

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA
FACULTAD DE CIENCIAS

Escuela Profesional de Física



Tesis para Optar el Título Profesional de:

Licenciado en Física

Titulada:

**“Implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante para
la Caracterización de Materiales Magnéticos”**

Presentada por:

Luis Steven Avilés Félix

Asesor:

Abel Gutarra Espinoza

LIMA – PERÚ

2010

Resumen

En el presente trabajo se describe el diseño e implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante (MMV) y su utilización en la caracterización de materiales magnéticos mediante la obtención de sus curvas de histéresis. El MMV basa su principio de funcionamiento en la ley de Faraday, y consiste en la medición del voltaje inducido en un arreglo de bobinas debido al cambio de flujo magnético en su interior. Este cambio de flujo es ocasionado por el movimiento relativo entre una muestra magnética y unas bobinas. El MMV fue implementado utilizando un transductor electromecánico de desplazamiento lineal usado en espectrómetros Mössbauer, un amplificador Lock-in, un arreglo de bobinas detectoras y un electroimán capaz de generar campos magnéticos de hasta 6 000 Oe. Se caracterizó la respuesta del MMV para dos configuraciones diferentes de bobinas. Se obtuvieron además curvas de histéresis de discos de Níquel de 6 mm de diámetro con espesores de 120, 400, 1 000, 1 800 y 2 800 μm . Se midió también la curva de histéresis de discos de 5 mm de diámetro cortados de un diskette (generalmente hechos de óxidos de Fe) y de una cinta amorfa de $\text{Fe}_{75}\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$ con el campo magnético aplicado paralelo y perpendicular a la cinta. El MMV fue calibrado con un disco de Níquel de 38 mm de diámetro, 120 μm de espesor y una masa de 30,7 mg. La curva de histéresis para la calibración se midió con un MMV comercial modelo VERSALAB FREE 3 TESLA CRYOGEN FREE VSM del Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados de la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales de la Universidad Nacional de Colombia. El MMV implementado en el presente trabajo puede detectar cambios en la magnetización de 10^{-3} emu .

ÍNDICE

Resumen	1
Abstract	2
Capítulo 1: Introducción	3
1.1 Antecedentes	3
1.2 Objetivos	4
Capítulo 2: Fundamento Teórico	5
2.1 Magnetismo	5
2.1.1 Magnetización y Susceptibilidad Magnética	5
2.1.2 Origen del Magnetismo: Momento Angular Orbital y Spin	5
2.1.3 Átomos en un campo magnético	7
2.1.4 Diamagnetismo	8
2.1.5 Paramagnetismo	9
2.1.6 Ferromagnetismo	12
2.1.7 Ferromagnetismo en metales	16
2.1.8 Almacenamiento Magnético de Información: Materiales Magnéticos Blandos y Duros	18
2.1.9 Discos Magnéticos Flexibles: Floppy Disks	20
2.1.10 Aleaciones Amorfas Magnéticamente Blandas: FeBSi	21
2.2 Principio de Funcionamiento del Magnetómetro de Muestra Vibrante (MMV)	21
2.2.1 Voltaje inducido: Función de Sensibilidad	22
2.2.2 Función de Sensibilidad para diferentes geometrías de las bobinas de detección	24
2.2.2.1 Geometría Axial	24
2.2.2.2 Geometría Transversal	26
2.2.2.2.1 Punto de ensilladura no accidental	26
2.2.2.2.2 Punto de ensilladura accidental	29
Capítulo 3: Procedimientos Experimentales	30
3.1 Descripción del montaje	30
Capítulo 4: Resultados Experimentales	37
4.1 Respuesta de las bobinas a un cambio de flujo magnético	37

4.2 Caracterización de las bobinas	38
4.2.1 Bobinas en la configuración de Mallison	38
4.2.2 Bobinas en la configuración de Foner	43
4.3 Calibración del MMV	47
4.4 Discos Magnéticos	48
4.5 Cintas Magnéticas de $\text{Fe}_{75}\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$	49
Capítulo 5: Discusiones	52
5.1 Respuesta de las bobinas a un cambio de flujo magnético	52
5.2 Bobinas en la configuración de Mallison	53
5.3 Bobinas en la configuración de Foner	55
5.4 Calibración del MMV	58
5.5 Discos Magnéticos	60
5.6 Cintas Magnéticas de $\text{Fe}_{75}\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$	60
Capítulo 6: Sugerencias para trabajos futuros	62
6.1 Aumento de la sensibilidad del MMV	62
6.1 Implementación de un reservorio para realizar mediciones a bajas temperaturas	63
Capítulo 7: Conclusiones	64
Referencias	65
Anexo	67
Agradecimientos	71

CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

1.1 ANTECEDENTES

Desde el descubrimiento de los primeros materiales magnéticos en Grecia en los años 600 a.C. hasta el estudio de la Magnetorresistencia Gigante (MRG) en multicapas de Fe/Cr realizados por Albert Fert y Mario Baibich en los años 80 [1], la caracterización de los materiales magnéticos ha jugado un papel determinante para entender el fundamento físico de sus diversas propiedades magnéticas.

Una de las aplicaciones más recientes de los materiales magnéticos es su capacidad de almacenar información en los discos rígidos de las computadoras. Los sensores magnéticos del cabezal de lectura de los discos rígidos están basados en el efecto de MRG. Estos dispositivos consisten en una serie de regiones magnéticas fáciles de magnetizar en una u otra dirección, generando un código digital que será leído por el cabezal magnético de lectura. Actualmente, los laboratorios se encuentran en la búsqueda de nuevos materiales que sean capaces de almacenar mucha más información por unidad de área en un disco rígido.

Las propiedades de un material magnético se encuentran reflejadas en su curva de magnetización o curva de histéresis. Ésta nos describe la forma en la que se va magnetizando un material en función de un campo magnético externo aplicado. Dependiendo de la forma de su curva de histéresis, se puede clasificar a los materiales magnéticos según su aplicación, tales como sensores de campo magnético, medios magnéticos para el almacenamiento de información, imanes permanentes, etc.

Uno de los equipos utilizados para la obtención de la curva de histéresis de un material es el Magnetómetro de Muestra Vibrante (MMV), que desde su invención por Simon Foner [2,3] en 1956, se ha convertido en la herramienta más usada en la caracterización de materiales magnéticos. El MMV basa su principio de funcionamiento en la medición del voltaje inducido en un juego de bobinas, debido al cambio de flujo magnético ocasionado por el cambio periódico de la posición relativa entre una muestra



magnética y las bobinas. Esta técnica se caracteriza por su versatilidad, facilidad de implementación, bajo costo y alta sensibilidad.

En el presente trabajo se presenta el diseño, construcción y resultados obtenidos en la implementación de un MMV para su uso en la caracterización de materiales magnéticos. La implementación del MMV fue realizado en el Laboratorio de Materiales Nanoestructurados (LMN) de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería del Perú. El LMN tiene varios años trabajando en materiales magnéticos. En el 2006, se publicaron los resultados de Magnetorresistencia Colosal (MRC) en muestras de manganitas $\text{La}_{0.8}\text{Sr}_{0.2}\text{MnO}_3$ [4] fabricadas en el laboratorio. En el 2008 se construyó un Magnetómetro de Efecto Kerr Superficial (MEKS) usado para la caracterización magnética de películas delgadas. Usando el MEKS, se estudió la anisotropía magnética en películas delgadas de Permalloy $\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}$ de espesores de 20, 50, 100 y 250 nm [5].

1.2 OBJETIVOS

El objetivo general de esta tesis es continuar la implementación de instrumentos de caracterización magnética para el Laboratorio de Materiales Nanoestructurados (LMN). El MEKS construido en el 2008, analiza principalmente películas de superficie especular. Sin embargo, no proporciona una medida directa (en unidades magnéticas) de la magnetización de la muestra, debido a que analiza la luz reflejada en la superficie [6, 7]. Además el MEKS mide solo hasta la profundidad de penetración de la luz utilizada. Por estas razones se pensó en la construcción de otro instrumento que pudiera suplir estas limitaciones.

El objetivo específico es la implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante (MMV) para la obtención de curvas de histéresis de muestras magnéticas de forma y textura arbitraria, incluso en polvos y líquidos. Una ventaja adicional del MMV sobre el MEKS es que el MMV mide la magnetización de todo el volumen del material y no solo los dominios que se forman en la superficie.



CAPÍTULO 2: FUNDAMENTO TEÓRICO

En el presente capítulo se desarrollará un tratamiento teórico y fenomenológico de los tipos de comportamientos magnéticos: Diamagnetismo, Paramagnetismo, Ferromagnetismo, Antiferromagnetismo y Ferrimagnetismo los cuales será utilizados para una mejor comprensión de las propiedades magnéticas de los materiales estudiados en esta tesis.

2.1 MAGNETISMO

2.1.1 Magnetización y Susceptibilidad Magnética

La magnetización \vec{M} está definida como el momento magnético por unidad de volumen y se mide en emu/cm^3 o en emu/gr . La susceptibilidad magnética por unidad de volumen está definida como,

$$\chi = \frac{M}{H}, \quad (1)$$

donde H es el campo magnético macroscópico y se mide en Oe en el sistema CGS y en A/m en el SI. La susceptibilidad magnética mide la facilidad de un material magnético de ser magnetizado y no tiene dimensiones, tanto en el sistema CGS como en el SI.

2.1.2 Origen del Magnetismo: Momento Angular Orbital y Spin

La magnitud fundamental del magnetismo es el momento magnético. En el electromagnetismo clásico, el momento magnético está asociado a un dipolo magnético originado por una distribución de corriente alrededor de una determinada área. En la materia, este momento magnético se origina por los momentos orbitales angulares y de spin del electrón, cuando este gira alrededor del núcleo del átomo. Depende también de las interacciones spin – órbita con la red cristalina o la estructura de los átomos o moléculas que conforman el material.



Para describir el magnetismo mediante un análisis mecánico cuántico, además del momento angular orbital, se debe considerar el momento angular intrínseco del electrón o Spin, que es un grado de libertad adicional del electrón y es una propiedad intrínseca de éste como la carga o la masa. Estos momentos angulares estarán descritos por los números cuánticos l , m_l , s y m_s , obtenidos de la ecuación de Schrödinger.

En un átomo, el momento angular orbital depende del estado electrónico ocupado por el electrón. Los números cuánticos l y m_l , se definen como el número cuántico del momento angular orbital y el número cuántico magnético. La componente del momento magnético orbital a lo largo de un eje fijo (en este caso el eje z), es $m_l\hbar$ y la magnitud del momento angular orbital es $\sqrt{l(l+1)}\hbar$. De aquí la componente del momento magnético a lo largo del eje z es $-m_l\mu_B$ y la magnitud del momento dipolar magnético total es $\sqrt{l(l+1)}\mu_B$, donde μ_B es el magnetón de Bohr.

El spin del electrón está caracterizado por el número cuántico de spin s , que para un electrón toma el valor de $1/2$. El valor de cualquier componente del momento angular solo puede tomar uno de $2s+1$ posibles valores, que son: $s\hbar$, $(s-1)\hbar$, ..., $-s\hbar$. La componente del momento angular de spin es $m_s\hbar$. Para un electrón con $s=1/2$, el momento magnético toma sólo dos valores $m_s = \pm 1/2$; entonces la componente del momento angular a lo largo de un eje en particular es $\hbar/2$ o $-\hbar/2$. Estos dos posibles valores de las componentes del momento angular son denominadas spin "up" y spin "down" respectivamente. La magnitud del momento angular spin para un electrón es $\sqrt{s(s+1)}\hbar = \sqrt{3}\hbar/2$.

El momento angular spin está entonces asociado con un momento magnético que puede tener una componente a lo largo de un eje determinado igual a $-g\mu_B m_s$, y una magnitud igual a $\sqrt{s(s+1)}g\mu_B = \sqrt{3}g\mu_B/2$. En estas expresiones g es una constante conocida como el factor de Landé. El factor g es aproximadamente igual a 2, lo que da un valor para la componente del momento magnético de spin a lo largo del eje z de aproximadamente $\mp \mu_B$, aún si el spin es semientero.



La energía del electrón en un campo magnético B está dado por,

$$E = g\mu_B m_s B \quad (2)$$

2.1.3 Átomos en un Campo Magnético

Consideremos ahora un átomo con Z_{at} electrones, cuyo hamiltoniano \hat{H}_0 , está dado por [8, 9]:

$$\hat{H}_0 = \sum_{i=1}^{Z_{at}} \left(\frac{p_i^2}{2m_e} + V_i \right), \quad (3)$$

donde $\frac{p_i^2}{2m_e}$ es la energía cinética y V_i es la energía potencial del i -ésimo electrón.

Cuando se aplica un campo magnético constante y uniforme \vec{B} dado por $\vec{B} = \vec{\nabla} \times \vec{A}$, y considerando el gauge,

$$\vec{A}(\vec{r}) = \frac{\vec{B} \times \vec{r}}{2}, \quad (4)$$

el hamiltoniano del sistema se modifica tomando la forma,

$$\hat{H} = \hat{H}_0 + \mu_B (\hat{L} + g\hat{S}) \cdot \hat{B} + \frac{e^2}{8m_e} \sum_i (\vec{B} \times \vec{r}_i)^2 \quad (5)$$

$$\hat{H} = \hat{H}_0 + \hat{H}_1, \quad (6)$$

donde \hat{H}_1 representa la modificación del hamiltoniano \hat{H}_0 debido al campo magnético externo \vec{B} . El hamiltoniano \hat{H}_1 puede escribirse además como:

$$\hat{H}_1 = \mu_B (\hat{L} + g\hat{S}) \cdot \hat{B} + \frac{e^2}{8m_e} \sum_i (\vec{B} \times \vec{r}_i)^2 = \hat{H}_1^{para} + \hat{H}_1^{dia}, \quad (7)$$



donde \hat{H}_1^{para} es conocido como el término paramagnético y \hat{H}_1^{dia} es conocido como el término diamagnético.

2.1.4 Diamagnetismo

Todos los materiales presentan algún grado de diamagnetismo, es decir una susceptibilidad magnética negativa. La curva de magnetización de un material diamagnético es una recta con pendiente negativa. El diamagnetismo está asociado con la interacción de los electrones de las capas llenas en el interior del átomo con un campo magnético externo. En el electromagnetismo clásico esto está asociado con la ley de Lenz: cuando varía el flujo magnético a través de un circuito eléctrico, se crea una corriente inducida (diamagnética) en una dirección opuesta al cambio de flujo.

La descripción clásica puede ser analizada utilizando argumentos cuánticos. Supongamos que todas las capas electrónicas están llenas, por lo que podemos asumir que los momentos angulares orbitales y spin son cero, $\vec{L} = \vec{S} = 0$, no hay momento magnético, lo que nos da,

$$\mu_B(\vec{L} + g\vec{S}) \cdot \vec{B} = 0. \quad (8)$$

Es decir, desaparece el término paramagnético \hat{H}_1^{para} en el hamiltoniano \hat{H}_1 en la ecuación (7). Considerando además que el campo magnético es aplicado en la dirección z : $\vec{B} = (0, 0, B)$, obtenemos,

$$(\vec{B} \times \vec{r}_i)^2 = B^2(x_i^2 + y_i^2). \quad (9)$$

Entonces, el corrimiento de la energía debido a la contribución diamagnética del material está dado por [10, 11],

$$\Delta E_0 = \frac{e^2 B^2}{8m_e} \sum_i \langle 0 | x_i^2 + y_i^2 | 0 \rangle, \quad (10)$$



donde $|0\rangle$ es la función de onda en el estado base.

Las sustancias que tienen átomos con capas electrónicas con todos sus electrones apareados tienen un momento magnético total igual a cero, es decir son diamagnéticos. Entonces los gases nobles He, Ne, Ar, etc., que tienen estructuras electrónicas con capas cerradas (todos sus electrones apareados) son todos diamagnéticos. El mismo argumento explica el diamagnetismo del NaCl, ya que debido a la atracción electrostática en sus iones hay transferencia de electrones de un ión a otro. Los iones resultantes Na^+ y Cl^- tienen ambas capas cerradas y son diamagnéticos. Enlaces covalentes de algunos elementos que comparten electrones también forman capas cerradas como el C (diamante), Si y Ge son diamagnéticos. La mayoría de los compuestos orgánicos son diamagnéticos y las medidas magnéticas de estos compuestos son comúnmente utilizados para determinar su tamaño o forma. Se debe tener en cuenta que no todos los gases son diamagnéticos, ni todos los sólidos covalentes o iónicos.

2.1.5 Paramagnetismo

El efecto de paramagnetismo se caracteriza por una susceptibilidad magnética positiva y se presenta en materiales cuyos átomos no tienen sus capas electrónicas completamente llenas. Los electrones desapareados en el material producen un momento magnético total diferente de cero. Estos momentos magnéticos están orientados aleatoriamente dentro del material de tal forma que la magnetización total es cero. Sin embargo, cuando un material paramagnético se encuentra inmerso en un campo magnético, los momentos magnéticos atómicos se alinean paralelamente con el campo magnético induciendo una magnetización diferente de cero.

