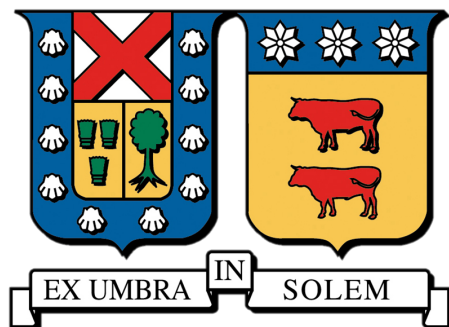




UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA
DEPARTAMENTO DE FÍSICA

EFEECTO DE LA DIRECCIÓN DEL EJE DE ANISOTROPÍA
MAGNÉTICA Y EL TRATAMIENTO TÉRMICO EN CINTAS RICAS EN
COBALTO

TESIS PARA OPTAR AL TÍTULO MAGISTER EN CIENCIAS MENCIÓN FÍSICA

AUTOR

PAUL IGNACIO CARVAJAL MORALES

DIRECTOR DE TESIS

DR. CARLOS GARCIA GARCIA

VALPARAÍSO DE CHILE, 2025

Agradecimientos

Quisiera expresar mi más sincera gratitud a todas las personas que me acompañaron y apoyaron durante la realización de esta tesis.

En primer lugar, destaco el acompañamiento del Dr. Carlos García García, mi profesor guía, por su orientación constante, su paciencia y la confianza depositada en mi trabajo. Sus consejos y experiencia fueron esenciales para el desarrollo de este proyecto.

También valoro profundamente el apoyo del equipo de magnetismo experimental de la Universidad Técnica Federico Santa María, en particular de Cristian Romanque, Damián Melo e Ignacio Radic, por su disposición, colaboración y los valiosos aportes que hicieron en distintas etapas del proceso.

A María Catalina Sepúlveda, mi compañera, mi amor y mi apoyo incondicional: gracias por tu paciencia, tu compañía constante y tu fuerza silenciosa. Estuviste presente en los momentos más difíciles y tu presencia fue clave para seguir adelante.

A mis amigos, especialmente José De los Santos, por estar ahí en momentos de crisis, con lucidez y disposición para ayudarme a corregir errores que yo había pasado por alto. A Juan Chiappe y Miguel Figueroa, por caminar junto a mí durante todo este proceso, con planteamientos físicos, discusiones estimulantes y una amistad que siempre supo hacerse presente.

Mi gratitud más profunda va también a mi madre y a mis abuelos, cuyo esfuerzo y sacrificio han sido fundamentales para que pudiera estudiar. A mi hermana, tios y tias, mis primos y al resto de mi familia, por su amor, su apoyo constante y por sostenerme incluso en la distancia. Gracias por creer en mí incluso cuando yo dudaba.

Finalmente, extendiendo un reconocimiento a quienes hacen posible la investigación científica. Agradezco a la Dirección de Postgrado de la Universidad Técnica Federico Santa María por el respaldo brindado a través del Programa de Iniciación a la Investigación Científica (PIIC), así como al proyecto FONDECYT N°() por los incentivos económicos que nos permiten realizar investigación.

Esta tesis es tanto un logro personal como el reflejo del acompañamiento de muchas personas, a quienes llevaré siempre con gratitud.

Tabla de Contenidos

1. Introducción y estado del arte	9
1.1. Materiales Magnéticos	10
1.2. Curva de Histéresis	15
1.3. Diagramas FORC	17
1.4. Cambios producidos por efecto del por recocido en diagramas FORC	21
1.5. Técnica de fabricación Melt spinning	23
1.6. Magneto-impedancia	24
2. Técnicas experimentales	30
2.1. Magnetómetro de inducción	30
2.2. Medida de Magnetoimpedancia	34
2.3. Sistema de medición de magnetoimpedancia gigante (GMI)	39
2.4. Programa de control	41
3. Resultados y discusión	46
3.1. Efecto de la dirección de anisotropía en cintas Metglas 2714A	46
3.1.1. Preparación de las cintas metglas 2714A	46
3.1.2. Efectos de la dirección de anisotropía en cintas metglas 2714A	47
3.2. Efecto del recocido por corriente en cintas CoFe	58
3.2.1. Estudio experimental de cintas CoFe recocidas	59
3.3. Conclusiones	67

Lista de Tablas

3.1. Valores del campo de anisotropía H_k y variación de impedancia con respecto al ángulo de corte de la cinta medidas a 30 MHz.	49
3.2. Tabla resumen de campos de anisotropía y variación de pico de magnetoimpedancia para muestras cortadas a 0° y 90° para distintas frecuencias y anchura de la cinta.	53
3.3. Profundidad de penetración por efecto skin δ μm para distintas frecuencias con $\mu_r = 10000$	57
3.4. Valores de temperatura T y densidad de corriente J con respecto a la corriente de recocido I_{an}	59
3.5. Valores de H_c y remanencia normalizada M_r en función de la corriente de recocido aplicada I_{an}	61
3.6. Valores máximos del pico de magnetoimpedancia gigante (GMI pico Max) en función de la corriente de recocido para una cinta de CoFe, Medidas a 30 MHz	65

Lista de Figuras

1.1. Bosquejo simple de una estructura ordenada (cristalina) y una sin orden periódico (amorfa)	10
1.2. Estructura de dominios en un material ferromagnético antes y después de aplicar un campo externo B_0 . Inicialmente, los dominios tienen orientaciones arbitrarias. Al aplicar B_0 , los dominios se alinean progresivamente en su dirección.	12
1.3. a) Magnetostricción positiva. b) Magnetostricción negativa. c) Magnetostricción nula.	14
1.4. Curva de histéresis donde la magnetización de saturación es M_0 la magnetización espontaneo o de remanencia M_r y el Campo coercitivo H_c	16
1.5. Comparación de las curvas de histéresis, para muestras ricas en cobalto, hierro y cobalto-hierro.	17
1.6. Curva FORC	18
1.7. Diagrama de dominio único no interactuante	19
1.8. Diagrama FORC dominio único con interacción entre partículas magnéticas que la componen.	20
1.9. Diagrama FORC dominio único interactuante con el campo externo	20
1.10. Ejemplo de diagrama FORC con multidominio de resolución normal, donde se observa un pequeño desplazamiento positivo debido a la viscosidad magnética además del contorno divergente.	21

1.11. Diagramas FORC para cintas de $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$ recocidas a 520 °C durante diferentes tiempos. (a) Diagrama FORC para 15 min, con menos del 1 % de cristalización (muestra B). (b) Diagrama FORC para 30 min, con aproximadamente un 60 % de cristalización (muestra C). (c) Diagrama FORC para 60 min, con más del 99 % de cristalización (muestra D).	22
1.12. Bosquejo de simple de setup melt spinning	23
1.13. Proceso ilustrativo de producción de doble pico	27
1.14. Curvas características de magneto-impedancia	28
1.15. Representación esquemática de anisotropía helicoidal, donde el eje fácil de magnetización rota a lo largo del espesor.	28
1.16. Dependencia del valor experimental del cociente GMI en función del ángulo de anisotropía helicoidal calculado.	29
2.1. Magnetómetro de inducción con todos su componentes.	31
2.2. a) Curva de histéresis obtenida bajo excitación sinusoidal. Se realiza un seguimiento de puntos clave como la saturación positiva (C) y negativa (A), así como los campos coercitivos positivo (B) y negativo (D), lo que permite identificar el comportamiento típico del material frente a un ciclo completo de magnetización. b) Curva FORC generada a partir de una señal sinusoidal modulada por una señal tipo sierra. Se realiza un seguimiento de los campos de reversión (A–H), que abarcan desde la saturación negativa hasta la positiva, permitiendo analizar con mayor detalle los procesos de inversión de la magnetización	33
2.3. Esquema de analizador de redes vectoriales.	38
2.4. Sistema de medición de GMI con sus distintos dispositivos conectados	40
3.1. Cinta Metglas 2714A con estrías horizontales.	47
3.2. Ángulo de corte para pequeños trozos de la cinta.	47
3.3. Curva de magneto impedancia a frecuencia de 30 MHz, para cintas Metglas 2714A cortadas a distintos angulos.	48
3.4. Campo de anisotropía con respecto al angulo de corte para cintas Metglas 2714A medidos a 30 MHz	48

3.5. Curvas de magnetoimpedancia medidas a distintas frecuencias en cintas Metglas 2714A 90°, a) 5-100 MHz para el gráfico en 2D, b) 1-100 MHz para gráfico en 3D.	50
3.6. Curvas de magnetoimpedancia medidas a distintas frecuencias en cintas Metglas 2714A 0°, a) entre 5-100 MHz para el gráfico 2D, b) 1-100 MHz para el 3D.	51
3.7. Curva de magneto impedancia medidas a distintas frecuencias cinta Metglas 2714A 90° con 2 mm de ancho a) 5-100 MHz en vista 2D b) 1-100 MHz en vista 3D.	52
3.8. Curvas de magnetoimpedancia medidas a distintas frecuencias en cinta Metglas 2714A 0° con 2 mm de ancho a) 5-100 MHz en vista 2D. b) 1-100 MHz en la vista 3D.	52
3.9. Curvas de histéresis cintas metglas, cortadas 0° y 90° con respecto a las estrías	53
3.10. Diagrama FORC a) 90° b) 0°.	54
3.11. Temperatura V/S corriente de recocido para cinta magnética CoFe	58
3.12. Curvas de histéresis para muestras CoFe de acuerdo a su corriente de recocido.	59
3.13. Distribución del Campo Coercitivo y de la remanencia normalizada de acuerdo a su corriente de recocido (Annealing)	60
3.14. evolución de la curva de histéresis para corriente de recocido a) 440, 480 y 560 mA y b) 600, 640 y 680 mA	60
3.15. Evolución de Diagrama FORC para una cinta CoFe. a) recocido 440 mA b) recocido 480 mA c) recocido 560 mA d) 600 mA e) 640 mA f) 680 mA.	62
3.16. Curvas de magneto impedancia respecto a su corriente de recocido medidas a una frecuencia de 30 MHz.	64
3.17. Diagrama de bloques del programa LabVIEW del medidor de magnetoimpedancia (aplicar zoom)	68

Resumen / Abstract

Resumen

Esta tesis se centra en la caracterización magnética de cintas amorfas basadas en aleaciones de cobalto y hierro, fabricadas mediante enfriamiento ultrarrápido melt spinning. Se llevaron a cabo dos estudios experimentales, en los cuales se utilizaron curvas de histéresis, diagramas FORC (First Order Reversal Curve) y curvas de magnetoimpedancia gigante. En primer lugar, se investigó el efecto de la dirección de la anisotropía magnética con respecto a las estrías formadas durante el proceso de fabricación en cintas Metglas 2714A. Para ello, se cortaron muestras en diferentes ángulos respecto a dichas estrías. De acuerdo con los resultados obtenidos, el eje fácil de magnetización se presenta a 90° con respecto a las estrías. Esta orientación mostró un menor campo de anisotropía efectiva. En segundo lugar, se analizó el efecto del recocido por conducción de corriente continua en las propiedades magnéticas de otras cintas de composición CoFeSiB. Se observaron variaciones en las curvas de histéresis, los diagramas FORC y las curvas de magnetoimpedancia, reflejando la inducción de anisotropías, la relajación de tensiones internas y, para corrientes equivalentes a temperaturas superiores a 400°C , el inicio de procesos de cristalización.

Abstract

This thesis focuses on the magnetic characterization of amorphous ribbons based on cobalt-iron alloys, produced via rapid solidification using the melt spinning technique. Two experimental studies were carried out, employing hysteresis loops, First Order Reversal Curve (FORC) diagrams, and giant magnetoimpedance (GMI) curves. The first study explored the influence of the magnetic anisotropy direction relative to the striations formed during the manufacturing process of Metglas 2714A ribbons. For this purpose, ribbon samples were cut at various angles with respect to the striations. According to our results, the easy axis of magnetization appears at 90° to the striations. This orientation exhibited a lower effective anisotropy field. The second study analyzed the effect of current-annealing on the magnetic properties of other CoFeSiB ribbons. Changes were observed in the hysteresis loops, FORC diagrams, and magnetoimpedance curves, indicating the induction of anisotropies and the relaxation of internal stresses. For current values corresponding to temperatures above 400°C , signs of crystallization processes began to emerge.

Motivacion y objetivos

Motivación

Las cintas magnéticas a base de cobalto y hierro fabricadas por melt spinning son de gran interés para aplicaciones industriales debido a sus propiedades magnéticas como magnetostricción casi nula, muy baja coercitividad y altos valores de magnetoimpedancia. Por lo tanto, identificar la dirección de anisotropía magnética o cambios que puedan aparecer por efectos de corriente de recocido nos sirve para estudiar su uso en futuros sensores o microsensores.

Objetivo General

Caracterizar las propiedades magnéticas de cintas amorfas de base CoFe obtenidas por enfriamiento ultrarrápido, centrándose en la determinación de la dirección de anisotropía en las cintas Metglas 2714A y en el estudio de los cambios en las propiedades magnéticas inducidos por distintas corrientes de recocido en cintas de composición $(\text{Co}_{0,95}\text{Fe}_{0,05})_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$. Para ello, se emplearán técnicas de magnetometría, magnetoimpedancia y análisis de diagramas FORC.

Objetivos Específicos

- Diseñar e implementar un sistema de medición de magneto impedancia para la caracterización de las cintas amorfas.
- Obtener y analizar curvas de histéresis y diagramas FORC mediante un magnetómetro de inducción, con el fin de evaluar las propiedades magnéticas de las muestras.
- Obtener y analizar las curvas de magnetoimpedancia de las muestras para caracterizar su comportamiento.
- Identificar la dirección de anisotropía en las cintas Metglas 2714A y evaluar los efectos de la corriente recocido en las propiedades magnéticas de las cintas $(\text{Co}_{0,95}\text{Fe}_{0,05})_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$.

Capítulo 1

Introducción y estado del arte

En el presente proyecto de tesis, nos enfocamos en el estudio de **cintas magnéticas amorfas** producidas mediante enfriamiento ultrarrápido. Estas cintas, compuestas principalmente de cobalto y hierro (CoFe), poseen propiedades magnéticas excepcionales que las hacen muy atractivas para diversas aplicaciones tecnológicas. Entre sus características más destacadas se encuentran su baja coercitividad y una magnetostricción cercana a cero, lo que reduce significativamente las pérdidas de energía en dispositivos magnéticos [1].

Además, estas cintas exhiben un notable cambio en su impedancia cuando son sometidas a un campo magnético, debido a su anisotropía bien definida y su baja magnetostricción. Esta propiedad es clave para el desarrollo de sensores magnéticos de alta sensibilidad y otros dispositivos derivados [2].

Dado su potencial en aplicaciones tecnológicas, resulta fundamental comprender su comportamiento bajo distintas condiciones experimentales. En particular, las estructuras de dominio de los materiales ferromagnéticos amorfos, producidos por enfriamiento rápido, están fuertemente influenciadas por el acoplamiento entre la magnetostricción y las tensiones internas residuales generadas durante el proceso de fabricación. Este acoplamiento induce una dirección preferente de magnetización en la cinta, la cual puede ser modificada o incluso optimizada dependiendo de las condiciones a las que se somete el material [3].

Así, dichos parámetros físicos pueden ser modificados con el fin de mejorar la sensibilidad de los dispositivos, reducir su tamaño además de optimizar su desempeño en aplicaciones específicas. Para una detallada caracterización de los parámetros físicos relevantes, se emplean di-

versas técnicas experimentales como las curvas de histéresis, los diagramas FORC y las curvas de magnetoimpedancia, cuyo análisis y aplicación serán abordados en el presente trabajo.

1.1. Materiales Magnéticos

Sólidos magnéticos

Los sólidos son materiales que se forman a partir del enfriamiento de un líquido o vapor a una temperatura suficientemente baja como para que las fuerzas intermoleculares o interatómicas superen la agitación térmica, estabilizando así la estructura del material. En general, los sólidos se pueden clasificar en dos grandes grupos: cristalinos y no cristalinos [4]. Los sólidos cristalinos se caracterizan por la disposición ordenada de sus átomos o moléculas, lo que da lugar a una estructura que denominamos cristalina. Esta estructura presenta propiedades de periodicidad y simetría que se repiten en el espacio, formando un patrón regular. Dentro de los sólidos cristalinos, se pueden distinguir los monocristales, que son cristales individuales con un alto grado de orden y continuidad estructural, y los policristales, que consisten en aglomeraciones de pequeños cristales (o granos) orientados de forma desordenada entre sí. Esta organización influye directamente en sus propiedades físicas y mecánicas, como la dureza, la conductividad eléctrica y térmica, entre otras [4].

Por otro lado, los sólidos no cristalinos, carecen de una estructura cristalina ordenada. En estos materiales, los átomos o moléculas están dispuestos de manera desordenada, lo que se traduce en propiedades físicas que suelen diferir significativamente de las de los sólidos cristalinos. Dentro de esta clasificación se encuentran los amorfos, los cuales presentan propiedades únicas que serán abordadas más adelante.

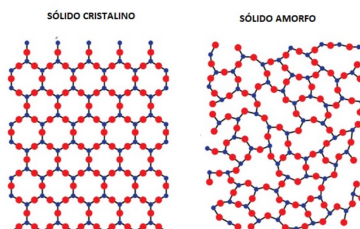


Figura 1.1: Bosquejo simple de una estructura ordenada (cristalina) y una sin orden periódico (amorfa)

En el caso de los sólidos magnéticos, estos pueden pertenecer tanto a la categoría de cristalinos como a la de no cristalinos. Una de sus propiedades más destacadas es su capacidad para responder a un campo magnético externo aplicado, lo que implica la aparición de un momento magnético en el material. Esta respuesta está asociada principalmente a los átomos o iones con capas electrónicas parcialmente ocupadas, como ocurre en los elementos de transición o en las tierras raras, o bien en aquellos con capas de valencia que contienen un número impar de electrones. En tales casos, estos átomos presentan un momento magnético total distinto de cero, lo que les permite interactuar con campos magnéticos.

La imantación representa la respuesta magnética de un material magnético frente a un campo externo. Si el sólido tiene un volumen V y está compuesto por n átomos, cada uno con un momento magnético m_i , la imantación M del material puede expresarse como la suma de todos los momentos magnéticos m_i dividida por el volumen V del sólido:

$$M = \frac{1}{V} \sum_{j=1}^n m_i \quad (1.1)$$

Además de la ecuación anterior tenemos una expresión para la magnetización o imanación relacionada con el campo magnético aplicado H dada por:

$$M = \chi H \quad (1.2)$$

Donde χ corresponde a la susceptibilidad magnética del material, la cual es una cantidad adimensional que indica el grado de sensibilidad a la magnetización, es bastante importante porque los sólidos magnéticos pueden ser clasificados por ella [5]. Para conocer la respuesta total ante un campo magnético excitador lo cuantificamos mediante la inducción magnética:

$$B = \mu_0(H + M) = \mu_0(1 + \chi)H = \mu_r H \quad (1.3)$$

Tenemos que tener en cuenta que μ es la permeabilidad magnética, μ_0 y μ_r representan la permeabilidad del vacío y relativa del material respectivamente, tanto la permeabilidad como la susceptibilidad pueden ser cantidades tensoriales.

Dentro de los materiales magnéticos se encuentran los ferromagnéticos, cuya principal

característica es su alta susceptibilidad magnética. Una de sus propiedades más destacadas es la presencia de imantación espontánea, es decir, que presentan magnetización incluso en ausencia de un campo magnético externo. La relación entre la magnetización y el campo magnético aplicado no es lineal y se describe mediante la conocida curva de histéresis [6].

En un material ferromagnético, la magnetización espontánea depende de la temperatura. A temperaturas bajas, se alcanzan valores de magnetización más altos debido a que los momentos magnéticos están alineados en una misma dirección. Sin embargo, al aumentar la temperatura, la agitación térmica dificulta este alineamiento, reduciendo progresivamente la magnetización. Finalmente, al alcanzar la temperatura de Curie (T_C), la magnetización espontánea desaparece, dando lugar a un estado paramagnético [5].

Estructura de dominio

El concepto de material ferromagnético, nos invita a pensar que los momentos magnéticos de los átomos constituyentes están orientados paralelamente, por lo que esperaríamos que la magnetización total siempre fuera máxima, sin embargo esto no siempre es así y se debe a la existencia de regiones conocidas como dominios magnéticos. Estos dominios como se muestran en la fig.1.2, pueden apuntar en distintas dirección disminuyendo la magnetización efectiva, pero si aplicamos un campo magnético externo, los podemos reorientar en la dirección del campo.

