

00362

3
Zej



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSGRADO

"ESTUDIO DE LA RELAJACION ESTRUCTURAL
EN CINTAS AMORFAS FERROMAGNETICAS, POR
MEDIO DE TECNICAS DE ESPECTROSCOPIA DE
IMPEDANCIAS"

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRIA EN CIENCIAS
(F I S I C A)
P R E S E N T A:
GLORIA IDALIA BACA LOBERA

MEXICO, D.F.

1992



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 está 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.

Introducción.....	1
Capítulo 1	
1 Compuestos amorfos	
1.1 Caracyerización de los compuestos amorfos.....	3
1.2 Preparación.....	4
1.3 Estructura.....	5
Capítulo 2	
2 Antecedentes teóricos y experimentales	
2.1 Permeabilidad inicial.....	8
2.2 Comportamiento de los materiales en función de la frecuencia del campo aplicado.....	10
2.3 Los mecanismos de la permeabilidad.....	10
2.4 Permeabilidad de la pared.....	11
2.4.1 Permeabilidad reversible.....	11
2.4.2 Permeabilidad irreversible.....	11
2.5 Permeabilidad rotacional.....	12
2.6 Formalismos complejos.....	13
2.7 Circuitos equivalentes	14
2.7.1 Comportamiento de un circuito RL en serie.....	15
2.7.2 Comportamiento de un circuito RL en paralelo.....	19
2.7.3 Histéresis	22
2.7.4 Comportamiento de la permeabilidad de la cinta amorfa VITROVAc 6025 en función de la frecuencia.....	22
Capítulo 3	
3. Procedimiento Experimental.....	23
3.1 Introducción.....	23
3.2 Método de calorimetría.diferencial de barrido.....	23
3.3 Equipo de adquisición de datos.....	24
3.4 Programa.....	25
3.5 Procedimiento experimental.....	25
3.5.1 Medición de la permeabilidad.....	26
3.5.2 Medición del fenómeno de desacomodo.....	27
Capítulo 4	
4 Resultados Experimentales	
4.1 Relajación estructural y desacomodo.....	28

4.2 Comportamiento de la permeabilidad inicial.....	28
4.3 Estudio del campo crítico.....	33
4.4 Estudio del fenómeno de desacomodo.....	34
4.6 La permeabilidad como fenómeno reversible.....	37
Conclusiones.....	41
Referencias.....	43

RESUMEN

En este trabajo presentamos un estudio de la permeabilidad inicial magnética de la cinta amorfa VITROVAC 6025 (vacuumschmelze, Germany), en función de la temperatura y el intervalo de tiempo.

Los materiales amorfos presentan el fenómeno de relajamiento estructural, que es un proceso cinético que afecta las propiedades del material con el tiempo. Por otra parte, con la finalidad de detectar el desacomodo, se sometió la muestra a campos magnéticos intensos, del orden de 10 veces el campo crítico, durante 4 ó 5 segundos.

Se utilizan las técnicas de espectroscopía de impedancias, en las que se hace uso de los formalismos complejos de la impedancia. El intervalo de frecuencias es de 5HZ. a 13 Mhz. y el intervalo de temperaturas de 20 a 150 ° C. Este análisis permite reconocer y caracterizar los diversos mecanismos de magnetización, como función de la intensidad del campo aplicado y la frecuencia.

INTRODUCCION

La investigación de los materiales amorfos ferromagnéticos es un tópico de gran interés actualmente. Por una parte debido a las ventajas técnicas que presentan sobre los materiales policristalinos, así como también, por el interés teórico que tiene el estudio de los efectos de su estructura sobre las propiedades macroscópicas, en particular sobre las propiedades magnéticas.

El aspecto esencial de la estructura de un sólido amorfo es la ausencia de orden a largo alcance. Debido a esta carencia de orden atómico, por mucho tiempo se creyó que no podía existir ferromagnetismo en este tipo de materiales. Sin embargo, por el año de 1960, basándose en análisis teóricos, se predijo la existencia de ferromagnetismo en algunos sólidos amorfos. Esta idea se basó en la evidencia de que la estructura de bandas electrónica no cambia de manera fundamental en la transición al estado líquido. Así, mientras que la carencia de orden a largo alcance en los amorfos implica desorden para separaciones grandes, la estructura a escala atómica es altamente ordenada para unas pocas distancias interatómicas alrededor de un átomo dado.

Es importante señalar que las propiedades físicas de los materiales amorfos y su comportamiento con el tiempo y con la temperatura es una función compleja de su historia termo-mecánica desde el momento de solidificación hasta el momento en que se mide la propiedad física.

No obstante las enormes ventajas que ofrecen los materiales amorfos sobre los policristalinos, existen dudas sobre su estabilidad térmica. Si bien ya se han producidos materiales amorfos con altas temperaturas de cristalización (500°C o más), aún falta estudiar las variaciones de la permeabilidad con el tiempo y la temperatura. Este trabajo pretende contribuir en ese aspecto al estudio de los materiales amorfos. Especialmente en la cinta amorfa VITROVAC 6025.

Generalmente las propiedades físicas de un material cambian con la temperatura; en los metales amorfos cambian además con el tiempo. Es importante resaltar que las propiedades magnéticas son

particularmente sensibles en este aspecto.

Algunas de las ventajas que presentan los materiales amorfos ferromagnéticos sobre los policristalinos son las siguientes: -Valores de la permeabilidad muy elevados, de hasta 4×10^5

-Campos coercitivos muy pequeños, de alrededor de 5 mOe

-Resistividad eléctrica mayor que el cristal (20%)

-Se obtienen laminados de espesor entre 15 - 50 μm

Todo lo anterior conduce a una disminución significativa de las pérdidas por corrientes parásitas o de Eddy, y por lo tanto, si se aplican en transformadores de potencia, se pueden lograr grandes ahorros de energía .

CAPITULO I

1. COMPUESTOS AMORFOS

1.1 CARACTERIZACION DE LOS COMPUESTOS AMORFOS

La diferencia fundamental entre materiales cristalinos y sólidos amorfos reside básicamente en la naturaleza de su estructura a escala atómica. En los materiales cristalinos, las posiciones de equilibrio de los átomos forman un arreglo periódico translacional. Las posiciones atómicas exhiben un orden a largo alcance. En los sólidos amorfos, no hay ese orden a largo alcance; el arreglo de las posiciones de equilibrio de los átomos está desordenado.

El término "sólido amorfo" es un término de uso general, se aplica a cualquier sólido que tenga un arreglo atómico no periódico.

La figura 1.1 ilustra los dos procesos de transición de solidificación que puede sufrir un líquido a presión constante.

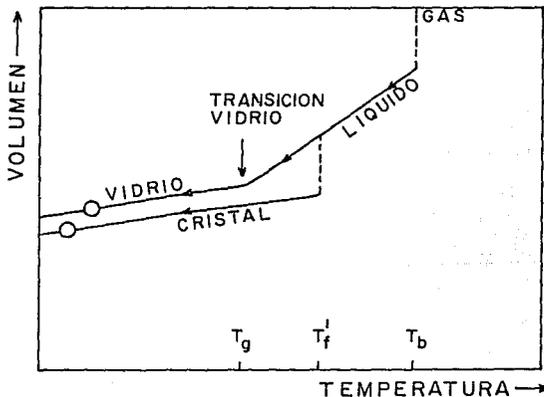


Fig.1.1 Las dos trayectorias de enfriamiento por medio de las cuales un conjunto de átomos se puede condensar hacia el estado sólido. La ruta 1 es la trayectoria hacia el estado cristalino; la ruta 2 es la trayectoria de templado rápido de los amorfos.

Un cambio en la curvatura de la trayectoria de $V(T)$, en un experimento de templado (disminución de la temperatura), marca un cambio de fase. El primero ocurre cuando el gas se condensa a la fase líquida a la temperatura de ebullición (boiling) T_b . Al continuar disminuyendo la temperatura, el volumen del líquido disminuye de manera continua. Eventualmente, cuando la temperatura es suficientemente baja, se presenta la transición líquido-sólido. Un líquido se puede solidificar de dos formas distintas: 1) de manera discontinua para formar un sólido cristalino, y 2) de manera continua para formar un sólido amorfo.

La cristalización ocurre a la temperatura T_r (punto de fusión). La transición líquido-cristal está marcada por una discontinuidad en $V(T)$. En un experimento de templado llevado a cabo a una razón de enfriamiento lo suficientemente lento, este es el camino que, en general, siguen los compuestos. Si la rapidez de enfriamiento es suficientemente grande, la mayoría de los materiales alteran su comportamiento y siguen la ruta 2, la fase líquida persiste hasta una temperatura menor T_g . La transición líquido-vidrio ocurre en un intervalo de temperaturas angosto cerca de T_g , la temperatura de transición del vidrio.^[1]

La temperatura de transición T_g depende de la rapidez de enfriamiento al cual se realiza el experimento, lo cual corresponde a la cinética de la transición.

1.2 PREPARACION

El ingrediente principal en la preparación de un material amorfo es la rapidez. Un material dado se puede solidificar por medio de cualquiera de las dos rutas de la fig.1.1. Tan pronto como la temperatura del líquido disminuye a T_r , puede tomar la ruta 1 y cristalizar. Pero la cristalización toma tiempo. Se tienen que formar los núcleos cristalinos (proceso llamado nucleación), y entonces crecer por propagación de las interfaces cristal/líquido. Si se lleva la temperatura a un valor T , menor de T_r , antes de que la cristalización ocurra, el líquido se solidifica como vidrio, y permanecerá de esa forma.

