material ferromagnético suave, posee una magnetización de saturación de  $588 \text{ kA/m}$  así como un campo coercitivo de  $17 \text{ Oe}$ .

En la Figura 3.17 se muestra la curva de magnetización obtenida para la tricapa M3. Se observa que la tricapa es ferromagnética suave, posee una magnetización de saturación de  $373 \text{ kA/m}$  así como un campo coercitivo de  $21 \text{ Oe}$ . La forma de las

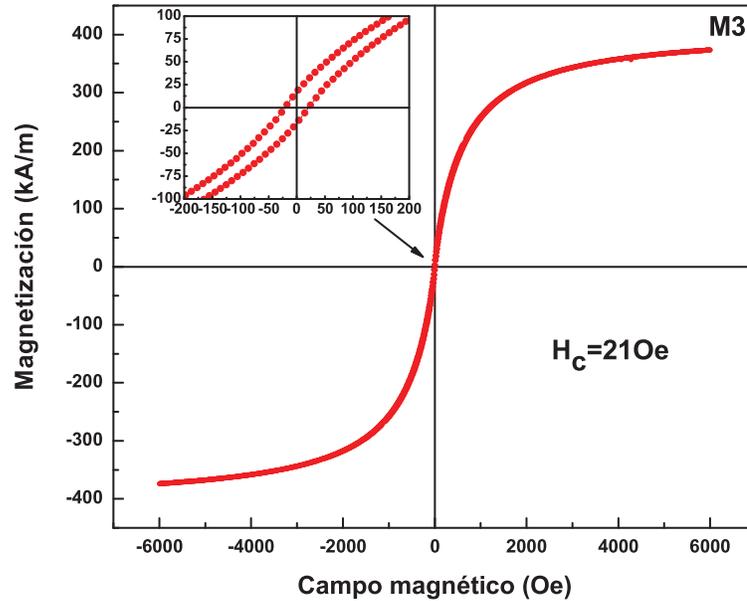


Figura 3.17: Curva de magnetización correspondiente a la tricapa M3. El insertado es un aumento en la región de campo magnético cero.

curvas de magnetización para M1 y M3 indican que los dos sistemas son semejantes desde el punto de vista magnético, ambos son materiales ferromagnéticos suaves que poseen valores altos de momento magnético de saturación así como valores pequeños de campo coercitivo.

El pequeño crecimiento del campo coercitivo de M3 ( $21 Oe$ ) comparado con M1 ( $17.5 Oe$ ) es del 20 %, esto indica una contribución a la anisotropía proveniente de la interfaz entre cada depósito. La interfaz en los depósitos induce una tensión en la estructura magnética de los sistemas, lo que provoca un crecimiento en la anisotropía que afecta directamente al campo coercitivo.

En la Figura 3.18 se muestra la curva de magnetización obtenida para la monocapa M4. Se observa que la monocapa es ferromagnética suave. La curva muestra una magnetización de saturación de  $471 kA/m$  así como un campo coercitivo de tan

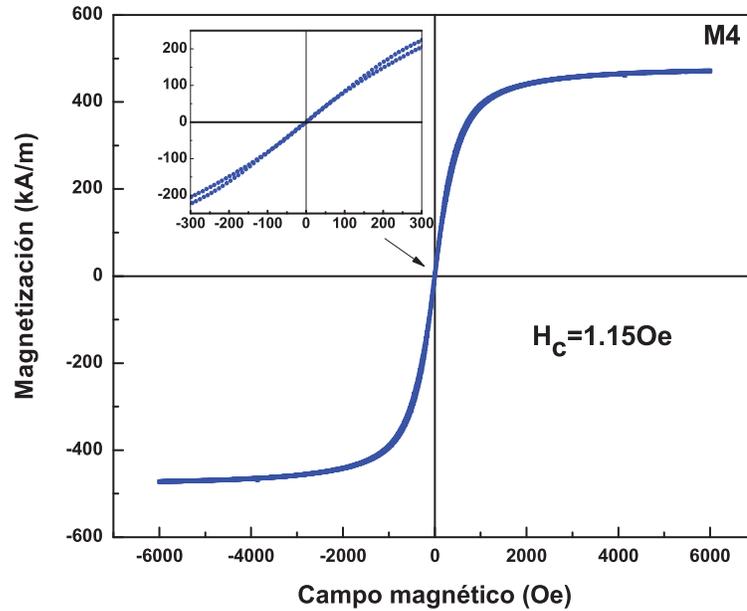


Figura 3.18: Curva de magnetización correspondiente a la monocapa M4. El inserto es un aumento en la región de campo magnético cero.

solo 1.15  $Oe$ .

La suavidad magnética en la monocapa produce un delgado ciclo de histéresis alrededor del origen, también se observa que el ciclo se abre a la derecha e izquierda del origen, esto indica la presencia de dos fases magnéticas.

De acuerdo con los difractogramas de rayos X la monocapa M4 posee nucleadores para la nanocrystalización, esto sugiere la existencia de dos fases magnéticas diferenciadas: nucleadores para nanocrystalización embebidos en una matriz amorfa. La naturaleza ferromagnética de las dos fases estructurales producen la forma de la histéresis para la monocapa M4.

En la Figura 3.19 se muestra la curva de magnetización obtenida para la tricapa M6. La curva muestra una magnetización de saturación de 761  $kA/m$  así como

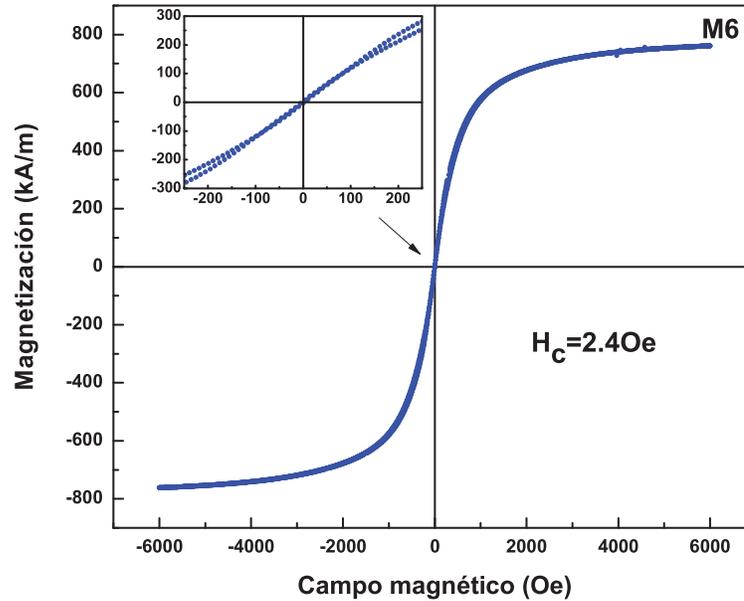


Figura 3.19: Curva de magnetización correspondiente a la tricapa M6. El insertado es un aumento en la región de campo magnético cero.

un campo coercitivo de  $2.4 \text{ Oe}$ . Al igual que en M4 la forma de la histéresis es producto de dos fases magnéticas: precursores para nanocrystalización embebidos en una matriz amorfa.

Los campos coercitivos de M4 ( $1.15 \text{ Oe}$ ) y M6 ( $2.4 \text{ Oe}$ ) son menores en comparación con los de M1 ( $17.5 \text{ Oe}$ ) y M3 ( $21 \text{ Oe}$ ). En el caso de las muestras M4 y M6 que se tratan de materiales con nucleadores para nanocrystalización, la estructura de los depósitos magnéticos produce un relajación de la estructura magnética en la región de la interfaz, esto contribuye a la disminución del campo coercitivo en comparación con M1 y M3. El crecimiento del campo coercitivo de M4 a M6 es del 108 % lo que sugiere que la contribución de la interfaz es más importante en este tipo de depósitos.

En la Figura 3.20 se muestra la curva de magnetización para la bicapa M5, como

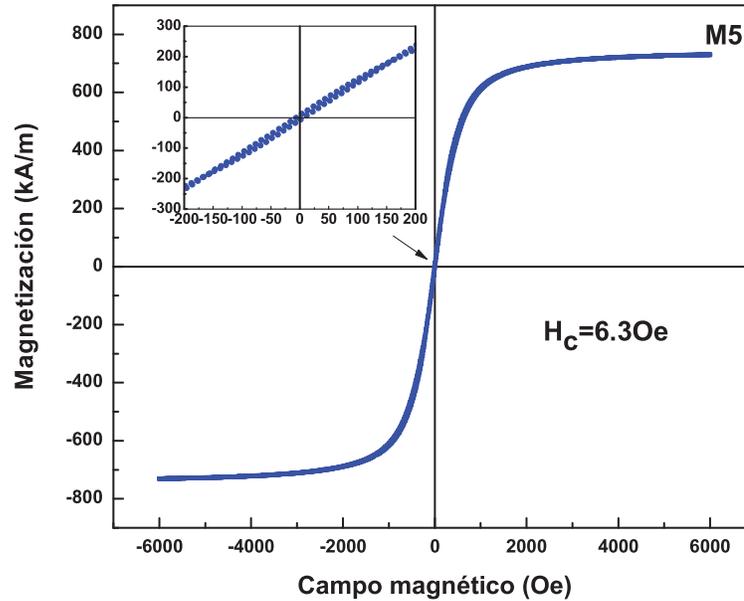


Figura 3.20: Curva de magnetización correspondiente a la bicapa M5. El insertado es un aumento en la región de campo magnético cero.

se puede notar existe una semejanza con la curva de magnetización para M4. Desde el punto de vista magnético el Au tiene un comportamiento diamagnético por lo que no contribuye en la magnetización de M4. El depósito de Au de 50 *nm* sobre M4 genera una anisotropía debido a la interfaz oro/amorfo, la interfaz produce la modificación del campo coercitivo en la muestra.

### 3.4 Magnetoimpedancia

En la Figura 3.21 se muestra la orientación con la que se realizan las mediciones de magnetoimpedancia en la cinta de Vitrovac 6030, se observa la dirección de la corriente, el campo estático y en líneas punteadas las estrías longitudinales características del Vitrovac 6030 creadas durante el proceso de obtención.

En la Figura 3.22 se observa las curvas de magnetoimpedancia obtenidas para el Vitrovac 6030. El efecto de magnetoimpedancia se presenta para frecuencias mayores a 1  $Mhz$  y hasta los 30  $MHz$ , esto indica la presencia de permeabilidad transversal en la cinta. Las curvas de magnetoimpedancia como las que se observan en la Figura 3.22 muestran un comportamiento típico que corresponde a dos picos centrados en  $H = 0$ , en donde la posición de cada pico corresponde al campo de anisotropía magnética de la cinta, el valor del campo de anisotropía es de 18.6274  $Gauss$ .

En la Figura 3.23 se observan las curvas de magnetoimpedancia para la monocapa M1. Las curvas muestran una dispersión bastante grande y no muestran algún comportamiento en particular. Las mediciones se realizaron en el intervalo de frecuencia de 100  $kHz$  a 300  $MHz$ . A diferencia del Vitrovac 6030 la monocapa M1 depositada a partir de la aleación amorfa no presenta efecto de magnetoimpedancia por debajo de los 300  $MHz$ .

El Vitrovac 6030 no tiene una magnetoimpedancia importante por lo que se espera que esta propiedad se herede a las películas delgadas, sin embargo el método de depósito genera cambios en la anisotropía magnética y como consecuencia en el eje

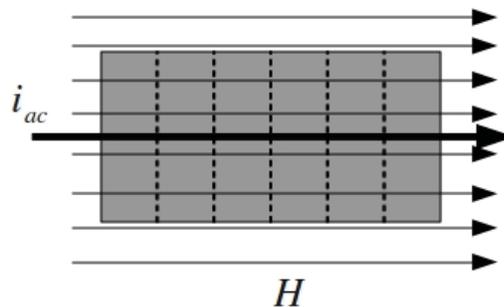


Figura 3.21: Orientación en la que se mide la magnetoimpedancia del Vitrovac 6030.

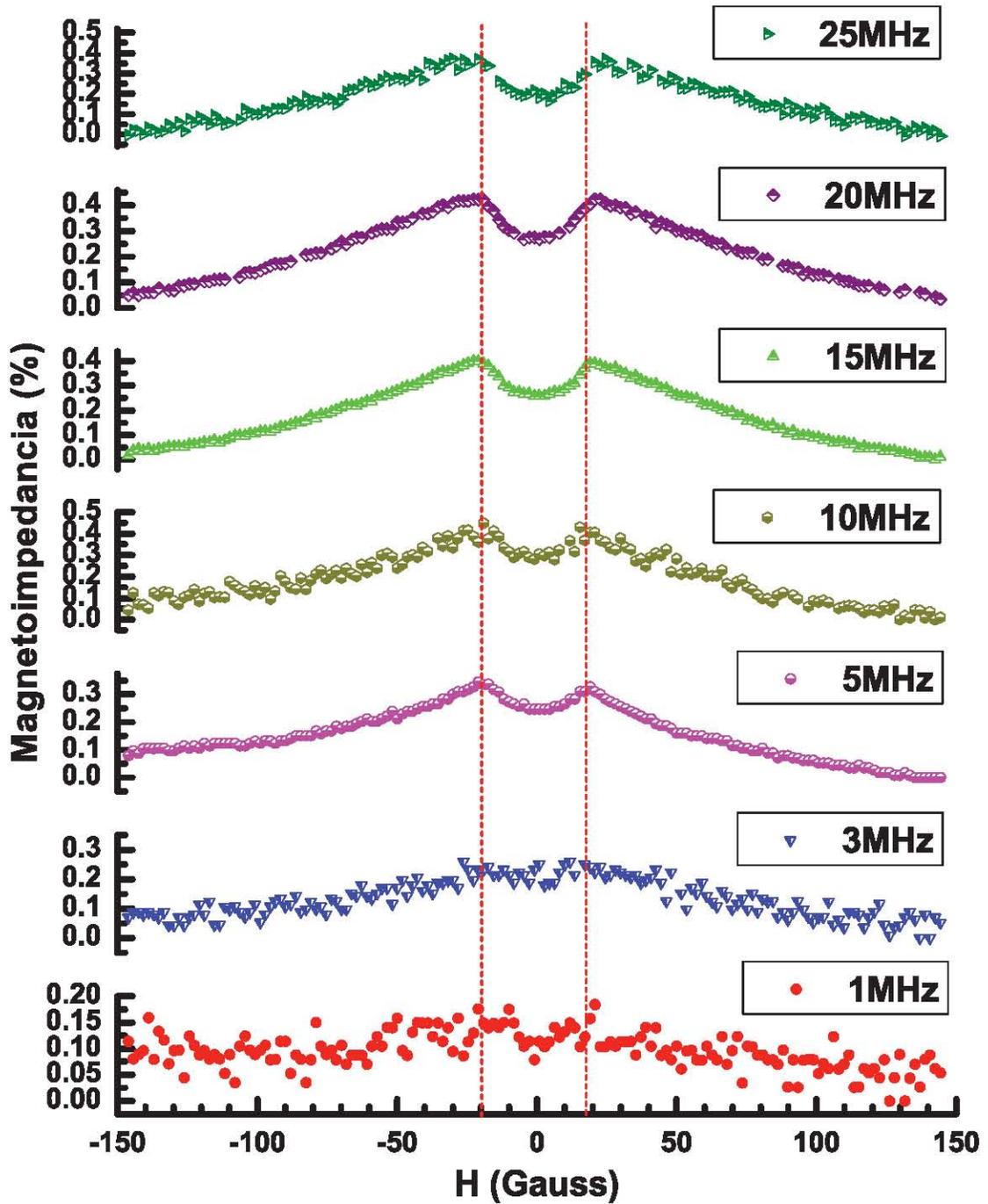


Figura 3.22: Curvas de magnetoimpedancia correspondientes a la cinta de Vitrovac 6030 en estado *as-cast*.

