

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MEXICO PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENEIRÍA ELÉCTRICA

ESTADOS DE MAGNETIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS FERROMAGNÉTICAS DETERMINADAS MEDIANTE RUIDO MAGNÉTICO BARKHAUSEN Y ANILLO DE ROWLAND MODIFICADO.

TESIS QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE: MAESTRO EN INGENIERIA ELECTRICA

PRESENTA:

HÉCTOR EMMANUEL GÓMEZ ESPINOZA DE LOS MONTEROS

TUTOR PRINCIPAL DRA. MARÍA HERLINDA MONTIEL SÁNCHEZ INSTITUTO DE CIENCIAS APLICADAS Y TECNOLOGÍA

CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MÉXICO. SEPTIEMBRE 2020



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.

Dedicatorias

Este escrito representa, múltiples esfuerzos de diferentes personas que, sin las cuales no hubiese sido posible empezar ni concluir el presente trabajo.

A mi esposa que con la incansable comprensión, voluntad y apoyo, todas metas de índole personal, profesional y académicas nunca hubieran sido posibles.

A mis hijos, por ser la utopía que me permite seguir caminando hasta el final de los días.

A mi madre que desde el inicio de mi vida ha sido y será, fuente de gran admiración y aprendizaje para todas las vivencias escritas y las no escritas.

A mi padre que siempre ha sido inspiración intelectual.

A mis hermanas que sin ellas no me pudiese entender mi niñez.

A mi cuñado que desde muy temprana edad plantó en mi la semilla de la ciencia.

Agradecimientos

A mi tutora que con gran dedicación, paciencia y amabilidad, fue fundamental para la exitosa elaboración de este trabajo académico, por las grandes oportunidades que me brindó durante toda mi estancia académica y el tiempo invertido para una formación científica sólida.

A mis profesores y tutores que, dentro del Instituto siempre encontré ideas, respuestas y consejos en extremo valiosos para la vida académica, profesional y para este escrito.

Al laboratorio de electrónica del Instituto de Ciencias Aplicadas, por facilitar las instalaciones y equipos que fueron la primer fuente de evidencia para este trabajo.

A mis compañeros que, sin duda brindaron momentos irrepetibles.

A todos y cada uno de los miembros de la Comunidad Universitaria que participan en las labores académicas y administrativas.

Índice de figuras

| Figura 1-1: Respuesta de la magnetización para distintos materiales | .13 |
|---|-------------|
| Figura 1-2: Ejemplo de una estructura de dominio sin polos en un sistema con anisotropía | a |
| uniaxial y dominios de cierre | .14 |
| Figura 1-3: Curva de magnetización inicial para determinar la permeabilidad | .16 |
| Figura 1-4: Ciclo de histéresis magnética de un material ferro-ferromagnético. | .17 |
| Figura 1-5: Curva de magnetización producida a través del cómputo del modelo Jiles- | |
| Atherton. | .17 |
| Figura 1-6: Curva de magnetización dentro del modelo Jiles-Atherton con ajuste de | |
| coeficientes. | .18 |
| Figura 1-7: Curva de magnetización con ajuste de anisotropía del modelo Jiles-Atherton | |
| extendido [26] | .19 |
| Figura 1-8: Representación esquemática del RMB dentro del ciclo de histéresis y su | |
| representación estadística en función de $\Lambda\mu$ [1] | 21 |
| Figura 1-9. Esquema de la técnica de Anillo de Rowland [27] | 22 |
| Figura 1-10. Modelo geométrico para inductores toroidales | 23 |
| Figura 2-1. Diagrama de fluio para la implementación experimental generación y detecc | .29 eión |
| de emisiones de RMB para AR y ARM | 27 |
| Figura 2-2 Configuración para materiales toroidales con Anillo de Rowland | 28 |
| Figura 2-3: Circuito conmutado de excitación | 28 |
| Figura 2-4: Circuito de amplificación para inducción magnética | 29 |
| Figura 2-5: Circuito completo para amplificación e integración pasiva tipo RC | 30 |
| Figura 2-6: Gráfica XV antes de del integrador de señal pasivo | 31 |
| Figura 2.7: Sistema de medición para polículas [22] | 3/ |
| Figura 2.8: Implementación APM para la detección de PMB en películas delgadas | 25 |
| Figura 2.0: Esqueme de instrumentación para la detección de emigiones PMP [10] | .55 |
| Figura 2-9. Esquenta de instrumentación para la detección de emisiónes KWB [10] | .50 do |
| nor modio | 27 |
| por medio. Figura 2,11: Diagrama da fluia para la abtancián da la sañal resultante para PMP. Tácni | .37 |
| rigura 2-11. Diagrama de fiujo para la obtención de la senar resultante para RIVID. Techno utilizadas: "A" as Analógias "D" as Digital y "D" programable | 20 |
| Eigure 2, 12: Degrugate en frequencie filtre nece altes de ⁶⁰ orden | .39 |
| Figura 2-12. Respuesta en necuencia mulo pasa-anas de 8 orden | .42 |
| Figura 2-13: Diagrama filtro pasa-altas activo Butterworth 80 orden Sallen-Key | .43 |
| Figura 2-14: La disposicion de los elementos dentro del circuito impreso para el filtro pas | sa- |
| altas utilizando 1 L084 | .43 |
| Figura 2-15: Arregio esquematico para el amplificador de instrumentación | .44 |
| Figura 2-16: Montaje del regulador lineal de bajo muy bajo ruido ADM/154 | .45 |
| Figura 2-17: Rechazo a ruido de la fuente lineal ADM/174, cortesia de Analog Devices® | 3). |
| | .46 |
| Figura 2-18: Comparación sobre el ruido en la referencia analógica (bajo ruido) y | |
| referencia de la fuente digital. | .47 |
| Figura 2-19: Integridad de señal deficiente sobre el pulso generado a) | .48 |
| Figura 2-20: La correcta utilización de la técnica de <i>impedancia controlada</i> sobre la | |
| integridad de la señal. | .49 |
| Figura 2-21: Desarrollo para la instrumentación sobre RMB con los componentes | _ |
| seleccionados. | .50 |

| Figura 2-22: Implementación final para la instrumentación sobre RMB con los |
|--|
| componentes seleccionados |
| Figura 3-1: Detección de <i>dMdH</i> para una respuesta onda cuadrada para ambos materiales. |
| |
| Figura 3-2: Respuesta en frecuencia para el OPA549T |
| Figura 3-3: Respuesta para Anillo de Rowland para la Ferrita 153 |
| Figura 3-4: Respuesta entre el primario y secundario para una onda sinusoidal. Ferrita 254 |
| Figura 3-5: Grafica XY antes del integrador. Ferrita 1 y 2, respectivamente |
| Figura 3-6: Gráfica experimental en disposición XY de curva magnética después del |
| integrador con el integrador pasivo RC. a) Ferrita 3 y b) Ferrita 2 |
| Figura 3-7: Envolvente del RMB con Vitrovac 6025® con FIR Savitzky-Golay en |
| MATLAB® |
| Figura 3-8: Relación de ruido en la señal de excitación dentro del AR y la señal detectada |
| en el secundario con emisiones o ráfagas de RMB57 |
| Figura 3-9 Flujo magnético en la superficie a) 1mm b) 10mm de la sección transversal c) al |
| borde y d) centrada |
| Figura 3-10: Respuesta de diferentes materiales, dos micro hilos y película delgada a 1KHz |
| centrado en la herradura, a) CoSiB ₁₅ , b) Tu Base Co, c) Finemet® y d) Vitrovac 602560 |
| Figura 3-11: Espectro en frecuencia para dos diferentes materiales ferromagnéticos |
| amorfos, micro hilo a) y película tipo Finemet® b) |
| Figura 3-12: Espectro en frecuencia para dos diferentes materiales ferromagnéticos |
| amorfos, micro hilo CoSiB a), micro hilo Co b) y c) película delgada Finemet®62 |

Índice General

| Resur | nen | 7 |
|--------|---|----|
| Introd | lucción | 9 |
| 1. | Magnetismo en los materiales | 11 |
| 1.1. | Momento magnético | 11 |
| 1.2. | Materiales Magnéticos | 12 |
| 1.3. | Dominios Magnéticos | 14 |
| 1.4. | Curva de magnetización inicial magnética y ciclo de histéresis | 15 |
| 1.5. | Efecto Barkhausen | 20 |
| 1.6. | Anillo de Rowland para inductores toroidales | 22 |
| 2. | Desarrollo experimental | 27 |
| 2.1. | Anillo de Rowland | |
| 2.2. | Obtención de la curva de magnetización | |
| 2.3. | Anillo de Rowland modificado | |
| 2.4. | Ruido Magnético Barkhausen | |
| 2.5. | Implementación de los circuitos electrónicos para instrumentación | 40 |
| 2.5.1 | . Convertidores Digitales y Analógicos | 40 |
| 2.5.2 | 2. Componentes analógicos de alta velocidad | 40 |
| 2.5.3 | Filtros activos analógicos de 8º orden | 42 |
| 2.5.4 | Amplificador para el sensor de flujo magnético | 44 |
| 2.5.5 | . Técnicas de reducción de ruido | 45 |
| 2.5.6 | Análisis sobre la integridad de la señal | 47 |
| 3. | Resultados | 51 |
| 3.1. | Anillo de Rowland | 51 |
| 3.2. | Ruido magnético Barkhausen | 56 |
| 3.3. | Resultados obtenidos con ARM con RMB para películas delgadas | |
| 4. | Conclusiones | 63 |
| A.] | Referencias | 65 |

Resumen

El estudio de las propiedades magnéticas de materiales ferromagnéticos ha requerido del perfeccionamiento de diferentes técnicas de caracterización, así como nuevos métodos de análisis de datos, que involucran la correlación de sus propiedades magnéticas con la composición, estructura de dominio y estructura cristalina. Por lo que el objetivo de una caracterización magnética específica es para establecer una correlación entre las propiedades estructurales con sus propiedades magnéticas, en particular para materiales magnéticos suaves cuyos campos coercitivos son menores a 20 Oe y su aplicación directa es en el desarrollo de sensores magnéticos.