El momento magnético de un átomo está asociado con el momento angular total del átomo \vec{J} , que se obtiene de la suma de los momentos angulares orbitales y de spin, tal que:

$$\vec{J} = \vec{L} + \vec{S} \quad (11)$$



En la Figura 2.1 se muestra una representación del momento angular total en función de los momentos angulares orbital y de spin.

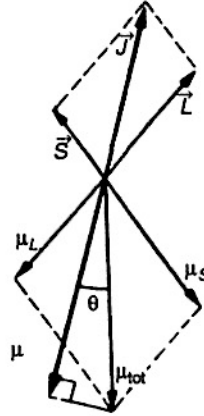


Figura 2.1 Representación vectorial del momento angular total

Para representar el paramagnetismo, consideraremos un sistema de átomos o moléculas sin interacción que se encuentran a una temperatura absoluta T y sometido a un campo magnético \vec{H} en la dirección del eje z . Consideraremos también la situación general, donde el momento angular total \vec{J} toma un valor entero o semientero. La discusión del paramagnetismo parte del cálculo de la función de partición Z del sistema:

$$Z = \sum_{m_J=-J}^J \exp(m_J g_J \mu_B H / k_B T) = \sum_{m_J=-J}^J e^{x m_J}, \quad (12)$$

donde $x = g_J \mu_B H / k_B T$. Entonces, usando la función de partición obtenemos un promedio para m_J ,

$$\langle m_J \rangle = \frac{\sum m_J e^{x m_J}}{\sum e^{x m_J}} = \frac{1}{Z} \frac{\partial Z}{\partial x}. \quad (13)$$

La magnetización en un material paramagnético está dada por:

$$M = n g_J \mu_B \langle m_J \rangle. \quad (14)$$



n es el número de momentos por unidad de volumen. Entonces calculando Z , y luego $\langle m_j \rangle$, tenemos que:

$$M = ng_j \mu_B J \left\{ \frac{2J+1}{2J} \coth \left[\frac{2J+1}{2J} y \right] - \frac{1}{2J} \coth \left[\frac{y}{2J} \right] \right\} = M_s B_J(y), \quad (15)$$

donde $M_s = ng_j \mu_B J$ es una constante y $B_J(y)$ es llamada la “Función de Brillouin” y está dada por:

$$B_J(y) = \frac{2J+1}{2J} \coth \left[\frac{2J+1}{2J} y \right] - \frac{1}{2J} \coth \left[\frac{y}{2J} \right], \quad (16)$$

donde $y = xJ = g_j \mu_B JB / k_B T$. Dependiendo de los valores a los que se aproxima y , la función de Brillouin puede tomar los siguientes valores:

$$\begin{aligned} y \ll 1 &\Rightarrow B_J(y) = \frac{J+1}{3J} y \\ y \gg 1 &\Rightarrow B_J(y) = 1. \end{aligned} \quad (17)$$

La gráfica de $B_J(y)$ en función de los valores y se muestra en la figura 2.2.

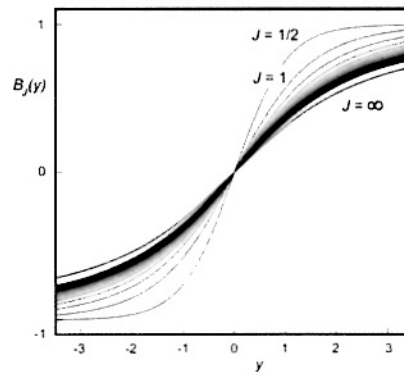


Figura 2.2 Función de Brillouin para distintos valores de J que describen la magnetización de un sistema paramagnético.



Entonces, con la función de Brillouin y con los valores de J se puede calcular la magnetización del sistema a una temperatura T , para cierto valor de campo magnético aplicado \vec{H} .

Generalmente, el paramagnetismo en los diferentes materiales se debe a que los electrones en la última capa no están apareados. Entre los materiales paramagnéticos se encuentran algunas sales de elementos de transición como el $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, sales y óxidos de tierras raras, elementos de tierras raras, y algunos metales. La figura 2.3 muestra el comportamiento paramagnético de algunas sales [12, 13].

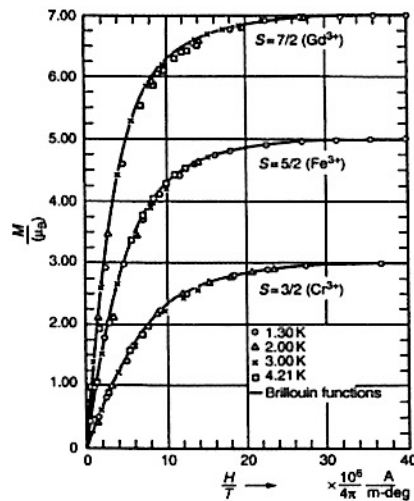


Figura 2.3 Magnetización paramagnética para distintas sales.

2.1.6 Ferromagnetismo

El ferromagnetismo se caracteriza por una magnetización espontánea incluso en ausencia de un campo magnético externo. A una temperatura $T = 0$ todos los momentos están alineados paralelos debido a la interacción de intercambio. La interacción de intercambio es una interacción de origen electrostático, que se explica utilizando mecánica cuántica, esta interacción orienta los momentos magnéticos de forma paralela o anti-paralela dependiendo del valor de una integral J_{ij} llamada integral de intercambio, que depende del parámetro de red de la muestra.



El hamiltoniano adicional para un sistema ferromagnético con un campo magnético externo \vec{B} está dado por:

$$\hat{H}^{ferro} = -\sum_{ij} J_{ij} \hat{S}_i \cdot \hat{S}_j + g_J \mu_B \sum_i \hat{S}_i \cdot \hat{B}, \quad (18)$$

Con $J_{ij} > 0$, llamada la constante de intercambio, para los vecinos más cercanos. El primer término de la derecha es la energía de intercambio de Heisenberg. El segundo término es la energía de Zeeman. Para una mayor simplicidad en el modelo del ferromagnetismo consideraremos un sistema con momento angular orbital igual a cero, $\vec{L} = 0$, por lo que $\vec{J} = \vec{S}$.

Para discutir el ferromagnetismo se utilizará la aproximación del campo molecular de Weiss, que consiste en la descripción de la interacción de los iones magnéticos con sus vecinos más cercanos utilizando un campo molecular efectivo B_{mf} . Este campo molecular representa el campo magnético interno en el material. Esta aproximación puede representarse usando el siguiente hamiltoniano:

$$\hat{H}^{Weiss} = g_J \mu_B \sum_i \hat{S}_i \cdot (\hat{B} + \hat{B}_{mf}). \quad (19)$$

La ecuación (19) tiene una semejanza con el hamiltoniano \hat{H}_1^{para} definida en la ecuación (7) para el paramagnetismo. Para un ferromagneto, el campo molecular orientará todos los momentos magnéticos en una misma dirección en una misma zona del material (dominios magnéticos). Debido a que el campo molecular refleja el efecto de ordenamiento del sistema se puede asumir que:

$$\vec{B}_{mf} = \lambda \vec{M}, \quad (20)$$

donde λ es una constante que parametriza la fuerza del campo molecular en función de la magnetización. Para un material ferromagnético $\lambda > 0$. Considerando todas estas consideraciones, podemos analizar el caso de un material ferromagnético como un



sistema paramagnético en un campo magnético de magnitud $\bar{B} + \bar{B}_{mf}$. Entonces, utilizando la definición de magnetización relativa de la ecuación (15), tenemos que,

$$\frac{M}{M_s} = B_J(y). \quad (21)$$

Sin embargo el valor de y en este caso está dado por:

$$y = \frac{g_J \mu_B J (B + \lambda M)}{k_B T}. \quad (22)$$

Sin un campo magnético externo la dependencia de la magnetización con la temperatura está dada por

$$M = M_s B_J \left(\frac{g_J \mu_B J \lambda M}{k_B T} \right). \quad (23)$$

Para altas temperaturas, no hay una solución simultánea para las ecuaciones (21) y (22) excepto en el origen en donde $y = 0$ y $M_s = 0$. En este caso se encuentra que para $M_s = 0$ la solución es inestable y para valores de temperatura a la izquierda o derecha de $M_s = 0$ las soluciones son estables. Analizando la función de Brillouin junto con estas soluciones se encuentra que existe una cierta temperatura en la que ocurre una transición. Esta temperatura de transición es encontrada analizando los gradientes en la curva de M . La temperatura de transición T_C , conocida como la temperatura de Curie, está definida por:

$$T_C = \frac{g_J \mu_B (J + 1) \lambda M_s}{3k_B}. \quad (24)$$

Para valores de temperatura mayores a la temperatura de Curie los materiales ferromagnéticos se comportan como paramagnéticos.



Existen otros ordenamientos magnéticos que involucran a la integral de intercambio. Estos materiales se diferencian de los materiales ferromagnéticos por la orientación de sus momentos magnéticos atómicos y por el signo de la constante de intercambio que poseen. En un material ferromagnético, la constante de intercambio es positiva. En un material antiferromagnético, la constante de intercambio es negativa lo que orienta a los momentos magnéticos antiparalelamente. Por otro lado, cuando existe una mezcla de dos órdenes magnéticos en un mismo material se le denomina Ferrimagnetismo. Una representación de la orientación de los momentos magnéticos en los materiales ferromagnéticos, antiferromagnéticos y ferrimagnéticos se muestra en la Figura 2.4.

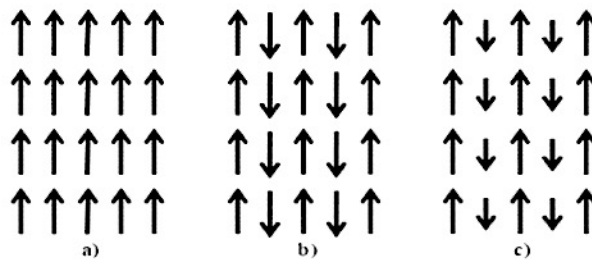


Figura 2.4 Orientación de los momentos magnéticos para un material a) ferromagnético, b) antiferromagnético y c) ferrimagnético.

Otra relación importante en los materiales ferromagnéticos es dada por la dependencia entre la magnetización de un ferromagneto y el campo magnético externo aplicado sobre este. La representación gráfica de esta dependencia es conocida como la curva de histéresis o curva de magnetización. Las partes principales de una curva de histéresis se muestran en la Figura 2.5 y en la Tabla 2.1:

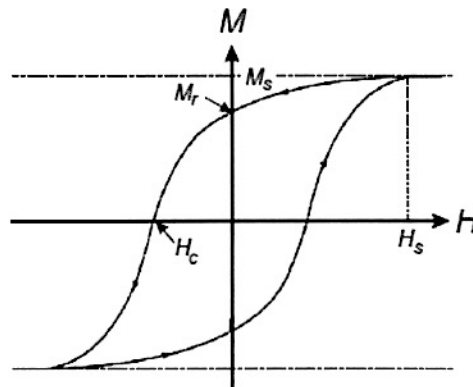


Figura 2.5 Curva de histéresis típica de un material ferromagnético



Donde M_s es la magnetización de saturación, M_r es la remanencia, H_s es el campo de saturación y H_c es el campo coercitivo. Estos valores se obtienen de la curva de histéresis considerando la Tabla 2.1

Tabla 2.1 *Parámetros importantes de la curva de histéresis.*

M_s	Máx. (M)
M_r	$M(H = 0)$
H_s	Mín. ($H' / M(H') = M_s$)
H_c	$H(M = 0)$

2.1.7 Ferromagnetismo en Metales.

El modelo que hemos usado para discutir ferromagnetismo en aislantes, no puede ser aplicado directamente a metales. Este modelo asume que los electrones están localizados alrededor de los sitios de la red. Sin embargo en los metales los electrones no están localizados, éstos se extienden sobre todo el cristal. El modelo utilizado para describir las propiedades magnéticas de tales electrones es llamado el “Modelo de Electrones Itinerantes” y fue desarrollado por primera vez por Stoner. Utilizando este modelo podemos describir el magnetismo de los metales de transición como el Fe, Co y Ni que se encuentran ubicados en la banda 3d. Es de particular interés el Níquel ya que será utilizado como la muestra patrón para el MMV, debido a que no se oxida con facilidad a temperatura ambiente y tiene una alta señal magnética.

En la Figura 2.6 (a) se muestra la banda 3d dividida en dos sub-bandas, representando las dos posibles orientaciones “up” y “down”. En el estado de campo cero, las dos bandas están igualmente pobladas, dando como resultado una magnetización cero. Supongamos ahora que hay una interacción de intercambio. Esta interacción tiende a alinear los momentos magnéticos en la dirección up. Entonces para disminuir la energía del sistema, los electrones cambian la dirección de su spin, y pasan de down a up. Cuando esto sucede, la magnetización neta es diferente de cero y las energías de las dos sub-bandas ya no es la misma. Esto se muestra en la Figura 2.6 (b).

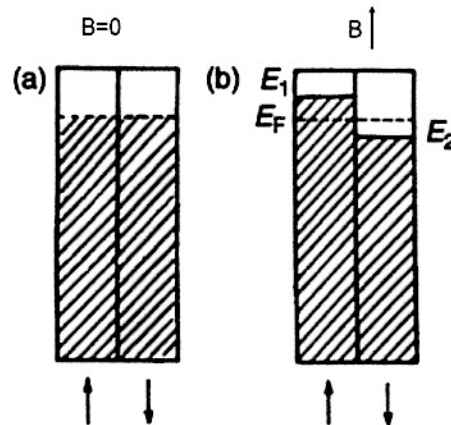


Figura 2.6 Proceso de Magnetización en el modelo de electrones itinerantes

La magnetización resultante es la magnetización de saturación observada en el ferromagnetismo. Esta magnetización de saturación depende del desplazamiento relativo de las sub-bandas que es determinado por la fuerza de la interacción de intercambio y por la forma de la banda.

Expresando estas ideas cualitativamente, sabemos que la pérdida de energía que ocurre cuando un momento magnético se invierte de $-\mu_B$ a $+\mu_B$ es $2\mu_0\lambda\mu_B^2$ [8, 13]. Se podría obtener la mínima energía del sistema cuando todos los momentos magnéticos con spin down cambian su dirección de tal forma que el sistema esté completamente magnetizado en la dirección up. Sin embargo esto no ocurre debido a que se produce una ganancia de energía cinética con cada transferencia de electrones a la banda de spin up. Ocurrirá una transferencia de electrones siempre y cuando la pérdida en la energía de intercambio sea mayor que la ganancia en energía cinética.

Para calcular la ganancia en la energía cinética supongamos que n electrones cerca del nivel de Fermi son transferidos de la sub-banda down a la sub-banda up. La ganancia de energía ΔE en la sub-banda up está dada por $n = \frac{1}{2} g(E_F) \Delta E$, donde $g(E_F)$ es la densidad de estados en el nivel de Fermi. Entonces para una transferencia de un solo electrón, es decir cuando $n=1$, la ganancia de energía cinética está dada por $\Delta E = 2/g(E_F)$. Por lo tanto la condición para el ferromagnetismo puede ser expresado como,



$$2\mu_0\lambda\mu_B^2 > \frac{2}{g(E_F)}. \quad (25)$$

Para satisfacer esta condición la constante de intercambio debe ser grande, lo que requiere de capas atómicas de radios pequeños. Esto se observa en la banda 3d para el Fe, Co y Ni, así como también para la banda 4f en el Gd y Dy. Ver Figura 2.7.

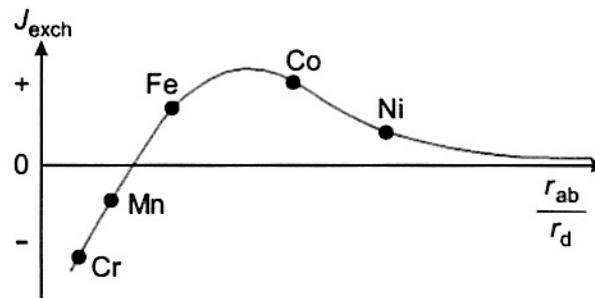


Figura 2.7 Curva de Bethe- Slater que describe la relación de la constante de intercambio con el cociente de la distancia interatómica r_{ab} y el radio r_d de la capa d .

Por otro lado, cuando $g(E_F)$ es grande, la banda puede acomodar un gran número de electrones en un pequeño rango de energía y así la ganancia de la energía cinética ocasionada por el cambio de dirección del momento magnético del electrón es pequeña. Pero cuando $g(E_F)$ es pequeña, la ganancia de la energía cinética es grande [13]. Estas condiciones determinan el ferromagnetismo en esta banda.

