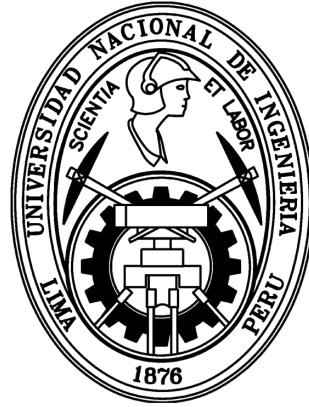


UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

FACULTAD DE CIENCIAS



TESIS

“MAGNETISMO E HISTÉRESIS EN ESTRUCTURAS A  
BAJAS ESCALAS UTILIZANDO UN MAGNETÓMETRO DE  
MUESTRA VIBRANTE”

PARA OBTENER EL TÍTULO PROFESIONAL DE

LICENCIADO EN FÍSICA

ELABORADO POR

DANIEL JORDAN RINGGOLD

ASESOR

Dr. Ludwin Misael León Hilario

LIMA - PERÚ

2017

# Índice general

<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
1.1. Antecedentes y motivación	1
1.2. Objetivos generales	3
1.3. Objetivos específicos	3
<b>2. Fundamento teórico</b>	<b>4</b>
2.1. Origen del Magnetismo	4
2.1.1. Diamagnetismo	6
2.1.2. Paramagnetismo	8
2.1.3. Ferromagnetismo	12
2.1.4. Antiferromagnetismo	19
2.1.5. Ferrimagnetismo	21
2.2. Origen de la Histéresis	23
2.2.1. Energía libre en materiales magnéticos	25
2.2.1.1. Energía magnetostática	25
2.2.1.2. Energía de intercambio	26
2.2.1.3. Energía de anisotropía magnetocristalina	27
2.2.2. Curvas de histéresis a partir de energías	28
2.2.2.1. Películas delgadas	28
2.2.2.2. Material bulk	31
<b>3. Desarrollo experimental</b>	<b>32</b>
3.1. Diseño e implementación del VSM	32
3.1.1. Principio de Funcionamiento del VSM	32
3.1.1.1. Función de Sensibilidad	32
3.1.1.2. Obtención de señal	35
3.1.2. Descripción detallada del VSM	36
3.1.3. Bobinas de detección	40
3.1.3.1. Construcción	40
3.1.3.2. Simulación y optimización	41
3.1.4. Respuesta en frecuencia	45
3.1.5. Linealidad de la amplitud de oscilación	47
3.2. Procesos de medición y calibración	47
3.2.1. Fabricación y preparación de las muestras	47
3.2.2. Procedimiento de medición	48
3.2.3. Toma de datos	49
3.2.4. Sustracción de contribución paramagnética	50

3.2.5. Calibración del VSM . . . . .	50
<b>4. Resultados</b>	<b>53</b>
4.1. Cinta y disco de níquel . . . . .	53
4.2. Discos magnéticos flexibles . . . . .	54
4.3. Sistema acusto-magnético . . . . .	55
4.4. Películas delgadas de <i>permalloy</i> . . . . .	56
4.4.1. Película de 100 nm de espesor . . . . .	57
4.4.2. Películas de espesor menor a 100 nm . . . . .	58
<b>5. Discusión</b>	<b>60</b>
5.1. Respuesta en frecuencia . . . . .	60
5.2. Medición de campo magnético aplicado . . . . .	60
5.3. Calibración del VSM . . . . .	61
5.4. Mejoras en la sensibilidad . . . . .	61
5.5. Automatización . . . . .	62
5.6. Campo magnético aplicado . . . . .	63
5.7. Saturación y curvas cerradas . . . . .	63
5.8. Efecto del ángulo sobre la magnetización . . . . .	64
5.9. Cinta y disco de níquel . . . . .	66
5.10. Discos magnéticos flexibles . . . . .	67
5.11. Sistema acusto-magnético . . . . .	67
5.12. Películas delgadas de <i>permalloy</i> . . . . .	67
<b>6. Conclusiones y perspectivas</b>	<b>69</b>
6.1. Conclusiones . . . . .	69
6.2. Perspectivas . . . . .	70
<b>A. Unidades magnéticas</b>	<b>72</b>
<b>B. Manual de uso del VSM</b>	<b>73</b>
B.1. Inicializando el <i>Jupyter Notebook</i> . . . . .	73
B.2. Voltaje remanente del transductor magnético . . . . .	75
B.3. Ciclos de medición . . . . .	75
B.4. Toma de datos y gráfica de resultados . . . . .	76
B.5. Midiendo la respuesta del sistema . . . . .	77
<b>C. Cálculo de susceptibilidades antiferromagnética y ferrimagnética</b>	<b>79</b>
C.1. Cálculo de susceptibilidad antiferromagnética . . . . .	79
C.2. Cálculo de susceptibilidad ferrimagnética . . . . .	83
<b>D. Cálculo de la función de sensibilidad</b>	<b>87</b>
<b>Bibliografía</b>	<b>89</b>
<b>Agradecimientos</b>	<b>93</b>

# Resumen

En esta tesis se presenta el diseño e implementación de un Magnetómetro de Muestra Vibrante (o *Vibrating Sample Magnetometer*, VSM, por sus siglas en inglés) de sensibilidad en el orden de  $10^{-4}$  emu, que puede medir momentos magnéticos hasta el orden de  $10^1$  emu bajo la influencia de una magnitud máxima de campo magnético aplicado de 2300 Oe. El VSM detecta la magnetización de materiales magnéticos mediante la inducción electromagnética de un *f.e.m.* sobre bobinas de detección. En este documento detallamos el proceso de implementación de un VSM, sus componentes y la automatización de las mediciones. El control de los instrumentos se realiza mediante el lenguaje de programación Python. La calibración se realizó con un cuadrado de cinta de níquel (99.9% puro) y para comprobar el funcionamiento del VSM se caracterizaron diversas muestras magnéticas planas, en forma de discos magnéticos para grabación de datos y material depositado por *sputtering*.



# Abstract

This thesis presents the design and implementation of a Vibrating Sample Magnetometer with a sensitivity on the order of  $10^{-4}$  emu, capable of measuring magnetic moments on the order of  $10^1$  emu under the influence of a maximum applied magnetic field magnitude of 2300 Oe. The VSM detects the magnetization of magnetic materials by the electromagnetic induction of an *e.m.f.* on detection coils. This document details the process of implementing a VSM, its components and the measurement automation. Control of the instruments was accomplished using the Python programming language. Calibration was performed using a square piece of nickel strip (Ni, 99.9% pure) and the characterization of various planar magnetic samples such as magnetic recording media and magnetic material deposited by *sputtering* was carried out in order to test the VSM's functionalities.

# Capítulo 1

## Introducción

### 1.1. Antecedentes y motivación

Diariamente, las propiedades magnéticas de diversos materiales son aprovechadas para el funcionamiento de gran parte de nuestra tecnología, desde la producción de sonido en parlantes hasta la exploración interna no-invasiva de imágenes por resonancia magnética [1]. La aplicación depende del material y sus propiedades magnéticas, y estudiarlas permite desarrollar nuevas tecnologías. Un ejemplo de este proceso está en la historia de los discos duros usados para el almacenamiento de información en las computadoras. Estos dispositivos almacenan la información manipulando la magnetización de pequeñas regiones, alrededor de  $70 \text{ nm} \times 140 \text{ nm}$ , en una delgada capa de material magnético, usualmente aleaciones de cobalto, depositado sobre unos discos con una superficie de material no magnética, usualmente aleaciones de aluminio [2, 3]. La densidad máxima, en bits por unidad de área, que se puede obtener en un disco depende de las dimensiones de estas regiones, qué tan bien se puede controlar la magnetización en ellas y la confiabilidad de la señal que se puede obtener al detectar la magnetización de estas regiones. Como describen Chappert *et al* [4], para aumentar la densidad es necesario poder aplicar los descubrimientos adquiridos de investigaciones pasadas. En primer lugar, se aprovechó el efecto de *magnetoresistencia anisotrópica*, AMR<sup>1</sup> y, posteriormente, el efecto de la *magnetoresistencia gigante*, GMR<sup>2</sup>. En el caso de la AMR, la resistencia eléctrica de ciertos materiales depende de la orientación relativa entre la magnetización y la dirección de propagación de la corriente, un efecto conocido desde mediados del siglo XIX. Los sensores AMR tienen grosores por encima de los 50 nm, pues, a grosores menores la señal de la magnetización no es suficientemente bien detectada [3]. Por otro

---

<sup>1</sup>Del nombre en inglés, *anisotropic magnetoresistance*

<sup>2</sup>Del nombre en inglés, *giant magnetoresistance*

lado, en el efecto de la GMR, descubierto en 1988, el cambio en la resistencia eléctrica se debe a la orientación relativa entre el espín de los portadores de carga y la magnetización del material que atraviesan. Particularmente, la GMR se observa en heteroestructuras compuestas de capas muy delgadas apiladas una sobre otra, alternando entre materiales magnéticos y no magnéticos, con un grosor de heteroestructura total en el orden de los nanómetros [3]. Baibich *et al.* [5] describen el efecto en multicapas de hierro (capa magnética) y cromo (capa no magnética). Cuando no hay campo magnético externo y las capas de cromo son suficientemente delgadas, las capas magnéticas se encuentran en acoplamiento antiferromagnético (la magnetización en capas adyacentes de hierro se orientan antiparalelamente) y la resistencia a la corriente eléctrica es alta. Por otro lado, conforme aumenta el campo magnético externo, las capas de hierro se orientan en la dirección de éste, y la resistencia se va reduciendo hasta que las capas de hierro llegan a la saturación magnética, cuando se alcanza la mínima resistencia eléctrica, mostrando una reducción de aproximadamente 50%. El cambio relativo de resistencia en GMR es mucho mayor que para AMR, lo cual permite tener sensores de campo con mejor sensibilidad [6], lo que permite detectar campos más débiles de regiones más pequeñas. Esto, el tener sensores de campo magnético más sensibles, junto con mejores métodos para la fabricación de los discos duros ayudó a tener regiones más pequeñas donde se graben los bits, aumentando la densidad de almacenamiento y por lo tanto la capacidad máxima de los discos duros. En cada caso, la aplicación de un descubrimiento sobre el comportamiento de materiales magnéticos permitió realizar mejoras en la tecnología del momento. Es importante mencionar que el estudio y caracterización de materiales magnéticos permite encontrar soluciones innovadoras a problemas actuales, como el tratamiento de aguas contaminadas [7] o el tratamiento de tumores cancerígenos [8, 9]. Ambos se pueden solucionar mediante el uso de nanopartículas magnéticas.

Los ejemplos mostrados, como ya se ha mencionado, se han podido dar gracias a las mejoras en técnicas de fabricación, como la deposición de materiales por *sputtering*. En particular, la capacidad de crear estructuras de multicapas delgadas de diferentes tipos de materiales ayudó a revelar comportamientos fundamentales en los portadores de carga que dan pie a funcionalidades novedosas. Por ejemplo, los portadores de carga pueden ser dispersados o pueden atravesar una barrera por efecto túnel a mayor o menor grado en función a la orientación de su espín [4]. La línea de investigación que busca estudiar y aplicar este conocimiento es la espintrónica, teniendo entre sus objetivos el desarrollo de dispositivos con componentes de menor tamaño, mayor velocidad de procesamiento y menor consumo de energía [10]. El control y detección del espín de los portadores de carga permiten el desarrollo de nuevos dispositivos espintrónicos y esto, a la vez, sirve de motivación para mejorar la sensibilidad de las técnicas utilizadas para medir propiedades magnéticas de la materia.

## 1.2. Objetivos generales

A partir de estos descubrimientos y avances en la espintrónica, y que se vuelva más común el uso de películas delgadas con baja magnetización, se decide retomar y fortalecer la línea de investigación en magnetismo en el Laboratorio de Materiales Nanoestructurados (LMN), con el objetivo de estudiar y caracterizar estos materiales magnéticos de escala nanométrica. Esta tesis contribuye a este objetivo suministrando al Laboratorio con un Magnetómetro de Muestra Vibrante, conocido también como VSM<sup>3</sup>, de mayor sensibilidad a los que antes se tenía. Este equipo estará dirigido a la caracterización magnética de materiales y se estará integrando y colaborando a las demás líneas de investigación.

La caracterización de materiales magnéticos con un VSM se basa en la inducción electromagnética causada por la vibración de una muestra magnetizada en las cercanías de un arreglo de bobinas. Esta forma de medición del momento magnético se le conoce como una técnica de inducción. Existen otros métodos de medir el momento magnético de una muestra, por ejemplo, sometiendo la muestra magnetizada a una fuerza mediante un gradiente de campo magnético alternante, como en el *Alternating gradient force magnetometer* (magnetómetro de fuerza debido a gradiente alternante), o AGFM [11]. También se puede someter la muestra magnetizada, ya sea material en bulk o películas delgadas, a un torque colocándola en un campo magnético uniforme y medir la rotación mediante un péndulo de torsión [12].

## 1.3. Objetivos específicos

Esta tesis tiene como objetivo diseñar y poner en marcha un VSM, con automatización en el proceso de medición, para el estudio de las propiedades magnéticas de películas delgadas y muestras minerales. Particularmente, se desea poner en marcha un VSM que sea capaz de detectar el momento magnético de una película delgada cuya señal se encuentra entre  $10^{-4}$  y  $10^{-3}$  emu. Esto requiere que este VSM mejore la sensibilidad antes obtenida por equipos similares construidos en la Facultad de Ciencias, implemente mayor automatización en el proceso de medición, y realice todo el procesamiento de datos y control de la instrumentación en un mismo programa.