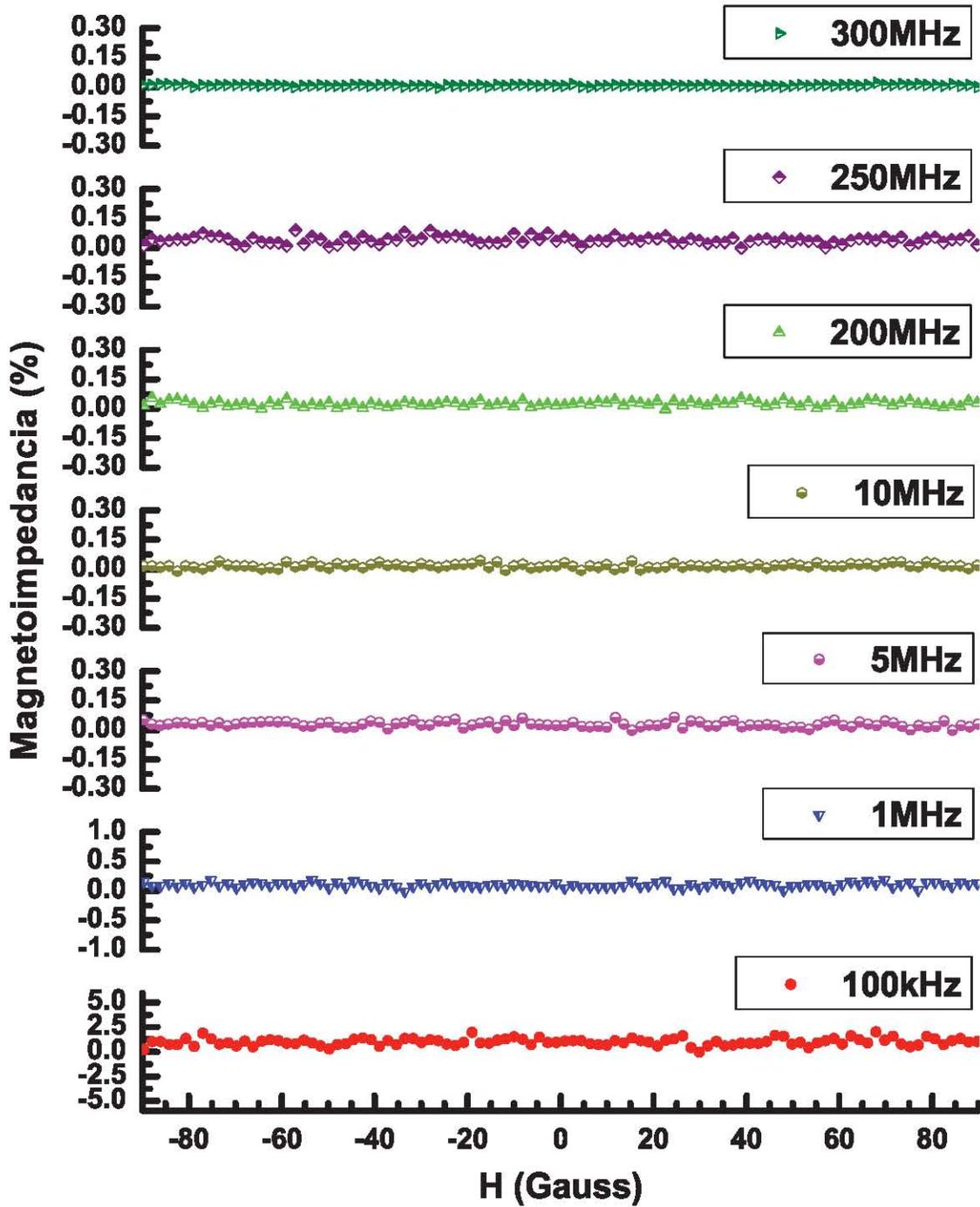


Figura 3.23: Curvas de magnetoimpedancia correspondientes a la monocapa M1.

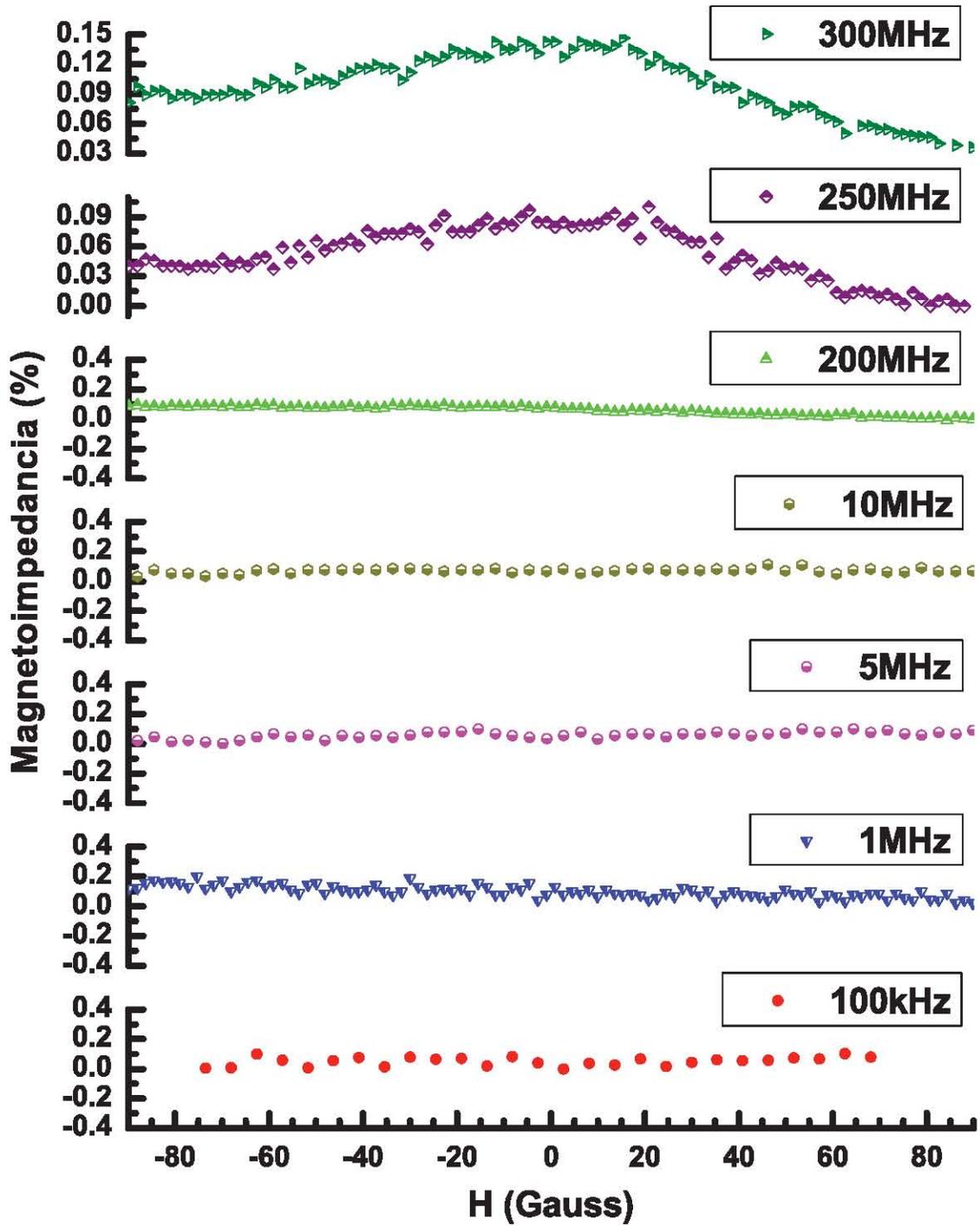


Figura 3.24: Curvas de magnetoimpedancia correspondientes a la tricapa M3.

de fácil magnetización. El efecto de magnetoimpedancia ocurre en películas delgadas con permeabilidad transversal, aparentemente en los depósitos esta permeabilidad es muy pequeña o nula.

El efecto de magnetoimpedancia depende tanto de la naturaleza magnética del material ferromagnético suave, así como de la frecuencia a la que circula la corriente en el material, recientemente se ha reportado el efecto de magnetoimpedancia en sistemas multicapas depositados a partir de aleaciones amorfas en base CoFeB y Ta/Ag/Cu, sin embargo éste efecto se presenta en rangos de frecuencia superiores a los 500  $GHz$  [55].

En la Figura 3.24 se observan las curvas de magnetoimpedancia para la tricapa M3. De la misma forma que sucede con M1, las curvas muestran un comportamiento que no se asocia al efecto de magnetoimpedancia por debajo de los 200  $MHz$ , sin embargo para 250 y 300  $MHz$  aparece una señal con un comportamiento que corresponde a un efecto débil de magnetoimpedancia. Como se esperaba, el depósito de Au en la tricapa modifica la propiedad de transporte magnético de los depósitos a base de Vitrovac 6030, esto se manifiesta con la aparición de una pequeña magnetoimpedancia en M3.

En la Figura 3.25 se observan las curvas de magnetoimpedancia para la monocapa M4. El comportamiento de M4 es igual al de M1, no se presenta magnetoimpedancia en el rango de frecuencia mostrado.

En la Figura 3.26 se observan las curvas de magnetoimpedancia para la tricapa M6. Las curvas obtenidas a 200  $MHz$  y a frecuencias inferiores muestran una dispersión y comportamiento que no es típico del efecto de magnetoimpedancia, sin embargo al igual que sucede con M3, para frecuencias de 250 y 300  $MHz$  hay efecto de magnetoimpedancia. La capa de oro al igual que en M3, produce una modificación en el transporte magnético de la tricapa y el efecto de magnetoimpedancia

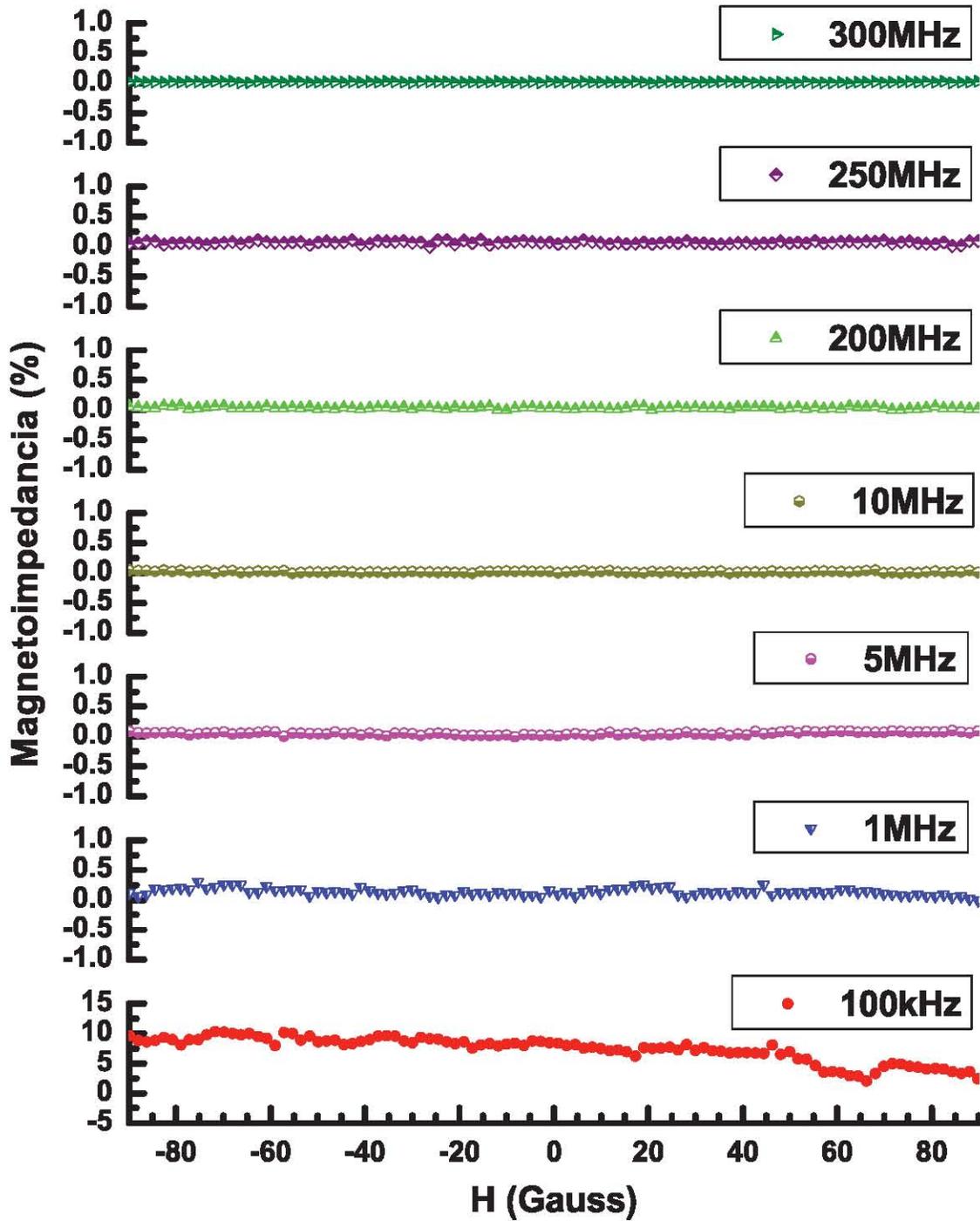


Figura 3.25: Curvas de magnetoimpedancia correspondientes a la monocapa M4.