La Figura 2.8 ilustra la banda de Ni a una temperatura de 0 K. A esta temperatura, el Ni tiene 0,6 magnetones de Bohr por átomo. La razón de esto es que la banda 3d-up, debido a la interacción de intercambio está llena, y la banda 3d-down contiene 4,46 electrones y 0,54 huecos dando lugar a un momento magnético resultante de 0,54 magnetones de Bohr. Teniendo en cuenta la contribución del movimiento orbital de los electrones al momento magnético se obtiene 0.6 magnetones de Bohr por átomo.

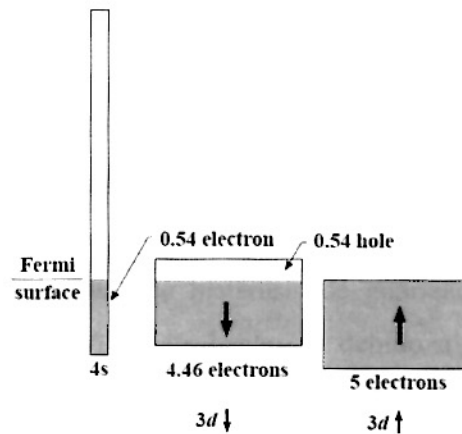


Figura 2.8 Bandas en el Ni a $T=0$. Las energías de $3d$ -up y $3d$ -down son separadas por la energía de intercambio.

2.1.8 Almacenamiento Magnético de Información: Materiales Magnéticos Blandos y Duros.

Desde hace 50 años los materiales magnéticos son la base de los sistemas analógicos de audio y video. Una de las aplicaciones más comunes de los materiales magnéticos en la actualidad es el almacenamiento magnético de información. Los materiales magnéticos sirven como unidad central en los procesadores en las computadoras. Esta aplicación de los materiales magnéticos comenzó con el estudio de la magnetorresistencia gigante (MGR) en multicapas de Fe/Cr desarrollada por A. Fert en 1988. Descubrimiento que lo llevó a obtener el Premio Nobel en el año 2007. En el presente trabajo nos interesa el almacenamiento de información en cintas o discos magnéticos como se hace en los cassettes de música o en los diskettes que se utilizaban en las computadoras.

Los medios magnéticos para audio, video y almacenamiento de datos en la computadora son de tres tipos: cintas, discos flexibles (floppy disks) y discos duros. La principal diferencia entre las cintas y los discos flexibles es el tiempo de acceso a los archivos de datos. En el caso de los discos, la cabeza lectora/escritora puede moverse directamente al punto del dato requerido, en el caso de las cintas el acceso a la información es secuencial. Por otro lado, el medio magnético para el almacenamiento de



información en los discos duros es un sistema de multicapas (aproximadamente 7 u 8 capas) magnéticas y no magnéticas de algunos nanómetros de espesor [14].

El tipo de material magnético utilizado para la escritura y para la lectura de la información es diferente. Estos dos tipos de materiales magnéticos se pueden clasificar en duros o blandos. Los materiales magnéticos blandos son fácilmente magnetizables y desmagnetizables, presentando curvas de histéresis de apariencia estrecha con bajos campos coercitivos y alta saturación. Este hecho es debido a la presencia de pocas imperfecciones que constituyen obstáculos al movimiento de paredes de los dominios magnéticos. Los materiales magnéticos blandos se usan en los cabezales de lectura o escritura.

Los materiales magnéticos duros se caracterizan por una alta fuerza coercitiva H_c , y una alta magnetización remanente M_r , de este modo las curvas de histéresis de estos materiales son anchas y altas. Una parte de la energía aplicada del campo se convierte en energía potencial que se almacena en el imán permanente producido, es decir, cuando se magnetiza un material para almacenar información en un medio, la energía magnética del campo lleva al estado de saturación cierta zona del material cambiando su estado energético por la nueva orientación de espines. Debido a esta propiedad, los materiales magnéticos duros se utilizan como medios de grabación magnética.

2.1.9 Discos Magnéticos Flexibles: Floppy Disk.

Una de las muestras a estudiar en el presente trabajo son discos magnéticos flexibles obtenidos de un diskette. Desde 1947, el material magnético utilizado en casi todas las cintas y discos es una dispersión de finas partículas alargadas de $\gamma - Fe_2O_3$ (maghemita) colocadas dentro de una cubierta de plástico. Estas partículas tienen un diámetro aproximado de $0,1 \mu m$ de diámetro, con una relación longitud/diámetro de 6 y son lo suficientemente pequeñas para ser monodominios. La preferencia de la maghemita sobre otros óxidos de hierro, también utilizados en almacenamiento de información, es debido a su estabilidad con respecto a la temperatura, presión y cambios con el tiempo, y es además económico y fácil de obtener. La maghemita tiene estructura cúbica (espinela)



y puede ser obtenida oxidando la magnetita Fe_3O_4 [12]. Tiene un comportamiento ferrimagnético con una magnetización de saturación de 76 emu/g y con un campo coercitivo alto. La dureza magnética de la maghemita usada en el almacenamiento de información es debido a la anisotropía de forma de las partículas que conforman los floppy disks.

2.1.10 Aleaciones Amorfas Magnéticamente Blandas: FeBSi.

El objetivo de estudiar materiales amorfos magnéticamente blandos, es para optimizar sus propiedades magnéticas las cuales son demandadas tecnológicamente debido a su uso en microelectrónica, transformadores, sensores, entre otros. La mayoría de las aleaciones magnéticas amorfas se componen de los elementos que pertenecen a la banda 3d o 4f, así también como de elementos metaloides que cumplen la función de estabilizar la fase amorfa. En general estas aleaciones están compuestas de Fe o Co, sin embargo debido a la inestabilidad de estos a temperatura ambiente, es necesario agregar elementos como C, B o Si que actúan como estabilizantes de la aleación. Debido a su estado amorfo, este tipo de aleaciones no presenta anisotropía magnetocristalina. Al no presentar este tipo de anisotropía, los dominios magnéticos pueden rotar independientemente en respuesta a un campo magnético externo sin estar sujetos a la red cristalina. Esto ocasiona que las curvas de histéresis en este tipo de aleaciones presenten alta permeabilidad magnética y un pequeño campo coercitivo.

2.2 PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO DEL MAGNETÓMETRO DE MUESTRA VIBRANTE (MMV)

Las técnicas utilizadas para la medición de las propiedades magnéticas de materiales pueden ser divididas en dos [15, 16]:

- a) La medición de la fuerza experimentada por una muestra inmersa en un campo magnético no uniforme. En este caso se usa la Balanza de Faraday o el Magnetómetro de Gradiente de Campo Alternado (AFGM por sus siglas en inglés).
- b) Medición de la inducción magnética debido al movimiento relativo entre un arreglo de bobinas detectoras y una muestra, por ejemplo el Magnetómetro de Muestra



Vibrante (MMV), el Magnetómetro de Bobinas Vibrantes [17] (MBV), y el Superconducting Quantum Interference Device (SQUID) [18].

También se pueden obtener curvas de histéresis utilizando implementos ópticos con el Magnetómetro de Efecto Kerr [5].

El MMV pertenece al segundo grupo; una muestra magnética oscila (generalmente en la dirección z) en la cercanía de una configuración de bobinas detectoras. Esta oscilación genera un cambio de flujo magnético en el interior de las bobinas. De acuerdo a la ley de inducción magnética de Faraday, se inducirá un voltaje en las bobinas proporcional a la magnetización de la muestra. La magnetización de la muestra puede ser variada utilizando un campo magnético externo H generado por un electroimán para la obtención de la curva de histéresis de la muestra. En la Figura 2.9 se muestra un esquema simple de la ubicación de la muestra y de las bobinas en el MMV.

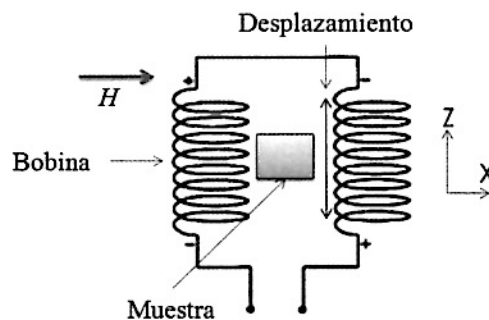


Figura 2.9 Dirección de desplazamiento de la muestra y ubicación de las bobinas en el Magnetómetro de Muestra Vibrante

2.2.1 Voltaje inducido: Función de Sensibilidad

El voltaje inducido en las bobinas del MMV será estudiado utilizando el “Principio de Reciprocidad” en electromagnetismo [19, 20]. Este principio enuncia que: “El flujo magnético Φ producido por un momento magnético $\vec{\mu}$ en una bobina de geometría arbitraria es equivalente al campo magnético \vec{B} producido por la misma bobina en la que circula una corriente I ”.

En otras palabras, si consideramos a la muestra como un dipolo puntual representado por una espira pequeña, entonces podemos medir el flujo sobre esa espira en el caso que sean las bobinas detectoras las que generen el campo. Esto puede efectuarse considerando que “El flujo mutuo entre dos bobinas es independiente de cual lleve la corriente”.

Entonces, utilizando la ley de Biot-Savart, para una dirección arbitraria de $\vec{\mu}$, tenemos que:

$$\vec{B} \cdot \vec{\mu} = I\Phi. \quad (26)$$

Si la muestra oscila con una velocidad $\vec{v}(t)$, el voltaje inducido en la bobina es:

$$V(t) = \frac{d\Phi}{dt} = \frac{d\Phi}{dr} \frac{dr}{dt} = \nabla \left(\frac{\vec{B}(\vec{r})}{I} \cdot \vec{\mu} \right) \cdot \vec{v}(t) = \mu G(\vec{r}) v(t). \quad (27)$$

De la ecuación (27) se observa que el voltaje inducido en las bobinas es proporcional al momento magnético de la muestra y a la velocidad del movimiento. El voltaje también es proporcional a $G(\vec{r})$. La función escalar $G(\vec{r}) = \frac{d}{dz} \left(\frac{B_{\mu}(\vec{r})}{I} \right)$ es llamada la “*Función de Sensibilidad*”. En términos generales, la función de sensibilidad $G(\vec{r})$ indica la habilidad de una muestra magnética de producir un voltaje inducido en una bobina [21]. En el caso de realizar una oscilación en una dirección cualquiera, la función de sensibilidad sería un tensor simétrico de 3×3 [22].

Asumiendo que la muestra magnética oscila en la dirección del eje z con una amplitud A y una frecuencia de oscilación ω , el voltaje inducido en las bobinas, está dado por

$$V(t) = \mu G(\vec{r}) v(t) = \mu G(\vec{r}) A \omega \cos(\omega t) = K \mu G(\vec{r}). \quad (28)$$

Donde K es una constante de proporcionalidad igual a $A \omega \cos(\omega t)$. La ecuación (28) es válida únicamente para una aproximación dipolar o cuando las dimensiones de las



bobinas son mayores a las dimensiones de la muestra. Esta aproximación también es válida para pequeñas oscilaciones de la muestra.

2.2.2 Función de Sensibilidad para diferentes geometrías de las bobinas de detección:

En este trabajo consideraremos dos tipos de configuraciones diferentes para las bobinas de detección. La primera configuración consiste en aplicar el campo magnético externo en la dirección de oscilación de la muestra, la segunda configuración consiste en la aplicación del campo magnético externo en una dirección perpendicular a la dirección de oscilación. Estas dos configuraciones son conocidas como configuración axial y configuración transversal respectivamente.

Para realizar el análisis de estas dos configuraciones, consideraremos el comportamiento de la función $G(\vec{r})$ sobre un volumen relativamente pequeño alrededor del punto central de simetría. Esta consideración nos permite expresar $G(\vec{r})$ en armónicos esféricos como sigue [19, 23]:

$$G(\vec{r}) = G(\rho, \theta, \varphi) = \sum_{l,m} C_{l,m} \rho^l Y_{l,m}(\theta, \varphi), \quad (29)$$

donde ρ , θ y φ son las coordenadas esféricas de un punto dado \vec{r} , $C_{l,m}$ son los coeficientes de expansión y $Y_{l,m}$ son los armónicos esféricos. Un análisis más general del voltaje inducido en el arreglo de bobinas detectoras involucra la solución de integrales del tipo elípticas [20, 24, 25, 26].

2.2.2.1 Geometría Axial:

La geometría axial es comúnmente utilizada en los magnetómetros SQUID (“Superconducting Quantum Interference Device”). El arreglo de bobinas detectoras para esta configuración son dos bobinas con sus ejes paralelos a la dirección de oscilación de la muestra y a la dirección del campo magnético aplicado, como se muestra en la Figura 2.10:

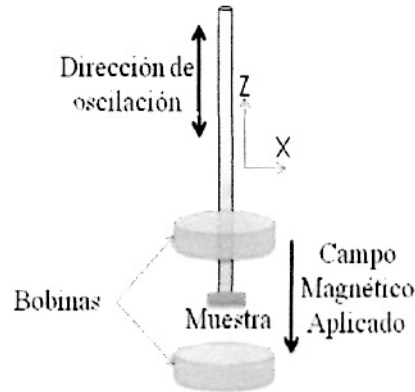


Figura 2.10 Configuración Axial de las bobinas de detección.

Debido a la simetría alrededor del eje z de la configuración axial, la función de sensibilidad es independiente del ángulo de rotación φ . Debido a esto todos los términos con $m \neq 0$ en la expansión de $G(\vec{r})$ desaparecen. Entonces la expansión de la función de sensibilidad está dada por:

$$G(\rho, \theta, \varphi) = G(\rho, \theta) = G_0[1 + e_2 \rho^2 P_2(\theta) + e_4 \rho^4 P_4(\theta) + \dots], \quad (30)$$

donde los coeficientes e_2 , e_4 , etc., son los coeficientes de la expansión y dependen de la geometría de las bobinas de detección [21, 27] y $P_l(\theta)$ son los polinomios de Legendre, dados por:

$$\begin{aligned} P_2(\theta) &= \frac{1}{2}(3 \cos^2 \theta - 1) \\ P_4(\theta) &= \frac{1}{8}(35 \cos^4 \theta - 30 \cos^2 \theta + 3). \end{aligned} \quad (31)$$

El término de orden cero de la expansión corresponde a la sensibilidad uniforme y los términos de mayor orden representan la desviación de la uniformidad. Los polinomios de Legendre representan la distribución espacial de la función de sensibilidad.

Analizando la función de sensibilidad a lo largo de la dirección del eje z ($\theta = 0$ y $\rho = z$), entonces la ecuación (30) se reduce a:



$$G(z) = G_0 + e_2 z^2 G_0 + e_4 z^4 G_0 + \dots, \quad (32)$$

que es una serie de una sola variable. De la expresión (32) podemos encontrar una expresión para los coeficientes de error, a lo largo del eje z , tal que:

$$e_l = [G(z)l!]^{-1} \left. \frac{\partial^l G(z)}{\partial z^l} \right|_{z=0}. \quad (33)$$

2.2.2.2 Geometría Transversal:

La configuración más usada en los MMVs, y la que se utilizará en este trabajo es la configuración transversal. Esta configuración consiste en realizar la oscilación de la muestra magnética en una dirección perpendicular a la dirección de aplicación del campo magnético externo. La mayor sensibilidad y estabilidad del voltaje inducido en las bobinas en esta geometría se obtiene realizando la oscilación de la muestra magnética en el “punto de ensilladura” de la configuración de bobinas. Las mediciones obtenidas ubicando la muestra magnética en la vecindad de este punto, serán poco sensibles a la posición y a la geometría de la muestra. En el punto de ensilladura, el gradiente de la función de sensibilidad debe igual a cero. Es decir:

$$\frac{dG(z)}{dx} = \frac{dG(z)}{dy} = \frac{dG(z)}{dz} = 0. \quad (34)$$

Existen dos tipos de punto de ensilladura: el punto de ensilladura no accidental y el punto de ensilladura accidental.

2.2.2.2.1 Punto de ensilladura no accidental (Obtenido de la simetría de la configuración de las bobinas)

Existe un punto de ensilladura obtenido de la intersección de los planos de simetría de las bobinas que conforman una determinada configuración. En este punto de intersección, el gradiente de la función de sensibilidad se hace cero; es decir: los términos



lineales de la función de sensibilidad son cero (ecuación (34)). Existen tres configuraciones principales para utilizar en esta geometría, estas se muestran en la Figura 2.11:

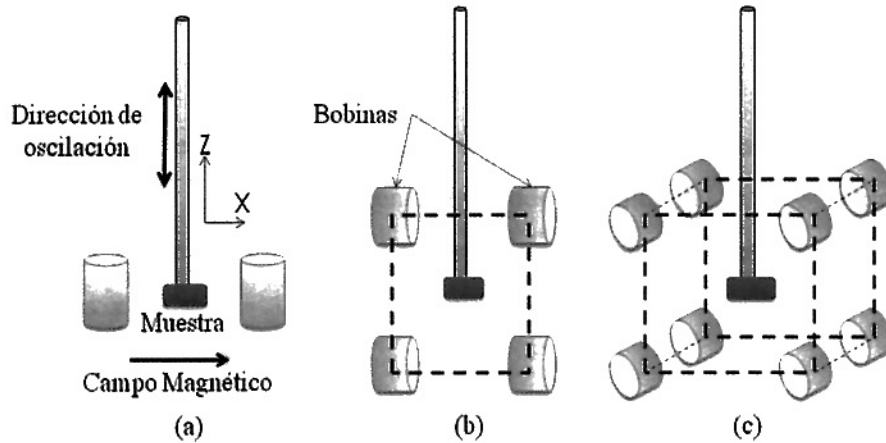


Figura 2.11 Configuraciones Principales para la geometría Transversal. (a) Conf. de Foner [3], (b) Conf. de Mallison [20] y (c) Conf. de Bowden [22].