---

<sup>3</sup>Del nombre en inglés, *Vibrating Sample Magnetometer*.

## Capítulo 2

# Fundamento teórico

### 2.1. Origen del Magnetismo

Todos los compuestos presentan cierto grado de magnetismo. Cada protón, neutrón y electrón, que constituyen los átomos, poseen una propiedad fundamental llamada *momento magnético*. Esta es una cantidad vectorial, cuya magnitud indica la energía que tendría al interactuar con un campo magnético mediante la energía Zeeman [13]. Sin embargo, el comportamiento magnético observado, y que es de interés en este trabajo, es aquel producido por el momento magnético total del átomo, que es el resultado de la suma de los momentos angular orbital y de espín de los electrones. En el presente análisis no consideraremos el momento magnético del núcleo atómico debido a que es demasiado débil<sup>1</sup> como para afectar el comportamiento magnético que se quiere caracterizar.

Siguiendo el electromagnetismo, es posible generar un campo magnético con una corriente en una espira. Este campo, denominado campo aplicado o externo y denotado por  $\vec{H}$ , es el que interactúa con los momentos magnéticos en la materia y puede ser producido por un arreglo de espiras (como las bobinas de Helmholtz) o por un electroimán. Cuando un material es sometido a un campo magnético externo  $\vec{H}$ , éste afectará a sus momentos magnéticos, orientándolos paralelos o antiparalelos a la dirección del campo magnético. Es decir, la muestra se magnetiza, y la intensidad de este efecto sobre la materia se denota por el vector  $\vec{M}$ , conocida como la *magnetización*, la cual se combina con el campo  $\vec{H}$  formando el campo  $\vec{B}$ , conocido como la *inducción magnética* [13]. En

---

<sup>1</sup>Una aproximación al orden de magnitud de los momentos magnéticos se puede obtener de sus correspondientes magnetones:  $\mu_N = 5.05 \times 10^{-24}$  erg/Oe y  $\mu_B = 9.27 \times 10^{-21}$  erg/Oe. Vemos que los momentos magnéticos nucleares son menores por tres órdenes de magnitud.

general, estos vectores son paralelos y, sea nula o no la magnetización, están relacionados mediante la siguiente ecuación:

$$\vec{B} = \vec{H} + 4\pi\vec{M}. \quad (2.1)$$

Los materiales se pueden clasificar según su susceptibilidad magnética, que resulta del cociente entre la magnetización y el campo magnético aplicado. Su magnitud y signo determina qué tan susceptible es un compuesto ante la presencia de un campo magnético. La susceptibilidad es una cantidad adimensional, pero, en el sistema CGS la magnetización hace referencia a una unidad de volumen, entonces, se le llama susceptibilidad volumétrica. Se puede calcular mediante

$$\chi = \frac{M}{H}, \quad (2.2)$$

y tiene unidades de emu/(Oe · cm<sup>3</sup>). También se puede calcular la susceptibilidad de masa conociendo la densidad del material,  $\rho$ , mediante

$$\chi_m = \frac{\chi}{\rho}, \quad (2.3)$$

teniendo unidades de emu/(Oe · g). En la tabla 2.1 se muestra la susceptibilidad molar,  $\chi_M$ , medido en cm<sup>3</sup> mol<sup>-1</sup>, de diversos elementos.

TABLA 2.1: Susceptibilidad magnética molar,  $\chi_M$ , de elementos seleccionados a temperaturas de 285 a 300 K [14].

Elemento	Símbolo	$\chi_M (\times 10^{-6} \text{ cm}^3 \text{ mol}^{-1})$
Aluminio	Al	+16.5
Cadmio	Cd	-19.7
Helio (g)	He	-2.02
Mercurio (l)	Hg	-33.5
Oxígeno (g)	O <sub>2</sub>	+3449
Plata	Ag	-19.5

Si bien la ecuación 2.1 describe la relación entre el campo magnético externo,

la magnetización y la inducción magnética, esta ecuación no proporciona información sobre el origen del comportamiento magnético de la materia en estudio. Es importante conocer el origen del magnetismo en la materia pues permite entender su comportamiento a diferentes escalas y las interacciones que pueden ocurrir entre diferentes tipos de materiales magnéticos. También, nos proporciona las herramientas necesarias para poder explicar nuevos comportamientos. Los distintos materiales magnéticos también pueden clasificarse según la manera en la que sus momentos magnéticos están ordenados. Al no haber campo magnético externo,  $\vec{H} = 0$ , primero se describirá el caso en que no hay orden magnético y los momentos magnéticos atómicos (o moleculares) están ausentes, debido a la cancelación entre todos los momentos magnéticos electrónicos, como es el caso de los gases nobles. Materiales como estos son clasificados como diamagnéticos. Por otro lado, si los átomos (o moléculas) sí tienen un momento magnético neto distinto de cero pero están magnéticamente desordenados, no hay organización entre estos momentos, este material se clasifica como paramagnético [13, 15]. Seguidamente, describiremos los materiales magnéticamente ordenados, que son los ferromagnéticos, donde los momentos se arreglan paralelos entre sí, los antiferromagnéticos y ferrimagnéticos, donde los momentos son antiparalelos [15].

Como se puede notar en las definiciones del campo  $\vec{B}$  y la susceptibilidad, se usará el sistema de unidades CGS para las mediciones magnéticas, principalmente emu para el momento magnético y oersted (Oe) para el campo magnético externo. Los factores de conversión se encontrarán al final en el Apéndice A.

### 2.1.1. Diamagnetismo

El término diamagnetismo quiere decir “magnetismo débil” y el comportamiento de estos materiales se puede considerar como un “magnetismo negativo” [13], ya que las sustancias diamagnéticas suelen ser muy débilmente repelidas por campos magnéticos. El efecto es tan débil que estos materiales suelen ser considerados “no magnéticos”. Este comportamiento se puede entender cualitativamente y de manera clásica, a través del análisis de los electrones que rodean el núcleo. Estos electrones compensan entre sí sus momentos magnéticos y, en la suma, se obtiene un momento nulo. Sin embargo, ante la presencia de un campo magnético externo, se inducirá un momento magnético de orientación opuesta de acuerdo a la ley de Lenz. En consecuencia, los electrones del átomo son acelerados y una fuerza neta aparece sobre el átomo que lo aleja de la fuente del campo magnético. Calcular la susceptibilidad de este modo, de manera clásica, es posible y se puede hallar una ecuación para ciertos materiales diamagnéticos [15], pero el razonamiento es incorrecto al suponer que los electrones se comportan de manera clásica

[16]. Por lo tanto, para estudiar esta fuerza, se trabajará el diamagnetismo usando la mecánica cuántica, considerando todos los electrones y tratando de ser precisos.

Entonces, el estado energético de cada electrón puede ser descrito por el siguiente Hamiltoniano [17]:

$$\begin{aligned}\mathcal{H} &= \sum_{i=1}^Z \left( \frac{p_i^2}{2m} + V_i \right) + \mu_B (g_L \vec{L} + g_S \vec{S}) \cdot \vec{B} + \frac{e^2}{8mc^2} \sum_{i=1}^Z (\vec{B} \times \vec{r}_i)^2 \\ &= \mathcal{H}_0 + \mathcal{H}_1^{para} + \mathcal{H}_1^{dia},\end{aligned}\quad (2.4)$$

donde  $g_L$ ,  $g_S$  y  $g_J$  son los factores de Landé para los momentos angulares orbital, de espín y total, respectivamente.

El segundo término en la ecuación 2.4,  $\mathcal{H}_1^{para}$ , es conocido como el término paramagnético, debido a que muestra la interacción de los momentos magnéticos atómicos no nulos (la suma de  $\vec{L}$  y  $\vec{S}$ ) con el campo magnético y que, en un estado de mínima energía, orienta los momentos magnéticos *paralelamente* al campo *magnético* (esto se detallará más adelante). El tercero de la misma ecuación,  $\mathcal{H}_1^{dia}$ , es el término diamagnético, debido a que muestra la interacción entre cada electrón con el campo magnético, lo cual, en escala macroscópica, muestra la leve repulsión mencionada al inicio de esta sección. Para estudiar este efecto se puede simplificar el análisis considerando que las capas electrónicas están todas completas, es decir, que no hay contribución al Hamiltoniano por parte del momento angular orbital ni el de espín. Esto significa que

$$\vec{L} = \vec{S} = \vec{0}, \quad (2.5)$$

despareciendo así el término paramagnético. Adicionalmente, se puede simplificar el término diamagnético asignando una dirección al campo externo, por ejemplo,  $\vec{B} = B_0 \hat{k}$ , lo cual permite aproximar el término diamagnético de la forma

$$\mathcal{H}_1^{dia} = \frac{e^2 B_0^2}{8mc^2} \sum_{i=1}^{N_e} (x_i^2 + y_i^2), \quad (2.6)$$

donde  $N_e$  es el número de electrones en el átomo o ion. Considerando la simetría esférica de éstos, se tiene que  $\langle x^2 \rangle = \langle y^2 \rangle = \langle z^2 \rangle = \frac{1}{3} \langle r^2 \rangle$  y la ecuación 2.6 se convierte en



$$\mathcal{H}_1^{dia} = \frac{e^2 B_0^2}{12mc^2} \sum_{i=1}^{N_e} \langle r_i^2 \rangle. \quad (2.7)$$

La magnetización viene dada por  $\vec{M} = \frac{N}{V} \langle \vec{m} \rangle$  [17], donde el momento magnético promedio se puede obtener el valor esperado del *operador momento magnético*,  $\hat{m} = -\frac{\partial}{\partial B} \mathcal{H}_1^{dia}$  [16]. Combinando estas dos fórmulas se obtiene:

$$\begin{aligned} M &= -\frac{N}{V} \left\langle \frac{\partial \mathcal{H}_1^{dia}}{\partial B} \right\rangle \\ &= -\frac{N e^2 B_0}{V 6mc^2} \sum_{i=1}^{N_e} \langle r_i^2 \rangle, \end{aligned} \quad (2.8)$$

donde  $N$  es el número de átomos en un volumen  $V$ . Por lo tanto, el cálculo de la susceptibilidad está dada por [17]:

$$\chi = \frac{M}{H} = \frac{M}{B_0} = -\frac{N e^2}{6V m c^2} \sum_{i=1}^{N_e} \langle r_i^2 \rangle, \quad (2.9)$$

donde  $\langle r_i^2 \rangle$  es el radio promedio del  $i$ -ésimo electrón del átomo.

Este resultado es útil para materiales con átomos o iones que tienen capas electrónicas completas. Sin embargo, no es válida casos como el de compuestos con electrones no localizados, que también pueden exhibir diamagnetismo debido a que éstos se comportan como orbitales completos. La ecuación 2.9 tampoco es válida para metales en bulk, cuyo diamagnetismo es causado por los electrones de conducción y es mejor explicado mediante un formalismo diferente, como el de teoría de bandas [15]. De todos modos, es importante mencionar que si se hiciera una gráfica de  $M$  en función de  $H$  para un material diamagnético, se observaría una línea recta con pendiente negativa. Todo material experimenta una repulsión diamagnética, aunque sea leve, lo cual puede afectar la forma de las curvas de histéresis (detalladas más adelante).

### 2.1.2. Paramagnetismo

Los materiales paramagnéticos también describen un efecto magnético débil que depende del campo magnético externo. Cada átomo o molécula del material tiene un momento magnético propio debido a electrones desapareados en orbitales atómicos (o moleculares), los cuales no interactúan entre sí por la gran distancia entre ellos [15].

Sin campo magnético no hay momento magnético neto en el material ya que la energía térmica ( $k_B T$ ) orienta los momentos individuales en direcciones aleatorias. Sin embargo, ante la presencia de un campo magnético externo, el momento magnético total es paralelo al campo externo y su magnitud es proporcional al mismo, lo cual es debido a que, energéticamente, cada momento magnético tiene una menor energía si se encuentra paralelo al campo externo. Esto se puede ver del Hamiltoniano paramagnético de la ecuación 2.4:

$$\mathcal{H}_1^{para} = \mu_B (g_L \vec{L} + g_S \vec{S}) \cdot \vec{B}. \quad (2.10)$$

El momento magnético total se calcula con la siguiente ecuación [17]:

$$\begin{aligned} \vec{\mu}_J &= \vec{\mu}_L + \vec{\mu}_S \\ &= -\mu_B (g_L \vec{L} + g_S \vec{S}) \\ &= -\mu_B g_J \vec{J}, \end{aligned} \quad (2.11)$$

donde  $g_J$  es el factor de Landé para el momento angular total. Es preciso recordar que  $\vec{L}$  es el vector momento angular orbital,  $\vec{S}$  el vector momento angular de espín y  $\vec{J}$  el vector momento angular total. Adicionalmente, el momento angular orbital resultante de un átomo de varios electrones está caracterizado por el número cuántico  $L$ , que proviene de la suma de todos los momentos angulares orbitales presentes. Similarmente, el momento angular de espín resultante está caracterizado por el número cuántico  $S$  y el momento angular total es caracterizado por el número cuántico  $J$ . Entonces, el Hamiltoniano para un dipolo magnético en un campo magnético externo es [13, 17]:

$$\mathcal{H}_1^{para} = -\vec{\mu}_J \cdot \vec{B} = \mu_B g_J \vec{J} \cdot \vec{B}. \quad (2.12)$$

Este producto escalar tiene un mínimo valor cuando del producto entre el momento magnético total,  $\vec{\mu}_J$ , y el campo externo,  $\vec{B}$  son paralelos, lo que equivale a decir que el campo externo y el momento angular total son antiparalelos. Además, a mayor campo, mayor será la cantidad de momentos que logran alinearse al campo externo, como se discutirá más adelante.