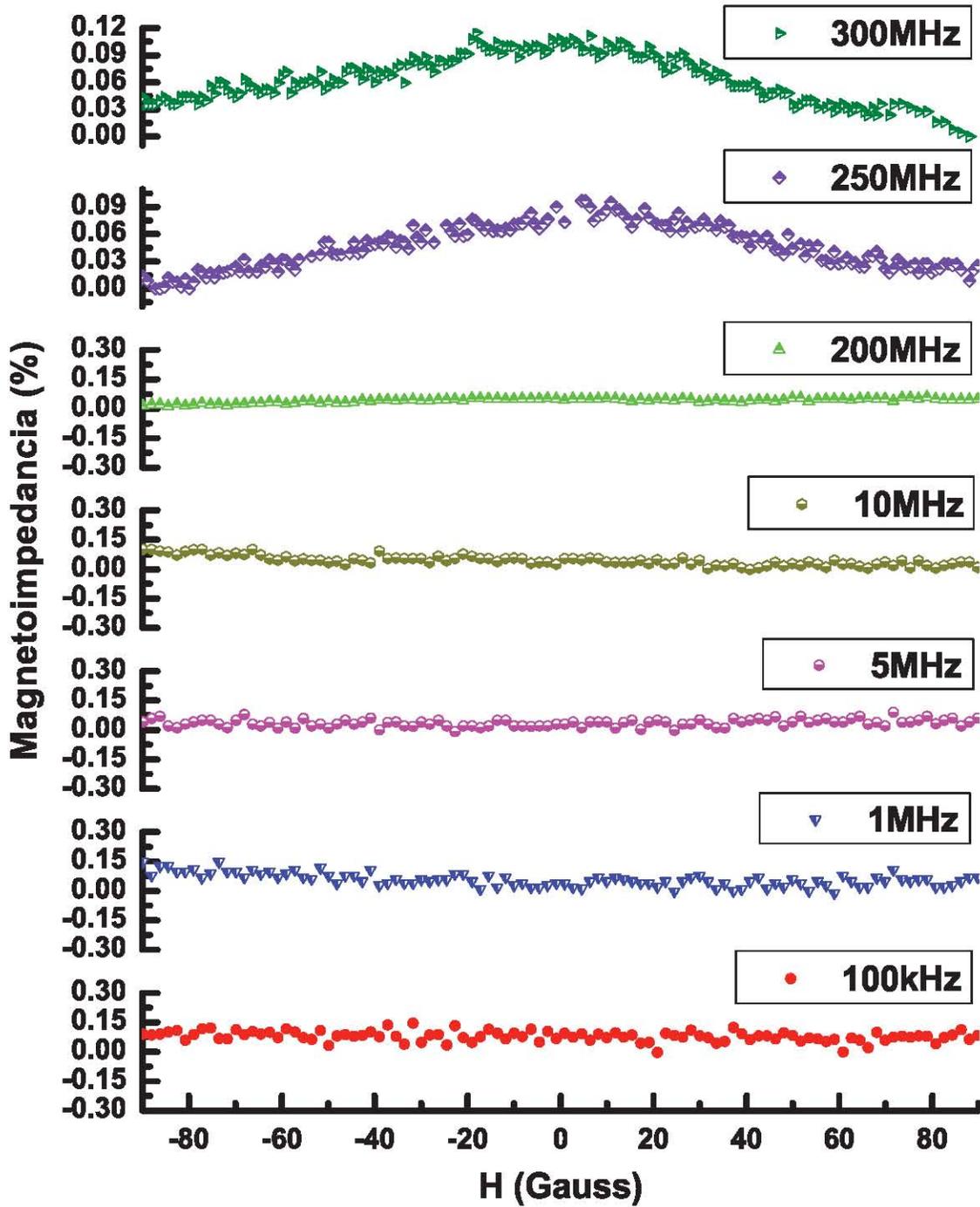


Figura 3.26: Curvas de magnetoimpedancia correspondientes a la tricapa M6.

se presenta.

El efecto de magnetoimpedancia se presenta en el Vitrovac 6030, también en las tricapas a frecuencias superiores y no ocurre en las monocapas. El proceso de depósito, la estructura y materiales que se depositan, modifica las anisotropía del material y con ello la permeabilidad magnética.

### 3.5 Resonancia Ferromagnética

Las espectros de absorción de microondas se obtuvieron en un espectrómetro de resonancia paramagnética electrónica modelo Jeol JES-RE3X modificado, mostrado en la Figura 3.27.



Figura 3.27: Espectrómetro de resonancia paramagnética electrónica.

Las mediciones se realizaron en un intervalo de frecuencia de 8.8 a 9.8  $GHz$  (banda X), en un rango de campo magnético estático (DC) de -1000 a 6000  $Gauss$

en el que se observa tanto la resonancia ferromagnética como la absorción a campo bajo. Se usan potencias de microondas de 1 a 10  $mW$  y ganancias que van de 5 a 790 dependiendo de la amplificación de la absorción de la muestra. Todos los espectros de absorción se obtienen a temperatura ambiente. Las muestras estudiadas poseen dimensiones de 2.5  $mm$  de longitud por 1.5  $mm$  de ancho.

En estudios recientes realizados en películas delgadas y multicapas, se ha comprobado que la forma de línea de los espectros de absorción depende de la orientación del sistema en referencia con el campo magnético DC y la microonda incidente [56, 57]. La interacción entre los espines del material, campo magnético y microonda depende de la anisotropía de la película delgada o multicapa, modificando la forma de línea del espectro de absorción.

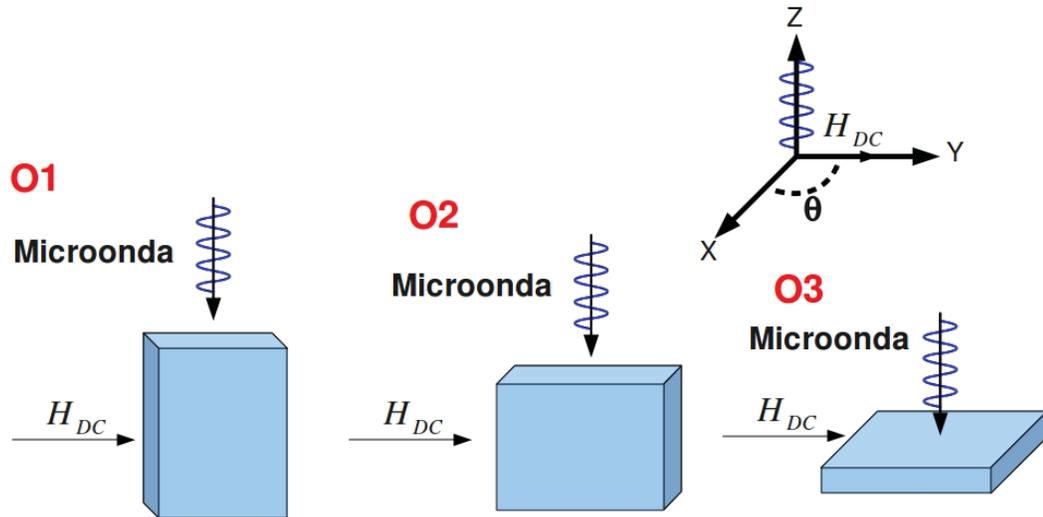


Figura 3.28: Representación de las geometrías de medición. Se muestran los tres tipos de orientaciones con que se analizó a cada depósito.

Las mediciones se realizaron en tres orientaciones diferentes de medición y en cada una se varió el ángulo de incidencia entre el campo estático y la superficie

de la muestra ( $\theta$ ), las tres orientaciones y la rotación angular permiten un mejor análisis de la muestra, las orientaciones están representadas en la Figura 3.28. En la orientación 1 (O1) el campo DC incide sobre el plano de la superficie paralelo al eje menor. En la orientación 2 (O2) el campo DC incide en el plano de la superficie paralelo al eje mayor. En la orientación 3 (O3) la microonda incide de forma normal al plano de la superficie, mientras que el campo DC incide sobre el plano de la

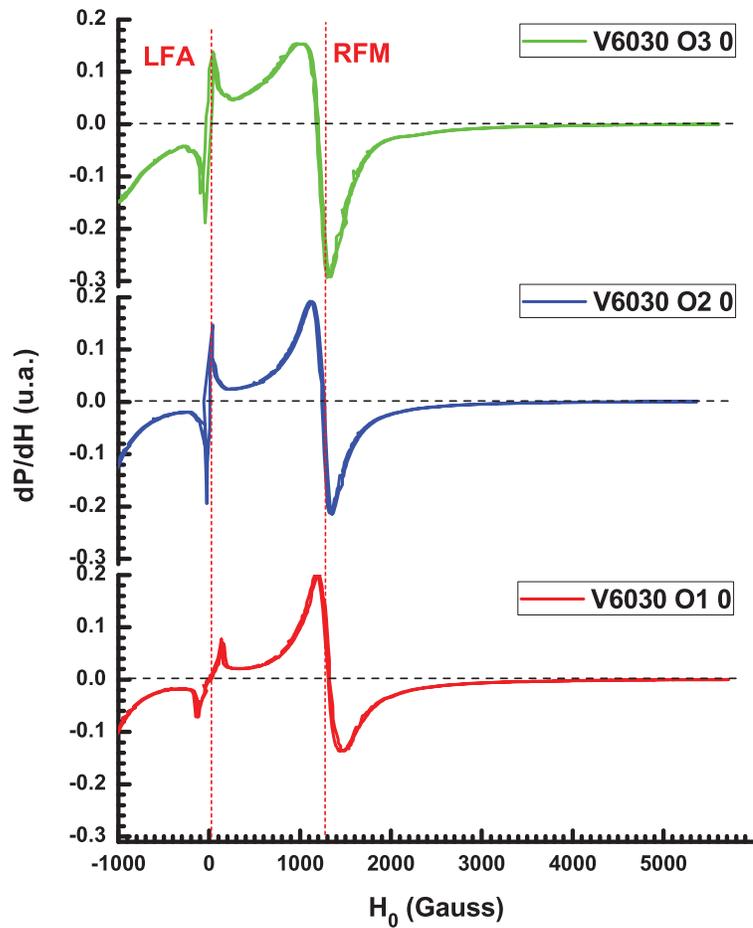


Figura 3.29: Espectros de absorción a campo bajo y de resonancia ferromagnética correspondientes a la cinta de Vitrovac 6030 en las orientaciones 1, 2 y 3.

superficie paralelo al eje mayor. La rotación en cada orientación se hace alrededor del eje paralelo a la incidencia de la microonda.

En la Figura 3.29 se muestran los espectros de absorción a campo bajo y de resonancia ferromagnética correspondientes a la cinta de Vitrovac 6030 en estado *as-cast* en las orientaciones 1, 2 y 3 a cero grados, en las tres orientaciones se han mantenido los mismos parámetros de medición.

Las aleaciones ricas en cobalto se caracterizan por tener una magnetostricción negativa y pequeña que favorece la existencia de un eje de fácil magnetización transversal a la cinta, mientras que el hierro posee una magnetostricción positiva y grande lo que favorece la existencia de un eje de fácil magnetización longitudinal a la cinta. La combinación de cobalto y hierro producen un eje de fácil magnetización transversal.

En el caso presente en el que se analiza el Vitrovac 6030, la orientación 1 coincide cuando el campo DC se aplica en la dirección de difícil magnetización, entonces para saturar al material se requiere un campo magnético de mayor intensidad ( $H_{res} = 1317.3272 \text{ Gauss}$ ). La orientación 2 coincide cuando el campo DC se aplica en la dirección de fácil magnetización, por eso se requiere de un campo magnético de menor intensidad para magnetizar al material ( $H_{res} = 1268.226 \text{ Gauss}$ ).

En la Tabla 3.1 se muestran los parámetros principales de los espectros de resonancia ferromagnética correspondientes a la cinta de Vitrovac 6030 en estado *as-cast*. La diferencia del  $H_{res}$  entre la orientación 1 y 2 a cero grados es de  $49.1012 \text{ Gauss}$ , mientras que para la orientación 3 a 0 y 90 grados es de  $58.4028 \text{ Gauss}$ . Debido a que el campo de resonancia es proporcional al campo de anisotropía y a que el cambio entre la orientación 1 y 2 solo afecta a la anisotropía de la cinta, el valor de  $H_{res}$  menor en la orientación 2 confirma que la cinta presenta una anisotropía en el plano y que el eje de fácil magnetización es transversal. El ancho de línea  $\Delta H_{LFS}$

| Orientación | Ángulo (Grados) | $H_{res}$ (Gauss) | $\Delta H_{pp}$ (Gauss) | $\Delta H_{LFS}$ (Gauss) |
|-------------|-----------------|-------------------|-------------------------|--------------------------|
| O1          | 0               | 1317.3272         | 264.5455                | 138.7058                 |
| O1          | 45              | 2426.2239         | 461.8652                | 251.9693                 |
| O1          | 60              | 3610.6903         | 615.6778                | 384.926                  |
| O2          | 0               | 1268.226          | 216.6955                | 41.257                   |
| O2          | 45              | 1565.7922         | 278.2584                | 50.2166                  |
| O2          | 60              | 2541.2166         | 530.8526                | 77.7467                  |
| O3          | 0               | 1212.493          | 264.4633                | 38.6186                  |
| O3          | 90              | 1270.8958         | 193.7748                | 145.2788                 |

Tabla 3.1: Parámetros característicos del espectro de absorción de microondas correspondientes a la cinta de Vitrovac 6030 en estado *as-cast*.

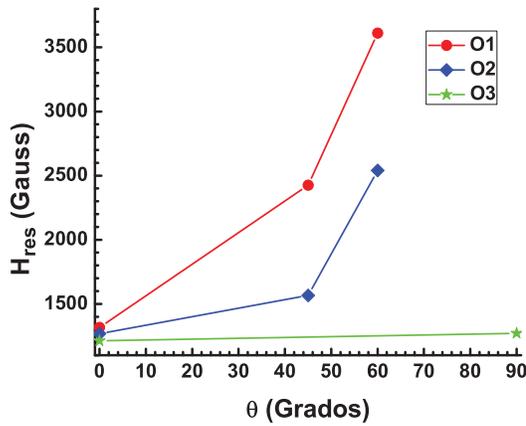


Figura 3.30: Campo de resonancia medido en el Vitrovac 6030.

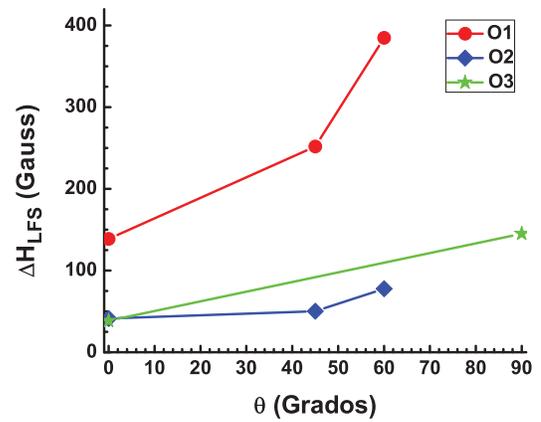


Figura 3.31: Ancho de línea de la LFA medido en el Vitrovac 6030.

para la orientación 2 a cero grados en la cinta es de 41.257 *Gauss*, este valor se aproxima a la anisotropía del sistema [53]. Las Figuras 3.30 y 3.31 muestran los datos de la Tabla 3.1 graficados.

En la Figura 3.32 se muestran los espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la monocapa M1 en la orientación 1. En los espectros de absorción extendidos se obtiene tanto la absorción a campo bajo como la resonancia ferromagnética. En la figura claramente se observa como se modifica la absorción a campo bajo al variar el ángulo de incidencia del campo magnético estático, esto se debe al cambio de la anisotropía del material con respecto al campo DC; también se observa como se desacopla la LFA de la RFM<sub>1</sub> cuando el ángulo de incidencia crece.

Para las orientaciones a 0, 20, 45 y 60 grados los parámetros de medición son los mismos incluyendo la ganancia de 500, en cambio para las orientaciones a 75 y 90 grados se ha incrementado la ganancia a 790. La ganancia es un parámetro que amplifica la señal de absorción de microondas, en éste caso se ha usado para verificar la existencia de una pequeña señal de resonancia que se observa más claramente a los 75 y 90 grados cercana a los 3000 *Gauss*.

