

UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA

DEPARTAMENTO DE FÍSICA

VALPARAÍSO-CHILE



**ESTUDIO FORC DE MICROHILOS
FERROMAGNÉTICOS**

Paul Ignacio Carvajal Morales

TESIS PARA EL GRADO DE LICENCIADO EN CIENCIAS MENCIÓN FÍSICA

PROFESOR GUÍA

Dr. Carlos García

COMITE DE EVALUADORES

Dr. Tomas Corrales

Dr. Hugo Alarcon

RESUMEN

El presente documento muestra los avances logrados en la obtención de los primeros diagramas FORC de micro-hilos magnéticos, describiendo un sistema de medición capaz de conseguir los datos necesarios para su realización, indicando las partes que lo componen y el uso que tienen dentro del instrumento.

También, expone cualitativamente efectos de la temperatura mediante el tratamiento térmico realizado a distintas intensidades de corriente a un micro-hilo rico en hierro fabricado por medio del método de Taylor-Ulitovsky detallando el procedimiento experimental, además de indicar los problemas que se han presentado en el mismo. Asimismo, se presentan y discuten los resultados del recocido a través de gráficos de histéresis y FORC haciendo hincapié en los cambios del campo coercitivo para cada una de las corrientes.

Por último, se presentan los trabajos por realizar a futuro con respecto a la calibración del sistema y el tratamiento de datos para poder adecuarlos a software comercial.

ABSTRACT

The present document will address the presentation of some of the advances achieved during the experimental process of obtaining the first FORC diagrams of magnetic micro-wires. In addition, it will describe a measurement system capable of obtaining the necessary data for its realization, as well as indicating the parts that compose it and their use within the instrument.

Qualitative effects of temperature will also be discussed through the thermal treatment carried out at different current intensities on an iron-rich micro-wire fabricated using the Taylor-Ulitovsky method. The experimental procedure will be detailed, and some problems that have arisen will be indicated.

The results of annealing will also be presented through hysteresis and FORC graphs, emphasizing the changes in coercive field for each of the currents, as well as a discussion regarding these results and future work to be done regarding the calibration of the system and data processing to adapt them for commercial software.

GLOSARIO

- **Ciclo de Histéresis:** Curva que representa la magnetización con respecto al campo magnético aplicado.
- **FORC (*First Order Reversal Curves*):** Curvas de magnetización producidas por inversión del campo magnético a partir de un punto de histéresis.
- **Magnetómetro de inducción:** Instrumento que permite medir la magnetización de un material a partir de su voltaje inducido.
- **Bobinas *pick-up*:** Bobinas formadas por dos solenoides iguales conectados, que permiten medir un voltaje inducido.
- **Bobina flotante:** Solenoide de pequeñas dimensiones utilizado para medir la fase de un campo magnético oscilante.
- **Ferromagnetismo:** Fenómeno físico en el cual se produce ordenamiento magnético en todos los momentos magnéticos de la muestra, en la misma dirección y sentido.
- **Paramagnetismo:** Fenómeno en el cual un material presenta alineación en algunos de los momentos magnéticos al estar bajo un campo magnético.
- **Superparamagnetismo:** Fenómeno donde un material presenta características tanto ferromagnéticas como paramagnéticas.
- **Permeabilidad magnética:** Medida de magnetización que un material obtiene en presencia de un campo magnético.
- **Permeabilidad relativa:** Razón entre la permeabilidad magnética de un determinado material con respecto a la permeabilidad del vacío.
- **Dominios simples:** Región individual dentro de un material donde los momentos magnéticos están alineados.

-
- **Dominios múltiples:** Suma de los dominios simples dentro de un material.
 - **Interacción magnetostática:** Interacción magnética entre campos constantes.
 - **LabView:** Es una plataforma de diseño de sistemas y ambiente de desarrollo mediante el uso de programación visual, desarrollado por *National Instruments*.

ÍNDICE DE FIGURAS

1.1. a) Dominios magnéticos aleatorios, b) Dominios magnéticos orientándose en el sentido del campo aplicado.	3
1.2. Dibujo esquemático del proceso de fabricación de micro-hilo por método Taylor-Ulitovsky.	5
1.3. Ciclo de histéresis correspondiente al efecto de biestabilidad clásica para una muestra de composición $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$.	6
1.4. Ciclos de histéresis de acuerdo a temperatura de recocido de una muestra de composición $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$.	7
1.5. Esquema de conexión simple del magnetómetro de inducción AC.	8
2.1. Ejemplo de ciclo de histéresis mayor, en este se observa el campo de inversión H_a , el cual es el inicio de la curva de inversión de primer orden, también se aprecia la magnetización $M(H_a, H_b)$ producida por el campo externo H_b .	11
2.2. Curvas de inversión de primer orden en donde $H_r = H_a$. Se pueden observar las distintas curvas de acuerdo al H_a que se aplique al comenzar la medición.	11
2.3. Diagrama FORC con la superposición de ejes H_a, H_b y por otro lado H_u, H_c , el punto más alejado a la izquierda en cada fila de puntos de datos representa el punto de inversión (H_a) para cada FORC y los puntos subsiguientes representan valores de H_b .	12
2.4. Ciclos de histéresis y diagramas para partícula donde se ilustra cómo esta contribuye a un diagrama FORC en diferentes condiciones magnéticas.	13
2.5. Diagrama FORC para un modelo teórico SD sin interacción magnetostática.	14

2.6. Diagrama FORC para una partícula SD en un campo de interacciones que se supone constante sobre esta en un sitio dado, pero que varía de manera aleatoria entre partículas.	14
2.7. Diagrama FORC para una partículas SD en un campo de interacciones de promedio positivo.	15
2.8. Ejemplo de diagrama FORC con multidominio de resolución normal donde se observa un pequeño desplazamiento positivo debido a la viscosidad magnética además del contorno divergente.	16
3.1. Bobina de inducción, implementada en el laboratorio de caracterización magnética.	18
3.2. Bobinas <i>pick – up</i> en proceso de construcción	19
3.3. BK Precision 4050B series, panel delantero.	20
3.4. BK Precision 4050B series, panel trasero.	20
3.5. Señal utilizada para las mediciones de ciclos FORC	21
3.6. KEPCO BOP 20-20M, panel delantero.	21
3.7. MC USB-2020. Imagen extraída de <i>Product Datasheet</i> del fabricante.	22
3.8. Diagrama de flujo del proceso de adquisición y tratamiento de datos.	23
4.1. Peak de ruido a los 32 [Hz] cercano a un orden de magnitud de 10^{-4} aproximadamente, que es la diferencia de voltaje de las bobinas pick-up de la muestra una vez calibrada.	25
4.2. Peak de ruido cercano al orden de magnitud de 10^{-1} aproximadamente, que representa la magnetización de muestra al ser sometida a un campo magnético externo.	25
4.3. Ejemplo de la señal de magnetización de la muestra obtenida del programa de LabView	26
4.4. Esquema de conexión de circuito eléctrico para el sistema de recocido	27
5.1. Ciclo de histéresis de muestra sin recocer	30
5.2. FORC de muestra sin recocer	31
5.3. FORC de muestra sin recocer ampliada, donde se aprecian las curvas de inversión	31
5.4. Ciclo de histéresis después del primer recocido a 70[mA] por 10 [min].	32
5.5. FORC después del primer recocido a 70[mA] por 10 [min].	33
5.6. FORC después del primer recocido a 70[mA] por 10 [min] ampliado para que se aprecien las curvas de inversión.	33
5.7. FORC después del segundo recocido a 120[mA] por 15 [min]	34
5.8. Ciclo de histéresis después del segundo recocido a 120[mA] por 15 [min].	35

5.9. FORC después del segundo recocido a 120[mA] por 15 [min] ampliado	35
5.10. Ciclo de histéresis después del tercer recocido a 170[mA] por 20 [min].	36
5.11. FORC después del tercer recocido a 170[mA] por 20 [min]	36
5.12. FORC después del tercer recocido a 170[mA] por 20 [min].	37
5.13. Diagramas FORC de una muestra $Fe_{86}Zr_7B_6Cu$.	39
5.14. Diagrama FORC de cintas magnéticas de composición $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$ sometidas a recocido isotérmico de 520[C] con distinta duración de izquierda a derecha desde los 15, 30 y 60[<i>min</i>].	40
5.15. Extracto de plantilla de datos del fabricante FORCinel.	42

CONTENIDO

RESUMEN	I
ABSTRACT	I
GLOSARIO	I
ÍNDICE DE FIGURAS	III
1. INTRODUCCIÓN, MOTIVACIÓN Y ESTADO DEL ARTE	1
1.1. Objetivo general	1
1.2. Objetivos específicos	1
1.3. Introducción	2
1.4. Motivación	4
1.5. Estado del arte	4
1.5.1. Fabricación de microhilos por método Taylor-Ulitovsky	4
1.5.2. Efecto del tratamiento térmico	5
1.6. Ventajas y desventajas del magnetómetro de inducción	7
2. CURVAS DE INVERSIÓN DE PRIMER ORDEN	10
2.0.1. Interpretación cualitativa de diagramas FORC	13
2.0.2. Distribución del campo de conmutación (SFD)	16
3. DESCRIPCIÓN DEL MAGNETÓMETRO DE INDUCCIÓN Y COMPONENTES ELEMENTALES	17
3.1. Descripción del magnetómetro de inducción y sus componentes	17
3.1.1. Bobina de inducción	18
3.1.2. Bobina <i>pick-up</i> y bobina de compensación	19
3.1.3. Generador de señales:	19
3.1.4. Amplificador	21

3.1.5. Adquisidor de señales	21
3.1.6. Visualización y almacenamiento de datos	22
4. PROCESO DE EXPERIMENTACIÓN	24
4.1. Procedimiento experimental	24
4.1.1. Calibración	24
4.1.2. Medida de las curvas FORC	26
4.1.3. Tratamiento térmico de las muestras	26
4.2. Problemas presentados durante el proceso de experimentación	28
5. RESULTADOS	30
5.1. Presentación de resultados	30
5.1.1. Breve discusión	37
5.2. Trabajo futuro	41
6. CONCLUSIONES	43
REFERENCIAS	44

INTRODUCCIÓN, MOTIVACIÓN Y ESTADO DEL ARTE

1.1. Objetivo general

El objetivo general de este proyecto es describir un sistema capaz de medir y representar los ciclos FORC en microhilos, así como comprobar su funcionamiento mediante pruebas con muestras sometidas a diferentes corrientes de recocido. Además, se espera que este proyecto sienta las bases para futuras investigaciones y desarrollos en este campo.

1.2. Objetivos específicos

- Describir el principio de funcionamiento y componentes fundamentales del instrumento de medición utilizado para ciclos de histéresis y ciclos FORC en materiales magnéticos en forma de cinta o micro-hilo.
- Informar detalladamente el desarrollo experimental realizado, exponiendo la calibración del instrumento, el proceso de medición, el análisis de la señal obtenida y las problemáticas surgidas durante las mediciones.
- Proponer una mejora al proceso experimental y/o al instrumento de medición.
- Presentar los resultados de los ciclo de histéresis y FORC de cinta y microhilos amorfos obtenidos en el laboratorio.
- Describir los avances respecto a la obtención de los diagramas FORC.

1.3. Introducción

El tema del presente proyecto de investigación se centra en la descripción de un sistema capaz de medir curvas de inversión de primer orden, que son útiles para métodos de caracterización magnética, se contempla el principio de funcionamiento y componentes del instrumento. Algunos de los instrumentos típicos de medición FORC son el magnetómetro de muestras vibrante (VSM), el magnetómetro de campo gradiente alternante (AGM) y el magnetómetro de inducción AC.

El funcionamiento del primero se basa en medir el momento magnético de una muestra cuando se hace vibrar perpendicularmente a un campo magnético uniforme, de acuerdo a lo descrito para el VSM en "Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer" [1]. ¹El segundo instrumento basa en la medición de magnetización de la muestra, producto de un campo gradiente alternante, la muestra se encuentra conectada por medio de una varilla a un piezoelectrico, el campo gradiente alternante produce una fuerza periódica sobre la muestra, por lo tanto la varilla sufre una deflexión que aplica una tensión mecánica en el piezoelectrico, lo que genera una diferencia de potencial que es medida logrando obtener el valor de la magnetización de la muestra [2]. En lo que respecta al tercer instrumento, será tratado en este trabajo.

Se pondrán a prueba los avances en la sensibilidad del magnetómetro de inducción mediante el uso de una muestra rica en hierro, conocida como micro-hilo. Esta muestra está compuesta por un núcleo magnético recubierto de vidrio. Los microhilos amorfos, en particular, son altamente sensibles a estos campos magnéticos, lo que los hace ideales como muestra magnética estándar para llevar a cabo estudios relacionados con el magnetismo. Una aplicación importante de estos estudios es la caracterización de materiales, ya que permite comprender y describir el comportamiento y las propiedades magnéticas de los mismos. La caracterización de materiales es particularmente útil en la investigación y desarrollo de nuevos materiales para diversas aplicaciones en distintos campos.

Por lo general, los microhilos magnéticos se fabrican mediante técnicas de enfriamiento rápido, debido a esto se puede producir una estructura amorfa [3], la cual se caracteriza por no presentar una forma cristalina en su composición atómica, es decir, por tener una disposición aleatoria de los átomos. Estos presentan propiedades únicas, como la resistencia a la corrosión y alta dureza, lo cual les confiere un alto grado de utilidad. Por otro lado, se encuentran los materiales nanocristalinos, compuestos de granos cristalinos de tamaño nanométrico que se encuentran inmersos en un material amorfo.

¹S. Foner, "Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer," Review of Scientific Instruments, vol. 30, no. 7, pp. 548-557, 1959.