En este trabajo de tesis se propone el diseño de un sistema de evaluación no destructiva para materiales ferromagnéticos basado en el fenómeno de Ruido Magnético Barkhausen (RMB), empleando la técnica de anillo de Rowland (AR), para proponer una modificación del anillo de Rowland (ARM) agregando el fenómeno de RMB. Con esta técnica modificada se espera establecer diferentes respuestas eléctricas de materiales ferromagnéticos suaves asociada a la respuesta de la magnetización superficial en estado no saturado.

La primera etapa del trabajo fue determinar la curva de magnetización inicial para diferentes materiales cerámicos ferromagnéticos conformados en una estructura toroidal. Se utilizó la configuración AR, la cual se caracteriza por un devanado primario, en el cual se induce un campo magnético que magnetiza al material, generando una diferencia de potencial que es recolectada mediante un devanado secundario. La fuerza electromotriz (*f.e.m.*) inducida contiene información intrínseca del material bajo estudio; con este método se obtuvo la curva de magnetización inicial, donde es posible determinar el campo de propagación asociado al inicio del desplazamiento de paredes magnéticas y que corresponde a la respuesta no lineal, y que para materiales magnéticos suaves es importante determinar ya que se identifica el comportamiento lineal reversible del comportamiento no lineal irreversible.

En la segunda etapa del trabajo se instrumentó un sistema de ARM para caracterizar películas delgadas e hilos de geometría cilíndrica de aleaciones magnéticas. Esta técnica emplea una

configuración parecida al AR, pero con la forma de detección para RMB. La metodología del ARM es utilizada para el análisis de la magnetización superficial de películas delgadas e hilos, donde se empleó una herradura o yugo como actuador de inducción de campo magnético. El sensor de flujo magnético se utiliza para la detección de diferentes perturbaciones magnéticas emitidas en la superficie de los materiales de geometría bidimensional.

La fuente de RMB es característica para cada material dentro de la región lineal de la curva de magnetización inicial. Los parámetros eléctricos para evaluar cada material dentro de la señal detectada como RMB son: el valor eficaz, envolvente y sus componentes en frecuencia. La detección de estos parámetros fue posible mediante la implementación de diferentes técnicas electrónicas y de software para el tratamiento de la señal, como son amplificadores diferenciales con ganancia unitaria de hasta 80 dB, filtros activos de hasta 8° orden y tratamiento de datos mediante programas de cómputo especializado para la obtención de sus componentes en frecuencia.

La respuesta de la magnetización superficial de materiales magnéticos con diferentes composiciones químicas, estructura y geometría, se presentan en este trabajo. Cada material magnético presenta una respuesta diferente, siendo el análisis espectral de las señales de ruido uno de los principales datos que aportan información sobre la estructura magnética.

Introducción

El movimiento de cargas eléctricas genera corrientes eléctricas que a su vez producen campos magnéticos. A nivel atómico se producen dichas corrientes eléctricas mediante el movimiento de los electrones dentro de su densidad electrónica.

Cada substancia o compuesto químico contiene electrones en movimiento, pero pueden presentar diferentes propiedades magnéticas, esto se debe a la estructura atómica de cada compuesto y al número cuántico espín de los electrones para cada átomo. Por lo que se puede clasificar a los materiales de acuerdo con su comportamiento magnético como diamagnéticos, paramagnéticos, ferromagnéticos, antiferromagnéticos y ferrimagnéticos.

Los materiales ferromagnéticos son compuestos que presentan una magnetización espontánea en ausencia de un campo magnético, su nombre se deriva del primer material magnético detectado empíricamente con dicha propiedad, el hierro o *ferrum* del latín, aunque existen otros elementos con propiedades ferromagnéticos como son el Cobalto, Níquel o Gadolinio. Con el descubrimiento de los materiales ferromagnéticos se abre un campo de investigación y desarrollo asociado a las técnicas de caracterización, para determinar sus propiedades magnéticas.

Con el desarrollo de métodos para la obtención de nuevos materiales, se logra confinar al material en geometrías cilíndricas, placas planas, requiriendo de métodos particulares de caracterización dependiendo de la conformación del material. Por lo que la caracterización de materiales en forma de cintas, micro hilos, barras y películas delgadas de un espesor micrométrico requiere de una caracterización particular debido a que los procesos de magnetización, y propiedades como la permeabilidad, anisotropía magnética, campo coercitivo, campo remanente dependen de su geometría, composición y estructura atómica.

Es necesaria una aproximación de los múltiples estados de magnetización debida a que la magnetización del material tiene una respuesta lineal y no lineal. Los métodos de medición propuestos en este trabajo son: Ruido Barkhausen, Anillo de Rowland y una modificación de

este último. Esta técnica permite la evaluación magnética de microcintas, películas delgadas y microhilos, por lo que la aportación de este trabajo es la evaluación de cintas y películas delgadas de aleaciones amorfas magnéticas suaves.

Mediante el método propuesto se obtiene información sobre la estructura magnética, su eje de fácil magnetización y su homogeneidad magnética asociada a su estructura cristalina.

Existen otros métodos de evaluación de las propiedades magnéticas como la magnetometría de muestra vibrante, donde la muestra a caracterizar se fija en el extremo de un vástago que es ajustado verticalmente a un motor que produce una vibración, el flujo magnético inducido en la muestra se detecta a través de bobinas de Helmholtz. Es un método comercial muy eficaz sin embargo la remanencia de los electroimanes que generan el campo magnético es del orden de 8 o 20 Oe, campo magnético suficiente para saturar materiales magnéticos suaves, por lo que es difícil determinar su curva de magnetización inicial, siendo la técnica propuesta una alternativa para la caracterización de estos materiales.

Actualmente se usa la técnica de medición de RMB en el estudio de propiedades estructurales durante la fabricación de ductos o estructuras metálicas, en el cual se analiza las diferentes técnicas de soldaduras para puntos de unión. Las sondas y aparatos de medición son de uso industrial para asegurar la calidad en la manufactura [28]. Además de la evaluación mediante RMB de la calidad de la soldadura en espiral para la unión de gasoductos también es un campo de aplicación industrial para dicha técnica [29]. Sin embargo, el uso del RMB para la caracterización de materiales es un área en desarrollo y que actualmente se debate su interpretación.

1. Magnetismo en los materiales

1.1. Momento magnético

En electromagnetismo clásico es posible definir el momento magnético $(d\mu)$ en función de la corriente *I* que circula en una espira considerando su sección transversal (*dS*) tal como:

$$d\mu = IdS$$

Por lo que el momento magnético tiene unidades de Am²

La susceptibilidad χ es una propiedad magnética intrínseca de los materiales. Es la constante de proporcionalidad adimensional que relaciona la intensidad de campo magnético H y la magnetización de un material M, es adimensional ya que, las unidades de la magnetización y el campo magnético son las mismas, esta relación está dada por:

$$H = \chi M$$

La expresión matemática que relaciona la inducción magnética **B**, el campo magnético **H**, la magnetización **M** y la permeabilidad magnética μ es:

$$B = \mu(H + M) = \mu(1 + \chi) = \mu H$$

La magnetización *M*, puede definirse como la densidad de momentos magnéticos por unidad de volumen como se ve en:

$$M = \lim_{\Delta \nu \to 0} \frac{1}{\Delta \nu} \sum m_i$$

Dónde: M es la magnetización total y v es el volumen.

1.2. Materiales Magnéticos

Los materiales se clasifican de acuerdo con su comportamiento bajo la influencia de campos magnéticos, como diamagnéticos ($\chi < 0$) en el orden de -1×10^{-7} , paramagnéticos ($\chi > 0$) 10^{-5} y ferromagnéticos ($\chi \gg 0$). Esta clasificación se realiza con el valor de susceptibilidad magnética χ .

Los materiales diamagnéticos tienen una susceptibilidad a los campos magnéticos pequeña y negativa. Los materiales diamagnéticos generan una magnetización negativa al interactuar con un campo magnético, de acuerdo con la ley de Lenz. El material diamagnético no conserva el estado de magnetización cuando se retira el campo magnético externo. En los materiales diamagnéticos, todos los electrones están apareados, es decir presentan espín s = 0. Las propiedades diamagnéticas surgen del cambio de la frecuencia del movimiento angular bajo la influencia de un campo magnético externo. Los elementos de la tabla periódica del grupo de los gases nobles además de los metales como, el cobre, la plata y el oro, son diamagnéticos.