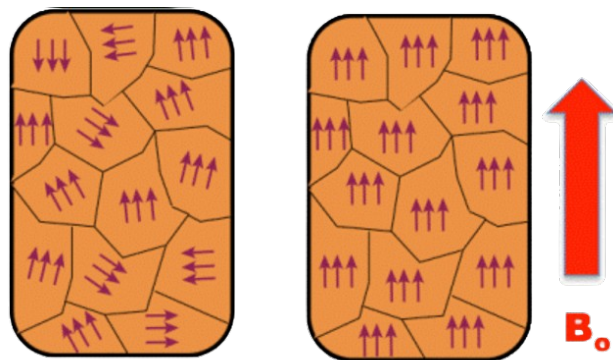


Figura 1.2: Estructura de dominios en un material ferromagnético antes y después de aplicar un campo externo B_0 . Inicialmente, los dominios tienen orientaciones arbitrarias. Al aplicar B_0 , los dominios se alinean progresivamente en su dirección.

Los dominios magnéticos están separados por regiones conocidas como paredes de dominio. Estas paredes constituyen la frontera entre dominios y son el lugar donde ocurre el cambio de

orientación de los espín. El grosor de las paredes está determinado por un balance de energías.

Las estructuras de dominio se forman como la consecuencia de una competencia entre energías implicada en los ferromagnéticos, el predominio de una sobre las otras, condicionará la forma de los dominios.

Las energías implicadas son:

- Energía de intercambio: Esta energía viene determinada por la orientación entre los espines. Para los ferromagnéticos el estado de mínima energía viene determinado por la orientación paralela de los espines.
- Energía de deformación magnetostrictiva: la magnetostricción es la variación de las dimensiones de un material al magnetizarlo. Dada una longitud l , la variación de esta sería Δl . Con esto, definimos la constante de magnetostricción como la razón entre la variación y la longitud:

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l}$$

A esta expresión la denominamos constante de magnetostricción. La energía está dada en función de la constante de magnetostricción saturada y el módulo de Young:

$$E = \frac{1}{2} Y \lambda_s^2 \quad (1.4)$$

El caso en que el orden de las estructuras de dominios permitan el aumento de la longitud de un material magnético en la dirección del campo, se conoce como magnetostricción positiva, por otro lado cuando la longitud disminuye bajo la misma condición se denomina magnetostricción negativa. Existe otro caso denominado magnetostricción nula o cercana a cero, en el cual el estiramiento y contracción del material son ínfimas. En estos materiales, pueden existir dominios con magnetostricción positiva y otros con magnetostricción negativa, de modo que sus efectos se compensan entre sí, como se observa en la Fig. 1.3.

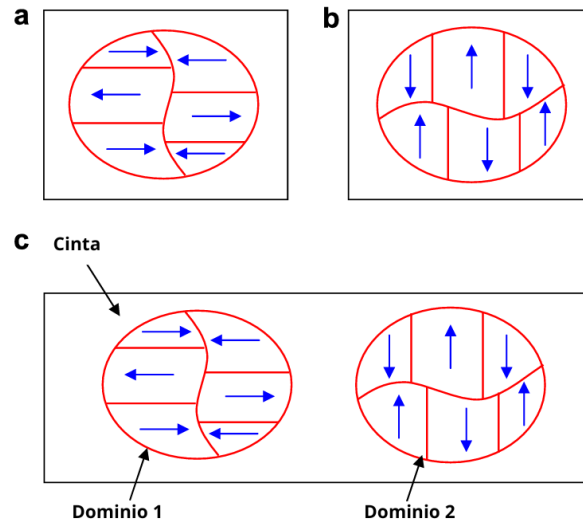


Figura 1.3: a) Magnetostricción positiva. b) Magnetostricción negativa. c) Magnetostricción nula.

- **Energía de anisotropía magnetocristalina:** Algunos materiales ferromagnéticos que presentan anisotropía magnetocristalina requieren más energía para magnetizarse en ciertas direcciones cristalográficas en comparación con otras. A esta diferencia de energía se le conoce como energía magnetocristalina y se define como la energía necesaria para rotar los momentos magnéticos fuera del eje fácil de magnetización, es decir, la dirección energéticamente más favorable. Sin embargo, la magnetización de saturación alcanzada es la misma para cualquier eje cristalográfico. Lo que varía es el campo magnético necesario para alcanzar dicha magnetización de saturación, dependiendo de la dirección en la que se aplique.
- **Energía magnetostática de forma:** Esta energía surge como resultado de la presencia de polos magnéticos, los cuales generan un campo desimanador, H_D , que tiene un sentido opuesto a la magnetización y es proporcional a su valor. Este campo interactúa con la magnetización, M_s , dando origen a una energía:

$$E_m = \mu_0 N_D \frac{M_s^2}{2} \quad (1.5)$$

donde N_D es el factor desimanador, que depende de la geometría de la muestra, y M_s es la magnetización de saturación. La energía magnetostática puede disminuir si la muestra se divide en dominios antiparalelos, de forma que se elimine la presencia de polos magnéticos.

- **Energía Zeeman:** Es la energía de un cuerpo magnetizado por un campo externo, es decir,

esta viene dada por la interacción de los momentos magnéticos atómicos de una muestra y el campo externo aplicado.

$$E_H = -\mu_0 M \cdot H \quad (1.6)$$

1.2. Curva de Histéresis

En un material ferromagnético que inicialmente presenta un momento magnético nulo, la aplicación de un campo magnético externo provoca que los dominios magnéticos comiencen a alinearse progresivamente, generando una magnetización. Este proceso sigue la llamada curva virgen, donde la magnetización aumenta gradualmente hasta alcanzar un estado de saturación, momento en el cual todos los dominios están completamente alineados en la dirección del campo aplicado [6].

Este proceso es irreversible. Una vez que los dominios se han alineado, si el campo magnético se reduce a cero, el material no retorna a su estado inicial. En cambio, se observa una magnetización residual conocida como magnetización remanente ($H = 0$). Si el campo magnético continúa disminuyendo en dirección opuesta, se llega eventualmente al punto donde la magnetización de la muestra se anula, conocido como el campo coercitivo negativo. Si el campo se sigue reduciendo aún más, se alcanza una nueva saturación, pero en esta ocasión con los dominios alineados en la dirección opuesta a la saturación inicial. Posteriormente, al llevar el campo de nuevo a cero, se observa una remanencia negativa. Al invertir nuevamente el campo y aumentarlo, se alcanza el campo coercitivo positivo, donde la magnetización es nuevamente cero, y, al continuar incrementándolo, se regresa al estado de saturación inicial [6], el proceso completo muestra en la Fig.1.4.

Este comportamiento cíclico, característico de los materiales ferromagnéticos, da lugar al ciclo de histéresis, que refleja las propiedades magnéticas del material bajo la influencia de un campo magnético variable.

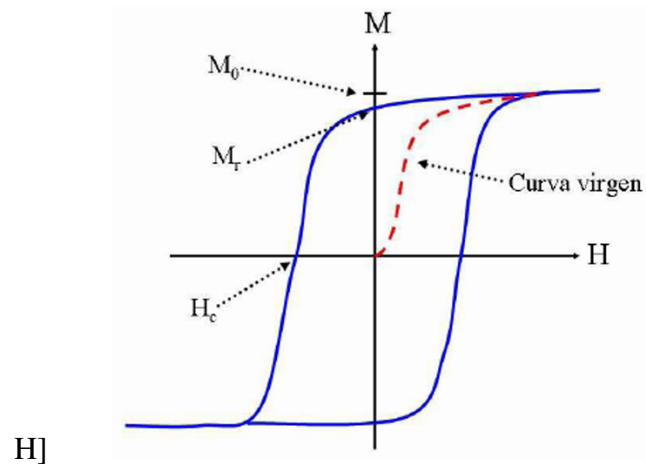


Figura 1.4: Curva de histéresis donde la magnetización de saturación es M_0 la magnetización espontáneo o de remanencia M_r y el Campo coercitivo H_c .

Comparativa de curva histéresis para Co-Rich, Fe-rich y CoFe-rich

Algunos materiales magnéticos amorfos se pueden clasificar como **Co-rich** (ricos en cobalto), **Fe-rich** (ricos en hierro) o **CoFe-rich** (ricos en cobalto y hierro) según su composición química. Las aleaciones Co-rich o Fe-rich contienen un alto porcentaje de cobalto o hierro, respectivamente, generalmente superior al 60–70 % de la composición total. En el caso de las aleaciones Co-rich, la presencia de hierro suele ser menor al 10 %. Sin embargo, cuando el contenido de hierro supera aproximadamente el 20 %, el material se considera una aleación CoFe-rich, debido a la contribución significativa de ambos elementos en sus propiedades magnéticas.

Se puede observar que en la Fig. 1.5 las curvas de histéresis para cintas magnéticas de composiciones químicas:

- **Co-rich:** $\text{Co}_{67}\text{Fe}_4\text{Mo}_2\text{Si}_{16}\text{B}_{11}$
- **CoFe-rich:** $\text{Co}_{47,6}\text{Fe}_{20,4}\text{Nb}_5\text{Si}_{5,1}\text{B}_{21,9}$
- **Fe-rich:** $\text{Fe}_{71}\text{Ni}_{14}\text{B}_{23}\text{Nb}_4$

En el caso de la cinta Co-rich, presenta una coercitividad significativamente menor en comparación con el resto de las aleaciones, con un valor de aproximadamente $3.2 \frac{\text{A}}{\text{m}}$, mientras que las aleaciones CoFe-rich y Fe-rich alcanzan valores de $23.9 \frac{\text{A}}{\text{m}}$ y $15.9 \frac{\text{A}}{\text{m}}$ respectivamente. Esta diferencia se atribuye a los distintos niveles de *tensión residual* generados durante el proceso de fabricación de

las aleaciones, producto del enfriamiento rápido, lo que se ve reflejado en las constantes magnetostriccionales, asociando las distintas coercitividades a la anisotropía magnetoelásticas[1].

- Co-rich: $\lambda_s = 0,02 \times 10^{-6}$
- CoFe-rich: $\lambda_s = 1,27 \times 10^{-6}$
- Fe-rich: $\lambda_s = 9,34 \times 10^{-6}$

En general, las aleaciones ricas en cobalto presentan una magnetostricción muy baja (casi nula), lo que favorece la formación de estructuras de dominio más homogéneas y una inversión de la magnetización dominada principalmente por la rotación de momentos magnéticos.

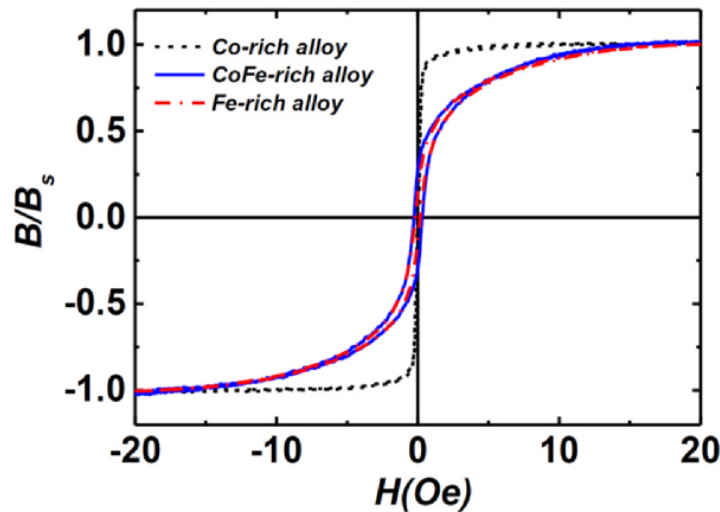


Figura 1.5: Comparación de las curvas de histéresis, para muestras ricas en cobalto, hierro y cobalto-hierro.

1.3. Diagramas FORC

Para explicar qué es un diagrama FORC, comenzaremos describiendo cómo se construye experimentalmente. El proceso inicia sometiendo una muestra a un campo de saturación H_s , con el propósito de eliminar cualquier magnetización remanente que pudiera estar presente en la muestra debido a mediciones previas o estados iniciales.

Una vez alcanzada la saturación, se reduce el campo magnético de manera controlada hasta llegar a un valor específico, denominado campo de inversión (H_{a1}). A partir de este punto, se

comienza a aumentar el campo magnético progresivamente hasta regresar a la saturación positiva (H_s).

Posteriormente, se repite el procedimiento, pero esta vez reduciendo el campo magnético a un nuevo valor de inversión (H_{a2}), que es menor que H_{a1} , y nuevamente se incrementa el campo hacia H_s . Este proceso se repite de manera sistemática, disminuyendo gradualmente el campo de inversión hasta alcanzar la saturación negativa.

Es importante destacar que cada curva generada desde un campo de inversión (H_a) hasta el campo de saturación (H_s) se denomina una curva FORC (First-Order Reversal Curve). Estas curvas constituyen la base del análisis para generar el diagrama FORC.

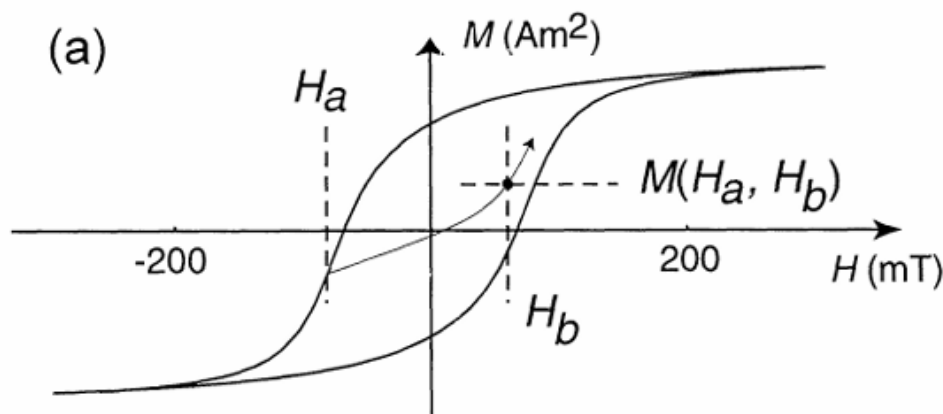


Figura 1.6: Curva FORC

Una vez obtenidas las curvas FORC, es necesario calcular la distribución FORC, la cual se define como la segunda derivada parcial mixta de la magnetización con respecto al campo de inversión y al campo aplicado en cada punto de la curva. Este procedimiento permite generar gráficos de contorno, conocidos como Diagramas FORC, el cual es una representación gráfica que permite estudiar las propiedades magnéticas de la muestra, como su distribución de coercitividad y las interacciones entre partículas magnéticas.

$$\rho(H_a, H_b) = -\frac{\partial^2 M(H_a, H_b)}{\partial H_a \partial H_b} \quad (1.7)$$

En los diagramas FORC, los ejes H_u y H_c suelen visualizarse como los “ejes cartesianos” del gráfico. El eje H_u representa las interacciones, mientras que H_c corresponde al campo coer-

citivo. Para obtener estos ejes a partir de las variables originales H_a y H_b , es necesario realizar un cambio de variables. Este cambio implica una rotación que debido a la forma la ecuación 1.7 definida de la siguiente manera:

$$H_u = \frac{H_a + H_b}{2}, \quad H_c = \frac{H_b - H_a}{2}. \quad (1.8)$$

Se utilizan las ec.1.7 y ec.1.8 siguiendo [7], para realizar el mapeo en algoritmo FORCinel.

Existen algunos modelos simulados y de algunas muestras que sirven para contrastar la información y que se muestran a continuación[8].

Diagrama dominio único no interactuante

Pertenece a una representación de un modelo donde no hay existencias de multidominios, sino que todas las partículas magnéticas contribuyen de manera coherente a un solo dominio. El hecho de que no sea interactuante hace referencia que dichas partículas, pese a generar un campo, no se afectan entre si. En un diagrama FORC presenta un pico prominente centrado en $H_u = 0$ (con $H_c > 0$), cuyas curvas de nivel, idealmente, no deberían mostrar ningún tipo de ensanchamiento alrededor de su posición en H_u . Esto refleja la ausencia de interacciones significativas entre las partículas del sistema [8].

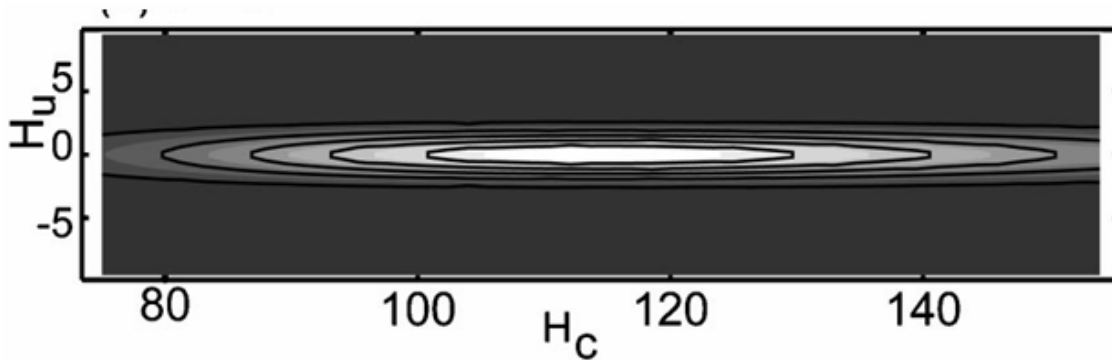


Figura 1.7: Diagrama de dominio único no interactuante

Diagrama dominio único interactuante localmente

En este caso, que también corresponde a un sistema de dominio único, las partículas magnéticas presentan interacciones entre sí; es decir, los campos generados por cada partícula afectan

a sus vecinas, este es el enfoque principal de este modelo. El diagrama muestra un pico central similar al caso no interactuante, pero ahora se observa claramente un ensanchamiento que evidencia la interacción magnética entre las partículas constituyentes [8].

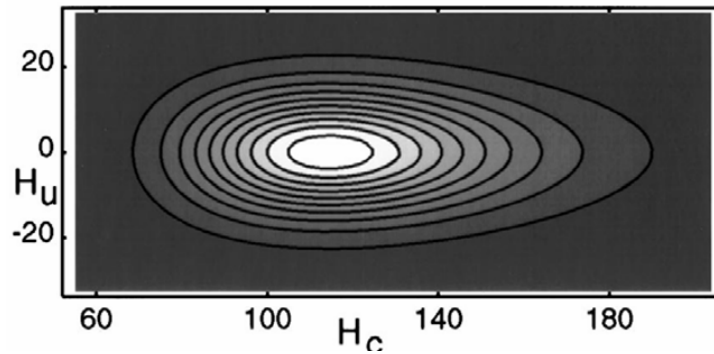


Figura 1.8: Diagrama FORC dominio único con interacción entre partículas magnéticas que la componen.

Diagrama dominio único interactuante campo externo

Este caso sigue siendo un dominio único, pero acá el enfoque principal es la interacción macroscópica, es decir, como se comportan las partículas en promedio con respecto a un campo aplicado, despreciando la interacción entre ellas. Muy similar al no interactuante, con un pico central tan solo que ahora tiende a tener un desplazamiento de $H_u = 0$ y también muestra pendientes en la elongación de los picos centrales rotándolos levemente [8].

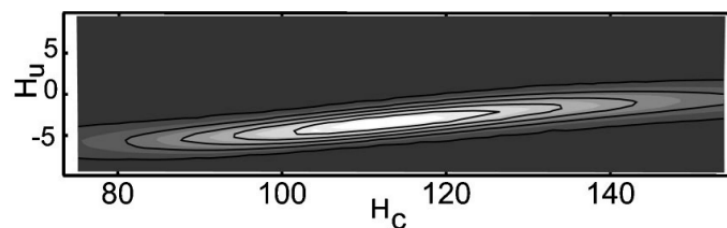


Figura 1.9: Diagrama FORC dominio único interactuante con el campo externo

Hay elementos comunes en los modelos de dominio único, que presentan un pico bien definido y los contorno se cierran alrededor de este.

Diagrama Multidominio

Como su nombre lo indica, en un sistema multidominio coexisten múltiples dominios magnéticos dentro del material. En este caso, se observa un ensanchamiento significativo en el eje H_u , lo que refleja la presencia de interacciones locales entre los dominios magnéticos. Estas interacciones, generalmente de naturaleza dipolar, generan una complejidad adicional en el comportamiento colectivo del sistema. Con respecto a la distribución de coercividades, se evidencia una amplia dispersión a lo largo del eje H_c . Esto podría ser debido a la diversidad de energías necesarias para mover las paredes de dominio. En comparación con los sistemas de dominio único, los contornos en los diagramas FORC de un sistema multidominio divergen notablemente, y los picos característicos de dominio único ya no están presentes, siendo reemplazados por patrones más difusos y distribuciones amplias [8].