La figura 1.2 muestra la técnica conocida como "melt spinning"

que se utiliza para alcanzar la rapidez de enfriamiento necesario para formar un material amorfo.

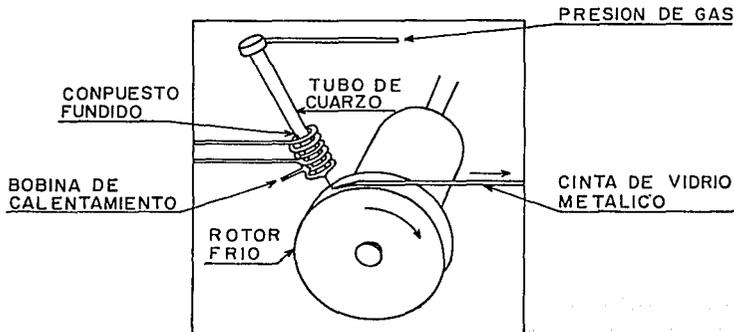


Fig.1.2 El método de " melt spinning " para vidrios metálicos. La cinta amorfa metálica se desprende a una velocidad mayor a un kilómetro por minuto (17m/s).

En contraste con la cristalización, la cual es heterogénea regiones de fase sólida aparecen abruptamente dentro del líquido y luego crecen a sus expensas, la transformación líquido-vidrio ocurre homogéneamente en todo el material.

1.3 ESTRUCTURA

En la figura 1.3 se muestran de manera esquemática las características sobresalientes de los arreglos atómicos de los vidrios, comparados con los que se presentan en los cristales. Como referencia se muestra también el esquema de un gas.

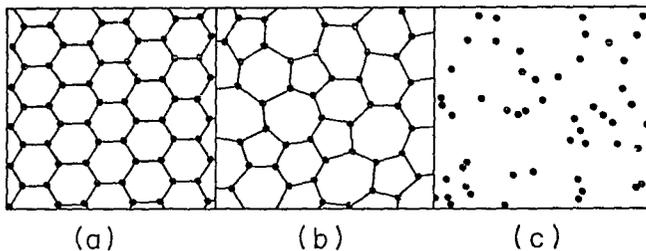


Fig. 1.3 Las redes en el cristal (a) y vidrio (b), los puntos denotan las posiciones de equilibrio alrededor de los cuales oscilan los átomos. Para un gas (c), los puntos denotan una configuración instantánea de las posiciones de los átomos.

El aspecto esencial de la estructura de un sólido amorfo que difiere con respecto a un sólido cristalino es la *ausencia de orden a largo alcance*.

Sin embargo, los vidrios tienen en común con las cristales, un alto grado de orden a corto alcance, que igual como sucede en los cristales, es una consecuencia de los enlaces químicos responsables de mantener al sólido unido.

Esto último es de gran importancia con respecto a las propiedades eléctricas y magnéticas de los amorfos, debido a que éstas se deben en mayor grado a las interacciones a primeros vecinos las cuales permanecen en los amorfos, lo que implica que las propiedades que presentan son similares a las de los cristalinos.

Así, mientras que la carencia de orden a largo alcance en los materiales amorfos implica desorden para separaciones grandes, (el conocimiento de las posiciones de algunos átomos no permite localizar, como es el caso en un cristal, las posiciones de los átomos distantes), la estructura a escala atómica es altamente ordenada para unas pocas distancias interatómicas alrededor de un átomo dado.

Debido a la carencia de orden atómico, por mucho tiempo se creyó

que no podía existir ferromagnetismo en los sólidos amorfos. Sin embargo, por el año de 1960⁽²⁾ se predijo en base a análisis teóricos, que algunos amorfos deberían ser ferromagnéticos. Esta idea se basó en la evidencia de que la estructura de bandas electrónica de los sólidos cristalinos no cambia de manera fundamental en la transición al estado líquido. Esto implica que la estructura de bandas depende, en mucho mayor grado del orden a corto alcance, que del orden a largo alcance. Se puede concluir, por tanto, que el ferromagnetismo no se destruye en el correspondiente estado amorfo.

Una pregunta importante es el efecto que tiene la estructura atómica de los materiales amorfos sobre su comportamiento magnético. Esto es, qué importancia y cómo afecta el desorden a largo alcance, característico de los materiales amorfos, propiedades tales como la magnetización, temperatura de Curie, la dependencia de la magnetización con la temperatura, magnetostricción, comportamiento crítico, anisotropía, histéresis fuerza coercitiva etc.

Una de las motivaciones de este trabajo lo constituye el problema relacionado con la inestabilidad de la permeabilidad magnética en el tiempo, cuando el material amorfo se somete a tratamientos térmicos y a tratamientos impulsivos, en los cuales se aplica un campo magnético de gran intensidad durante un lapso muy breve.

Esto es, la fase amorfa no es un estado base estable del sólido. Todos los cambios señalados afectan las propiedades observadas en el tiempo. Es importante señalar que mucho de lo que se conoce del comportamiento de los sólidos amorfos proviene de la comparación de sus propiedades con las de los compuestos cristalinos similares. Sin embargo, esto tiene la desventaja de que no todos los sólidos amorfos tienen una contraparte cristalina simple.

En el siguiente capítulo se presentan las bases teóricas, que consideramos más importantes, para el desarrollo de los experimentos realizados, así como también, algunos resultados experimentales.

CAPITULO 2

2 ANTECEDENTES TEORICOS Y EXPERIMENTALES

2.1 PERMEABILIDAD INICIAL

Un circuito de inductancia simple se compone de un alambre conductor alrededor de una muestra, la cual puede tener forma de una barra, o bien forma toroidal.

Si se hace pasar una corriente alterna a través del alambre, se induce un campo magnético alterno H , este produce una magnetización en la muestra colocada dentro del alambre, la cual combinada con el campo magnético producen la inducción magnética

$$B = H + 4\pi M$$

La permeabilidad inicial μ de un material se define como la derivada de la inducción B con respecto al campo externo H cuando éste tiende a cero. La permeabilidad es un parámetro que mide qué tan fácil se puede magnetizar un material, y está dada por

$$\mu = B/H$$

En el caso de materiales policristalinos que contienen un gran número de cristales orientados al azar la permeabilidad es un escalar.

Si los campos son armónicos en el tiempo

$$H = \hat{H} \text{sen } \omega t \quad \text{con} \quad \omega = 2\pi f$$

la disipación se puede describir por medio de una diferencia de fase δ entre H y B . En este caso el concepto de permeabilidad se puede extender para incluir las pérdidas.^[3]

Por lo que si se define la cantidad:

$$\hat{\mu} = \hat{B}/\hat{H}$$

como la razón entre las amplitudes de B y H , podemos escribir

$$B = \hat{B} \text{sen}(\omega t - \delta) = \hat{\mu} \hat{H} \text{sen}(\omega t - \delta)$$

$$B = \hat{\mu} \text{cos} \delta (\hat{H} \text{sen} \omega t) - \hat{\mu} \text{sen} \delta (\hat{H} \text{cos} \omega t)$$

$$B = \hat{\mu} \hat{H} \text{cos} \delta (\text{sen} \omega t) - \hat{\mu} \hat{H} \text{sen} \delta (\text{cos} \omega t)$$

en donde la componente $\hat{\mu} \hat{H} \text{cos} \delta$ está en fase con H y relacionada con

la máxima densidad de energía magnética almacenada E' .

$$E' = 1/8\pi(\hat{\mu} H^2 \cos\delta) \quad \dots(1)$$

La componente $\hat{\mu} H \sin\delta$ está fuera de fase $\pi/2$ con H . Esta componente es una medida de las pérdidas. En el estado estacionario las pérdidas se pueden encontrar integrando la ecuación para la energía

$$E = (1/4\pi) \int H \cdot dB \quad \text{en un periodo } T = 2\pi/\omega$$

La disipación de la energía por unidad de volumen y tiempo es

$$P = (1/4\pi T) \int H \cdot (dB/dt) dt = (\omega/8\pi) \hat{\mu} \hat{H}^2 \sin\delta \quad \dots(2)$$

En notación compleja utilizando el factor de tiempo $\exp(j\omega t)$, donde $j^2 = -1$, se puede escribir la expresión para la inducción magnética B

$$B = \mu H$$

mediante la introducción de la permeabilidad compleja

$$\mu = \mu' - j\mu'' = \hat{\mu} \cos\delta - j\hat{\mu} \sin\delta$$

que satisface $|\mu| = \hat{\mu}$

La parte real μ' describe la energía almacenada (ecuación 1) y la parte imaginaria μ'' describe la disipación (ecuación 2).

El comportamiento de la inductancia se puede describir ahora de la siguiente manera. Si se tiene una espira ideal sin pérdidas de inductancia k^{-1} y se le inserta un núcleo con permeabilidad μ la inductancia será $L = \mu k^{-1}$. La impedancia compleja Z de esta espira se puede expresar como

$$Z = R + jX = j\omega L = j\omega k^{-1} \mu = j\omega k^{-1} (\mu' - j\mu'')$$

de donde $\mu = jk/\omega Z$

en donde la parte resistiva de la impedancia es

$$R = \omega k^{-1} \mu'' \dots(3)$$

y la parte reactiva

$$X = \omega k^{-1} \mu' \dots(4)$$

La ecuación (3) indica que la parte imaginaria de la permeabilidad está relacionada con la parte resistiva y por tanto con la disipación de la energía, mientras que la ecuación (4) muestra que la parte real de la permeabilidad está relacionada con la parte reactiva de la impedancia, o sea con el almacenamiento de la energía. ^[3]

La relación entre la corriente que pasa por un elemento de un circuito y el voltaje a través de él, se puede expresar como una

relación entre los números complejos cuya parte real representa el voltaje y la corriente relación que se conoce como la impedancia.