Para calcular el valor de la magnetización, se requiere la magnitud del momento magnético de total del átomo, el cual es el resultado de la suma de los momentos

magnéticos orbitales y de espín, los cuales se suman como vectorialmente como momentos angulares. Entonces, el momento magnético efectivo,  $\mu_{\text{eff}}$  [13], del átomo es

$$\mu_{\text{eff}} = g_J \sqrt{J(J+1)} \mu_B, \quad (2.13)$$

donde  $\mu_B$  es el magnetón de Bohr. Como los factores  $g$  para el momento angular orbital y de espín tienen valores fijos,  $g_L = 1$  y  $g_S = 2$  (aproximadamente), el factor de Landé para el momento angular total no necesita el subíndice y se escribirá tan solo como  $g$ . Este factor se obtiene a partir de la siguiente ecuación [13]:

$$g = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)}. \quad (2.14)$$

La naturaleza cuántica de la interacción entre el momento magnético total y el campo magnético externo indica que el momento angular, y por lo tanto el magnético, estarán cuantizados. Estos momentos solo podrán alinearse a ciertos ángulos respecto al campo externo,  $\vec{B}$ . La componente del momento magnético de cada átomo en la dirección de  $\vec{B}$  tendrá un valor de la forma  $\mu_{H,comp} = gM_J\mu_B$  donde  $M_J$  es un número cuántico asociado a  $J$ , que toma valores  $-J, -(J-1), \dots, 0, \dots, J-1, \text{ ó } J$ . El valor máximo de este momento está dado por

$$\mu_H = gJ\mu_B. \quad (2.15)$$

Los valores de  $J$ ,  $L$  y  $S$  describen los momentos magnéticos de cada átomo pero, en general, no se pueden calcular o medir individualmente para sólidos. Por otro lado, se puede medir el valor del factor de Landé mediante experimentos de resonancia magnética [13]. Suponiendo que se el material paramagnético estudiado no se encuentra en presencia de un material magnetizado ( $\vec{M} = \vec{0}$ ), esto permite calcular la energía potencial de cada momento como

$$E_P = -gM_J\mu_B H. \quad (2.16)$$

La energía  $E_P$  está cuantizada. Al utilizar este valor de energía se puede calcular la magnetización de la muestra empleando la estadística de Boltzmann. Considerando que el material posee  $n$  átomos por unidad de volumen, se obtiene una magnetización de

$$M = n \frac{\sum g M_J \mu_B e^{g M_J \mu_B H / kT}}{\sum e^{g M_J \mu_B H / kT}}. \quad (2.17)$$

Las sumatorias involucran los términos desde  $-J$  a  $+J$  y se pueden simplificar [13], resultando en

$$M = ngJ\mu_B \left[ \left( \frac{2J+1}{2J} \right) \coth \left( \frac{2J+1}{2J} x \right) - \left( \frac{1}{2J} \right) \coth \left( \frac{1}{2J} x \right) \right], \quad (2.18)$$

donde  $x = \mu_H H / kT$ . La parte de la ecuación 2.18 que está entre corchetes es la función de Brillouin,  $B(J, x)$ . También, empleando la ecuación 2.15 del máximo momento magnético de cada átomo y sabiendo que  $n$  es la densidad de átomos, el producto de  $ngJ\mu_B = M_0$ , la magnetización de saturación del material. Entonces, la ecuación 2.18 se puede expresar de la siguiente forma Cullity and Graham [13]:

$$\frac{M}{M_0} = B(J, x). \quad (2.19)$$

Esta función tiene asíntotas horizontales para  $x \rightarrow \pm\infty$ , tendiendo a un valor de  $M_0$ , la saturación del material paramagnético para un valor de  $H/T$  suficientemente grande. Es importante resaltar que el cociente  $H/T$  determina a qué valor de campo magnético externo el material llega a la saturación debido a que, a mayor energía térmica, más difícil es saturar el material. Adicionalmente, es importante notar que la saturación no implica que los momentos magnéticos sean paralelos al campo, ya que la componente  $\mu_H$  nunca llega a ser de igual valor que  $\mu_{\text{eff}}$ .

Por otro lado, los materiales paramagnéticos se pueden caracterizar por su susceptibilidad magnética, la cual en ellos es positiva y en el orden de  $10^{-5}$  a  $10^{-2}$  [15]. Adicionalmente, susceptibilidad de masa es inversamente proporcional a la temperatura absoluta [13]. Esto es conocido como la ley de Curie, donde la constante de proporcionalidad se llama la constante de Curie y se expresa de la siguiente manera:

$$\chi_m = \frac{C}{T}, \quad (2.20)$$

lo cual, recordando que  $\chi_m = M / \rho H$ , indica que la ecuación 2.20 nos da una relación lineal entre la magnetización, el campo magnético externo y la temperatura. Esto no es lo que se obtiene de la ecuación 2.19, donde se llega a un valor de saturación magnética.

Lo que sucede es que la ley de Curie es resultado experimental para campos máximos de  $0.5 \times 10^4$  a  $10^4$  Oe [13], rango en el cual la función de Brillouin es lineal. Entonces, un gráfico de  $M$  en función de  $H$  para campos moderados luciría como una línea recta con una pendiente positiva.

### 2.1.3. Ferromagnetismo

Los compuestos ferromagnéticos se caracterizan por poseer magnetización espontánea sin la necesidad de la presencia de un campo magnético externo. Igual que los paramagnéticos, estos presentan una susceptibilidad positiva. Lo que diferencia a los materiales ferromagnéticos de los paramagnéticos es la intensidad de la magnetización. Mientras que un material paramagnético como tungsteno a un campo de 50 Oe puede tener una magnetización de  $2.8 \times 10^{-4}$  emu/cm<sup>3</sup> [14], un material ferromagnético (por ejemplo, hierro) tiene una magnetización de  $1.7 \times 10^3$  emu/cm<sup>3</sup> [13], 7 órdenes de magnitud por encima de la magnetización de un paramagneto. Las características principales del ferromagnetismo se pueden comprender a partir de un razonamiento similar al utilizado para describir el paramagnetismo.

El comportamiento de la susceptibilidad de un material ferromagnético se asemeja a la ley de Curie que se observa en los paramagnetos, y se puede describir según la expresión [13]:

$$\chi_m = \frac{C}{T - \theta}, \quad (2.21)$$

que es conocida como la Ley de Curie-Weiss. Esta es una ley hallada empíricamente, igual que la Ley de Curie antes mencionada. La constante  $\theta$  tiene unidades de temperatura y, en este caso, para los materiales ferromagnéticos, es igual a la Temperatura de Curie,  $T_c$ , donde la susceptibilidad es infinita. Por encima de esta temperatura, el material se comporta como un paramagneto. Por debajo de la temperatura crítica, el material alcanza valores de magnetización mucho mayores, llegando incluso a magnetizarse espontáneamente sin la necesidad de un campo magnético externo. Este comportamiento es el que se denomina ferromagnetismo. El origen de este comportamiento se deduce de la mecánica cuántica y es debido a la interacción de intercambio, cuya energía mínima ocurre cuando los momentos magnéticos están alineados. Así como estudiamos el Hamiltoniano para el diamagnetismo y paramagnetismo, el Hamiltoniano asociado al ferromagnetismo es el siguiente [17]:

$$\mathcal{H}^{ferro} = - \sum_{ij} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j + g_J \mu_B \sum_i \vec{S}_i \cdot \vec{H}, \quad (2.22)$$

donde el primer término representa la energía de la interacción de intercambio y  $J_{ij} > 0$  para los vecinos más cercanos. El segundo término representa la interacción de los espines con el campo presente.

Trabajar con el Hamiltoniano de la ecuación 2.22 implica realizar una sumatoria sobre todos los pares de átomos en el material, conociendo el momento angular de espín de cada uno. Esto es un cálculo demasiado grande para ser práctico y, por lo tanto, se tiene que hacer uso de simplificaciones. Primero, la interacción de intercambio disminuye en magnitud rápidamente al aumentar la separación entre los momentos magnéticos [13], por lo tanto, solamente es necesario considerar los vecinos inmediatos. Esta simplificación todavía requiere de un cálculo considerable, así que se puede hacer una simplificación adicional. Es importante recordar que la interacción de intercambio es un efecto cuántico, cuyo origen se detallará más adelante, pero, conociendo que el resultado es el alineamiento de los momentos magnéticos en el material, se puede reemplazar esta interacción por un campo magnético adicional presente dentro del material. Este campo magnético es conocido como el *campo molecular*, y fue postulado por Pierre Weiss en 1906, antes que existiera la mecánica cuántica, lo que significa que esta es una aproximación clásica. Weiss describió a los materiales ferromagnéticos como la combinación de interacciones paramagnéticas con la adición de este campo molecular, definido por la siguiente relación [13]:

$$H_m = \gamma M, \quad (2.23)$$

donde  $\gamma$  es una constante adimensional que relaciona el campo molecular con la magnetización.

Esta aproximación del campo molecular se logra al reemplazar el término de la interacción de intercambio en la ecuación 2.22 por un campo adicional en el segundo término, el que indica la interacción de los momentos con los campos magnéticos presentes, obteniendo lo siguiente [17]:

$$\mathcal{H} = g_J \mu_B \sum_i \vec{S}_i \cdot (\vec{H} + \vec{H}_m). \quad (2.24)$$

Para estudiar las consecuencias del campo molecular, podemos, en primero lugar, suponer que no hay ningún campo magnético externo:  $\vec{H} = \vec{0}$ . Entonces, los átomos sólo interactúan con el campo molecular. En la figura 2.1 se presentan las dos contribuciones, el paramagnetismo (curva 1) y el campo molecular (curva 2). Es importante tener presente que la curva 1 es la función de Brillouin, la cual da como resultado el valor de la magnetización al ingresar el valor del campo magnético sobre la muestra, y que la curva 2, nos da la relación que debe cumplirse en todo momento entre la magnetización y el campo molecular. Estas curvas se intersecan en dos puntos: el origen y el punto P. Suponiendo que el estado del material ferromagnético comienza en el origen, con magnetización y campo molecular nulo, cualquier perturbación magnética (el campo magnético terrestre, por ejemplo) magnetizaría el material hasta el nivel de la ordenada del punto A. Ahora la magnetización es distinta de cero y el campo molecular crecerá hasta alcanzar el valor de la abscisa del punto B. El valor del campo al que está sometido el material ahora tiene por valor la abscisa de B, lo que significa que la magnetización tiene que crecer hasta llegar al punto C. Así se repite este proceso, aumentando el campo molecular y la magnetización, hasta llegar al punto P, donde el campo molecular iguala a la magnetización de la muestra. Estas dos contribuciones afectan al material en todo momento, por lo tanto tienen que llegar a un equilibrio. Este se obtiene al igualarse, por lo que el punto P representa la magnetización espontánea del material.

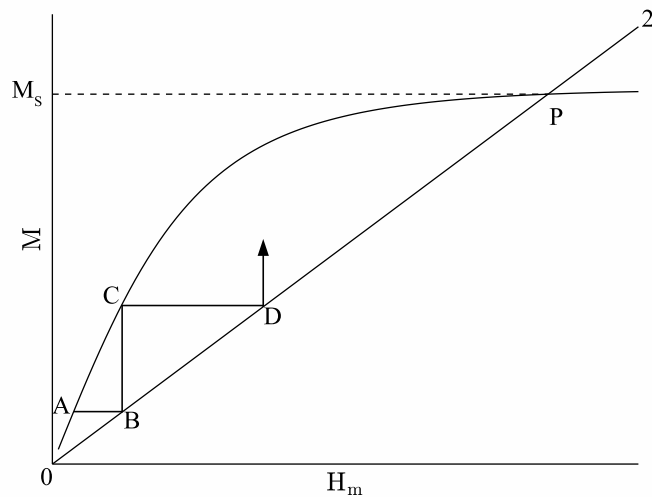


FIGURA 2.1: Magnetización espontánea de un material ferromagnético. Curva 1 muestra la función de Brillouin mientras que curva 2 la magnetización en función del campo molecular. El punto P indica el estado de saturación magnética espontánea. Los puntos A, B, C, D indican la evolución del sistema desde el estado A hasta D y, eventualmente, hasta el punto P.

La relación entre la temperatura de Curie y las propiedades del material se pueden obtener del parámetro  $x$  de la función de Brillouin (ecuación 2.19):

$$x = \frac{\mu_H H_m}{kT} = \frac{\mu_H \gamma M}{kT} \frac{M_0}{M_0} \Rightarrow \frac{M}{M_0} = \left( \frac{kT}{\mu_H \gamma M_0} \right) x. \quad (2.25)$$

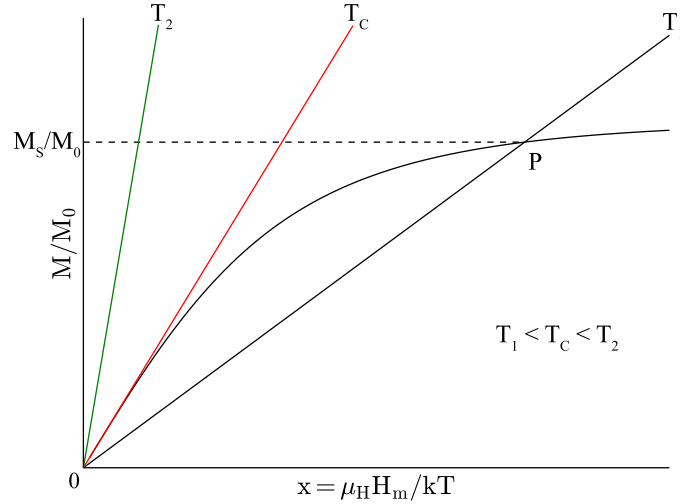


FIGURA 2.2: Efecto de temperatura en la magnetización espontánea de un material ferromagnético. Las líneas  $T_1$ ,  $T_C$  y  $T_2$  indican la magnetización relativa debido al campo molecular a diferentes temperaturas.  $T_C$  es la temperatura de Curie, a partir de la cual deja de existir la magnetización espontánea y el material es ahora paramagnético.