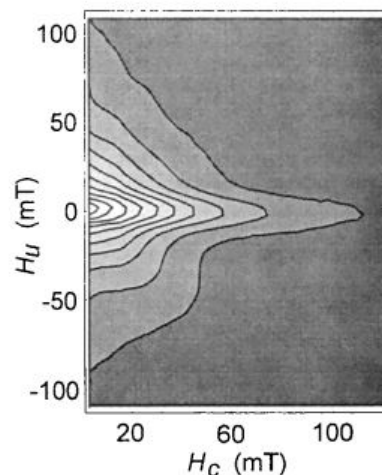


Figura 1.10: Ejemplo de diagrama FORC con multidominio de resolución normal, donde se observa un pequeño desplazamiento positivo debido a la viscosidad magnética además del contorno divergente.

1.4. Cambios producidos por efecto del por recocido en diagramas FORC

El proceso de recocido ya sea por calentamiento bajo horno, o por conducción de corriente, se utiliza para cambiar las propiedades magnéticas. Al realizar un recocido se puede producir una

crystalización lo que puede producir un cambio en la coercitividad [9], no solamente la coercitividad cambia, sino que al aumentar el tiempo de recocido la reestructuración de dominios, y la eliminación de tensiones residuales, pueden terminar en la aparición de nuevas fases coercitivas.

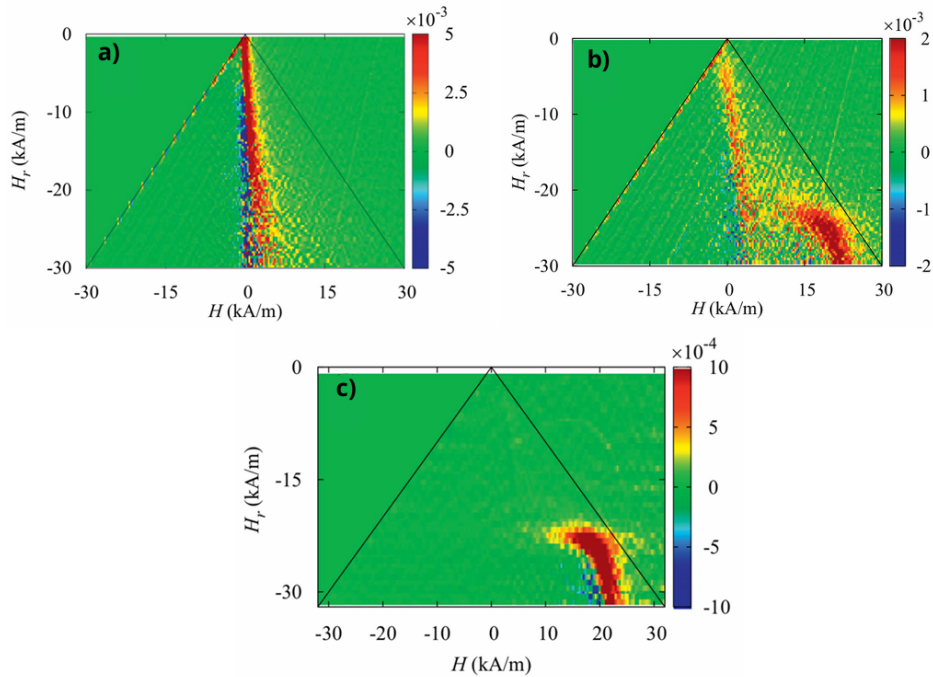


Figura 1.11: Diagramas FORC para cintas de $Co_{70}Fe_5Si_{15}B_{10}$ recocidas a 520 °C durante diferentes tiempos. (a) Diagrama FORC para 15 min, con menos del 1 % de cristalización (muestra B). (b) Diagrama FORC para 30 min, con aproximadamente un 60 % de cristalización (muestra C). (c) Diagrama FORC para 60 min, con más del 99 % de cristalización (muestra D).

En la Fig. 1.12, se observa claramente la transición desde una fase blanda a una fase dura, lo cual se debe a la cristalización inducida por el recocido. En particular, la muestra B, recocida durante 15 minutos, presenta una distribución muy cercana al campo externo de valor cero, lo que indica que aún se encuentra en fase amorfa. Como resultado, su coercitividad es extremadamente baja, aproximadamente 0,8 kA/m. Por otro lado, la muestra C, recocida durante 30 minutos, exhibe signos evidentes de cristalización, lo que se refleja en el diagrama FORC con la coexistencia de dos fases: una fase amorfa con coercitividad de aproximadamente 0,7 kA/m, similar a la observada anteriormente, y una fase más dura (ubicada a mayor campo externo) con una coercitividad cercana a 21,7 kA/m. Finalmente, la muestra D, sometida a un recocido de 60 minutos, donde la cristalización ya es completa, muestra la desaparición de la fase blanda (amorfa), observándose únicamente la fase con mayor coercitividad, alrededor de 22 kA/m [9]

1.5. Técnica de fabricación Melt spinning

El melt spinning es una técnica de fabricación de una solución metálica sólida que bajo condiciones normales son considerados estables, pero que con el tiempo o mediante cambios de variables termodinámicas como la temperatura u otras pueden transformarse en estructuras energéticamente más estables, es decir, son metaestables. El proceso de fabricación se basa en la fundición de una aleación, por medio de un horno de inducción, dicha aleación es extruida por una boquilla como un chorro delgado sobre un cilindro metálico giratorio. El cilindro metálico, por lo general, es de cobre y su interior es enfriado por agua o un material de alta conductividad térmica, este tambor o cilindro es de vital importancia, debido a que aquí se produce de la disipación del calor del material fundido, además este tambor gira permitiendo el avance de la aleación, luego de salir del tambor este se va enfriando por radiación y por transferencia de calor a un gas por lo general inerte, argón y con esto se logra forma la cinta [10].

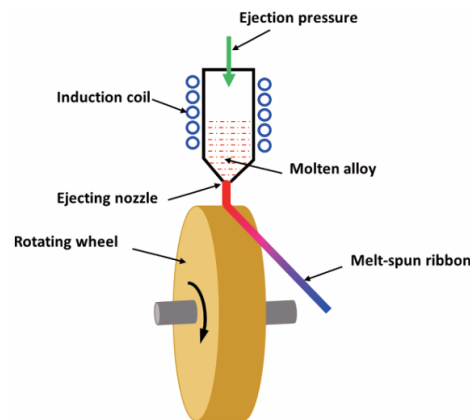


Figura 1.12: Bosquejo de simple de setup melt spinning

El proceso de melt spinning para la fabricación de cintas amorfas requiere una tasa de enfriamiento extremadamente alta para garantizar que el material solidifique sin formar estructuras cristalinas. Este enfriamiento rápido previene tanto la nucleación, es decir, el nacimiento de pequeños cuerpos sólidos dentro del material, como el crecimiento de estas estructuras mediante la incorporación de nuevas moléculas. De este modo, se evita la cristalización y se logra una solidificación que conserva la estructura amorfa del material, una propiedad clave para las aplicaciones específicas de estas cintas [10].

La tasa de enfriamiento en este proceso generalmente oscila entre 10^4 y $10^7 \frac{K}{s}$, y su control depende de varios factores críticos. Uno de los más importantes es la velocidad de giro del tambor de enfriamiento, ya que esta determina el tiempo de contacto entre el material fundido y la superficie del tambor, influyendo directamente en el espesor final de la cinta. Otro factor es la tasa de vertido del material fundido, que a su vez se regula mediante el diámetro de la boquilla y la presión con la que se extruye el material [10].

Además, un elemento fundamental es la transferencia de energía entre los materiales en contacto. Por un lado, está el intercambio térmico entre el material fundido y la superficie del tambor, que afecta la rapidez con la que el material pierde calor. Por otro lado, está la conductividad térmica del tambor y el material en su interior, que juega un papel crucial en la disipación del calor hacia el entorno. Una conductividad térmica adecuada del tambor asegura que el calor sea transferido eficientemente desde el material fundido hacia el sistema de enfriamiento, contribuyendo al mantenimiento de una alta tasa de enfriamiento constante durante todo el proceso[10].

1.6. Magneto-impedancia

¿Que es la magneto impedancia?

Cuando un material ferromagnético es atravesado por una pequeña corriente alterna, se observa un cambio significativo en su impedancia al someterlo a un campo magnético externo. Este fenómeno es conocido como magnetoimpedancia gigante (GMI).

Para comprender este efecto, partamos de lo fundamental: al hacer circular una corriente alterna I_{AC} con velocidad angular ω a través de un conductor, esta genera un campo magnético H_{AC} perpendicular al flujo de la corriente. Este campo magnético induce, a su vez, un campo eléctrico que genera una nueva corriente en el material. Estas corrientes inducidas pueden superponerse a la corriente original, ya sea de forma constructiva o destructiva, lo que da lugar al fenómeno conocido como el efecto piel(*skin effect*).

La densidad de corriente está dada por la ecuación:

$$J_z = J_0 e^{-\frac{x}{\delta}} e^{-j\frac{x}{\delta}}, \quad (1.9)$$

donde:

- J_z representa la densidad de corriente en la dirección z .
- x es la coordenada en la dirección perpendicular a la superficie del conductor.
- δ es el parámetro conocido como la **profundidad de penetración** (*skin depth*).
- j la unidad imaginaria.

En esta expresión, la corriente disminuye exponencialmente al penetrar en el material desde la superficie ($x = 0$), indicando que la densidad de corriente es mayor cerca de la superficie. El parámetro δ caracteriza la profundidad a la que las corrientes alternas penetran significativamente en el conductor. Este parámetro está dado por la siguiente ecuación para una configuración de un material magnético conductor de geometría del tipo prisma rectangular:

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega \sigma \mu}} \quad (1.10)$$

donde:

- σ Conductividad de material.
- μ Permeabilidad del material.
- ω frecuencia angular.

Como conclusión, la corriente tiende a circular por la superficie del material, modificando la impedancia de la muestra debido a que se restringe a una región limitada del área transversal del conductor. La impedancia es inversamente proporcional a esta región confinada, lo que implica que depende directamente de la frecuencia, la conductividad y la permeabilidad magnética. Esta última puede variar por efecto de un campo externo.

La dependencia de la impedancia con respecto al campo externo H_{DC} se analiza considerando una magnetización confinada en el plano, con una anisotropía orientada transversalmente a la dirección de la corriente y del campo externo aplicado. Además, se incluye el efecto de un campo de anisotropía H_k , definido como el campo necesario para reorientar el momento magnético efectivo de la muestra en la dirección del campo externo.

La impedancia total del sistema puede expresarse[11]:

$$Z(\mu, f) = R_{dc} \cdot ka \cdot \coth(ka) \quad (1.11)$$

donde:

- R_{dc} es la resistencia en corriente continua del material.
- k es el número de onda complejo del sistema, dado por $k = \frac{1}{\delta}(1 + j)$.
- a representa la mitad del grosor del conductor.

Dependencia de la GMI a $H_{DC} = 0$

Como se mencionó anteriormente, al hacer circular una corriente pequeña I_{AC} se genera un campo H_{AC} perpendicular a la corriente. Debido a que la anisotropía es transversal a la corriente, los dominios tienden a estar parcialmente alineados en esa dirección en ausencia de un campo externo H_{DC} , esto implica que el momento magnético efectivo M se encuentra paralelo a H_{AC} . Considerando que H_{AC} es más pequeño que el campo de anisotropía, no habrá ningún cambio respecto a la dirección de M , y seguirá alineado con la anisotropía uniaxial. Por lo tanto, la permitividad será baja, al igual que la impedancia.

Dependencia de la GMI a $0 < H_{DC} < H_k$

Con las condiciones previamente descritas, ahora aumentamos un poco el campo tal que $H_{DC} < H_{AC}$. De esta manera, se logra rotar el momento magnético. Es importante mencionar que el ángulo de rotación depende de la intensidad relativa entre H_{DC} y H_k . El campo H_{AC} produce una oscilación de M respecto a su posición de equilibrio. La rotación y oscilación de M provoca un incremento en la permitividad $\mu = \mu_t \mu_0$ y, por ende, también en la impedancia. Esta permitividad crecerá proporcionalmente al campo H_{DC} .

Dependencia de la GMI a $H_{DC} = H_k$

En este caso, la intensidad del campo H_{DC} logra compensar la anisotropía y dirección el momento magnético efectivo en la dirección del campo H_{DC} . Al tener más libertad, el momento

se moverá guiado por el campo H_{AC} . Por lo tanto, μ_t junto con la impedancia alcanzarán su mayor valor.

Dependencia de la GMI a $H_{DC} > H_k$

Finalmente, cuando H_{DC} es superior a H_k , el momento magnético M permanece en la dirección del campo H_{DC} . A medida que este último aumenta, solo se logrará fijar más la magnetización, lo que hará que μ_t disminuya. Como resultado, también disminuirá la impedancia.

Una de las consecuencias de la dependencia de δ con respecto a μ_t es que la anisotropía determinará, de manera cualitativa, la forma de la curva. En el caso descrito anteriormente, cuando la corriente y el campo externo están fuera de la dirección de anisotropía, se observarán dos picos prominentes de impedancia en $H_{DC} = \pm H_k$.

Por otro lado, si la corriente y el campo externo estuvieran alineados con la dirección de anisotropía, los dominios magnéticos ya estarían parcialmente orientados con el campo externo. En este caso, al incrementar el campo, simplemente se fijaría más la imanación, lo que produciría una disminución de μ_t . Esto implicaría, a su vez, una reducción de la impedancia, y la curva presentaría únicamente un pico en $H_{DC} = 0$ esto se puede ver en la Fig.1.14b) .

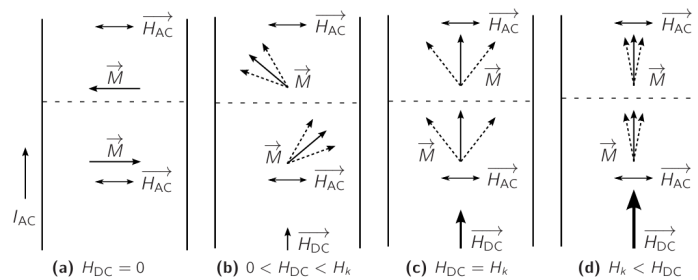


Figura 1.13: a) Dependencia del GMI a $H_{DC} = 0$. b) Dependencia del GMI a $0 < H_{DC} < H_k$. c) Dependencia del GMI a $H_{DC} = H_k$. d) Dependencia del GMI a $H_{DC} > H_k$. [12]

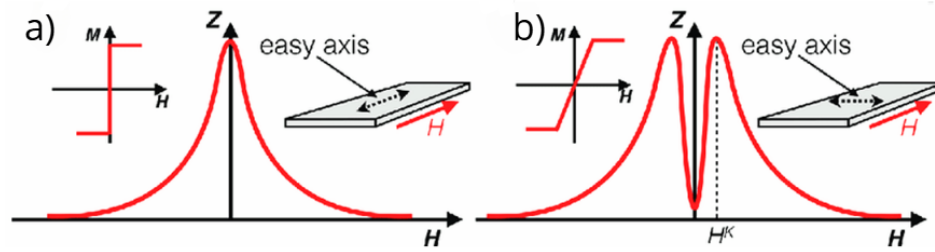


Figura 1.14: Curvas características de magneto-impedancia a) Campo magnético y corriente aplicados en la misma dirección de la anisotropía (anisotropía longitudinal). b) Campo magnético y corriente aplicadas perpendicular (dentro del plano) a la dirección de anisotropía (anisotropía transversal). [13]

Además de las anisotropías anteriormente descritas, también se puede encontrar otro tipo conocida como anisotropía helicoidal. Este tipo de comportamiento se caracteriza por una rotación progresiva del eje fácil de magnetización a lo largo del espesor del material. Es decir, la dirección preferencial de magnetización varía de manera continua formando una hélice, como se ilustra en la Figura 1.15.

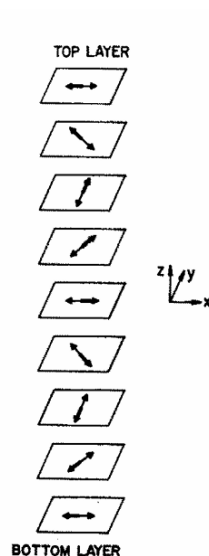


Figura 1.15: Representación esquemática de anisotropía helicoidal, donde el eje fácil de magnetización rota a lo largo del espesor.

La densidad de energía asociada a esta anisotropía puede expresarse mediante el siguiente modelo de energía magnética total:

$$U = -K_U \cos^2(\theta - \varphi) - hm \quad (1.12)$$

$$= -K_U \cos^2(\theta - \varphi) - h_{\text{axial}} \cos(\theta) - h_{\text{circ}} \sin(\theta) \quad (1.13)$$

donde:

- K_U es la constante de anisotropía uniaxial,
- m es la magnetización de saturación,
- φ es el ángulo entre el eje de anisotropía y el eje del alambre,
- θ es el ángulo entre el vector de magnetización m y el eje del alambre,
- h_{axial} y h_{circ} son las componentes axial y circular del campo aplicado.

En el trabajo de [14], se estudió este tipo de anisotropía en un microhilo magnético amorfo de composición $\text{Co}_{69,5}\text{Fe}_{3,9}\text{Ni}_{1,8}\text{B}_{11,8}\text{Si}_{10,8}\text{Mo}_2$. Se analizaron diferentes relaciones geométricas caracterizadas por el parámetro ρ , definido como la razón entre el diámetro del núcleo metálico y el diámetro total del microhilo (incluyendo el recubrimiento vítreo).

Este estudio permitió establecer una correlación entre el ángulo φ (dirección del eje fácil respecto al eje del hilo) y el valor de ρ . Como resultado, se observó que los máximos valores del efecto GMI coincidían con ángulos de anisotropía helicoidal cercanos a 62° , tal como se muestra en la Figura 1.16.

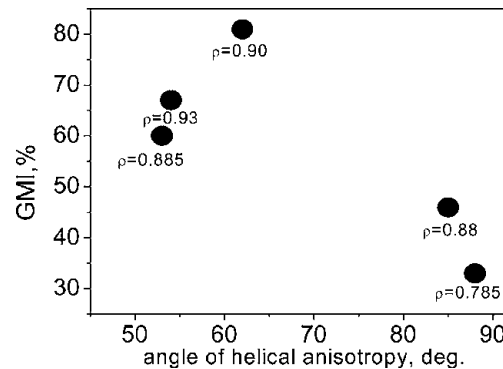


Figura 1.16: Dependencia del valor experimental del cociente GMI en función del ángulo de anisotropía helicoidal calculado.

Capítulo 2

Técnicas experimentales

Con el objetivo de estudiar las cintas magnéticas fabricadas mediante el método de melt spinning, se empleó el magnetómetro de inducción desarrollado y patentado por nuestro grupo de investigación en magnetismo de la Universidad Técnica Federico Santa María. Este instrumento permite medir las curvas de histéresis y diagramas FORC para realizar una caracterización precisa de las propiedades magnéticas de las cintas.

Adicionalmente, se implementó un sistema de medición de magnetoimpedancia gigante para completar el análisis, proporcionando una visión detallada del comportamiento de la impedancia bajo diferentes condiciones de campo magnético aplicado.

2.1. Magnetómetro de inducción

Para llevar a cabo nuestra experimentación, se empleó el magnetómetro de inducción, instrumento diseñado para realizar caracterizaciones detalladas de materiales magnéticos a través del análisis de curvas de histéresis y diagramas FORC, las cuales permiten obtener información esencial sobre el comportamiento magnético de los materiales, como la coercitividad y distribución de coercitividad, la remanencia, saturación magnética e identificar de manera cualitativa la existencia de interacciones magnéticas entre partículas o dominios magnéticos.

Descripción del Magnetómetro de Inducción

El magnetómetro funciona basado en la ley de Faraday-Lenz, donde el voltaje inducido en la muestra es medido para inferir su magnetización. Sus componentes principales incluyen una bobina de inducción, una bobina pick-up, una bobina de compensación, un generador de señales, un amplificador y un adquisidor de señales.