Los materiales paramagnéticos tienen una susceptibilidad pequeña y positiva al interactuar con campos magnéticos. Estos materiales son magnetizados al aplicar un campo magnético y al retirarlo el material no conserva su estado de magnetización. Las propiedades paramagnéticas se deben a la presencia de algunos electrones no apareados y a la alineación del momento magnético con el campo magnético externo. Los materiales paramagnéticos incluyen al magnesio, molibdeno, litio y tantalio.

Los materiales ferromagnéticos tienen una susceptibilidad grande y positiva, presentan una magnetización espontánea sin necesidad de un campo externo. Los materiales ferromagnéticos tienen electrones de espín no apareados $s \neq 0$, por lo que sus átomos tienen un momento magnético neto y minimizan su energía magnética mediante la formación de dominios magnéticos. En estos dominios, una gran cantidad espines están alineados en paralelo, de modo que la fuerza magnética dentro del dominio es fuerte. Cuando se aplica un campo magnético, los dominios se alinean a este para producir un estado de magnetización

12

en dirección al campo. Hierro, níquel y cobalto son ejemplos de materiales ferromagnéticos. La figura 1-1 muestra el comportamiento de la magnetización de los materiales frente a un campo magnéticoH [24].



Figura 1-1: Respuesta de la magnetización para distintos materiales.

1.3. Dominios Magnéticos

La estructura de dominios magnéticos se origina para conseguir un estado de energía potencial magnética mínima. Un dominio magnético es un volumen dentro del material en el cual la magnetización está en una única dirección. Las regiones que separan los diferentes dominios son llamadas paredes de domino, donde la magnetización rota coherentemente en una dirección dentro del dominio al siguiente como muestra la figura 1-2.



Figura 1-2: Ejemplo de una estructura de dominio sin polos en un sistema con anisotropía uniaxial y dominios de cierre

Weiss propuso la existencia del campo molecular para explicar el origen del ferromagnetismo, en donde también propone la existencia de dominios magnéticos.

En el desarrollo de técnicas experimentales, es posible producir con detalle, imágenes de las estructuras de dominio. Los dominios son claramente tangibles; sin embargo, establecer el estado de magnetización asociado a una estructura de dominios magnéticos para determinar consideraciones energéticas de excitación es un problema por resolver dentro del estudio de materiales magnéticos.

1.4. Curva de magnetización inicial magnética y ciclo de histéresis

Las propiedades magnéticas extrínsecas de los materiales son la permeabilidad, el campo coercitivo y el producto (BH); son parámetros macroscópicos que dependen principalmente de la microestructura y pueden ser determinados mediante mediciones del cambio de la magnetización bajo el efecto de un campo magnético aplicado. Este cambio en la magnetización, debida al campo magnético describe una curva llamada ciclo de histéresis. Esta curva de magnetización se presenta debida a los procesos de magnetización que se originan por la interacción de los dominios magnéticos con el campo aplicado, cuando el campo es barrido en forma cíclica [24].

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

- *H*<*H_c*; donde H_c es el campo crítico, se induce una región inicial lineal. En esta región la orientación de los espines en la dirección del campo (figura 1-3) es resultado de la deformación elástica o abombamiento de la pared magnética, sin que ocurra un desplazamiento. Es decir, la pared está anclada y se presenta una deformación elástica sin cambio de puntos de anclaje, este proceso de magnetización es reversible. En esta región de la curva, la permeabilidad es constante y se le llama permeabilidad inicial (μ₀), y el punto donde el campo cambia de pendiente se le conoce como campo crítico o de propagación (H_c).
- H>>H_c. Para lograr el estado de saturación, se requiere orientar los dominios restantes en la dirección del campo aplicado, para lograr esto se requiere un mecanismo de rotación de espines para su reorientación, el cual ocurre a valores altos de campo aplicado.



Figura 1-3: Curva de magnetización inicial para determinar la permeabilidad.

Conforme se incrementa la intensidad de campo magnético hasta la saturación emerge el último proceso irreversible conocido por rotación de espín, en el cual rota la magnetización respecto a su eje de fácil magnetización dentro de los dominios. En el punto de saturación M_s , todos los momentos magnéticos dentro de los dominios están orientados a lo largo de la dirección del campo magnético H. Al disminuir uniformemente el campo magnético H, hasta cero, región CD, figura 1-4, las paredes de dominio se vuelven a reorganizar retomando el proceso irreversible de desplazamiento de paredes, pero la magnetización del material no regresa a su estado inicial. Este valor de magnetización se conoce como remanencia M_r , definido como la magnetización que exhibe un material después de suprimir un campo magnético externo. Si a partir del estado de remanencia M_r , se aplica un campo H en dirección contraria a la inicial, se observará un decremento en la magnetización hasta que esta se anule en $H = -H_C$. El campo coercitivo H_C se define como el campo necesario para llevar a la muestra a un estado con magnetización igual a cero. En este punto, la estructura de dominios del material conduce a que la magnetización promedio se anule. Después que el campo magnético toma el valor $H = -H_c$, la magnetización se incrementa nuevamente hasta alcanzar su estado de saturación $-M_s$



Figura 1-4: Ciclo de histéresis magnética de un material ferro-ferromagnético.

El modelo matemático que permite calcular una aproximación al comportamiento observado sobre la curva de magnetización es el modelo de Jiles-Atherton [25], el cual describe un modelo de histéresis que genera bucles familiares con forma de sigmoides considerando las pérdidas asociadas al movimiento de la pared causado por los sitios de anclaje ubicados en la pared mientras esta genera oscilaciones. La primera edición de este modelo se presenta únicamente para materiales ferromagnéticos isotrópicos policristalinos. Una aproximación numérica del modelo para ferromagnéticos isotrópicos policristalinos se muestra en la figura1-5:



Figura 1-5: Curva de magnetización producida a través del cómputo del modelo Jiles-Atherton.

El modelo de magnetización Jiles-Atherton está basado en análisis de energía libre total de un material magnético. Este modelo permite calcular el ciclo de histéresis para materiales magnéticos anisotrópicos mostrado en la figura 1-6.

En el caso, para materiales magnéticos suaves con H_k≈0, está dada por:



$$M_{\rm iso} = M_{\rm s} \left[\coth\left(\frac{H_{\rm eff}}{a}\right) - \left(\frac{a}{H_{\rm eff}}\right) \right]$$

Figura 1-6: Curva de magnetización dentro del modelo Jiles-Atherton con ajuste de coeficientes.

En el caso de los materiales, figura 1-7 duros con $H_k \le 0$, está dada por la ecuación:



Figura 1-7: Curva de magnetización con ajuste de anisotropía del modelo Jiles-Atherton extendido [26]

1.5. Efecto Barkhausen

En 1919 el físico alemán Heinrich Barkhausen demostró la existencia de los dominios magnéticos y que estos a su vez están asociados a procesos de magnetización, además determinó que los procesos de magnetización no son continuos; es decir, se comportan de forma discreta. En los procesos de magnetización ocurren dos importantes fenómenos: la rotación del momento magnético dentro de los dominios del material para orientarse en la dirección del campo magnético externo aplicado y el movimiento de las paredes de dominio; los cuales originan diferentes estados de magnetización. El origen del efecto Barkhausen es debido a la existencia de una estructura de dominios magnética, donde la dinámica de la pared de dominio presenta una relajación térmica y viscosidad magnética, las cuales generan distribuciones aleatorias de barreras de energía. Cuando el campo magnético aplicado varía en el tiempo a baja frecuencia, es posible observar secuencias aleatorias y escalones (emisiones o ráfagas) comúnmente nombrados brincos Barkhausen. El carácter estocástico de la señal refleja interacciones subyacentes de la estructura de dominios y su desorden aparente. Existen parámetros que determinan la dinámica de excitación de la pared, tales como el voltaje inducido en el cual tiene un comportamiento temporal dado por $\frac{dM}{dt}$, la medición es efectuada mediante el campo magnético constante $\frac{dH}{dt} = 0$, entonces, la señal Barkhausen será proporcional a la susceptibilidad diferencial

$$\frac{dM}{dt} = \Delta x = 0$$

a lo largo de la parte magnetizada, donde la señal es detectada. La integración en función del tiempo de la señal Barkhausen permite determinar ciclos internos de la curva de magnetización M(H).

Este ruido de origen magnético se manifiesta durante la magnetización de algún material ferromagnético y es claramente detectable como una señal de ruido en un devanado sobre el material en cuestión conectado a un amplificador de audio hacia a un altavoz. Las emisiones o ráfagas de RMB son el resultado de cambios de magnetización discontinuos dentro del material, estos cambios pueden ser medidos sobre la superficie utilizando un sensor inductivo, como se muestra en la figura 1-8.

La *f.e.m.* inducida por el sensor para detectar las emisiones de RMB es proporcional al cambio del flujo magnético en un tiempo dado $\frac{d\phi}{dt}$, el cual es equivalente a la razón de cambio de la magnetización por el área de la bobina de recolección (sensor inductivo sobre la superficie del material).



Figura 1-8: Representación esquemática del RMB dentro del ciclo de histéresis y su representación estadística en función de $\Delta\mu$. [1]

La relación entre la densidad de flujo B y H es:

$$B = \mu_0 \mu_r H$$

Donde μ_0 es la permeabilidad en el vacío $4\pi \times 10^{-7} [kg \cdot m \cdot s^2 \cdot A^{-2}]$ yla μ_r que es la permeabilidad relativa del material en el núcleo del inductor. La relación entre la magnetización y *H* es:

$$M = \mu_r H - H = \chi H$$

donde la cantidad $\chi = \mu_r - 1$ es la susceptibilidad magnética del material (χ).