La resonancia observada de 0 a 60 grados (RFM<sub>1</sub>) corresponde al material depositado mientras que la resonancia observada más claramente a los 75 y 90 grados (RFM<sub>2</sub>) es una señal de resonancia asociada a la interfaz sustrato-depósito. Los espectros de absorción en este caso son resultado de la convolución de las resonancias RFM<sub>1</sub> y RFM<sub>2</sub>, que a los 75 y 90 grados se desacoplan debido a que presentan un comportamiento de anisotropía de forma diferente y en consecuencia formas de absorción distintas. La señal de resonancia RFM<sub>1</sub> a 75 y 90 grados no es observable debido a que estas direcciones son de difícil magnetización. El estado de magnetización de saturación es una condición necesaria para que se origine una señal de resonancia ferromagnética. Los espines requieren de una mayor energía para que

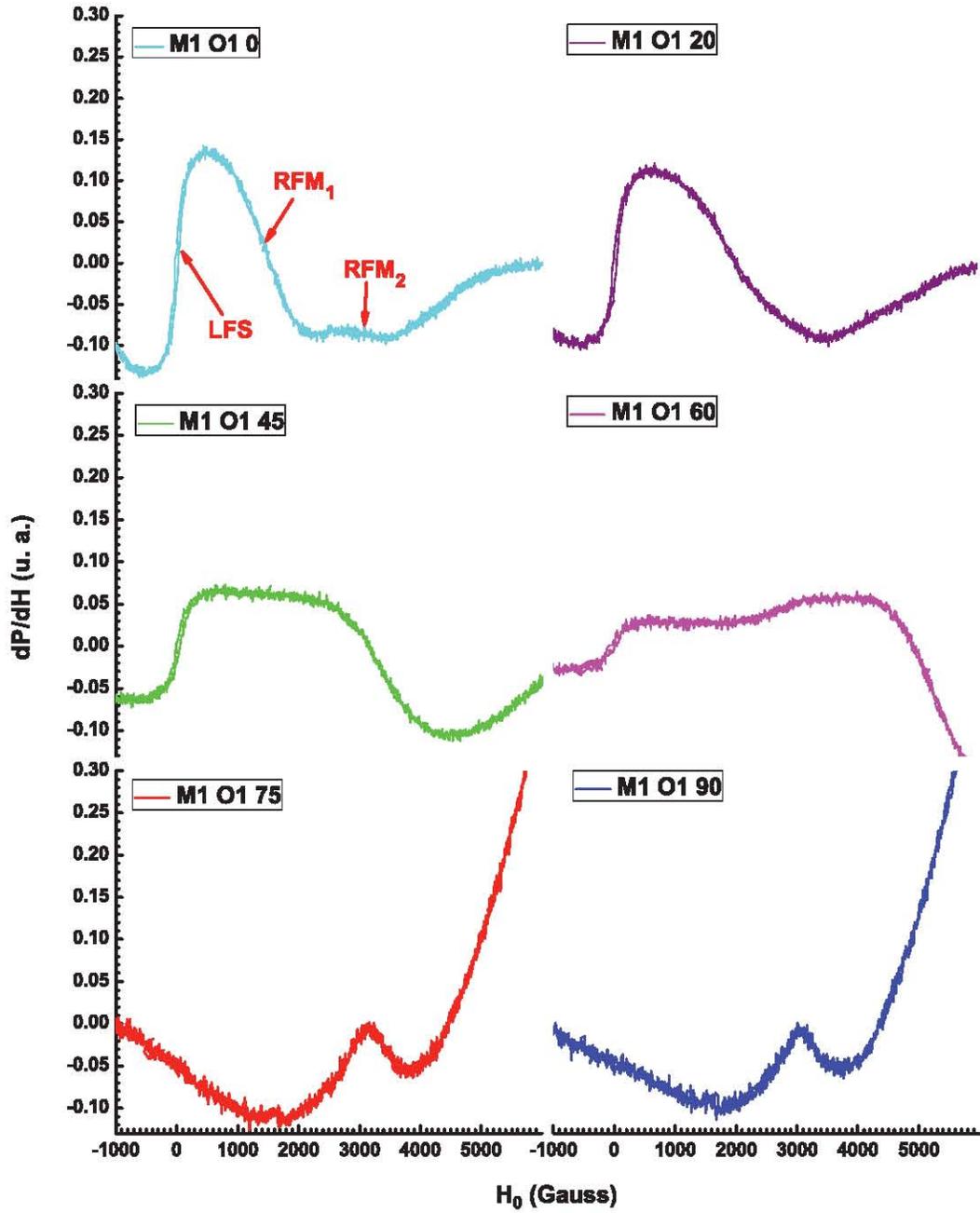


Figura 3.32: Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la monocapa M1 en la orientación 1 en función del ángulo de incidencia del campo estático.

haya una magnetización de saturación por lo que a 75 y 90 grados se requiere de un campo estático mayor a los 6000 *Gauss*. La ausencia de  $\text{RFM}_1$  a 75 y 90 grados permite observar el comportamiento de la resonancia  $\text{RFM}_2$ . Un análisis que se realiza para obtener las señales de resonancia  $\text{RFM}_1$  y  $\text{RFM}_2$  por separado requiere una deconvolución de los espectros de resonancia [58].

El comportamiento del espectro de absorción en la orientación 1 se repite para la orientación 2. En la Figura 3.33 se muestran los espectros de absorción para la

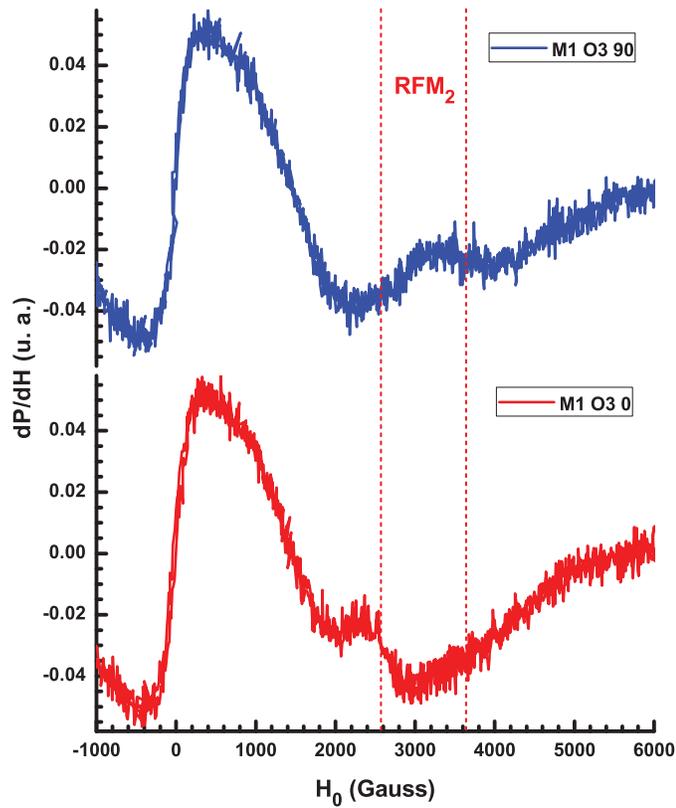


Figura 3.33: Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la monocapa M1 en la orientación 3 en función del ángulo de incidencia del campo estático.

orientación 3 a 0 y 90 grados. La diferencia de los campos de resonancia a 0 y 90 grados en la orientación 3 establece que el depósito posee una pequeña anisotropía magnética en el plano. La anisotropía del Vitrovac 6030 y el depósito M1 es diferente; la cinta posee una anisotropía magnética inducida por el enfriamiento ultra-rápido, mientras que en la monocapa M1 el proceso de depósito reduce los esfuerzos pero se origina una anisotropía debida a la interfaz. La variación de la posición en la señal  $\text{RFM}_2$  se debe a la anisotropía de forma, que es diferente a la del resto del depósito.

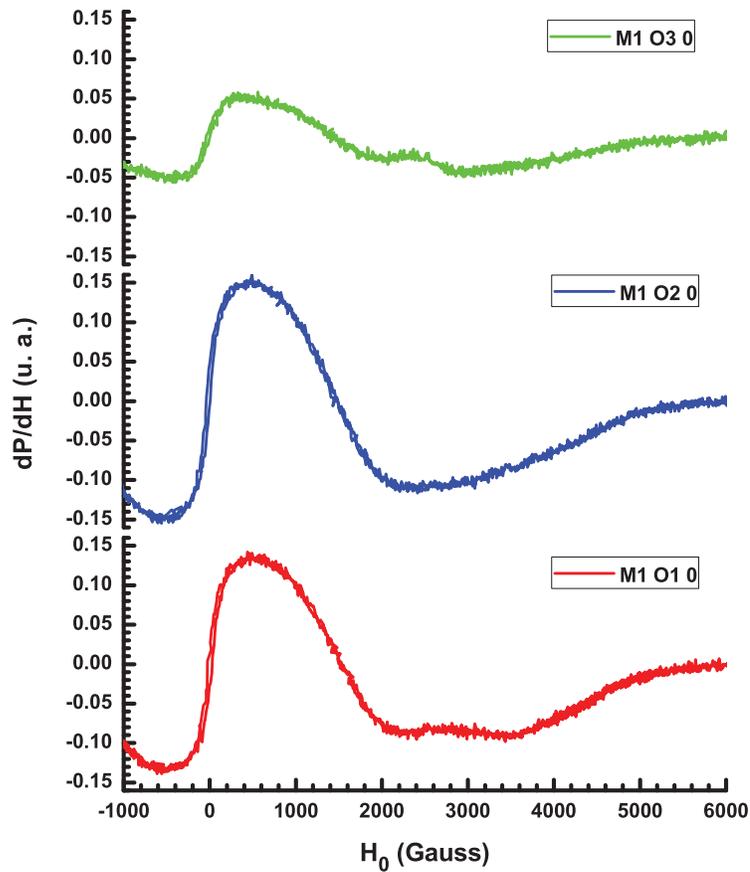


Figura 3.34: Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la monocapa M1 en las orientaciones 1, 2 y 3.

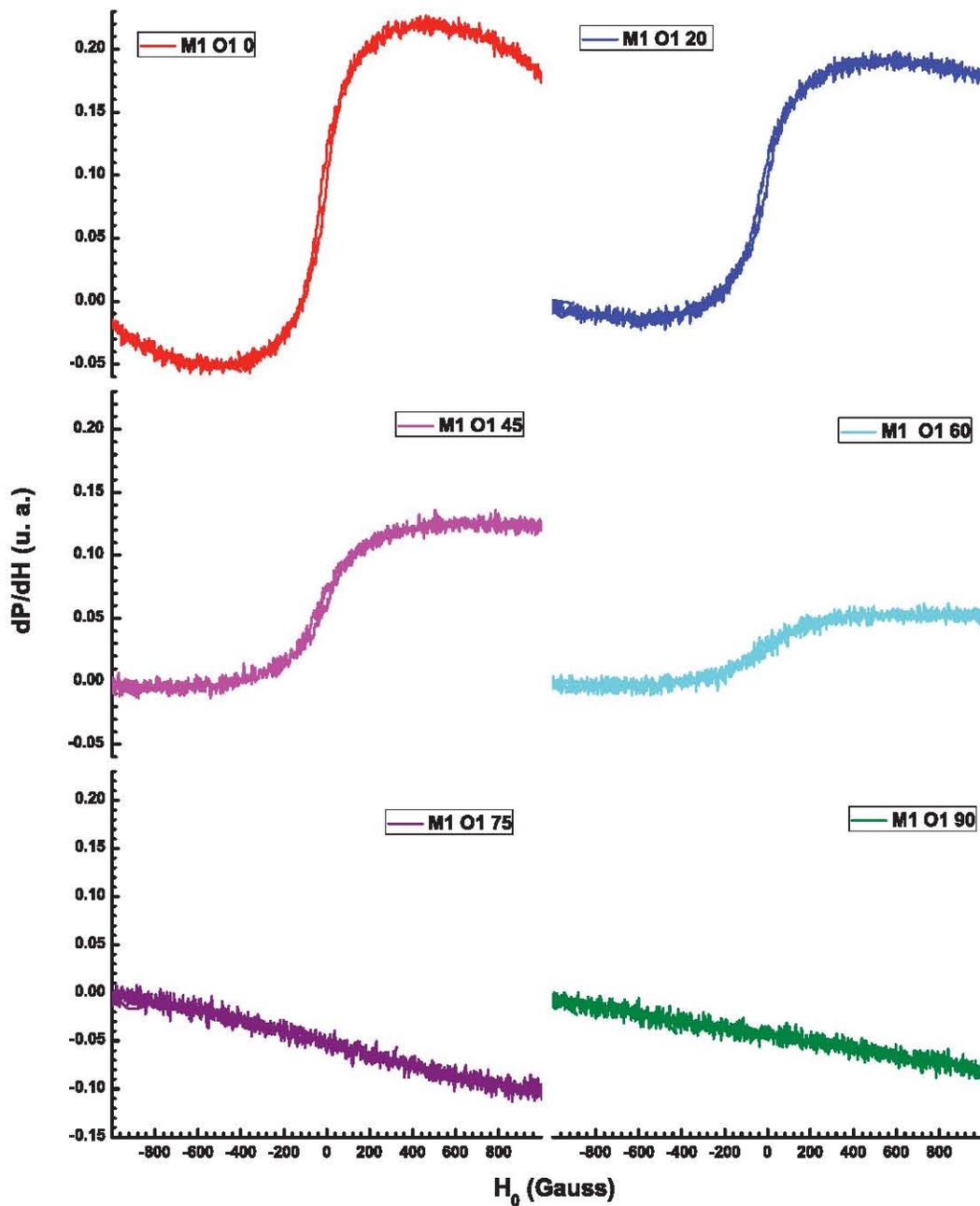


Figura 3.35: Espectros de absorción a campo bajo correspondientes a la monocapa M1 en la orientación 1 en función del ángulo de incidencia del campo estático.

En la Figura 3.34 se muestran los espectros de absorción correspondientes a las orientaciones 1, 2 y 3 a cero grados. La forma de línea casi idéntica en la orientación 1 y 2 confirma que el depósito tiene un menor campo de anisotropía que la cinta.

En la Figura 3.35 se muestran los espectros de absorción a campo bajo de la muestra M1 en la orientación 1. La absorción a campo bajo se hace más ancha y menos intensa conforme se incrementa el ángulo de incidencia entre el campo estático y la superficie de la muestra. La forma de línea de la señal a campo bajo

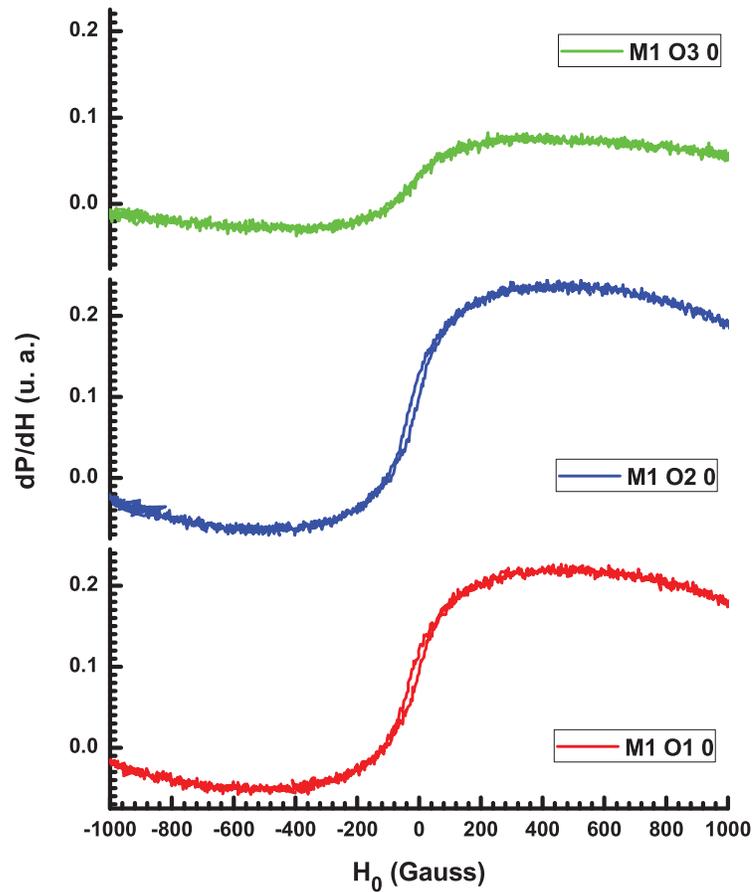


Figura 3.36: Espectros de absorción a campo bajo correspondientes a la monocapa M1 en las orientaciones 1, 2 y 3.

se modifica debido a que la anisotropía del sistema tiene un fuerte contribución de la anisotropía de forma.