Esta expresión describe una relación lineal entre la magnetización relativa y  $x$ . Al graficar, se obtiene la figura 2.2, una figura similar a la anterior en la que también se observa el punto P, de magnetización espontánea. Si la pendiente de la recta aumenta, habrá un valor de ésta donde las curvas solo coinciden en el origen. En este punto no hay magnetización espontánea en el material, lo que indica que se encuentra en un estado paramagnético. El valor de  $T_C$  se puede hallar igualando la pendiente de esta recta con la pendiente de la función de Brillouin en el origen,  $(J + 1)/(3J)$ , obteniendo

$$\begin{aligned} T_C &= \left( \frac{\mu_H \gamma \rho \sigma_0}{k} \right) \left( \frac{J + 1}{3J} \right) \\ &= \frac{g(J + 1) \mu_B \gamma \rho \sigma_0}{3k}, \end{aligned} \quad (2.26)$$

donde  $\rho$  es la densidad del material y  $\gamma \rho$  es la constante de campo molecular en unidades de  $\text{Oe} \cdot \text{g}/\text{emu}$ . Recordando que  $\theta = T_C$ , notamos que la constante del campo molecular,  $\gamma$ , es directamente proporcional a  $\theta$ , dando así una noción de la magnitud de la interacción entre los momentos a partir de la ley de Curie. Por otro lado, debido a que la magnetización se mide en  $\text{emu}/\text{cm}^3$ , al cambiar la temperatura también cambia el volumen y, entonces, este valor de magnetización. Utilizamos la magnetización de



saturación específica,  $\sigma_0$ , en emu/g, para que no afecten los cambios volumétricos a los valores de magnetización.

La magnetización de una muestra ferromagnética, en función del campo aplicado y a cierta temperatura, se puede obtener a partir de la intersección entre la función de Brillouin y la recta de magnetización en función de la variable  $x$ , la cual modificamos añadiendo el campo magnético aplicado,  $H$ :

$$x = \frac{\mu_H(H + H_m)}{kT} = \frac{\mu_H(H + \gamma\rho\sigma)}{kT}, \quad (2.27)$$

lo cual se puede reescribir en función a la magnetización específica de la siguiente forma:

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = \left( \frac{kT}{\mu_H\gamma\rho\sigma_0} \right) x - \frac{H}{\gamma\rho\sigma_0}. \quad (2.28)$$

Graficando la ecuación 2.28 junto con la función de Brillouin, se observa cómo el campo aplicado cambia el punto de magnetización espontánea de P a P' en la figura 2.3. En la misma figura se muestra cómo, al estar a la temperatura de Curie, aplicar un campo magnético externo magnetiza la muestra.

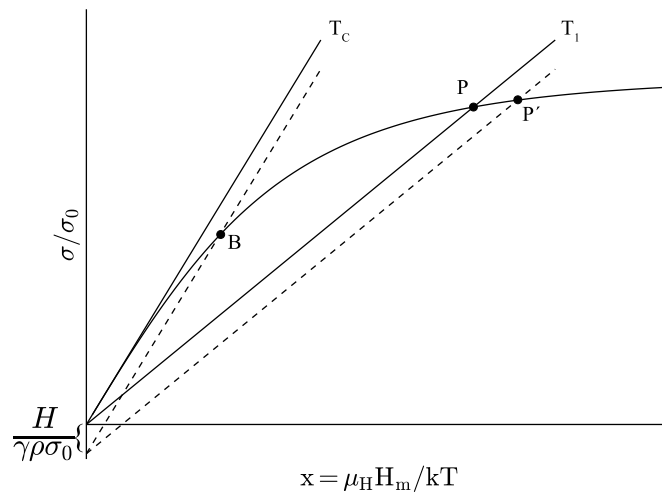


FIGURA 2.3: Efecto de un campo magnético aplicado en la magnetización en un material ferromagnético. Cada par de líneas representa la magnetización debido al campo molecular a diferentes temperaturas y así se puede observar el efecto del campo sobre la magnetización espontánea del sistema.

El campo molecular es un buen mecanismo de ayuda para comprender una primera aproximación al ferromagnetismo y aporta a la comprensión del comportamiento de otros tipos de materiales magnéticos. Sin embargo, la teoría de Weiss no indica el

origen físico del campo molecular. Se podría postular que este proviene de los momentos magnéticos de los átomos, pero el valor de  $H_m$  calculado de esta manera resulta aproximadamente  $10^3$  veces más débil de lo que se obtiene usando la temperatura de Curie [13].

El origen físico del campo molecular o, equivalentemente, el mecanismo que causa la alineación de los espines y la magnetización espontánea se puede explicar utilizando el formalismo de la mecánica cuántica. El sólido consiste de muchos átomos, cada uno aportando electrones y cada electrón indistinguible uno del otro. Según el Principio de Pauli, un par de electrones con espines antiparalelos pueden ocupar el mismo nivel energético, es decir, ocuparían el mismo orbital a pesar de existir una fuerte repulsión electrostática debido a su proximidad. Por otro lado, si los espines son paralelos, no pueden ocupar el mismo nivel de energía, estarían en orbitales distintos y la repulsión electrostática se reduce. Esta disminución en la energía del sistema favorece un estado con más espines paralelos, dando así la magnetización espontánea que se observó al postular el campo molecular. Este fenómeno es la interacción de intercambio mencionada al inicio de esta sección y, si bien el origen del efecto es electrostático, el uso del Principio de Pauli delata la naturaleza cuántica de esta interacción que fuerza a los electrones a tener espines paralelos [18].

La contribución energética de la interacción de intercambio entre un par de electrones se da por

$$E_{ex} = -2J_{ex}\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j, \quad (2.29)$$

donde  $J_{ex}$  es la integral de intercambio y es un valor positivo para los vecinos cercanos. Esta interacción determina la fuerza del acoplamiento de intercambio entre los pares de espines considerados, brinda información sobre el ordenamiento magnético del material y depende en parte de la razón entre la distancia interatómica y el diámetro de los orbitales d parcialmente llenos,  $r_{ab}/r_d$ . En varios materiales, se encuentra que un valor alto de este cociente está correlacionado con un valor positivo de  $J_{ex}$ , lo cual indica que el ordenamiento en el que se obtiene un mínimo de energía es el de ferromagnetismo. Sin embargo, esta relación falla para muchos otros materiales y, en principio, sólo sugiere una noción general [19].

Lo explicado previamente ayuda a entender los fenómenos como la saturación magnética, la magnetización espontánea y el alineamiento de los momentos magnéticos. No obstante, esto sirve como una primera aproximación. Implícitamente, se ha trabajado considerando que los electrones están unidos a su átomo y no se separan, lo que se conoce

como una teoría de momentos localizados. Esto es incorrecto cuando nos referimos a metales, pues se sabe que los electrones no permanecen sólo en los alrededores de un átomo, sino que se pueden mover por todo el sólido metálico, lo que se denomina una teoría de electrones colectivos o electrones itinerantes. Este último enfoque se puede detallar considerando que los electrones forman bandas de energías.

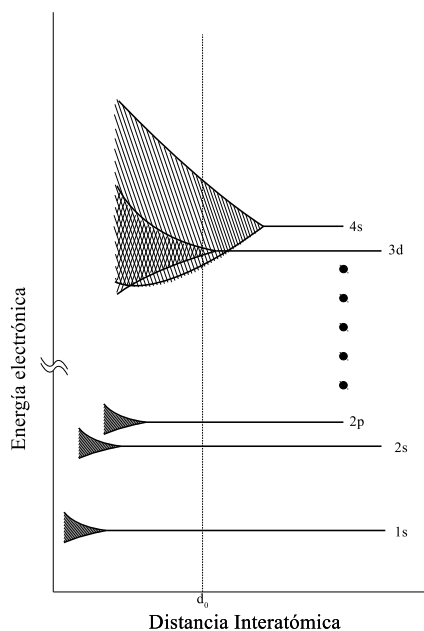


FIGURA 2.4: Desdoblamiento de orbitales al disminuir la distancia interatómica.

Mientras los átomos se encuentren suficientemente alejados, los electrones están en orbitales con niveles de energía definidos. Cuando los átomos se acercan para formar un sólido, estos orbitales comienzan a solaparse y los primeros en interactuar son los orbitales más alejados del núcleo, como los  $3d$  y  $4s$  que se observan en la figura 2.4. Cuando los átomos están cerca y los orbitales se empiezan a solapar, no se pueden tener electrones con mismo espín y mismo nivel de energía. Por consiguiente, estos niveles se tienen que dividir en varios posibles valores energéticos y los electrones dejan de estar unidos a su átomo original. Estos nuevos niveles son tan cercanos uno del otro que se consideran como una banda de energías. Los electrones que venían de orbitales  $3d$  y  $4s$  llegarán hasta cierto nivel de energía máxima, llamado el nivel de Fermi. Esto se observa en la figura 2.5, en la cual también se ha separado la población de electrones en dos grupos o sub-bandas: aquellos con espín arriba y aquellos con espín abajo. Si ambos lados están igual de poblados, no habrá momento magnético neto y, por tanto, no hay magnetismo; pero basta un ligero campo externo o la misma interacción de intercambio para que un electrón pase de una banda a otra y exista una magnetización neta en el material.

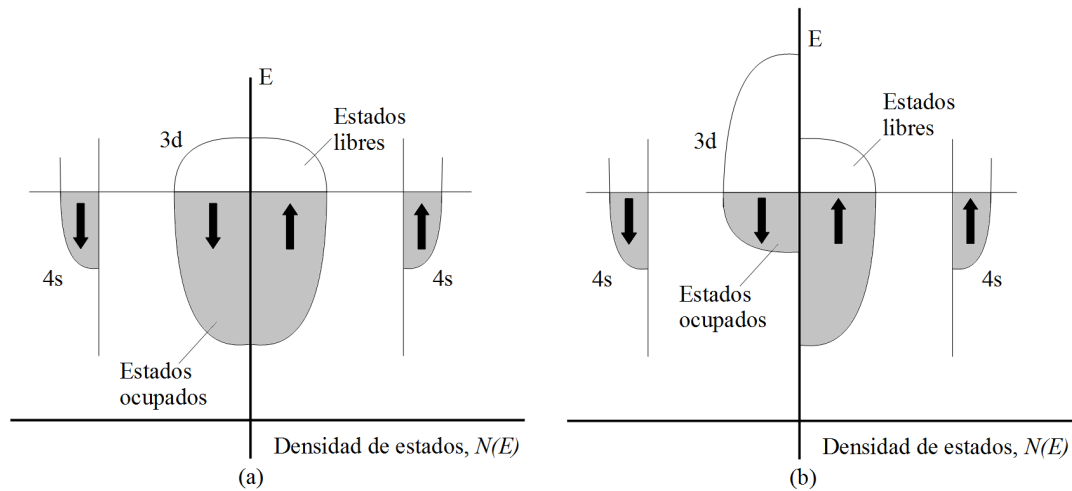


FIGURA 2.5: Densidad de estados en material con momento magnético nulo (a) y no nulo (b).

#### 2.1.4. Antiferromagnetismo

Un tercer orden magnético es el antiferromagnetismo. Este se caracteriza por tener una susceptibilidad de comportamiento distinto a los materiales antes vistos. En la gráfica de susceptibilidad y temperatura (figura 2.6) ocurre un máximo en una temperatura crítica llamada la temperatura de Néel,  $T_N$ . Por encima de ésta, el material se comporta como un paramagneto, y por debajo se exhibe el comportamiento antiferromagnético. En ambos casos, la magnetización neta del material es nula al no haber un campo magnético externo aplicado. Muchos de los materiales que se comportan de esta manera resultan ser compuestos iónicos, lo cual nos permite usar el modelo de campo molecular para analizar su magnetización con mayor confianza, pues en estos materiales los electrones sí están localizados [13].

De la figura 2.6, analizando la relación entre  $1/\chi$  y la temperatura en la región paramagnética podemos deducir el siguiente comportamiento para la susceptibilidad de masa:

$$\chi = \frac{C}{T + \theta} = \frac{C}{T - (-\theta)}. \quad (2.30)$$

Este comportamiento es similar al de la Ley de Curie-Weiss salvo por la constante  $\theta$  negativa. Como se mencionó previamente, esta constante es proporcional a la constante de campo molecular,  $\gamma$ , lo que indica que  $H_m$  en la región paramagnética se opondrá al campo aplicado. A temperaturas más bajas, inferiores a  $T_N$ , y bajo ningún

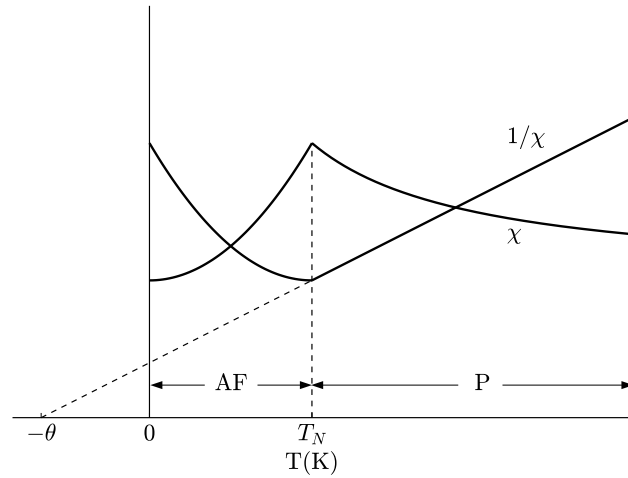


FIGURA 2.6: Susceptibilidad y susceptibilidad recíproca en función de temperatura para un material antiferromagnético.

campo aplicado, la energía térmica es mucho menor y cada átomo magnético del material sentirá solamente el campo molecular causado por sus vecinos. Esto significa que cada átomo se ordenará de manera antiparalela con sus vecinos, formando el equivalente a dos redes de átomos con momentos magnéticos opuestos [13], como se ve en la figura 2.7, pero que producen en total un momento magnético neto nulo para todo el material.