1.6. Anillo de Rowland para inductores toroidales

El sistema clásico para la determinación de la curva magnetización inicial y permeabilidad magnética en materiales ferromagnéticos es a través de la técnica de Anillo de Rowland, que consiste en un transformador de tipo toroide con el núcleo de algún material magnético a estudiar. En este transformador se introduce una señal de excitación en un primer devanado denominado primario y un segundo devanado denominado como secundario. La medición de la *f.e.m.* inducida con una relación de vueltas entre el primario y secundario de 10:1 según sea la respuesta del material, es como se muestra en la figura 1-9.



Figura 1-9: Esquema de la técnica de Anillo de Rowland [27].

El principio de dicho dispositivo es excitar el devanado primario con una forma de onda sinusoidal o triangular en diferentes amplitudes y frecuencias, generar una corriente que varíe en el tiempo $\frac{d\phi}{dt}$ con el objetivo de generar un campo magnético, que inducirá una magnetización dependiente del tiempo. Para calcular el campo magnético que circula a través del toroide, se da un tratamiento clásico de tipo inductor, la forma geométrica para inductores de este tipo se muestra en la figura 1-10.



Figura 1-10: Modelo geométrico para inductores toroidales

Para esta aplicación es necesario conocer la corriente que fluye a través del circuito, para determinar el campo magnético del núcleo en la ferrita. Derivado de la ley de Ampere el campo magnético dentro del núcleo es:

$$H2\pi r = \mu NI$$
$$H = \frac{\mu NI}{2\pi r}$$

Análisis dimensional para campo H

$$[\frac{[kg \cdot m \cdot s^{-2} \cdot A^{-2}] \cdot [A]}{[m]}] = [kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-1}] = [T]$$

Donde: H es el campo magnético dentro del núcleo del material, μ la permeabilidad magnética del material, N el número de vueltas, I la corriente a través del inductor y r radio del toroide.

La inductancia puede ser calculada de manera similar a cualquier bobina de alambre y aplicando la ley de Faraday se puede calcular la fuerza electromotriz inducida dentro del toroide como sigue.

$$fem = -N\frac{\Delta\Phi}{\Delta t} = -NA\frac{\Delta B}{\Delta t}$$

Donde: *fem* es el potencial en el inductor, Φ es el flujo magnético y *A* la sección transversal del toroide. Esta expresión puede ser utilizada junto con la expresión de campo para obtener la inductancia L.

$$L \approx \frac{\mu N^2 A}{2\pi r}$$

Midiendo la inductancia *L* del toroide se determina la permeabilidad del núcleo de la siguiente forma.

$$\mu = \frac{2\pi rL}{N^2 A}$$

La mayor restricción de la técnica del AR es por utilizar solo transformadores toroidales, y por lo tanto, en materiales que pueden ser fabricados en forma de anillo. También es posible hacer un AR en un arreglo inductivo del tipo solenoide. Cuando los materiales no pueden ser fabricados en una forma de anillo, también es posible obtener los mismos parámetros ya mencionados, pero con la desventaja de generar pérdida de flujo magnético hacia afuera del material. Si aplicamos una forma de onda triangular de corriente con frecuencia f, el intervalo con el cual la corriente en el primario cambia es $4fI_m$ donde I_m es la corriente máxima en el primario. La permeabilidad diferencial es

$$\mu = \frac{dB}{dH} = \frac{1}{A} \frac{d\Phi}{dt} \frac{dt}{dI_p} \frac{dI_p}{dH}$$

Donde A es el área de la sección transversal del toroide e I_p es la corriente instantánea del primario. Tendremos la siguiente expresión:

$$\frac{d\Phi}{dt} = \frac{V_s}{N_s}$$

Donde V_s es la fuerza electromotriz (*fem*) inducida dentro del inductor o devanado secundario y N_s es el número de vueltas; y

$$\frac{dI_p}{dH} = \frac{L}{N_p}$$

Bajo este método es posible extraer información valiosa sobre el material colocado como núcleo del transformador, tal como la curva de magnetización inicial, permeabilidad y, o susceptibilidad.

La implementación básica para este sistema de medición consiste en un generador de señales o un convertidor digital a analógico microcontrolado, el cual permite obtener los dos tipos de señales más comunes para este tipo de análisis, que son la sinusoidal y triangular reportados en la literatura [4, 30]. Los tratamientos de la señal para el sistema AR son estándares para los fines que se mencionan, se trata de un análisis de función de transferencia; es decir el cambio de la salida (secundario) con respecto a la entrada (primario). El modelo matemático es como sigue:

$$\mu = \frac{dB}{dH} = \frac{1}{A} \frac{d\Phi}{dt} \frac{dt}{dI_p} \frac{dI_p}{dH} = \left[\frac{1}{4fI_m} \frac{L}{A} \frac{1}{N_p N_s}\right] V_s$$

Donde el campo de inducción (H) es evaluado en función del campo inducido (B), esto se conoce como la curva de magnetización inicial.

1.8 Materiales Magnéticos Amorfos

En las últimas dos décadas se han desarrollado una gran variedad de aleaciones amorfas que presentan propiedades magnéticas importantes que promueven la investigación de sus propiedades físicas tales como: estructura, propiedades magnéticas, estados electrónicos y propiedades magnetoópticas, entre otros.

Un sólido cristalino se caracteriza por poseer un arreglo estructural periódico de largo alcance. Además, en la vecindad de cada uno de los sitios atómicos se localizan con exactitud la primera, segunda y hasta la tercera esfera de coordinación. Un cristal perfecto se puede abordar tanto teórico como experimentalmente con relativa precisión; sin embargo, los materiales reales presentan imperfecciones debidas a dislocaciones, defectos estructurales, impurezas. Los metales amorfos no tienen orden de largo alcance, sólo orden de corto alcance. El sólido amorfo se encuentra en estado metaestable separado del estado base termodinámico por una barrera de energía Δ E.El tamaño de esta barrera de energía proporciona una medida de la estabilidad del estado metaestable; la razón entre la

cristalización y el tiempo de vida media del estado metaestable es proporcional a $\exp\left(\frac{\Delta E}{k_B T}\right)$

, con T la temperatura y k_B la constante de Boltzmann [24]. Cuando un estado metaestable es sometido a temperaturas suficientemente altas este estado se transforma inevitable e

irreversiblemente en un sólido cristalino con una o más fases cristalinas y/o amorfas diferentes.

Las aleaciones amorfas ferromagnéticas muestran que el intercambio magnético entre primeros vecinos origina que los espines de los átomos de la primera y segunda esfera de coordinación se ordenen al átomo de origen, teniendo energía de intercambio suficiente para crear una distribución espacial de los espines en todo el material.

Existen diferentes geometrías de los materiales magnéticos amorfos; dependiendo del método de obtención, los cuales pueden ser películas delgadas, discos, hilos o microcintas.

2. Desarrollo experimental

La implementación de las técnicas de caracterización de AR y ARM, se basa en la inducción de flujo magnético, que ocurre en distintos materiales ferromagnéticos, con diferente geometría como son los toroides cerámicos (AR) y películas delgadas (ARM) respectivamente. La detección de las emisiones o ráfagas magnéticas, para la detección de la señal RMB, es necesario agregar a la configuración propuesta un sensor inductivo sobre la superfície del material. La amplificación de las señales emitidas es necesaria para ambas configuraciones y se hace mediante un amplificador de instrumentación. En la figura 2-1 se muestra el diagrama de flujo para la implementación experimental, generación y detección de emisiones de RMB para AR y ARM.



Figura 2-1: Diagrama de flujo para la implementación experimental, generación y detección de emisiones de RMB para AR y ARM.

2.1. Anillo de Rowland

La implementación para la excitación magnética y posterior detección del RMB consta del material en una disposición geométrica de toroide con dos devanados, nombrando al primario como de excitación y al segundo devanado como sensor de inducción magnética donde es posible detectar las ráfagas de RMB, como se muestra en la figura 2-2.



Figura 2-2 Configuración para materiales toroidales con Anillo de Rowland.

La respuesta a un impulso de un inductor fue el primer acercamiento para el análisis de la repuesta de los diferentes tipos de materiales para una configuración Anillo de Rowland. El arreglo permite excitar el devanado primario con una señal pulsante. Detectar deformaciones de en la señal en el devanado secundario que contiene información del material. Las características de la señal de excitación son: 35Vr, a 100W hasta 40KHz, el circuito de excitación se muestra la figura 2-3:



Figura 2-3: Circuito conmutado de excitación.

Este tipo de arreglo es vagamente mencionado en la literatura, debido a que la excitación esta principalmente en forma de onda sinusoidal del tipo $e^{j\omega t}$ o triangular (pendiente constante).

En la parte de la excitación con ondas sinusoidales, de rampa o triangulares, se seleccionó el amplificador operacional OPA549T debido a su potencia de excitación que es capaz de proporcionar hasta 50Vpp a 280W y a diferencia de los utilizados normalmente con aplicaciones de amplificadores de audio, este operacional seleccionado cuenta un ancho de banda de hasta 900 KHz y además posee control en el límite de corriente. La figura 2-4 muestra el circuito eléctrico utilizado para la correcta polarización del devanado primario, así como un control de ganancia y límite de corriente de operación, pueden ser ajustados mediante el voltaje en las terminales no inversora del amplificador y corriente de limite respectivamente.