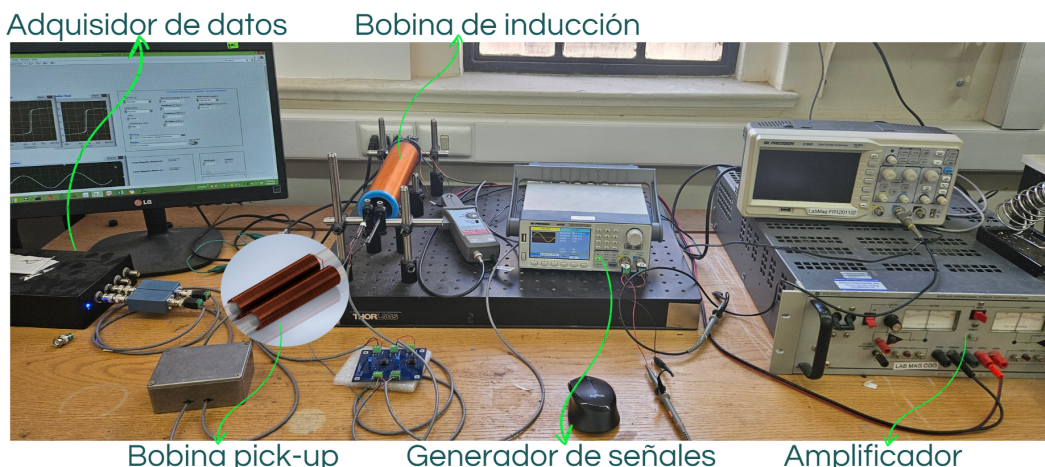


Figura 2.1: Magnetómetro de inducción con todos su componentes.

- **Bobina de inducción:** La bobina de inducción es un dispositivo que genera un campo magnético alterno cuando una corriente alterna circula por ella. Este campo magnético es esencial para magnetizar las muestras que se quieren analizar, el campo generado es homogéneo a lo largo de la bobina y además tiene intensidad suficiente para alcanzar la saturación magnética de las muestras. La bobina de inducción cuenta un diseño sencillo pero efectivo: mide 25 cm de largo, tiene un radio de 2 cm y está fabricada con un hilo de cobre de 14 mm de diámetro. Esta bobina puede generar un campo magnético de aproximadamente 60 Oe. Además, cuenta con un núcleo de aire, lo que facilita la inserción de las muestras en su interior junto con los sensores encargados de captar las señales que estas producen.
- **Bobina pick-up y Bobina de compensación:** La bobina pick-up, o captadora, tiene como función medir el voltaje inducido generado por la muestra. Por otro lado, la bobina de compensación se encarga de anular el voltaje inducido que proviene de la propia bobina pick-up, de modo que al realizar las mediciones solo se registre el voltaje inducido por la muestra en sí. Para lograr la compensación, se utiliza un dispositivo electrónico, que nos permite

amplificar o disminuir la señal inducida en la bobina de compensación de manera individual, dicha amplificación es controlada por una resistencias variables, luego conectamos de tal forma que la señal de voltaje de la bobina compensadora se reste al voltaje de la bobina captadora (pick-up), en el proceso de calibración se realiza sin la muestra en el interior de la pick-up.

Es importante mencionar que la bobina pick-up mide la magnetización de manera indirecta, utilizando la ley de Faraday. Por ello, el sistema de programación debe integrar el voltaje inducido de forma iterativa, simulando el método de Riemann para obtener resultados precisos.

- **Generador de señales:** El generador de señales es una herramienta esencial para llevar a cabo las mediciones del ciclo de histéresis y FORC, ya que permite generar las señales necesarias para controlar el campo magnético aplicado. En este caso, se utilizó un generador modelo 4053B de *B & K Precision*, un equipo versátil que ofrece señales de diferentes formas, como ondas cuadradas, triangulares, sinusoidales, de pulso y arbitrarias. Este modelo tiene un rango de frecuencia amplio: desde 1 Hz hasta 10 MHz para ondas sinusoidales y cuadradas, y hasta 125 MHz para pulsos.

La señal utilizada para la medición de histéresis es del tipo sinusoidal debido a que hace un recorrido continuo y completo de positivo a negativo, lo que nos permite pasar por los distintos puntos de relevancia de la curva de histéresis (remanencia, saturación, coercitividad etc.), esto se observa en la figura 2.2a) donde se hace un seguimiento con puntos. Esta onda tiene una frecuencia de 32 Hz, lo que nos permite una medición rápida, y alejada de los ruidos de la red eléctrica que opera a 50 Hz. Para la medición de las curvas de reversión de primer orden (FORC), se emplean dos señales: una sinusoidal y otra de tipo sierra, cada una con una frecuencia distinta. La frecuencia de la señal sinusoidal es mayor que la de la señal tipo sierra, y esta última modula la primera, siguiendo su tendencia esto se observa en la fig.2.2b donde se hace un seguimiento con puntos correlacionando las curvas FORC con la señal que las produce. Además, la señal completa se puede desplazar mediante un offset de corriente continua para centrar el campo magnético en la región de interés.

El generador utilizado cuenta con dos canales de salida independientes (CH1 y CH2), cada

uno con un rango de voltaje de 0 a 10 Vpp, lo que lo hace ideal para este tipo de experimentos. Su interfaz intuitiva con pantalla a color facilita la configuración y calibración del campo aplicado.

La combinación de ambas señales es fundamental, ya que permite alcanzar los campos de reversión deseados y llevar la muestra hasta la saturación, asegurando una correcta caracterización de su comportamiento magnético.

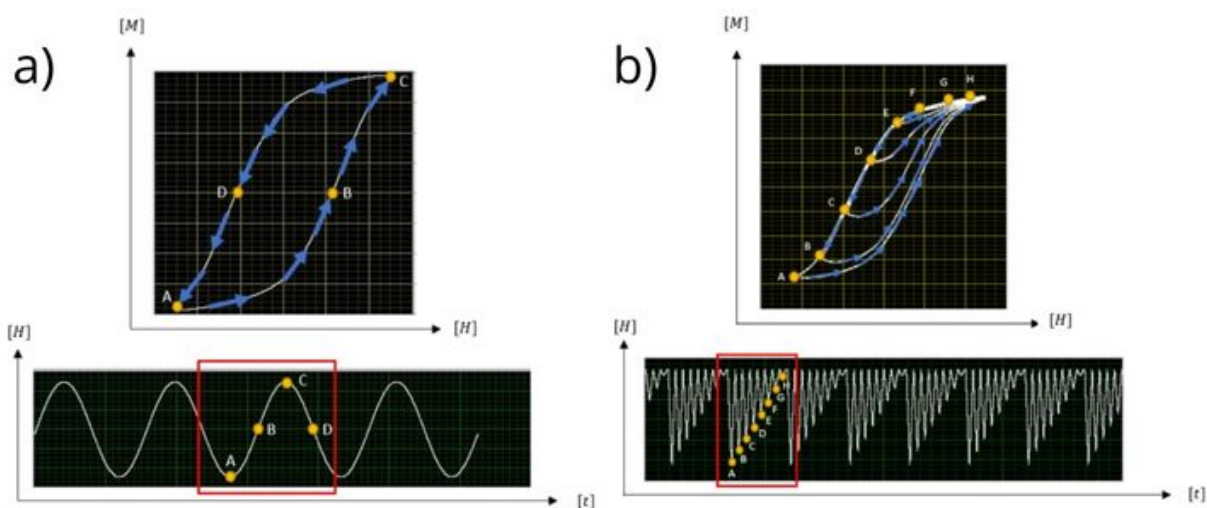


Figura 2.2: a) Curva de histéresis obtenida bajo excitación sinusoidal. Se realiza un seguimiento de puntos clave como la saturación positiva (C) y negativa (A), así como los campos coercitivos positivo (B) y negativo (D), lo que permite identificar el comportamiento típico del material frente a un ciclo completo de magnetización. b) Curva FORC generada a partir de una señal sinusoidal modulada por una señal tipo sierra. Se realiza un seguimiento de los campos de reversión (A–H), que abarcan desde la saturación negativa hasta la positiva, permitiendo analizar con mayor detalle los procesos de inversión de la magnetización

- **Amplificador de señal:** Se utiliza para amplificar la señal del generador de señales. El amplificador que ocupamos es el Kepco BOP20-20M, este ofrece una salida máxima de 20 V y 20 A, con una potencia de salida de hasta 400 W. Su alta linealidad entre el voltaje de entrada y la corriente de salida permite un control preciso del campo magnético aplicado, asegurando mediciones estables y confiables. Este amplificador es ideal para pruebas dinámicas y simulaciones, gracias a su capacidad de responder rápidamente a cambios en las señales. Su diseño robusto y versátil lo convierte en una herramienta clave para garantizar la precisión en los estudios de ciclos de histéresis, adaptándose fácilmente a las necesidades

del experimento.

- **Adquisidor de datos:** El adquisidor de datos utilizado en este sistema permite registrar y almacenar las mediciones para su análisis posterior en una computadora. En este caso, se emplea la tarjeta MC USB-2020, que cuenta con dos canales de entrada analógicos simultáneos, con una velocidad de hasta 20 MS/s por canal y una resolución de 12 bits, lo que asegura alta precisión en la captura de datos. Este dispositivo también tiene rangos de voltajes de entrada ± 1 , ± 2 , ± 5 y ± 10 V, los cuales deben ser definidos de acuerdo al valor de la señal entregada por la bobina pick-up y la de inducción para no saturar la entrada del adquisidor de datos y tener una buena resolución. Por otro lado gestiona las iteraciones necesarias para registrar cada punto de las curvas de histéresis, permitiendo la captura de miles de datos de manera organizada y eficiente

2.2. Medida de Magnetoimpedancia

Cuando alimentamos un circuito con una fuente de baja frecuencia, tanto el voltaje como la corriente varían según la frecuencia y la forma de onda generada, esto se debe a que el tamaño del circuito es mucho menor que la longitud de onda de dicha señal, esto implica que en todos los puntos del circuito las magnitudes eléctricas se comportan de forma uniforme, por lo que es posible describir su funcionamiento mediante la teoría general de circuitos.

No obstante, al aumentar la frecuencia, la longitud de onda disminuye y puede volverse comparable o incluso menor que las dimensiones del circuito. En este régimen, las corrientes y voltajes ya no son iguales en todos los puntos del circuito, lo que invalida las suposiciones de la teoría general de circuitos.

Lo anterior implica que a alta frecuencia se dificulta medir impedancia directamente por lo tanto debemos buscar una forma alternativa que nos permita esto.

Los parámetros S, son denominados así porque provienen de la palabra dispersión (Scattering), estos parámetros conforman una matriz, que sirve para describir el comportamiento de la red. Como ya se mencionó, a alta frecuencia es complejo poder medir corriente y voltaje directamente, con los parámetros S lo que hace es que describe la relación entre entrada y salida de ondas de potencia en los distintos puertos de la red.

La red se define como un sistema multi-puerto, donde N representa el número total de puertos, siendo el caso mínimo un sistema de un solo puerto. Algunos ejemplos de redes incluyen antenas, atenuadores, amplificadores y divisores de señal (splitters), los cuales son elementos fundamentales en circuitos de alta frecuencia.

De manera general, para un puerto n , donde n varía de 1 a N , se definen las ondas de potencia incidente (a_n) y reflejada (b_n). Estas corresponden a la normalización de las ondas viajeras de voltaje, donde la onda viajera de voltaje incidente se denota como V_n^+ y la reflejada como V_n^- . La relación entre las ondas de potencia y las ondas de voltaje se expresa como:

$$a_n = \frac{V_n^+}{\sqrt{Z_0}} \quad (2.1)$$

$$b_n = \frac{V_n^-}{\sqrt{Z_0}} \quad (2.2)$$

Donde Z_0 representa la impedancia característica del sistema.

En una red con múltiples puertos, las ondas de potencia reflejadas dependen de la matriz de parámetros S y de las ondas de potencia incidentes. Esta relación se describe mediante la siguiente ecuación.

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ \vdots \\ b_n \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & \cdots & S_{1n} \\ S_{21} & \ddots & & \vdots \\ \vdots & & \ddots & \vdots \\ S_{n1} & \cdots & \cdots & S_{nn} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ \vdots \\ a_n \end{pmatrix} \quad (2.3)$$

Para un caso más particular, tenemos el caso de dos puertos. Donde la relación de ondas reflejadas descrita por medio de los parámetros s .

$$\begin{pmatrix} b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} \\ S_{21} & S_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} \quad (2.4)$$

Expandiendo el sistema:

$$b_1 = S_{11}a_1 + S_{12}a_2 \quad (2.5)$$

$$b_2 = S_{21}a_1 + S_{22}a_2 \quad (2.6)$$

Cuando hay una onda incidente en el puerto 1 (a_1), esta puede generar ondas reflejadas tanto en el mismo puerto (b_1) como en el puerto 2 (b_2). La relación entre estas ondas está dada por los parámetros-S: S_{11} , S_{12} , S_{21} y S_{22} .

Si el puerto 2 está conectado a una carga que coincide con la impedancia característica del sistema (Z_0), por máxima transferencia, b_2 será completamente absorbida. Esto significa que no habrá una onda a_2 , es decir, $a_2 = 0$.

Bajo esta condición, la ecuación matricial se simplifica a:

$$b_1 = S_{11}a_1 \quad (\text{con } a_2 = 0) \quad (2.7)$$

$$b_2 = S_{21}a_1 \quad (\text{con } a_2 = 0) \quad (2.8)$$

A partir de estas ecuaciones, podemos despejar los parámetros-S:

$$S_{11} = \frac{b_1}{a_1} \quad (2.9)$$

$$S_{21} = \frac{b_2}{a_1} \quad (2.10)$$

Esto implica que:

- S_{11} representa el coeficiente de reflexión en el puerto 1, es decir, cuánto de la onda incidente en el puerto 1 se refleja en el mismo puerto.
- S_{21} indica la transmisión desde el puerto 1 hacia el puerto 2, es decir, cuánto de la onda incidente en el puerto 1 llega al puerto 2 'es la ganancia de la tensión en directa'.

De manera similar podemos encontrar:

$$S_{22} = \frac{b_2}{a_2} \quad (\text{con } a_1 = 0) \quad (2.11)$$

$$S_{12} = \frac{b_1}{a_2} \quad (\text{con } a_1 = 0) \quad (2.12)$$

Esto implica que:

- S_{22} representa el coeficiente de reflexión en el puerto 2, es decir, cuánto de la onda incidente en el puerto 2 se refleja en el mismo puerto.
- S_{12} indica la transmisión desde el puerto 2 hacia el puerto 1, es decir, cuánto de la onda incidente en el puerto 2 llega al puerto 1 'es la ganancia de la tensión en reversa'.

Analizador de redes vectoriales en medición de GMI

El analizador de redes vectoriales es un equipo utilizado comúnmente para la medición de impedancias por su capacidad de generar una onda de potencia la cual pasa a través de las líneas de transmisión donde se encuentra integrada una muestra, esta señal incidente dependiendo de la configuración cierta parte puede transmitirse, reflejarse o ambas. La señal transmitida y reflejada puede ser medida por este equipo lo que nos permite tener los distintos coeficientes llamados parámetros S.

Para el caso de reflexión, parte de la señal incidente es absorbida por la muestra, mientras que otra parte es reflejada de regreso hacia el mismo puerto del analizador. Para las medidas en transmisión, parte de la onda reflejada, otras es absorbida pero también tendremos una parte que es transmitida al otro puerto.

Dada nuestra configuración experimental, estamos fundamentalmente interesados en la medición del coeficiente de reflexión, representado por el parámetro de dispersión S_{11} . Si bien el analizador de redes vectoriales permite realizar mediciones tanto en modo transmisión como en modo reflexión, en este trabajo nos enfocaremos exclusivamente en este último, tal como se realiza en [15].

La impedancia de la muestra se obtiene a partir del parámetro S_{11} , el cual puede interpretarse de forma visual mediante la carta de Smith, donde se representa en función de la frecuencia. Alternativamente, también es posible calcular la impedancia directamente a partir del coeficiente de reflexión, lo cual es el enfoque adoptado en nuestro caso.

En la Fig.2.3 se observa la disposición espacial del VNA para medición del coeficiente de reflexión. Debemos destacar la importancia de incorporar una impedancia de la carga, que coincide con la del sistema, para así suprimir los efectos de propagación. Esta carga se conecta al final del

portamuestra cerrando el circuito. A efectos de cálculos posteriores debemos restar dicho valor para el cálculo de la impedancia de la muestra.

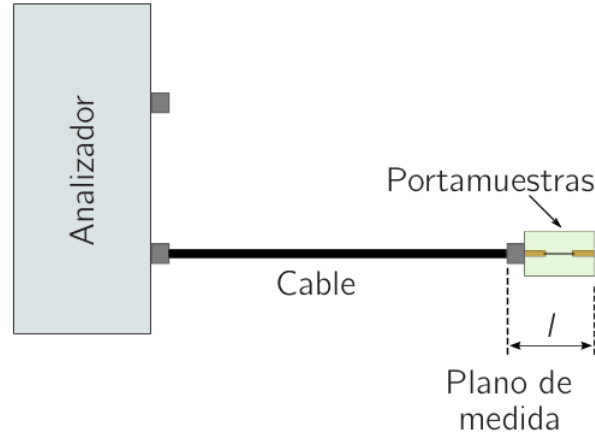


Figura 2.3: Esquema de analizador de redes vectoriales.

Como se explicó en el capítulo anterior, existe una dependencia entre la impedancia de la muestra y el campo magnético aplicado. Con el objetivo de extraer información relacionada con las propiedades magnéticas del material, es necesario cuantificar los cambios en el parámetro eléctrico de impedancia, lo cual realizamos a través del parámetro de dispersión S_{11} .

La relación entre el coeficiente de reflexión (S_{11}), la impedancia característica del sistema (Z_0) y la impedancia de la muestra (Z_1) se encuentra detallada en [16], y está dada por la siguiente expresión:

$$S_{11} = \frac{z_1 - z_0}{z_1 + z_0} \quad (2.13)$$

despejando obtenemos:

$$z_1 = z_0 \frac{(1 + S_{11})}{(1 - S_{11})} \quad (2.14)$$

teniendo en cuenta que $S_{11} = R + jX$ por lo tanto un complejo donde j la unidad imaginaria tenemos que :

$$z_1 = z_0 \frac{(1 + R + jX)}{(1 - R - jX)} \quad (2.15)$$

que podemos expresar como:

$$z_1 = z_0 \frac{(1 + R + jX)}{(1 - R - jX)} * \frac{(1 - R + jX)}{(1 - R + jX)} = z_0 \frac{(1 - R + jX + R - R^2 + jRX + jX - jRX - X^2)}{(1 - R)^2 + X^2} \quad (2.16)$$

para, por ultimo, obtener la siguiente expresión:

$$z_1 = z_0 \frac{(1 - R^2 - X^2 + j(2X))}{(1 - R)^2 + X^2} \quad (2.17)$$

que esta compuesta por una parte real y una imaginaria:

$$\text{Parte real: } \Re(z_1) = z_0 \frac{1 - R^2 - X^2}{(1 - R)^2 + X^2} \quad (2.18)$$

$$\text{Parte imaginaria: } \Im(z_1) = z_0 \frac{2X}{(1 - R)^2 + X^2} \quad (2.19)$$

En nuestro caso ocupamos una carga 50Ω para cerrar el circuito, como se comentó anteriormente (que es utilizada para suprimir efectos de propagación) esta debe ser restada de la parte real de la impedancia quedando la parte real de la impedancia como:

$$\text{Parte real: } \Re(z_1) = z_0 \frac{1 - R^2 - X^2}{(1 - R)^2 + X^2} - 50 \quad (2.20)$$

De esta forma podemos encontrar el modulo de la impedancia a partir la del parámetro S_{11} .

$$|z_1| = \sqrt{\Re^2(z_1) + \Im^2(z_1)} \quad (2.21)$$

2.3. Sistema de medición de magnetoimpedancia gigante (GMI)

Con el objetivo medir la respuesta de magneto impedancia en cintas fabricadas por el método de melt spinning, se implementó un sistema de medición basado en dispositivos claves como un analizador de redes vectoriales, un adquisidor de datos (como generador de señales), un amplificador y una bobina Helmholtz:



Figura 2.4: Sistema de medición de GMI con sus distintos dispositivos conectados

- **Analizador de redes vectoriales (VNA):** Este conformado por dos equipos, uno es el HP8753C el cual es el encargado de generar la señal de alta frecuencia (300[kHz-6[GHz]], medirla y analizarla. Por otra parte el HP85046A, debido a sus acopladores direccionales que permiten separar señales, puede redirigir la señal hacia la muestra, y también es capaz de recoger las señales de reflexión y transmisión en sus distintos puertos, las cuales pasan a ser analizadas por el primer equipo entregándonos parámetros S. El VNA fue utilizado para medir impedancia eléctrica de la muestra por medio de los coeficiente de reflexión entregados por el equipo, para de esta manera poder medir el fenómeno de magnetoimpedancia que es fuertemente dependiente de la frecuencia.
- **Bobina de Helmholtz:** Conjunto de dos bobinas circulares paralelas y separadas por una distancia igual al radio de las bobinas. Son utilizadas para generar un campo magnético uniforme en el espacio entre ellas, este campo es del tipo DC y variara su valor por cambios en la corriente DC aplicada. Se utilizó una configuración de bobina de Helmholtz para aplicar un campo magnético externo controlado de manera uniforme sobre las muestras. La geometría de estas bobinas permite generar un campo magnético homogéneo en su interior, lo cual es necesario para asegurar que el campo aplicado tenga la misma magnitud y dirección en todas las partes de la muestra, nuestra bobina puede generar sin calentarse y perder la linealidad del campo y voltaje de excitación hasta 230 Oe, la constante de esta con respecto al voltaje con el que se alimenta es de $9.46 \frac{\text{Oe}}{\text{V}}$.
- **Generador de señales (Adquisidor de datos):** el adquisidor de datos es el modelo USB

6002 NI, el cuenta con salidas analogicas de ± 10 V. este dispositivo fue utilizado como generador de señales, encargado de producir una señal eléctrica que, tras pasar por un amplificador de señal, llega a la bobina de Helmholtz. De esta manera, se genera el campo magnético, el cual cambia de manera discreta.