2.2 COMPORTAMIENTO DE LOS MATERIALES EN FUNCION DE LA FRECUENCIA DEL CAMPO APLICADO

El estudio del comportamiento de los materiales en función de la frecuencia del campo aplicado es muy importante, además resulta ser una herramienta muy útil en la investigación de los procesos básicos de magnetización.

La ventaja principal de realizar las mediciones de la permeabilidad a frecuencias variables, es que se pueden resolver los diversos mecanismos en el material, debido a que cada uno de ellos posee constantes de tiempo propias. Para valores bajos de la frecuencia, se ha encontrado que en general, todos los mecanismos contribuyen a la respuesta global del material, pero si los valores de la frecuencia se incrementa, únicamente aquellos procesos capaces de seguir al campo de excitación permanecerán activos. ^[4]

2.3 LOS MECANISMOS DE LA PERMEABILIDAD

El comportamiento de μ' y μ'' vs. la frecuencia se llama el espectro de la permeabilidad. Para entenderlo, es necesario estudiar los mecanismos dinámicos que la producen.

Un material magnético demagnetizado (la magnetización a nivel macroscópico es cero) está dividido en regiones llamadas dominios de Weiss, separados cada uno de ellos por paredes de Bloch. Dentro de cada dominio todos los momentos magnéticos están orientados en dirección paralela y la magnetización local tiene el valor de saturación M_s . En las paredes, que tienen cierto espesor, las direcciones de magnetización cambian gradualmente desde la dirección en un dominio hasta la del dominio siguiente. Las paredes están sujetas en posiciones de equilibrio dentro del cristal.

El anclamiento en determinadas posiciones resulta de las interacciones con la magnetización de los dominios vecinos y de la influencia de los poros, de las fronteras del material y de las inhomogeneidades químicas, lo cual tiende a favorecer ciertas

posiciones de la pared.

2.4 PERMEABILIDAD DE LA PARED

Un mecanismo de la permeabilidad tiene origen en el desplazamiento y/o deformación de las paredes de los dominios en campos externos. Los cuales son de dos tipos.

2.4.1 PERMEABILIDAD REVERSIBLE

El mecanismo que está asociado con la permeabilidad inicial consiste en la deformación o abombamiento de la pared anclada, bajo la influencia del campo externo; esta deformación de la pared de los dominios es reversible, pues cuando se elimina el campo externo, la pared recupera su forma plana.

2.4.2 PERMEABILIDAD IRREVERSIBLE

Este mecanismo de la permeabilidad consiste en el desplazamiento de la pared de los dominios, el cual es irreversible, ya que cuando se elimina el campo externo, las paredes no regresan a su posición original, lo cual se puede ver esquemáticamente de la siguiente manera. (ver figura 2.1)

Consideremos un pedazo de material en estado demagnetizado dividido en dominios de Weiss de ancho L por medio de una pared de Bloch de 180° . Los vectores de magnetización en cada dominio están orientados alternadamente en las direcciones $+z$ y $-z$.

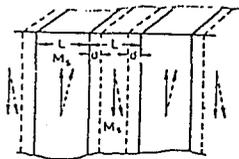
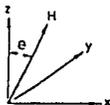


Fig.2.1 Dominios de Weiss

Cuando se aplica un campo externo H con una componente en la dirección $+z$, se favorece la magnetización en esa dirección y aquellos dominios que la tienen crecerán a expensas de los que están orientados en otras direcciones.

Estos desplazamientos son irreversibles ya que cuando el campo se elimina, las paredes magnéticas no regresan a sus posiciones iniciales, sino que permanecen ancladas en las posiciones máximas que alcanzaron. Esto da lugar al fenómeno de histéresis magnética.

Sin embargo, si la magnitud del campo aplicado no excede un cierto valor, las paredes sufren una deformación reversible permaneciendo ancladas. Esta deformación o abombamiento es el causante de la permeabilidad inicial, la cual es reversible. El valor del campo que separa la parte reversible de la de histéresis se conoce como el campo crítico, y es un parámetro característico de cada material. El campo crítico representa el valor del campo al cual las paredes de dominio se desanclan de las fronteras de grano.

2.5 PERMEABILIDAD ROTACIONAL

Un segundo mecanismo para la permeabilidad tiene origen en la rotación del vector de magnetización M en cada dominio. La dirección de M se puede encontrar minimizando la energía magnética E como función de la orientación.

Una contribución importante a la energía magnética, proviene de la energía de anisotropía del cristal, la cual tiene su origen en la dependencia de la orientación del vector de espín S con respecto a los ejes cristalinos. La energía de anisotropía estabiliza al vector de magnetización en ciertas direcciones cristalográficas. Si se trata de desviar la magnetización con un campo en dirección opuesta, este campo debe exceder un cierto valor umbral. A este valor umbral se le llama campo de anisotropía H_a , el cual es un campo ficticio. El valor de este campo nos da la medida de rigidez del acoplamiento del vector de magnetización a los ejes cristalográficos.

El acoplamiento espín-órbita es el responsable de que exista una dirección preferencial para la magnetización. La energía de este

acoplamiento es relativamente pequeña y depende del orden de largo alcance. En los cristalinos, es fácil de comprender a nivel de la celda unitaria. En los amorfos, dado que no hay orden de largo alcance, puede existir una anisotropía a la escala del orden de corto alcance; pero dado el desorden, no existe a escala macroscópica.^[4]

Las fuerzas de tensión también influyen sobre la energía magnética por medio de la magnetostricción, que tiene que ver con el cambio producido en las dimensiones de la muestra al ser rotado el vector de magnetización por un campo externo.

Es importante señalar que para diversos compuestos se han realizado cálculos de los valores de la permeabilidad total y rotacional^[5] y se ha encontrado que, en general, la total es un orden de magnitud mayor a la rotacional, por lo que se deduce que la permeabilidad debida a los desplazamientos de las paredes son los dominantes.

2.6 FORMALISMOS COMPLEJOS

El método utilizado en el análisis del comportamiento de la permeabilidad es el de los formalismos de la impedancia compleja, que a continuación se describen.

Los tres formalismos establecidos para analizar los datos de la impedancia en sistemas magnéticos inductivos son los siguientes:^[6]

1) Impedancia Z , función compleja con componente resistiva e inductiva.

2) Admitancia $Y = 1/Z$

3) Permeabilidad compleja μ , la cual se obtiene de la relación

$$Z = j\omega k^{-1}\mu$$

en donde k^{-1} es el factor geométrico que relaciona la parte real de la permeabilidad μ' con la inductancia $L(\omega)$ como se muestra a continuación.

Para un toroide rectangular de radio exterior b , radio interior a , altura h y número de vueltas N , la inductancia está dada por⁽⁶⁾

$$L = N\Phi_0/I = \mu(hN^2/2\pi)\ln(b/a) = \mu k^{-1}$$

de donde $k^{-1} = (hN^2/2\pi)\ln(b/a)$

En el sistema c.g.s. L = inductancia en microHenry

$$\mu' = k L = (5000/\sqrt{h} \ln(b/a))L$$

La permeabilidad así calculada es adimensional.

Las mediciones se realizan en muestras de forma toroidal, debido a la enorme ventaja de que los tres vectores B , M y H son colineales, y están contenidos en el mismo volumen, en el interior de la muestra. Lo cual, además de facilitar los cálculos, asegura que no haya campos de demagnetización.

Es importante señalar que el análisis de los resultados por medio de estos métodos permiten el estudio del comportamiento de los materiales con la frecuencia. Por ejemplo, en el caso en que haya dispersiones, o sea, la manera en la cual los diversos mecanismos dejan de responder al campo de excitación, se pueden reconocer mediante los casos de relajación y de resonancia.

Los diferentes formalismos corresponden a diferentes formas de escribir las ecuaciones para los circuitos y todas contienen básicamente la misma información. Sin embargo, los diversos formalismos pueden, hasta cierto punto, resaltar las diferentes características de un circuito y, entre más complejo el circuito más vale la pena hacer las gráficas en más de un formalismo con el propósito de extraer toda la información que sea posible de los resultados.

En estudios realizados con anterioridad se encontró que la permeabilidad de los materiales amorfos⁽⁶⁾ (en particular para la cinta amorfa VITROVAC 6025), depende tanto del campo aplicado como de la frecuencia.

2.7 CIRCUITOS EQUIVALENTES

Una de las ventajas principales de la técnica de espectroscopía de impedancias es el uso de circuitos equivalentes, los cuales no sólo

reproducen su comportamiento, sino también permiten la asociación de los elementos del circuito con parámetros físicos del material. Sin embargo, es importante aclarar que hasta la fecha, no se han encontrado de manera general relaciones directas con los parámetros físicos de los materiales magnéticos.^[8]

Es importante señalar, que la representación de diversos circuitos equivalentes en estos tres formalismos, se adaptaron de los estudios llevados a cabo en sistemas eléctricos^[5] en donde además de estudiar la permitividad compleja c , se analizó también la impedancia Z , la admitancia Y , y el módulo eléctrico M

Consideraremos ahora la representación de circuitos equivalentes diferentes en término de estos tres formalismos.

2.7.1 COMPORTAMIENTO DE UN CIRCUITO RL EN SERIE

En este caso la resistencia asociada con el movimiento de las paredes es cero. Este inductor ideal no deberá exhibir pérdidas. La respuesta de este sistema a un voltaje alterno aplicado a través de los extremos del alambre se puede representar por medio del circuito equivalente siguiente.