En la Figura 3.36 se muestran los espectros de absorción a campo bajo de la muestra M1 en las orientaciones 1, 2 y 3 a cero grados. Se observa que la LFA es igual en la orientación 1 y 2, mientras que en la orientación 3 cambia el ancho, lo que indica que las orientaciones 1 y 2 son iguales y por lo tanto no hay una orientación preferencial en el plano.

| Orientación | Ángulo (Grados) | $H_{res}$ (Gauss) | $\Delta H_{pp}$ (Gauss) | $\Delta H_{LFS}$ (Gauss) |
|-------------|-----------------|-------------------|-------------------------|--------------------------|
| O1          | 0               | 1530.5733         | 1442.6317               | 67.0522                  |
| O1          | 20              | 2221.9279         | 2727.7728               | 72.0171                  |
| O1          | 45              | 3188.2989         | 2183.9853               | 77.9442                  |
| O1          | 60              | 5128.4773         | ---                     | ---                      |
| O2          | 0               | 1491.5539         | 1534.9744               | 76.4618                  |
| O2          | 45              | 3052.0128         | 2062.5139               | 81.7258                  |
| O3          | 0               | 1478.3941         | 1389.9018               | 89.677                   |
| O3          | 90              | 1499.3123         | 1599.5999               | 96.8529                  |

Tabla 3.2: Parámetros característicos del espectro de absorción de microondas correspondientes a la monocapa M1.

En la Tabla 3.2 se muestran los parámetros principales de los espectros de resonancia ferromagnética correspondientes a la monocapa M1. La diferencia entre el campo de resonancia a cero grados en la orientación 1 y 2 es de 39.0194 *Gauss*, mientras que para la orientación 3 a 0 y 90 grados es de 20.9289 *Gauss*, esto confirma que el depósito ha reducido la anisotropía en el plano. La pequeña diferencia en el ancho de línea  $\Delta H_{LFS}$  entre la orientación 1 y 2 es de apenas 9.4096 *Gauss*, esto indica que en el plano del depósito la anisotropía magnética varía muy poco, por lo que el eje de fácil magnetización de la cinta de Vitrovac 6030 cambió. Las Figuras

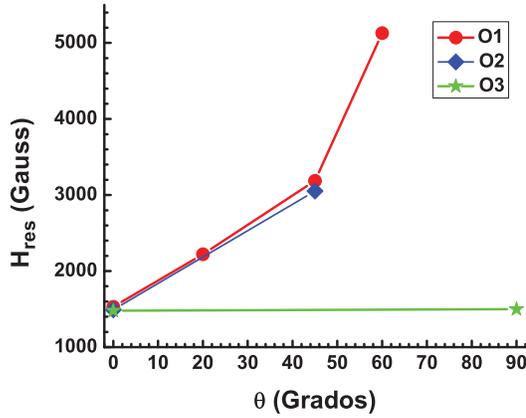


Figura 3.37: Campo de resonancia medido en la monocapa M1.

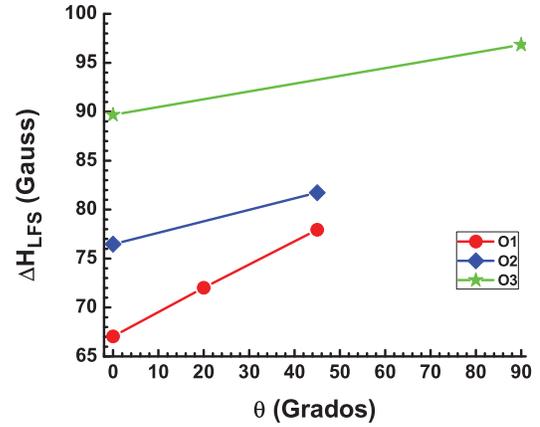


Figura 3.38: Ancho de línea de la LFA medido en la monocapa M1.

3.37 y 3.38 muestran los datos de la Tabla 3.2 graficados.

Al comparar los espectros de absorción a campo bajo para la monocapa M1 (Figura 3.34) y la cinta de Vitrovac 6030 (Figura 3.29), se hace evidente que el proceso de depósito modifica por completo la forma de línea y en consecuencia las propiedades magnéticas de la cinta original. La cinta de Vitrovac 6030 dada su composición química y proceso de obtención posee una anisotropía transversal, a diferencia de la monocapa en la que se ha eliminado la anisotropía debida al método de obtención y donde se presenta la anisotropía debida a la interfaz.

Al comparar las Tablas 3.1 y 3.2 se puede concluir que la monocapa M1 ya no conserva el eje de fácil magnetización transversal del Vitrovac 6030 razón por la cual se modifica la absorción a campo bajo. La anisotropía de forma es mucho más importante en la monocapa M1 que en la cinta de Vitrovac 6030. En M1 además de la anisotropía de forma existe una contribución de la interfaz a la anisotropía total del sistema. El valor para  $\Delta H_{pp}$  crece en la monocapa en comparación con la cinta debido a la fuerte anisotropía de forma y a la contribución de la interfaz.

En la Tabla 3.3 se muestran los valores representativos de los espectros de absorción correspondientes a la bicapa M2 en la orientación 1. La bicapa está conformada por oro que al ser un material diamagnético no contribuye magnéticamente a la resonancia ferromagnética ni a la absorción a campo bajo, sin embargo contribuye a la anisotropía debido a la generación de una nueva interfaz que se confirma en el incremento del campo de resonancia. Las Figuras 3.39 y 3.40 muestran los datos de la Tabla 3.3 graficados.

| Orientación | Ángulo (Grados) | $H_{res}$ (Gauss) | $\Delta H_{pp}$ (Gauss) | $\Delta H_{LFS}$ (Gauss) |
|-------------|-----------------|-------------------|-------------------------|--------------------------|
| O1          | 0               | 1731.5575         | 1958.4908               | 55.7945                  |
| O1          | 45              | 2734.2649         | 2821.0158               | 68.8177                  |

Tabla 3.3: Parámetros característicos del espectro de absorción de microondas correspondientes a la bicapa M2.

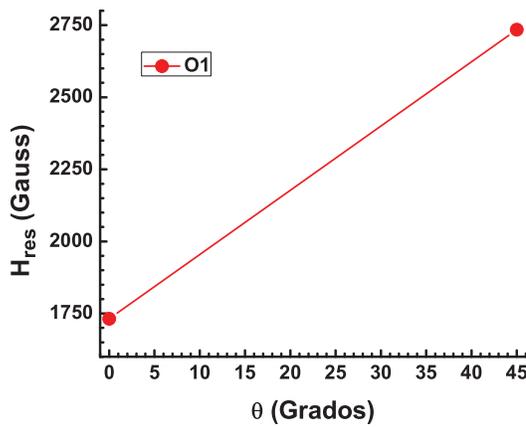


Figura 3.39: Campo de resonancia medido en la bicapa M2.

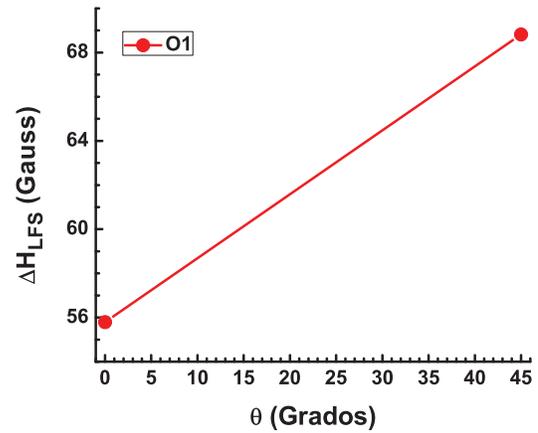


Figura 3.40: Ancho de línea de la LFA medido en la bicapa M2.

En la Figura 3.41 se muestran los espectros de absorción de microondas correspondientes a la tricapa M3 en la orientación 1, se incluyen dos mediciones para

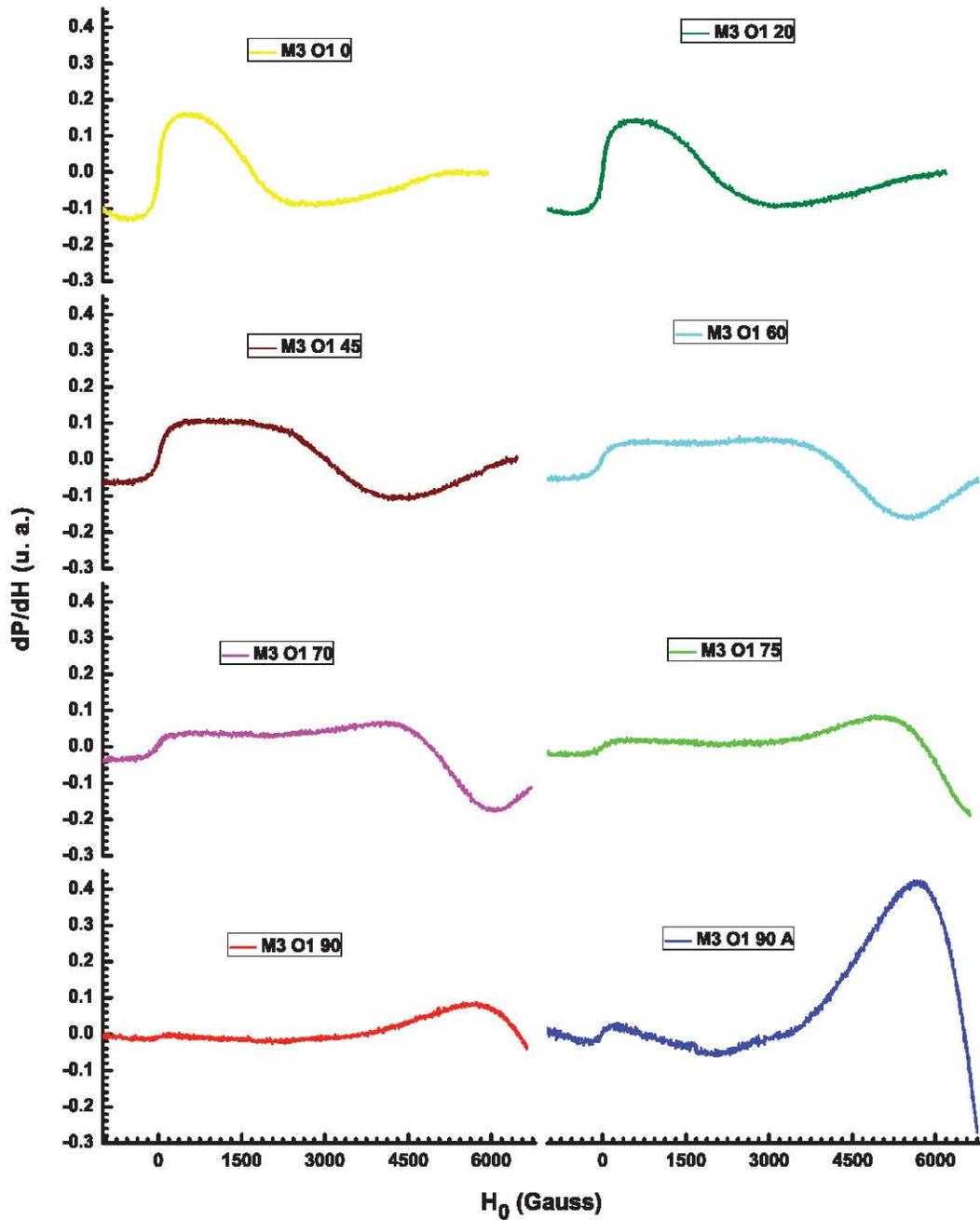


Figura 3.41: Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la tricapa M3 en la orientación 1 en función del ángulo de incidencia del campo estático.

la absorción a 90 grados, se ha incrementado la ganancia a 790 y la potencia a  $10mW$  en el espectro M3 O1 90 A a comparación del resto en los que la ganancia se mantiene en 500 y la potencia en  $1mW$ . Se observa un comportamiento similar al que ocurre en la monocapa M1. Al aumentar el ángulo de incidencia del campo estático la intensidad de la absorción a campo bajo disminuye. El campo de resonancia se incrementa cuando crece el ángulo de incidencia del campo estático, debido al aumento de la contribución de la anisotropía de forma. El ancho de la resonancia

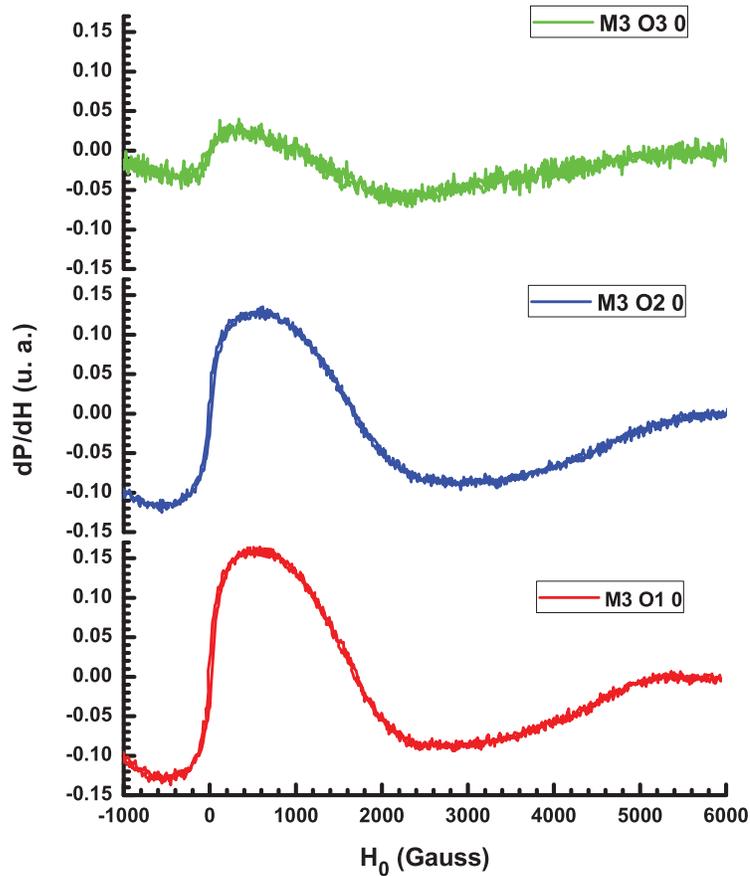


Figura 3.42: Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la tricapa M3 en las orientaciones 1, 2 y 3 a cero grados.

ferromagnética crece conforme se incrementa el ángulo entre el campo DC, hasta un punto en el que la resonancia ferromagnética se separa de la absorción a campo bajo.