La configuración estudiada por Foner consiste en un arreglo de dos bobinas con sus espiras enrolladas en sentido contrario, de tal forma que la señal inducida total en las dos bobinas sea el doble de la señal de cada una de las bobinas independientes. La configuración de Mallison cuenta con ocho bobinas con sus ejes paralelos al eje x . La máxima señal obtenida en esta bobina se obtiene juntando las bobinas que se encuentran a los lados de la muestra y ubicando los extremos de las bobinas en un ángulo de 45° [20] tal y como se muestra la Figura 2.12:

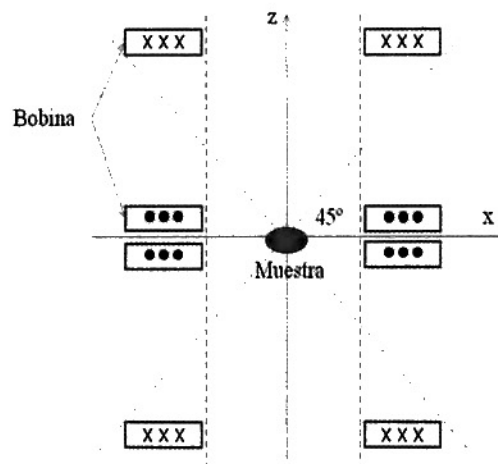


Figura 2.12 Configuración óptima de Mallison.



La configuración de Bowden consiste en ocho bobinas en serie con sus ejes paralelos al eje y . Bowden obtuvo experimentalmente que el punto de ensilladura para una configuración de ocho bobinas es más estable cuando sus ejes están alineados en la dirección del eje y [22].

Los puntos de ensilladura no accidentales para una determinada configuración de bobinas se encuentran experimentalmente midiendo el valor del voltaje inducido en la configuración de bobinas para distintos valores de posición de la muestra. Es decir, a lo largo de los ejes x , y y z .

Para estudiar los puntos de ensilladura no accidentales se utilizarán los armónicos esféricos. Entonces, la expansión de armónicos esféricos alrededor del punto simetría de la configuración de las bobinas detectoras está dado por las coordenadas ρ , θ y φ . Debido a la simetría par de la configuración de las bobinas, los términos con l y m impares se van a cancelar. También se van a cancelar las funciones $\sin m\varphi$ que sean impares. Entonces la expansión de la función de sensibilidad está dada por:

$$G(\rho, \theta, \varphi) = G_0[1 + E_1 + E_2 + E_3 + \dots], \quad (35)$$

donde

$$\begin{aligned} E_1 &= e_2 \rho^2 P_2(\theta) + e_4 \rho^4 P_4(\theta) + \dots, \\ E_2 &= e_{2,2} \rho^2 P_2^{(2)}(\theta) \cos 2\varphi + e_{4,4} \rho^4 P_4^{(2)}(\theta) \cos 2\varphi + \dots, \\ E_3 &= e_{4,4} \rho^4 P_4^{(4)}(\theta) \cos 4\varphi + \dots \end{aligned} \quad (36)$$

y $P_l^m(\theta)$ son los polinomios asociados de Legendre, dados por:

$$\begin{aligned} P_2^2(\theta) &= 3 \sin^2 \theta \\ P_4^2(\theta) &= \frac{15}{2} [\sin^2 \theta (7 \cos^2 \theta - 1)] \\ P_4^4(\theta) &= 105 \sin^4 \theta \end{aligned} \quad (37)$$



Midiendo el voltaje relativo en función de la posición de la muestra para cada uno de los ejes se puede obtener $G(x,0,0)$, $G(0,y,0)$ y $G(0,0,z)$. Los coeficientes de error para cada una de las direcciones se obtienen graficando la función de sensibilidad de la ecuación (35).

2.2.2.2 Punto de ensilladura accidental

Los puntos de ensilladura no accidentales aparecen cuando en alguna zona del espacio cercana a la muestra, el gradiente de la función de sensibilidad desaparece. Por ejemplo: un punto de ensilladura accidental aparece sobre el punto de ensilladura no accidental cuando se retiran las dos bobinas de abajo en la Figura 2.11 (b) [3]. Los puntos de ensilladura accidentales son menos sensitivos a la posición y a la geometría de la muestra, por lo que las mediciones en el MMV son realizadas en los puntos de ensilladuras no accidentales.

Cabe resaltar que, independiente del número de bobinas que se requiera para cada una de las configuraciones, lo que se busca en la implementación del MMV es el voltaje máximo que pueda ser inducido en las bobinas que conforman la configuración usada. En otras palabras, que el volumen que encierren las bobinas capturen un mayor número de líneas de flujo. Sabemos que hay una mayor concentración de líneas de flujo en un material más cerca de la superficie, donde están ubicados los polos. Esto nos ayuda a deducir que mientras más cercanas se encuentren las bobinas de la muestra, se inducirá más voltaje en estas, debido a un mayor cambio de flujo magnético.

Por otro lado, cada una de las tres configuraciones discutidas anteriormente detectará los cambios de posición de las componentes de las líneas de fuerza en la dirección paralela al eje de las bobinas que constituyen la configuración.

Entonces, como el voltaje inducido depende del gradiente de campo, las bobinas requieren de 2 cosas: Que el gradiente de campo, en la dirección de interés, en el punto de medición sea lo más grande posible y que este gradiente se mantenga constante espacialmente para que el VSM sea insensible a la posición exacta de la muestra.



CAPÍTULO 3: PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

A continuación se describirá el montaje experimental utilizado en la implementación del Magnetómetro de Muestra Vibrante, indicando los equipos necesarios para su operación y el principio de funcionamiento de cada uno de estos.

3.1 DESCRIPCIÓN DEL MONTAJE

En la Figura 3.1 se muestran las partes que conforman el MMV para su funcionamiento. La descripción de cada una de las partes se describe a continuación.

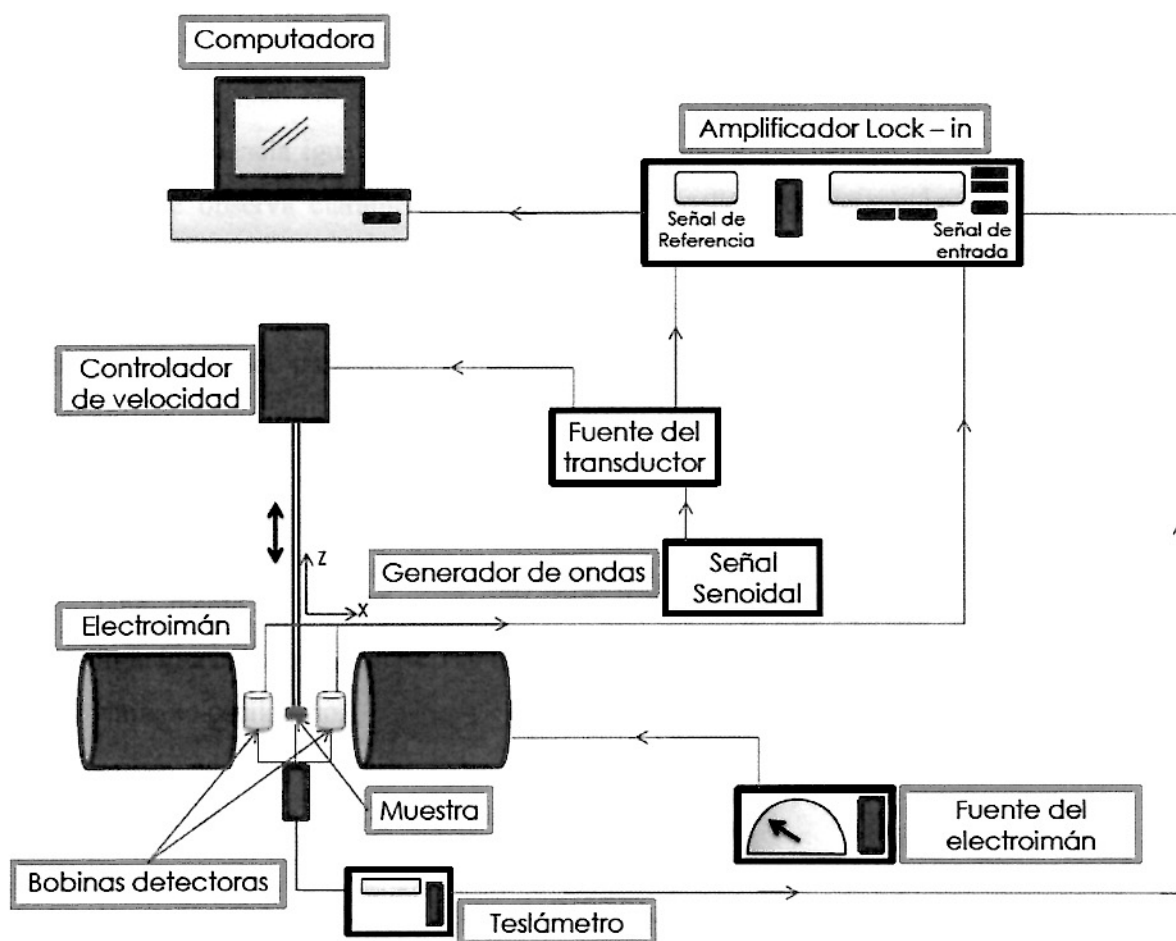


Figura 3.1 Diagrama esquemático del MMV.



a) Transductor electromecánico de desplazamiento lineal

La función del transductor electromecánico es la de transmitir un movimiento oscilatorio a determinada frecuencia a la muestra magnética. El MMV implementado en el presente trabajo utiliza el transductor de un espectrómetro Mössbauer de desplazamiento lineal de la marca ELSCINT, modelo MD – 3. Su principio de funcionamiento es muy parecido al de un parlante. El transductor consta de una varilla diamagnética sujeta al eje de unas bobinas. Un imán permanente ubicado también con su eje paralelo al de la varilla se encuentra dentro del transductor. Cuando se suministra un voltaje alterno a las bobinas, éstas crean un campo magnético alterno. El campo magnético alterno generado por las bobinas actúa con el campo magnético producido por el imán permanente mediante una fuerza periódica con una frecuencia igual que la del voltaje suministrado. Esta fuerza periódica mueve a las bobinas junto con la varilla generando un movimiento oscilatorio en la varilla con una frecuencia igual a la del voltaje de entrada. A frecuencias bajas (entre 1 y 10 Hz) se observa claramente una relación entre la frecuencia y la amplitud de movimiento de la varilla. A menor frecuencia el desplazamiento de la varilla es mayor (no mayor 1 cm). Por otro lado a medida que se va aumentando la frecuencia de oscilación del transductor (entre 20 y 100 Hz) el desplazamiento disminuye (algunos cuantos milímetros) hasta volverse casi imperceptible.

b) Fuente del transductor

Una fuente ELSCINT modelo MD-3 del transductor suministra un voltaje controlado a las bobinas (entre 100 mV y 1,7 V) que sujetan la varilla para producir el movimiento oscilatorio.

c) Generador de Onda

Un generador de onda de la marca INSTEK modelo GFG – 8216A proporciona oscilaciones estables de frecuencia entre 1 y 120 Hz.



d) Varilla de aluminio

Una varilla de aluminio (o de cualquier material que sea diamagnético) debe ser sujeta al transductor por uno de sus extremos para transmitir el movimiento sinusoidal a la muestra que se encuentra sujeta al otro extremo de la varilla. La varilla debe ser de un material diamagnético para evitar magnetización en ésta que pueda ocasionar cambios en el flujo magnético en el interior de las bobinas detectoras.

e) Bobinas detectoras

La muestra realiza un movimiento sinusoidal en el punto de ensilladura de la configuración de bobinas utilizadas. Se construyeron dos arreglos diferentes de bobinas según las configuraciones de Foner y de Mallison. Ambas configuraciones fueron hechas con alambre de cobre esmaltado de 80 micrones diámetro. La notación para sus dimensiones se muestra en la Figura 3.2

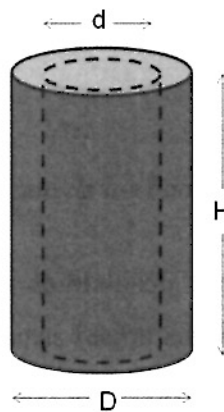


Figura 3.2 Notación de las dimensiones de las bobinas.

En la Tabla 3.1 se muestran las características de las configuraciones utilizadas:



Tabla 3.1 Características de las bobinas.

Configuración	Foner	Mallison
Número de bobinas	2	4
Número de vueltas por bobina	3000	2000
Altura H (± 0.5 mm)	14.7	8.0
Diámetro interior d (± 0.5 mm)	8.0	15.5
Diámetro exterior D (± 0.5 mm)	15.3	25.0
Resistencia total (± 0.03 k Ω)	1.51	3.08

Las bobinas en la configuración de Foner fueron colocadas de tal forma que el sentido de enrollamiento de una de las bobinas era en sentido contrario de la otra, como se muestra en la Figura 3.3:

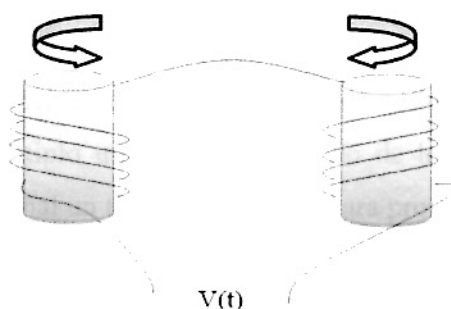


Figura 3.3 Sentido de enrollado de las bobinas de Foner utilizadas.

Para el caso de la configuración de Mallison, las bobinas fueron orientadas como se mostró en la Figura 2.9. Las bobinas fueron enrolladas usando un solo cable. Para obtener un mejor cociente señal ruido, las bobinas deben tener el mismo número de vueltas en cada una.

f) Amplificador Lock-In

El voltaje inducido en el arreglo de bobinas de detección es medido con un amplificador Lock – In de la marca AMETEK modelo 5209. La función del Lock – In es extraer una señal de frecuencia y fase conocida, que se encuentra en un ambiente ruidoso o con señales de otras frecuencias [28]. Para esto, el Lock – In utiliza la *detección sensitiva de fases (phase-sensitive detection)*. El Lock – In consta



Implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante para la caracterización de Materiales Magnéticos

de dos entradas. Una de las entradas es conectada a las bobinas detectoras. Este voltaje lleva la señal (con el ruido) que se desea medir a una determinada frecuencia. La otra entrada del Lock – In es para la señal de referencia con la frecuencia de la señal que deseamos medir. La señal de entrada es amplificada mediante un amplificador diferencial mientras que la señal de referencia AC sirve como un “switch”. Cuando las señales están en fase, la señal pasa a un filtro pasa baja y es convertida en una señal DC. El Lock – In solo detecta señales que estén en fase con la señal de referencia.

Matemáticamente, lo que hace el Lock – In es multiplicar las dos señales, la de entrada y la de referencia, e integrarlas en el tiempo, normalizando el resultado al intervalo de integración. Éste será siempre un múltiplo entero del periodo de las señales.

Si el ruido de una señal es muy fuerte, el Lock –In será capaz de devolvernos un output aceptable si aumentamos el tamaño del intervalo de integración, es decir, si este pasa a ser un múltiplo más alto del periodo de la señal, o en otras palabras, necesitaría evaluar la señal un tiempo más largo para promediar el ruido y eliminarlo.