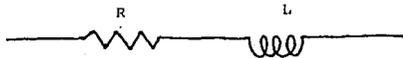


Fig 2.2 Circuito RL en serie

El valor de la impedancia para este circuito es

$$Z = R + j\omega L = Z' + jZ''$$

Las figuras 2.3 (a), (b) y (c) muestran el comportamiento de Z' y Z'' con la frecuencia, así como el plano complejo Z' vs. Z'' , en donde

$$Z' = R, \quad Z'' = \omega L$$

las funciones de logf son, para $\omega = 2\pi f$

$$\log Z' = \log R$$

$$\log Z'' = \log (2\pi f L) = \text{Log}(2\pi L) + \log f$$

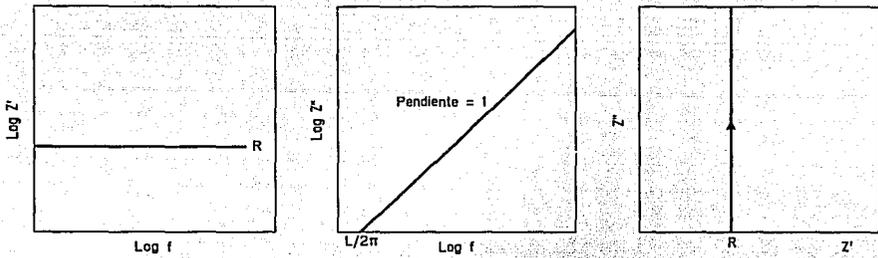


Figura 2.3 Comportamiento de la impedancia para el circuito de la figura 2.2

Para la admitancia dada por:

$$Y = (R - j\omega L) / (R + j\omega L) \text{ donde } Y' = R / (R^2 + \omega^2 L^2), Y'' = -\omega L / (R^2 + \omega^2 L^2)$$

Se observa el comportamiento mostrado en las figuras 2.4 (a), (b) y (c). En donde las funciones que se grafican son las siguientes:

$$\log Y' = \log A - \log (A^2 + B f^2)$$

$$\log Y'' = A + \log f - \log (B + C f^2)$$

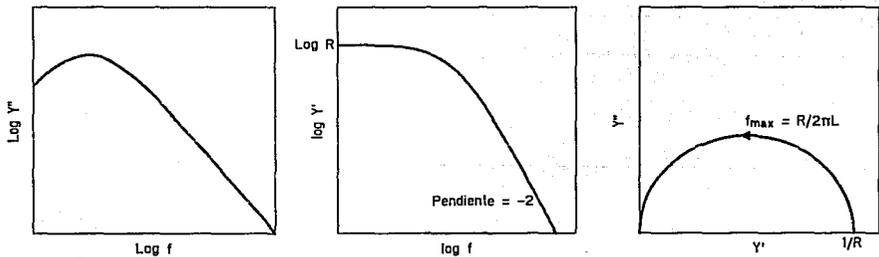


Fig.2.4 Comportamiento de la admitancia del circuito de la figura 2.2

Creemos que es importante mostrar la manera en que el circuito estudiado anteriormente reproduce el comportamiento experimental que presentan los materiales policristalinos, particularmente en ferritas que poseen estructura de monodominio, en donde únicamente se tiene la contribución rotacional a la permeabilidad.^[6]

Estas mediciones se obtuvieron por medio del analizador de impedancias HP 4192A en ferritas hexagonales con estructura magnética de monodominio, en el intervalo de frecuencias de 5 Hz.-13 Mhz.

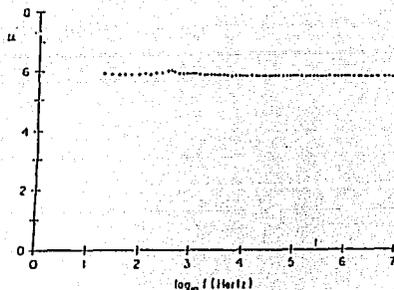


Fig 2.5 Gráfica de la permeabilidad vs. la frecuencia obtenida experimentalmente para ferritas con estructura de monodominio.

Al analizar los datos para estas muestras, mediante los formalismos de la impedancia compleja, se obtuvieron los resultados mostrados ^[6] en la gráfica 2.6

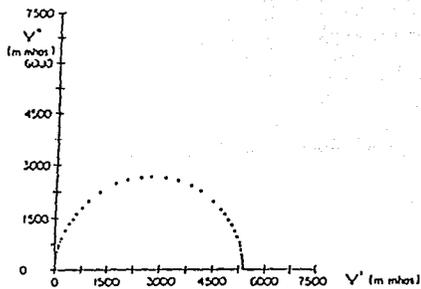
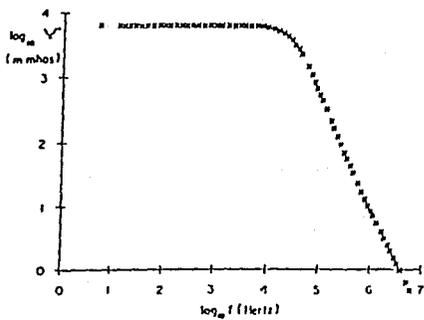
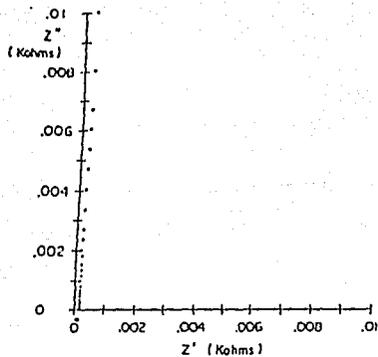


Fig.2.6 Comportamiento de la impedancia y la admitancia complejas de las ferritas con estructura de monodominio.

2.7.2 COMPORTAMIENTO DE UN CIRCUITO RL EN PARALELO.

En este caso se tiene que considerar una inductancia en donde se presente una relajación de las paredes a frecuencias altas. Para tal inductancia, los dominios exhiben una resistencia efectiva, la cual representa una medida de la dificultad de reorganización de los dominios en respuesta al campo magnético alterno.

El mecanismo que consiste en deformaciones reversibles o abombamientos de las paredes de los dominios da origen al semicírculo en el plano de la permeabilidad compleja, ver figura 2.8 (a).

Esta situación puede modelarse añadiendo una resistencia en paralelo con la inductancia. Lo cual lleva a proponer el circuito de la figura 2.7.

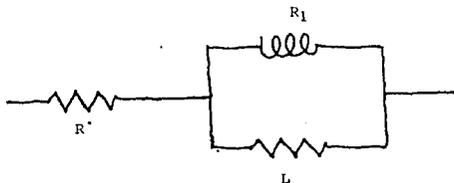


Figura 2.7 Circuito RL en paralelo

La respuesta de este circuito en términos del formalismo complejo se muestra a continuación. Para el cual la impedancia y admitancia están dados por

$$Z = R + (1/R_1 + 1/j\omega L)^{-1}$$
$$Y = (R_1 + j\omega L) / (RR_1 + j\omega L(R + R_1))$$

De donde la parte real de la impedancia Z' , y la parte imaginaria Z'' están dadas por

$$Z' = R + R_1 L \omega^2 / (R_1^2 + \omega^2 L^2)$$
$$Z'' = R_1^2 L \omega / (R_1^2 + \omega^2 L^2)$$

En las figuras 2.7 (a), (b) y (c) se muestra el comportamiento de la impedancia en el formalismo complejo. Esto es, al igual que en el circuito anterior, se analiza matemáticamente su comportamiento en función de la frecuencia .

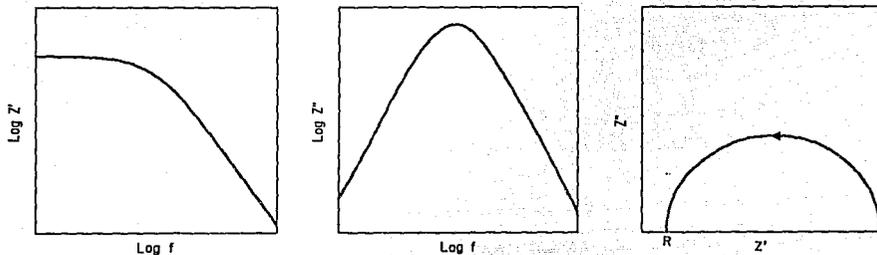


Fig.2.8 Comportamiento de la Impedancia compleja para el circuito de la figura 2.7

De manera análoga a los estudios realizados en materiales policristalinos, los materiales amorfos presentan, bajo las condiciones de reversibilidad, esto es cuando no hay histéresis, un comportamiento experimental cualitativamente análogo al que presenta el circuito de la gráfica 2.6. A continuación se muestra el comportamiento de de la impedancia para la muestra amorfa VITROVAC 6025, para valores del campo aplicado menores al campo crítico.⁽⁹⁾ Estos datos se obtuvieron mediante el método experimental descrito en el siguiente capítulo.