Figura 2-4: Circuito de amplificación para inducción magnética.

También se hicieron pruebas con el amplificador operacional de potencia modelo LM675T de 60Vpp a 120W con ancho de banda de 5MHz.

2.2. Obtención de la curva de magnetización

Para obtener la curva de magnetización se comparó la señal de excitación de entrada X, con la señal que corresponde a la respuesta Y del material y se grafican ambas señales en una configuración X-Y dentro del osciloscopio, para esto fue necesario integrar la señal de respuesta del devanado secundario del transformador toroidal. Esta integración puede realizarse de manera numérica a través de la adquisición de datos, activa con un amplificador operacional o pasiva con un circuito RC, como se muestra en la figura 2-5, donde L* es el sensor de medición de flujo magnético sobre la superficie del material o también en el devanado secundario según sea la técnica utilizada como ARM o AR respectivamente. Para efectos prácticos de estos circuitos es intuitivo realizar un acercamiento del tipo pasivo, solamente con dos componentes del tipo resistivo y capacitivo proporcionales al número de vueltas y al área de la sección transversal del núcleo en cuestión, tal como:

$$R_i C_i \propto N A_c$$

Donde:

 $C_i y R_i$ son el capacitor y el resistor del circuito integrador, y NA_c son el número de vueltas y el área transversal del núcleo de ferrita toroidal.



Figura 2-5: Circuito completo para amplificación e integración pasiva tipo RC.

Para los casos de forma de onda sinusoidal, se tomaron diferentes muestras con parámetros de excitación distintos, como son la frecuencia y la amplitud, adicionalmente se comparó con la respuesta en frecuencia del amplificador operacional y se identificó correctamente la respuesta para cada uno de los materiales. Se propuso para este trabajo una tarjeta de adquisición para obtener los datos del comportamiento de los materiales ferromagnéticos. Lo mencionado anteriormente está unido a un sistema electrónico propio y por lo que se evitó el uso de tarjetas comerciales, ya que, limitan las capacidades de detección, como pueden ser: la resolución o el número de muestras por segundo que se pueden implementar, así como la flexibilidad de hacer cambios a los sistemas electrónicos conforme avancen los resultados.



Figura 2-6: Gráfica XY antes de del integrador de señal pasivo.

Antes de cualquier medición eléctrica, es requisito fundamental realizar las mediciones sobre las dimensiones del toroide. La primera característica es el área transversal del núcleo A_c y la longitud del circuito cerrado magnético del núcleo, llamado también como circunferencia central l_c del material magnético en su forma de toroide. La corriente I_L a través del inductor genera una fuerza magnetomotriz, la longitud l_c del circuito cerrado del campo magnético inducido es un proporcional a la intensidad de campo magnético:

$$H = \frac{I_L N}{l_c}$$

Donde:

 I_L es la corriente a través del inductor.

 l_c es la longitud del toroidal.

Nes el numero de vueltas del inductor.

La inducción magnética puede también ser medida sin el circuito magnético. La inducción de un potencial eléctrico dentro de los devanados es proporcional al cambio de flujo magnético $d\Phi$ dentro del núcleo.

$$E = N \frac{d\Phi}{dt}$$

Debido a que la densidad de flujo es igual al producto de la inducción magnética y el área transversal del núcleo $\Phi = BA_c$, la relación entre el cambio de la inducción y la *f.e.m.* es:

$$dB = -\frac{dtE}{NA_c}$$

Integrando este cambio de inducción magnética *dB* como función del tiempo, el flujo magnético*B* puede ser calculado como:

$$\int_0^T -\frac{e(t)}{NA_c} dt$$

Para preparar los devanados del núcleo bajo prueba, puede utilizarse la configuración de transformador de bajada, donde el número de vueltas del primario sea mayor que el secundario o también es posible para simplificación de las mediciones hacer que ambos devanados sean iguales, con estas dimensiones, el número de vueltas para ambos devanados considerando $N_1 = N_2 = N$, puede ser calculado como:

$$N = \frac{I_c B}{I_L \mu_c}$$

Los núcleos de baja permeabilidad y alto campo coercitivo, llamados magnéticos duros o permanentes, requieren de campos magnéticos de alta intensidad a diferencia de los materiales magnéticos suaves, estos campos se pueden intensificar con un mayor número de vueltas. Para reducir el número de vueltas requerido para acondicionar una señal, se requiere introducir al circuito con mayor corriente ya que esta es proporcional al campo magnético, esto se puede lograr fácilmente colocando un resistor en serie al devanado secundario del orden de 1 Ω a 10 Ω .

La frecuencia de medición para obtener el voltaje nominal de operación del inductor puede ser calculada como:

$$f = \frac{V_L l_c}{2\pi N^2 \mu_c A_c I_L}$$

Para interpretar el parámetro de intensidad de campo en el eje x y transladar unidades de volts a unidades de campo magnético es:

$$H = \frac{V_R N}{R l_c} = \frac{I_L N}{l_c}$$

2.3. Anillo de Rowland modificado

La aplicación de la técnica del Anillo de Rowland en películas delgadas, considerando que no se tiene un anillo, se obtiene utilizando un yugo o herradura para magnetizar diferentes materiales, es decir, difícilmente se pueden fabricar devanados alrededor de películas tan delgadas de unos cuantos micrómetros de grosor. Para este caso se ha implementado una modificación al Anillo de Rowland, en lugar de usar un embobinado para magnetizar se emplea una herradura construida de un núcleo toroidal en semicírculo, donde las dos secciones transversales expuestas, se colocan directamente sobre la superficie del material. Para detectar los cambios en la magnetización del material bajo estudio, se utiliza un inductor como sensor de flujo magnético capaz de detectar en la superficie el cambio de la magnetización. El sensor se posiciona en el centro del yugo o herradura, como se muestra en la figura 2-7:



Figura 2-7: Sistema de medición para películas [22].

Se estableció el análisis para dos diferentes materiales ferromagnéticos en película delgada. Para tal efecto, fueron proporcionados el Vitrovac6025® y el Finemet®, películas magnéticas amorfas y ultrasuaves; cabe destacar que, gran parte de la diferencia en las formas de onda detectadas por el sensor inductivo sobre la superficie de las películas para los diferentes materiales se encontraban durante la transición del flujo magnético dentro del material de positivo a negativo; es decir, la respuesta al cambio del sentido de las "líneas de campo magnético" dentro del material son representativos para cada material. Para la forma de onda obtenida para el material Finemet®, el sensor inductivo fue colocado en 3 diferentes posiciones sobre la superficie del material, a 1 mm y a 10 mm de la sección transversal de la herradura, al borde de la película y centrado en la herradura, como se muestra la siguiente figura 2-8:



Figura 2-8: Implementación ARM para la detección de RMB en películas delgadas.

La retroalimentación para la medición del potencial eléctrico en distintas secciones del circuito magnético mostrado es requisito para la medición de campo inducido *B* dentro del mismo yugo o herradura tal y como es reportado en la literatura [5]. Múltiples filtros en la medición de la respuesta a la magnetización en la superfície de las emisiones RMB, deben ser utilizados durante la implementación del ARM. La medición de los parámetros de cambio de corriente en el devanado primario, secundario y flujo magnético en la superfície del material es requisito indispensable, el procesamiento digital de la señal para el análisis del espectro producido por la señal de magnetización dentro de la muestra, así como el análisis de la envolvente o valor cuadrático medio en señal de ruido. El procesamiento digital para el estudio de películas magnéticas requirió un cambio de ancho de banda en filtro pasa altas, esto es debido a que el ancho de banda para materiales amorfos suaves se incrementa significativamente hasta 1,000KHz, una instrumentación completa para la detección del



RMB, es como se muestra en la figura 2-9, esto es una de las variantes sobre lo reportado en la literatura [14].

Figura 2-9: Esquema de instrumentación para la detección de emisiones RMB [10].

Se comprobó el comportamiento correcto de la implementación para ARM estableciendo una señal de excitación sin presentar ningún material por medio para su magnetización; es decir "en el vacío". Este acercamiento permitió verificar que ninguna perturbación externa esté involucrada durante la instrumentación de los sensores y los actuadores. Es evidente que en la forma de onda no existe ningún tipo de distorsión de la señal sinusoidal inicial de excitación tal y como se muestra en la siguiente figura 2-10:



Figura 2-10: Respuesta a una onda sinusoidal en el vacío para ARM sin ningún material de por medio.

2.4. Ruido Magnético Barkhausen

Las diferentes técnicas para extraer las señales apropiadas para analizar las emisiones de ruido atribuidas el RMB y como consecuencia los diferentes estados de magnetización requieren de diferentes etapas para la extracción y análisis de la información atribuidos a dicho fenómeno magnético. La magnetización dentro de las diferentes muestras presenta perturbaciones atribuidas al material, como ya se ha mencionado en los capítulos anteriores.

El procesamiento digital de las señales mediante MATLAB® es fundamental, para una correcta identificación y análisis; es decir se utilizan técnicas como son la Transformada Rápida de Fourier, detector de envolvente, valor cuadrático medio y filtros pasa altas de orden superior. La combinación sobre las diferentes técnicas de implementación puede tener diferentes acercamientos de índole analógicos, digitales y programables. Estas diferentes etapas son estrictamente necesarias durante todo el proceso de excitación del material y la detección de las emisiones de RMB como muestra en la figura 2-11.