Es muy importante tener en cuenta que los materiales ferromagnéticos están compuestos por pequeñas zonas llamadas dominios magnéticos, en los cuales el momento magnético no es igual a cero, sino que normalmente están orientados de forma aleatoria como se observa en la figura 1.1a), lo que hace que la suma de momentos magnéticos de los dominios presentes en una porción de material ferromagnético sea igual o muy cercana a cero, debido a que se cancelan entre sí, una vez que se aplica el campo magnético, estos se reordenan como en el caso ideal presentado en la figura 1.1b) [4].

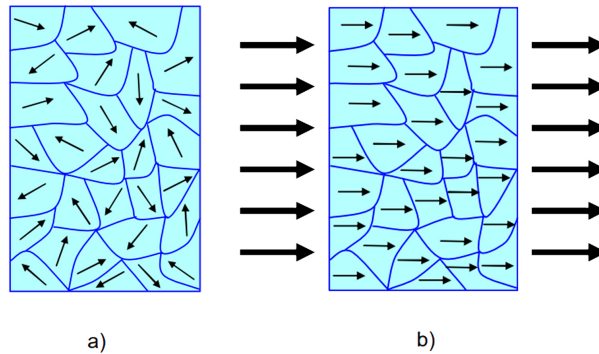


Figura 1.1: a) Dominios magnéticos aleatorios, b) Dominios magnéticos orientándose en el sentido del campo aplicado.

La caracterización por medio de diagramas FORC brinda información detallada sobre la distribución de coercitividad y los campos de interacción en una muestra magnética, en el caso de la coercitividad se refiere al campo necesario para desmagnetar la muestra, mientras que el campo de interacciones se refiere a la interacción entre partículas magnéticas dentro de una muestra. Los diagramas FORC también pueden ayudar a identificar diferentes tipos de comportamiento magnético, como el comportamiento de dominio simple, dominio múltiple o permitir visualizar distintas fases magnéticas [5].

Finalmente, los microhilos ferromagnéticos encuentran una aplicación en la fabricación de diversos tipos de sensores debido a la baja coercitividad que presentan en algunos casos, los cambios en las propiedades magnéticas por efecto de la temperatura además de los efectos de magneto-impedancia gigante que los hacen adecuados para esta tarea.

1.4. Motivación

La caracterización magnética de material posee gran relevancia para determinar las propiedades de los diferentes tipos de materiales magnéticos. Para ello, es necesario utilizar distintos instrumentos y métodos para analizar su respuesta ante una serie de variables de control. En concreto la medición del ciclo de histéresis resulta crítica para determinar la saturación, remanencia y coercitividad de un material ferromagnético. Para obtener información adicional existen nuevos métodos de análisis que complementan dicha información como el método FORC.

En esta tesis, se utiliza el magnetómetro de inducción ubicado en el laboratorio de caracterización magnética, para obtener ciclos FORC de microhilos. Estudiando la sensibilidad del equipo para detectar la respuestas magnéticas de un microhilo podremos verificar que el sistema es apto para realizar este tipo estudio y en base a ello sacar conclusiones. Como objetivo secundario estudiaremos experimentalmente el efecto de tratamiento térmico en las propiedades magnéticas de un material.

1.5. Estado del arte

En la actualidad existen varios estudios, los mas representativos [3,6–8] sobre el efecto del calentamiento en la estructura magnética de microhilos y cintas ricos en hierro y cobalto, algunos de estos estudios se discutirán en este capítulo, por lo que se hablará de distintas composiciones de aleaciones que se han estudiado.

1.5.1. Fabricación de microhilos por método Taylor-Ulitovsky

La fabricación por el método de Taylor-Ulitovsky se basa en que una aleación de composición química apropiada, es calentada por un inductor de alta frecuencia dentro de un tubo de vidrio [7]. Luego de fundir la aleación dentro del vidrio, el tubo de vidrio se ablanda, cubriendo la aleación fundida en su interior. Después se extrae un capilar del mismo vidrio ablandado, el material fundido llenará este capilar y al estirarlo se formará un micro-hilo homogéneo recubierto de vidrio flexible y continuo.

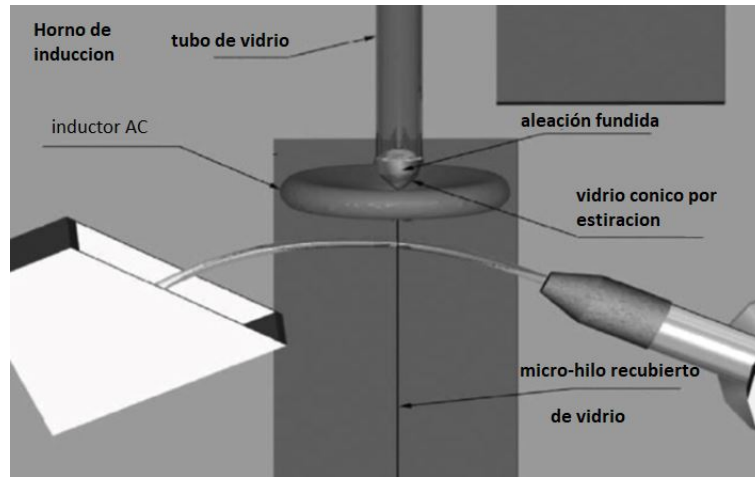


Figura 1.2: Dibujo esquemático del proceso de fabricación de micro-hilo por método Taylor-Ulitovsky.

Como se puede observar en la figura 1.2 el tubo de vidrio posee una terminación cónica, por donde la aleación que ya se encuentra fundida por el inductor AC se mueve hacia abajo por el orificio del tubo, y finalmente se enfría de forma rápida por aire, obteniendo así un núcleo metálico recubierto de vidrio, el cual será enrollado en un carrete para sus posteriores usos.

Este método se ve afectado por la velocidad de fundición de la aleación, ya que al aumentar, mayor será también la rapidez de producción de microhilos, pero el exceso de velocidad de fundición afecta negativamente la calidad debido a que se produce una mala adhesión entre el metal y el vidrio. Otro factor importante es la tasa de enfriamiento del núcleo metálico que de cierto modo se relaciona con la geometría del micro-hilo, porque el enfriamiento depende de cierto modo del diámetro del núcleo y espesor del vidrio. Es importante mencionar que una tasa de enfriamiento más rápida resulta por lo general en micro-estructuras amorfas y una más lenta en micro-estructuras cristalinas [7].

1.5.2. Efecto del tratamiento térmico

En esta parte del capítulo se informarán algunos estudios realizados a distintas muestras de los efectos del tratamiento térmico para microhilos.

A. Microhilos

En el caso particular del estudio realizado en [6] se trabaja con una muestra de microhilos de composición $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$ con un núcleo metálico de diámetro $50[\mu m]$ y un espesor de vidrio de $20[\mu m]$, el cual es sometido a diferentes

temperaturas desde los 20-50[°C] en un sistema termo-controlado que permite mantener temperaturas constantes mientras se miden sus propiedades magnéticas. Los resultados obtenidos indican que existen cambios en la estructura de los dominios magnéticos de primer tipo, mientras que también se encuentran pequeños dominios periódicos que indican la existencia de dominios de segundo tipo, que son aquellos dominios magnéticos que se hacen presente en superconductores [6]. Por otro lado, la curva de histéresis rectangular en la figura 1.3 muestra que el material presenta biestabilidad magnética.

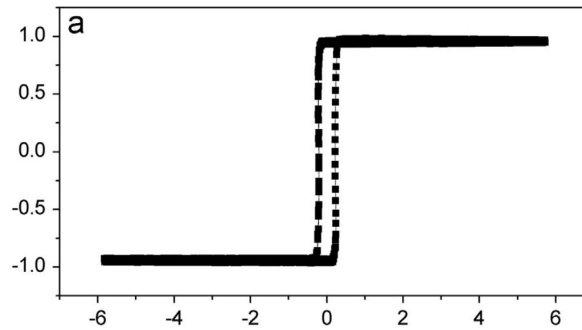


Figura 1.3: Ciclo de histéresis correspondiente al efecto de biestabilidad clásica para una muestra de composición $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$.

Existe otro estudio sobre la muestra de microhilos de la misma composición química ($Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$) y método de fabricación (Taylor-Ulitovsky) con la única diferencia de que el diámetro del núcleo metálico en este caso es de 103[μm] y el espesor del vidrio de 55[μm]. En dicho estudio se analizan los cambios en la coercitividad y magneto-impedancia gigante (GMI) al someter la muestra a distintas temperaturas de recocido. El efecto GMI hace referencia a las grandes variaciones de impedancia tanto en la parte real como imaginaria de un conductor ferromagnético blando al pasar una corriente eléctrica alterna tras la aplicación de un campo magnético externo. Los antecedentes preliminares de esta muestra indican un GMI relativamente alto y una coercitividad relativamente baja, pero por lo general con respecto a la composiciones químicas los microhilos finos ricos en cobalto presentan una menor coercitividad (magnéticamente suave) y un mayor efecto GMI [7]. La figura 1.4 muestra como el recocido térmico cambia el campo coercitivo, de tal forma que a los 300[°C] de recocido disminuye considerablemente de los 27[$\frac{A}{m}$] a los 12[$\frac{A}{m}$], pero al realizar un recocido a temperatura de 550[C] el valor del campo coercitivo aumenta de los 27[$\frac{A}{m}$] a los 41[$\frac{A}{m}$]. [7]. Por otra parte el GMI aumenta considerablemente.

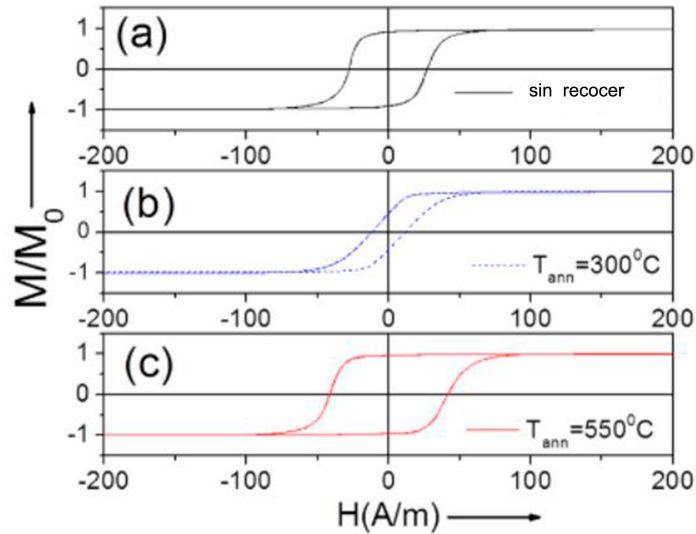


Figura 1.4: Ciclos de histéresis de acuerdo a temperatura de recocido de una muestra de composición $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$.

1.6. Ventajas y desventajas del magnetómetro de inducción

El magnetómetro de inducción AC está compuesto por: un solenoide, una bobina de captación, un generador de señales, un amplificador de corriente, una tarjeta de adquisición de datos y además estos deben ser controlados por un software de control. Una explicación detallada se muestra en el paper "First-order reversal curves acquired by a high precision ac induction magnetometer," [9]. En la figura 1.5 se muestra un esquema de conexión simple del magnetómetro de inducción AC con todas sus partes conectadas.

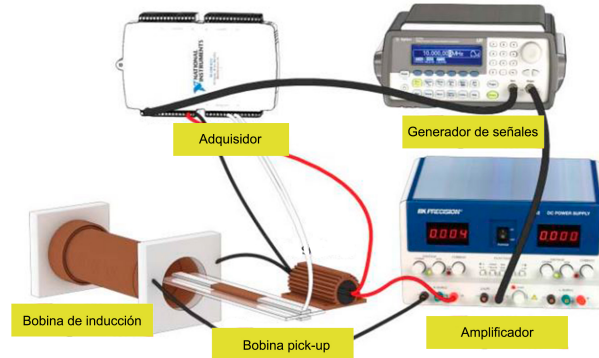


Figura 1.5: Esquema de conexión simple del magnetómetro de inducción AC.

Algunas de las ventajas de usar un magnetómetro de inducción son: i) alta sensibilidad del magnetómetro de inducción lo que permite trabajar con muestras muy pequeñas, ii) alta velocidad de obtención de datos que permite realizar una mayor cantidad o número de mediciones en un determinado intervalo de tiempo y iii) versatilidad al poder trabajar en distintas áreas de investigación con respecto a materiales magnéticos. [10]

La alta precisión del magnetómetro de inducción se debe a muchos factores, tales como lo son el solenoide y la bobina de captación utilizados para controlar y medir el campo magnético aplicado y la magnetización de la muestra, estos están diseñados para ser altamente efectivos en la medición de los campos magnéticos, pudiendo ir desde unos pocos mHz hasta cientos de MHz [11]. Pero si bien no cuenta con tanta sensibilidad como un magnetómetro AGM su costo es también mucho menor por lo que es adecuado para proyectos donde el factor económico sea una limitante. Además el magnetómetro utiliza un generador de señales y un amplificador para controlar la corriente que pasa a través del solenoide. Esto permite un control preciso del campo magnético aplicado.

El magnetómetro utiliza una tarjeta de adquisición de datos de alta velocidad, además de la alta sensibilidad para medir la tensión inducida en la bobina de captación lo que permite obtener datos en poco tiempo. La tarjeta de adquisición de datos está diseñada para ser muy precisa en la medición de la tensión inducida. Es esta rapidez para la obtención de FORC la que ha convertido al magnetómetro de inducción en un método novedoso y eficaz de medición en este ámbito y también es de reciente aplicación su uso con muestras de microhilos. Sin ir más lejos en la Universidad Técnica Federico Santa María este es el primero que logra medir ciclos FORC en microhilos con este tipo de magnetómetro.

Por último, el magnetómetro utiliza un software de control para el generador de

señales y la tarjeta de adquisición de datos los cuáles están especialmente diseñados para la medición y registro de los datos. La adecuada combinación e integración de estos componentes de alta precisión permiten efectividad en las mediciones, así como alta rapidez y resolución.