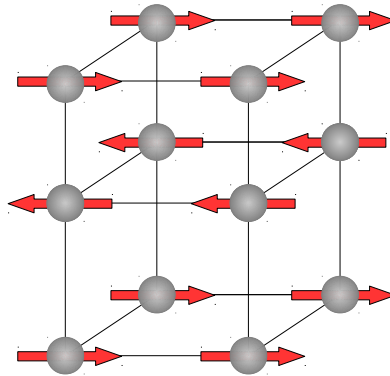


FIGURA 2.7: Esquema del arreglo de espines en un material antiferromagnético. Notemos que los momentos son de igual magnitud y en direcciones opuestas.

La susceptibilidad en estos materiales está en el mismo orden que la de los paramagnetos [15]. La diferencia es el orden de los espines, ya que ambas redes de momentos magnéticos opuestos están alineados a un mismo eje, llamado el *eje de espín* del cristal. Cualquier campo que haga un ángulo distinto de  $0^\circ$  o  $90^\circ$  con el eje de espín causará una susceptibilidad que será una resultante de las dos antes vistas y, considerando la descomposición vectorial de la magnetización, viene dada por

$$\chi = \frac{\sigma}{H} = \chi_{\parallel} \cos^2 \theta + \chi_{\perp} \sin^2 \theta, \quad (2.31)$$

donde  $\chi_{\parallel}$  y  $\chi_{\perp}$  son las susceptibilidades obtenidas al aplicar un campo magnético externo paralelo y perpendicular al eje de espín, respectivamente. Los detalles de cada una de estas susceptibilidades se detallan en el apéndice C.

Un aspecto importante de estos materiales, y razón por la cual son muy útiles, es su capacidad de interactuar con otros materiales de diferente orden magnético. Al tener un sustrato donde se deposita una capa de material antiferromagnético y, luego, otra de material ferromagnético blando<sup>2</sup>, los espines en la interfaz se afectan unos a los otros. Como ya hemos visto, los espines del antiferromagnético no son tan afectados por campos externos y al tener los espines del ferromagnético cerca, por interacción de intercambio, estos últimos se mantendrán alineados en la dirección de los espines antiferromagnéticos más cercanos que tengan [13]. Esto permite tener una capa cuya magnetización está fija y es difícilmente afectada por campos externos. Esto es utilizado en las *válvulas de espín*, que permiten el paso de electrones con mayor o menor resistencia en función de la dirección de sus espines [2, 10].

### 2.1.5. Ferrimagnetismo

Los materiales ferrimagnéticos son bastante parecidos a los ferromagnéticos: muestran magnetización espontánea a temperatura ambiente, están formados por dominios magnéticos y muestran fenómenos de saturación magnética e histéresis. Asimismo, tienen una temperatura crítica, llamada también la temperatura Curie,  $T_C$ , por encima de la cual el material se vuelve paramagnético. Sin embargo, el comportamiento de la saturación espontánea del material por debajo de la  $T_C$  y de la susceptibilidad por encima de la misma evidencian que definitivamente el material no es ferromagnético. El comportamiento de  $\chi$  en la región paramagnética no es lineal [13].

Algunos de los materiales ferrimagnéticos más importantes en la industria son óxidos de hierro llamados ferritas. Estos son compuestos iónicos, básicamente aislantes, donde cualquier propiedad magnética presente se debe a los iones magnéticos que son parte del material, pero los niveles de saturación espontánea en ellos son más bajos a comparación de los ferromagnéticos. En este caso, cada una de las redes posee átomos de diferentes propiedades magnéticas, como se observa en la figura 2.8, o diferente número de ellos, lo cual causa una magnetización espontánea descompensada [15]. Por ejemplo, en un material como ferrita de níquel,  $\text{NiO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ , el magnetismo es proporcionado por

<sup>2</sup>Material con bajo campo coercitivo. Ver Sección 2.2 para explicación de estos términos.

el níquel divalente con un momento de  $2 \mu_B$  y los hierros trivalentes con  $5 \mu_B$  cada uno (estos valores se pueden sacar de las Reglas de Hund para los orbitales  $3d$  de estos materiales, que es donde se tiene electrones desapareados) y se esperaría que el momento total de cada molécula fuese de  $12 \mu_B$  pero experimentalmente se mide  $2.3 \mu_B$  [13]. Esto es una indicación que los momentos en este material no son paralelos y están distribuidos de tal manera que hay mayor momento en una dirección que en la opuesta, causando así cancelación y reducción del momento magnético neto.

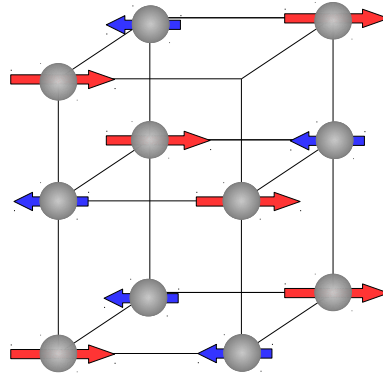


FIGURA 2.8: Esquema del arreglo de espines en un material ferrimagnético. Notemos que los momentos son de distinta magnitud y en direcciones opuestas.

El desarrollo de los cálculos para hallar la susceptibilidad se detalla en el Apéndice C. El resultado de estos cálculos nos da una susceptibilidad de masa de la siguiente forma [13]:

$$\chi = \frac{M}{\rho H} = \frac{CT - \gamma_{AB}\rho C^2 \lambda \nu (2 + \alpha + \beta)}{T^2 - \gamma_{AB}\rho CT(\alpha\lambda + \beta\nu) + \gamma_{AB}^2 \rho^2 C^2 \lambda \nu (\alpha\beta - 1)}. \quad (2.32)$$

Por debajo de la temperatura de ordenamiento magnético,  $T_C$ , hay una magnetización espontánea neta. La magnetización específica relativa para cada red está dada por las siguientes ecuaciones [13]:

$$\begin{aligned} \frac{\sigma_{sA}}{\sigma_{0A}} &= B \left( J, \frac{\mu_H \gamma_{AB} \rho (\alpha \lambda \sigma_a - \nu \sigma_b)}{kT} \right) \\ \frac{\sigma_{sB}}{\sigma_{0B}} &= B \left( J, \frac{\mu_H \gamma_{AB} \rho (\beta \nu \sigma_b - \lambda \sigma_a)}{kT} \right). \end{aligned} \quad (2.33)$$

La magnetización específica, así como el campo molecular que siente cada red,

depende de la magnetización de los dos. Por lo tanto, las técnicas gráficas utilizadas en el ferromagnetismo no funcionarán para hallar la magnetización y se tienen que resolver simultáneamente. Una solución típica de estas ecuaciones toma la forma de la gráfica en la figura 2.9. Estas soluciones se ajustan bien al experimento, a pesar de las varias simplificaciones que se han hecho. La curva de  $M$  en función de  $H$  resultante es similar a la de los materiales magnéticamente blandos [13].

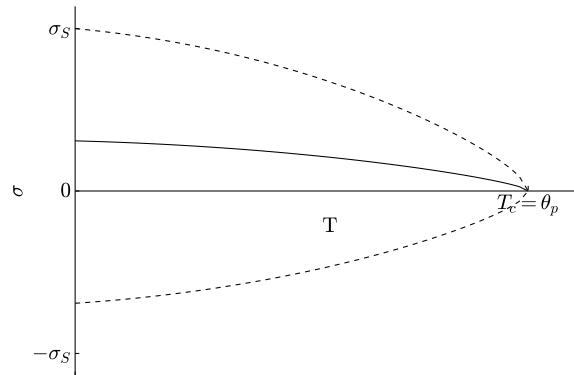


FIGURA 2.9: Magnetización espontánea para sistema ferrimagnético. Las líneas punteadas corresponden a las magnetizaciones de cada red en el material y la suma de éstas resulta en la línea sólida.

## 2.2. Origen de la Histéresis

Como ya hemos visto antes, una muestra ferromagnética es magnetizada al estar expuesta a un campo magnético. Si bien las ecuaciones permiten aproximar el valor de esta magnetización y los dominios magnéticos son capaces de magnetizarse espontáneamente, aún no se ha discutido el mecanismo que permite que toda la muestra magnética se convierta en un imán permanente, es decir, que permanezca magnetizada. Por experiencia, se sabe que es posible crear un imán a partir de un trozo de hierro, aplicando un campo y, luego, retirándolo, promoviendo la creación de varios dominios magnetizados en direcciones similares. Este proceso es el que se observa en la figura 2.10.

Siguiendo la trayectoria OABC y suponiendo que el valor del campo aplicado es suficientemente grande, la muestra se magnetiza hasta su nivel de saturación,  $M_s$ . Al retirar el campo magnético externo, la magnetización de la muestra no regresa al origen, pero se va al punto D. El valor de magnetización del punto D se llama el *campo remanente* o *magnetización residual*,  $M_r$ . Para cancelar esta remanencia, se aplica un campo externo en la dirección opuesta hasta llegar al punto E, donde la magnetización es nula. El valor del campo aplicado en el punto E se llama el campo coercitivo,  $H_c$ ,



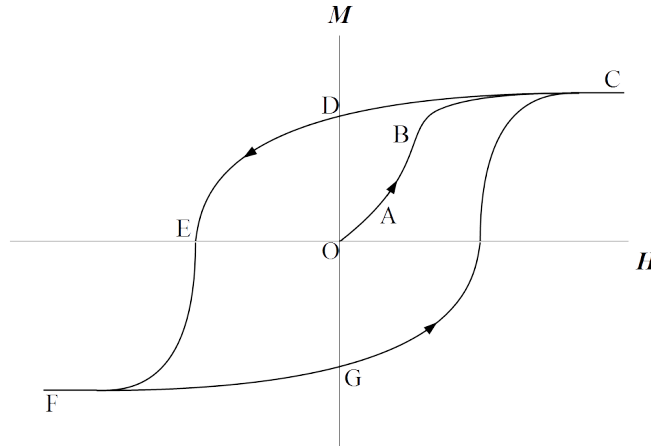


FIGURA 2.10: Curva de histéresis de un material ferromagnético. El punto O representa el estado sin magnetización. En C el material ha llegado a su nivel de *saturación magnética*, mostrando la máxima magnetización que se le puede impartir a la muestra. El punto D representa el *campo remanente*, la magnetización que adquiere el material al retirar el campo después de haberlo saturado. El punto E es el *campo coercitivo*, el campo necesario para anular la magnetización del punto D. El punto F es también la saturación magnética pero en dirección opuesta a la de C.

o también la coercitividad. Al seguir aumentando, la intensidad del campo aplicado en sentido negativo se llega, nuevamente, al nivel de saturación del material y, al retirar este campo, se repite el proceso realizado cuando se partió de C. Esta curva cerrada CDEFGC es conocida como la curva de histéresis. En cuanto a la coercitividad, esta cantidad nos indica la resistencia a ser demagnetizado que provee un material particular. Es útil para clasificar materiales magnéticos en dos categorías [15]:

- **Blandos:** fáciles de magnetizar con bajo campo coercitivo ( $H_c \lesssim 20$ ).

Ejemplos:

- Permalloy (aleación Ni-Fe)
- Aleaciones magnéticas amorfas

- **Duros:** difíciles de magnetizar con alto campo coercitivo ( $H_c \gtrsim 80$ ).

Ejemplos:

- Imanes permanentes de tierras raras
- MnAl

La curva de histéresis es una medida que depende de muchos parámetros no relacionados con el tipo de material que se está midiendo, por ejemplo, la geometría de la muestra y el método de medición. También, siendo el campo aplicado y la magnetización

cantidades vectoriales, lo que se está midiendo es la componente de  $\vec{M}$  a lo largo de la dirección del vector  $\vec{H}$ . A menos que se tenga un método de medición especial, la información de la magnetización en dirección perpendicular a  $\vec{H}$  no se está considerando. Una curva de histéresis nos da información incompleta sobre el material y, por lo tanto, no es una propiedad del material [18].

### 2.2.1. Energía libre en materiales magnéticos

La histéresis magnética es causada por una competencia entre las diferentes energías presentes en el material ferromagnético. Las energías principales que contribuyen a la energía libre en el material son la energía magnetostática, la energía de intercambio, la energía de anisotropía cristalina y la energía magnetoelástica. Los momentos magnéticos del material se organizarán u orientarán de tal manera que la energía libre en el sistema sea mínima. Esta minimización de la energía libre es también responsable de la formación de dominios magnéticos.

#### 2.2.1.1. Energía magnetostática

La energía magnetostática se origina de la interacción entre los momentos magnéticos, ya sea entre ellos mismos o con la adición de un campo magnético aplicado. Esta energía puede ser calculada mediante [20]

$$E_{ms} = -\frac{1}{2} \int_V \vec{M} \cdot \vec{H} dV, \quad (2.34)$$

donde la integración se realiza en todo el volumen del material. El campo magnético total,  $\vec{H}$ , se puede calcular con precisión si se conoce el campo escalar  $\phi$ , tal que  $\vec{H} = -\nabla\phi$ , como se ha visto en el electromagnetismo básico y, en principio, se puede considerar que  $\vec{H}$  es producido por los otros dipolos. El factor de 1/2 sirve para evitar contar doblemente la interacción entre dos momentos magnéticos. Así, este término de energía magnetostática también se puede interpretar como la energía requerida para armar el material magnético, colocando todos los momentos magnéticos que componen el material en su lugar. Esto es una idealización pero es una buena manera de calcular la energía magnetostática y, por ende, parte de la energía magnética total del cuerpo [18].