- **Amplificador de señal:** El amplificador de señal utilizado es del mismo tipo que el empleado en el magnetómetro de inducción (Kepco BOP20-20M), el cual ofrece una salida máxima de 20 V y 20 A, con una potencia de hasta 400 w. Este fue implementado en el circuito con el fin de aumentar la potencia de las señales emitidas por el generador (adquisidor de datos), asegurando que dichas señales alcanzaran la bobina de Helmholtz con una amplitud suficiente para generar el campo magnético requerido.

2.4. Programa de control

Se desarrolló un programa en LabVIEW para controlar la adquisición de datos de manera automatizada. Este software permitió la sincronización entre el VNA y el sistema de generación de señales, así como el control de la intensidad del campo magnético generado por la bobina de Helmholtz. Además, se implementaron algoritmos para realizar el análisis de los datos obtenidos, generando gráficos que muestran la variación de la impedancia en función del campo magnético aplicado y la frecuencia.

Proceso de Generación del Campo Magnético

El programa tiene como tarea generar variaciones controladas del campo magnético aplicable a la muestra. Para generar estos pasos de campo magnético, el programa requiere que el usuario introduzca tres parámetros fundamentales:

- **Amplitud del campo magnético máximo:** Este valor define la magnitud máxima (en términos absolutos) del campo magnético que será aplicado durante la medición. En este programa se parte de este máximo de campo magnético positivo y realiza un barrido hasta el mismo valor de campo pero negativo.

- **Número total de puntos a medir:** Este valor determina cuántos pasos de campo magnético serán generados en total. Estos puntos son distribuidos en tres tramos que parten desde el valor de amplitud del campo máximo hasta su simétrico negativo. Para los tramos 1 y 3, el programa asigna un 20 % del total de puntos de medición la diferencia esta en que el tramo 3 se multiplica por -1, por otro lado en el Tramo 2, se utiliza el 60 % restante de los puntos que abarcara la zona intermedia del barrido de campo magnético, los pasos de campo aquí son mucho menores que los del tramo 1 y 3, ya que son mas significativos a efecto de evaluar ciertos parametros físicos y la sensibilidad del material como sensor. Una vez generados y almacenados los valores en sus respectivos arrays para cada tramo, estos se integran en un array general que organiza los tres tramos de manera continua. Así, el orden va desde el Tramo 1 hasta el Tramo 3, garantizando una progresión del campo desde el máximo positivo hasta el máximo negativo.

Siguiendo la configuración anterior controlamos el adquisidor de datos para reproducir todos los puntos indicados, generando pulsos de voltaje que pasarán por el amplificador para luego aplicarse a la bobina de Helmholtz.

La proporción entre el campo magnético generado por bobina y el voltaje a la salida del amplificador es una constante de valor $9.64 \frac{Oe}{V}$ es decir que cada 1 V aplicado en la bobina generamos aproximadamente 9.64 Oe, mientras que la constante de amplitud entre voltaje producido por el adquisidor de datos y amplificador es de 4.67, esto quiere decir que por 1 V del adquisidor de datos el amplificador entrega 4.67 V.

Configuración del Analizador de Redes Vectoriales para Barrido de Frecuencias

Como parte de la programación, se desarrolló un módulo que permite configurar el Analizador de Redes Vectoriales (VNA) para realizar barridos de frecuencia, generando señales a distintas frecuencias para medir la impedancia de la muestra. Para esto, se utilizaron sub-VI especializados de la serie Agilent 8753C en el entorno de programación.

En primer lugar, se emplea el sub-VI SET FORMAT, el cual configura el formato de salida del VNA en la carta de Smith, permitiendo visualizar las propiedades de impedancia en un formato gráfico. A continuación, se utiliza el sub-VI SET SWEEP, que permite definir la frecuencia de

inicio y de fin para el barrido. Estos parámetros establecen el rango de frecuencias en el que se realizará la medición.

Estos pasos son esenciales, ya que permiten al programa suministrar al VNA toda la información relevante para llevar a cabo mediciones de impedancia de manera precisa y dentro de los rangos de frecuencia definidos, asegurando la correcta caracterización de la respuesta de la muestra.

Activación del VNA y Recolección de Datos de Impedancia

En la cuarta etapa del programa, se activa el Analizador de Redes Vectoriales (VNA) para emitir las señales de barrido de frecuencia previamente configuradas, recolectando así la información necesaria para medir la impedancia de la muestra bajo variaciones de campo magnético. Específicamente, en esta fase se recolectan los parámetros S_{11} en sus componentes real e imaginaria, los cuales serán utilizados en la siguiente fase del programa para calcular los valores de impedancia.

Para esta tarea, se emplea el sub-VI Collect Data, que permite obtener los parámetros S_{11} . Sin embargo, este sub-VI no incluye la funcionalidad de capturar el barrido de frecuencia simultáneamente, lo que requiere descomponer su diagrama de bloques en elementos más básicos para aislar tanto el barrido de frecuencia como los parámetros S_{11} en sus componentes real e imaginaria.

El proceso se realiza de la siguiente manera: primero, se genera un campo magnético específico, tal como se describió anteriormente. Para dicho valor de campo magnético, el VNA realiza un barrido completo de frecuencias mientras se miden los parámetros S_{11} . Estos datos se almacenan en memoria. A continuación, el campo magnético se ajusta al siguiente valor en la secuencia y se repite el proceso de medición, asegurando así que cada campo magnético cuenta con un conjunto completo de mediciones S_{11} a través de todo el rango de frecuencias.

Cálculo de Impedancia y Almacenamiento en Arrays

En esta quinta fase del programa, se procesan los parámetros S_{11} (real e imaginario) recolectados previamente para obtener los valores de impedancia real e imaginaria, y se organizan los datos en arrays estructurados.

Primero, los valores S_{11} real e imaginario son procesados mediante ecuaciones de dos variables que permiten calcular la impedancia real y la impedancia imaginaria de forma independiente, ambas en función de S_{11} . Posteriormente, se calcula el módulo de la impedancia, combinando los componentes real e imaginario, para obtener el valor total de impedancia. Cada uno de estos valores, junto con el campo magnético, la frecuencia, y los parámetros S_{11} (real e imaginario), se almacena en arrays individuales temporales para luego organizarse en un array general.

Gráfico en tiempo real: El gráfico en tiempo real se genera a partir del array temporal del módulo de impedancia, el cual se actualiza constantemente con cada paso de campo magnético. Utilizando un sub-VI de LabVIEW llamado “Index Array Function”, es posible extraer un elemento específico del arreglo según su posición, lo que nos permite seleccionar la frecuencia deseada para graficar.

Gracias a esta funcionalidad, es posible visualizar múltiples frecuencias simultáneamente mediante varios gráficos en LabVIEW, considerando tanto el valor del campo magnético en ese instante como el valor correspondiente del arreglo. En nuestro caso, se configuró el índice del arreglo de manera que se grafique la impedancia a una frecuencia de 30 MHz.

Estructura del Array General: Este array general organiza la información de manera que cada frecuencia medida esté acompañada de sus valores correspondientes de impedancia, parámetros S_{11} y el campo magnético específico aplicado. En total, se formarán siete columnas: la primera columna contendrá únicamente las frecuencias; la segunda y tercera, los valores de S_{11} real e imaginario; la cuarta, quinta y sexta, los valores de impedancia real, imaginaria y el módulo de la impedancia; y la séptima, el campo magnético específico bajo el cual se realizó cada medición.

Es importante señalar que, aunque las frecuencias en los distintos barridos son las mismas, estas se almacenan repetidamente para que cada valor de frecuencia pueda asociarse de forma precisa con el conjunto específico de datos en cada barrido de campo magnético. Este formato permite que, en procesos posteriores, como la escritura de un documento, cada frecuencia tenga su contexto completo de datos, facilitando su análisis y documentación.

Para cada barrido de campo magnético, los datos se agregan de manera que las frecuencias de un segundo barrido se coloquen debajo de las del primer barrido, al igual que el resto de los valores medidos en cada columna, creando así un conjunto organizado de datos que se estructura hacia abajo en cada columna.

Exportación de Archivos de Texto y Análisis en Origin

La etapa final del programa consiste en exportar los datos procesados a archivos de texto para su posterior análisis. Se generan dos tipos de archivos:

1. **Archivo de texto general:** Este archivo contiene todas las columnas del array general, exportando así la totalidad de los datos recolectados, incluidos los valores de frecuencia, impedancias y parámetros S_{11} para cada barrido de campo magnético.

2. **Archivos de texto individuales por frecuencia:** Además del archivo completo, se generan archivos de texto específicos para cada frecuencia medida en un único barrido. Cada archivo se nombra con el valor de la frecuencia correspondiente y almacena los datos de impedancia y parámetros S_{11} en función del barrido de campo magnético. Esto permite realizar un análisis detallado de la impedancia para cada frecuencia en relación al campo magnético aplicado.

Para crear estos archivos individuales, el programa recorre un array que contiene una lista de frecuencias únicas de un solo barrido. Luego, compara cada valor de frecuencia en esta lista con la primera columna del array general. Cuando se encuentra una coincidencia de frecuencia, los datos correspondientes (impedancias y parámetros S_{11}) se escriben en un archivo de texto nombrado con el valor de la frecuencia. De esta forma, se obtiene un conjunto de archivos de texto donde, para cada frecuencia, se registra el barrido de campo magnético y las mediciones de impedancia correspondientes.

Análisis y Normalización en Origin:

Para el análisis, se importan los archivos generados en Origin, donde se crean gráficos de impedancia en función del campo magnético aplicado para cada frecuencia. En Origin, se realiza una normalización porcentual que consiste en calcular la diferencia entre la impedancia medida a cada campo y la impedancia medida a campo máximo, dividida por la impedancia medida a campo máximo. Este método facilita la comparación de la variación de impedancia en diferentes frecuencias respecto al campo magnético aplicado, proporcionando así curvas normalizadas que destacan las transiciones magnéticas y su respuesta a campos externos.

Capítulo 3

Resultados y discusión

3.1. Efecto de la dirección de anisotropía en cintas Metglas 2714A

Este estudio tiene como objetivo caracterizar las propiedades magnéticas de la cinta conocida como Metglas 2714A, con el fin de identificar si las estrías formadas durante su fabricación inducen una dirección preferente de anisotropía.

3.1.1. Preparación de las cintas metglas 2714A

La cinta Metglas 2714A, con composición $\text{Co}_{66}\text{Fe}_4\text{Ni}_1\text{Si}_{15}\text{B}_{14}$, es un tipo de material magnético en forma de vidrio metálico. Este tipo de cintas se fabrica mediante la técnica de *melt spinning*, la cual permite un enfriamiento ultrarrápido que inhibe el crecimiento de cristales, dando lugar a una estructura amorfa. En particular, esta aleación se caracteriza por su baja coercitividad (comportamiento magnético blando), una temperatura de Curie de 225°C y una temperatura de cristalización de 550°C . Además, presenta una magnetoestricción prácticamente nula.

En la Fig. 3.1 se pueden observar las estrías horizontales generadas durante el proceso de fabricación. La cinta tiene unas dimensiones aproximadas de 5 cm de largo por 3 cm de ancho. Para estudiar el efecto de las estrías sobre la de dirección anisotropía magnética, debemos medir el comportamiento magnético de la cinta al aplicar un campo externo. Se realizaron cortes en la cinta obteniendo segmentos de aproximadamente 1.5 mm de ancho por 20 mm de largo. Estos cortes se efectúan en distintas direcciones, siguiendo el ángulo α mostrado en la Fig. 3.2, las direcciones de

corte son; 0° , 15° , 30° , 45° , 60° , 75° y 90° , donde 0° es el ángulo de corte paralelo a las estrías. La caracterización magnética se realizó mediante magnetometría de inducción de donde se obtuvieron las curvas de histéresis y diagramas FORC. Para obtener la respuesta de magnetoimpedancia se utilizó el sistema de medida por VNA.



Figura 3.1: Cinta Metglas 2714A con estrías horizontales.

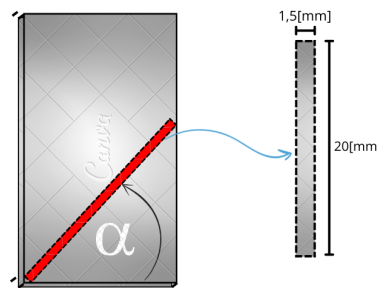


Figura 3.2: Ángulo de corte para pequeños trozos de la cinta.

3.1.2. Efectos de la dirección de anisotropía en cintas metglas 2714A

Se realizaron mediciones de GMI en cada trozo de cinta cortada para distintos ángulos con respecto a las estrías, con el objetivo de determinar la dirección de anisotropía de dicha cinta, la dirección fácil de magnetización presenta un solo pico de acuerdo a la Fig.1.14.

De acuerdo a lo especificado en Técnicas Experimentales Sección 2, los datos obtenidos son analizados en el software Origin. La magneto-impedancia se estudia en función de la variación producida entre la impedancia medida a distintos campos magnéticos H y la impedancia correspondiente al campo de saturación $H_{\max}$. Esta diferencia se normaliza respecto a la impedancia en saturación, dando lugar a la variación normalizada, definida por la siguiente relación:

$$\%GMI_{ratio} = \frac{Z(H) - Z(H_{max})}{Z(H_{max})} \times 100 \% \quad (3.1)$$

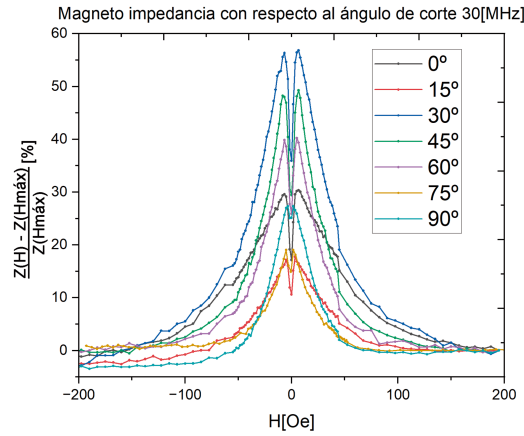


Figura 3.3: Curva de magneto impedancia a frecuencia de 30 MHz, para cintas Metglas 2714A cortadas a distintos angulos.

En la Fig. 3.3 se observan distintas curvas de GMI medidas a 30 MHz, en función de su ángulo de corte. Todas las curvas presentan comportamiento de doble pico, sin embargo, al comparar los campos de anisotropía de las curvas GMI que se ven la Fig.3.4 y resumidos en la Tab. 3.1, se observa que el mínimo del campo de anisotropía, 2.5 ± 0.1 Oe, se obtiene para la cinta cortada a 90° .

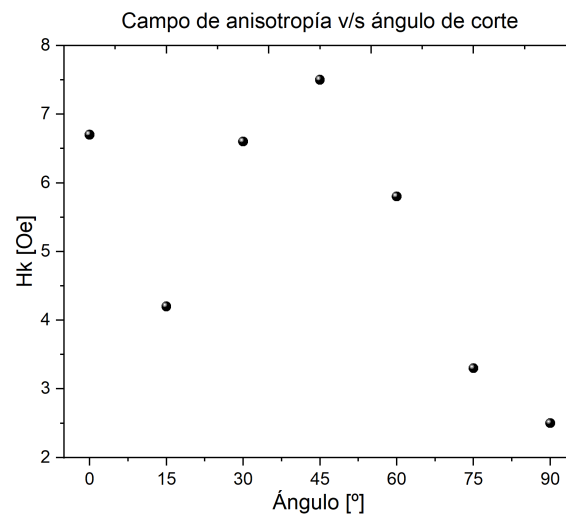


Figura 3.4: Campo de anisotropía con respecto al angulo de corte para cintas Metglas 2714A medidos a 30 MHz

Cabe destacar que el campo de anisotropía tiene dependencia con la frecuencia, debido a que la permeabilidad magnética transversal μ_t se compone por una contribución de las dinámicas de paredes μ_{tdw} y por la rotación del momento magnético μ_{trot} siguiendo la siguiente relación:

$$\mu_t = \mu_{tdw} + \mu_{trot} \quad (3.2)$$

Al considerar el efecto skin producto de las corrientes de Eddy, tendremos un amortiguamiento a los movimientos de paredes de dominio, lo que implica una disminución en la sensibilidad a orientarse en dirección del campo aplicado. Por lo tanto, al aumentar la frecuencia se incrementa el amortiguamiento, teniendo un mayor campo de anisotropía efectivo, lo que implica que tanto el valor del campo de anisotropía a 90° como el doble pico se deben a que la medida se realiza a frecuencias elevadas de 30 MHz.

Reafirmando lo anterior, el segundo valor de campo de anisotropía más bajo, se presenta a un ángulo de 75° con respecto a las estrías y es de 3.3 ± 0.1 Oe. La variación máxima de impedancia, 56 %, se alcanza para la muestra cortada a 30° , ver Tabla 3.1.

Tabla 3.1: Valores del campo de anisotropía H_k y variación de impedancia con respecto al ángulo de corte de la cinta medidas a 30 MHz.

Ángulo°	0 ± 1	15 ± 1	30 ± 1	45 ± 1	60 ± 1	75 ± 1	90 ± 1
H_k Oe	6.7 ± 0.1	4.2 ± 0.1	6.6 ± 0.1	7.5 ± 0.1	5.8 ± 0.1	3.3 ± 0.1	2.5 ± 0.1
$\Delta Z/Z$ %	30 ± 0.1	17.4 ± 0.1	56.6 ± 0.1	48.8 ± 0.1	40.1 ± 0.1	19 ± 0.1	27.3 ± 0.1

En la figura 3.5 a) podemos observar las curvas de magneto impedancia para la muestra cortada a 90° , obtenidas en el rango de 5-100 MHz. A 5 MHz se obtiene un solo pico, que se transforma a doble pico a frecuencias sobre los 10 MHz. Así, el campo de anisotropía efectivo aumenta con la frecuencia pasando de 2.5 ± 0.1 Oe para 10 MHz a 4.2 ± 0.1 Oe para 100 MHz. Este aumento gradual del campo de anisotropía evidencia la relevancia de las rotaciones de los momentos magnéticos como se menciono anteriormente.

Así mismo, se observa un considerable aumento de la variación de impedancia con la frecuencia, pasando de un 5.8 % a 5 MHz a un 48 % a 100 MHz.