Entre las desventajas de los magnetómetros de inducción cabe destacar:

1. El tamaño, ya que la electrónica asociada al magnetómetro es considerable. Al no ser compacto se tienen muchos componentes delicados como el generador de señales o el adquirente de datos. A pesar de esto, su tamaño es menor al del AGM y al VSM.
2. El montaje, ya que las bobinas pick-up cambian de acuerdo al tamaño que tenga la muestra, por lo que si se quieren estudiar unas de distinto tamaño se deben construir nuevas pick-up.
3. La última desventaja relativa a lo que se desee medir, es que por ejemplo para estudios magnéticos superficiales es más conveniente utilizar el efecto Kerr magneto-óptico (MOKE) el cual es un fenómeno físico que describe la rotación del plano de polarización de la luz reflejada en la superficie magnética, ya que permite realizar la medición solo en la superficie mientras que el magnetómetro realiza una magnetización total de muestra.

CURVAS DE INVERSIÓN DE PRIMER ORDEN

Las Curvas de Primer Orden de inversión, que por sus siglas en inglés son conocidas como FORC, corresponden a una técnica de caracterización magnética muy importante debido a que permiten obtener o conducen a información relevante y puntual sobre los procesos magnéticos irreversibles que ocurren en la muestra, a diferencia del ciclo de histéresis, el cual solo permite obtener una información general de la muestra [9].

Para poder obtener una distribución FORC de manera experimental se usaron como base curvas de histéresis menores las cuales pasan desde un campo magnético de inversión (H_a) hasta un campo de saturación [9] tomando como referencia el campo de saturación positiva, esto quiere decir que se debe aplicar una señal suficiente para alcanzar la magnetización de saturación positiva, lo cual además permite eliminar remanentes relacionados a la memoria magnética. Una vez alcanzado el punto de saturación magnética de la muestra, se reduce el campo magnético externo aplicado a la misma y se repite la medición para distintos H_a de forma que se obtiene un gran conjunto de curvas de inversión, para el campo aplicado H_b se tiene su magnetización $M(H_a, H_b)$ la cual es producida por el campo externo H_b y comienza del campo de inversión H_a , esto se puede observar en la figura 2.1 donde $H_b > H_a$ [12].

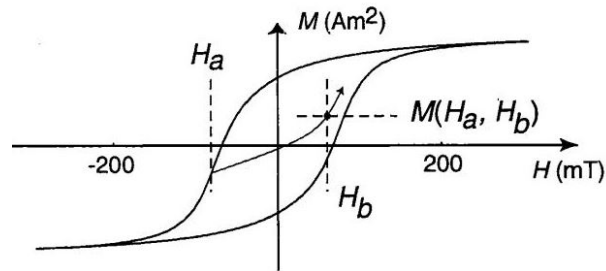


Figura 2.1: Ejemplo de ciclo de histéresis mayor, en este se observa el campo de inversión H_a , el cual es el inicio de la curva de inversión de primer orden, también se aprecia la magnetización $M(H_a, H_b)$ producida por el campo externo H_b .

Como se escribió anteriormente, el método de caracterización FORC requiere que las curvas de inversión de primer orden partan desde distintos campos de inversión H_a los cuales deben decrecer en magnitud de manera que logren cubrir el área de la curva del ciclo de histéresis mayor como se observa en la figura 2.2.

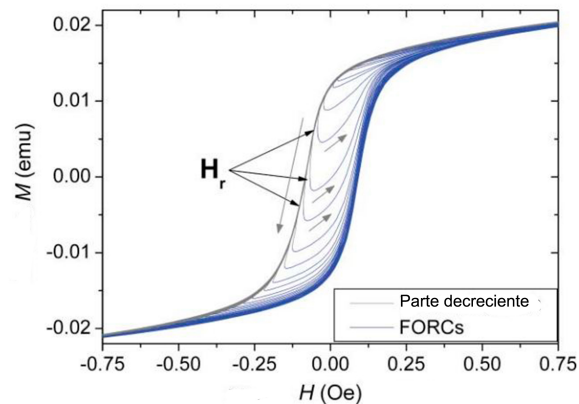


Figura 2.2: Curvas de inversión de primer orden en donde $H_r = H_a$. Se pueden observar las distintas curvas de acuerdo al H_a que se aplique al comenzar la medición.

Se pueden utilizar los puntos consecutivos de cada curva, realizando iteraciones y de esta forma pudiendo obtener la distribución FORC que se define como la segunda derivada mixta de la magnetización $M(H_a, H_b)$ respecto al campo externo H_b y al campo de inversión H_a de acuerdo a la ecuación 2.0.1:

$$\rho(H_a, H_b) = -\frac{1}{2} \frac{\partial^2 M(H_b, H_a)}{\partial H_b \partial H_a} \quad (2.0.1)$$

Una de las herramientas más importantes para este método de caracterización, son los diagramas de las curvas de inversión de primer orden o diagramas FORC, para lo cual se necesita realizar un conveniente cambio de coordenadas donde $H_u = \frac{(H_a+H_b)}{2}$ y $H_c = \frac{(H_a-H_b)}{2}$. Esto es importante, pues los diagramas representan los contornos de la distribución FORC con eje vertical H_u y eje horizontal H_c , como $H_b > H_a$ y esto implica que $H_c > 0$, por lo que el diagrama está confinado solo a la mitad derecha del plano como se observa en la figura 2.3. [12]

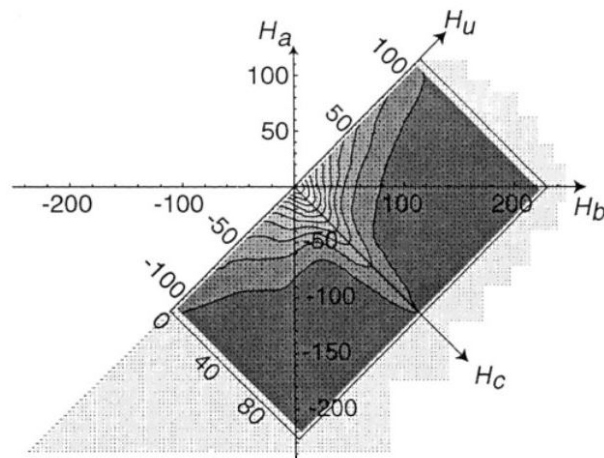


Figura 2.3: Diagrama FORC con la superposición de ejes H_a, H_b y por otro lado H_u, H_c , el punto más alejado a la izquierda en cada fila de puntos de datos representa el punto de inversión (H_a) para cada FORC y los puntos subsiguientes representan valores de H_b .

En el caso de la figura 2.4 se aprecian los ejes de estos diagramas donde B_i se corresponde con H_u mientras que B_c se corresponde con H_c y B_c representa al campo coercitivo, mientras que B_i representa el campo magnético interno, siendo este último el campo magnético que puede ser producido por interacciones entre partículas magnéticas de la muestra, es decir, pequeñas partículas que tienen propiedades magnéticas, interactúan con un campo magnético externo y que pueden tener cualquier forma. La representación de la interacción de una partícula en el diagrama FORC depende de su coercitividad y del campo magnético interno. En la figura 2.4a, se muestra una partícula magnética en un campo magnético aplicado B_{sw} , que es el campo magnético necesario para desmagnetizar la muestra e indica el valor mínimo para cambiar la dirección de magnetización de la partícula, es decir, el

campo coercitivo. Luego, en la figura 2.4b, se muestra cómo la partícula contribuye a un diagrama FORC en la posición $B_c = B_{sw}$, $B_i = 0$. En la figura 2.4c, se muestra la misma partícula en un campo magnético de interacción local constante B_{int} que actúa paralelo al campo magnético aplicado. Por último, en la figura 2.4d, se muestra cómo la partícula contribuye a un diagrama FORC en la posición $B_c = B_{sw}$, $B_i = B_{int}$. [5]

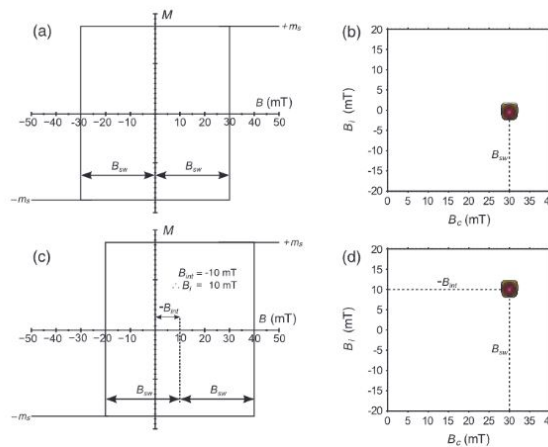


Figura 2.4: Ciclos de histéresis y diagramas para partícula donde se ilustra cómo esta contribuye a un diagrama FORC en diferentes condiciones magnéticas.

2.0.1. Interpretación cualitativa de diagramas FORC

Esta parte es de vital importancia para entender de manera básica los diagramas FORC y describir de manera cualitativa algunos comportamientos de las muestras, de acuerdo a la distribución que tengan los diagramas obtenidos experimentalmente, proporcionando información fácilmente identificable, la cual no se podría obtener de un ciclo de histéresis estándar [5].

A. Comportamiento del dominio único con y sin interacción magnetostática

Para el caso del modelado de una partícula de dominio único (SD) no interactivo se puede observar en la figura 2.5 que tiene un peak en el eje $H_u = 0$ con un contorno alargado por el eje H_c , además se puede notar una dispersión insignificante en el eje vertical que se debe a los efectos de suavizado. [5] [12]

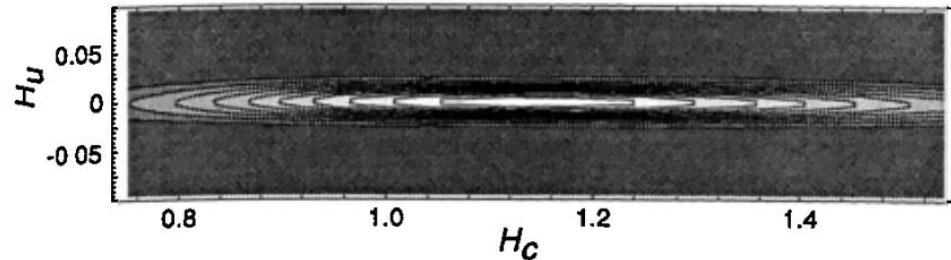


Figura 2.5: Diagrama FORC para un modelo teórico SD sin interacción magnetostática.

Para el caso del modelado de una partícula con SD, bajo un campo de interacción local, que se supone constante en una partícula pero que varía aleatoriamente entre varias partículas, lo que se puede observar es el comportamiento en la figura 2.6 donde se aprecia una gran dispersión vertical debido a este campo de interacción local que varía aleatoriamente entre las mismas partículas.

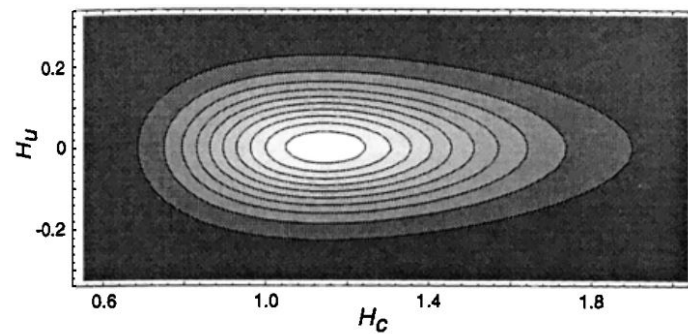


Figura 2.6: Diagrama FORC para una partícula SD en un campo de interacciones que se supone constante sobre esta en un sitio dado, pero que varía de manera aleatoria entre partículas.

El último caso para la partícula SD es cuando el campo de interacción es modificado para que actúe en paralelo a la magnetización neta de la muestra. Este no produce un aumento en la dispersión vertical pero sí un movimiento del peak desde el eje $H_u = 0$ hacia la izquierda y también ha dado a la dirección de alargamiento de contorno una pendiente positiva con respecto a la anterior, apreciable en la figura 2.7. [5]

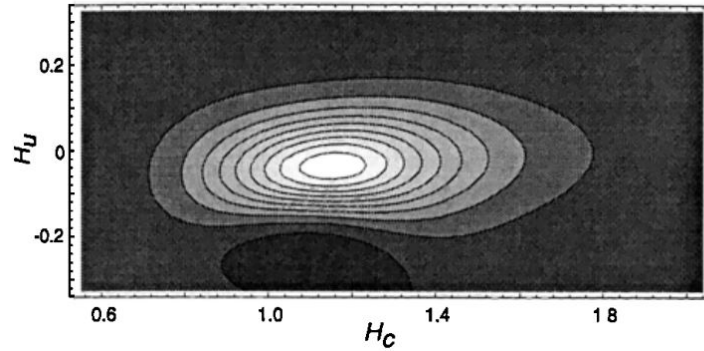


Figura 2.7: Diagrama FORC para una partículas SD en un campo de interacciones de promedio positivo.