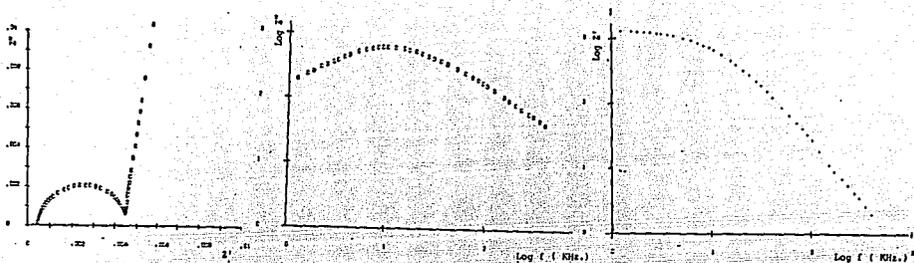


Fig. 2.9 comportamiento de la impedancia compleja en función de la frecuencia del campo aplicado para la muestra amorfa vitrovac 6025

2.7.3 HISTERESIS

El mecanismo de magnetización que corresponde al movimiento irreversible de las paredes de los dominios magnéticos, es el responsable del fenómeno de histéresis. Este fenómeno no se puede simular con un circuito de resistencias e inductancias, debido a su complejidad.

Para representar la histéresis, algunos autores proponen una impedancia de Warburg:^[10]

$$\mu = A(H) (1+j)\omega^{\alpha-1}$$

en donde A(H) es una función del campo aplicado; el término (1+j) indica que tanto la parte real como la imaginaria están afectadas por la impedancia, y que además dependen de la frecuencia del campo aplicado.

2.7.4 COMPORTAMIENTO DE LA PERMEABILIDAD DE LA CINTA AMORFA VITROVAC 6025 EN FUNCION DE LA FRECUENCIA DEL CAMPO APLICADO.

El comportamiento de la permeabilidad en función de la frecuencia y de la amplitud del campo magnético aplicado, han permitido obtener los siguientes resultados en cuanto a los tres mecanismos de magnetización.

Los valores de la frecuencia y del campo aplicado permiten resolver los tres mecanismos. A bajas frecuencias, los tres mecanismos están presentes si el valor del campo es grande; para valores pequeños, el mecanismo de histéresis está ausente. En valores intermedios de la frecuencia, el mecanismo de histéresis sufre una dispersión, e independientemente del valor del campo aplicado los dos mecanismos restantes permanecen.

Si la frecuencia se incrementa, el mecanismo debido a el movimiento reversible, también presenta una dispersión, que tiene carácter de relajación. El mecanismo de rotación permanece en todo el intervalo de frecuencias disponibles en el laboratorio. Lo anterior se muestra en la gráfica 2.10

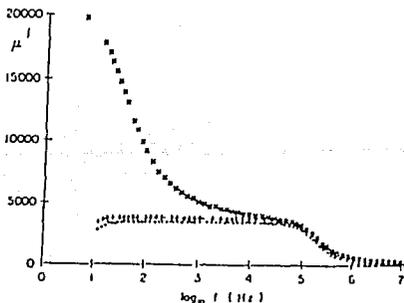


Fig. 2.10 Comportamiento de la permeabilidad obtenida en la cinta amorfa VITROVAC 6025, como función la frecuencia del campo aplicado Para valores del campo aplicado de *12 mOe., +6 mOe. y .1.2 mOe.

CAPITULO 3

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 INTRODUCCION

Como primer paso se midió la temperatura de cristalización de la cinta amorfa VITROVAC 6025, con el fin de evitar llegar a esa temperatura en los distintos experimentos a realizar. Este valor de la temperatura de cristalización se obtuvo por medio del método de calorimetría diferencial de barrido el cual a continuación se describe. En este caso particular, la temperatura inicial fue de 20°C , y la temperatura final de 620°C , con una rapidez de calentamiento de 20° por minuto. La temperatura de cristalización que se encontró fue de 558°C .

3.2 METODO DE CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE BARRIDO.

La calorimetría diferencial de barrido (DSC) es un método de análisis térmico, por medio del cual es posible obtener un registro acerca de los cambios (debidos a cambios de fases o de estados) que sufre una muestra durante un proceso térmico, con respecto de una muestra de referencia. Este análisis permite calcular por ejemplo capacidades caloríficas, calores específicos y calores de transformación.^[11]

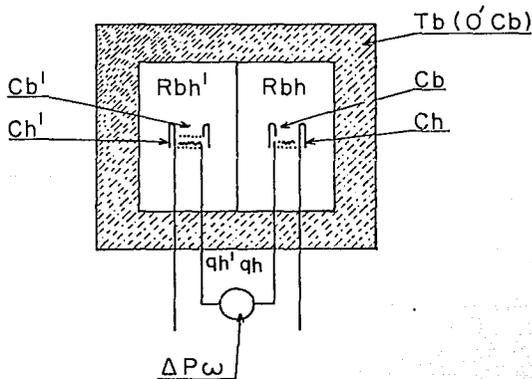


Fig.3.1 Esquema de un calorímetro diferencial de barrido^[11]

El aparato utilizado en esta técnica de análisis se conoce como calorímetro de barrido diferencial del cual se presenta la figura 3.1, cuyo funcionamiento se explica a continuación. En la ilustración, C_s es el aislante del sistema con el medio externo. Este aislador C_s junto con los calentadores eléctricos (C_h asociado a la muestra de estudio y otro C_h' a la muestra de referencia) representa la energía controlada del sistema, y sirve al mismo tiempo, para subir la temperatura de la muestra de estudio y la de referencia, así como para compensar las pérdidas de calor debidas al bloque externo (a través de R_{hh} y R_{hh}'). Si q_1 y q_2 son las energías almacenadas en cada uno de los calentadores, la diferencia de dichas energías $q_1 - q_2$ es la energía de compensación, la cual se mide por medio de una diferencia de voltaje V . Esta energía es equivalente a la diferencia del cambio de entalpía de los dos subsistemas; portamuestra + muestra y portamuestra + muestra de referencia. La información debida a este proceso se registra en forma de pico en una graficadora cuando la muestra de estudio sufre un cambio. El tamaño de la desviación permite conocer que hubo un cambio de fase.

3.3 EQUIPO DE ADQUISICION DE DATOS

El sistema para la adquisición de datos comprende un analizador de impedancias " HP 4192 A" controlado por una microcomputadora HP 85.

Se cuenta también con un circuito adicional como interfase entre la microcomputadora y el horno eléctrico, esta interfase utiliza un módulo de adquisición de datos HP 3421, el cual permite controlar el horno eléctrico desde la misma microcomputadora y obtener todas las mediciones como función del tiempo y de la temperatura. El intervalo de frecuencias varía entre 5Hz y 13MH. El intervalo de temperaturas que se tienen varía desde la temperatura ambiente hasta los 800°C, con una rapidez de calentamiento de 6 Grados por minuto. El nivel de voltaje aplicado se puede fijar entre 0.005V y 1.1V variando en pasos de 0.005V.^[12]

La magnitud del campo aplicado externo depende de la relación

entre los diámetros de la muestra de forma toroidal, del número de vueltas del embobinado y de la impedancia total Z_t . Para valor absoluto de la magnitud de Z_t menores que 100Ω el analizador de impedancias HP-4192 mide a corriente constante, para valores mayores de 100Ω mide a voltaje constante.^[13] Se verificó en todos los experimentos que $Z_t < 100 \Omega$ para frecuencias inferiores a 50kHz; para frecuencias más altas, la inductancia es independiente del campo aplicado.

3.4 PROGRAMA

Para la realización de las mediciones de las propiedades en c.a., así como su análisis y almacenamiento, es necesario utilizar técnicas de cómputo.

El programa está adaptado a la microcomputadora HP 85 y el lenguaje es BASIC, que opera con 32k de memoria RAM, el cual permite obtener 94 datos (cada uno como resultado de un promedio de 10 mediciones) de inductancias e impedancias (reales e imaginarias) para frecuencias previamente establecidas dentro del intervalo antes señalado.

3.5 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para la determinación de las propiedades magnéticas de la cinta amorfa VITROVAC 6025 se procedió como sigue: se enrolló la cinta de aprox. 10 m. de longitud, 30 μm . de espesor y 0.8 cm. de ancho en forma de toroide de 2.2 cm. de diámetro interno y 4.5 cm de diámetro externo . Se envolvió con una cinta de teflón con el propósito de aislarlo eléctricamente y se embobinó con alambre de cobre con $n = 26$ vueltas.

El experimento consistió en medir la variación en el tiempo de los valores de la permeabilidad inicial μ_i cuando la cinta amorfa se somete a dos estímulos de distinto tipo. Los valores de la

permeabilidad inicial se obtienen de las gráficas de la permeabilidad compleja, intersectando la parte recta de la gráfica con el eje de la permeabilidad real μ' como se muestra en la figura 3.2

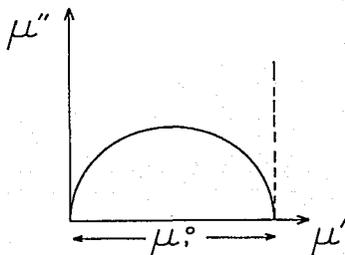


Fig 3.2 Obtención del valor de la permeabilidad

3.5.1 MEDICION DE LOS VALORES DE LA PERMEABILIDAD COMO FUNCION DEL TIEMPO.

La segunda parte del experimento consistió en hacer una primera medición en el puente de impedancias a temperatura ambiente (26 °C) con un nivel de voltaje fijo de 0.02V, que corresponde a un campo magnético externo menor al del campo crítico de 8mOe, con la finalidad de mantener la cinta dentro de los límites de la permeabilidad inicial.