En la Figura 3.42 se muestran los espectros de absorción correspondientes a la tricapa M3 en las orientaciones 1, 2 y 3 a cero grados. Se observa que el espectro en la orientación 1 tiene una amplitud ligeramente mayor a la del espectro de la orientación 2, a diferencia de lo que sucede con la monocapa M1. La capa de Au intermedia entre los depósitos a base de Vitrovac 6030 produce una anisotropía, ésta anisotropía es debido a la interfaz Au-Vitrovac 6030.

| Orientación | Ángulo (Grados) | $H_{res}$ (Gauss) | $\Delta H_{pp}$ (Gauss) | $\Delta H_{LFS}$ (Gauss) |
|-------------|-----------------|-------------------|-------------------------|--------------------------|
| O1          | 0               | 1717.8334         | 1791.1574               | 42.1369                  |
| O1          | 20              | 2016.2526         | 2241.3203               | 48.3878                  |
| O1          | 45              | 3112.319          | 2945.4879               | 52.1549                  |
| O1          | 60              | 4191.9563         | 2419.7599               | ---                      |
| O1          | 70              | 5012.0762         | 1762.9807               | ---                      |
| O2          | 0               | 1688.0291         | 1747.744                | 43.6893                  |
| O2          | 45              | 3014.5969         | 2794.0653               | 53.5569                  |
| O2          | 60              | 4249.194          | 2164.8255               | ---                      |
| O3          | 0               | 1153.6175         | 1783.7297               | 54.0337                  |
| O3          | 90              | 1341.5624         | 1564.0588               | 60.7911                  |

Tabla 3.4: Parámetros característicos del espectro de absorción de microondas correspondientes a la tricapa M3.

En la Tabla 3.4 se muestran los valores representativos de los espectros de absorción correspondientes a la tricapa M3, para las mediciones en la orientación 3 la ganancia se incrementó de 500 a 790. La diferencia en la medición de  $H_{res}$  en la orientación 1 y 2 a cero grados es de 29.8043 *Gauss*, mientras que para la orien-

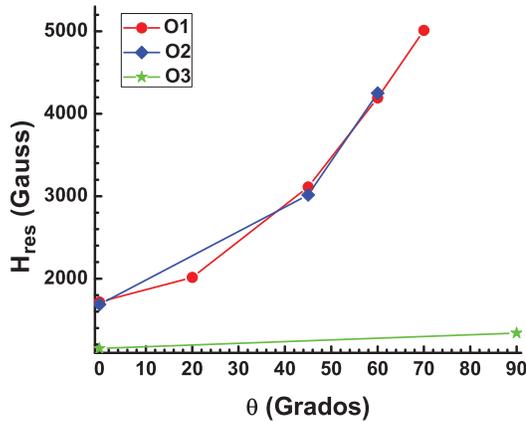


Figura 3.43: Campo de resonancia medido en la tricapa M3.

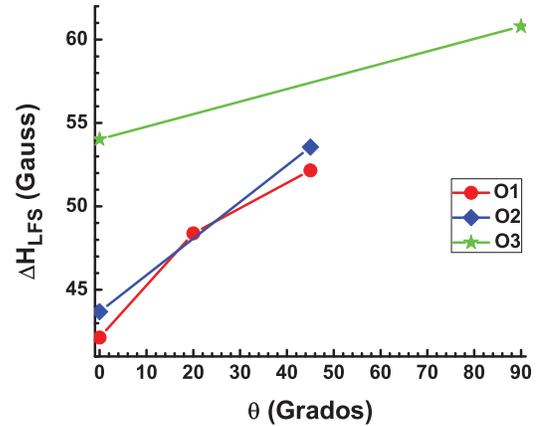


Figura 3.44: Ancho de línea de la LFA medido en la tricapa M3.

tación 3 a 0 y 90 grados es de 187.9449 *Gauss*. El ancho de línea  $\Delta H_{LFS}$  para la orientación 2 a cero grados es de 43.6893 *Gauss*. Las Figuras 3.43 y 3.44 muestran los datos de la Tabla 3.4 graficados.

En la Figura 3.45 se muestran los espectros de resonancia ferromagnética extendidos correspondientes a M4, las mediciones a 0 y 45 grados se obtuvieron con una ganancia de 500 y una potencia de  $1mW$  mientras que la medición a 90 grados requirió una ganancia de 790 y una potencia de  $10mW$ . Al igual que en las muestras M1 y M3 la interfaz se hace presente en la medición a 90 grados, la principal diferencia con los espectros de resonancia de las muestras M1 y M3 es la señal a campo bajo.

En la Figura 3.46 se muestran los espectros de absorción a campo bajo correspondientes a la monocapa M4 en la orientación 1, 2 y 3. Los espectros son diferentes a los observados en la monocapa M1 o tricapa M3, en M4 existe una histéresis bastante más definida. Según los difractogramas de rayos X la monocapa M4 posee nucleadores para nanocrystalización los cuales contribuyen a la anisotropía

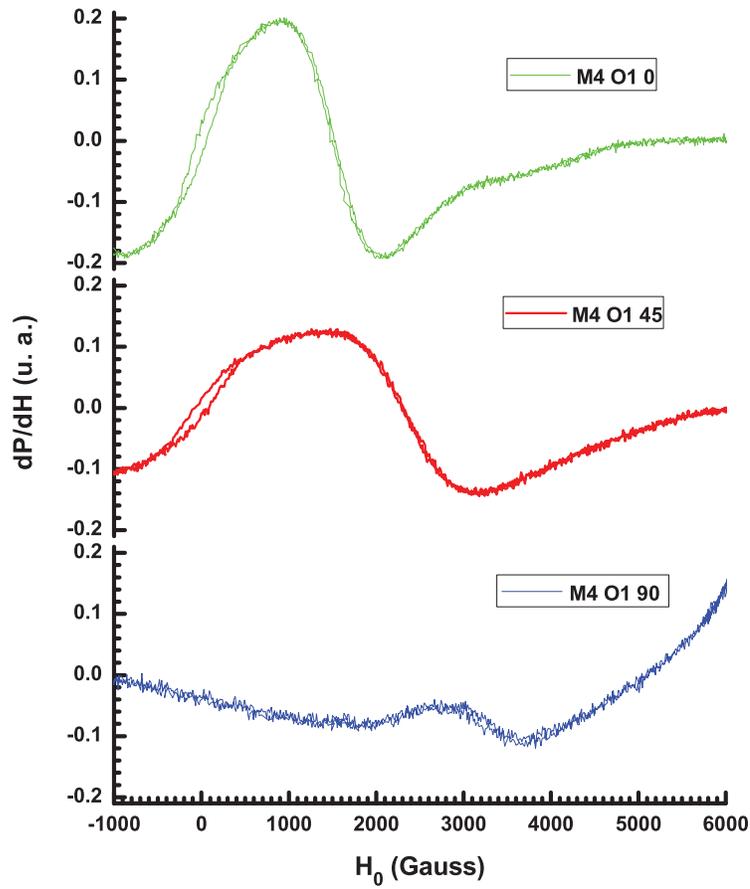


Figura 3.45: Espectros de absorción de microondas extendidos correspondientes a la monocapa M4 en la orientación 1 en función del ángulo de incidencia del campo estático.

magnetocristalina, ésto hace que la histéresis de M4 aumente en comparación con la anisotropía de M1 cuya microestructura es amorfa.

Los espectros de resonancia ferromagnética son similares a los observados en M1 y M3. El campo de resonancia y el ancho pico-pico aumentan cuando el ángulo de incidencia del campo estático con respecto a la superficie de la muestra crece. La diferencia entre la orientación 1 y 2 no es importante.

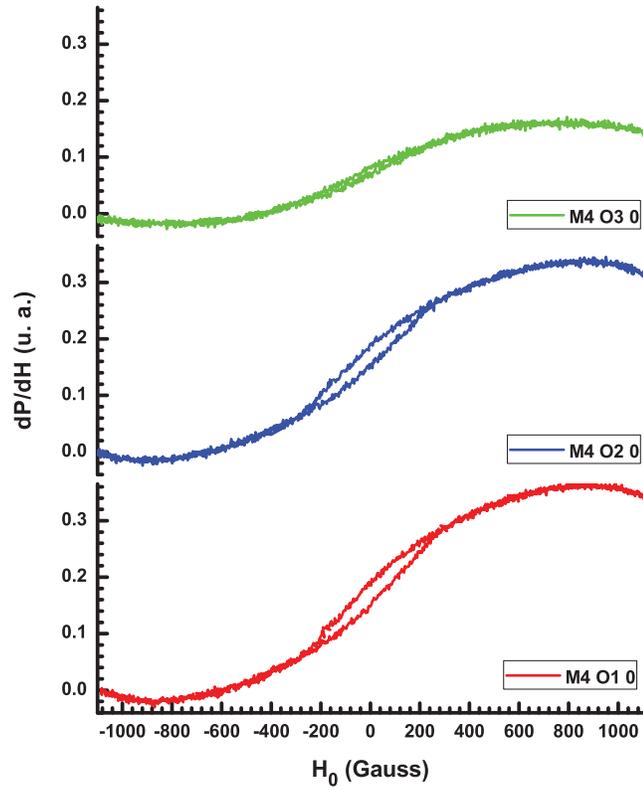


Figura 3.46: Espectros de absorción a campo bajo correspondientes a la monocapa M4 en las orientaciones 1, 2 y 3 a cero grados.

| Orientación | Ángulo (Grados) | $H_{res}$ (Gauss) | $\Delta H_{pp}$ (Gauss) | $\Delta H_{LFS}$ (Gauss) |
|-------------|-----------------|-------------------|-------------------------|--------------------------|
| O1          | 0               | 1532.2412         | 1054.99                 | 213.3298                 |
| O1          | 45              | 2309.9237         | 1591.1091               | 314.2446                 |
| O2          | 0               | 1537.2284         | 1058.8575               | 200.1568                 |
| O2          | 45              | 3057.2541         | 1949.2332               | 302.8235                 |
| O3          | 0               | 1509.6677         | 1325.0164               | 148.6796                 |
| O3          | 90              | 1563.363          | 1319.6043               | 173.4117                 |

Tabla 3.5: Parámetros característicos del espectros de absorción de microondas correspondientes a la monocapa M4.

En la Tabla 3.5 se encuentran los valores de los principales parámetros de los espectros de absorción de microonda correspondientes a la monocapa M4. La diferencia entre el campo de resonancia a cero grados en la orientación 1 y 2 es de 4.9872 *Gauss*, mientras que para las orientación 3 a 0 y 90 grados es de 55.6953 *Gauss*. El ancho de línea  $\Delta H_{LFS}$  en las orientación 2 a cero grados es de 200.1568 *Gauss*. Las Figuras 3.47 y 3.48 muestran los datos de la Tabla 3.5 graficados.

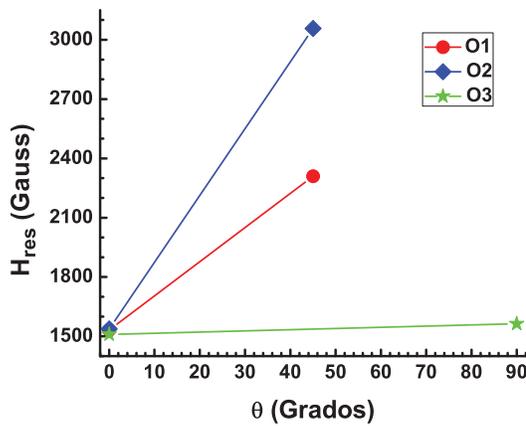


Figura 3.47: Campo de resonancia medido en la monocapa M4.

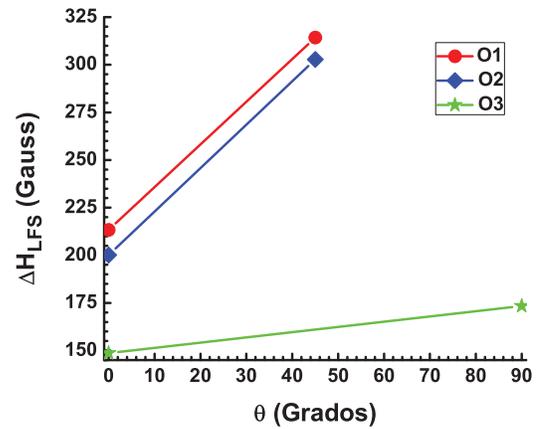


Figura 3.48: Ancho de línea de la LFA medido en la monocapa M4.

En la Tabla 3.6 se encuentran los valores de los principales parámetros de los espectros de absorción de microonda correspondientes a la bicapa M5. Para obtener el espectro a un ángulo de 45 grados se requirió de aumentar la ganancia de 500 a 790. Los datos en la Tabla 3.6 confirman que el oro depositado sobre la capa a base de Vitrovac 6030 no contribuye al comportamiento magnético de la muestra. Las Figuras 3.49 y 3.50 muestran los datos de la Tabla 3.6 graficados.

En la Figura 3.51 se muestran los espectros de absorción correspondientes a la tricapa M6 en la orientación 1. Se observa el espectro de absorción de microondas de una muestra tres veces más grande que el resto (M6 O1 Masivo), la ligera modi-

| Orientación | Ángulo (Grados) | $H_{res}$ (Gauss) | $\Delta H_{pp}$ (Gauss) | $\Delta H_{LFS}$ (Gauss) |
|-------------|-----------------|-------------------|-------------------------|--------------------------|
| O1          | 0               | 1477.8467         | 990.5126                | 247.5816                 |
| O1          | 45              | 2168.9732         | 1533.0629               | 323.8                    |

Tabla 3.6: Parámetros característicos del espectros de absorción de microondas correspondientes a la bicapa M5.

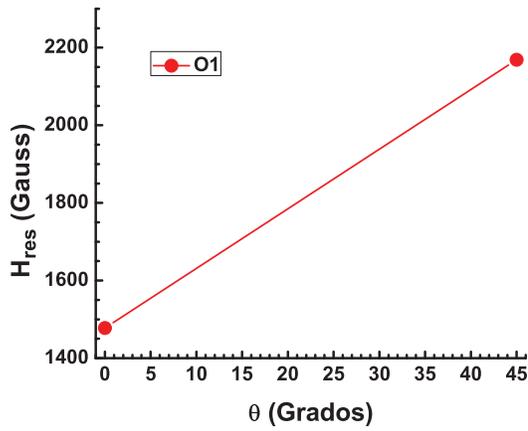


Figura 3.49: Campo de resonancia medido en la bicapa M5.