B. Comportamiento de multidominio

Las muestras dominadas por partículas de multidominio magnético (MD) producen contornos característicos que divergen, al contrario de las SD donde interactúan. Pese a que en algunos casos de SD los contornos tienen expansión vertical, el patrón por lo general se cierra alrededor de un pico central mientras que en el caso de las MD no hay tal pico, por lo que se aprecian contornos divergentes, lo cual se puede observar en la figura 2.8 en donde también se visualiza que los picos del diagrama están ligeramente desplazados por encima del eje $H_u = 0$, esto debido a la viscosidad magnética del material porque el campo magnético aplicado no puede cambiar de manera instantánea la dirección de la magnetización de la muestra, sino que se demora más tiempo en el punto de inversión que en cualquier otro punto de las curvas. Este fenómeno solo puede apreciarse en ausencia de interacciones magnéticas, ya que en caso de que existan, la distribución FORC se desplaza por debajo de $H_u = 0$. [12]

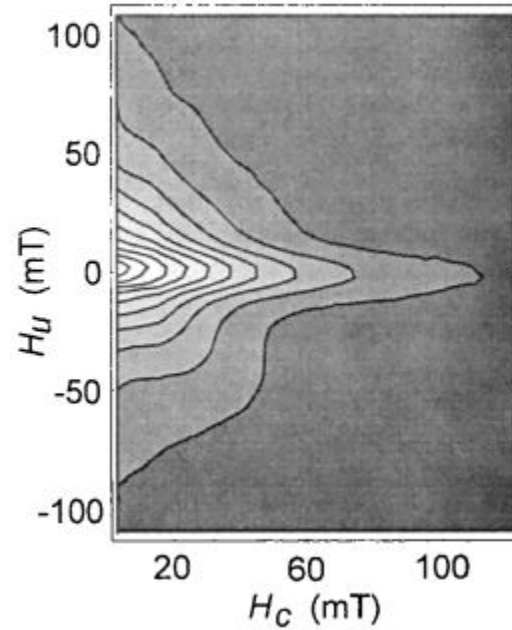


Figura 2.8: Ejemplo de diagrama FORC con multidominio de resolución normal donde se observa un pequeño desplazamiento positivo debido a la viscosidad magnética además del contorno divergente.

2.0.2. Distribución del campo de conmutación (SFD)

En este apartado se muestra una herramienta complementaria del método FORC, que es la distribución del campo de conmutación (SFD) que se calcula como la primera derivada de la curva de histéresis, la cual permite identificar las diferentes fases magnéticas y sus interacciones en conjunto con los diagramas FORC, pero esto no es motivo de estudio del presente texto sino solo una mención.

$$SFD(H, H_r) = \left. \frac{\partial m}{\partial H} \right|_{H_r} \quad (2.0.2)$$

En la ecuación 2.0.2 se tiene la primera derivada de la curva de histéresis donde m corresponde a la magnetización normalizada, H es el campo aplicado y H_r es el campo de inversión magnética.

DESCRIPCIÓN DEL MAGNETÓMETRO DE INDUCCIÓN Y COMPONENTES ELEMENTALES

3.1. Descripción del magnetómetro de inducción y sus componentes

Para poder llevar a cabo las caracterizaciones por método FORC se necesita un instrumento de medición acorde con lo que se requiere, es decir, el cual permita variar el campo magnético de tal forma que se logre saturar la muestra y además alcanzar los distintos puntos de inversión. Para la medición de ciclos FORC existen variados instrumentos, pero en esta ocasión se utilizará el magnetómetro de inducción magnética AC implementado en el laboratorio de caracterización magnética del departamento de Física de la Universidad Técnica Federico Santa María, el cual permite una magnetización total de la muestra.

El principio básico de funcionamiento del magnetómetro de inducción reside en la ley de Faraday-Lenz enunciada en la ecuación 3.1.1, la cual establece a groso modo, que si sometemos una muestra a un campo magnético externo, el voltaje inducido por la muestra nos permite obtener las mediciones de magnetización de manera indirecta.

$$\epsilon = -\frac{d}{dt}\phi(B) \quad (3.1.1)$$

Para poder describir la información de este magnetómetro de inducción, en este capítulo se enumerarán las componentes principales del instrumento, además de ex-

plicar la función que cumplen y las características relevantes. Cabe destacar que el magnetómetro implementado en el laboratorio cuenta con los diagramas de bloques de LabView necesarios para realizar las mediciones FORC [13], estos son entregados por los fabricantes de las partes del magnetómetro, por lo que solo se deben ingresar algunas entradas y salidas con respecto a la señal que deseamos, además de intermediarios para la unión de los diagramas de bloques y así tener el mejor funcionamiento.

3.1.1. Bobina de inducción

La bobina de inducción es aquella que al tener circulando una corriente eléctrica, genera un campo magnético apto para magnetizar las muestras que se desean caracterizar, este campo debe cumplir con que sea homogéneo y además ser capaz de saturar la muestra para así poder realizar las mediciones tanto del ciclo de histéresis como del FORC. La bobina utilizada para el presente estudio tiene un largo de $25[cm]$ y $2[cm]$ de radio, fabricada con un hilo conductor de cobre de diámetro $1.4[mm]$, y genera aproximadamente $50,4[G]$ [13]. La bobina de inducción posee un núcleo de aire, el cual sirve para introducir las muestras en su interior y de igual manera las componentes captadoras de la señal producida por las muestras, que se pueden visualizar en la figura 3.1.



Figura 3.1: Bobina de inducción, implementada en el laboratorio de caracterización magnética.

3.1.2. Bobina *pick-up* y bobina de compensación

La bobina pick-up o captadora es la encargada de medir el voltaje inducido por la muestra, por otra parte la bobina de compensación se utiliza para compensar el voltaje inducido propio de la bobina pick-up, por lo que al medir, solo se mide el voltaje inducido por la muestra. En el presente caso esta bobina debe ser modificadas con respecto a las que normalmente se utilizan en este magnetómetro, para tener una mayor sensibilidad al momento de medir pequeños microhilos. Estas bobinas son construidas sobre un tubo de vidrio de $0,6[mm]$ de diámetro exterior aproximadamente y $5[cm]$ de largo, con un hilo conductor de cobre de $0,1[mm]$ de diámetro en la figura 3.2, cabe mencionar que son dos bobinas aproximadamente iguales conectadas en serie y la muestra se ubicará dentro de la bobina pick-up, ambas al igual que la bobina de inducción constan de un núcleo de aire.

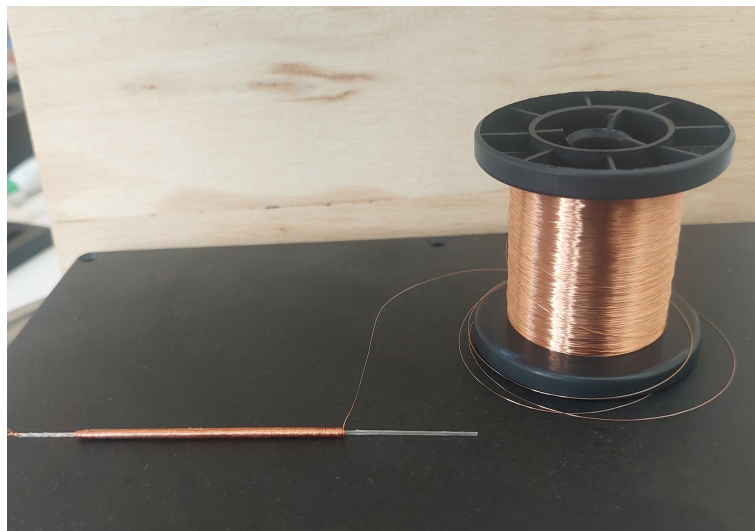


Figura 3.2: Bobinas *pick – up* en proceso de construcción

Se debe tener en cuenta que la bobina pick-up mide la magnetización de manera indirecta por medio de la ley de Faraday, por tanto es necesario que la programación integre el voltaje inducido de manera iterada simulando el método de Riemman.

3.1.3. Generador de señales:

El generador de señales como su nombre indica se utilizará para generar la señal necesaria que permita medir tanto el FORC como la histéresis. En este caso se utiliza un generador modelo 4053B de *B&K Precision* el cual tiene doble canal de señales y que es capaz de generar formas de onda cuadradas, triangulares, sinusoidales, de

pulso y arbitrarias, tiene rango de frecuencia de las señales sinusoidal y cuadrada desde los 1Hz a 10MHz , de pulsos de 1Hz a 12.5MHz y de triángulo y rampa desde 1Hz a 500kHz . Este tiene además una pantalla a color fácil de leer y una interfaz de usuario intuitiva con teclado numérico, contador incorporado, alta capacidad de modulación y activación, un desplazamiento continuo de DC variable y un alto rendimiento. Las salidas CH1 y CH2 tienen un rango de voltaje entre 0 y $10[V_{pp}]$, se puede apreciar el panel delantero y trasero en las figuras 3.3 y 3.4 respectivamente.



Figura 3.3: BK Precision 4050B series, panel delantero.



Figura 3.4: BK Precision 4050B series, panel trasero.

La señal utilizada es una de amplitud modulada con un offset de corrección para tratar de centrar el campo magnético generado por la bobina de inducción, además de una señal tipo sierra como se puede apreciar en la figura 3.5, de esta misma figura se puede notar que la frecuencia de la señal de amplitud modulada de $32[\text{Hz}]$ es mayor que la frecuencia de la señal tipo sierra y por esa razón se obtienen varias rampas. La señal tipo sierra es importantísima para medir el ciclo FORC, esto se debe a que con ella se puede alcanzar los distintos campos de inversion, al envolver la señal sinusoidal permite disminuir los máximos negativos, los cuales hacen que varíen el campo de inversion, esta señal tipo sierra como ya se mencionó anteriormente tiene una frecuencia mucho menor que la señal portadora (sinusoide), la que es de $0.25[\text{Hz}]$, por lo que se logra tener 128 curvas de inversion en cada ciclo de la rampa.

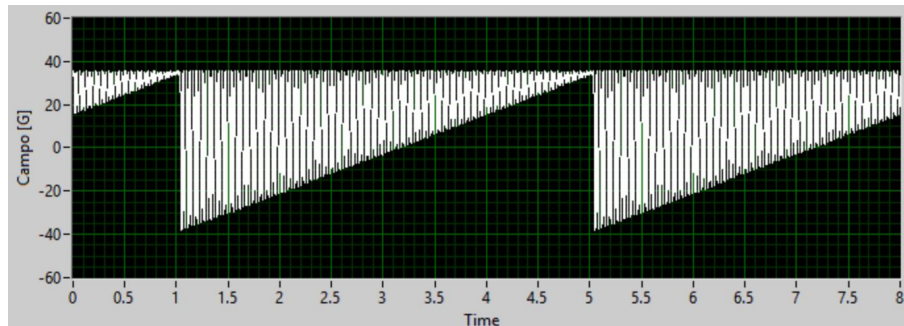


Figura 3.5: Señal utilizada para las mediciones de ciclos FORC

3.1.4. Amplificador

Otro componente importante del magnetómetro de inducción es el amplificador, en este caso el modelo Kepco BOP20-20M, que posee un máximo de voltaje de 20 [V] y un máximo de intensidad de corriente de 20 [A]. Se puede utilizar para proporcionar un voltaje dinámicamente ágil para pruebas y simulaciones. Presenta una salida 400 [W] y una linealidad entre el voltaje de entrada y la corriente de salida lo que nos permite tener un mayor control sobre la medición.



Figura 3.6: KEPCO BOP 20-20M, panel delantero.

3.1.5. Adquisidor de señales

Permite guardar datos de las mediciones dentro de su memoria, la cual luego es almacenada, visualizada y analizada en un computador. En este caso, el adquisidor dispone de una tarjeta MC USB-2020, la cual presenta dos canales de entrada analógicas simultáneas de alta velocidad de hasta 20 [MS/s] por canal, que es equivalente a 20 [MHz]. Los usuarios pueden transmitir datos continuamente a una computadora central. Las características incluyen un convertidor de señal A/D por canal y una resolución de 12 bits.

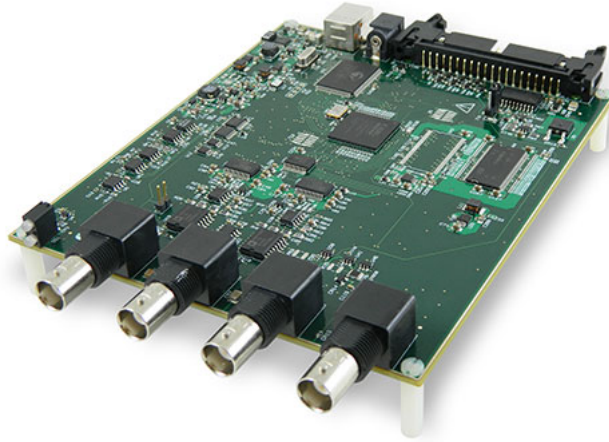


Figura 3.7: MC USB-2020. Imagen extraída de *Product Datasheet* del fabricante.

Este define los rangos de voltaje de entrada tanto para las bobinas pick-up como la bobina de inducción y permiten obtener una mejor resolución. Por otro lado, se debe tener en cuenta que el adquirente de datos también está asociado a la repetición de ciclos de mediciones, los cuales son iteraciones, es decir, se miden uno a uno cada uno de los 5000 puntos que conforman una curva de inversión del total de 128 curvas, comenzando todas ellas desde un distinto campo de inversión. Al completar 128 curvas se genera un ciclo y se empieza con un nuevo ciclo hasta tener n ciclos, cuya cantidad es definida por el usuario.

A la salida de los datos obtenidos se realiza un proceso de demultiplexación (separar los datos de una señal compleja única con información) obteniendo los datos de la señal de magnetización a través del voltaje inducido y el campo externo aplicado por la bobina de inducción, lo cual se realiza haciendo un cálculo con la corriente que circula por la bobina de inducción, que luego de multiplicada por un factor se puede relacionar con la magnitud del campo aplicado. El valor de dicho factor se puede obtener a través de la simulación del campo magnético generado por una bobina con las mismas características geométricas que la real [13] o bien experimentalmente midiendo el campo magnético.