La magnitud del campo aplicado se obtiene por medio de la Ley de Ampere

$$\oint H \cdot dl = NI$$

para una toroide; se considera el valor del campo como el valor que toma a lo largo del círculo medio de radio

$$r_m = (D_E + D_I) / 4.$$

por lo que

$$H (2\pi r_m) = NI$$

de donde

$$H = 2NI / (\pi (DE + DI) \text{ Amp/ m}$$

en donde DE es el diámetro externo, y DI el diámetro interno de la

3.5.2 MEDICION DEL FENOMENO DE DESACOMODO

Para medir el desacomodo se aplicó un campo magnético de gran intensidad, por medio de un generador de potencia, el cual permite aplicar valores altos de la corriente, de esta forma se sometió la muestra a un campo magnético de 10 Oe a una frecuencia de 60hz durante 5seg. (aproximadamente 10 veces el valor del campo crítico de la muestra) a temperatura constante. A este campo se le conoce como campo impulsivo.

4 RESULTADOS EXPERIMENTALES

4.1 RELAJACION ESTRUCTURAL Y DESACOMODO.

Estamos acostumbrados a que las propiedades físicas de un material cambien con la temperatura; en los metales amorfos cambian además con el tiempo. Es importante resaltar que las propiedades magnéticas son particularmente sensibles en este aspecto.

La mayoría de los autores atribuye estos cambios a dos fenómenos de naturaleza distinta; al fenómeno conocido como "*Relajación estructural*" y al conocido como "*Desacomodo*" (dissaccommodation).

Como relajación estructural se conocen los cambios en el orden atómico a corto alcance (SRO) inducidos por tratamientos térmicos^[14] Mientras que el desacomodo lo definimos como la disminución en el valor de la permeabilidad inicial con el tiempo después de que se ha sometido la muestra a un campo magnético de gran intensidad durante un intervalo de tiempo breve, a temperatura constante (campo de demagnetización)

El desacomodo en la permeabilidad es una disminución con el tiempo de la μ de un material ferromagnético después de cualquier reordenamiento de la estructura de dominios magnéticos. Este fenómeno ha sido observado en diversos materiales magnéticos suaves y estudiado ampliamente en compuestos cristalinos.

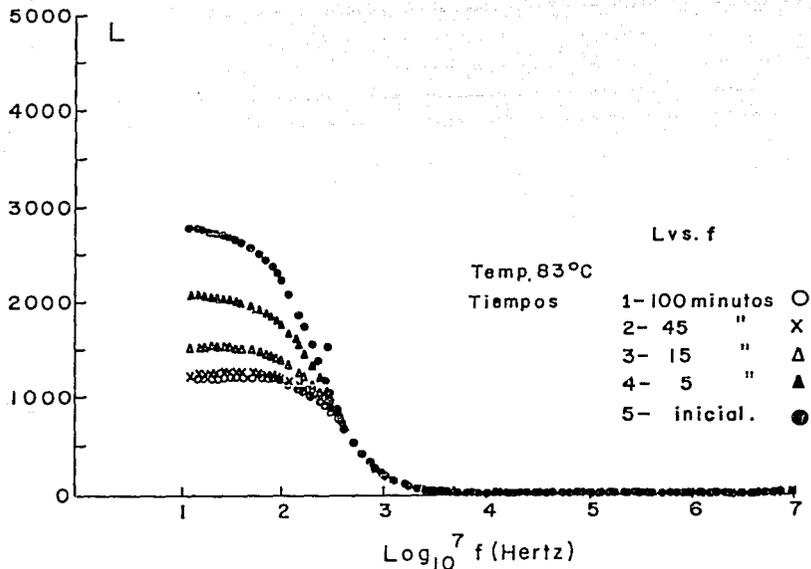
Para la mayoría de los metales amorfos, estos cambios son tan lentos que pueden ser despreciables a temperatura ambiente, pero se incrementan rápidamente cuando se aumenta moderadamente la temperatura

4.2 COMPORTAMIENTO DE LA PERMEABILIDAD INICIAL.

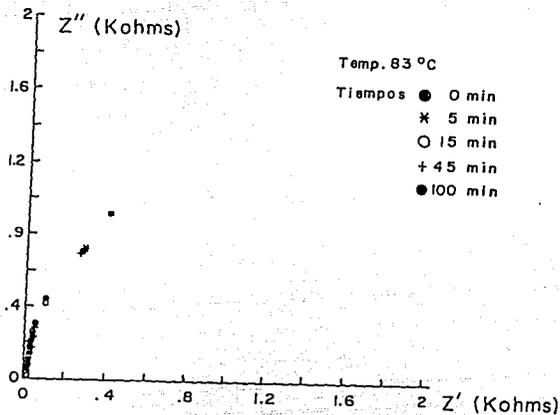
Al realizar un primer análisis de los datos obtenidos para la cinta amorfa VITROVAC 6025 según los formalismos de la impedancia compleja

observamos los siguientes resultados:

1) La gráfica obtenida de la inductancia como función de la frecuencia L vs. $\log f$ (ver gráfica 4.1) y la que se obtuvo en el plano complejo de la impedancia Z' vs. Z'' (graf.4.2) no permiten una clara identificación de las condiciones previstas de reversibilidad necesarias para medir el comportamiento de la permeabilidad inicial, esto es, no podemos asegurar que el campo aplicado sea menor al campo crítico y poder afirmar que el mecanismo de histéresis está ausente.

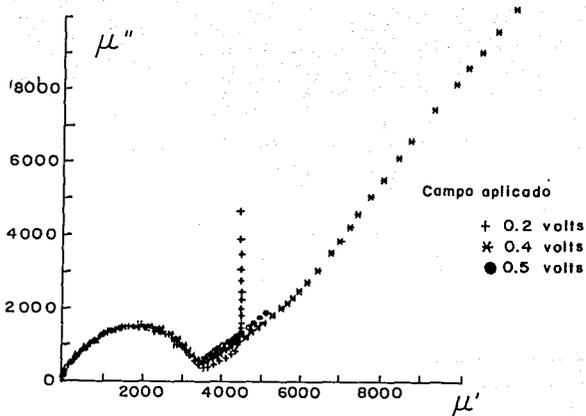


Gráfica 4.1 Inductancia L vs. $\log_{10} f$ como función del tiempo, a temperatura constante $T = 83^{\circ}\text{C}$.



Gráfica 4.2 Plano complejo de la Impedancia Z_1 vs. Z_2

2) La gráfica obtenida en el plano complejo de la permeabilidad μ' vs. μ'' (ver gráfica 4.3) es la representación más conveniente debido a dos hechos; podemos distinguir si el campo aplicado es mayor o menor que el campo crítico, puesto que es fácil distinguir las desviaciones de la parte vertical debidas a la histéresis, y por último, a que es una representación lo suficientemente sensible como para registrar los cambios inducidos como función del tiempo en la cinta amorfa.



Gráfica 4.3 Plano complejo de la permeabilidad para tres valores del campo aplicado; 0.2, 0.4 y 0.5 Volts.

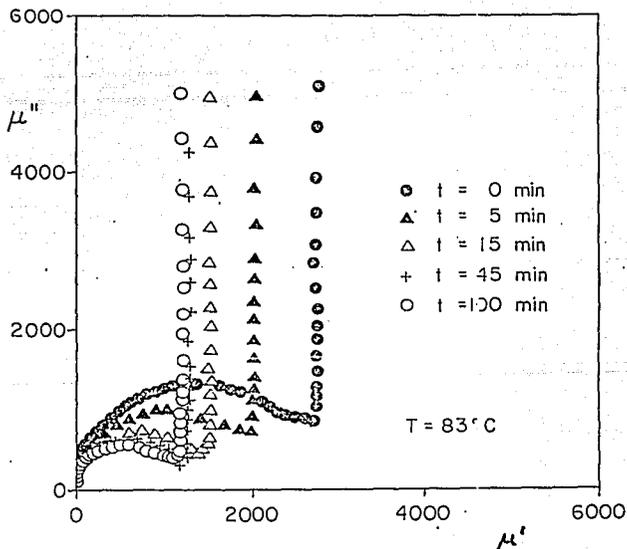
Por tanto, podemos asegurar que la obtención de las mediciones como función de la frecuencia permite determinar claramente que el único mecanismo de magnetización presente es el mecanismo reversible, lo que significa que el campo magnético aplicado es menor al campo crítico de la muestra (permeabilidad inicial).

Dado que nuestro principal objetivo es medir los fenómenos de relajación estructural y el de desacomodo en la permeabilidad inicial, y puesto que nuestra hipótesis de trabajo más importante consideraba a la primera como consecuencia de procesos térmicos, y al segundo como

efecto de un campo magnético intenso, a temperatura constante, se definió la siguiente estrategia:

Primero se calentó la muestra desde la temperatura ambiente hasta una temperatura de 83°C, a una rapidez de aprox. 6 grados por minuto, manteniendo la temperatura constante se efectuaron mediciones de la permeabilidad a diferentes tiempos.

Los resultados graficados en el plano complejo μ' vs. μ'' se muestran en la gráfica 4.4, en donde se puede observar el comportamiento de la permeabilidad inicial con el tiempo, cuyo valor se encuentra al intersectar la vertical de cada una de las curvas, con el eje real de la permeabilidad μ' . Estos valores al ser graficados en función del tiempo muestran una clara disminución.



Gráfica 4.4 Plano complejo de la permeabilidad a temperatura constante para diferentes tiempo.

4.3 ESTUDIO DEL CAMPO CRITICO

El comportamiento del campo magnético crítico en materiales amorfos^[19] ferromagnéticos ha sido estudiado como función de la temperatura, y su comportamiento general es análogo al que presentan los materiales policristalinos,^[20] excepto para temperaturas cercanas a la temperatura de Curie. En diversos estudios realizados en materiales amorfos se han encontrado los siguientes resultados;^[15] Para una temperatura fija, el valor del campo crítico se incrementa con el tiempo, esto es, las curvas de magnetización se desplazan hacia la región de campos de mayor magnitud tendiendo a un valor constante. Sin embargo, se encontró que el valor de la permeabilidad inicial disminuye con el tiempo.