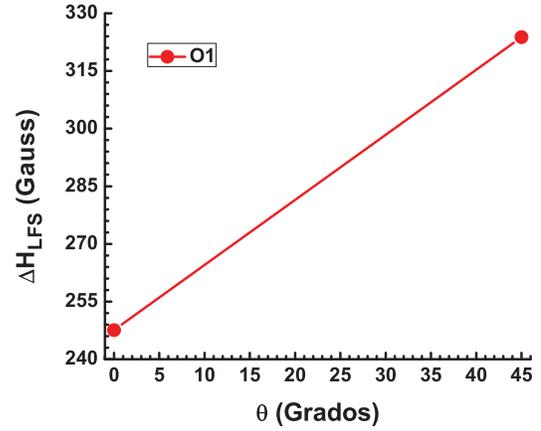


Figura 3.50: Ancho de línea de la LFA medido en la bicapa M5.

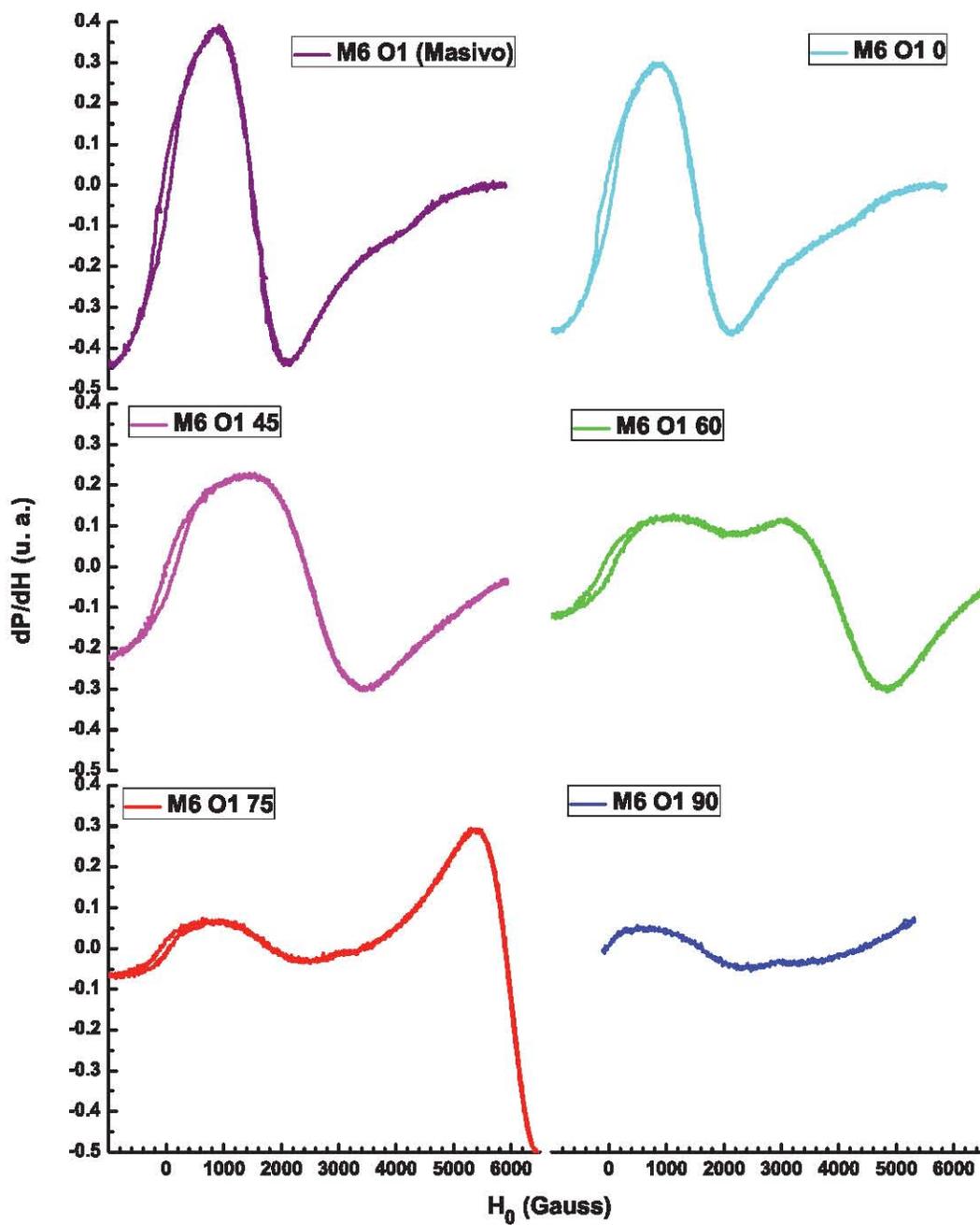


Figura 3.51: Espectros de absorción extendidos correspondientes a la tricapa M6 en la orientación 1.

ficación en el espectro comparado con una muestra tres veces más pequeña, indica que los espectros de absorción son poco sensibles a pequeñas diferencias entre las masas de las muestras.

La bien definida histéresis de la absorción a campo bajo se conserva. Tanto la resonancia ferromagnética como el ancho de línea aumentan al incrementar el ángulo de incidencia del campo estático. También se observa la separación entre la absorción a campo bajo y la resonancia ferromagnética al aumentar el ángulo

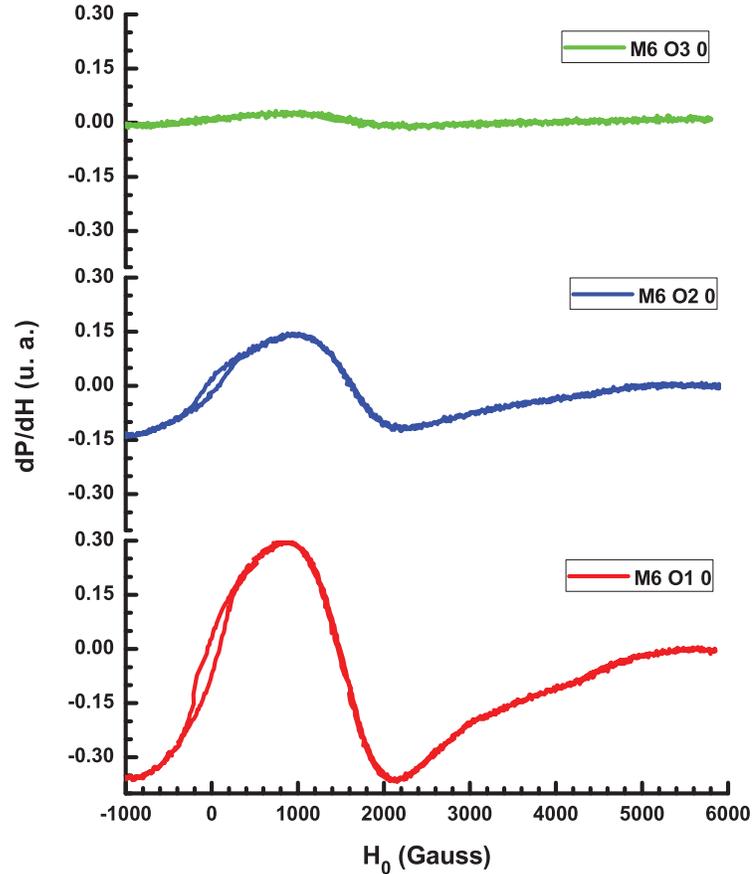


Figura 3.52: Espectros de absorción a campo bajo correspondientes a la tricapa M6 en las orientaciones 1, 2 y 3 a cero grados.

de incidencia del campo estático. Las absorciones a campo bajo y la resonancia ferromagnética son muy similares a las obtenidas para M4. Nuevamente al igual que en M1, M2 y M3 se observa una señal correspondiente a la interfaz, cercana a los 3000 *Gauss*.

En la Figura 3.52 se muestran los espectros de absorción de microondas correspondientes a la tricapa M6 en las orientaciones 1, 2 y 3, las tres mediciones se realizaron bajo las mismas condiciones. Es evidente que la tricapa muestra una anisotropía en el plano, esto se concluye debido a las diferencias en las mediciones para las orientaciones 1 y 2.

En la Tabla 3.7 se presentan los parámetros relacionados con los espectros de absorción de microondas de la tricapa M6. La diferencia entre el campo de resonancia a cero grados en la orientación 1 y 2 es de 166.2069 *Gauss*, mientras que para las orientación 3 a 0 y 90 grados es de 104.0745 *Gauss*. El ancho de línea  $\Delta H_{LFS}$  en las orientación 2 a cero grados es de 226.928 *Gauss*. Las Figuras 3.53 y 3.54 muestran los datos de la Tabla 3.7 graficados.

Al igual que en la tricapa M3, la capa de Au intermedia entre los depósitos a base de Vitrovac 6030 induce una anisotropía en el plano. La fase cristalina de Au produce una modificación en las propiedades magnéticas de la tricapa. Debido a que la anisotropía se modifica por la presencia de la capa de Au, los parámetros de los espectros de absorción de microondas en el plano del depósito se modifican.

| Orientación | Ángulo (Grados) | $H_{res}$ (Gauss) | $\Delta H_{pp}$ (Gauss) | $\Delta H_{LFS}$ (Gauss) |
|-------------|-----------------|-------------------|-------------------------|--------------------------|
| O1          | 0               | 1480.7522         | 1174.8722               | 245.7699                 |
| O1          | 45              | 2403.5576         | 1851.8782               | 345.8789                 |
| O1          | 60              | 3710.7027         | 1749.0998               | 467.1748                 |
| O1          | 75              | 5902.8926         | ---                     | 527.0286                 |
| O2          | 0               | 1646.9591         | 1166.6569               | 226.928                  |
| O3          | 0               | 1431.9943         | 1341.3425               | 194.2483                 |
| O3          | 90              | 1327.9198         | 1275.7057               | 241.3071                 |

Tabla 3.7: Parámetros característicos del espectros de absorción de microondas correspondientes a la tricapa M6.

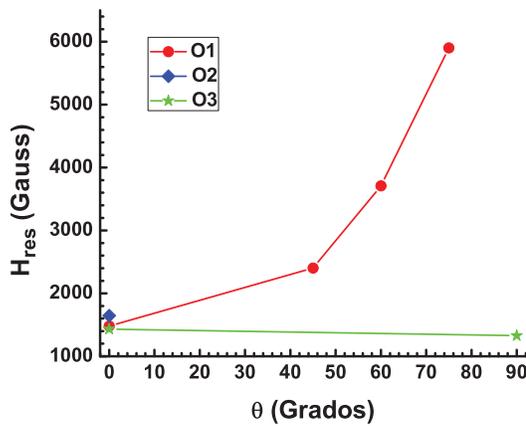


Figura 3.53: Campo de resonancia medido en la tricapa M6.

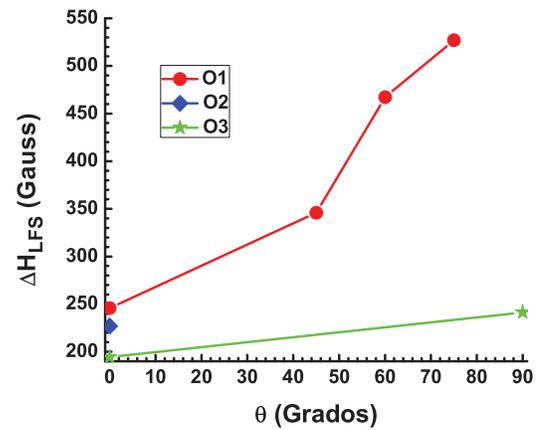


Figura 3.54: Ancho de línea de la LFA medido en la tricapa M6.

## Discusión y Conclusiones

### Discusión

Se ha depositado Vitrovac 6030 en forma de película delgada sobre sustratos de vidrio Pyrex, mediante la técnica de erosión catódica asistida por magnetrón. Con el método de depósito se obtuvieron dos monocapas, M1 y M4, se realizaron dos depósitos de oro sobre las monocapas mediante la técnica de erosión catódica RF para generar dos bicapas, M2 y M5. Finalmente se realizó un último depósito de Vitrovac 6030 sobre las bicapas para generar dos tricapas, M3 y M6.

El análisis de los patrones de difracción de rayos X generó los siguientes resultados. La estructura atómica de la monocapa M1 corresponde a un material amorfo similar al Vitrovac 6030 en estado *as-cast*; mientras la monocapa M4 combina la estructura atómica de nucleadores para nanocrystalización embebidos en una matriz amorfa, estructura similar a la del blanco de Vitrovac 6030 después de realizar el depósito y estar sometido a alta temperatura. El oro depositado en las monocapas M2 y M5, cristaliza en una estructura cF4 (FCC) con diámetros de cristales de 14.24 y 11.59 *nm* respectivamente. El oro cristaliza aún cuando se deposita sobre Vitrovac 6030 amorfo, esto indica que posee una fase cristalina estable. El último depósito de Vitrovac 6030 presente en las tricapas M3 y M6, presenta una estructura atómica similar al de las monocapas M1 y M4 respectivamente, esto implica que en la tri-capa M3 los depósitos de Vitrovac 6030 presentan una fase amorfa, mientras que los

depósitos de Vitrovac 6030 en M6 combinan la estructura atómica de nucleadores para nanocrystalización embebidos en una matriz amorfa.

En las imágenes obtenidas por microscopía de fuerza atómica se observa que la monocapa M1 tiene una superficie con rugosidad importante herencia de la superficie del sustrato de vidrio Pyrex. La monocapa M4 posee cúmulos pequeños que pueden asociarse a los nucleadores para nanocrystalización, por lo que la superficie del depósito presenta estructuras bastante complejas. La superficie de la bicapa M5 posee granos de mayor tamaño (50-150 *nm*), los granos se combinan para formar aglomerados distribuidos de forma homogénea y que generan un depósito rugoso. En la tricapa M3 existe no hay la presencia granos lo que reduce la rugosidad de la superficie de la tricapa en comparación con M1. En la tricapa M6 existen granos de tamaño pequeño que al unirse reducen la rugosidad de la superficie de la muestra de manera contrastante con M4. La forma de la superficie en los depósitos es producto de la microestructura que se analizó mediante difracción de rayos X.

Mediante las curvas de magnetización obtenidas por magnetometría de muestra vibrante se establece que todos los depósitos son ferromagnéticamente suaves. M1 posee una alta magnetización de saturación (588 *kA/m*) y un campo coercitivo pequeño de 17.5 *Oe*. M3 posee una magnetización de saturación de (373 *kA/m*) y un campo coercitivo de 21 *Oe*; las características de la curva de magnetización de M3 son similares a las de M1, resultado de las semejanzas estructurales descritas mediante difracción de rayos X. M4 posee una alta magnetización de saturación de 471 *kA/m* y un campo coercitivo de 1.15 *Oe*; en M4 la curva de magnetización indica la presencia de dos fases magnéticas distintas que se asocian con la estructura atómica descrita mediante difracción de rayos X: nucleadores para nanocrystalización embebidos en una matriz amorfa. M6 posee un momento magnético de saturación de 761 *kA/m* y un campo coercitivo de 2.4 *Oe*; el comportamiento magnético de un material compuesto por nucleadores para nanocrystalización embebidos en una ma-

triz amorfa se presenta también en M6 como ocurrió en M4; las características de la curva de magnetización de M6 son similares a las de M4, resultado de las semejanzas estructurales descritas mediante difracción de rayos X. La curva de magnetización medida para la bicapa M5 confirma que el oro depositado no contribuye al comportamiento magnético de los sistemas. El Vitrovac 6030 posee una magnetización de saturación de ( $652 \text{ kA/m}$ ) y un campo coercitivo de tan solo  $0.035 \text{ Oe}$  mucho menor a las mediciones de los depósitos, esto se debe a la fuerte anisotropía de forma de los depósitos y a la anisotropía inducida por la interfaz presente en los depósitos.