El diagrama de bloques del Lock – In utilizado se muestra en la Figura 5.4 [28]:

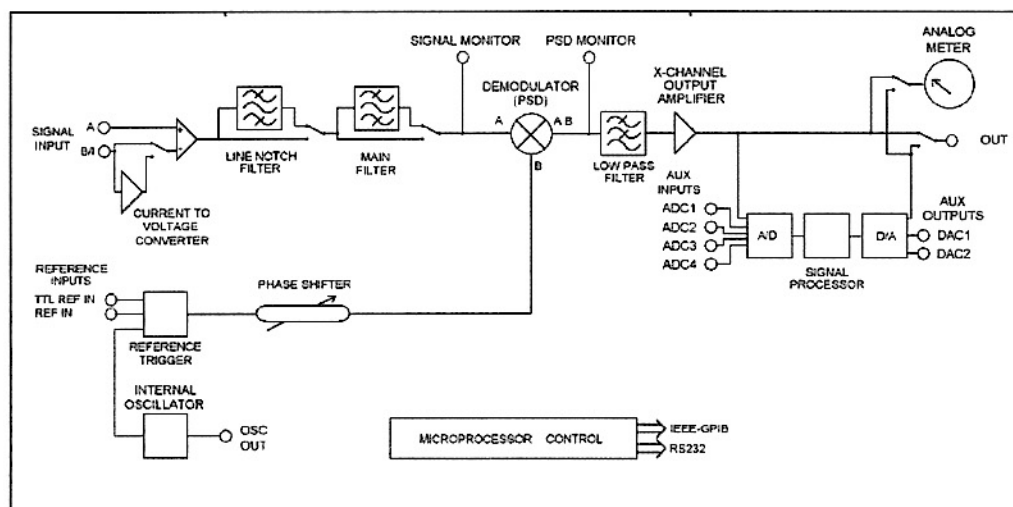


Figura 3.4 Diagrama de bloques del Lock – In AMETEK modelo 5209.

En la Tabla 3.2 se muestran las especificaciones más importantes del Lock – In.



Tabla 3.2 Especificaciones del Lock – In AMETEK 5209

Voltaje de entrada	
Sensibilidad	100 nV a 3 V rms
Impedancia	100 M Ω // 30 pF
Voltaje máximo de entrada	\pm 100 DC ó 30 V AC pico-pico
Ruido de voltaje	5 nV / $\sqrt{\text{Hz}}$
Respuesta a frecuencia	0.5 Hz a 120 kHz
Voltaje de referencia	
Impedancia	100 M Ω // 30 pF
Respuesta a frecuencia	0.5 Hz a 120 kHz
Voltaje máximo de entrada	5 V rms

Para el análisis del ruido el Lock – In cuenta con un circuito RC pasa bajo, que elimina las frecuencias altas [30]. La Constante de Tiempo (CT) del Lock – In es el límite de integración en la ecuación matemática que describe el comportamiento del aparato. Variando la CT (en segundos) se puede variar el tiempo de integración del Lock – In.

g) Puerto Serial

La transmisión de datos desde el Lock – In hacia la computadora se realizó a través del puerto serial RS-232. Para la toma de datos se utiliza el lenguaje de programación LabView. Con el LabView se controla desde la computadora los filtros correspondientes al Lock – In y los voltajes obtenidos con éste.

h) Electroimán

Un electroimán es utilizado para variar la magnetización de la muestra a medir. Cuando se varía la magnetización de la muestra analizada mientras oscila, el voltaje inducido en las bobinas cambia. El electroimán nos permitirá obtener la curva de histéresis de la muestra realizando ciclos de campo magnético en la dirección positiva y negativa del eje x , en otras palabras magnetizando la muestra en una y otra dirección. El electroimán utilizado alcanza campos magnéticos de hasta 6 000 Oe, con una separación de 4 cm de sus polos.



Implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante para la caracterización de Materiales Magnéticos

i) Teslámetro

El campo magnético externo se midió con un sensor Hall de la marca Phywe. El sensor Hall está conectado a un teslámetro, capaz de medir campos magnéticos desde 20 Oe hasta 10 000 Oe con una resolución de 0.1 Oe. Los valores de campo magnético obtenidos con el teslámetro son llevados a una de las entradas auxiliares del Lock – In mediante una salida analógica en el teslámetro. Los voltajes de la salida analógica del teslámetro son proporcionales al valor de campo magnético medido.



CAPÍTULO 4: RESULTADOS EXPERIMENTALES

En el presente capítulo se presentan los resultados correspondientes a la caracterización del MMV y las primeras curvas de histéresis para determinados materiales medidos. Aquí se obtendrán los parámetros necesarios para un correcto y óptimo funcionamiento del MMV, en busca de una mayor sensibilidad y un mayor coeficiente Señal/Ruido.

4.1 RESPUESTA DE LAS BOBINAS A UN CAMBIO DE FLUJO MAGNÉTICO

Las primeras mediciones realizadas con el MMV fueron la respuesta de las bobinas ante un imán permanente. Se hizo oscilar un imán permanente con su momento magnético en la dirección del eje Y en la cercanía del arreglo de bobinas. Para esta experiencia se utilizó la configuración de bobinas de Foner, con una distancia de separación de aproximadamente 1,5 cm. La configuración utilizada se muestra en la Figura 4.1:

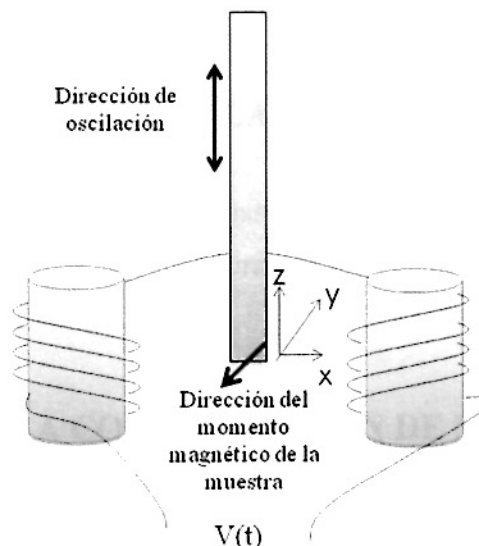


Figura 4.1 Imán permanente con su momento magnético paralelo al eje Y

El campo magnético generado por el imán permanente era de 500 Oe aproximadamente. Se midieron los voltajes inducidos en las bobinas a distintas amplitudes de oscilación de la muestra y a distintas frecuencias de oscilación de la



muestra. Como ya se mencionó en el Capítulo 3, la amplitud de oscilación es proporcional al valor de voltaje suministrado al transductor. Los resultados se muestran en la Figura 4.2

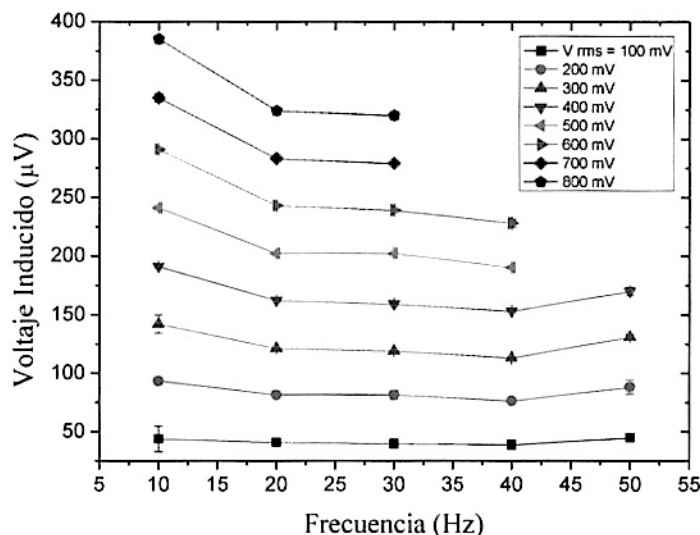


Figura 4.2 Voltaje inducido en las bobinas para distintos valores de frecuencia y amplitudes de oscilación para un imán permanente.

Se observa en la Figura 4.2 que a medida que aumenta la amplitud de oscilación de la muestra aumenta el voltaje inducido en las bobinas.

4.2 CARACTERIZACIÓN DE LAS BOBINAS

Para la caracterización de las bobinas se utilizaron dos tipos de configuraciones: la configuración de Foner y la configuración de Mallison con las características mostradas en la Tabla 3.1.

4.2.1 BOBINAS EN LA CONFIGURACIÓN DE MALLISON

La primera configuración utilizada fue la configuración de Mallison. Las dimensiones utilizadas se muestran en la Tabla 3.1. Las bobinas fueron colocadas con una distancia de separación de $L=1,5$ cm aproximadamente. Las bobinas ubicadas a ambos lados de la muestra estaban juntas. El campo magnético aplicado era en la dirección del eje X como en la Figura 4.3.

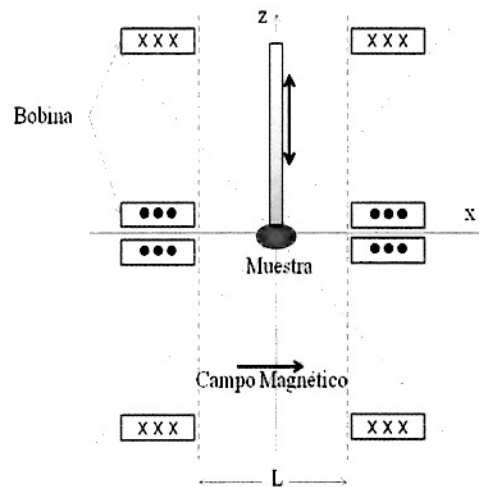


Figura 4.3 Esquema de la configuración de Mallison utilizada.

Un disco de Níquel de 6,3 mm de diámetro y de un espesor de 400 μm de espesor fue utilizado como muestra magnética. La masa del disco de Ni fue de 95 mg.

Se obtuvieron curvas de histéresis para distintos valores de amplitud de oscilación de la muestra de Ni. El valor de la frecuencia utilizada en las mediciones fue de 40 Hz. Los resultados se muestran en la Figura 4.4:

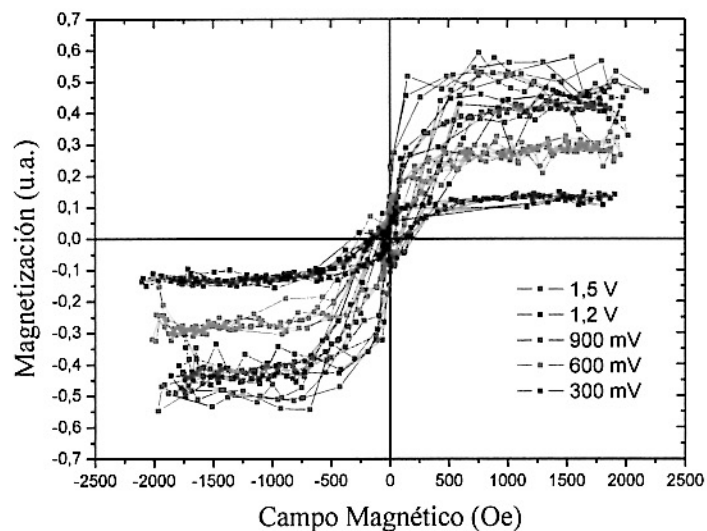


Figura 4.4 Curvas de histéresis de Ni para distintos valores de amplitud de oscilación en la configuración de Mallison.



Implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante para la caracterización de Materiales Magnéticos

Se realizaron mediciones de curvas de histéresis a distintas frecuencias de oscilación de la muestra. Los valores de frecuencia estuvieron entre 30 y 100 Hz. Se midió con una amplitud de oscilación arbitraria, en este caso de 700 mV pico – pico. Los resultados se muestran en la Figura 4.5:

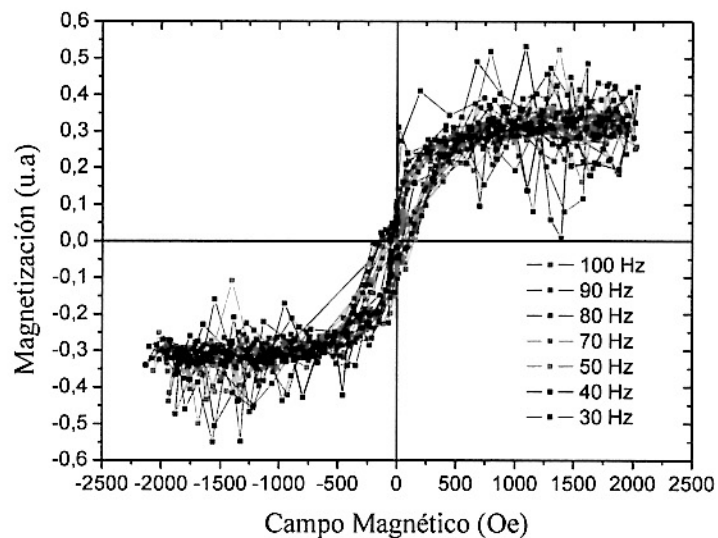


Figura 4.5 Curvas de histéresis de Ni para distintos valores de frecuencia de oscilación en la configuración de Mallison.

Se realizaron mediciones en función de la posición de la muestra para encontrar el punto de ensilladura del sistema de bobinas utilizado. En la Figura 4.6 se muestran las mediciones para distintas ubicaciones de la muestra en el eje X. Se utilizó una frecuencia de 40 Hz y una amplitud de oscilación de 1.7 V. La muestra se encontraba en estado de saturación con un campo magnético externo de 2 500 Oe en la dirección del eje X.

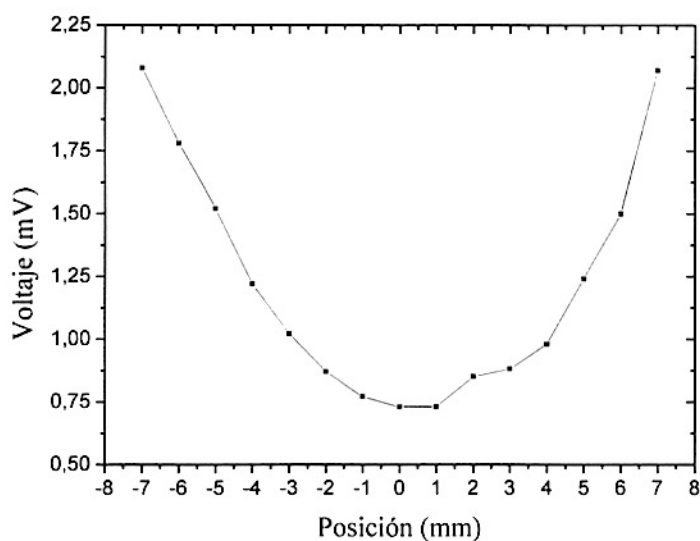


Figura 4.6 Voltaje inducido en las bobinas en función de la posición relativa entre una muestra de Ni saturada y el arreglo de Mallison.

El cero en la Figura 4.6 indica el centro de la configuración de las bobinas de Mallison que se encontraban a una distancia de 7,5 mm de la muestra. Se observa en la Figura 4.6 que el voltaje inducido en las bobinas es mayor cuando se encuentra más próxima a las bobinas que cuando se encuentra en el punto de ensilladura de la configuración.

Utilizando la configuración de Mallison se realizaron mediciones de la curva de histéresis de una muestra de Ni para distintos espesores. Las características de las muestras medidas se presentan en la Tabla 4.1:

Tabla 4.1 Espesor y masa de las distintas muestras de Ni

Muestra	Espesor (μm)	Masa (mg)
1	120	75
2	400	95
3	1000	209
4	1800	405
5	2800	713

Las mediciones fueron realizadas a una frecuencia de 40 Hz y con una amplitud de oscilación de 1.9 V. Las curvas de histéresis obtenidas se muestran en la Figura 4.7:

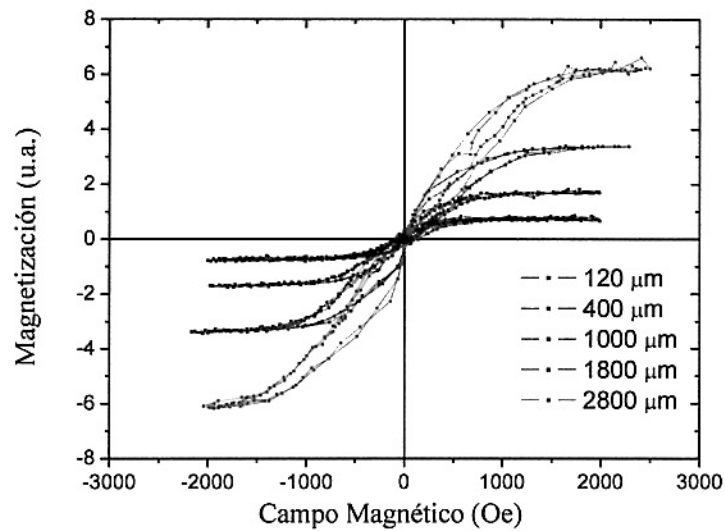


Figura 4.7 Curvas de histéresis para muestras de Ni de distintos espesores.