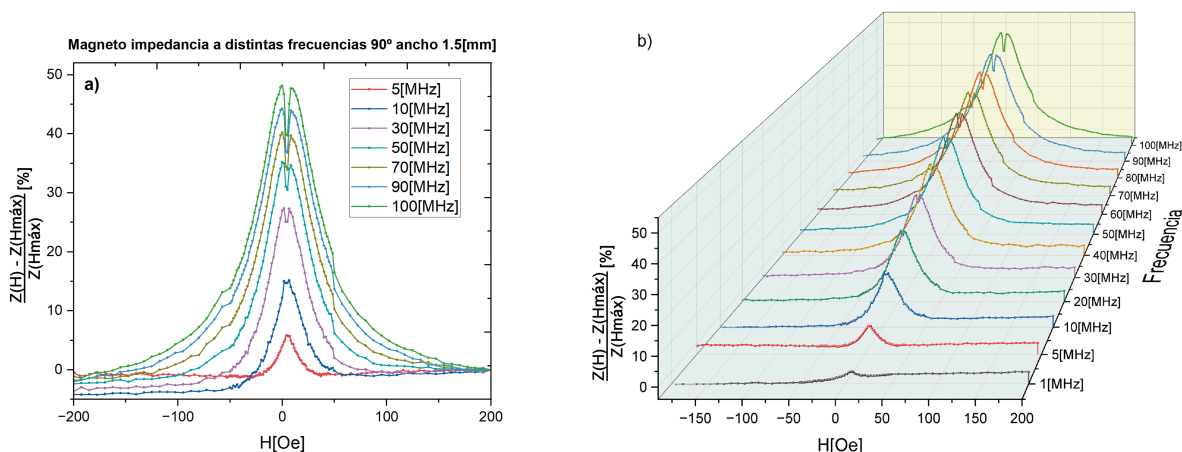


Figura 3.5: Curvas de magnetoimpedancia medidas a distintas frecuencias en cintas Metglas 2714A 90°, a) 5-100 MHz para el gráfico en 2D, b) 1-100 MHz para gráfico en 3D.

Para estudiar el efecto de la dirección de las estrías utilizaremos otra muestra de 1.5 mm de ancho, pero cortada a 0°, es decir, en la dirección de las estrías. Repitiendo el procedimiento anterior, se mide en un rango de frecuencias de 5 a 100 MHz y se compara con la muestra cortada a 90° para comparar resultados sobre la dirección de anisotropía, teniendo en cuenta el efecto que produce la dirección del campo magnético aplicado con respecto a la dirección de eje fácil de magnetización, como se muestra en la Fig.1.14.

En la Fig.3.6, tenemos el barrido en frecuencia de curvas GMI para la muestra MetGlas 2714A cortada a 0°, en estas podemos observar un comportamiento de doble pico en cada curva, tanto la magnitud del campo de anisotropía como la máxima variación de impedancia, el cual depende de la frecuencia aplicada.

Al igual que en la muestra cortada a 90°, el valor máximo de variación de impedancia aumenta con la frecuencia, pasando de $10.8 \pm 0.1 \%$ a 5 MHz hasta los $30.3 \pm 0.1 \%$ a 100 MHz. El campo de anisotropía también se incrementa desde 3.3 ± 0.1 Oe a los 5 MHz hasta las 9.2 ± 0.1 Oe para 100 MHz. El incremento del campo de anisotropía con la frecuencia se debe a la disminución de la permeabilidad, como se mencionó anteriormente. A frecuencias más altas, debido al efecto "skin", el mecanismo dominante en el proceso de magnetización pasa a ser la rotación de los momentos magnéticos, en lugar del movimiento de paredes de dominio. Este proceso de rotación requiere un campo externo mayor para superar el campo de anisotropía y alinear el momento magnético efectivo de la muestra de forma paralela al campo aplicado[17][18].

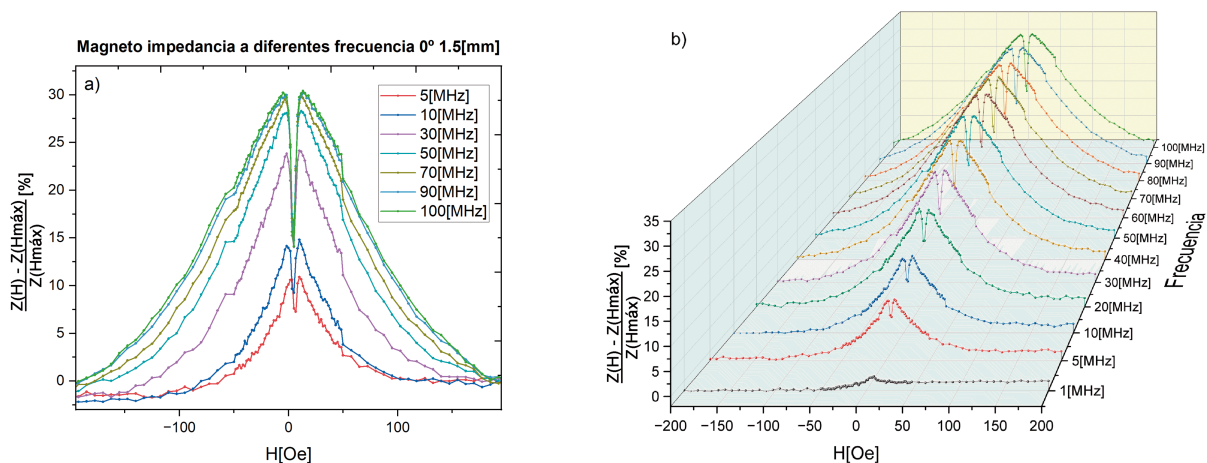


Figura 3.6: Curvas de magnetoimpedancia medidas a distintas frecuencias en cintas Metglas 2714A 0°, a) entre 5-100 MHz para el gráfico 2D, b) 1-100 MHz para el 3D.

La densidad de corriente, y por ende la impedancia, cambian cuando modificamos la anchura de la cinta. Para analizar el efecto de la anchura, se cortaron nuevas muestras 2 mm de ancho a 90° con respecto a las estrías y se observó un solo pico en el rango de frecuencias de 5 a 10 MHz, como se muestra en la Fig. 3.7. A partir de 30 MHz, las curvas comienzan a abrirse, siguiendo el mismo comportamiento observado previamente en la muestra de 90° con un ancho de 1.5 mm. Los máximos de GMI también siguen la misma tendencia observada previamente, aumentando progresivamente con la frecuencia, obteniéndose una variación de impedancia de $3 \pm 0.1 \%$ y un campo de anisotropía 2.5 ± 0.1 Oe para 5 MHz una variación de impedancia de $27.2 \pm 0.1 \%$ con un campo de anisotropía 9.2 ± 0.1 Oe para los 100 MHz.

La Fig. 3.6 de la cinta cortada a 0°, especialmente en su representación tridimensional, permite visualizar cómo la variación de impedancia presenta máximos bien definidos en su campo de anisotropía efectivo, no así en la región comprendida entre ellos, lo cual refleja una curva característica de una anisotropía transversal. Mientras que en el caso de las muestras cortadas a 90° la variación de impedancia se mantiene elevada en la región comprendida entre los campos de anisotropía efectiva ($\pm H_k$), sin presentar una depresión de la impedancia significativa. Esta diferencia respecto al comportamiento observado para 0° sugiere que la dirección de corte a 90°, se encuentra paralela a la dirección de anisotropía efectiva.

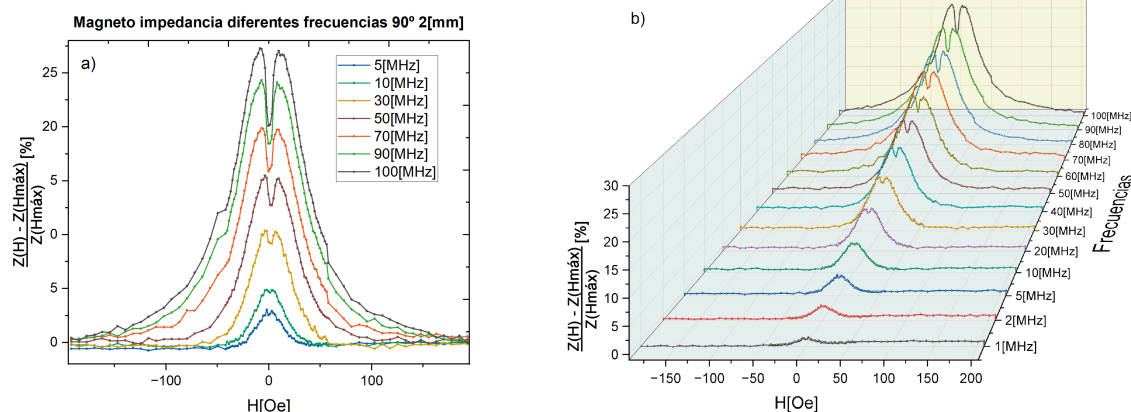


Figura 3.7: Curva de magneto impedancia medidas a distintas frecuencias cinta Metglas 2714A 90° con 2 mm de ancho a) 5-100 MHz en vista 2D b) 1-100 MHz en vista 3D.

Como se observa en la Fig. 3.8 las cintas cortas a 0° a diferencia de las muestras cortadas a 90°, para las mismas frecuencias se obtiene un doble pico con una caída pronunciada de la variación de impedancia entre la región comprendida entre los campos de anisotropía ($\pm H_k$). Este comportamiento indica la presencia de anisotropía transversal. En contraste, con las muestras cortadas a 90° que posee un campo de anisotropía menor, manteniendo una impedancia elevada en la región comprendida entre los campos de anisotropía.

En este caso para la cinta cortada a 0° con un ancho de 2 mm, para una frecuencia de 5 MHz, se obtiene una variación de impedancia de $18.1 \pm 0.1 \%$ con un campo de anisotropía de 6.7 ± 0.1 Oe. Por otro lado, para una frecuencia de 100 MHz, la variación de impedancia alcanza $36.7 \pm 0.1 \%$, con un campo de anisotropía de 9.2 ± 0.1 Oe.

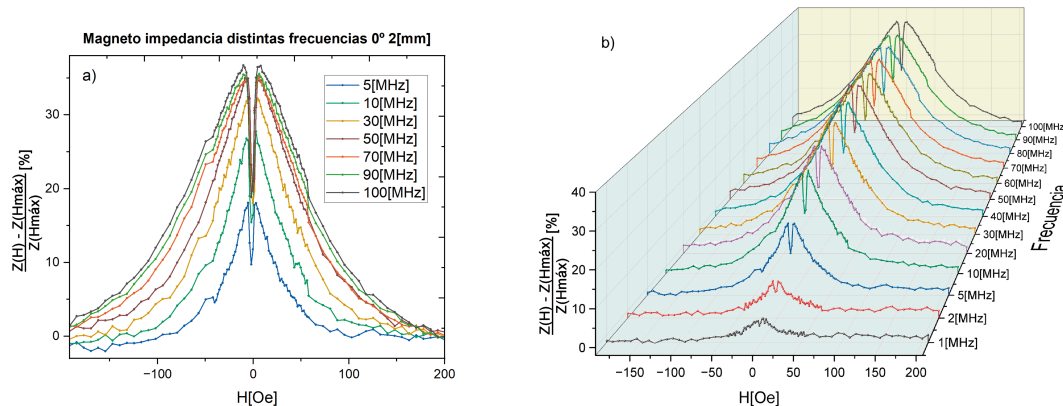


Figura 3.8: Curvas de magnetoimpedancia medidas a distintas frecuencias en cinta Metglas 2714A 0° con 2 mm de ancho a) 5-100 MHz en vista 2D. b) 1-100 MHz en la vista 3D.

Tabla 3.2: Tabla resumen de campos de anisotropía y variación de pico de magnetoimpedancia para muestras cortadas a 0° y 90° para distintas frecuencias y anchura de la cinta.

Frecuencia MHz			5	10	40	70	100
1.5 mm	90°	$\Delta Z/Z\%$	5.8 ± 0.1	15.1 ± 0.1	31.5 ± 0.1	40.0 ± 0.1	48.0 ± 0.1
		$H_k \text{Oe}$	–	2.5 ± 0.1	3.3 ± 0.1	4.2 ± 0.1	4.2 ± 0.1
	0°	$\Delta Z/Z\%$	10.8 ± 0.1	14.5 ± 0.1	26.7 ± 0.1	29.8 ± 0.1	30.3 ± 0.1
		$H_k \text{Oe}$	3.3 ± 0.1	5.8 ± 0.1	6.7 ± 0.1	7.5 ± 0.1	9.2 ± 0.1
2.0 mm	90°	$\Delta Z/Z\%$	3.0 ± 0.1	4.9 ± 0.1	13.0 ± 0.1	19.8 ± 0.1	27.2 ± 0.1
		$H_k \text{Oe}$	2.5 ± 0.1	2.5 ± 0.1	4.1 ± 0.1	8.3 ± 0.1	9.2 ± 0.1
	0°	$\Delta Z/Z\%$	18.1 ± 0.1	27.3 ± 0.1	33.7 ± 0.1	35.0 ± 0.1	36.7 ± 0.1
		$H_k \text{Oe}$	4.2 ± 0.1	5.0 ± 0.1	5.8 ± 0.1	6.7 ± 0.1	9.2 ± 0.1

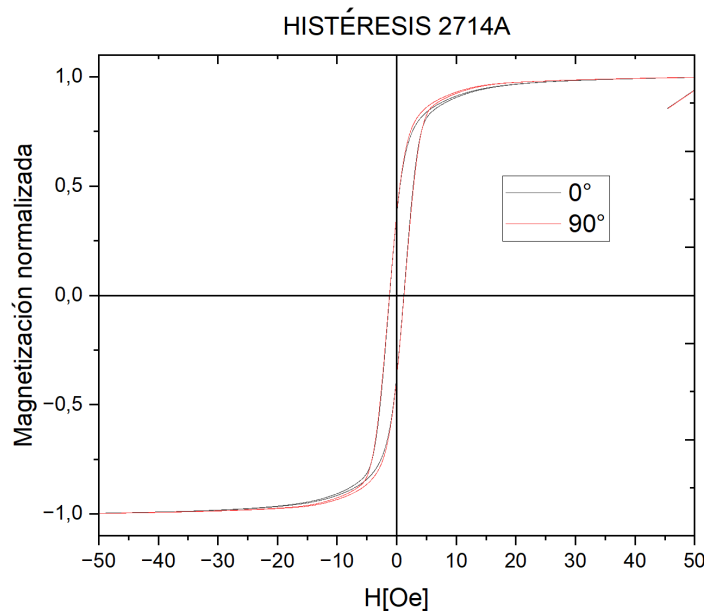


Figura 3.9: Curvas de histéresis cintas metglas, cortadas 0° y 90° con respecto a las estrías

Para complementar la información se estudiaron las curvas de histéresis y diagramas FORC, usando el magnetómetro de inducción detallado anteriormente. Como se puede observar en la Figura 3.9, la curva para 0° y de 90° prácticamente se solapan con solo pequeños detalles que las diferencian. La curva de 90° presenta un campo coercitivo de 1.23 ± 0.01 Oe y la de 0° de 1.19 ± 0.01 Oe. Cabe resaltar que el magnetómetro de inducción mide toda la respuesta magnética del volumen de la muestra (bulk), esto implica que estamos estudiando la magnetización completa de la muestra, por ejemplo, la coercitividad promedio entre el núcleo y la superficie, promediando regio-

nes como las superficie que pueden tener comportamientos diferentes. La diferencia más notoria es que la curva de histéresis para la muestra de 90° alcanza la saturación a un campo menor, por lo tanto la curva de 0° tiene una mayor anisotropía magnética efectiva considerando que necesita un campo más intenso para saturar, esto sucede debido a la anisotropía superficial, que al ser transversal para el caso de 0° aumenta el campo de anisotropía[19]. Además, es importante mencionar que no se observan cambios relevantes en la remanencia, lo cual podría estar relacionado con la anisotropía de forma, dado que las cintas presentan un ratio largo/ancho de aproximadamente 10/1, de forma que la anisotropía de forma favorecería la magnetización a lo largo del eje longitudinal de las cintas en ambos casos, tanto para cortes a 90° como a 0° .

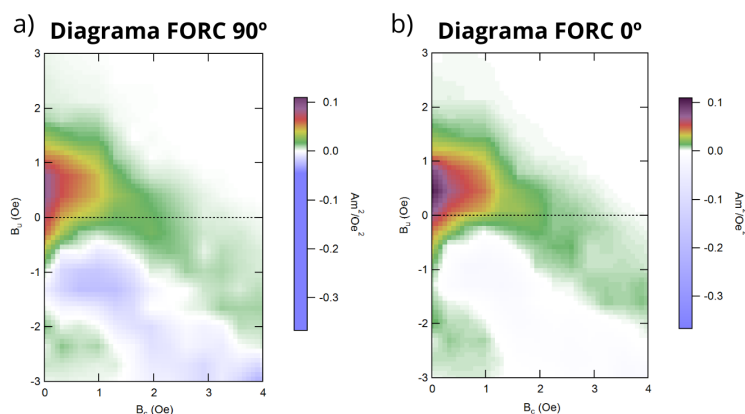


Figura 3.10: Diagrama FORC a) 90° b) 0° .

Los diagramas FORC para 90° y 0° son prácticamente idénticos, mostrando una distribución coercitiva centrada alrededor de $B_c = 0$ Oe, $B_u = 0.5$ Oe.

Esta distribución se expande en la dirección del eje B_u , lo que indica la presencia de interacciones locales. Además, los contornos del diagrama no se cierran en torno a este punto, sino que muestran una clara divergencia, lo que sugiere la existencia de multidominios que interactúan entre sí como se observa en la figura 1.10.

La similitud entre ambos diagramas FORC y la forma de su distribución es coherente con la curva de histéresis, la cual también presenta características similares y exhibe un campo coercitivo bajo.

De acuerdo con nuestra escala de colores, los procesos irreversibles se concentran principalmente en el rango de B_c entre 0 y 2 Oe, donde se observan las tonalidades más intensas. Esto

indica que, para campos aplicados en este intervalo, se producen los cambios más significativos en los momentos magnéticos, tales como las inversiones de magnetización.

Discusión

Los resultados obtenidos para las cintas Metglas 2714A nos entregan información relevante no solo de su dirección de fácil magnetización, sino también de sus propiedades magnéticas. De acuerdo con el análisis de los resultados de GMI, se observa un campo de anisotropía efectiva menor cuando la dirección de medición está a 90° , con respecto a las estrías. Esto se manifiesta en las muestras cortadas con de 1.5 mm y 2 mm de espesor en la dirección perpendicular a las estrías, donde observamos que los picos máximos de variación de la impedancia aumentan con la frecuencias. Teniendo en cuenta que a mayor frecuencia el efecto skin fuerte podemos hacer una aproximación $\frac{a}{\delta} \gg 1$ y considerando la ecuación 1.11.

$$Z \propto \sqrt{\mu_t * f} \quad (3.3)$$

Como se sabe, la impedancia está relacionada con la raíz cuadrada del producto entre la permeabilidad magnética efectiva y la frecuencia. Sin embargo, la permeabilidad no es constante, sino que presenta una dependencia no lineal con la frecuencia[20]. A medida que la frecuencia aumenta, la permeabilidad efectiva disminuye debido a la transición entre distintos mecanismos de magnetización. Pese a esta disminucion la impedancia aumenta, esto debido a que en el rango de frecuencia, esta misma tiene una mayor contribución en la magneto-impedancia [21]. En particular, la muestra de 1.5 mm de espesor exhibe una tendencia clara pico singular a los 5 MHz, mientras que la de 2 mm presenta un doble pico, aunque este último está muy cercano a la formación de un único pico en proceso de apertura. Además, analizando la Tabla 3.2 podemos notar que, para las muestras cortadas a 90° , los campos de anisotropía son menores para muestras más anchas (2 mm) debido a que presentan una mayor predominancia de las rotaciones de momento magnético, por otro lado la magneto impedancia es menor para cintas de menor anchos (1.5 mm) debido a que la relación entre densidad de corriente y es inversamente proporcional. El ancho de la muestra influye en la orientación y dispersión de los ejes fáciles de anisotropía, lo que modifica la manera en que los dominios magnéticos se alinean y responden frente a la aplicación de campos magnéticos

externos. Además, las tensiones residuales generadas durante el proceso de fabricación pueden distribuirse de forma no homogénea en función del ancho de la cinta, afectando así la anisotropía magnetoelástica efectiva[22].

Nuestro estudio respecto a la dirección de anisotropía para las cintas Metglas 2714A, concuerda con lo estudiado en [17] y [23], donde obtienen un solo pico para $H = 0$ cuando la medición se realiza en el eje de anisotropía, mientras que fuera de este aparecen dos picos. Para la cinta cortada a 90° , como se menciona anteriormente, cuando el campo externo es paralelo al eje fácil, los dominios ya se encuentra alineado con el campo, entonces en $H=0$ Oe la permeabilidad es máxima(mayor impedancia), pero al aumentar el campo solo disminuye(menor impedancia). En cambio para las muestras cortadas a 0° , se generan dos picos debido a que es necesario vencer la magnetización efectiva en ausencia de campo para alinear por medio de rotaciones los momentos magnéticos en la dirección del campo aplicado [24].