Por otro lado, suponiendo que el cuerpo se encuentra en un campo magnético aplicado,  $\vec{H}_a$ , éste producirá sobre él una magnetización,  $\vec{M}$ . A su vez, la magnetización

produce un campo magnético llamado el *campo magnetostático*,  $\vec{H}_{ms}$  [18]. Esto significa que el campo  $\vec{H}$  está compuesto de la siguiente forma,

$$\vec{H} = \vec{H}_a + \vec{H}_{ms}, \quad (2.35)$$

siendo el campo  $\vec{H}_M$  directamente proporcional a la magnetización del material y calculado de la siguiente manera [13],

$$\vec{H}_{ms} = -N_d \vec{M}. \quad (2.36)$$

La constante de proporcionalidad se llama el *factor demagnetizante* y, en general, es un tensor [20]. En películas delgadas con magnetización paralela a la superficie de la película (como las que son estudiadas en esta tesis) este factor se puede considerar un escalar constante y el valor de esta constante es generalmente bajo, cerca a cero [13, 21]. Este valor se puede calcular usando una herramienta como la *Calculator for magnetostatic energy and demagnetizing factor* de MAGPAR<sup>3</sup>, donde se calcula un valor en el orden de  $10^{-3}$  para las películas delgadas mencionadas. Se puede calcular que el campo demagnetizante en un paralelepípedo es menor en la dirección paralela a su dimensión más larga, lo cual influye en la saturación magnética máxima que se mide [13].

### 2.2.1.2. Energía de intercambio

Esta energía es causada por la combinación del principio de Pauli y el acoplamiento electrostático entre momentos magnéticos electrónicos [18]. Esto permite dar origen al *magnetismo colectivo*, es decir, los ordenamientos magnéticos de ferromagnetismo, antiferromagnetismo y ferrimagnetismo [16]. La interacción se basa en la repulsión por interacción electrostática de Coulomb pero también hay otra contribución que no tiene origen clásico.

Esta interacción es de naturaleza cuántica, y un primer ejemplo de ésta se presenta en el primer término del Hamiltoniano ferromagnético de la ecuación 2.22,  $\mathcal{H}^{ferro}$ . Este término muestra que la contribución energética es debido a la interacción de intercambio de dos espines y está expresada por [17]

$$E_{inter} = -2J_{12} \vec{S}_1 \cdot \vec{S}_2, \quad (2.37)$$

<sup>3</sup>Aplicación web creada por Werner Scholz. Se puede acceder en <http://www.magpar.net/>.

donde  $J_{12}$  es la integral de intercambio, la cual compara la contribución energética del estado singlete y del estado triplete de los dos electrones. Esto es un ejemplo de interacción de intercambio *directa*, debido a ser entre espines cercanos en un material magnético. Aquí se muestra un caso simple de solamente un par de electrones donde, además, se ignora cualquier otro campo dipolar presente en el sólido [16]. Para estudiar este efecto en un sólido real que contiene muchos más electrones se deben encontrar simplificaciones adecuadas. Una primera aproximación es la de considerar solo los espines vecinos más cercanos, para los cuales habrá una misma integral de intercambio de valor  $J$ , la cual será cero para los demás [17]. Por lo general,  $J > 0$  indica que los espines presentan acoplamiento ferromagnético y son paralelos entre sí, mientras que  $J < 0$  indica acoplamiento antiferromagnético y antiparalelismo entre los espines [13], aunque esto.

Por otro lado, en ciertos materiales la interacción de intercambio entre momentos magnéticos no cercanos se hace vía intermediarios. La interacción de súper intercambio (del inglés, *superexchange*) ocurre en sólidos iónicos, donde la interacción entre átomos magnéticos se realiza mediante la interacción con el átomo no magnético que está entre ellos; estos materiales suelen ser antiferromagnéticos [17]. La interacción de intercambio RKKY (de los apellidos Ruderman, Kittel, Kasuya y Yoshida, de los científicos involucrados en su formulación), se realiza mediante los electrones semi-libres en la banda de conducción en metales con momentos magnéticos localizados. Esta interacción ocasiona un acoplamiento cuyo tipo, ferromagnético o antiferromagnético, depende de la distancia entre los momentos magnéticos, lo cual puede dar diferentes comportamientos para un materiales hecho de los mismos componentes a diferentes proporciones [16, 17]. Por último, la interacción de doble intercambio se presente en materiales donde un mismo elemento existe en más de un estado de oxidación y la interacción se realiza mediante un átomo no magnético [16, 17].

### 2.2.1.3. Energía de anisotropía magnetocristalina

La anisotropía magnética hace referencia al hecho que la orientación de los momentos magnéticos en ciertas direcciones en el material son favorecidas energéticamente. Las diferencias obtenidas al medir ciertas propiedades magnéticas en diferentes direcciones se deben al efecto de la red cristalina del material sobre los espines, ya que las simetrías de la primera se reflejan en las de la segunda [18]. Los orbitales electrónicos son afectados por la estructura cristalina y, por lo tanto, también la interacción espín-órbita de los electrones y sus momentos magnéticos orbitales y de espín, lo que hace que se requiera menos energía para alinearse en ciertas direcciones de la red cristalina [17]. Esta anisotropía se llama *anisotropía magnetocristalina* y su contribución energética

suele ser menor que la energía de intercambio, pero solamente la anisotropía determina la orientación de la magnetización, ya que la interacción de intercambio no especifica en qué dirección hace que todos los momentos sean paralelos [17].

Dependiendo en qué dirección se trate de magnetizar un material uno encontrará diferentes densidades de energía de anisotropía. Si uno hace una gráfica de esta densidad en función de la dirección se podrán observar puntos mínimos, puntos de ensilladura y puntos máximos. Los mínimos reflejan las direcciones favorecidas energéticamente y en las que la saturación se logrará con menor trabajo hecho sobre el material. En el caso de tener una sola dirección preferente en el material, lo que se denomina *anisotropía uniaxial*, la densidad de esta energía se cuantifica mediante la expansión:

$$\frac{dE_{ani}}{dV} = K_0 + K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta + K_3 \sin^6 \theta + \dots \quad (2.38)$$

donde las constantes  $K_0, K_1, K_2$ , tienen dimensión de energía por unidad de volumen y  $\theta$  es el ángulo entre el eje de anisotropía y la magnetización [18]. La densidad energética es una función par ya que su valor aumenta conforme la magnetización se aleja del eje de anisotropía. En general, los términos  $K_n$ , para  $n > 2$ , son despreciables y la densidad energética de anisotropía se puede aproximar sin ellos [15].

### 2.2.2. Curvas de histéresis a partir de energías

El fenómeno de histéresis se puede entender desde el punto de vista energético. Las energías antes mencionadas conforman la energía magnética libre y el sistema tiene a minimizar su energía mediante el reordenamiento de los momentos magnéticos que lo componen, siempre venciendo la agitación térmica que tiende a desalinearse los momentos. Una representación gráfica del efecto de las principales energías involucradas se encuentra esquematizado en la figura 2.11.

Diferentes geometrías y materiales darán curvas de histéresis reconocibles, que tendrán características particulares. Estas son algunas de las curvas que se encuentran en el estudio de las propiedades magnéticas.

#### 2.2.2.1. Películas delgadas

La magnetización en una película delgada puede estar, en principio, en cualquier dirección, pero, debido a la geometría de la muestra, donde las dimensiones del

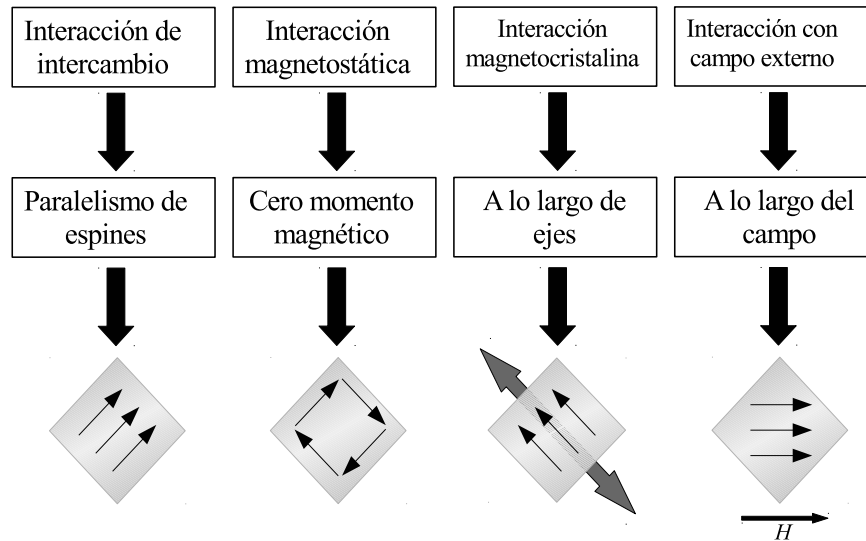


FIGURA 2.11: Efecto de las diferentes energías sobre los momentos magnéticos de un material ferromagnético.

plano de la película son mucho mayores que el grosor de la película, es energéticamente favorable que la magnetización se encuentre en el plano de la película [21, 22]. Sin embargo, películas delgadas con la magnetización perpendicular al plano sí existen. Por otro lado, la fabricación de películas delgadas de materiales ferromagnéticos no genera anisotropía alguna en el plano de la película a menos que los momentos magnéticos de los átomos sean depositados con una dirección particular [13]. Esto es inducir una anisotropía en el plano de la película y se logra mediante la aplicación de un campo magnético externo al momento de deposición. Las películas delgadas de permalloy estudiadas en esta tesis se fabricaron de esta manera.

Para analizar el caso en que la magnetización se encuentra en el plano de la película y ésta posee anisotropía magnetocristalina uniaxial, se puede formular un modelo simple para simular la orientación de la magnetización con respecto al campo magnético externo. Este modelo considera que la película delgada muestra el comportamiento de un macroespín, es decir, toda la muestra se comporta como un monodominio. Luego, como antes se ha mencionado, la obtención del fenómeno de histéresis es un problema que involucra la minimización de la energía libre del sistema. En la muestra, el estado de magnetización previo determina cómo se minimizará la energía. Por lo tanto, estamos considerando las energías magnetostática y de anisotropía magnetocristalina uniaxial. En este caso la energía total del sistema se puede aproximar por la siguiente expresión<sup>4</sup> [22]:

<sup>4</sup>Este modelo proviene, en parte, de conversaciones con el Dr. Diego González en el CBPF (Agosto, 2015).

$$E = K_1 V \sin^2(\theta_{ani} - \theta_m) - \mu H_a \cos(\theta_m), \quad (2.39)$$

donde  $\theta_{ani}$  es el ángulo entre el eje de anisotropía y el campo aplicado, y  $\theta_m$  es el ángulo entre la magnetización y el campo aplicado (ver Fig. 2.12). El objetivo del cálculo consiste en hallar el  $\theta_m$  que minimiza la energía en el sistema. Este es un ejemplo de un sistema biestable [18], con dos valores mínimos de energía en el que el sistema puede estar. En la figura 2.13, se observa la evolución de la energía del sistema, cómo pasa de un mínimo a otro y cómo la historia energética determina el estado final del sistema.

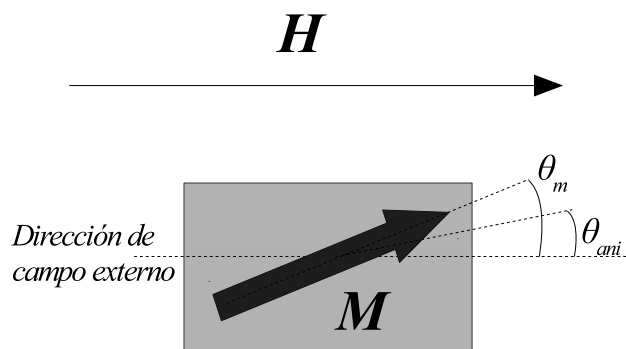


FIGURA 2.12: Geometría para el modelo de la magnetización de un macroespín.

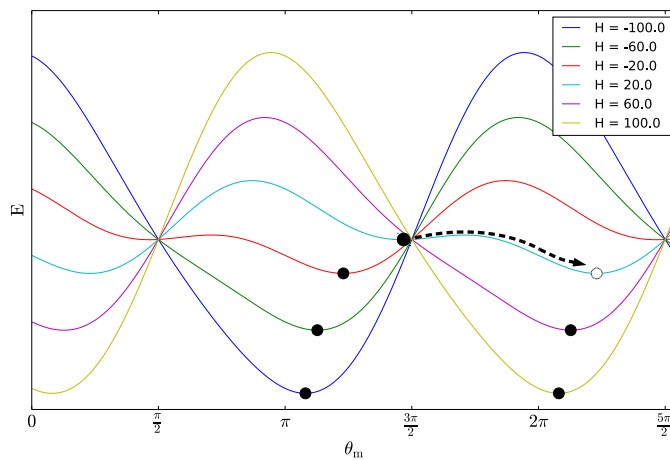


FIGURA 2.13: Energía del modelo de un macroespín para diferentes campos magnéticos externos en función del ángulo  $\theta_m$ . Al variar el campo aplicado, el sistema se establece en cierto ángulo para minimizar la energía (puntos negros). Es importante notar que al pasar  $H = 20$  Oe el ángulo para mínima energía da un "salto", denotado por la flecha de línea punteada, y el ángulo que minimiza la energía a aumentado  $\pi$  rad respecto al ángulo inicial.