Con el fin de encontrar la dependencia de la magnetización con el espesor de la muestra, los valores de la saturación para cada una de ellas se encuentran graficadas en función del espesor en la Figura 4.8:

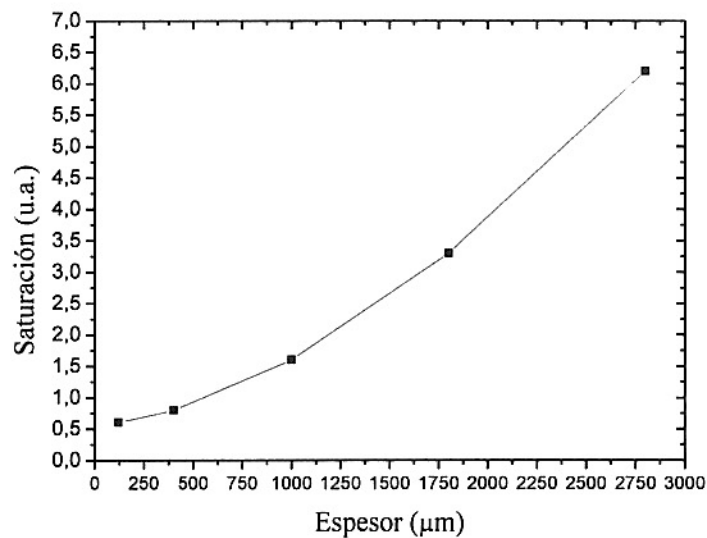


Figura 4.8 Magnetización de Saturación de las muestras de Ni en función del espesor.

Se han reportado resultados experimentales sobre la influencia de la geometría de la muestra en el voltaje inducido en las bobinas [31]. La influencia de la geometría de la muestra en el voltaje inducido se debe al “Campo magnético demagnetizante” de la



muestra, que le quita magnetización al material. Este campo magnético desmagnetizante es proporcional a la magnetización y depende de la forma de la muestra [13].

4.2.2 BOBINAS EN LA CONFIGURACIÓN DE FONER

Luego de realizar mediciones en función de la frecuencia y amplitud de oscilación, espesor de la muestra, constante de tiempo del Lock – In utilizando la configuración de bobinas de Mallison, se procedió a realizar mediciones utilizando la configuración de Foner con las características mostradas en la Tabla 3.1. Las bobinas fueron colocadas con una distancia de separación de $L=1$ cm aproximadamente.

La primera medición obtenida fue una curva de histéresis de Ni a una frecuencia de 40 Hz y una amplitud de oscilación de 1.7 V para ambas configuraciones. Las curvas de histéresis obtenidas se muestran en la Figura 4.9:

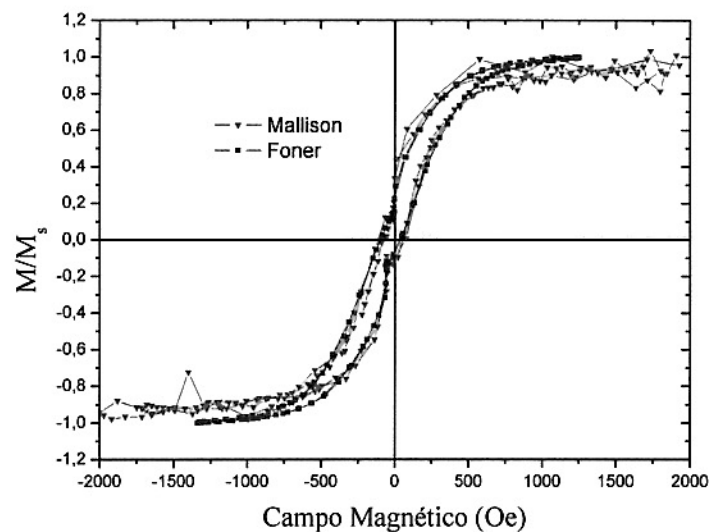


Figura 4.9 Comparación entre las curvas de histéresis de Ni obtenidas con las configuraciones de Mallison y de Foner.

Se observa en la Figura 4.9 que para la configuración de Foner aumenta ligeramente el cociente Señal/Ruido.



Implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante para la caracterización de Materiales Magnéticos

Utilizando la configuración de Foner se realizaron mediciones de la curva de histéresis de Ni variando la amplitud de oscilación de la muestra. Las mediciones fueron realizadas a 40 Hz y se muestran en la Figura 4.10:

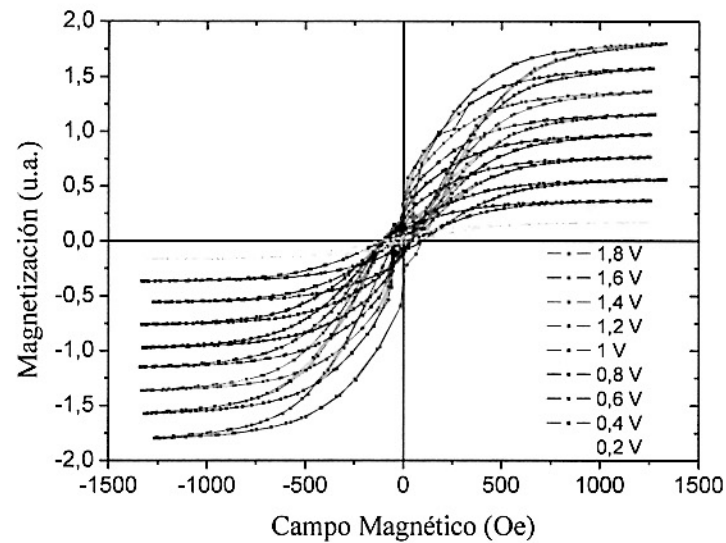


Figura 4.10 Curvas de histéresis de Ni para distintos valores de amplitud de oscilación en la configuración de Foner.

Se obtuvieron curvas de histéresis de Ni a diferentes frecuencias para un valor de amplitud de oscilación fija de 1.7 V. Los resultados se muestran en la Figura 4.11 y se observa que para valores altos de frecuencia aumentaba en cociente Señal/Ruido. Los resultados obtenidos para las frecuencias de 60 y 120 Hz fueron omitidos por presentar alto ruido electrónico.

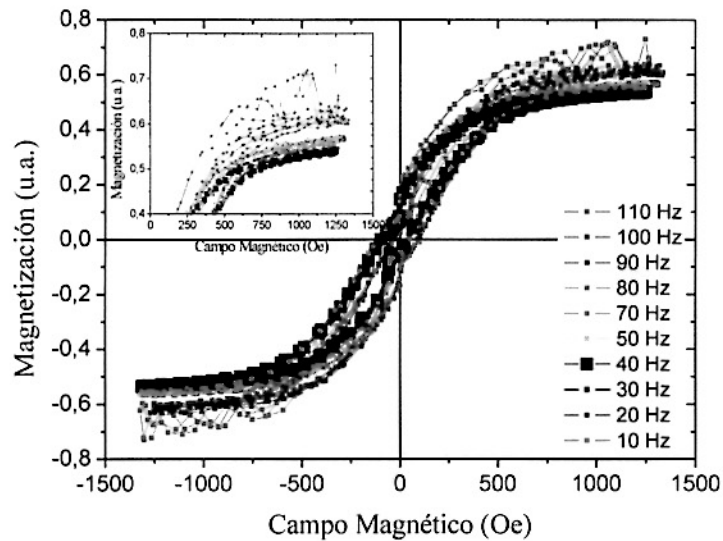


Figura 4.11 Curvas de histéresis de Ni para distintos valores de frecuencia de oscilación en la configuración de Foner.

Para observar la influencia de la forma de onda del movimiento oscilatorio se realizaron mediciones para dos tipos de onda: triangular y sinusoidal del movimiento de la muestra. Las mediciones fueron realizadas a una frecuencia de 40 Hz y con una amplitud de oscilación de 1.7 V. los resultados se muestran en la Figura 4.12:

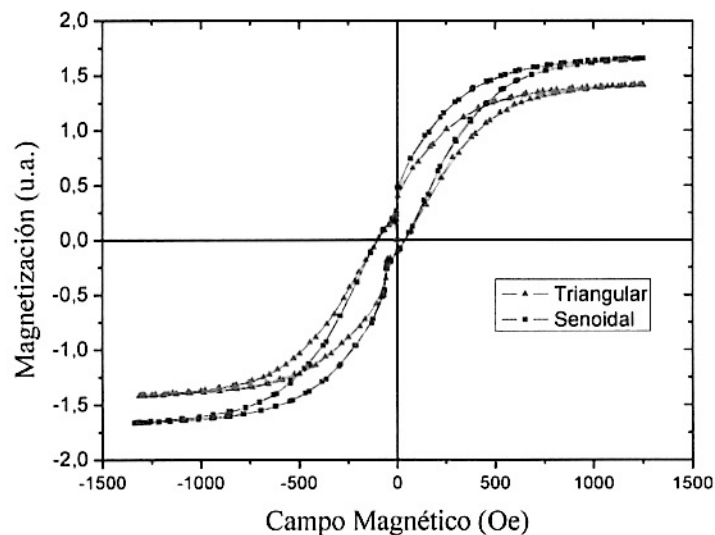


Figura 4.12 Curvas de histéresis de Ni en función de la forma de onda de la amplitud de oscilación.



Implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante para la caracterización de Materiales Magnéticos

Se realizaron mediciones de la curva de histéresis de Ni a una frecuencia de 40 Hz y con una amplitud de oscilación de 1.7 V variando la constante de tiempo del Lock – In. Como ya se mencionó antes, esta constante de tiempo controla el ancho de banda del filtro pasa banda del ruido en la señal. Los resultados se muestran en la Figura 4.13:

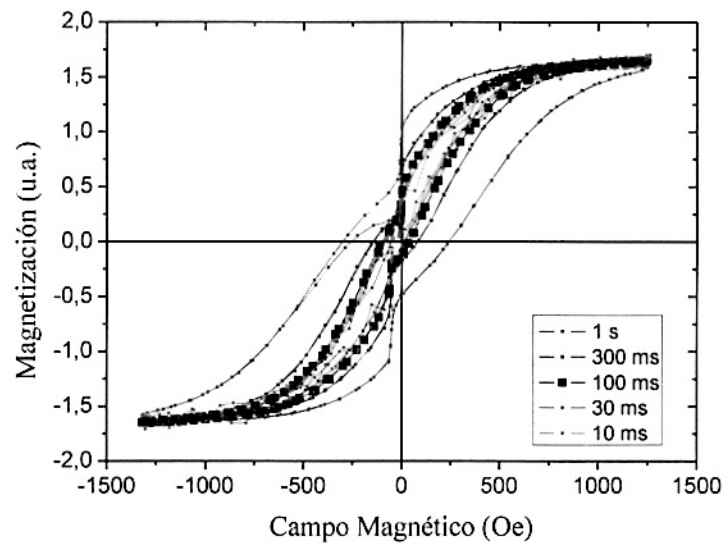


Figura 4.13 Curvas de histéresis de Ni para distintos valores de la constante de tiempo del Lock – In en la configuración de Foner.

Finalmente, se realizaron mediciones a distintas velocidades de aumento del campo magnético externo aplicado. Las mediciones fueron realizadas a 40 Hz y a 1.7 V de amplitud de oscilación. Las curvas de histéresis se muestran en la Figura 4.14 en donde se observa claramente un cambio en el área encerrada en la curva de histéresis:

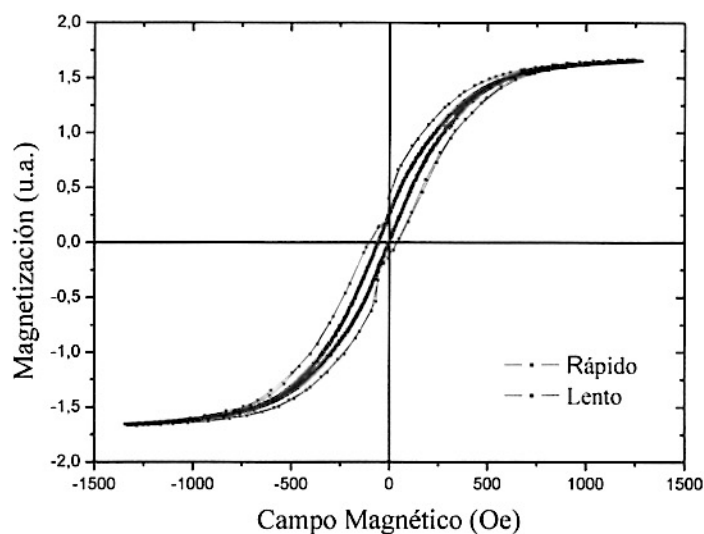


Figura 4.14 Curvas de histéresis de Ni en función de la velocidad de incremento del campo magnético externo.

4.3 CALIBRACIÓN DEL MMV

Para obtener curvas de histéresis en unidades magnéticas, en este caso emu/g , el MMV implementado fue calibrado. Para esto se obtuvo una curva de histéresis de un disco de Ni de 38 mm de diámetro y 120 μm de espesor con una masa de 30,7 mg con un Magnetómetro de Muestra Vibrante de la marca VERSALAB FREE 3 TESLA CRYOGEN FREE VSM en el Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados de la Universidad Nacional de Colombia – Sede Manizales, en Colombia. La curva de histéresis fue medida a 300 K (temperatura interna del equipo), en un rango de campo magnético externo desde $-2\ 700$ hasta $2\ 700$ Oe y a una frecuencia de oscilación de la muestra de 40 Hz. El paso del campo magnético externo fue de 5 Oe desde 0 Oe hasta 1 500 Oe y de 10 Oe desde 1 500 Oe hasta 2 700 Oe (en ambas direcciones). La curva obtenida para la calibración se muestra en la Figura 4.15 y se presenta en unidades de emu/g . El valor de la incertidumbre en las mediciones del VSM VERSALAB es del orden de $10^{-6} emu$.

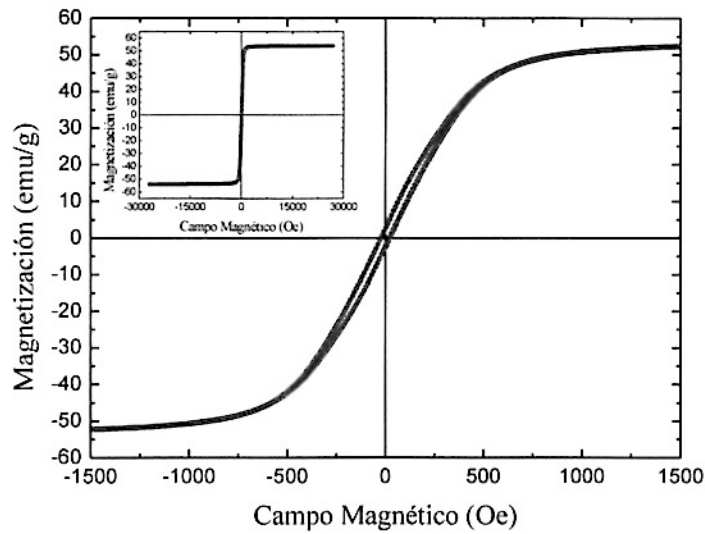


Figura 4.15 Curvas de histéresis de Ni para la calibración del MMV.

Usando la Figura 4.15 se obtendrá una constante para relacionar el voltaje inducido en las bobinas con unidades magnéticas. El cálculo del factor de proporcionalidad será presentado en el capítulo de discusiones. Sin embargo los resultados a continuación estarán presentados usando el factor calculado, es decir en unidades de *emu/g*.

4.4 DISCOS MAGNÉTICOS

Luego de realizar la caracterización de las bobinas en dos configuraciones diferentes y de calibrar el MMV para obtener los resultados en unidades de *emu/g*, se realizaron mediciones de distintos materiales. Se obtuvo la curva de histéresis de discos magnético flexibles de 5 mm de diámetro obtenidos de un diskette. Se juntaron 6 discos para aumentar la señal magnética inducida en las bobinas. La frecuencia de medición utilizada fue 40 Hz, el voltaje de oscilación pico-pico de 1.7 V y la constante de tiempo del Lock – In utilizada fue 100 ms. Los resultados se muestran en la Figura 4.16.

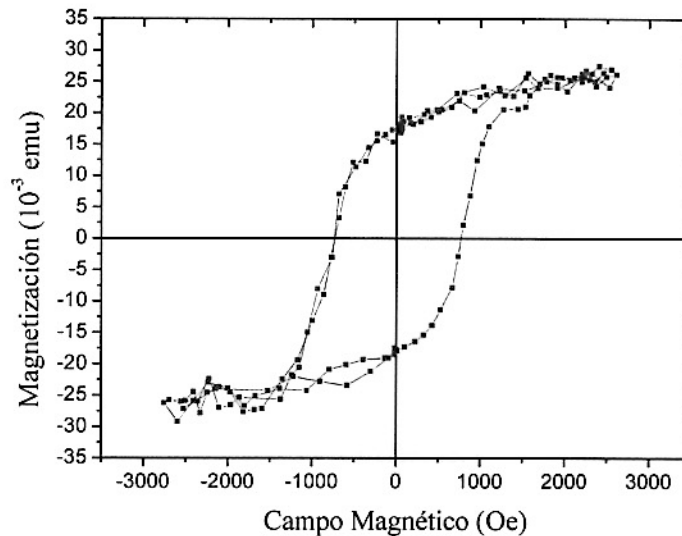


Figura 4.16 Curva de histéresis de discos magnéticos (floppy disk).