3.1.6. Visualización y almacenamiento de datos

Para la visualización de datos se utiliza un computador, donde los datos son almacenados de tal forma que sea posible graficar el promedio de la curva FORC. Para visualizar tenemos dos indicadores: los denominados gráficos actuales y los gráficos de promedio FORC. El primero consiste en mostrar los datos que fueron analizados en el momento de completar un ciclo completo, mientras que en el segundo se toman

los ciclos completos y se promedian para obtener una curva final logrando de esta manera eliminar un poco de ruido dejando una señal más limpia. Es importante mencionar que una vez se obtienen todos los datos de histéresis y FORC, estos se exportan en dos archivos ".Dat" diferentes. En cada archivo ".Dat" tenemos por separado una columna el campo aplicado y otra con la magnetización, posteriormente el archivo es importado a Matlab. Como se necesita solo el comportamiento que tienen las curvas de acuerdo al campo, los datos de magnetización son normalizados y graficados con sus respectivas etiquetas tanto para los ejes coordenados como para el título que nos indique a que tipo de medición pertenece. Es importante mencionar que los gráficos son punto a punto y de esta manera se obtienen los gráficos de histéresis y FORC. A continuación se presenta un diagrama de flujo donde se explica el funcionamiento del software.

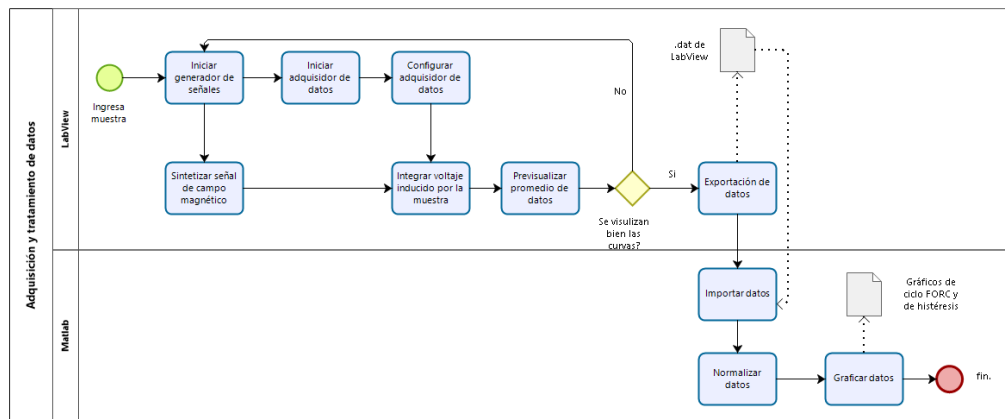


Figura 3.8: Diagrama de flujo del proceso de adquisición y tratamiento de datos.

PROCESO DE EXPERIMENTACIÓN

En el proceso de experimentación se busca comprobar el funcionamiento del sistema de medición FORC implementado en el laboratorio, para sentar la bases de futuras investigaciones sobre materiales magnéticos, en particular la obtención de diagramas FORC antes y después del tratamiento térmico de una muestra. En este estudio, la muestra utilizada es un microhilo con un núcleo de composición $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$ y recubierto por vidrio. Este microhilo magnético tiene un diámetro de núcleo magnético de $103[\mu m]$ mientras que el diámetro del recubrimiento de vidrio es de $158[\mu m]$. Los distintos recocidos de la muestra se realiza para obtener una comparación cualitativa de los cambios de los ciclos FORC como consecuencia del tratamiento térmico, verificando también el correcto funcionamiento del instrumento.

4.1. Procedimiento experimental

4.1.1. Calibración

Antes de realizar cualquier medición o insertar la muestra es necesario calibrar el instrumento, para lo que se utiliza un software de análisis del espectro. Debido a que la señal portadora con la que estamos trabajando es de 32 [Hz], sólo debemos considerar aquella porque si bien en el analizador de espectro se pueden observar otros peaks de señales, estos corresponden generalmente a sus armónicos. El método de calibración usado es rudimentario, a través del reposicionamiento de las bobinas pick-up que se encuentran dentro de la bobina de inducción, y consiste en desplazar manualmente ambas bobinas en distintas direcciones hasta lograr disminuir el peak de ruido al mínimo posible con respecto a la señal en la frecuencia de trabajo, donde dicho peak representa la diferencia de voltajes inducidos en cada bobina pick-up producto del campo magnético generado por la bobina de inducción. En la figura

4.1 se puede apreciar el peak del ruido calibrado.

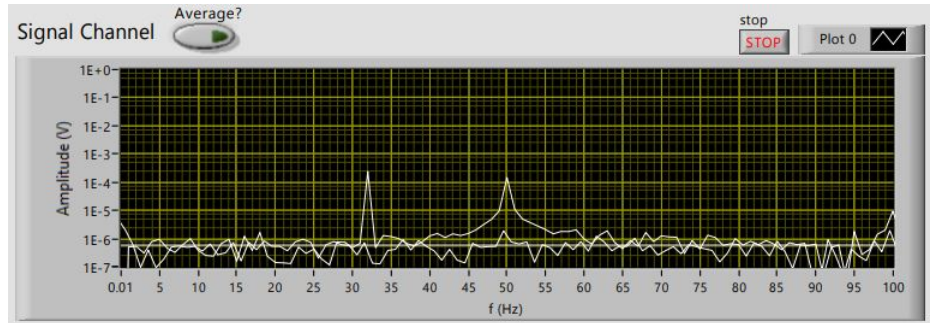


Figura 4.1: Peak de ruido a los 32 [Hz] cercano a un orden de magnitud de 10^{-4} aproximadamente, que es la diferencia de voltaje de las bobinas pick-up de la muestra una vez calibrada.

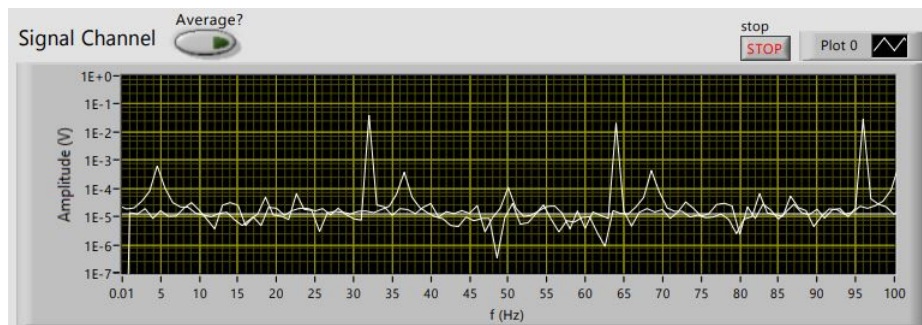


Figura 4.2: Peak de ruido cercano al orden de magnitud de 10^{-1} aproximadamente, que representa la magnetización de muestra al ser sometida a un campo magnético externo.

La figura 4.1 muestra el peak a los 32 [Hz] que se produce al ingresar la muestra y que se encuentra cercano al orden de magnitud de 10^{-4} . Este debe ser relativamente bajo para no interferir en las mediciones de magnetización. Cabe mencionar que el orden de magnitud anteriormente nombrado incluye el ruido. Por otro lado, en la figura 4.2 se puede apreciar que el orden de magnitud con la muestra incorporada se eleva casi 3 órdenes de magnitud, por lo que el ruido observado en la calibración no afecta casi las mediciones que se realicen. Sin embargo es muy importante tenerlo presente, pues aunque este sea casi 3 órdenes de magnitud menor a la señal de la muestra, siempre se encontrará en nuestras mediciones ya que el error experimental se propaga en las mediciones.

4.1.2. Medida de las curvas FORC

Una vez calibrado el instrumento se coloca la muestra a medir en el porta-muestra y con mucho cuidado se introduce este último en el interior de una bobina pick-up. Para la caracterización FORC se generará una señal de amplitud modulada como se observa en la figura 3.5. El control de la señal para efectuar la medición se realiza a través de un programa escrito en LabView desde el cual se controla; la amplitudes de la señal, el offset para la corrección y otros parámetros importantes como es el de la magnetización máxima que será tomada en cuenta en la medición. Este último parámetro se modifica observando la gráfica de magnetización de acuerdo a criterio experimental: que los puntos máximos sean estables y homogéneos como se observa en la figura 4.3. La medición FORC toma aproximadamente 1 [hr] con 20[min] en entregar los datos para la gráfica de la curva promedio final, los cuales son almacenados en el computador para ser posteriormente procesados en Matlab y tratados de tal forma que se obtenga un gráfico de las curvas de inversión con la normalización de la magnetización que serán presentados en los resultados.

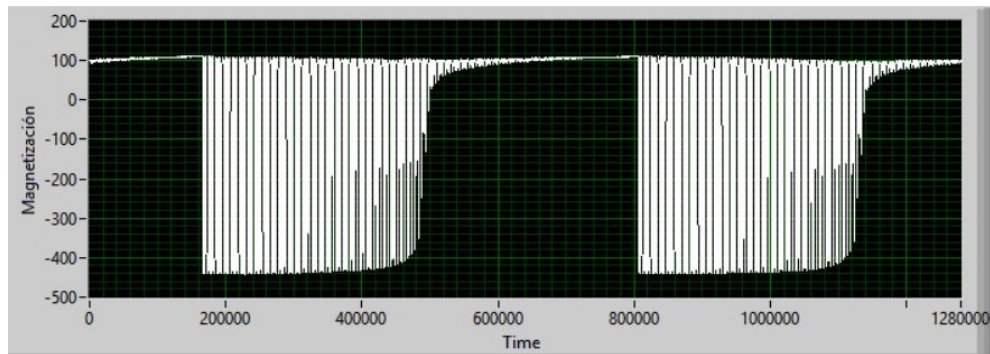


Figura 4.3: Ejemplo de la señal de magnetización de la muestra obtenida del programa de LabView

4.1.3. Tratamiento térmico de las muestras

Además del estudio de los ciclos FORC en muestras as-prepared, resulta de gran interés conocer el efecto del tratamiento térmico en las muestras estudiadas. Para ello se realiza un tratamiento térmico por corriente.

Otros estudios citados en el presente texto describen los efectos de la temperatura en los materiales magnéticos cuando el tratamiento térmico se realiza con un horno. El sistema experimental que se utilizará se basa en la circulación de corriente eléctrica por un conductor. Para realizar el tratamiento térmico se retira la muestra del magnetómetro y se coloca en un sistema experimental de recocido, el cual tiene

que cumplir con lo siguiente:

- Tener una fuente de energía para generar la corriente eléctrica
- Ser capaz de mantener la muestra en contacto para que circule la corriente
- Que se tenga control sobre la corriente que circula para no fundir la muestra
- Que incorpore instrumentos de medición, específicamente el amperímetro

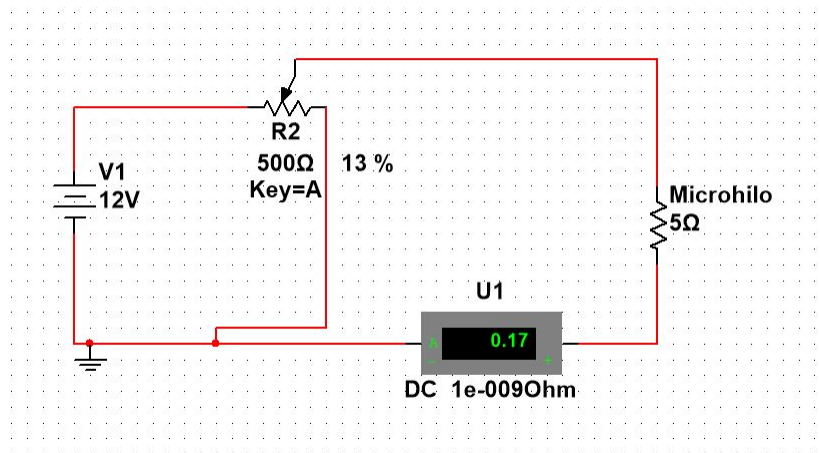


Figura 4.4: Esquema de conexión de circuito eléctrico para el sistema de recocido

En la figura 4.4 se puede observar el esquema de conexiones, donde el tipo de fuente utilizado es de 12 [V] del tipo continua, es decir, una señal que no oscila de positivo a negativo en el tiempo. En el presente informe se utilizó el generador de señales en modo señal de corriente continua. También se puede utilizar otro tipo de fuente de corriente continua, pero se deben ajustar los valores del potenciómetro que se encuentra representado en el esquema como R_2 . Este último sirve para el control de la corriente que circulará por la muestra debido a que funciona como un divisor de voltaje. Por otro lado, la muestra es representada como una resistencia de 5 [Ω], la cual se encuentra en serie con el amperímetro para saber que corriente está circulando por el circuito eléctrico, así se puede fijar la intensidad de corrientes que se utilizará para el recocido.

Para que la muestra se pueda incluir en el circuito se adaptaron dos cables conductores con un tubo cilíndrico también conductor cada uno de medida 1.1 [mm] de diámetro exterior, siendo soldados los cilindros que se añadieron a los conductores que alimentaban el microhilo con una soldadura de bajo punto de fusión como lo es

el estaño, pudiendo de esta forma la muestra ser colocada dentro de estos dos tubos, los cuales la presionan por los extremos para hacer contacto y cerrar el circuito.

Una vez el circuito está conectado y se energiza el microhilo, se inicia el proceso del recocido, para lo cual se debe dejar conectado el circuito un tiempo definido. En nuestro caso se realizaron tres recocidos a la misma muestra, siendo de 10[*min*], 15 [*min*] y 20 [*min*] cada medición a distinta corriente eléctrica, que se encuentra resumido en la tabla 4.1 donde se ordenan los valores de tiempo y corriente, además del orden en que se realizó.

La razón de realizar 3 mediciones a distintas corrientes y tiempos, es que se está realizando una comprobación del funcionamiento y sensibilidad del magnetómetro de inducción al medir ciclos FORC, con el objetivo de abrir una nueva línea de investigación en la cual se analice el comportamiento de las propiedades magnéticas sometidas a tratamiento térmico controlando dos variables, en este caso la corriente de recocido y la duración. Luego los resultados deberán ser contrastados con los comportamientos cuando solo se controla una variable, ya sea el tiempo o la corriente de recocido pero manteniendo constante la otra.