Si el eje de anisotropía se encuentra fuera de la dirección del campo ( $\theta_{ani}$  distinto de  $0^\circ$  o  $90^\circ$ ) la minimización de la energía libre da como resultado una curva de histéresis como la que se muestra en la figura 2.14(a). Por otro lado, si el eje de anisotropía se encuentra paralelo o perpendicular a la dirección del campo externo, la magnetización satura rápidamente y se obtiene una gráfica como la de la figura 2.14(b). Es importante recalcar que este tipo de comportamiento (en particular el de Fig. 2.14(b)) se observará en las mediciones de películas delgadas posteriormente.

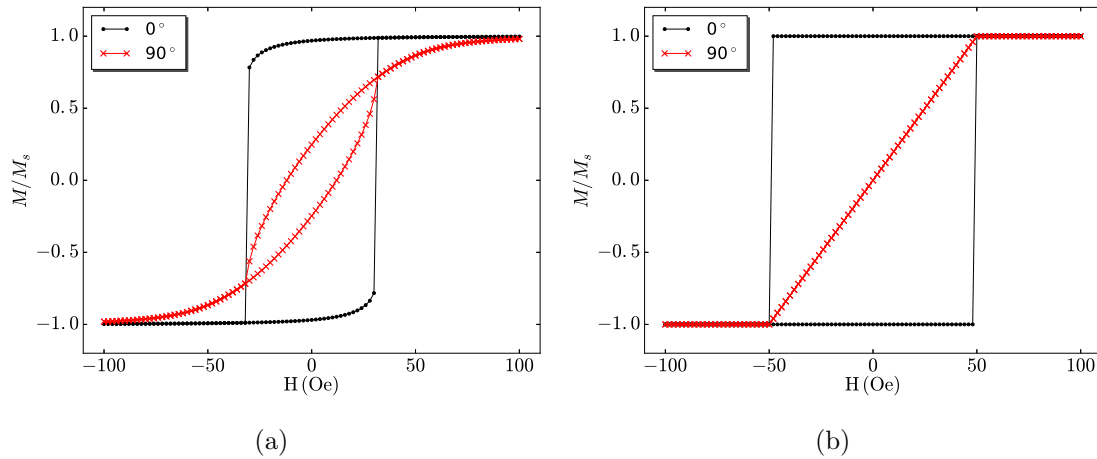


FIGURA 2.14: Simulación de película delgada con comportamiento de macroespín para (a)  $\theta_{ani} = 0.25$  rad y (b)  $\theta_{ani} = 0$  rad. La curva negra indica que el lado largo de la muestra rectangular (ver Fig. 2.12) hace  $0^\circ$  respecto a  $\vec{H}$ , mientras que en la curva roja el ángulo entre ellos es de  $90^\circ$ .

### 2.2.2.2. Material bulk

El material bulk es más voluminoso y, en caso de ser ferromagnético, se tiene un mayor número de momentos magnéticos interactuando con el campo magnético externo y entre sí mismos. Como se ha mencionado, el proceso de magnetizar el material involucra el giro de varios momentos magnéticos en el sólido y, debido a la agitación térmica, esta magnetización no se logra de manera instantánea. La forma final de la curva de histéresis será similar a la figura 2.10, pero los parámetros como el campo coercitivo, el campo remanente y la magnetización de saturación dependerá fuertemente en el tipo de material magnético que se está estudiando, sean blandos o duros, con o sin anisotropía magnetocristalina.



## Capítulo 3

# Desarrollo experimental

### 3.1. Diseño e implementación del VSM

#### 3.1.1. Principio de Funcionamiento del VSM

El VSM, como se ha mencionado en el capítulo 1, es una técnica de inducción. El proceso de medición consiste en, primero, hacer oscilar la muestra, la cual se ha colocado entre los polos del electroimán y entre las bobinas de detección. Luego, al aumentar la corriente en el electroimán, el campo magnético aplicado sobre la muestra va creciendo hasta llegar al valor de campo magnético deseado, el cual es medido con la sonda Hall, la cual es un sensor semiconductor que nos proporciona un voltaje proporcional al campo magnético. Al mismo tiempo, la muestra está siendo sometida a una vibración periódica por el transductor mecánico, que es alimentado por una señal senoidal proveniente generador de funciones, a una frecuencia preprogramada por el código de automatización. El campo magnético aplicado magnetiza la muestra y este momento magnético neto oscilante induce una *f.e.m.* en las bobinas de detección. El voltaje inducido es, como se describirá a continuación, proporcional a la magnetización del material, y es medido por el amplificador lock-in (LIA<sup>1</sup>).

##### 3.1.1.1. Función de Sensibilidad

Para analizar la dependencia del voltaje de salida de las bobinas de detección con el momento magnético de la muestra, se utiliza el Teorema de Reciprocidad:

---

<sup>1</sup>Del inglés *Lock-in Amplifier*.

*“El flujo magnético que en el área de un circuito cerrado producido por un momento magnético  $\mu$  es equivalente al campo  $B$  (en la posición del momento) producido por el circuito con una corriente  $I$ ”*

Este teorema es consecuencia de la inducción mutua entre espiras conductoras, simplemente cambiando una espira por un momento magnético [23]. Es decir, si se tienen dos espiras con sus áreas,  $A_1$  y  $A_2$ , paralelas a un plano  $XY$  (sus ejes centrales paralelos a la dirección  $z$ ) y la espira 2 tiene una corriente  $I_2$ , el flujo sobre la espira 1 será proporcional a esta corriente con un factor de proporcionalidad  $M$ , llamada la *inductancia mutua*, de la forma  $\Phi_1 = MI_2$  [11]. Similarmente, suponiendo que la espira 1 tiene una corriente ficticia  $I_1$  (esta sirve para hacer la conexión entre las espiras), el flujo sobre la espira 2 si está dado por  $\Phi_2 = MI_1$ . Por otro lado, el flujo sobre la espira 2 también puede ser determinado por la componente  $z$  del campo magnético debido a la espira 1 y el área  $A_2$ ,  $\Phi_2 = B_{z,1}A_2$ . Entonces,

$$\begin{aligned} B_{z,1}A_2 &= MI_1 \\ &= \frac{\Phi_1}{I_2}I_1 \\ B_{z,1}(I_2A_2) &= \Phi_1I_1 \end{aligned} \tag{3.1}$$

Notemos que si la espira 2 se trata de un dipolo magnético, este se puede representar por el producto de la corriente en la espira y su área,  $\mu = I_2A_2$ . El mismo resultado ha sido discutido en Hoult [24] usando el potencial magnético de un dipolo e integrando en el área del dipolo. Así, el Teorema de Reciprocidad se puede representar por la fórmula  $\vec{B} \cdot \vec{\mu} = \Phi I$ .

El cálculo del voltaje de salida de las bobinas también requiere del uso de la Ley de Faraday. Combinando estos dos conceptos y considerando la muestra como un dipolo puntual sumergido en un campo magnético, externo y constante, que se mueve en el eje  $z$  (ver figura 3.5), el voltaje en cada una de las espiras de las bobinas de detección está dado por las siguientes dos ecuaciones:

$$V_{ind} = C \frac{d\Phi}{dt}, \tag{3.2}$$

$$\vec{B} \cdot \vec{\mu} = I\Phi. \tag{3.3}$$

Combinando estas dos ecuaciones se obtiene

$$\begin{aligned}
V_{ind} &= C \frac{d\Phi}{dz} \frac{dz}{dt} \\
&= C \text{grad} \left( \frac{\vec{B}(\vec{r}) \cdot \vec{\mu}}{I} \right) \cdot \vec{v}(t) \\
&= \mu C G(\vec{r}) v(t),
\end{aligned} \tag{3.4}$$

donde  $C$  es una constante de proporcionalidad y  $v(t)$  es la rapidez de la muestra al oscilar. Esta rapidez es de la forma  $v(t) = A\omega \cos(\omega t)$  y, por lo tanto, se evidencia que el voltaje es directamente proporcional al momento magnético del dipolo, así como a la amplitud y a la frecuencia de oscilación de la muestra, de la siguiente forma:

$$V_{ind} = \mu A \omega C G(\vec{r}) \cos(\omega t). \tag{3.5}$$

Para hallar el efecto de la geometría de las bobinas de detección sobre la señal inducida se analiza  $G(\vec{r})$ , denominada la función de sensibilidad y definida por

$$G(\vec{r}) = \text{grad} \left( \frac{\vec{B}(\vec{r}) \cdot \hat{e}_{\vec{\mu}}}{I} \right) \cdot \hat{e}_{\vec{v}} \tag{3.6}$$

donde  $\hat{e}_{\vec{\mu}}$  es el vector unitario en la dirección del dipolo y  $\hat{e}_{\vec{v}}$  el vector unitario en dirección del movimiento oscilatorio del dipolo. Esta función de sensibilidad depende del campo  $\vec{B}(\vec{r})$  producido por las bobinas de detección en la dirección del momento magnético del dipolo,  $\vec{\mu}$  y, por lo tanto, depende de la geometría de las bobinas. Esto indica que el voltaje mantiene una relación con el momento  $\vec{\mu}$  de la muestra. Manteniendo los otros parámetros iguales, se puede determinar la sensibilidad del equipo con una muestra de momento conocido. La muestra se puede aproximar como un dipolo si sus dimensiones son mucho más pequeñas que las de las bobinas de detección y, también, si se está trabajando con baja amplitud de vibración [25, 26]. De no cumplir estas condiciones la variación del flujo magnético puede, por ejemplo, ser muy baja o anularse y dejar de ser proporcional a  $\mu$ , ya que una muestra muy grande con baja amplitud de vibración y una muestra pequeña con alta amplitud de vibración no mostrarían suficiente variación en el flujo magnético, o mostrarían una variación irregular que no se puede relacionar a  $\mu$  mediante el principio de reciprocidad. Los casos que se tratarán en esta tesis serán aquellos de muestras que se pueden aproximar por dipolos. Los detalles de la geometría empleada y el resultado de su función de sensibilidad correspondiente se discutirán en la sección 3.1.2.

### 3.1.1.2. Obtención de señal

La señal de salida de las bobinas,  $V_{ind}$ , es periódica de frecuencia constante pero lleva adicionalmente ruido e interferencias. Estos incluyen el ruido aleatorio causado por efectos térmicos (ruido de Johnson, por ejemplo, debido a la agitación térmica de los portadores de carga en los conductores), interferencias debido a los momentos magnéticos de componentes en la vecindad de las bobinas de detección, variaciones o inestabilidad en el campo magnético aplicado, interferencias a frecuencias específicas debido al suministro eléctrico o vibraciones no deseadas en el sistema mecánico. El voltaje inducido tiene una frecuencia angular  $\omega_s$ , igual a la frecuencia de oscilación de la muestra, y una fase  $\phi_s$ , más otras señales variables en el tiempo, y se pueden expresar según la relación:

$$V_{ind}(t) = V_s \sin(\omega_s t + \phi_s) + V_{ruido}(t). \quad (3.7)$$

Cuando el LIA detecta esta señal, la misma pasa por una etapa de amplificación, cuya ganancia está en función del parámetro *sensibilidad* [27], y, luego, al detector sensible a la fase, donde  $V_{ind}$  es multiplicada por una señal de referencia sinusoidal producida por el oscilador interno del LIA, con su propia fase y frecuencia, obteniendo una señal  $V_{dsf}$ , de la forma

$$V_{dsf} = [V_s \sin(\omega_s t + \phi_s)][V_L \sin(\omega_L t + \phi_{ref})] + [V_{ruido}(t)][V_L \sin(\omega_L t + \phi_{ref})]$$

$$V_{dsf} = \frac{1}{2} V_s V_L \cos([\omega_s - \omega_L]t + \phi_s - \phi_{ref}) - \frac{1}{2} V_s V_L \cos([\omega_s + \omega_L]t + \phi_s + \phi_{ref}) + [V_{ruido}(t)][V_L \sin(\omega_L t + \phi_{ref})]. \quad (3.8)$$

Finalmente, esta señal pasa por un filtro pasa baja, regulado por el parámetro *constante de tiempo* en el LIA, que quita toda señal AC [27]. En el caso que  $\omega_s = \omega_L$  el primer término resulta ser DC y los otros dos AC, y la salida del filtro,  $V_{ia}$ , es

$$V_{ia} = \frac{1}{2} V_s V_L \cos(\phi_s - \phi_L). \quad (3.9)$$

El LIA ajusta la fase de referencia para tener  $\phi_s = \phi_L$ . De esta manera, se logra tener la máxima señal de salida, que resulta ser proporcional al momento magnético de

la muestra igual que la señal proveniente de las bobinas de detección.

### 3.1.2. Descripción detallada del VSM

El VSM, como se observa en la figura 3.1, consiste de varios componentes electrónicos y mecánicos. Para el correcto funcionamiento del magnetómetro es necesario conocer los detalles de cada componente, tanto para operarlos manualmente (de ser necesario) como para la programación y operación remota. Las partes principales del magnetómetro de muestra vibrante se encuentran enumeradas y descritas a continuación.