Es importante mencionar que el proceso de evolución de un pico singular a doble pico, es debido a que a frecuencias altas las corrientes de eddy tienen mayor contribución, y producen un amortiguamiento a los movimiento paredes de dominio, por lo tanto las curvas de magneto impedancia quedan a merced solo de la rotaciones [18], pero es evidente que con el aumento de la frecuencia disminuye la profundidad penetración, por lo tanto la superficie es responsable de este comportamiento. Al tratarse de muestras amorfas fabricadas por melt spinning, los procesos de enfriamiento producen tensiones residuales en la superficie, estas tensiones pueden configurar dominios complejos los que afectan a los picos de variación de impedancia, los cuales dependerán de la frecuencia, permeabilidad y la geometría de la muestra[17].

Las curvas de histéresis y FORC para las cintas cortadas a 0° y 90° reflejan las propiedades magnéticas del volumen en las muestras de Metglas 2714A. Ambas cintas presentan un bajo campo coercitivo y alcanzan la saturación con facilidad. Sin embargo, esperábamos observar una diferencia más significativa, como una inclinación más abrupta en la curva de histéresis de la muestra cortada a 0° (lo cual indica una mayor anisotropía magnética efectiva [23]). En su lugar, solo se aprecia una leve inclinación en la parte superior e inferior de la curva de histéresis.

Consideramos la posibilidad de que la anisotropía efectiva en las cintas esté influenciada significativamente por la anisotropía de forma. Esto podría explicar por qué la curva de histéresis presenta únicamente una inclinación débil en el caso de la cinta cortada a 0° con respecto a las

estrías. En este caso, se observa una anisotropía transversal en la superficie que puede estar dada por tensiones residuales o defectos superficiales, de acuerdo con los resultados obtenidos mediante el efecto GMI. Sin embargo, esta anisotropía superficial compite con la anisotropía de forma, esta última favorece la orientación de la magnetización en la dirección longitudinal. Como resultado de esta competencia, la anisotropía efectiva en la cinta cortada a 0° se manifiesta en promedio (de acuerdo a los ciclos de histéresis de la muestra) con una débil anisotropía transversal. En contraste, para el caso de 90° , que ambas anisotropías son paralelas.

Podemos estimar la profundidad de penetración, la permeabilidad magnética relativa utilizada fue medida para una frecuencia 100 kHz de acuerdo a [25], mientras que la resistividad es informada por el fabricante, el cálculo se realizó utilizando la ecuación 1.10 y los siguientes valores:

- Permeabilidad del vacío: $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \frac{H}{m}$
- Permeabilidad relativa: $\mu_r = 10000$
- Resistividad: $\rho = 1.34 \times 10^{-6} \Omega \cdot m$

Tabla 3.3: Profundidad de penetración por efecto skin δ μm para distintas frecuencias con $\mu_r = 10000$.

Frecuencia MHz	1	5	10	100
δ μm	5.8 ± 0.1	2.6 ± 0.1	1.8 ± 0.1	0.6 ± 0.1

Los resultados de la estimación de la profundidad de penetración para el rango de frecuencia especificados entre 1 y 100 MHz se encuentran en la tabla 3.3, estos indican que las mediciones de magnetoimpedancia para las cintas Metglas 2714A nos proporcionan información de superficie debido al efecto “skin”. Como se mencionó anteriormente, la permeabilidad magnética disminuye con el aumento de la frecuencia. En consecuencia, la profundidad de penetración aumenta ligeramente, aunque se mantiene dentro del mismo orden de magnitud.

Es importante comentar que el corte también podría haber producido estrés mecánico a las cintas modificando propiedades magnéticas. Una caracterización magnética superficial con técnicas como el MOKE podría aportar más información con respecto al comportamiento magnético de la superficie.

3.2. Efecto del recocido por corriente en cintas CoFe

El tratamiento térmico puede inducir cambios considerables en el comportamiento magnético de un material. En esta sección se analizará los cambios en las propiedades magnéticas de cintas sometidas a distintas corrientes de recocido. Es importante destacar que este tipo de recocido, mediante corriente, no solo permite un aumento de temperatura, sino que también induce una anisotropía en las cintas. Este proceso es análogo a la aplicación de temperatura junto con un campo magnético externo, lo que lo convierte en una opción atractiva debido a su facilidad y bajo costo.

Las cintas utilizadas en este estudio tienen composición $(\text{Co}_{0,95}\text{Fe}_{0,05})_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$. Estas cintas poseen una magnetostricción cercana a cero y, según experimentos previos, presentan una temperatura de cristalización de $420 \pm 1^\circ\text{C}$. Las cintas fueron recocidas durante 5 min a distintas corrientes, que varían entre 440 mA y 680 mA. De acuerdo con Vásquez et al.[26], en la Fig. 2 se puede observar cómo varía la temperatura en función de la corriente aplicada. En nuestro estudio, realizamos una aproximación lineal, considerando que a 440 mA alcanza una temperatura de $274 \pm 1^\circ\text{C}$ y 680 mA una temperatura de $427 \pm 1^\circ\text{C}$. El resumen de estos resultados se muestra en la Tabla 3.4, que también incluye la densidad de corriente, considerando que el ancho de cada cinta es de 0.5 mm y el espesor es de $32 \pm 1\mu\text{m}$.

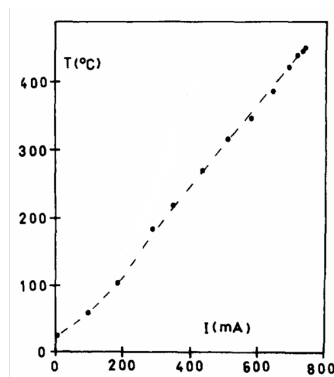


Figura 3.11: Temperatura V/S corriente de recocido para cinta magnética CoFe

Cada cinta fue cortada a una longitud aproximada de 14 mm y se midieron sus propiedades magnéticas con el fin de caracterizar su comportamiento magnético después del recocido y como cambia entre los distintos valores de corriente suministrados.

Tabla 3.4: Valores de temperatura T y densidad de corriente J con respecto a la corriente de recocido I_{an} .

I_{an} mA	440	480	560	600	640	680
T °C	274	299.5	350.5	376	401.5	427
J A/mm ²	27.5	30	35	37.5	40	42.5

3.2.1. Estudio experimental de cintas CoFe recocidas

Para estudiar como el calentamiento con corriente modifica el comportamiento magnético de cintas CoFe, se midieron las curvas de histéresis de cintas previamente recocidas con corrientes entre 440 mA y 680 mA, que equivalen a temperaturas entre 274°C y 427°C respectivamente.

La Figura 3.12.a) presenta los ciclos de histéresis de las muestras recocidas, haciendo énfasis en la evolución del campo coercitivo con la temperatura. La Fig.3.13 muestra el aumento progresivo de H_c desde 440 mA hasta 560 mA, seguido de una caída significativa a 600 mA, tras la cual vuelve a incrementarse este comportamiento también se observa en la remanencia en la Fig.3.13.

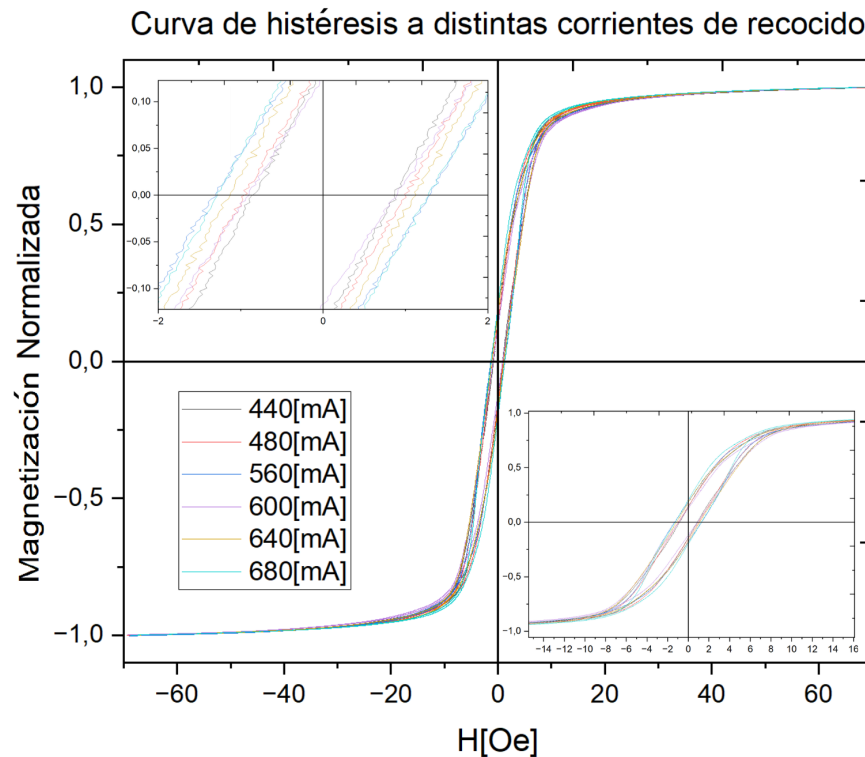


Figura 3.12: Curvas de histéresis para muestras CoFe de acuerdo a su corriente de recocido.

En la Figura 3.13 y en la Tabla 3.5, se puede ver que la coercitividad mínima se presenta en el recocido a 440 mA, con un valor de $H_c = 0.86 \pm 0.01$, mientras que la máxima se alcanza a 560 mA, con $H_c = 1.3 \pm 0.01$. Además, es importante notar que a 680 mA la coercitividad alcanza un valor de $H_c = 1.28 \pm 0.01$, muy cercano al máximo registrado.

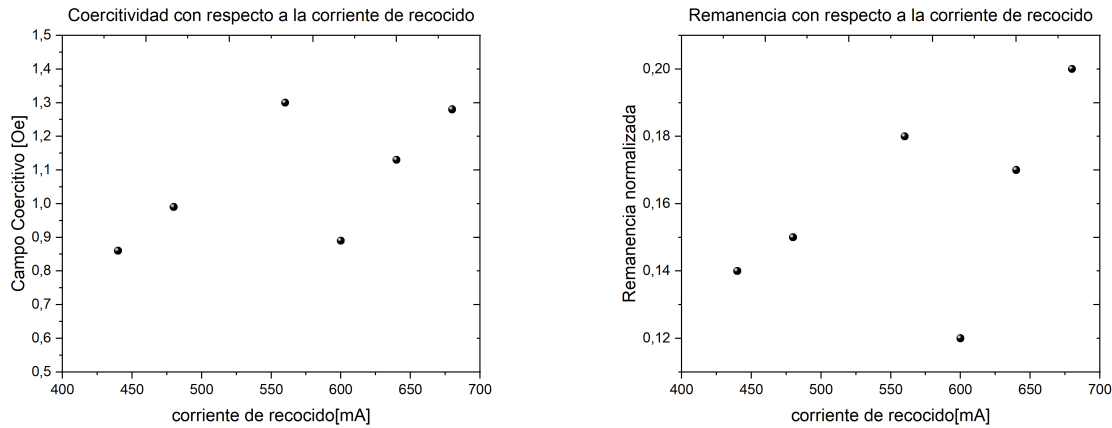


Figura 3.13: Distribución del Campo Coercitivo y de la remanencia normalizada de acuerdo a su corriente de recocido (Annealing)

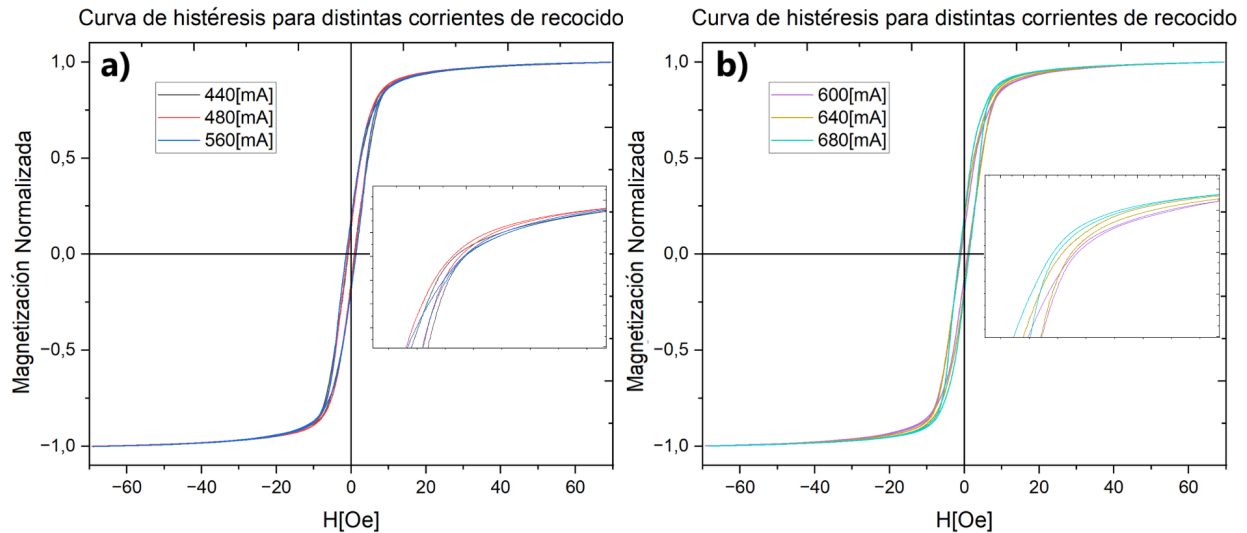


Figura 3.14: evolución de la curva de histéresis para corriente de recocido a) 440, 480 y 560 mA y b) 600, 640 y 680 mA

Por otro lado, en la Fig. 3.12 y la Fig. 3.14 se pueden observar los cambios y la evolución de la curva de histéresis en función de las distintas corrientes de recocido. En la Fig. 3.14a), se

Tabla 3.5: Valores de H_c y remanencia normalizada M_r en función de la corriente de recocido aplicada I_{an} .

I_{an} mA	440	480	560	600	640	680
H_c Oe	0.86 ± 0.01	0.99 ± 0.01	1.3 ± 0.01	0.89 ± 0.01	1.13 ± 0.01	1.28 ± 0.01
M_r	0.14 ± 0.01	0.15 ± 0.01	0.18 ± 0.01	0.12 ± 0.01	0.17 ± 0.01	0.20 ± 0.01

aprecia la evolución de las curvas correspondientes a 440-560 mA, donde, además del incremento en la coercitividad mencionado anteriormente, se observa que las partes superior e inferior de la curva comienzan a “cerrarse” a medida que aumenta la corriente de recocido, esto puede ser debido al proceso de reestructuración de dominios, este proceso puede cambiar las propiedades magnetostrictivas aumentando la anisotropía magnetoelástica.

Por su parte, en la Fig. 3.14b), se muestra la evolución de las curvas correspondientes al rango de 600 a 680 mA. En este caso, el cierre de las partes superior e inferior de la curva de histéresis se mantiene, pero con un cambio en la inclinación. A medida que aumenta la corriente de recocido, la pendiente de la curva también aumenta, lo que provoca que las regiones superior e inferior se acerquen aún más al eje de normalización. Se puede observar el cambio en la inclinación de la curva de 600 mA en comparación con la de 680 mA, destacando que la curva correspondiente a 640 mA representa un estado de transición intermedio entre ambas, podemos explicar esto teniendo en cuenta que hasta la corriente de 600 mA el campo generado es más intenso por lo tanto, la reestructuración aumenta su alineación con el mismo, pero pasando temperaturas de 400°C podemos comenzar a tener un fenómeno de nanocrystalización que modifica la pendiente de la curva de histéresis para el caso de 640 mA y 680 mA, es importante mencionar la nanocrystalización aumenta considerablemente el campo coercitivo.

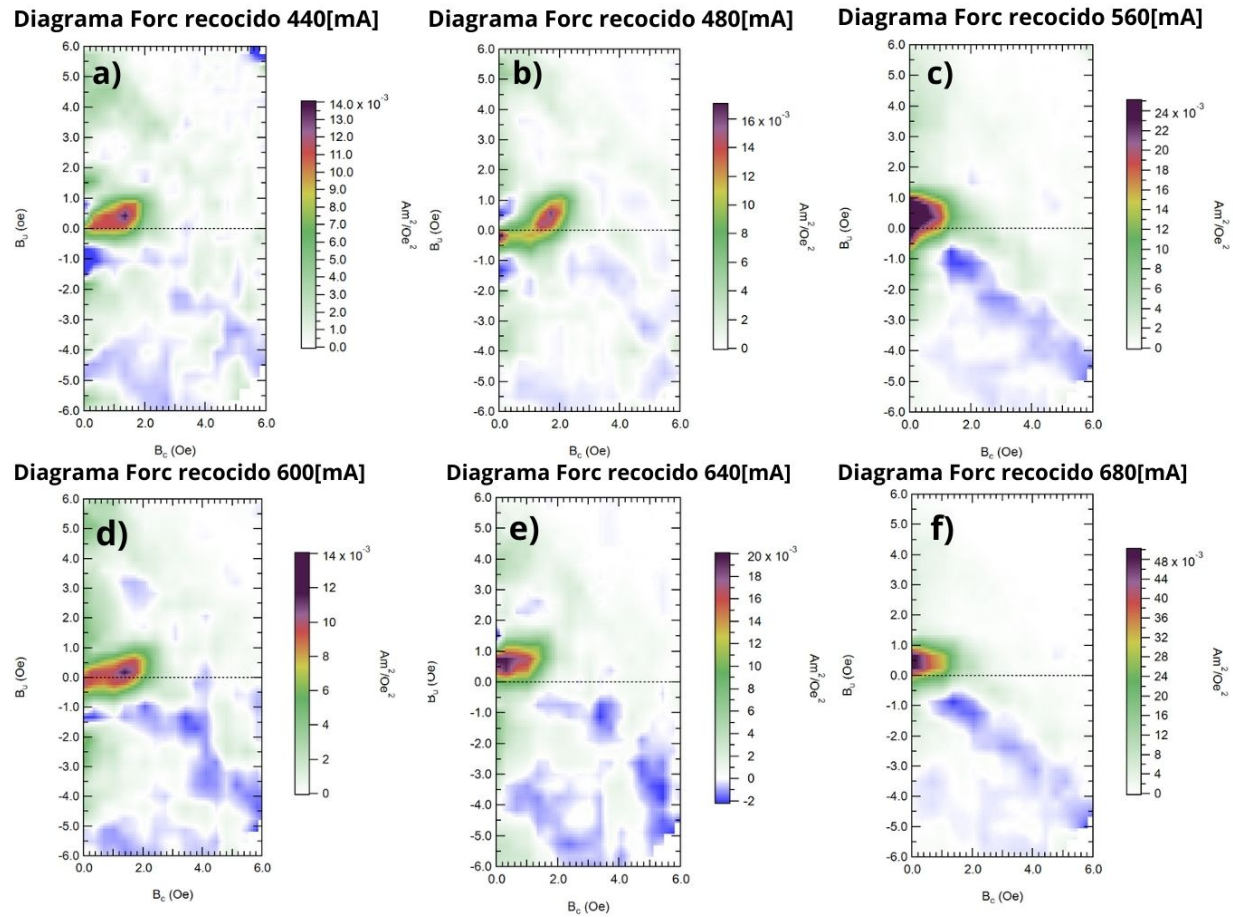


Figura 3.15: Evolución de Diagrama FORC para una cinta CoFe. a)recocido 440 mA b)recocido 480 mA c)recocido 560 mA d)600 mA e)640 mA f)680 mA.

En la Fig. 3.15 se observa la evolución de los diagramas FORC para recocidos entre 440 mA y 680 mA. Un rasgo común en los diagramas es la concentración de la distribución coercitiva en campos bajos, lo que es coherente con el comportamiento de las curvas de histéresis, caracterizadas por una respuesta magnéticamente blanda.

El diagrama correspondiente al recocido a 440 mA (Fig. 3.15a) presenta una intensidad menor en comparación con los otros casos. Esto sugiere que los dominios magnéticos tienen una baja interacción entre ellos. Además, se observan zonas desmagnetizantes representadas por regiones azul intenso, lo que indica la presencia de fluctuaciones locales en el material que se opone o reaccionan de manera contraria al campo externo[27].

En la Fig. 3.15b), correspondiente al recocido a 480 mA, se aprecia un cambio en la distribución de coercitividad, donde aparecen dos máximos de acuerdo con la escala de colores lo

que indica una evolución en la distribución coercitiva. Además, la intensidad global del diagrama aumenta, lo que sugiere una mayor interacción entre los dominios magnéticos. Las zonas desmagnetizantes persisten, pero su tamaño e intensidad disminuyen en comparación con el caso anterior.