Figura 2-11: Diagrama de flujo para la obtención de la señal resultante para RMB. Técnicas utilizadas: "A" es Analógico, "D" es Digital y "P" Programable.

2.5. Implementación de los circuitos electrónicos para instrumentación

2.5.1. Convertidores Digitales y Analógicos

El ancho de banda del Ruido Magnético Barkhausen es menor a 200KHz para materiales ferromagnéticos duros y hasta 1 MHz para materiales ferromagnéticos suaves. Las señales de excitación son de 50 Hz o menos. La especificación de los componentes electrónicos de señal mixta para la adquisición de señal y la selección de estos elementos con ancho de banda superior para operarlos a bajas frecuencias permitió obtener mejores prestaciones en amplificación, resolución, rechazo a ruido y estabilidad, así como los convertidores analógicos a digital que cumplieron con la especificación se presentan en la tabla 2-1.

| Matricula | Fabricante | Тіро | Muestras | Resolución |
|-----------|------------|------|----------|------------|
| LTC2203 | Linear | ADC | 10M | 16-bit |
| MAX19507 | Maxmim | ADC | 130M | 8-bit |
| AD9760 | Analog | DAC | 125M | 10-bit |

Tabla 2-1: Relación de componentes para adquisición de datos.

2.5.2. Componentes analógicos de alta velocidad

Los elementos electrónicos analógicos tales como, fuentes lineales reguladas de bajo ruido, amplificadores de señal, transformadores de aislamiento, inductores diferenciales del tipo *choke*, amplificadores operacionales de bajo ruido, amplificadores diferenciales y de instrumentación, son seleccionados para la detección de RMB.

Los parámetros por considerar son: la razón de rechazo de la fuente de alimentación que es la habilidad del amplificador de mantener el valor a la salida a pesar de las variaciones que puedan surgir en la fuente de alimentación (**PSRR** por sus siglas en inglés). El intervalo dinámico libre de señales espurias que es la razón de la intensidad de la señal fundamental a la señal espuria más intensa en la salida, es también definido como parámetro para especificar

convertidores analógicos-digitales y digitales-analógicos (**SFDR** por sus siglas en inglés). La razón del rechazo a modo común es la habilidad de un amplificador de rechazar señales en el modo común (**CMRR** por sus siglas en inglés).

Los componentes electrónicos seleccionados, basados en los parámetros mencionados son mostrados en la siguiente tabla 2-2

| Matricula | Тіро | PSRR/SFDR/CMRR | Voltaje Corriente | Ancho de banda |
|-----------|---------------|---------------------|----------------------|-------------------|
| ADM7154 | Regulador | 90dB a 200KHz(psrr) | 3.3V 600mA | 1MHz |
| AD9631 | Op. Amp. | 113dBc a 1MHz(CMRR) | ±5V 70mA | 180MHz |
| LMH6554 | Dif. Op. Amp. | 65dB a 750MHz(SFDR) | ±2.5V 150mA | 2,800MHz |
| AD8429 | In. Op. Amp. | 80dB a 5KHz(CMRR) | ±18V 35mA | 15MHz |

Tabla 2-2: Relación de componentes analógicos.

Para el procesamiento digital de la señal, se han seleccionado dos elementos principales, donde la principal restricción para dichos elementos digitales fue la frecuencia de operación en relación con los elementos analógicos-digitales de entre 10 a 130 millones de muestras. Para poder operar dichos elementos analógicos de alta velocidad dentro de sus contrapartes digitales se ha seleccionado un tipo de dispositivo digital programable conocido en la literatura como FPGA por sus siglas en inglés, matrícula XC6SLX9 de la familia Spartan 6 del fabricante Xilinx con velocidad de operación de hasta 1GHz. Adicionalmente también se ha seleccionado un procesador de 32-bit a 200MHz con 330DMIPS matricula PIC32MZ2048 del fabricante Microchip. Ambos dispositivos comunicados por un 'bus' de datos de 8-bit para el procesamiento conjunto de la señal; es decir, algunos dispositivos fueron conectados al FPGA y otros al procesador de 32-bit. También se utilizó un programa computacional para el procesamiento de las muestras con diferentes algoritmos disponibles dentro de la plataforma de procesamiento digital.

2.5.3. Filtros activos analógicos de 8ºorden

Filtro pasa-bajas para la detección del Ruido Magnético Barkhausen dentro del ancho de banda reportado en la literatura que es de 200KHz. Se realizó un filtro pasa-bajas con topología Sallen-Key y con aproximación matemática Butterworth de octavo orden con 4 etapas; las simulaciones en frecuencia muestran la respuesta en la figura 2-12:



Figura 2-12: Respuesta en frecuencia filtro pasa-bajas de 8º orden.

Se han utilizado los valores de resistores de la serie E96 para un mejor ajuste en la respuesta en frecuencia, el esquemático propuesto para este filtro es como se muestra en la figura 2-13.

Las ventajas que esto representa al momento de realizar las pruebas, fácil y rápida fabricación, así como robustez al momento del ensamble con el equipo de trabajo, por lo que primer acercamiento para el filtro de 8º orden fue en un circuito impreso para las ventajas antes mencionadas y el arreglo de esta implementación de filtro se muestra en la figura 2-14.



Figura 2-13: Diagrama filtro pasa-bajas activo Butterworth 80 orden Sallen-Key.



Figura 2-14: La disposición de los elementos dentro del circuito impreso para el filtro pasabajas utilizando TL084.

2.5.4. Amplificador para el sensor de flujo magnético.

Uno de los elementos fundamentales para lograr la adquisición de la señal en función del flujo magnético en la superficie del material a través del sensor inductivo, fue el amplificador de instrumentación AD8429, este dispositivo es capaz de entregar una ganancia de hasta 60dB con 150KHz de ancho de banda o 40dB con 1,200KHz de ancho de banda, lo cual es selección exacta para nuestra aplicación de RMB. El diagrama eléctrico para este dispositivo para un sensor del tipo inductor con dos resistores en serie en las entradas inversora y no inversora respectivamente, como muestra la figura 2-15.



Figura 2-15: Arreglo esquemático para el amplificador de instrumentación

2.5.5. Técnicas de reducción de ruido

El análisis sobre el ruido en las fuentes de alimentación para un dispositivo electrónico destinado para su función de instrumentación es esencial para la correcta implementación, detección, ajuste y el preciso procesamiento digital de las señales mediante programas computacionales. Se utiliza un elemento discreto como regulador lineal de muy bajo ruido mencionado anteriormente con matrícula ADM7174 figura 2-16, con la propiedad PSRR o razón de rechazo a ruido de 90dB a 200KHz en la fuente de alimentación figura 2-17, utilizada únicamente como potencial de referencia en los circuitos analógicos como son amplificadores operacionales y convertidores analógicos a digitales.



Figura 2-16: Montaje del regulador lineal de bajo muy bajo ruido ADM7154.



Figura 2-17: Rechazo a ruido de la fuente lineal ADM7174, cortesía de Analog Devices®.

La medición de las diferentes señales de ruido en las fuentes lineales analógica y digital con valor de voltaje eficaz (RMS) es muestra de la correcta implementación de la reducción de ruido. Separando los planos de referencia (tierra) analógicas y digitales; uniéndolas mediante un elemento de ferrita. La medición se logra tomando muestras del potencial en corriente alterna (voltaje AC) para ambas fuentes y convirtiendo dicha tabla de valores de Vpp a Vrms utilizando MATLAB®, como se muestra en la figura 2-18:



Figura 2-18: Comparación sobre el ruido en la referencia analógica (bajo ruido) y referencia de la fuente digital.

2.5.6. Análisis sobre la integridad de la señal

La integración de sistemas electrónicos de alta frecuencia (MHz a GHz), la detección de señales de bajo potencial eléctrico del orden de los μ V, la mezcla de señales analógicas y digitales nos obliga al uso de técnicas de simulación de la integridad de la señal sobre los diferentes nodos en un circuito eléctrico con las mencionadas características.

El análisis sobre la integridad de la señal se hace evidente cuando se trata de la interconexión de nodos dentro de un circuito eléctrico. El método de *impedancia controlada* fue utilizado con la finalidad de proveer un acoplamiento correcto en impedancia para las señales y su interconexión entre los diferentes elementos discretos, como son procesadores, convertidores y amplificadores. Mediante el programa computacional para la fabricación de circuitos impresos Altium Designer® y la correcta integración de los métodos de modelado de la Especificación de Información del Búfer de Entrada/Salida (IBIS por sus siglas en inglés) que provee cada fabricante, es posible modelar el comportamiento para una conexión eléctrica deficiente con un acoplamiento de impedancia incorrecto como se muestra en la figura 2-19.



Figura 2-19: Integridad de señal deficiente sobre el pulso generado a)

y el pulso digital recibido b).

Los diferentes modelos para el cálculo y fabricación de microcintas dentro de circuitos impresos son requeridos para obtener una integridad de señal satisfactoria, para los componentes electrónicos utilizados y sobre la instrumentación que se utilizó para este trabajo de investigación. La comparación sobre la correcta utilización de las mencionadas técnicas sobre la integridad de la señal es demostrada en la figura 2-20.