4.5 CINTAS MAGNÉTICAS DE $\text{Fe}_{75}\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$

Otra de las muestras utilizadas para verificar el correcto funcionamiento del MMV fue una cinta amorfa de $\text{Fe}_{75}\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$, donada por el MsC. Oscar Moscoso de la Universidad Nacional de Colombia-Sede Manizales. Las cintas fueron fabricadas utilizando la técnica de *Melt Spinning* en el Laboratorio de Sólidos Amorfos de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Buenos Aires en Argentina. La técnica de *Melt Spinning* pertenece al grupo de técnicas de solidificación rápida, es decir el descenso de la temperatura se encuentra alrededor de 10^5 K/s. El método de *Melt Spinning* es utilizado comúnmente en la fabricación de aleaciones amorfas o nanocristalinas, en forma de cintas. Esta técnica consiste en hacer fluir una aleación fundida a través de un orificio redondo, situado en la base de un crisol. El crisol se encuentra muy cercano a la superficie de una rueda de metal que gira rápidamente. Cuando la aleación en estado fundido golpea la rueda, se produce un cambio muy brusco en la temperatura del material, impidiendo un ordenamiento de sus moléculas, formándose así la aleación en estado amorfo en forma de cinta [32]. En la Figura 4.17 se muestra un esquema simple del método *Melt Spinning*.

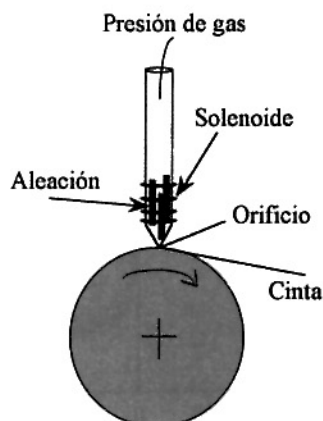


Figura 4.17 Esquema del método de Melt Spinning.

Los parámetros utilizados para la fabricación de las cintas de $Fe_{75}B_{15}Si_{10}$ se muestran en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2 Parámetros de fabricación de las cintas de $Fe_{75}B_{15}Si_{10}$ mediante el método Melt Spinning.

Parámetros	Valor
Velocidad Tangencial de la rueda	35 - 40 m/s
Orificio del crisol	50 μ m
Velocidad de enfriamiento	10^6 K/s

Utilizando los parámetros de la Tabla 4.2 se obtuvieron cintas amorfas de 20 μ m de espesor y 3 mm de ancho aproximadamente [32].

El largo de la cinta de $Fe_{75}B_{15}Si_{10}$ medida fue de 9 mm aproximadamente. Se obtuvieron curvas de histéresis para dos posiciones relativas entre la cinta y el campo magnético aplicado. Se llamó configuración longitudinal cuando el campo magnético aplicado era paralelo al largo de la cinta y se llamó configuración transversal cuando el campo magnético aplicado era perpendicular al largo de la cinta. Las curvas de histéresis obtenidas se muestran en la Figura 4.18.

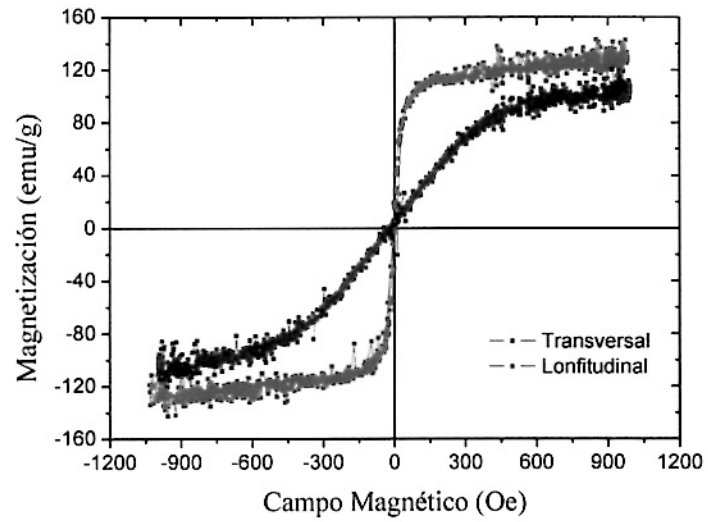


Figura 4.18 Curvas de histéresis para las configuraciones longitudinal y transversal de las cintas de $Fe_{75}B_{15}Si_{10}$.



CAPÍTULO 5: DISCUSIONES

5.1 RESPUESTA DE LAS BOBINAS A UN CAMBIO DE FLUJO MAGNÉTICO

Los resultados presentados en la Figura 4.2 muestran el voltaje inducido en el arreglo de bobinas de Foner debido a la oscilación de un imán permanente. Las mediciones fueron realizadas a distintas frecuencias y a distintas amplitudes. El orden de magnitud de la señal inducida es de los microvoltios. El bajo orden de magnitud de la señal inducida es debido a que la dirección del momento magnético del imán permanente es en la dirección del eje y . Al ubicar la dirección del momento magnético del imán permanente en la dirección del eje y hay una menor inducción en las bobinas en la configuración de Foner. El eje de las bobinas en esta configuración es paralelo a la dirección del eje z , por lo que el voltaje inducido en las bobinas será debido al cambio de posición de las componentes en el eje z de las líneas de fuerza del momento magnético del imán permanente. Esto se muestra en la Figura 5.1:

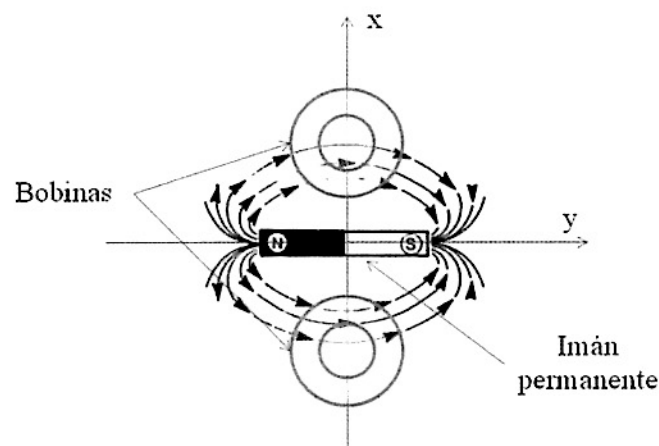


Figura 5.1 Líneas de fuerza del imán permanente que cortan las bobinas detectoras en la configuración de Foner.

La pequeña contribución de las componentes en el eje z de las líneas de fuerza del imán permanente genera poco voltaje inducido en las bobinas.



5.2 BOBINAS EN LA CONFIGURACIÓN DE MALLISON

Los primeros resultados obtenidos con las bobinas detectoras en la configuración de Mallison fueron curvas de histéresis de un disco de 6,3 mm de Ni en función de la amplitud del voltaje de entrada del transductor Mössbauer. Se observó en la Figura 4.4 que a medida que aumenta el voltaje de entrada (pico-pico) aumenta la magnetización de saturación de las curvas de histéresis, o en otras palabras aumenta la sensibilidad del MMV. Estos resultados concuerdan con la ecuación (28). Estas mediciones fueron realizadas a un valor de frecuencia arbitraria, en este caso 40 Hz.

En la Figura 4.5 se presentaron las curvas de histéresis a diferentes frecuencias de oscilación manteniendo un voltaje de entrada al transductor fijo (700 mV). Estos resultados presentan un valor de saturación muy parecido a todas las frecuencias, estos oscilan entre 0.25 y 0.35 mV. En la Figura 4.5 se omitieron los resultados correspondientes a una frecuencia de oscilación de 60 Hz debido a un aumento significativo en el cociente Señal/Ruido. Si quisiéramos obtener una curva de histéresis a una frecuencia de 60 Hz, la frecuencia de referencia del Lock – In tendría que ser de 60 Hz. Al ser 60 Hz la frecuencia de referencia del Lock – In, éste dejaría pasar el ruido electrónico proveniente de los demás dispositivos electrónicos que conforman el MMV.

En la Figura 4.6 se mostró la respuesta de las bobinas a la oscilación de un disco de Ni en su estado de saturación a distintas posiciones con respecto a la configuración de bobinas. Se puede deducir de la Figura 4.6 que el punto de ensilladura (en el eje x) de la configuración se encuentra en el punto medio de la separación de las bobinas ubicadas a los lados de la muestra. Se observa también que se induce un mayor voltaje en cada una de las bobinas independientes que en el arreglo mismo utilizado cuando la muestra se acerca a ellas. Cuando la muestra magnética se acerca a una bobina entran más líneas de fuerza en el interior de esta y salen de la otra. Lo que se busca en el óptimo funcionamiento del MMV es capturar un mayor número de líneas de fuerza en las bobinas e insensibilidad a la posición y geometría de la muestra lo que hace importante realizar las mediciones en el punto de ensilladura de la configuración utilizada. Como ya se mencionó antes, realizar las mediciones en el punto de ensilladura de la configuración de las bobinas aumenta la insensibilidad a la geometría, posición y tamaño de la muestra.



Los resultados obtenidos para muestras de diferentes espesores fueron mostrados en la Figura 4.7, en donde se observa que hay un mayor voltaje inducido en las bobinas para los discos que tienen un mayor espesor. Un aumento en el espesor aumenta el número de átomos en la muestra. Con un mayor número de átomos en la muestra, hay más momentos magnéticos que inducen un mayor cambio de flujo en las bobinas. Entonces, el aumento en el voltaje inducido en las bobinas es debido al mayor número de momentos magnéticos que hay en una muestra de mayor espesor (Figura 4.8). Esta experiencia no significa que la magnetización de saturación dependa del tamaño de la muestra. La magnetización de saturación no depende de las dimensiones de la muestra [12], sin embargo en los resultados obtenidos se observan distintas saturaciones debido a que las unidades en las que se presentan los resultados no son unidades magnéticas.

Para verificar que la magnetización de saturación (M_s) es independiente de la masa de la muestra, se calculó el valor de la magnetización normalizada, para ello dividiremos el valor de la magnetización (en u.a.) con la masa de las muestras (en mg) de distintos espesores. Esto se muestra en la Tabla 5.1:

Tabla 5.1 Magnetización de Saturación para los discos de Ni de distintos espesores.

Muestra	Espesor (μm)	Masa (mg)	M_s (u.a.)	M_s normalizado $\times 10^{-3}$ (u.a./mg)
1	120	75	0,70	9,33
2	400	95	0,80	8,42
3	1000	209	1,70	8,13
4	1800	405	3,37	8,32
5	2800	713	6,20	8,69

En la Tabla 5.1 se observa que los valores de la magnetización de saturación normalizado con la masa de la muestra presentan aproximadamente el mismo valor, lo que verifica que la magnetización de saturación es independiente de la masa de la muestra.

Las unidades adecuadas para la presentación de los resultados son en emu/g o emu/cm³ de material. Estas unidades serán obtenidas calibrando el MMV utilizando una



muestra patrón y dividiendo la magnetización obtenida de la muestra por su masa o volumen. El campo coercitivo en una curva de histéresis depende del tamaño de la muestra.

5.3 BOBINAS EN LA CONFIGURACIÓN DE FONER

El primer resultado obtenido utilizando la configuración de bobinas de Foner fue la comparación de la curva de histéresis obtenida con la configuración de Mallison. Se observó en la Figura 4.9 que el ruido disminuye ligeramente utilizando las bobinas de Foner. La disminución del ruido es debido a la diferencia de orientaciones de los ejes de las bobinas en ambas configuraciones. En la configuración de Mallison, el eje de las bobinas es paralelo a la dirección del eje x , mientras que en la configuración de bobinas de Foner el eje de las bobinas es paralelo a la dirección z . Las bobinas orientadas en el eje x de la configuración de Mallison sienten con mayor intensidad los cambios en la dirección del eje x producido por la inestabilidad de la fuente del electroimán. Estos gradientes de campo magnético en la dirección del eje x son detectados con una menor intensidad en la configuración de Foner, ya que estas bobinas detectan con facilidad los cambios en el eje z .

Utilizando la configuración de bobinas de Foner también se realizaron mediciones de las curvas de histéresis en función de la amplitud de oscilación de la muestra de Ni. Debido a una mejora en la señal (cociente señal/ruido) los valores de saturación para las curvas de histéresis de la Figura 4.10 fueron colocadas en función de la amplitud de oscilación. En la Figura 5.1 se observa que la dependencia del voltaje inducido en las bobinas debido a la magnetización del Ni con la amplitud de oscilación es lineal. Estos resultados eran esperados según la ecuación (28).

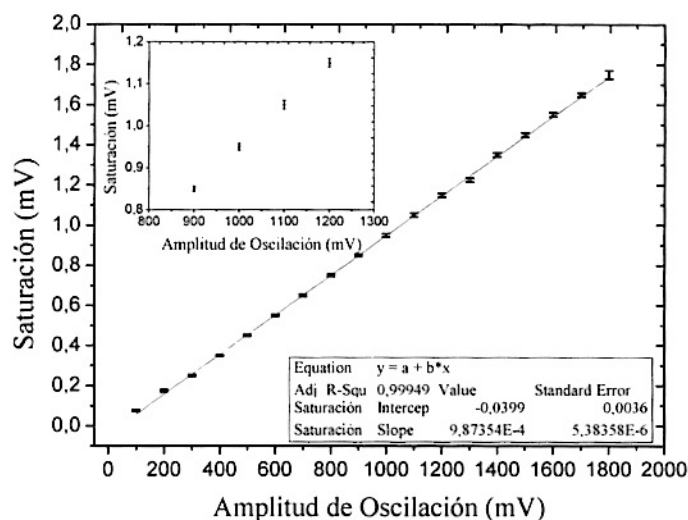


Figura 5.2 Saturación de las muestras de Ni en función de la amplitud de oscilación.

Para el análisis de los resultados obtenidos en la Figura 4.11, de las curvas de histéresis a diferentes frecuencias, se graficó la dependencia de la saturación de la muestra en función de la frecuencia como se muestra en la Figura 5.3. Se induce un menor voltaje en las bobinas a una frecuencia alrededor de 40 Hz (valor arbitrario de frecuencia). Por otro lado se observó que las mediciones a frecuencias menores a 40 Hz y mayores a 15 ó 20 Hz aumentan la señal inducida en las bobinas como se observa en la Figura 5.3 pero disminuyen considerablemente el ruido. En principio se puede obtener una curva de histéresis a cualquier frecuencia de oscilación. Según la ecuación (28) el voltaje inducido en las bobinas detectoras también es proporcional a la frecuencia de oscilación. Sin embargo esto no se aprecia en los resultados obtenidos en la Figura 4.11 debido a que la amplitud de oscilación del transductor no se mantiene constante con la frecuencia. Se esperaría que para alguna frecuencia de resonancia (que es producto de la configuración mecánica del sistema Muestra-Varilla) la amplitud de oscilación sea máxima para el mismo impulso de entrada.

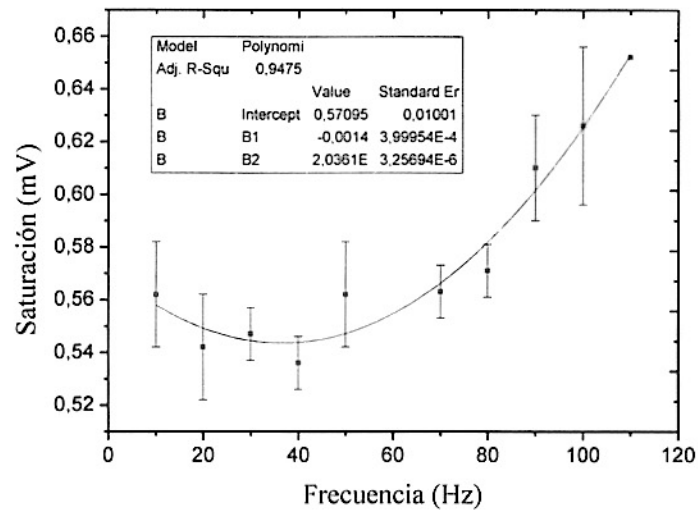


Figura 5.3 Saturación de las muestras de Ni en función de la frecuencia de oscilación.

Se observó en la Figura 4.12 que la forma de la onda con la que oscila la muestra influye en el voltaje inducido en la configuración de Foner. Para una oscilación triangular de la muestra se induce un menor voltaje que para un movimiento sinusoidal. Esto es debido a la diferencia de energía en la onda que produce la oscilación. Esto se ve reflejado en el cálculo de la potencia de la señal. Para una señal eléctrica alterna, la potencia media está dada por el promedio de su integral temporal en un periodo.