En la Fig. 3.15c), que corresponde al recocido a 560 mA, la distribución de coercitividad se extiende alrededor de $B_c = 0$. Se observa un aumento en la intensidad máxima y una mayor superficie de la región de mayor respuesta, indicando interacciones magnéticas más intensas y mejor definidas. A diferencia de los casos anteriores, las zonas desmagnetizantes intensas desaparecen y las zonas de interacción se concentran más en la zona central.

Comparando los diagramas FORC de las cintas recocidas entre 440 mA y 560 mA, nos sugiere una evolución en las interacciones magnéticas, evidenciada por los cambios de la distribución de coercitividad y el incremento de la intensidad de las interacciones que se pueden producir en el interior de la muestra. Este comportamiento podría indicar un cambio estructural producido por la corriente de recocido lo que hace que las interacciones magnéticas aumenten progresivamente. Además, la disminución de las zonas desmagnetizantes indicadas en azul puede estar influenciada por las disminuciones de las intensidades internas, cabe mencionar que la intensidad de las interacciones magnéticas también es observada en los cambios de campo coercitivo en las curvas de histéresis.

En la Fig. 3.15 también se observa la evolución de los diagramas FORC en el rango de recocidos entre 600 mA y 680 mA. En este intervalo, las interacciones magnéticas tienden a concentrarse progresivamente hacia el centro del diagrama, mientras que las zonas desmagnetizantes desaparecen, esto implica que el material tiene una mayor eficiencia en la alineación con el campo externo.

En la Fig. 3.15d) se observa el diagrama FORC de la cinta recocida a 600 mA, se aprecia que la intensidad de las interacciones ha disminuido en comparación con el caso de 560 mA. Sin embargo, la distribución coercitiva se mantiene en el rango de 0 a 20 Oe, aunque con menor intensidad. Esta menor intensidad puede relacionarse a un estado de relajación estructural por efecto de reducción de las tensiones internas, por lo tanto la cinta suaviza magnéticamente, lo que se asocia a una reducción del campo coercitivo como se observa en la figura 3.13a).

En las Fig. 3.15e) y f), se observa un aumento progresivo en la intensidad del diagrama para las cintas recocidas a 640 mA y 680 mA, lo que sugiere un aumento de la irreversibilidad. Para

el caso del recocido a 680 mA, la intensidad se incrementa aún más y se concentra según la escala de colores del diagrama. Este comportamiento podría estar asociado a la presencia de las primeras etapas de cristalización debido a la corriente de recocido que alcanzan temperatura sobre de 400°C, lo que termina provocando un aumento de la coercitividad y refuerza la irreversibilidad del proceso de magnetización.

Los cambios observados en las curvas de histéresis y en los diagramas FORC para las distintas cintas podrían estar relacionadas con transformaciones estructurales inducidas por el campo magnético y el aumento de la temperatura producidos por la corrientes aplicadas en el recocido. Este re ordenamiento estructural inducir una anisotropía magnetoelástica en la muestra [26].

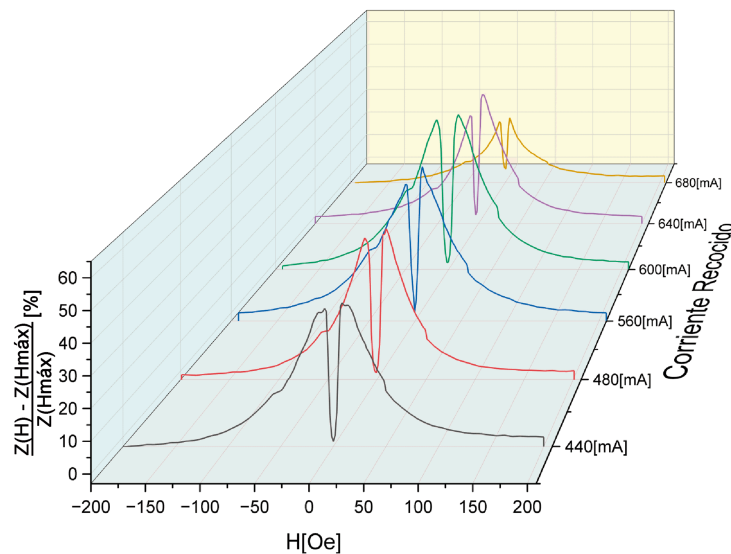


Figura 3.16: Curvas de magneto impedancia respecto a su corriente de recocido medidas a una frecuencia de 30 MHz.

En la Fig. 3.16 se observa el comportamiento de las curvas de GMI en función de la corriente de recocido. Se aprecia que el máximo de variación de impedancia aumenta progresivamente entre 440 mA y 600 mA donde alcanza el máximo para luego disminuir hasta 680 mA.

El máximo valor de GMI se alcanza para una muestra recocida a 600 mA, que medido a 30 MHz corresponde a 55.8 ± 0.1 % y un campo de anisotropía de 12.5 ± 0.1 Oe. Todas las muestras presentan anisotropía transversal [26] debido a que la corriente que circula en el recocido genera un campo magnético circular que en una cinta induce una anisotropía trasversal. La muestra recocida

a 680 mA presenta el menor variación de magneto impedancia de $24.2 \pm 0.1 \%$. En la tabla 3.6 se resume los principales parámetros de las curvas de magnetoimpedancia en función de la corriente de recocido. Estas variaciones en los máximos de impedancia podrían estar asociadas a la presencia de una anisotropía helicoidal [2]. Esto se deduce al comparar nuestra tendencia experimental con la observada en la Fig. 1.15, donde se presenta un comportamiento similar. En nuestro caso, el máximo se alcanza a una corriente de 600 mA, lo cual, de acuerdo con la referencia mencionada, correspondería a un ángulo de anisotropía helicoidal del orden de 60° .

Esta distribución es bastante consistente también con lo observado en otro estudio que considera muestras de la similar composición [2] pero con longitudes distintas.

Por otro lado, los valores del campo de anisotropía no presentan una tendencia clara como tal aumentan y disminuyen, solo entre 600 mA y 680 mA, alcanza el máximo en 600 mA con $12.5 \pm 0.1 \text{ Oe}$ y el mínimo en 680 mA con $6.7 \pm 0.1 \text{ Oe}$. En la misma tabla se puede apreciar también un resumen de dichos valores. con respecto a la disminución del campo de anisotropía efectiva entre 600 mA a 680 mA, esto puede suceder por los efectos progresivos de la cristalización, el leve crecimiento de granos puede producir una eliminación de anisotropías locales lo cual termina en una disminución en la anisotropía efectiva, esto también lo observamos en las curvas de histéresis de la Figura 3.14 b).

Tabla 3.6: Valores máximos del pico de magnetoimpedancia gigante (GMI pico Max) en función de la corriente de recocido para una cinta de CoFe, Medidas a 30 MHz

I_{an} mA	440	480	560	600	640	680
$\Delta Z/Z \%$	41.7 ± 0.1	46.8 ± 0.1	49.9 ± 0.1	55.8 ± 0.1	45.6 ± 0.1	24.2 ± 0.1
H_k Oe	8.3 ± 0.1	10.8 ± 0.1	9.2 ± 0.1	12.5 ± 0.1	7.5 ± 0.1	6.7 ± 0.1

Discusión

Los resultados obtenidos para las cintas de CoFe recocidas a distintas corrientes muestran variaciones tanto en las curvas de histéresis, los diagramas FORC y las curvas GMI. Es importante destacar la correlación entre los diagramas FORC y las curvas de histéresis de cada cinta recocida en un rango de corriente entre 440 mA y 680 mA. Se observa que la intensidad de los diagramas FORC se alinea con la variación del campo coercitivo en las curvas de histéresis. Un claro ejemplo de esto es el aumento progresivo de la coercitividad entre 440 mA y 560 mA, seguido por una

marcada disminución en 600 mA, y posteriormente un incremento hasta 680 mA. La intensidad de los diagramas FORC, representada por la escala de colores, sigue esta misma tendencia.

Si analizamos las curvas de histéresis en función de la corriente de recocido, es evidente que se producen cambios estructurales, los cuales pueden atribuirse a la eliminación de tensiones residuales inducidas por la temperatura además cambios producidos en la anisotropía por efecto del campo magnético generado por el paso de la corriente eléctrica. Por lo tanto, estos cambios en las curvas de histéresis están directamente relacionados con la ganancia de anisotropía transversal y con variaciones en la magnetostricción [26]. La evolución observada en las curvas de histéresis también se refleja en los diagramas FORC, como se ha reportado en [28], donde se indica que a densidades de corriente elevadas pueden iniciarse fenómenos de cristalización, lo que podría traducirse en un aumento de la coercitividad.

Las curvas GMI para los distinta corrientes de recocidos, presentan una distribución de variación máxima de impedancia similar documentada en el estudio [2], donde se observa una coincidencia en el aumento progresivo en la variación de impedancia, esto ocurre para las corrientes entre 440 mA hasta 600 mA mientras que luego desciende progresivamente. En particular, se encuentra que el valor máximo ocurre a 600 mA, mientras que el mínimo se da en 680 mA. Aunque los valores de variación de magnetoimpedancia reportados en dicho estudio son mayores a los obtenidos en el nuestro.

La disminución en la variación del valor de magnetoimpedancia más allá de los 600 mA se debe al inicio de la cristalización del material, lo que limita el aumento de la permeabilidad. Esto resulta evidente en la muestra recocida a 680 mA, y además en el diagrama FORC nos presenta una mayor intensidad que el resto, lo cual es un claro indicio que se vuelve más irreversible, lo que puede ser atribuido a la formación de nanocristales.

Para un tratamiento térmico a 600 mA el material alcanza una estabilidad mayor disminuyendo intensidad las interacciones entre dominios por efectos de tensiones internas como se muestra en el rango del diagrama de la fig.3.15d) lo que hace que anisotropía inducida en el recocido aumente considerablemente, esto lo podemos observar en la curva GMI que presenta el mayor campo de anisotropía efectiva.

3.3. Conclusiones

Hemos logrado implementar con éxito un sistema de medición de curvas de magnetoimpedancia, que ha permitido obtener dichas curvas con precisión. Además, utilizamos un magnetómetro de inducción para medir los ciclos de histéresis y generar los diagramas FORC de las cintas ricas en cobalto. Esto nos ha permitido determinar parámetros clave, como la distribución de coercitividad y la forma de las curvas de histéresis.

En el caso de las cintas Metglas 2714A, hemos obtenido información relevante sobre la anisotropía magnética. A partir del análisis de magnetoimpedancia y ciclos de histéresis, se concluye que el ángulo preferente de magnetización es de 90° con respecto a las estrías. En las curvas GMI, se observa una tendencia a un único pico y valores de campo de anisotropía más bajos en esta cinta, lo que contrasta con la cinta cortada en dirección de las estrías. Esta última presenta una anisotropía transversal bien definida en relación con su geometría. En cuanto a las curvas de histéresis, ambas muestras presentan formas similares, pero diferenciándose en su campo de anisotropía, es decir, la cinta cortada a 0° requiere un campo mayor para alcanzar la saturación, lo que genera una leve inclinación en la curva, un comportamiento característico para la cinta que presenta mayor anisotropía efectiva. Por otro lado, los diagramas FORC no resultan concluyentes, ya que las muestras de 0° y 90° presentan características similares en términos de campos coercitivos y estructura multidominio, haciendo que dichos diagramas sean prácticamente indistinguibles.

Para las cintas con composición $(\text{Co}_{0,95}\text{Fe}_{0,05})_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$, los efectos de la corriente de recocido son particularmente notorios. Esto se evidencia tanto en las curvas de histéresis como en los diagramas FORC y las curvas de impedancia. En particular, las curvas de histéresis y los diagramas FORC muestran una fuerte coherencia entre sí: la corriente modifica la distribución coercitiva y la forma de la curva de histéresis, lo que sugiere efectos de relajación estructural y variaciones en la anisotropía. A corrientes más elevadas (680 mA), se alcanza el punto de cristalización. En el caso de las curvas GMI, también se observan estos efectos, con una reducción significativa de la variación de magnetoimpedancia.

Anexo

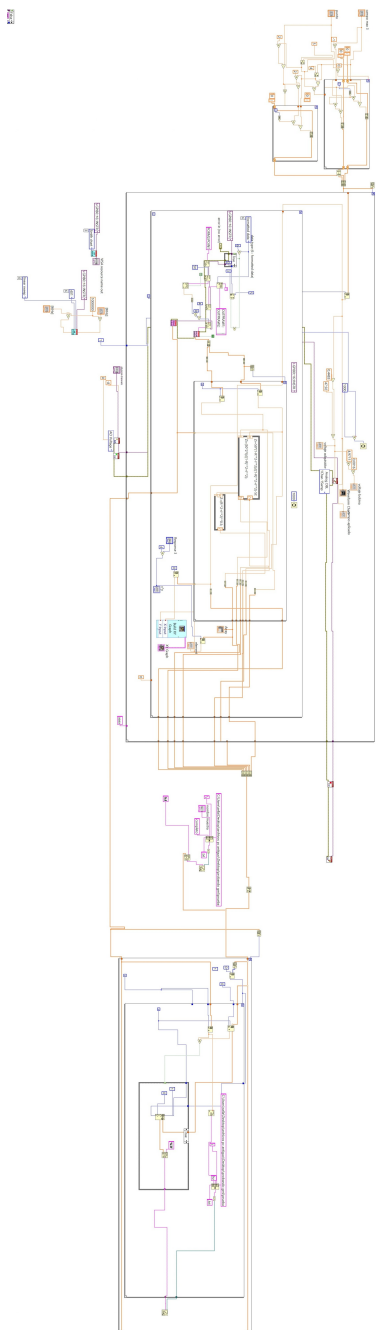


Figura 3.17: Diagrama de bloques del programa LabVIEW del medidor de magnetoimpedancia (aplicar zoom)

Referencias

- [1] Ansar Masood, H.A. Baghbaderani, K.L. Alvarez, J.M. Blanco, Z. Pavlovic, V. Ström, P. Stamenov, C.O. Mathuna, and P. McCloskey. High-frequency power loss mechanisms in ultra-thin amorphous ribbons. 519:167469, 2021.
- [2] M. Ipatov, Lorena Gonzalez-Legarreta, Javier García, Alexander Chizhik, L. Dominguez, V. Zhukova, A. Zhukov, Blanca Hernando, and J. González. Induced giant magnetoimpedance effect by current annealing in ultra thin co-based amorphous ribbons. *IEEE Transactions on Magnetics*, 49:1009–1012, 03 2013.
- [3] G. Bordin, G. Buttino, A. Cecchetti, M. Cecchetti, and M. Poppi. Influence of the structural instabilities on the anisotropy fields in co-based amorphous alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 153(3):285–292, 1996.
- [4] Julián Velázquez. Anisotropía magnetoelástica en hilos amorfos inducida durante su proceso de fabricación. 01 2011.
- [5] DINÁMICA VIBRACIONAL DE NANOESTRUCTURAS. *TESIS CARRERA DE DOCTORADO EN FÍSICA*. PhD thesis, Universidad Nacional de Cuyo, 2019.
- [6] Jacob Torrejón. Estudio del acoplamiento magnetoelástico y magnetostático en microestructuras multicapas bifásicas. 2010.
- [7] Richard J. Harrison and Joshua M. Feinberg. Forcinel: An improved algorithm for calculating first-order reversal curve distributions using locally weighted regression smoothing. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 9(5), 2008.

- [8] Andrew Roberts, Christopher Pike, and Kenneth Verosub. First-order reversal curve diagrams: A new tool for characterizing the magnetic properties of natural samples. *Journal of Geophysical Research*, 105:28461–28476, 12 2000.
- [9] J.C. Martínez-García, M. Rivas, and J.A. García. Forc analysis of ferro-ferromagnetic exchange bias in nanocrystalline ribbons. 2016.
- [10] Chuanbing Rong and Baogen Shen. Nanocrystalline and nanocomposite permanent magnets by melt spinning technique. *Chinese Physics B*, 27:117502, 11 2018.
- [11] Ling Zhou, Fang Jin, Weiming Cheng, and Yue Zhang. Simulation of giant magnetic impedance (gmi) effect in co-based amorphous ribbons with demagnetizing field. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 27:1769–1775, 07 2014.
- [12] T. Morikawa, Y. Nishibe, H. Yamadera, Y. Nonomura, M. Takeuchi, and Y. Taga. Giant magneto-impedance effect in layered thin films. *IEEE Transactions on Magnetics*, 33(5):4367–4372, 1997.
- [13] Alfredo García-Arribas, Eduardo Fernández, and Dav Cos. *Thin-Film Magneto-Impedance Sensors*. 11 2017.
- [14] A. Chizhik, C. Garcia, A. Zhukov, J. Gonzalez, P. Gawronski, K. Kulakowski, and J. M. Blanco. Relation between surface magnetization reversal and magnetoimpedance in co-rich amorphous microwires. *Journal of Applied Physics*, 103(7):07E742, 03 2008.
- [15] A. Zhukov, A. Talaat, M. Ipatov, and V. Zhukova. Tailoring the high-frequency giant magnetoimpedance effect of amorphous co-rich microwires. *IEEE Magnetics Letters*, 6, 2015.
- [16] Ignacio Gil Galí, Carles Recasens Aloy, and Albert Miquel Sánchez Delgado. Circuits de microones, febrer 2013. 2013.
- [17] Giant magneto-impedance variation in amorphous cofesib ribbons as a function of tensile stress and frequency. *Physics Letters A*, 384(26):126657, 2020.

- [18] A. Rosales-Rivera, V.H. Valencia, and P. Pineda-Gómez. Three-peak behavior in giant magnetoimpedance effect in $\text{Fe}_{73.5}\text{Cr}_{13.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ amorphous ribbons. *Physica B: Condensed Matter*, 398(2):252–255, 2007.
- [19] A. Chizhik, V. Vega, Abd El-Moez A. Mohamed, V.M. Prida, T. Sánchez, B. Hernando, M. Ipatov, V. Zhukova, A.P. Zhukov, A. Stupakiewicz, L. Domínguez, and J. González. Surface magnetic properties and giant magnetoimpedance effect in Co-based amorphous ribbons. *Intermetallics*, 86:15–19, 2017.
- [20] M. Tejedor, B. Hernando, M.L. Sánchez, and V.M. Prida. The frequency dependence of permeability in $\text{Co}_{66.5}\text{Fe}_{3.5}\text{Si}_{12}\text{B}_{18}$ metallic glasses. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 160:311–312, 1996. Proceedings of the twelfth International Conference on Soft Magnetic Materials.
- [21] Valencia Serna Victor Hugo. Estudio del fenómeno de magnetoimpedancia gigante en cintas magnéticamente blandas de aleaciones $\text{Fe}_{73.5}\text{Cr}_{13.5}\text{Cu}_{1.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$. 2004-12.
- [22] Abd El-Moez Mohamed. Giant magnetoimpedance effect in $\text{Co}_{66.5}\text{Fe}_{3.5}\text{Si}_{12}\text{B}_{18.0}$ amorphous ribbons layered with Co film. *Materials*, 04 2016.
- [23] Hai Tran, J. Devkota, Tatiana Eggers, J. Wingo, W. Cai, I. Skorvanek, Haresamudram Srikanth, and Manh-Huong Phan. Anisotropic mechanical and giant magneto-impedance properties of cobalt-rich amorphous ribbons. *Journal of Electronic Materials*, 45, 01 2016.
- [24] Lander Combarro Expósito. Efectos de la deformación en la magnetoimpedancia de multicapas de Permalloy sobre sustratos flexibles. 2017.
- [25] Hung Quach and Talso Chui. Low temperature magnetic properties of metglas 2714a and its potential use as core material for EMI filters. *Cryogenics*, 44:445–449, 06 2004.
- [26] M. Vázquez, J. González, and A. Hernando. Induced magnetic anisotropy and change of the magnetostriction by current annealing in Co-based amorphous alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 53(4):323–329, 1986.

- [27] Guorong Sha, Chao Yang, Zenglu Song, and Yasushi Takemura. Magnetic interactions in weigand wires evaluated by first-order reversal curves. *Materials*, 15(17), 2022.
- [28] Larissa Panina, Abdugarim Dzhumazoda, Makhsudsho Nematov, J. Alam, A. Trukhanov, Nikolay Yudanov, Alexander Morchenko, V. Rodionova, and A. Zhukov. Soft magnetic amorphous microwires for stress and temperature sensory applications. *Sensors*, 19:5089, 11 2019.