Figura 2-20: La correcta utilización de la técnica de *impedancia controlada* sobre la integridad de la señal.

El desarrollo del circuito impreso del prototipo de sistema de instrumentación es mostrado en la figura figuras 2-21. El dispositivo final para este trabajo sobre los estados de magnetización de películas delgadas ferromagnéticas determinadas mediante ruido magnético Barkhausen y anillo de Rowland modificado, con todos los componentes electrónicos seleccionados montados sobre la placa electrónica, se muestra en la figura 2-22.



Figura 2-21: Desarrollo para la instrumentación sobre RMB con los componentes seleccionados.



Figura 2-22: Implementación final para la instrumentación sobre RMB con los componentes seleccionados.

3. Resultados

3.1. Anillo de Rowland

La técnica de anillo de Rowland se implementó para establecer los parámetros iníciales de excitación en cerámicas comerciales conformadas en forma toroidal. Se presentan los resultados obtenidos en estos sistemas y se determina la permeabilidad relativa magnética. Adicionalmente se presenta el ciclo de histéresis sin llegar a la saturación de cada una de los toroides cerámicos empleando la configuración AR donde, en todos los casos, Las ferritas comerciales son de composición de Ni-Zn, y Mn-Zn en forma de toroide con diámetro externo=12.7 mm, diámetro interno=7.92 mm y ancho=6.35 mm, estas fueron enrolladas con alambre aislado de calibre 18, el embobinado primario N₁ fue de 10 espiras; mientras que el secundario fue de 5 espiras. Las características generales reportadas por el fabricante se muestran en la tabla 3-1

Permeabilidad Campo Temperatura de Material Número de parte inicial relativa coercitivo (Oe) Curie (C) F50A-F (Ferita 1) Ni-Zn 3000 0.20 250 F50A-J (Ferrita 2 Mn-Zn 5000 0.1 140

Tabla 3-1: Ferritas comerciales empleadas.

La medición directa del voltaje secundario para validar la respuesta de los diferentes tipos de materiales, ya que cada forma de onda de la respuesta al impulso es perfectamente distinguible. La respuesta típica para cada material con esta configuración inicial propuesta, se presentan 2 materiales magnéticos suaves cerámicos para diferentes condiciones de medición en lo que se refiere a frecuencia de excitación, con 64.2KHz (figura 3-1) y 991Hz, las mediciones se presentan en el mismo intervalo en amplitud y de tiempo.



Figura 3-1: Detección de $\frac{dM}{dH}$ para una respuesta onda cuadrada para ambos materiales.

Los datos mostrados son evidencia clara de la diferencia entre los materiales debido a la respuesta por el cambio de frecuencia del pulso de excitación sobre los distintos materiales, en este caso se hizo la comparación directa entre las dos ferritas y se observa claramente que la ferrita 2 tiene mayor voltaje inducido en el secundario y esto es asociado a un estado de magnetización mayor que la ferrita 1 y esto se explica porque la ferrita 2 es más suave y con mayor permeabilidad.

El análisis de la respuesta en frecuencia para el amplificador de potencia OPA549 es necesario para atribuir las atenuaciones de la señal a este dispositivo y no al material, como se muestra en la figura 3-2

El método utilizado para tomar muestras de la señal es utilizando un osciloscopio. El campo de inducción con origen sinusoidal y el campo inducido, es como se muestra en la figura 3-3, con lo que se comprueba la respuesta del potencial eléctrico en el secundario del tipo cotangencial tal y como se predice en los modelos [30], sin esta forma característica del secundario no es posible elaborar una gráfica del tipo X-Y para las entradas de campo H y la salida inducción magnética **B**.



Figura 3-2: Respuesta en frecuencia para el OPA549T.



Figura 3-3: Respuesta para Anillo de Rowland para la Ferrita 1.

Se muestra la onda sinusoidal de excitación dentro del primario y su respuesta en el devanado secundario, para la ferrita 1 y ferrita 2, como se observa en las figuras3-4.



Figura 3-4: Respuesta entre el primario y secundario para una onda sinusoidal. Ferrita 2.

La curva de magnetización en la modalidad XY, significa comprar el potencial de entrada (campo magnético **H**) respecto a la salida (campo inducido **B**) como se observa en la figura 3-5:



Figura 3-5: Grafica XY antes del integrador. Ferrita 1 y 2, respectivamente.

Con algunos ajustes en el amplificador operacional de potencia y aplicación del filtro de 60 ordenes tenemos las señales típicas obtenidas mediante el método de Anillo de Rowland para toroides de ferrita, tal y como muestra la figura 3-6, en la cual se muestra la onda sinusoidal como señal de excitación y la señal secundaria como respuesta del material en su formato XT y XY.



Figura 3-6: Gráfica experimental en disposición XY de curva magnética después del integrador con el integrador pasivo RC. a) Ferrita 3 y b) Ferrita 2.

3.2. Ruido magnético Barkhausen

Se presentan los resultados obtenidos en aleaciones magnéticas y se determina la respuesta de RMB.

Los materiales que se midieron fueron:

- 1. Ferrita 1 Y Ferrita 2.
- 2. Micro hilos base Co.
- 3. PelículasVitrovac 6025[®].
- 4. PelículasFinemet®.

Las emisiones o ráfagas de RMB fueron detectadas para los toroides de ferrita con la configuración de AR, dichas ráfagas de ruido son claramente visibles como perturbaciones que no se encuentran en la señal de excitación dentro del devanado del primario, que para algunas perturbaciones $\frac{dM}{dH} = 0$, es evidente que existen emisiones adicionales que hacen notar experimentalmente que $\frac{dM}{dH} \neq 0$, es decir existen emisiones donde existe una razón de cambio distitua de cero sobre la magnetización en el material en función del **H** aplicado. La cuantificación de las emisiones o ráfagas de ruido se realiza mediante el análisis espectral de frecuencia, la detección y valor eficaz de la envolvente, como muestra la figura 3-7

La señal de excitación de 2.4KHz dentro de la configuración para la medición con AR, no fue posible detectar las ráfagas de ruido magnético directamente atribuidas al material dentro del devanado secundario. Esto se puede explicar debido a que algunas emisiones de ruido son detectadas dentro del primario, existen otras solo visibles en el secundario como resultado del campo inducido en el material en cuestión. La figura 3-8 muestra las señales de excitación y laseñal del voltaje inducido correspondiente a, donde es visible bajo la misma ventana temporal, las ráfagas intrínsecas de la señal de excitación y la respuesta del campo inducido **B** son atribuidas al material.



Figura 3-7: Envolvente del RMB con Vitrovac 6025® con FIR Savitzky-Golay en MATLAB®



Figura 3-8: Relación de ruido en la señal de excitación dentro del AR y la señal detectada en el secundario con emisiones o ráfagas de RMB.

3.3. Resultados obtenidos con ARM con RMB para películas delgadas

Los materiales analizados para propósitos de esta tesis fueron el Vitrovac6025® y el Finemet®, películas amorfas magnéticas ultrasuaves. La diferencia en las formas de onda detectadas por el sensor inductivo sobre la superficie de las películas, para los diferentes materiales, se encontraron en la región de saturación, dentro del material, es decir la respuesta al cambio del sentido de las "líneas de campo magnético" dentro del material son exclusivas para cada material.

En todos los casos para la medición de la magnetización dentro de los materiales de películas delgadas, se encontró que la forma de onda o la forma del flujo magnético sobre la superficie del material no es isotrópica en toda la superficie, aunque se observa que es simétrica al inductor actuador de herradura. Para la forma de onda reproducida en el Finemet®, el sensor inductivo fue colocado en 3 diferentes posiciones sobre la superficie del material, a 1mm y a 10mm de la sección transversal de la herradura, al borde de la película y centrado en la herradura, como muestra la figura 3-9.

Como aportación a este trabajo, se logró identificar cambios significativos de las emisiones en los materiales a evaluar, encontrado así que, puede ser utilizado adicionalmente para interpretación y análisis, así como una clasificación y evaluación sobre los diferentes materiales ferromagnéticos.

Adicionalmente al trabajo de detección de las emisiones o ráfagas de RMB en las películas delgadas permitió establecer diferentes estados de magnetización asociados a los sistemas en forma plana. Con observaciones similares durante la etapa de saturación magnética, se detectan diferencias sustanciales para cada material, en la figura 3-10 es posible observar la diferencia de la forma de onda dentro de la región de saturación magnética para tres diferentes materiales, comparados con dos diferentes micro hilos y un tipo de película delgada.



Figura 3-9 Flujo magnético en la superficie a) 1mm b) 10mm de la sección transversal c) al borde y d) centrada.



Figura 3-10: Respuesta de diferentes materiales, dos micro hilos y película delgada a 1KHz centrado en la herradura, a) CoSiB₁₅, b) Tu Base Co, c) Finemet® y d) Vitrovac 6025.

El análisis de la señal emitida por el material y detectadas como ruido, es el propósito final para este trabajo. Se presenta a continuación una de las características más importantes para el estudio de estas señales de ruido magnético que es el análisis en frecuencia para cada emisión o ráfaga de RMB. El espectro en frecuencia es único para cada material; a continuación, se muestran dos diferentes materiales tanto en composición química como disposición geométrica, es decir un micro hilo y una película delgada del tipo Finemet®, ambos materiales ferromagnéticos suaves amorfos.