La influencia de la constante de tiempo del Lock – In se ve reflejada en la Figura 4.13, en la que se presentan mediciones de las curvas de histéresis de un disco de Ni para diferentes constantes de tiempo. En estos resultados se observa que la forma de la curva de histéresis obtenida a 100 ms de constante de tiempo es más parecida a una curva de histéresis convencional. Para una constante de tiempo de 30 ms se observa que la saturación presenta más ruido, esto es debido a que se aumentó el ancho de banda del filtro de ruido en el Lock – In. En las mediciones realizadas a 300 ms y 1 s se redujo el ancho de banda, sin embargo el área de la curva de histéresis aumenta. Esto es debido a que cuando se cambia la constante de tiempo del Lock – In hay un cambio en el tiempo de medición de éste. El Lock – In opera de manera estadística por lo que requiere un número mínimo de datos para calcular un valor promedio. Al disminuir el ancho de banda el filtro pasa banda rechaza más valores de voltaje, por lo que aumenta el tiempo necesario de medición requerido para dar un valor más cercano al valor real. Si el tiempo



con el que se aumenta (o disminuye) el campo magnético es menor que el tiempo requerido de medición, el Lock – In muestra un valor alejado del valor real de voltaje.

Finalmente en la Figura 4.14 se observa la influencia de la velocidad del incremento del campo magnético externo. Se observa que el área de la curva de histéresis obtenida con una velocidad lenta de cambio de corriente en el electroimán es menor que la curva obtenida con una velocidad rápida de cambio de corriente. Cuando se magnetiza lentamente un material magnético, la rotación de los momentos magnéticos hacia la dirección del campo magnético aplicado es más lenta. Esta rotación suave de los momentos magnéticos en la muestra consume menos energía magnética lo que disminuye el área de la curva de histéresis.

5.4 CALIBRACIÓN DEL MMV

Para obtener el factor de calibración del MMV, se utilizaremos la Figura 5.4, que muestra la curva de histéresis de un disco de Ni de 95 mg utilizando los parámetros óptimos del MMV.

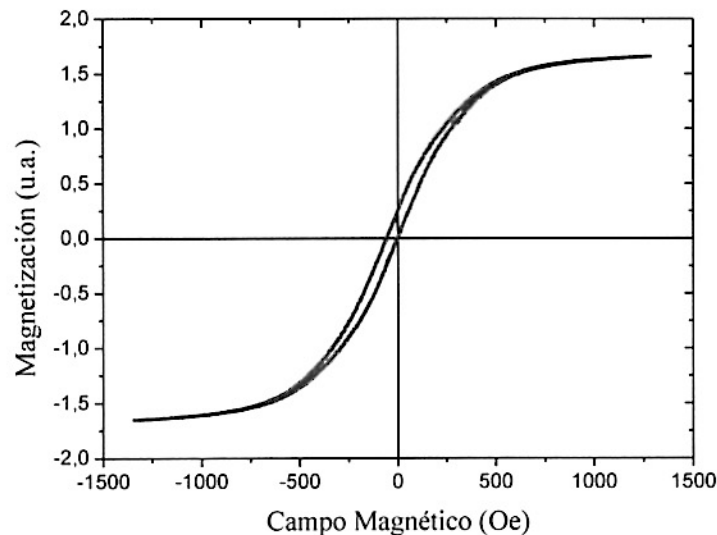


Figura 5.4 Curva de histéresis de un disco de Ni
utilizando los parámetros óptimos del MMV.

Cabe resaltar nuevamente que el magnetismo en el Ni es debido principalmente a los electrones itinerantes del metal. La función de Brillouin y la aproximación del campo



molecular de Weiss discutidas anteriormente para momentos magnéticos localizados, no describen perfectamente el ferromagnetismo del Ni. Esto puede ser verificado si se intenta realizar un ajuste de la curva de magnetización del Níquel utilizando únicamente la función de Brillouin, en ese caso, las curvas no coincidirían debido a que falta la contribución del magnetismo generado por los electrones itinerantes del Ni.

Debido a que la saturación en un material es independiente de las dimensiones del mismo, se puede conocer el factor de calibración para un disco de Ni cuya masa sea conocida. Entonces utilizaremos la curva de histéresis obtenida para el disco de Ni de 400 μm de espesor. Para obtener la magnetización en unidades de mV/g se divide el valor de la magnetización entre la masa del disco, en este caso 95 mg .

Para obtener el factor de conversión consideraremos el valor de la magnetización para un valor de campo magnético fijo en ambos casos. En este caso realizaremos la conversión para distintos valores de campo magnético externo. Entonces planteamos el siguiente razonamiento: el valor del factor de proporcionalidad se obtiene del cociente entre la magnetización en emu/g y el valor de la magnetización en mV/g , como se muestra en la ecuación (38):

$$K = \frac{M_H(emu/g)}{M_H(mV/g)} \quad (38)$$

En este caso consideraremos el error del VSM VERSALAB cero debido a que éste es del orden de $10^{-6} emu$.

Reemplazando los valores correspondientes para campos magnéticos de 1 000, 1 050, 1 100, 1 150, 1 200 y 1 250 Oe obtenemos los distintos valores para la constante de proporcionalidad, que se muestran en la tabla 5.2:



Tabla 5.2 Constante de calibración del MMV para
una frecuencia de 40 Hz y una amplitud pico-pico de 1.7 V

Campo Magnético (Oe)	M (emu/g)	M (mV/g)	ΔM	Constante de Calibración K (emu/mV)	ΔK
1 000	50,79	17,10	0,06	2,97(01)	0,01
1 050	51,06	17,16	0,06	2,97(55)	0,01
1 100	51,29	17,23	0,06	2,97(67)	0,01
1 150	51,48	17,29	0,06	2,97(74)	0,01
1 200	51,65	17,34	0,06	2,97(86)	0,01
1 250	51,80	17,38	0,06	2,98(04)	0,01
Constante promedio K				2,98 \pm 0,01	

Entonces la constante de calibración para los parámetros utilizados es:

$$K = 2,98 \pm 0,01 \frac{emu}{mV} \quad (39)$$

5.5 DISCOS MAGNÉTICOS

Se obtuvo la curva de histéresis de discos de 5 mm de diámetro hechos del material del diskette. Para realizar la medición de los discos magnéticos fueron pegados 6 discos en la varilla. Como se observa en la curva de histéresis de la Figura 4.16, la muestra tiene un campo coercitivo grande y una magnetización remanente alta. Estas características de la curva de histéresis certifican que el material es magnéticamente duro, y puede ser utilizado como medio magnético para el almacenamiento de información.

5.6 CINTAS MAGNÉTICAS DE $Fe_{75}B_{15}Si_{10}$

Las curvas de histéresis obtenidas para las configuraciones longitudinal y transversal de las cintas magnéticas de $Fe_{75}B_{15}Si_{10}$ mostradas en la Figura 4.18 presentan una diferencia en la forma en la que se va magnetizando la muestra. Cuando el campo magnético externo es aplicado paralelo al largo de la cinta, la muestra alcanza la magnetización de saturación muy rápidamente. Sin embargo cuando el campo magnético es aplicado perpendicular a lo largo de la cinta, se requiere de más intensidad de campo magnético externo para magnetizar totalmente la muestra. Esta diferencia en las curvas



Implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante para la caracterización de Materiales Magnéticos

de histéresis obtenidas indica la presencia de la anisotropía magnética inducida al momento de su fabricación, determinando como eje de fácil magnetización la dirección en la que se fue depositando la aleación. Como ya se mencionó antes, debido a que la cinta es amorfa, no hay presencia de anisotropía magnetocristalina lo que se manifiesta en la curva de histéresis como campos coercitivos pequeños (en el eje de fácil magnetización). Estos resultados concuerdan con los resultados obtenidos previamente en la referencia [32].



CAPÍTULO 6: SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS

6.1 AUMENTO DE LA SENSIBILIDAD DEL MMV

De lo discutido en la parte de Fundamento Teórico, el voltaje inducido en las bobinas detectoras depende de la Función de Sensibilidad. Esta determina la facilidad con la que se induce un voltaje en el arreglo de bobinas y depende de ciertos parámetros como geometría de las bobinas, configuración de las bobinas utilizadas (Foner, Mallison, etc), distancia de separación entre las bobinas, distancia de separación entre la muestra y las bobinas (punto de ensilladura), número de vueltas y dimensiones de cada bobina, entre otros. De acuerdo a esto, y a los resultados obtenidos en el presente trabajo, las bobinas detectoras en la configuración de Foner, presentan una mayor estabilidad en la señal, es decir un mayor cociente señal-ruido, debido a que esta configuración puede eliminar ruidos electrónicos generados por la inestabilidad de la fuente del electroimán, que si serían detectados por las bobinas en la configuración de Mallison. Sin embargo, si no se tiene en cuenta los problemas instrumentales, como ruidos ocasionados por la fuente o por alguna otra señal electromagnética que pueda inducir un voltaje en las bobinas, sería recomendable utilizar las bobinas detectoras en la configuración de Mallison debido a que, por poseer un mayor número de bobinas, es capaz de detectar un mayor cambio de flujo magnético provocado por la muestra a estudiar. Esto detectaría cambios más pequeños en la magnetización de la muestra estudiada, aumentando así la sensibilidad del equipo.

El ruido electrónico en las mediciones disminuiría significativamente optimizando la construcción de las bobinas, es decir, estas tienen que ser simétricas y tener el mismo número exacto de vueltas cada una. Una buena fabricación de las bobinas aumentaría el cociente señal-ruido. Por otro lado si se desea ganar estabilidad en la señal, ubicando el punto de ensilladura de la configuración de bobinas utilizada, sería de gran utilidad contar con un desplazador x , y y z , que nos permita encontrar con una mayor exactitud el punto de ensilladura.



Se puede obtener un aumento de más de 200 en el cociente señal-ruido, fabricando unas bobinas en la configuración de Foner con una sección transversal de forma elíptica [33].

6.2 IMPLEMENTACIÓN DE UN RESERVORIO PARA REALIZAR MEDICIONES A BAJAS TEMPERATURAS

Con el fin de estudiar y verificar la dependencia de la magnetización de un material magnético con la temperatura, tal y como lo muestra la Función de Brillouin para los materiales paramagnéticos y la aproximación de Campo de Weiss en los materiales ferromagnéticos se recomienda la implementación de un reservorio o criostato para que la muestra sea sumergida en Nitrógeno líquido, esto permitirá que la temperatura de la muestra disminuya hasta 77 K. Una disminución en la temperatura provocará un aumento en la magnetización de saturación en una muestra ferromagnética. Una forma adicional de aumentar la sensibilidad del MMV utilizando una disminución de la temperatura sería enfriando de alguna manera las bobinas de detección. Una disminución de la temperatura en las bobinas disminuye la agitación térmica de los electrones dentro del cable de las bobinas que genera ruido electrónico. Esta disminución del ruido electrónico genera un aumento en el cociente señal-ruido del MMV.



CAPÍTULO 7: CONCLUSIONES

En la presente tesis se implementó un Magnetómetro de Muestra Vibrante (MMV) para el análisis de muestras magnéticas en forma de bulk, polvos y líquidos. La calibración de la señal inducida en las bobinas del MMV fue realizada midiendo la respuesta de un disco de Níquel en función de los parámetros: frecuencia de oscilación, amplitud de oscilación, forma de la onda de entrada, constante de tiempo del Lock – In y posición de la muestra. Con estos resultados se obtuvieron parámetros óptimos para la obtención de la curva de histéresis de una muestra magnética. Estos parámetros se muestran en la Tabla 6.1:

Tabla 7.1 Valores óptimos de operación del MMV

Parámetro	Valor Recomendado
Frecuencia de oscilación	Entre 20 y 40 Hz
Forma de la onda de entrada	Sinusoidal
Constante de tiempo del Lock – In	100 ms
Posición de la muestra	Punto de ensilladura de la configuración de bobinas

Para verificar el correcto funcionamiento del MMV se analizaron 2 muestras diferentes: Una cinta magnética amorfa de $Fe_{75}B_{15}Si_{10}$ y discos hechos de floppy disk de 5 mm de diámetro. Los parámetros más importantes de las curvas de histéresis obtenidos para estas dos muestras se presentan en la Tabla 7.2:

Tabla 7.2 Valores obtenidos para las muestras medidas con el MMV

	Discos magnéticos flexibles (floppy disk)	Cintas Magnéticas de $Fe_{75}B_{15}Si_{10}$
Campo Coercitivo (Oe)	750 ± 10	Longitudinal: $4 \pm 1 \text{ emu/g}$
Magnetización Remanente	$0.018 \pm 0.002 \text{ emu}$	La magnetización remanente es cero aproximadamente
Saturación	$0.025 \pm 0.010 \text{ emu}$	Transversal: $100 \pm 10 \text{ emu/g}$ Longitudinal: $128 \pm 8 \text{ emu/g}$

El MMV puede medir cambios de magnetización de 10^{-3} emu .



REFERENCIAS

- [1] M. Baibich *et al.* *Physical Review Letters*, **61**, (21), November 1988, 2472-2475.
- [2] S. Foner, *Rev. Sci. Instrum.* **27**, 548 (1956)
- [3] S. Foner, *Rev. Sci. Instrum.* **30**, 548 (1959)
- [4] R. Fernández, E. Monteblanco, H. Sánchez, R. Ochoa y A. Gutarra. *REVCIUNI*, Vol. 10, No1, (2006)
- [5] Tesis de Maestría en Física, E. Monteblanco, Universidad Nacional de Ingeniería, 2007
- [6] J. Kerr, *Philos. Mag. J. Sci.* **5**, 321 (1877); 5,161 (1878)
- [7] S. D. Bader, *J. Magn. Magn. Mater.* **100**, 440, (1991)
- [8] Mathias Getzlaff, “*Fundamentals of magnetism*”, Caps. 2, 5, 8; Spriger, New York, 2008
- [9] Stephen Gasiorowicz, “*Quantum Physics*”, Págs. 246-250, John Wiley & Sons, Inc., 2003
- [10] Stephen Blundell, “*Magnetism in Condensed Matter*”; Cap. 2, 5; Oxford University Press, 2003
- [11] Neil W. Ashcroft, N. David Mermin, “*Solid State Physics*”, Págs. 645-650. Saunders College, Philadelphia, 1976
- [12] B. D. Cullity, C. D. Graham, “*Introduction to magnetic materials*”, Págs. 87-101, 383, John Wiley & Sons, Inc., Canada, 2009
- [13] K. H. J. Buschow, F. R. de Boer, “*Physics of Magnetism and Magnetic Materials*”; Págs. 11-17, 78-79, New York: Kluwer Academic Publishers
- [14] V. Tognetti, F. Borsa, “*Magnetic Properties of Matter*”, Págs. 520-531, World Scientific 1987.
- [15] A. Niazi, P. Poddar and A. K. Rastogi, *Current Science*, Vol. 79, N° 1, 10 July 2000
- [16] A. Rosales Rivera, J. A. Restrepo, M. A. Sanin, O. E. Patiño, *Rev. Colombiana de Fís.*, Vol. 38, No. 1 (2006) pp. 77-80
- [17] D. O. Smith, *Rev. Sci. Instr.* **27**, 261 (1956)
- [18] M. Springfold, J. R. Stockton, W. R. Wampler, *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, Vol. 4, 1971, 1036.
- [19] A. Zieba and S. Foner, *Rev. Sci. Instr.* **53**(9), 1344 – 1354 (1982)
- [20] Mallinson J., *J. Appl. Phys.* **37**, 2514 – 5, 1966



Implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante
para la caracterización de Materiales Magnéticos

-
- [21] Xiaonong Xu, Aimin Sun, Xin Jin, Hongchang Fan and Xixian Yao, *Rev. Sci. Instrum.* **67**(11), 3914 (1996)
- [22] Bowden, G. J., *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 1972, **5**, 1115 – 1119.
- [23] *Mathematical Methods for Physicists*, G. Arfken. Academic Press. New York and London. 1980.
- [24] Andrzej W. Pacyna, *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, Vol. 15, 1982, 663.
- [25] A. W. Pacyna and K. Reubenbahuer, *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, Vol. 17, 1984, 141.
- [26] E. E. Bragg and M. S. Seehra. *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, 1976, **9**, 216
- [27] M. W. Garret, *J. Appl. Phys.* **38**, 2563 (1967)
- [28] Adrian C. Melissinos, Jim Napolitano, “Experiments in Modern Physics”, Págs. 144-146. Academic Press. New York and London. 2003
- [29] Manual del Lock – In AMETEK 5209. Ametek Advanced Measurement Technology, Inc. 2002.
- [30] M. A. Sanín, H. Márquez R. Tesis de Ingeniería Electrónica, Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Ingeniería Electrónica y Arquitectura, 2003
- [31] C. Johansson, M. Hanson, *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. **30**, N° 2, 1064, 1994.
- [32] Tesis de Maestría en Física, O. Moscoso, Universidad Nacional de Colombia, 2009.
- [33] S. Foner, *Rev. Sci. Instrum.* **45**, No.9, 1181-3, 1974