Así mismo, al analizar el comportamiento para $t=0$ el campo crítico disminuye como función de la temperatura. Lo anterior se puede interpretar simplemente como que el anclamiento de las paredes de los dominios es más débil al incrementarse la temperatura, este comportamiento también ha sido observado en las ferritas policristalinas. El comportamiento de la permeabilidad inicial con la temperatura es opuesto, esta propiedad se incrementa al aumentar la temperatura. Sin embargo, en materiales amorfos esas curvas son difíciles de obtener ya que los fenómenos de cristalización y relajación se presentan para temperaturas menores a la temperatura de Curie.

Como la cristalización aumenta con la temperatura, se esperaría que el campo crítico también aumente como resultado de el anclamiento en los sitios cristalográficos de las paredes de los dominios. Esto indica que si el campo crítico disminuye se puede afirmar que no se ha presentado la cristalización dentro del material.

Lo anterior nos permite afirmar que los fenómenos observados en las mediciones de la permeabilidad, esto es, su comportamiento en función del tiempo, se puede interpretar sobre la base del fenómeno de relajación estructural de los materiales amorfos.

4.4 ESTUDIO DEL FENOMENO DE DESACOMODO.

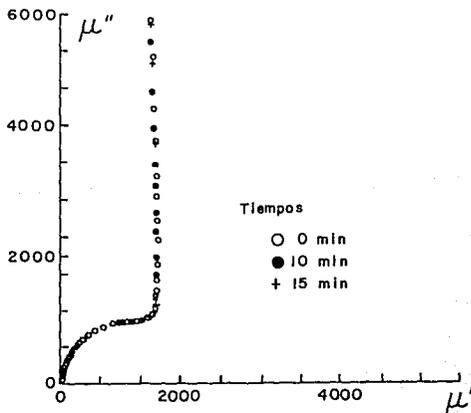
Una vez estabilizada la muestra, esto es, cuando los valores de la permeabilidad ya no presentan variaciones significativas con el tiempo, (alrededor de 150 minutos), se expuso la muestra a un campo magnético de intensidad 10 Oe. durante un tiempo de 4 segundos a temperatura constante.

Diversos autores definen el desacomodo como ⁽¹⁶⁾

$$DA = \{ \mu_i(0) - \mu_i(4) \} / \mu_i(0).$$

donde $\mu_i(0)$ y $\mu_i(4)$ son respectivamente las permeabilidades que correspondene al inicio y final del intervalo de tiempo en que ha estado sometida la muestra al campo magnético intenso, (algunos autores lo conocen como campo impulsivo). Para la cinta estudiada en este trabajo se midió la permeabilidad antes de someter la muestra al campo intenso y después de que se sometió, no encontrando variación alguna.

Después de lo cual, y regresando la muestra a las condiciones anteriores (mismo valor en el campo magnético aplicado) se realizaron varias mediciones como función del tiempo, las cuales no presentaron ningún tipo de variación, de donde concluimos que el fenómeno de desacomodo no se presentó, lo anterior se muestra en la gráfica 4.5.



Gráfica 4.5 Plano complejo de la permeabilidad como función del tiempo, después de que se sometió la muestra a un campo impulsivo.

Sin embargo, diversos estudios han demostrado que el fenómeno de desacomodo en la permeabilidad es un hecho que generalmente presentan los amorfos metálicos ferromagnéticos, como es el caso de la cinta estudiada en este trabajo, para temperaturas entre los 4k y la temperatura de Curie. ^[17]

Cabe añadir que el estudio de los mecanismos que dan lugar al desacomodo en sistemas amorfos, está en un estado mucho menos avanzado comparado con el caso de los compuestos cristalinos, en donde los procesos responsables son muy conocidos.

En los modelos propuestos para los compuestos amorfos, ^[18] el desacomodo de la permeabilidad está relacionado con la anisotropía local, o sea, con la anisotropía a corto alcance. Durante el proceso de formación del amorfo (templado) se generan esfuerzos mecánicos que aumentan el desorden. Para remediar estos esfuerzos, se puede someter la muestra a un recocido a temperaturas mayores a la temperatura de Curie, (sin llegar a alcanzar la temperatura de cristalización), esto genera de manera espontánea una anisotropía en el plano de la cinta orientada en su longitud.

Estos recocidos ("annealed") en materiales amorfos que no han sido sometidos a ningún tratamiento térmico después de su preparación, pueden aumentar el valor de la permeabilidad hasta cuatro veces, al orientar las paredes en el sentido de la longitud de la cinta, que son las condiciones más favorables.

Al aplicar un campo transversal durante el recocido, se genera una anisotropía transversal, con dominios transversales, los cuales presentan paredes muy cortas. En este caso, el único mecanismo posible es el de rotación. En estudios recientes ^[19] se ha encontrado que en este tipo de configuración no se detecta el fenómeno de desacomodo; es decir, el desacomodo es un efecto debido al desanclaje (cuando se aplica el campo de intensidad grande), y al reanclaje de las paredes (cuando se mide la permeabilidad inicial en función del tiempo).

En los materiales amorfos el proceso de desacomodo ha sido descrito en el marco de referencia de "sistemas de dos niveles" (TLS) ^[16] En un estado de cuasi-equilibrio existen pares de átomos asociados a ejes , los cuales se pueden reorientar. La fuerza de activación que da lugar al proceso de reorientación de los ejes está

dada por la posibilidad de reducir la energía de anisotropía magnética, esto es, los pares de átomos tienen energía diferente si están orientados paralelamente a la magnetización, que si están orientados perpendicularmente a ésta.

La ecuación que describe la energía de anisotropía es

$$c_{ij} = c_0 \cos^2 \theta_{ij}$$

para el i -ésimo par de átomos cambiando la dirección desde $j = 1$ a 2 , c_0 corresponde a la energía de interacción local debida al acoplamiento espín-órbita y a la energía de intercambio y θ_{ij} denota el ángulo entre la magnetización espontánea M_0 , y el eje de simetría del par de átomos i de orientación j .

Este fenómeno es mucho más notorio en el interior de las paredes de los dominios, debido a que la dirección de la magnetización varía mucho más en el volumen pequeño de la pared. La presencia de estos pares de átomos, que se ordenan en los sitios de las paredes, producen un anclamiento adicional de la pared.

Al aplicar un campo magnético de gran intensidad, se está provocando que las paredes se desanclen y se desplacen, los pares de átomos que estaban en el sitio de la pared se desordenan y se difunden; al eliminar el campo elevado, las paredes vuelven a localizarse, y los pares se les asocian nuevamente. Este fenómeno de relocalización de los pares es un proceso cinético, que no sucede instantáneamente, sino que lleva un cierto tiempo que además depende de la temperatura. Esto tiene como consecuencia una disminución en el valor de la permeabilidad inicial con el tiempo, debido a que el abombamiento de las paredes de los dominios disminuye cuando aumenta el número de pares asociados con cada pared.

Podemos explicar de esta forma el que no pudiésemos detectar el fenómeno de desacomodo; por una parte debido a que por no haber sido sometida la muestra estudiada a tratamientos térmicos de recocido, los dominios estaban desordenados, por lo que sólo una fracción de ellos se encontraban orientados en la dirección de la longitud de la cinta, en donde precisamente es mucho más notorio el desacomodo. La muestra estudiada utilizada en este trabajo no estaba recocida; por ello, el efecto del desacomodo fué muy pequeño.

Por otra parte, se sabe que a temperaturas mayores a la del ambiente, el desacomodo tiene lugar con relativa rapidez; en todo caso, sucede más rápidamente que el tiempo que se necesita para realizar el barrido de frecuencias que utilizamos para obtener las mediciones en el laboratorio.

Suponemos que la combinación de las dos razones anteriores causaron el que no pudiésemos detectar el fenómeno de desacomodo.

4.6 LA PERMEABILIDAD COMO FENOMENO REVERSIBLE

Después de que se sometió la muestra al campo de gran intensidad, el siguiente paso consistió en medir la reversibilidad de la permeabilidad inicial, para lo cual se procedió de la siguiente manera; se dejó enfriar la muestra hasta una temperatura de 57°C , y de nuevo se volvieron a efectuar mediciones de la permeabilidad como función del tiempo. Los resultados se muestran en la gráfica 4.6. En esta gráfica podemos observar cambios significativos en los valores de la permeabilidad inicial μ_i con el tiempo, si bien, a diferencia de la gráfica 4.4 estos valores tienden más rápido a estabilizarse, además de mostrar un comportamiento distinto, ya que el valor de la permeabilidad aumenta con el tiempo.