Figura 3-11: Espectro en frecuencia para dos diferentes materiales ferromagnéticos amorfos, micro hilo a) y película tipo Finemet® b).



Figura 3-12: Espectro en frecuencia para dos diferentes materiales ferromagnéticos amorfos, micro hilo CoSiB a), micro hilo Co b) y c) película delgada Finemet®.

4. Conclusiones

La técnica de medición desarrollada para la detección de los diferentes estados magnéticos en la superficie de los materiales permitió visualizar cambios importantes para cada tipo de material en función de su microestructura magnética.; cada diferente respuesta sobre la magnetización para cada material fue vital para lograr la detección y parametrización del RMB.

La detección de cambios en el espectro de frecuencia utilizando la técnica propuesta, fue relevante para obtener información adicional sobre la estructura magnética (dominios y paredes de los dominios magnéticos). En este trabajo se muestran los cambios en el dominio de la frecuencia para cada material como uno de los principales objetivos alcanzados.

Las técnicas de amplificación y el uso de filtros en frecuencia sobre la señal generada por la magnetización fueron los principales retos para la instrumentación, procesamiento digital y posterior interpretación de los datos; el procesamiento de las muestras con diferentes algoritmos disponibles dentro de la plataforma de procesamiento digital. Fue necesario en una primera etapa amplificación de hasta 60 dB, un filtro activo de 8º orden pasa altas, fue requerido como última etapa antes del procesamiento digital. Para la esta etapa fue necesario un sistema computacional para obtener el espectro en frecuencia de cada señal.

El análisis de los estados de magnetización que proporciona el Ruido Magnético Barkhausen en forma de emisiones o ráfagas y el análisis de este ruido, mediante la envolvente, valor RMS y el espectro en frecuencia proporciona información sobre la dirección de la magnetización en los materiales ferromagnéticos, y se puede distinguir la magnetización asociada a sistemas policristalinos o amorfos. El estudio detallado de los diferentes materiales ferromagnéticos ayuda a comprender de manera puntual los detalles macroscópicos de su estructura atómica y su correlación con su estructura magnética, como una consecuencia de su calidad de fabricación, interacción con otros campos electromagnéticos, además permite un mejor entendimiento de sus diferentes aplicaciones. Se desarrollaron nuevas técnicas de detección para películas delgadas ferromagnéticas, así como la detección de las ráfagas de emisión para esta configuración bidimensional de los materiales, además de su variante unidimensional para micro hilos.

A. Referencias

- Giorgio Bertotti (1998), Hysteresis in Magnetism for Physicist, Materials Scientist and Engineers.
- (2) N. G. PrabhuGaunkar, I. C. Nlebedim, G. V. PrabhuGaunkar, and D. C. Jiles, (2015). Examining the Correlation Between Microstructure and Barkhausen Noise Activity for Ferromagnetic Materials. IEEE Transactions on magnetics, VOL. 51, NO. 11.
- (3) Suvi Santa-aho, Aki Sorsa, MerjaHakanen, Kauko Leiviskä, MinnamariVippola and ToivoLepistö, (2014).Barkhausen noise-magnetizing voltage sweep measurement in evaluation of residual stress in hardened components, Meas. Sci. Technol. 25.
- (4) Arash A. Samimi, Thomas W. Krause, LynannClapham, (2016). Multi-parameter Evaluation of Magnetic Barkhausen Noise in Carbon Steel, NondestructEval 35:40.
- (5) F. Bohn, M. A. Correa, M. Carara, S. Papanikolaou, G. Durin, and R. L. Sommer, (2014). Statistical properties of Barkhausen noise in amorphous ferromagnetic films, PHYSICAL REVIEW E 90.
- (6) Xiaoyu Luo, Yilin Wang, Liang Wang, Jun Xie, Yisheng Zhang, (2014). Nondestructive hardness measurement of hot-stamped high strength steel sheets based on magnetic Barkhausen noise, Xiaoyu Luo et al. / Procedia Engineering 81 1768 – 1773.
- (7) NeelamPrabhuGaunkar, (2014). Magnetic hysteresis and Barkhausen noise emission analysis of magnetic materials and composites.
- (8) Saeed Kahrobaee and MehrdadKashefi, (2015). Assessment of Retained Austenite in AISI D2 Tool Steel Using Magnetic Hysteresis and Barkhausen Noise Parameters, Journal of Materials Engineering and Performance 1194—Volume 24
- (9) Song Ding, GuiYun Tian, GerdDobmann, Ping Wang, (2016). Analysis of domain wall dynamics based on skewness of magnetic Barkhausen noise for applied stress determination, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 421 225–229

- (10) Saeed Kahrobaee, Taha-Hossein Hejazi, (2017). A RSM-based predictive model to characterize heat treating parameters of D2 steel using combined Barkhausen noise and hysteresis loop methods, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 433 131–140.
- (11) Xiaoyu Luo, Yilin Wang, Bin Zhu, Yu Zhang, Yisheng Zhang, (2014). Superresolution spectral analysis and signal reconstruction of magnetic Barkhausen noise, NDT&E International 70 16–21.
- (12) Aki Sorsa, Suvi Santa-aho, MinnamariVippola, ToivoLepistö, and Kauko Leiviskä, (2015). Utilization of Frequency-Domain Information of Barkhausen Noise Signal in Quantitative Prediction of Material Properties, AIP Conference Proceedings 1581, 1256.
- (13) O. Kypris, I. C. Nlebedim, and D. C. Jiles, (2014). A model for the Barkhausen frequency spectrum as a function of applied stress, J. Appl. Phys. 115, 083906.
- (14) Anthony J. Moses, Harshad V. Patel, Paul I. Williams, (2006) AC Barkhausen noise in electrical steels: influence of sensing technique on interpretation of measurements, Journal of electrical engineering, Vol. 57. NO 8/S, 3-8.
- (15) NeelamPrabhuGaunkar, OrfeasKypris, Ikenna Cajetan Nlebedim, and David C. Jiles,(2014). Analysis of Barkhausen Noise Emissions and Magnetic Hysteresis in Multi-Phase Magnetic Materials, IEEE transactions on magnetics, Vol. 50, No. 11.
- (16) N. G. PrabhuGaunkar, I. C. Nlebedim, G. V. PrabhuGaunkar, and D. C. Jiles,
 (2015). Examining the Correlation Between Microstructure and Barkhausen Noise
 Activity for Ferromagnetic Materials, IEEE Transactions on magnetics, VOL. 51,
 NO. 11.
- (17) Dalibor Blazek, Miroslav Neslušan, Martin Micica, JaromírPisstora, (2016). Extraction of Barkhausen noise from the measured raw signal in high-frequency regimes, Measurement 94 456–463.
- (18) M. Caldas-Morgan, L.R. Padovese, (2012).Fast detection of the magnetic easy axis on steel sheet using the continuous rotational Barkhausen method, NDT&E International 45 148–155.

- (19) Hiroaki Kikuchi, Katsuyuki Ara, Yasuhiro Kamada, and Satoru Kobayashi,
 (2011), Characteristics of Barkhausen Noise Properties and Hysteresis Loop on Tensile Stressed Rolled Steels, Journal of Magnetics 16(4), 427-430.
- (20) Jesper Hamfelt, Jonas Gustafsson, Jan van Deventer, Torbjörn Löfqvist, Fredrik Häggström, and Jerker Delsing, (2015), A passive Barkhausen noise sensor for low-power application.
- (21) B. B. Narod, (2014), The origin of noise and magnetic hysteresis in crystalline permalloy ring-core fluxgate sensors, Geoscientific Instrumentation Methods and Data Systems, 3, 201–210.
- (22) Herlinda Montiel Sánchez, (2004), Nanocristalización y estudio a frecuencia de microondas de aleaciones amorfas ricas en Co,
- (23) D.C. Jiles, D.L. Atherton, (1986), Journal of Magnetismand MagneticMaterials 61, 48-60.
- (24) Roman Szewczyk, Jacek Salach, Adam Bieńkowski, Piotr Frydrych, and Aleksandra Kolano-Burian, (2012), Application of Extended Jiles–Atherton Model for Modeling the Magnetic Characteristics of FeCoNbCuB Alloy in As-Quenched and Nanocrystalline State, IEEE Transactions on magnetics, VOL. 48, NO. 4.
- (25) Henry Semat, Robert Katz, (1958), Research Papers in Physics and Astronomy, 185.
- (26) T. L. Francavillaa, J. H. Claassen, (2013), The George Washington University, Department of Physics, Washington, DC 20052.
- (27) M. E. Mata Zamora, B. Valera Orozco, H. Montiel,(2012),"Determination of initial permeability in soft ferrites with the modified Rowland's ring method"Superficies y vacio, Vol. 25 No. 2.
- (28) James Thomas, Stephen Kendrish, (2019). Magnetic Barkhausen Noise as an Alternative to Nital Etch for the Detection of Grind Temper on Gears, American Gear Manufacturers Association, 32-39 p.
- (29) Ochodek, V. (2007). Residual stress evaluation in spirally welded pipes for gas pipeline. In Proceedings of the 6th International Conference on Barkhausen Noise and Micromagnetic Testing, Universite de Valenciennes et du Hainaut: Cambresls, Valenciennes, France, July 9-10, 12 p.