Es importante mencionar que el criterio utilizado para realizar el recocido a las intensidades de corriente indicadas en la 4.1 se basa en el paper "Investigation of magnetic structure in cold-drawn Fe-rich amorphous wire" [14], pero en el presente caso se decidió hacerlo a bajas densidades de corriente, de tal forma que no supere la densidad 20 [A/mm^2], que es un quinto de la máxima densidad utilizada por Chizhuk et al. [14]. Por esta razón se parte desde los 70 [mA] aumentando 50[mA] en cada recocido.

Recocido	Corriente [mA]	Dens. de corriente [A/mm^2]	Tiempo [min]
1	70 ± 1	8.401 ± 0.001	10
2	120 ± 1	14.402 ± 0.001	15
3	170 ± 1	20.403 ± 0.001	20

Tabla 4.1: Resumen de recocidos realizados al microhilo de composición $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$

4.2. Problemas presentados durante el proceso de experimentación

En esta sección se exponen los problemas que se presentaron durante el proceso de experimentación y obtención de datos. Uno de los problemas experimentales más

frecuentes al caracterizar con el magnetómetro de inducción AC presentado, es que a veces se producen picos en los valores de magnetización, aquello produce que se deforme la curva. Lo anterior puede ocurrir por dos motivos, el primero por una sobresaturación de la muestra y el segundo por la saturación del adquisidor de datos. Para subsanar el problema se tienen tres formas diferentes, las cuales también se pueden utilizar en conjunto:

- Disminuir el campo magnético externo para no sobresaturar la muestra.
- Aumentar el rango del adquisidor de datos para evitar que se sature.
- Utilizar un limitador en el guardado de datos de magnetización, siendo esta de las tres opciones presentadas la única que no interviene la señal sino que pone un límite máximo para el valor de magnetización que será almacenado, es decir, cuando la magnetización supere cierto valor que distorsionaría las mediciones, este no será almacenado. Por ejemplo, en la figura 4.3 la señal se ve bastante pareja en la parte superior, por lo tanto el valor magnético máximo debería ser ligeramente superior al valor de 100 en este caso para que cuando se distorsione la señal dichos puntos no sean guardados y no se vea afectado el promedio.

Otro problema que puede aparecer, aunque quizás menos común, es cuando se atasca la muestra dentro de la bobina pick-up impidiendo el cambio de muestra. La solución a esto podría ser compleja dependiendo del tipo de atascamiento, pero en un caso más simple en el que la muestra simplemente haya resbalado del porta muestra, basta con utilizar las propiedades magnéticas de esta y extraerla con un imán permanente, el cual la atraería hacia él, conduciéndola lentamente fuera de la bobina pick-up.

RESULTADOS

5.1. Presentación de resultados

En esta sección, se presentarán los gráficos obtenidos mediante el magnetómetro de inducción AC. Como se mencionó en el capítulo anterior, se llevaron a cabo tres recocidos a la misma muestra, en los cuales se emplearon distintos valores de corriente de recocido y tiempos de este proceso. En la tabla 4.1 se muestra un resumen de las corrientes y tiempos de recocido usados, además del orden en que se realizó.

La figura 5.1 muestra el ciclo de histéresis de la muestra de composición $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$ sin recocer. Los bajos campos coercitivos, que se ubican en $-1.909199[Oe]$ y $1.36386[Oe]$, permiten concluir que el microhilo es magnéticamente blando y que los dominios magnéticos de la muestra pueden rotarse de forma relativamente fácil.

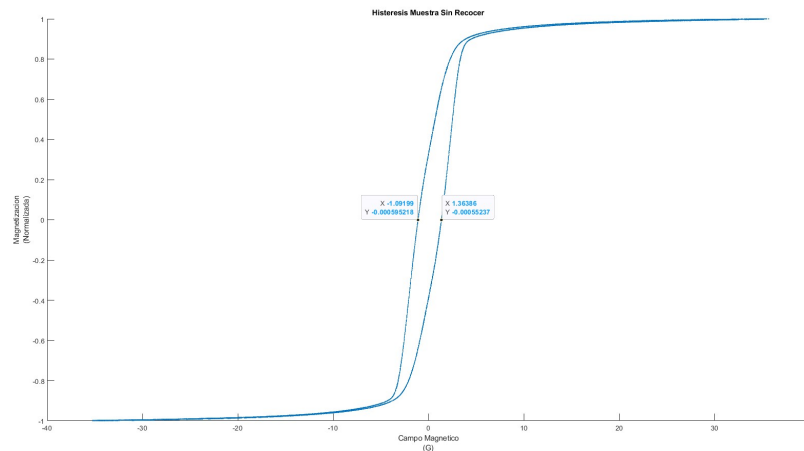


Figura 5.1: Ciclo de histéresis de muestra sin recocer

Además de la curva de histéresis se ha logrado obtener por primera vez los

datos del ciclo FORC de un microhilo, aquello indica que la sensibilidad del sistema de medición cualitativamente hablando es bastante buena. A través de estos datos obtenidos se realizó un gráfico mostrado en 5.2. También, se presenta la imagen FORC ampliada para lograr distinguir las curvas y puntos de inversión 5.3.

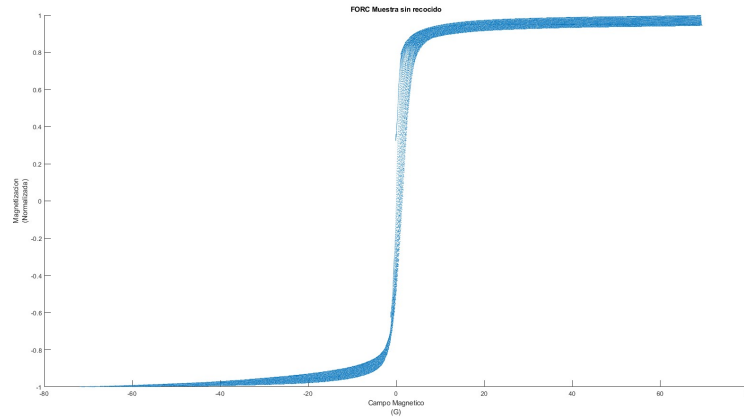


Figura 5.2: FORC de muestra sin recocer

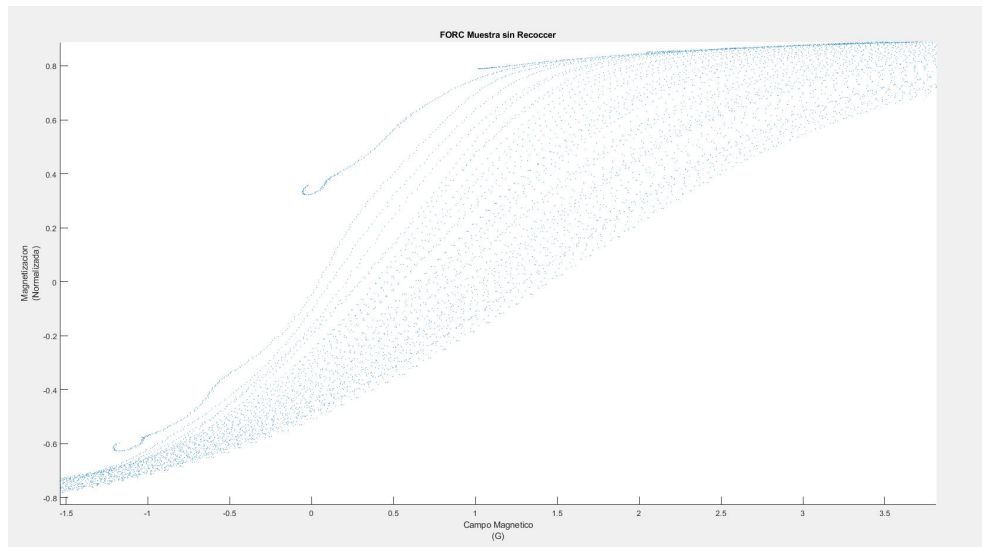


Figura 5.3: FORC de muestra sin recocer ampliada, donde se aprecian las curvas de inversión

Esta primera curva de histéresis marca una primera instancia de cómo se comporta magnéticamente este microhilo amorfo sin ser sometido a recocido, y servirá de

guía para la información del resto de gráficos que se presentarán en este capítulo. En la figura 5.4 se presenta el gráfico de histéresis obtenido en el primer recocido, realizado a una corriente relativamente baja de $70[mA]$ durante $10[min]$ para comprobar los cambios paulatinos con respecto a la muestra "as - prepared" de la figura 5.1. Se observa que el valor de la magnetización de remanencia bajó considerablemente, volviéndose menos biestable 1.3, y la saturación magnética se produce a campos externos más elevados. Así mismo, los campos coercitivos están ubicados entre $-1.01553[Oe]$ y $0.792319[Oe]$ lo cual implica una reducción respecto a los microhilos sin tratamiento térmico, por lo que el microhilo se vuelve magnéticamente más blando.

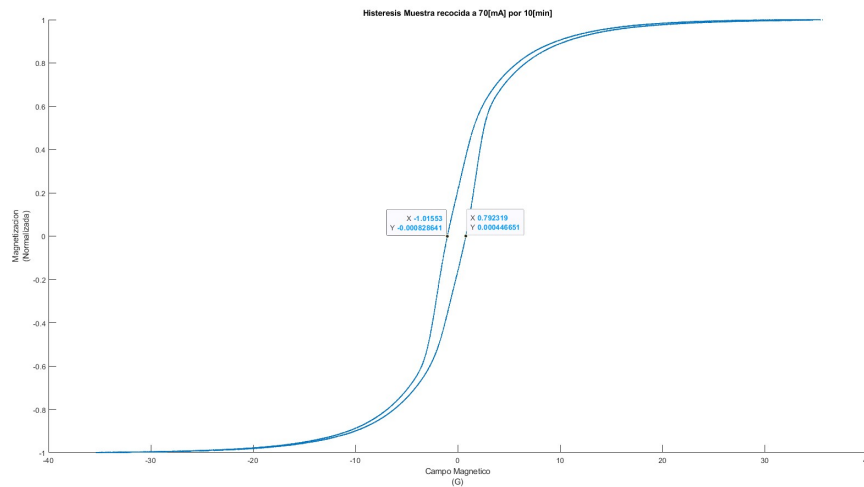


Figura 5.4: Ciclo de histéresis después del primer recocido a $70[mA]$ por $10 [min]$.

El ciclo FORC después del primer recocido se presenta en la figura 5.5 y, al igual que los ciclos de histéresis, presenta menores campos coercitivos. La figura 5.6 muestra las curvas de inversión ampliadas de las cuales se puede entender que la distribución tras el recocido se vio afectada, al igual que sus puntos de inversión.

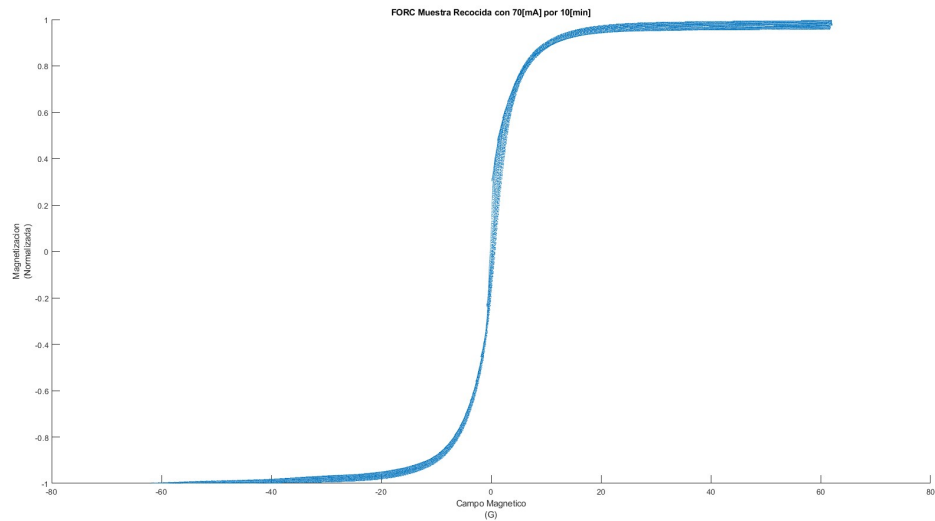


Figura 5.5: FORC después del primer recocido a 70[mA] por 10 [min].

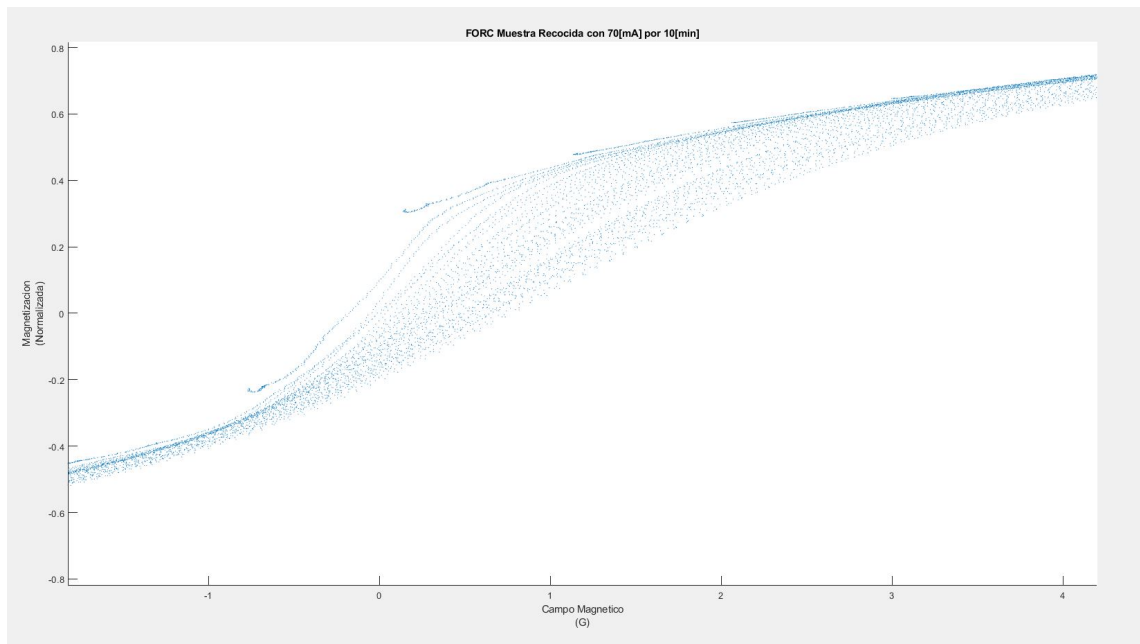


Figura 5.6: FORC después del primer recocido a 70[mA] por 10 [min] ampliado para que se aprecien las curvas de inversión.