Se ha mostrado experimentalmente la presencia de un débil efecto de magnetoimpedancia en la cinta de Vitrovac 6030 y en las tricapas M3 y M6. En el caso de la cinta de Vitrovac 6030 las curvas de magnetoimpedancia en el rango de 5 a  $25 \text{ MHz}$  muestran un comportamiento típico de dos picos, donde la posición de los picos se relaciona con el campo de anisotropía magnética transversal de la cinta. En el caso de las tricapas la magnetoimpedancia se presenta en una región de frecuencia de 250 y  $300 \text{ MHz}$ , a estas frecuencias el cambio de impedancia apenas es significativo. El depósito de oro intermedio de las tricapas modifica el transporte magnético total del sistema, debido a esto es posible medir magnetoimpedancia en las tricapas a pesar de no tener anisotropía transversal, a diferencia de las monocapas que no exhiben el fenómeno de magnetoimpedancia.

Los espectros de absorción de microondas obtenidos para los sistemas de estudio incluyendo al Vitrovac 6030 poseen dos señales distintas: la absorción a campo bajo que se asocia con la absorción no resonante de un material magnéticamente no saturado en el que se presentan procesos de magnetización y la resonancia ferromagnética típica de la absorción resonante de un material ferromagnético.

El Vitrovac 6030 muestra una anisotropía transversal originada por la magnetostricción, la señal a campo bajo muestra claramente el efecto de la anisotropía que

también es determinante para la presencia del fenómeno de magnetoimpedancia.

En el caso de la monocapa M1 la señal a campo bajo corresponde a un material magnéticamente suave con la presencia de una pequeña histéresis. Además de la señal a campo bajo y la resonancia ferromagnética del material existe otra señal de resonancia que se relaciona con la interfaz del depósito. Por último, los espectros de resonancia ferromagnética indican que la monocapa M1 carece de una anisotropía transversal en el plano del depósito, lo que se ve reflejado en la dificultad para detectar el efecto de magnetoimpedancia que depende de la anisotropía magnética transversal en el plano de una película delgada.

La tricapa M3 muestra una absorción de microondas similar a la monocapa M1. La diferencia fundamental entre M1 y M3 es que M3 si presenta una ligera anisotropía normal al depósito producto de la capa nanocristalina de oro que le confiere al sistema una anisotropía magnética. La señal de la interfaz en la tricapa se ha reducido debido al crecimiento de la señal correspondiente al material.

La forma de línea de los espectros de absorción en la monocapa M4 es similar a la de M1, la diferencia notable es que la absorción a campo bajo de M4 muestra una histéresis mayor a la observada en M1, los nucleadores para la nanocristalización inducen un incremento en la histéresis de la monocapa M4.

Los espectros de absorción correspondientes a la tricapa M6 son semejantes a los de la monocapa M4. La diferencia más importante al igual que ocurre entre M1 y M4 es la aparición de una anisotropía en el plano del depósito provocada por la capa nanocristalina de oro.

Se obtuvieron tricapas metálicas a base de Vitrovac 6030/Oro/Vitrovac 6030 mediante la técnica de erosión catódica asistida con magnetrón en sustratos de vidrio Pyrex. La microestructura en los depósitos a base de Vitrovac 6030 depende de las condiciones de depósito, en particular de la presión de vacío previa al depósito y la

presión de argón presente durante el depósito, esto se debe a que ambos parámetros determinan la energía de las especies que inciden en el sustrato y en consecuencia en la forma en como se ordenan, como resultado se originan dos tipos de estructuras: una amorfa y otra formada por nucleadores para nanocrystalización embebidos en una matriz amorfa.

La topografía de la superficie en los depósitos también es consecuencia del tipo de microestructura que se forma, en el caso de las tricapas se observa que la superficie presenta una rugosidad del orden de 20 *nm*.

Las propiedades ferromagnéticas suaves del Vitrovac 6030 se heredan a los depósitos en los que se observa que, la microestructura formada por nucleadores para nanocrystalización embebidos en una matriz amorfa posee propiedades ferromagnéticas más suaves en comparación con la microestructura amorfa.

El Vitrovac 6030 en estado *as-cast* posee un eje de fácil magnetización transversal, originado por la magnetostricción y los esfuerzos internos en la cinta debidos al método de obtención. Durante el proceso de depósito se reduce la anisotropía por esfuerzos dentro del material y se genera una anisotropía debido a la interfaz sustrato-depósito, ambos cambios modifican la posición del eje de fácil magnetización a una dirección normal al plano del depósito, esto se concluye de los resultados de resonancia ferromagnética donde se observa que el campo de resonancia es menor para la orientación 3 en ambas tricapas.

El eje de fácil magnetización transversal del Vitrovac 6030 en estado *as-cast* origina el fenómeno de magnetoimpedancia, a diferencia de los depósitos a base de Vitrovac 6030 en los que la ausencia de un eje de fácil magnetización transversal no induce el fenómeno de magnetoimpedancia. En las tricapas también se determina que no hay componente transversal de la permeabilidad, sin embargo en éstos sistemas la capa intermedia de oro induce una componente transversal en la perme-

abilidad lo que permite una pequeña respuesta de magnetoimpedancia.

Las propiedades magnéticas de los depósitos se han confirmado mediante resonancia ferromagnética. Los espectros de absorción de microondas presentan la resonancia ferromagnética típica de un material ferromagnético. Las diferencias en la microestructura de los depósitos así como la configuración de campos magnéticos con respecto a la anisotropía magnética, producen diferentes formas de absorción y en consecuencia diferentes formas de línea, estos espectros de absorción se asocian a un sistema con una anisotropía cercana a cero, determinando que tiene una respuesta magnética isotrópica dentro del plano del depósito, esto confirma que los sistemas obtenidos ya no tienen un eje de fácil magnetización transversal y que la interfaz induce un eje fácil en la dirección normal al depósito para los sistemas tricapa.

## **Conclusiones**

1. Las condiciones de depósito en particular el tiempo de vacío y la cantidad de argón modifican la microestructura de las tricapas. Una presión de vacío y de argón alta produce depósitos con estructura amorfa. Presión de vacío y de argón baja produce depósitos en los que se combinan las fases estructurales de nucleadores para nanocrystalización embebidos en una matriz amorfa.
2. Con el proceso de depósito se elimina la anisotropía debida a esfuerzos del Vitrovac 6030 obtenido por enfriamiento ultra-rápido y se origina la anisotropía por interfaz.
3. El proceso de depósito modifica el eje de fácil magnetización transversal de la cinta de Vitrovac 6030. En las tricapas se origina un eje de fácil magnetización normal al depósito.
4. Se comprueba que campos coercitivos pequeños generan campos de resonancia y anchos de línea (de absorción a campo bajo) pequeños, mientras que campos coercitivos grandes generan campos de resonancia y anchos de línea (de absorción a campo bajo) grandes.
5. Debido a los valores de campo coercitivo y magnetización de saturación se puede concluir que los depósitos son ferromagnéticamente suaves al igual que el Vitrovac 6030, sin embargo tanto la monocapa M1 como M4 son un ferromagnéticamente menos suaves que la aleación original.
6. El método de depósito reduce la anisotropía transversal del Vitrovac 6030, esto dificulta la existencia de magnetoimpedancia en los depósitos. En el caso de las tricapas, la capa de oro le confiere al sistema una débil señal de magnetoimpedancia, aun cuando la tricapa en esencia no posee anisotropía transversal.

# Bibliografía

- [1] Panina L. V., and Mohri K., *Appl. Phys. Lett.* **65**, 1189 (1994).
- [2] Panina L. V., Mohri K., Uchiyama T., Noda M., and Bushida K., *IEEE Trans. Magn.* **31**, 1249 (1995).
- [3] Ménard D., Britel M., Ciureanu P., Yelon A., Paramonov V. P., Antonov A. S., Rudkowski P. and Ström-Olsen J. O., *J. Appl. Phys.* **81**, 4032 (1997).
- [4] L. D. Landau and E. M. Lifshitz, *Electrodynamics of continuous media*, First edition, Oxford Pergamon Press, Rusia (1975).
- [5] C. Kittel, *Introduction to solid state physics*, Eighth edition, John Wiley and Sons, USA (2005).
- [6] Griffiths J. H. E., *Nature* **158**, 670 (1946).
- [7] S. Chikazumi, *Physics of ferromagnetism*, Second edition, Oxford University Press, Great Britain (1997).
- [8] B. D. Cullity and C. D. Graham, *Introduction to magnetic materials*, Second edition, John Wiley and Sons, USA (2009).
- [9] A. Hernando y J. M. Rojo, *Física de los materiales magnéticos*, Primera Edición, Síntesis, España (1999).

- [10] N. A. Spaldin, *Magnetic materials, fundamentals and applications*, Second Edition, Cambridge University Press, USA (2010).
- [11] Herzer G., IEEE Trans. Magn. **25**, 3327 (1989).
- [12] Herzer G., IEEE Trans. Magn. **26**, 1397 (1990).
- [13] Herzer G., J. Magn. Magn. Mat. **294**, 99 (2005).
- [14] K. H. J. Buschow, *Handbook of Magnetic Materials*, First edition, Elsevier, Germany (1997).
- [15] K. H. J. Buschow and F. R. de Boer, *Physics of magnetism and magnetic materials*, First Edition, Kluwer Academic Publishers, USA (2004).
- [16] Herzer G., Budinsky V. and Polak C., J. Phys.: Conf. Ser. **266**, 012010 (2011).
- [17] Thomas S., Al-Harthi S. H., Sakthikumar D., Al-Omari I. A., Ramanujan R. V., Yoshida Y. and Anantharaman M. R., J. Phys. D.: Appl. Phys. **41**, 155009 (2008).
- [18] Phan M. H. and Peng H. X., Prog. Mater. Sci. **53**, 323 (2008).
- [19] Kittel C., Phys. Rev. **73**, 155 (1948).
- [20] Gurevich A. G. and Melkov G. A., *Magnetization, Oscillations and Waves*, First edition, CRC Press, USA (1996).
- [21] K. Wasa, M. Kitabatake and H. Adachi, *Thin Film Materials Technology. Sputtering of Compounds Materials*, First edition, Springer, USA (2004).
- [22] Pavuna D., J. Mater. Sci. **16**, 2419 (1981).
- [23] Duwez P. and Lin S. C. H., J. Appl. Phys. **38**, 4096 (1967).

- [24] Yoshizawa Y., Oguma S. and Yamauchi K., *J. Appl. Phys.* **64**, 6044 (1988).
- [25] Caamaño Z., Baró M. D., Surinãch S., Muñoz J. and Pérez G., *Rev. Col. Fis.* **41**, 554 (2009).
- [26] Konieczny J., Dobrzański L. A. and Frąckowiak J. E., *Arch. Mater. Sci. Eng.* **28**, 156 (2007).
- [27] <http://www.vacuumschmelze.com>.
- [28] <http://www.metglas.com>.
- [29] <http://www.vacuumschmelze.de/fileadmin/documents/broschueren/kbbrosch-/Pk003.pdf>.
- [30] Lachowicz H. K., Závěta K. and Ślawska-Waniewska A., *IEEE Trans. Magn.* **38**, 3033 (2002).
- [31] Markowski G. and Szczyglowski, J. *Magn. Magn. Mat.* **160**, 215 (1996).
- [32] Lupi S., *J. Appl. Phys.* **64**, 6041 (1998).
- [33] Li-Rong M., Zhe X., You-Jin Y., Sheng-Hu Z., Zhou-Li Z., Cong Z., Lie-Peng S., Peng J. and Wei-Ming Y., *Chine. Phys. C* **34**, 1132 (2010).
- [34] Praslička D., Blažek J., Hudák J., Mikita I. and Klinda A., *Act. Elect. Infor.* **10**, 34 (2010).
- [35] Hasegawa R., *J. Non-cryst. Solid.* **287**, 405 (2001).
- [36] Lenz J. E., *Proc. IEEE.* **78**, 973 (1990).
- [37] Grove W. R., *Phil. Trans. R. Soc. Lond.* **142**, 87 (1852).
- [38] K. S. Sree Harsha, *Principles of physical vapor deposition of thin films*, First Edition, Elsevier, Great Britain (2006).

- [39] T. J. M. Boyd and J. J. Sanderson, *The Physics of Plasmas*, First Edition, Cambridge University Press, United Kingdom (2003).
- [40] M. N. Saln, *Tecnología de proceso y transformación de materiales*, Primera Edición, Universitat Politècnica de Catalunya, España (2009).
- [41] D. de Cos, *Magnetoimpedancia de muestras planas en alta frecuencia*. Directores: A. García-Arribas y J. M. Barandiarán. Tesis de Doctorado. Universidad del País Vasco, Facultad de Ciencia y Tecnología, Departamento de Electricidad y Electrónica (2006).
- [42] H. N. Yang, G. C. Wang and T. M. Lu, *Diffraction from rough surfaces and dynamic growth fronts*, First Edition, World Scientific Publishing, Singapore (1993).
- [43] R. Wiesendanger, *Scanning probe microscopy and spectroscopy: methods and applications*, First Edition, Cambridge University Press, United Kingdom (2001).
- [44] Burgei W., Pechan M. J. and Jaeger H., *Am. J. Phys.* **71**, 8 (2003).
- [45] Montiel H., Alvarez G., Gutiérrez M. P., Zamorano R. and Valenzuela R., *Sensor. Lett.* **5**, 58 (2007).
- [46] Alvarez G., Montiel H., de Cos D., Zamorano R., García-Arribas A., Barandiaran J. M. and Valenzuela R., *J. Non-cryst. Solid.* **353**, 902 (2007).
- [47] R. Valenzuela, *Magnetic Ceramics*, First Edition, Cambridge University Press, United States (1994).
- [48] de Cos D., Alvarez G., García-Arribas A., Montiel H., Barandiaran J. M., Zamorano R. and Valenzuela R., *Sensor. Actuat. A* **142**, 485 (2008).

- [49] Tomasi W., *Electronic communications systems: fundamentals through advanced*, Fourth edition, Prentice-Hall, USA (2000).
- [50] IPC, *IPC-D-317A Design guidelines for electronic packaging utilizing high-speed techniques*, USA (1995).
- [51] Kaupp H. R., IEEE Trans. Elect. Comput. **EC-16**, 185 (1967).
- [52] Kirschning M. and Jansen R. H., Electron. Lett. **18**, 272 (1982).
- [53] Montiel H., Alvarez G., Betancourt I., Zamorano R. and Valenzuela R., Appl. Phys. Lett. **86**, 072503-1 (2005).
- [54] Patterson A. L., Phys. Rev. **56**, 978 (1939).
- [55] Marques M. S., Mori T. J. A., Schelp L. F., Chesman C. and Corrêa M. A., Thin Solis Films **520**, 2173 (2012).
- [56] Suran G., Ouahmane H. and Shin D. H., J. Magn. Magn. Mat. **242**, 1109 (2002).
- [57] Alvarez G., Montiel H., De Cos D., García-Arribas A., Zamorano R., Barandiarán J. M. and Valenzuela R., J. Non-Cryst. Solid. **354**, 5195 (2008).
- [58] Montiel H., Alvarez G., Betancourt I., Zamorano R., and Valenzuela R., Physica B **384**, 297 (2006).