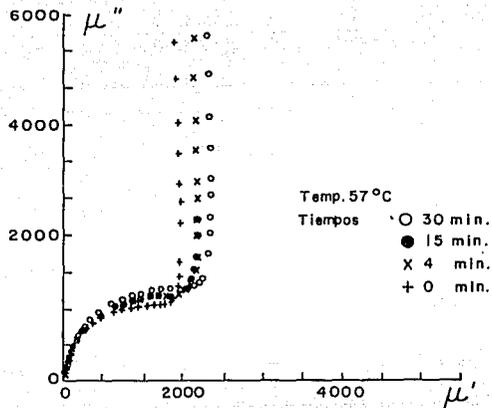
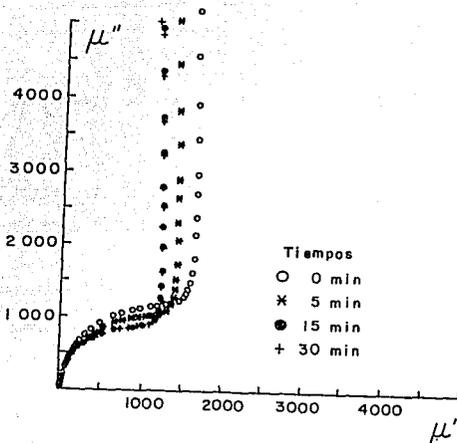


Figura 4.6 Plano complejo de la permeabilidad para temperatura constante de 57°C

Como ya se dijo anteriormente, los tratamientos térmicos en un compuesto amorfo a temperaturas debajo de la temperatura de cristalización dan por resultado cambios en la mayoría de las propiedades físicas.. Algunos de estos cambios son irreversibles de tal forma que el efecto del tratamiento térmico es *acumulativo* mientras otras partes son reversibles de tal forma que un tratamiento térmico cíclico da como resultado cambios también cíclicos en las propiedades.

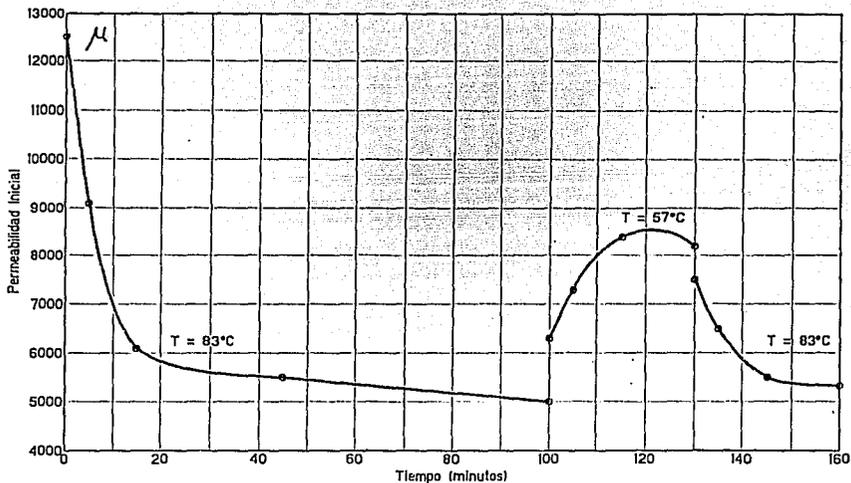
Con el propósito de estudiar la reversibilidad de la permeabilidad inicial ante variaciones cíclicas de la temperatura se procedió a calentar la muestra hasta llegar de nuevo a la temperatura de 83°C que se tenía originalmente. Bajo estas nuevas condiciones se procedió a realizar mediciones de la permeabilidad con el tiempo las cuales se muestran en la gráfica 4.7.



Gráfica 4.7 "Reversibilidad " Plano complejo de la permeabilidad para temperatura constante 83°C.

Los resultados que muestran el comportamiento global de la permeabilidad inicial con el tiempo (gráfica 4.8) muestra efectivamente un comportamiento cíclico ante variaciones cíclicas de la temperatura, lo cual significa que la permeabilidad es una propiedad reversible, en el contexto de la relajación estructural.

En la cual se graficaron los valores de la permeabilidad tomando solamente el tiempo después de efectuadas las mediciones, esto es, no se consideró el tiempo de enfriamiento, ni el tiempo que tomó elevar la temperatura de 57°C a 83°C. Lo anterior con el propósito de mostrar el comportamiento temporal de la permeabilidad.



Gráfica 4.8 Comportamiento de la permeabilidad inicial de la cinta amorfa VITROVAC 6025 como función del tiempo.

CONCLUSIONES

Los valores de la permeabilidad inicial de la cinta amorfa VITROVAC 6025 presentan variaciones en función del tiempo, del orden de minutos, a temperatura constante, después de que se ha sometido la muestra a estímulos de dos tipos; térmicos, y los que se conocen como impulsivos. Estos últimos debidos a campos magnéticos de gran intensidad, de aproximadamente 10 veces el campo crítico, durante tiempos muy cortos de 4 a 5 segundos. Estos fenómenos se conocen respectivamente como relajación estructural y desacomodo.

El análisis realizado en el plano complejo de la permeabilidad tiene muchas ventajas, ya que permite reconocer de manera clara, los diversos mecanismos que la producen, además de detectar los fenómenos como relajación estructural y el de desacomodo.

Los cambios en los valores de la permeabilidad inicial en el tiempo presentan dos características importantes: 1. Conforme transcurre el tiempo los valores de la permeabilidad tienden a un valor constante, y 2. Los cambios medidos son reversibles en el sentido de que cambios cíclicos en la temperatura dan lugar a cambios cíclicos en los valores de la permeabilidad inicial, es decir, el efecto de un tratamiento térmico sobre la muestra induce cambios en el tiempo, cuando se mantiene constante la temperatura, cambios que no son acumulativos; se pierden y recuperan según se disminuya o aumente la temperatura. Las variaciones de la temperatura fueron de temperatura ambiente a 83°C, para luego disminuir a 57°C y después aumentar de nuevo a 83°C.

Para medir el fenómeno de relajación estructural y para medir el desacomodo se hicieron las propuestas siguientes. El primero se consideró como las variaciones en el tiempo de la permeabilidad inicial a temperatura constante, después de que se somete la muestra a procesos térmicos. El fenómeno de desacomodo, en cambio, lo definimos como las variaciones temporales en los valores de la permeabilidad debidos a la aplicación de un campo magnético de gran intensidad por un intervalo breve de tiempo.

Con esta metodología, el fenómeno de relajamiento estructural si

fue detectado mientras que el de desacomodo no.

Pensamos que la causa de que no se haya detectado el fenómeno de desacomodo en estas mediciones, se puede atribuir a la combinación de dos efectos; 1. A temperatura ambiente y mayores, el desacomodo tiene lugar con relativa rapidez; todo parece indicar que sucede más rápidamente que el tiempo que se necesita para hacer el barrido de frecuencias en el sistema en el laboratorio, que es de 4 minutos, y 2. En las muestras no recocidas, esto es, en aquellas que no han sido sometidas a tratamientos térmicos después de su elaboración, los dominios están desordenado; sólo una fracción de ellos se encuentran orientados a lo largo de la longitud de la cinta, y es en éstos en los que el desacomodo es más notorio; por ello, cuando todos los dominios están orientados transversalmente, no hay ningún desacomodo. La muestra que se utilizó en este trabajo no estaba recocida; por lo cual creemos que el desacomodo no fue detectado.

REFERENCIAS

1. R. Zallen, *The Physics of Amorphous Solids*
Edit. J. Wiley, New York 1983
2. F.E. Luborsky, *Ferromagnetic materials*, edited by E. P. Wohlfarth
(North- Holland, Amsterdam, 1980)
3. J. Smit *Magnetic properties of materials* Inter-University
electronics, vol. 13 Mac Graw-Hill
4. R.Valenzuela *Inductance Spectroscopy* First Symposium: The
frontier in Materials Science, Mex.-U.S.A. Spt. 91
5. R. Alben, J.Budnick, G. S. Cargill . *Magnetic Structures*
6. E. Amano. R. Valenzuela, J.T.S. Irvine and R. West *Domain wall
relaxation* J. Appl. Phys. 67 5589 (1990)
7. JTS Irvine, AR West, E. Amano and R. Valenzuela
*Reversible and irreversible Domain Wall movement in Metglas Amorphous
Ribbons*
Mat. Sci. and Engin A 133 140 (1991)
8. R. Valenzuela, JTS Irvine and AR West
The equivalent resistance term in magnetic impedance
J. Magn. Magn. Mater. 104/107 395 (1992)
9. J.T.S. Irvine et al *Magnetic impedance spectroscopy of
amorphous ribbons*
Intermagnetic (april, Brighton UK)
10. J.T.S. Irvine et al *Characterisation of magnetic material by
impedance spectroscopy*
Solid State Ionics 40/41 220 (1990)
11. R. C. Mackenzie *Differential thermal analysis*
Academic Press. 1970-72
Londres.
12. E. Amano, L. Meacalco and R. Valenzuela *A sistem for ac
measurement, analysis and modeling of electrical and magnetic
properties (EN PROCESO)*
13. Operation and service manual, 4192 A LF Impedance Analyzer
14. T. Egami, *Structural relaxation and magnetism in amorphous
alloys* J.of Magnetic Materials 31-34 (1983) 1571-1574

15. G. Hernández-Jiménez and R. Valenzuela *Critical Magnetic field and structural relaxation in Melgals ribbons* Mat.Science and Engineering, B 10 (1991) 117-120
16. M. Bourrous, N. Moser, and H.Kronmüller *Reversibility and Annealing of Magnetic After Effect in Ferromagnetic Amorphous Alloys* Phys. Stat. Sol. (a) 112,181 (1989)
17. P. A l l i a and F. Vinai *Losses, aftereffect and disaccommodation in.....*
Phys. Rev. B26, 6141 (1982)
18. T.Ja g i e l i n s k i *Elimination of disaccommodation in zero magnetostrictive alloys* J.Appl. Phys. 53(11), Mov. 1982
19. R. Montes de Oca, E. Amano and R. Valenzuela *Behavior of the Critical Magnetic Field in Amorphous Ribbons* J. Appl. Phys. 63 3391 (1988)
20. G. Baca, R. Valenzuela, MA Escobar and LF Magaña *The Temperature Dependence of The Critical Magnetic Field in Polycrystalline Ferrites* J. Appl. Phys. 57 4183 (1985).