Ahora, se presentarán los gráficos de histéresis y FORC, para la muestra recocida

a $120[mA]$ por $15[min]$. En este caso se obtienen campos coercitivos de $-1.17214[Oe]$ y $0.840501[Oe]$ pero a diferencia de los anteriores ciclos de histéresis este no se podrá analizar debido a un error humano dentro de la medición ya que se tuvo que extraer de la histéresis mayor del ciclo FORC, por lo que los datos de coercitividad se ven afectados por la cantidad de puntos que hay en la medición FORC. El ciclo de histéresis se muestra en la figura 5.8. Los ciclos FORC se presentan en la figura 5.7 y su imagen ampliada en la figura 5.9. Se puede notar que las curvas de inversión siguen la misma tendencia, pero a valores distintos. La distribución de curvas para el caso de los recocidos a 70 y $120[mA]$ son similares pero de todas formas ambos gráficos cambian respecto al FORC de la muestra sin recocer, como se muestra en la figura 5.3.

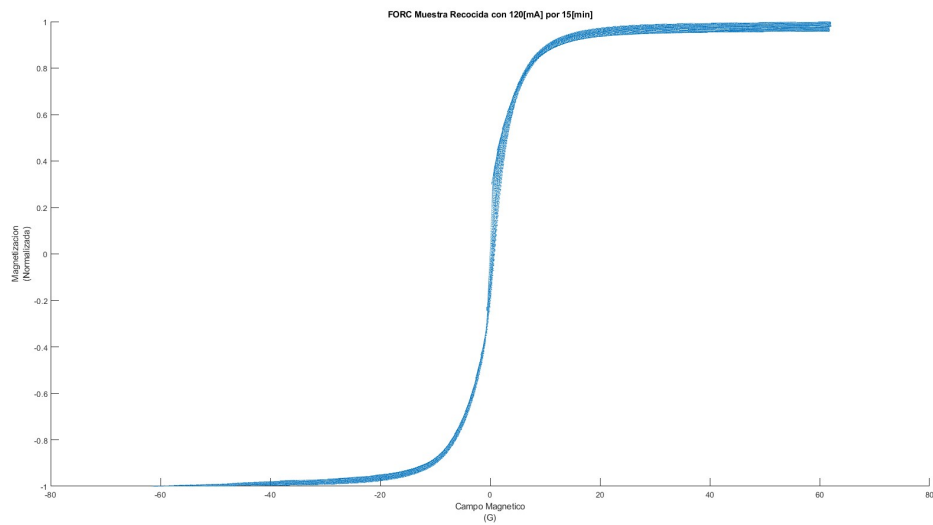


Figura 5.7: FORC después del segundo recocido a $120[mA]$ por $15 [min]$

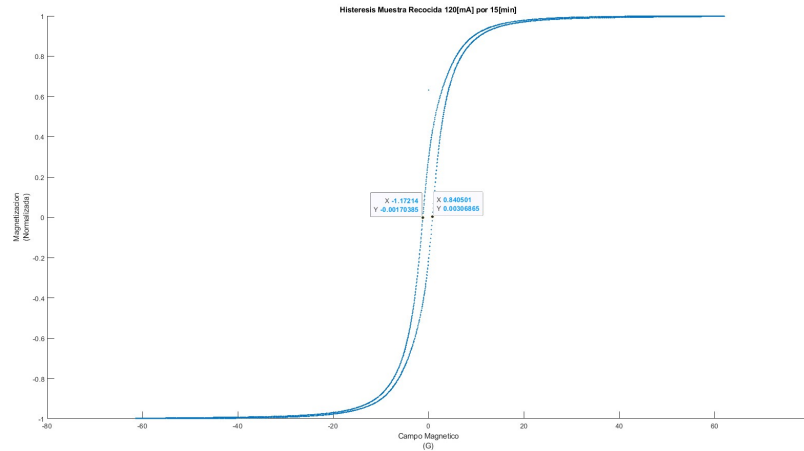


Figura 5.8: Ciclo de histéresis después del segundo recocido a 120[mA] por 15 [min].

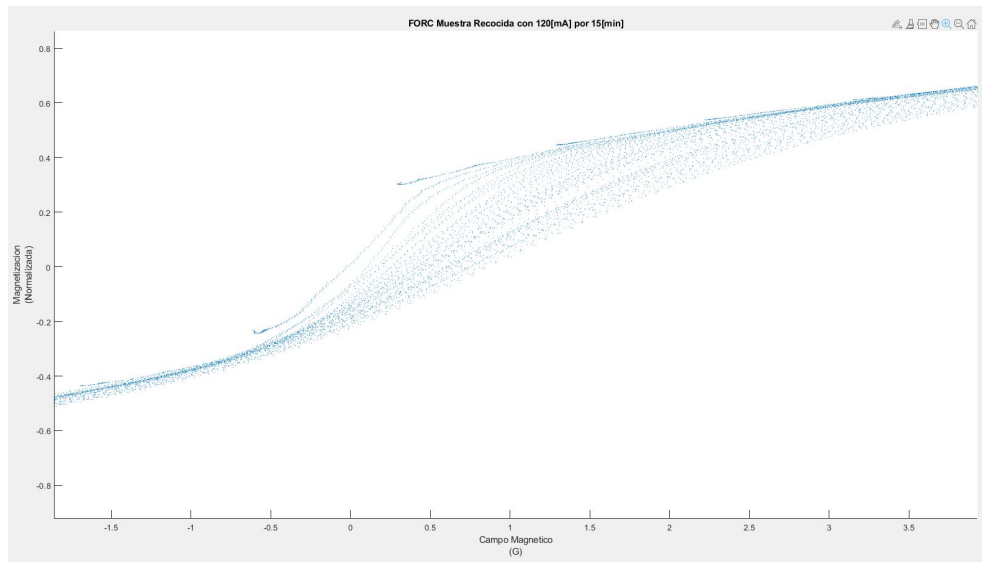


Figura 5.9: FORC después del segundo recocido a 120[mA] por 15 [min] ampliado

Por último se presentan los ciclos histéresis y FORC para las muestras recocidas a 170 [mA]. La curva de histéresis se muestra en la figura 5.10 que presenta unos campos coercitivos de $-1.05783[Oe]$ y $0.620945[Oe]$, siendo estos mucho menores que el resto. Igualmente disminuye la biestabilidad en comparación a las muestras as-prepared, y el campo al cual se produce la saturación es mas elevado. Por otro lado, las figuras 5.10 y 5.12 muestran que la distribución de las curvas de inversión

son prácticamente igual que en los casos del recocido de 70 y 120 [mA], pero los valores asociados son distintos.

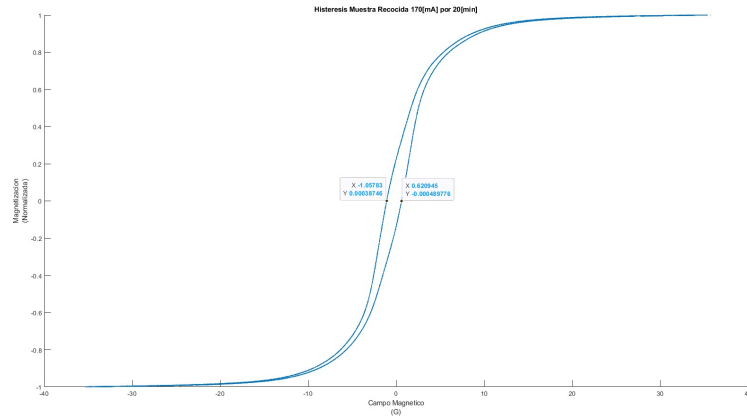


Figura 5.10: Ciclo de histéresis después del tercer recocido a 170[mA] por 20 [min].

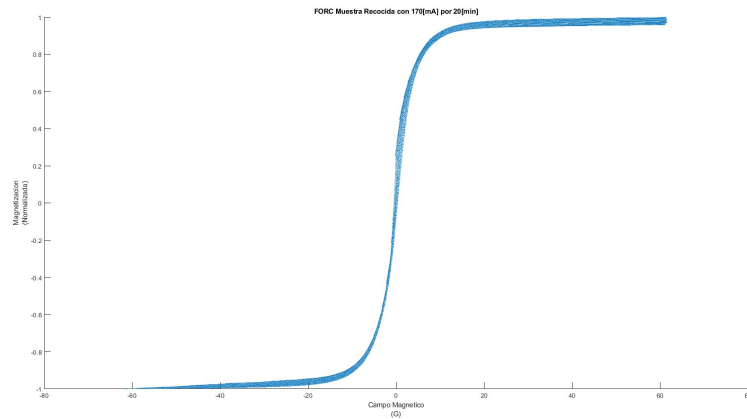


Figura 5.11: FORC después del tercer recocido a 170[mA] por 20 [min]

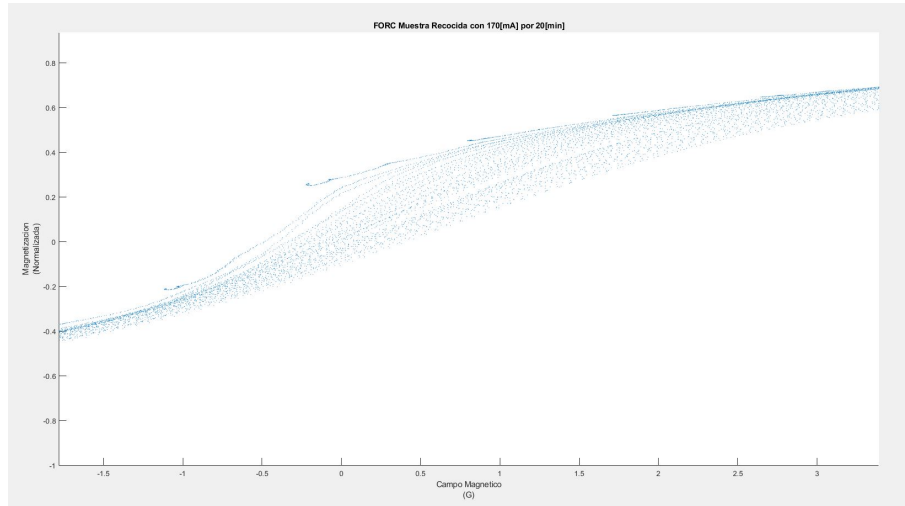


Figura 5.12: FORC después del tercer recocido a 170[mA] por 20 [min].

La tabla 5.1 resume los parámetros más importantes de los tratamientos térmicos efectuados en cada muestra. La densidad de corriente fue obtenida a partir del diámetro de los microhilos, 103 $[\mu\text{m}]$.

Corriente [mA]	Dens. de corriente [A/mm^2]	Campo coercitivo [Oe]
-	-	1.3639 ± 0.0001
70 ± 1	8.401 ± 0.001	0.7923 ± 0.0001
120 ± 1	14.402 ± 0.001	0.8405 ± 0.0001
170 ± 1	20.403 ± 0.001	0.6209 ± 0.0001

Tabla 5.1: Resumen de recocidos realizados al microhilo de composición $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$ contemplando la densidad de corriente y los campos coercitivos de una misma curva de histéresis de la muestra.

Las variaciones de los campos coercitivos en función de la densidad de corriente da una idea de como varían las propiedades magnéticas con el tratamiento térmico.

5.1.1. Breve discusión

En esta sección se discutirán los resultados obtenidos y el avance que estos representan con respecto a la obtención de los diagramas FORC.

Del estado del arte es posible rescatar los efectos observados en los estudios mencionados, por ejemplo en el primer estudio donde se trabajó con una muestra de $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$ es posible extrapolar dichas conclusiones a nuestro tra-

bajo.

De acuerdo a los resultados obtenidos se puede decir que el sistema de medición implementado en la universidad es apto para medir los datos necesarios para la obtención de diagramas FORC en microhilos magnéticos de radio metálico de $103[\mu\text{m}]$ y espesor del recubrimiento de $50[\mu\text{m}]$ ricos en hierro que es el caso particular del presente texto. Es decir, el magnetómetro de inducción AC es lo suficientemente sensible y versátil para poder medir ciclos FORC en microhilos.

De acuerdo al análisis realizado podemos concluir que, tal y como se esperaba, el recocido cambió las propiedades magnéticas de la aleación de composición $Fe_{71.7}B_{13.4}Si_{11}Nb_3Ni_{0.9}$. volviéndose cada vez mas blando magnéticamente. La disminución del campo coercitivo con el tratamiento térmico puede ser atribuido a la formación de una capa interfacial delgada entre el núcleo metálico y el revestimiento de vidrio que presenta una composición química diferente, y por lo tanto una anisotropía magnética diferente a la del núcleo metálico, dando como resultado una disminución del campo coercitivo. Esta disminución tiene un límite ya que, de acuerdo a 1.4, se llegará a un límite de temperatura de recocido, en la cual se producirá un efecto contrario aumentando el campo coercitivo y por lo tanto se necesitará un campo mayor para reestructurar los dominios de la muestra y así invertir la magnetización, al igual que ocurre en el paper "Magnetic properties of "thick" glass-coated fe-rich microwires" [7].

Estos cambios que se observan en los campos de inversión se verán reflejado en cómo se distribuye el diagrama FORC, debido a que la respuesta magnética varía considerablemente luego del proceso de experimentación.

Por otro lado, es importante mencionar que los cambios por efecto de la temperatura en el recocido en las propiedades magnéticas no solo ocurren en microhilos, sino que también en cintas magnéticas. En el paper "Visualizing decoupling in nanocrystalline alloys: A forc-temperature analysis," [8] se estudia el efecto de distintas temperaturas de recocidos, contemplando también recocidos por sobre la temperatura de Curie de la aleación de composición $Fe_{86}Zr_7B_6Cu$ que es $T_c = 330[K]$. Sobre la temperatura de Curie se produce un efecto llamado desvinculación térmica de nanocristales del material amorfo. A medida que se aumenta la temperatura, la matriz residual amorfa pierde su magnetización y toma las propiedades de un material paramagnético, por tanto, los nanocristales disminuyen su interacción magnética con el campo externo.

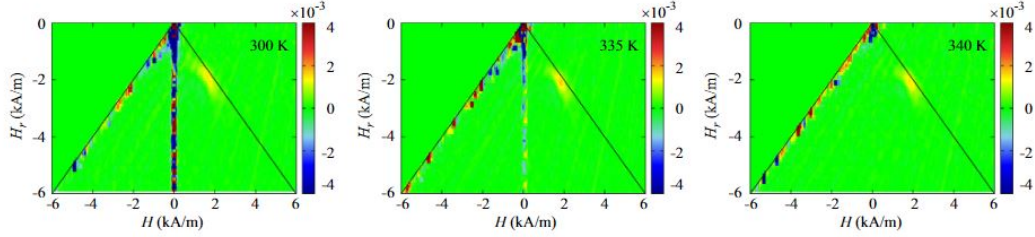


Figura 5.13: Diagramas FORC de una muestra $Fe_{86}Zr_7B_6Cu$.

En la figura 5.13 se puede notar de manera cualitativa cómo a distintas temperaturas de recocido, los diagramas FORC cambian de tal modo que la fase magnética que apunta en dirección de $0[kA/m]$ del campo aplicado $H[kA/m]$ va desapareciendo al aumentar la temperatura al momento de realizar el recocido.

En Martines et al. [15] se analizó como diferentes tiempos de recocido producen cambios en los diagramas FORC de cintas de composición $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$. Para ello realizó un recocido isotérmico con distintas duraciones para producir diferentes grados de cristalización, las condiciones de recocido se encuentran a continuación en la tabla 5.2.

Muestra	Temperatura [$^{\circ}C$]	Tiempo [min]	Grado de cristalización
A	-	0	sin recocer
B	520	15	1
C	520	30	60
D	520	60	99

Tabla 5.2: Recocido isotérmico a cintas magnéticas de composición $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$ con distinta duración.

La figura 5.14 muestra el cambio que se produce en el diagrama FORC en muestras sometidas a la temperatura pero con distinta duración. Aquí se evidencian dos fases distintas: una suave y la otra más dura. Las fases magnéticas se pueden distinguir claramente en la figura 5.14b) en donde una muestra fue sometida a un recocido de 30 [min] donde lo que aparentemente se produce es una transición de fases magnéticas desde la figura 5.14a) donde la muestra se sometió a 15[*min*] de recocido. En el diagrama se observan puntos fronterizos que apuntan aproximadamente a los $2[kA/m]$, hasta la otra fase magnética que se muestra en la figura 5.14c) la cual fue recocida durante 60[*min*] y concentra su distribución en $20[kA/m]$.

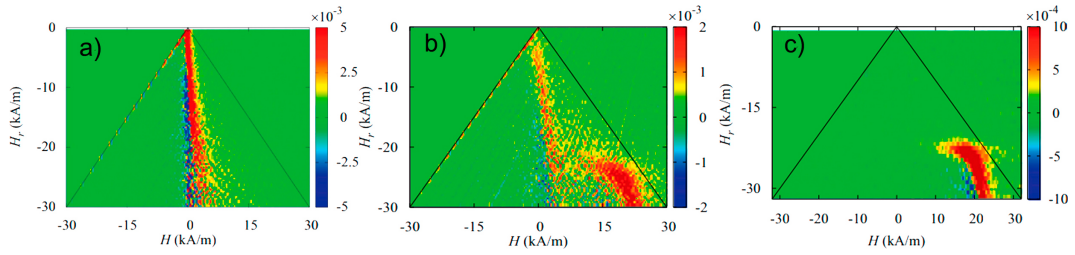


Figura 5.14: Diagrama FORC de cintas magnéticas de composición $C_{070}Fe_5Si_{15}B_{10}$ sometidas a recocido isotérmico de $520[C]$ con distinta duración de izquierda a derecha desde los 15, 30 y 60[*min*].

Respecto a los estudios que trabajaron con cintas magnéticas se pudo observar que al hacer recocidos con temperaturas por sobre la temperatura de Curie se produjo una desaparición gradual de la fase magnética. Si bien en esta tesina no se trabajó con temperaturas por sobre la temperatura de Curie de nuestra muestra, queda como algo que se puede comprobar en futuros proyectos si esta característica de las cintas también fuera extrapolable a los microhilos de similar composición. Es relevante mencionar también que se observó en 5.13 [8] la aparición de más de una fase magnética o transiciones entre los cambios de fase magnética, por lo que también es un posible caso de análisis y comprobación.

5.2. Trabajo futuro

Uno de los problemas más importantes que se presenta es la calibración del instrumento mencionado anteriormente, pues es un proceso lento en el cual se realizan movimientos arbitrarios hasta que el peak de ruido disminuya. Por esta razón se pretende realizar una mejora al magnetómetro de inducción que permita disminuir el tiempo de calibrado considerando un sistema más elaborado que permita realizar la calibración sin manipular directamente las bobinas pick-up.

La mejora del magnetómetro de inducción pasa por realizar un cambio en el hardware del sistema, ya que actualmente las bobinas pick-up están en serie, por lo tanto las FEM inducidas se pueden restar. Se puede imaginar dos baterías en un circuito eléctrico en serie conectadas inversamente, y como las bobinas pick-up cuentan con las mismas características geométricas de construcción, el que las FEM inducidas se anulen dependerá de cómo estén posicionadas dentro del campo magnético variable, entonces una vez se consiga minimizar la diferencia de voltaje, los datos recién pasarán al adquirente de datos.

Se propone separar las bobinas pick-up de forma que las señales de voltaje ya no se restarán como dos baterías, sino que ahora pasarán a un dispositivo electrónico el cual estará posicionado antes de que las señales lleguen al adquirente de datos. El dispositivo electrónico debe permitir regular ambas señales por separado además de restar las señales cuando tengan valores similares, pese a que también se utiliza el concepto de restar, la resta de las FEM inducidas es controlada y se realiza sin intervenir las bobinas pick-up mejorando sustancialmente el calibrado, y en el momento de ingresar el micro-hilo, la señal que llegará al adquirente de datos es la FEM inducida por la magnetización de la muestra.

Otro trabajo a futuro, y hacia donde se dirige esta tesis es la obtención de diagramas FORC, para esto se deben tomar los datos ya procesados, es decir normalizados, los cuales se deben reprocesar. Como se describió en el texto, la cantidad de puntos por curva son de alrededor de 5000, y en cada medición completa se tienen 128 curvas, por lo tanto la cantidad de puntos para una medición de FORC es de 640000 en total, los cuales son demasiados para usarse por ejemplo con softwares comerciales que solo soportan alrededor de 15000 puntos.

Entonces, para poder obtener los diagramas FORC, se deben ajustar los datos de tal manera que se acomode a un software comercial. Este ajuste hace hincapié directamente en la eliminación de datos de tal manera que no afecte la tendencia de estos, es decir, se deben eliminar aquellos datos que no alteren las curvas de inversión, además de generar un código de programación que sea capaz de crear saltos de línea alrededor del punto con mayor magnetización de cada curva.

Por la forma en que se estructuran las platillas de datos de los fabricantes,

debemos además incluir notación científica considerando que el dato debe quedar con 6 decimales. Otro factor que se debe considerar es que los datos del fabricante están ordenados de manera escalonada. Un extracto de la plantilla de datos se puede ver en la figura 5.15, esta estructura de datos es la que debemos conseguir al procesar los datos para ser medidos en el caso particular del software FORCinel.

```
+2.900239E+03,+3.746042E-04  
+2.050888E+03,+3.778766E-04  
+2.900325E+03,+3.744325E-04  
+2.041078E+03,+3.785813E-04  
+2.051056E+03,+3.806616E-04  
+2.060025E+03,+3.816594E-04  
+2.900286E+03,+3.739415E-04  
+2.030996E+03,+3.841703E-04  
+2.041132E+03,+3.796525E-04  
+2.050238E+03,+3.795985E-04  
+2.059582E+03,+3.774353E-04  
+2.069342E+03,+3.805325E-04  
+2.900266E+03,+3.741540E-04
```

Figura 5.15: Extracto de plantilla de datos del fabricante FORCinel.

CONCLUSIONES

Para concluir el presente texto se puede destacar que se lograron completar los objetivos planteados:

- Se describió el funcionamiento y componentes fundamentales del instrumento de medición, teniendo en cuenta sus ventajas y desventajas.
- Se realizó un testeo de la sensibilidad del magnetómetro de inducción AC tratando de medir un microhilo magnético, obteniendo resultados positivos para el avance de futuras investigaciones en microhilos. En concreto con la obtención de diagramas FORC, pues se han logrado obtener los datos de las curvas de inversión de primer orden necesarios para su construcción. Gracias a su alta sensibilidad fue posible la obtención de los gráficos de ciclos de histéresis y FORC.
- Se informó detalladamente del proceso experimental que se realizó, como el recocido, la corriente utilizada y el tiempo de duración de cada uno, destacando la funcionalidad del montaje experimental de este, el cual permite trabajar reduciendo el espacio con la misma efectividad que un recocido por horno y puede ser replicado fácilmente para futuros recocidos de microhilos.
- Se logró evidenciar experimentalmente los cambios producidos por el recocido, es decir, efectos producidos por la temperatura, por ejemplo los cambios en los campos coercitivos.
- Se describió la forma de calibración proyectando una mejora del instrumento, permitiendo al usuario una mayor comodidad.

Los avances obtenidos en este texto son de gran importancia, pues dan el puntapié inicial para la caracterización magnética de microhilos por medio del ciclo FORC en la Universidad, pero aún queda por mejorar con respecto al procesamiento de datos en los que se está trabajando para obtener los diagramas FORC.

REFERENCIAS

- [1] S. Foner, “Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 30, no. 7, pp. 548–557, 1959.
- [2] P. Flanders, “An alternating-gradient magnetometer,” *Journal of Applied Physics*, vol. 63, no. 8, pp. 3940–3945, 1988.
- [3] V. Larin, A. Torcunov, A. Zhukov, J. González, M. Vazquez, and L. Panina, “Preparation and properties of glass-coated microwires,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 249, no. 1, pp. 39–45, 2002, international Workshop on Magnetic Wires. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304885302005012>
- [4] M. A. V. Márquez, “El ciclo de histéresis en materiales ferromagnéticos.”
- [5] A. P. Roberts, D. Heslop, X. Zhao, and C. R. Pike, “Understanding fine magnetic particle systems through use of first-order reversal curve diagrams,” *Reviews of Geophysics*, vol. 52, no. 4, pp. 557–602, 2014.
- [6] A. Chizhik, A. Stupakiewicz, A. Maziewski, A. Zhukov, and J. Gonzalez, “Heating influence on magnetic structure in co and fe rich amorphous microwires,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 400, pp. 356–360, 2016.
- [7] P. Corte-León, V. Zhukova, M. Ipatov, J. M. Blanco, J. González, and A. Zhukov, “Magnetic properties of “thick” glass-coated fe-rich microwires,” *AIP Advances*, vol. 9, no. 3, p. 035017, 2019. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1063/1.5077009>
- [8] M. Rivas, J. Martínez-García, and P. Gorria, “Visualizing decoupling in nanocrystalline alloys: A forc-temperature analysis,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 400, pp. 315–320, 2016, proceedings of the 20th International Conference on Magnetism (Barcelona) 5-10 July 2015. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304885315304844>

- [9] F. Béron, G. Soares, and K. Pirota, “First-order reversal curves acquired by a high precision ac induction magnetometer,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 82, no. 6, p. 063904, 2011.
- [10] O. Le Contel, P. Leroy, A. Roux, C. Coillot, D. Alison, A. Bouabdellah, L. Mirioni, L. Meslier, A. Galic, M. Vassal *et al.*, “The search-coil magnetometer for mms,” *Space Science Reviews*, vol. 199, pp. 257–282, 2016.
- [11] S. Tumanski, “Induction coil sensors—a review,” *Measurement Science and Technology*, vol. 18, no. 3, p. R31, 2007.
- [12] A. P. Roberts, C. R. Pike, and K. L. Verosub, “First-order reversal curve diagrams: A new tool for characterizing the magnetic properties of natural samples,” *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, vol. 105, no. B12, pp. 28 461–28 475, 2000. [Online]. Available: <https://agupubs.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1029/2000JB900326>
- [13] I. I. R. BRITO, “Medición de ciclos de histeresis y forc mediante un magnetometro de induccion,” *intrumentacion*, 2021.
- [14] A. Chizhik, C. Garcia, J. Gonzalez, and J. Blanco, “Investigation of magnetic structure in cold-drawn fe-rich amorphous wire,” *Journal of magnetism and magnetic materials*, vol. 279, no. 2-3, pp. 359–362, 2004.
- [15] J. Martínez-García, M. Rivas, and J. García, “Forc analysis of ferro-ferromagnetic exchange bias in nanocrystalline ribbons,” *Physica B: Condensed Matter*, vol. 486, pp. 84–87, 2016, 10th International Symposium on Hysteresis Modeling and Micromagnetics (HMM 2015). [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921452615303367>