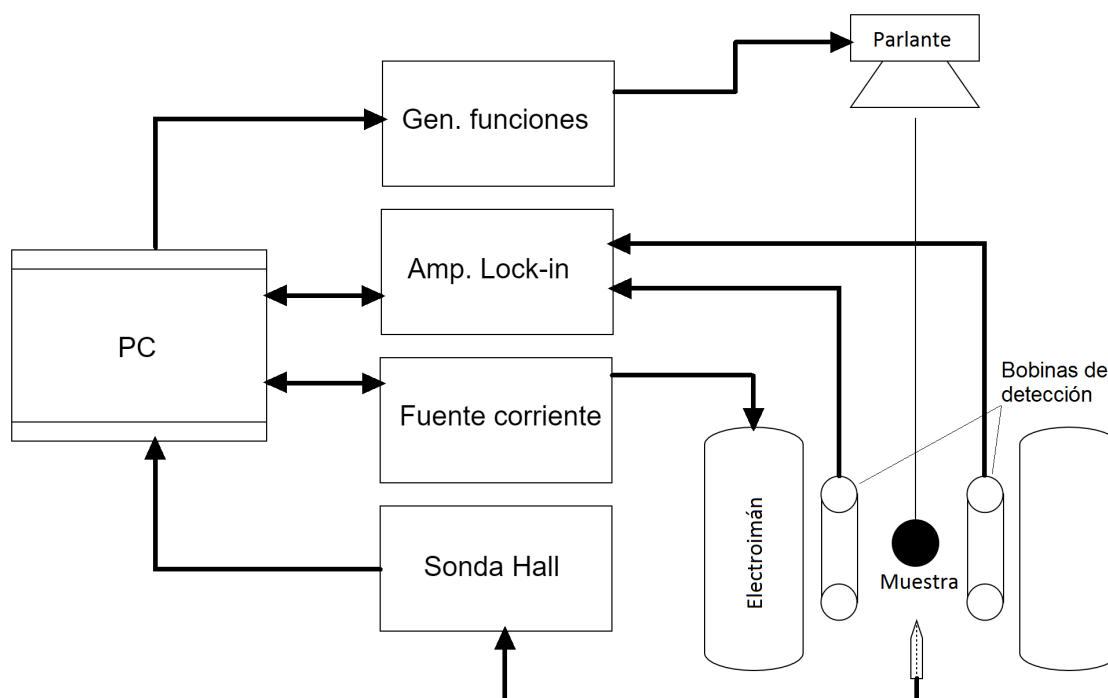


FIGURA 3.1: Diagrama de flujo de instrumentación.

1. **Bobinas de detección:** Éstas detectan la magnetización de la muestra y se les induce una corriente mientras varía el flujo a través de ellas. Los carretes son de acrílico fabricados a mano en un torno con dimensiones detalladas en la figura 3.2. El alambre utilizado es cobre de calibre AWG 42 y, usando una máquina embobinadora, cada carrete tiene aproximadamente 6500 vueltas de éste. Las bobinas se compensan colocándolas en un campo magnético oscilante, midiendo el voltaje inducido en cada una y quitando las vueltas de cobre necesarias para que todas muestren el mismo voltaje inducido.

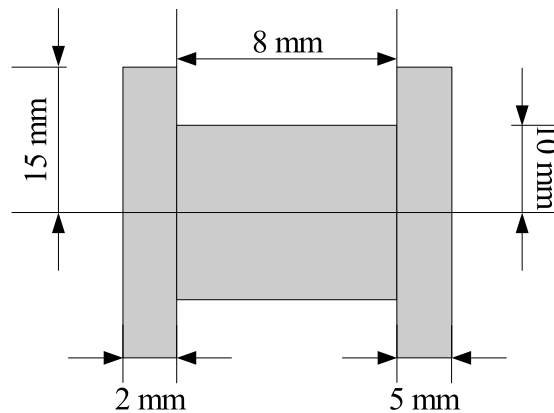


FIGURA 3.2: Dimensiones de los carretes.

- 2. Varilla de vidrio o cuarzo:** La varilla consiste de dos secciones unidas por un conector plástico. Esta unión se muestra en la figura 3.3. Una primera sección, la superior, fue fijada al parlante utilizando pegamento termofusible y una guía plástica, adherida al cono del parlante. Se utilizó el mismo pegamento para adherir la varilla a la guía y se reforzó la unión al cono del parlante, manteniendo la varilla en posición vertical. La guía en este caso es una tapa plástica con un agujero a lo largo de su eje. Se escogió una varilla de vidrio por la baja señal magnética que posee. Los magnetómetros comerciales utilizan cuarzo, dado que posee una menor cantidad de impurezas magnéticas. La segunda sección de la varilla sirve de porta muestra; en este extremo, las muestras son sostenidas utilizando cinta de teflón. Este extremo de la varilla es limpiado con acetona para evitar impurezas magnéticas residuales de mediciones anteriores.
- 3. Transductor electromecánico:** El transductor utilizado transmite la vibración a la varilla para así oscilar la muestra; es este movimiento el que permite el cambio de flujo magnético en las bobinas. Se utilizó un parlante subwoofer de 30 W de potencia, que soporta el peso la varilla de vidrio y permite mantener la frecuencia y amplitud de la vibración por larga duración.
- 4. Amplificador Lock-in:** El amplificador lock-in utilizado es de la marca *Stanford Research Systems*, modelo SR830, y sirve para la detección del voltaje inducido en las bobinas. Tiene entradas diferenciales, que permite reducir la interferencia común. Puede mostrar componentes X e Y a la vez con dos Detectores Sensibles a la Fase. Se puede realizar configuración de sensibilidad y fase de referencia automáticamente. Dependiendo de la señal que se va a medir, antes del LIA se puede colocar un pre-amplificador.

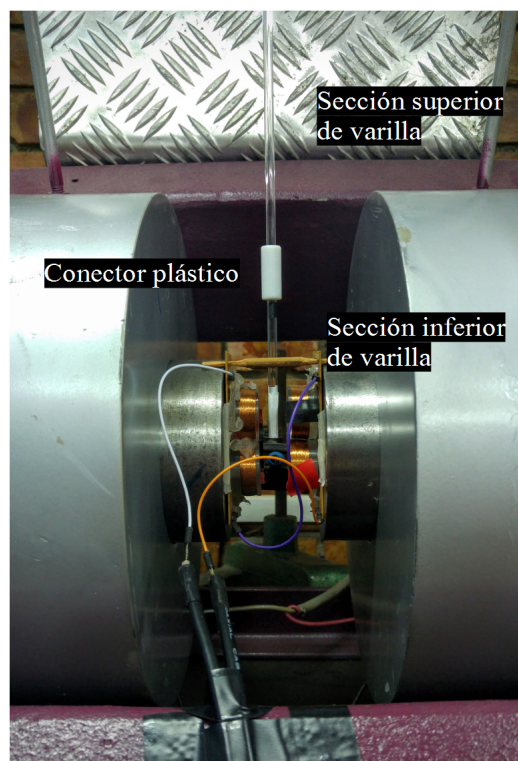


FIGURA 3.3: Detalle de varilla de vidrio y sus secciones.

Al SR830, se agregó se le ha adicionado una interfaz GPIB-Ethernet para la transmisión de datos con la computadora. La conexión física se realiza mediante cables de Ethernet y la comunicación se realiza mediante el paquete PyVISA <sup>2</sup>.

5. **Electroimán:** El electroimán utilizado es de la marca CENCO y sirve para magnetizar las muestras con un campo magnético de hasta 2300 Oe. Sus núcleos de hierro permiten aumentar el campo de sus bobinas, las que, en total, tienen una resistencia de  $7.89 \Omega$  y de experimentos previos se ha mostrado que soporta hasta 10 A, aunque cerca a los 5 A se comienza a sentir el aumento en la temperatura de las bobinas. Como se muestra en la figura 3.4, el electroimán tiene una plataforma superior, añadida posteriormente por el personal del taller mecánico, que ha sido adaptada para colocar el parlante y su soporte.
6. **Fuente de corriente:** La fuente de alimentación del electroimán es de la marca KEPCO, modelo BOP 50-8ML. Esta es una fuente de salida programable con 8 A de corriente máxima y 50 V voltaje máximo. Este modelo tiene su propia interfaz para la transferencia de datos incluida, la conexión física es mediante un cable Ethernet y la comunicación de datos mediante *sockets* de internet utilizando el protocolo TCP/IP<sup>3</sup>.

<sup>2</sup>La documentación de este paquete se encuentra en <http://pyvisa.readthedocs.io>.

<sup>3</sup>La definición y descripción detallada de los *sockets* de internet se describen en la sección 3.2.3.



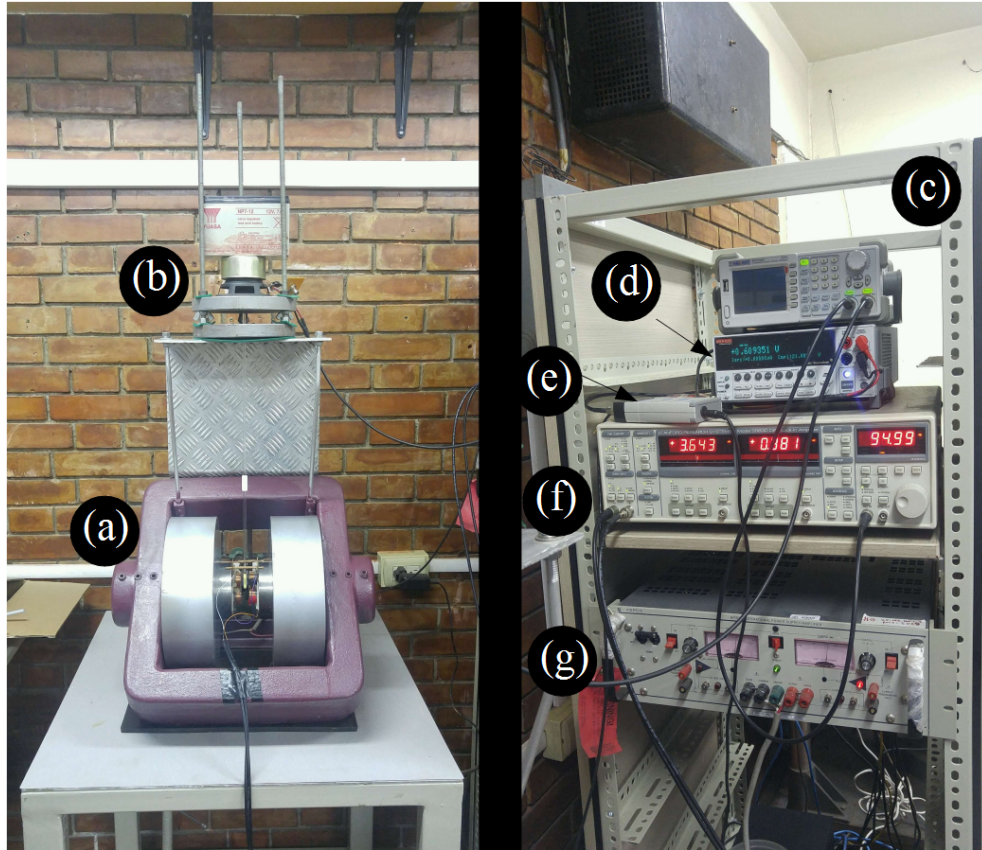


FIGURA 3.4: *Izquierda:* (a) electroimán y bobinas, (b) transductor electromecánico. *Derecha:* (c) generador de funciones, (d) voltímetro, (e) transductor magnético, (f) amplificador lock-in, (g) fuente de corriente.

7. **Generador de funciones:** El generador de funciones utilizado es de la marca SIGLENT, modelo SDG1020. Tiene dos canales de salida independientes: uno se utiliza como señal de entrada en el parlante con una amplitud máxima de  $10 V_{pp}$  y el segundo se utiliza como señal de referencia para el LIA. La conexión a la computadora es vía USB y la comunicación mediante el paquete PyVISA.
8. **Transductor Magnético:** El sensor de campo magnético es un transductor de la marca GLOBALMAG, modelo TMAG-V2. Consiste de un sensor Hall transversal con sensibilidades de  $1 T/V$ , equivalente a  $10 Oe/mV$ , y  $0.1 T/V$ , equivalente a  $1 Oe/mV$ . El instrumento tiene una precisión de  $2\% FS$  (*Full Scale*: escala completa), por lo tanto el error se mantiene constante pero para campos bajos es un mayor porcentaje del valor medido. Para muestras que saturan a campos bajos se utiliza la segunda sensibilidad para reducir el error en la medida.
9. **Voltímetro:** El multímetro utilizado es de la marca KEITHLEY, modelo 2401. Este es un "SourceMeter", capaz de medir y suministrar corriente o voltaje simultáneamente. Este recibe la salida del transductor magnético y la transmite a



la computadora mediante una interfaz GPIB-Ethernet, comunicándose mediante *sockets* de internet.

### 3.1.3. Bobinas de detección

#### 3.1.3.1. Construcción

Cada bobina de detección consiste de un carrete de acrílico construido a mano en un torno. Las dimensiones se muestran en la figura 3.2 . Al embobinar los carretes con alambre de cobre esmaltado de  $63.25 \mu\text{m}$  de diámetro (calibre 42 AWG) se trató que cada vuelta del alambre sea paralela a otra, para lograr uniformidad entre los embobinados y así las vueltas en diferentes carretes serán paralelas entre sí. Se eligió un alambre de diámetro por debajo de los milímetros para que las bobinas tengan el mayor número de vueltas y, por consiguiente, aumentar la señal inducida.

Debido a que los carretes están orientados de tal manera que cualquier radio de cilindro sea perpendicular al campo aplicado (figura 3.5), el área cada vuelta de alambre es también perpendicular al campo magnético externo. Como consecuencia, la respuesta en cada embobinado es similar y la *f.e.m.* inducida en cada una se suma al conectar apropiadamente en serie las bobinas, como se muestra en la figura 3.6.

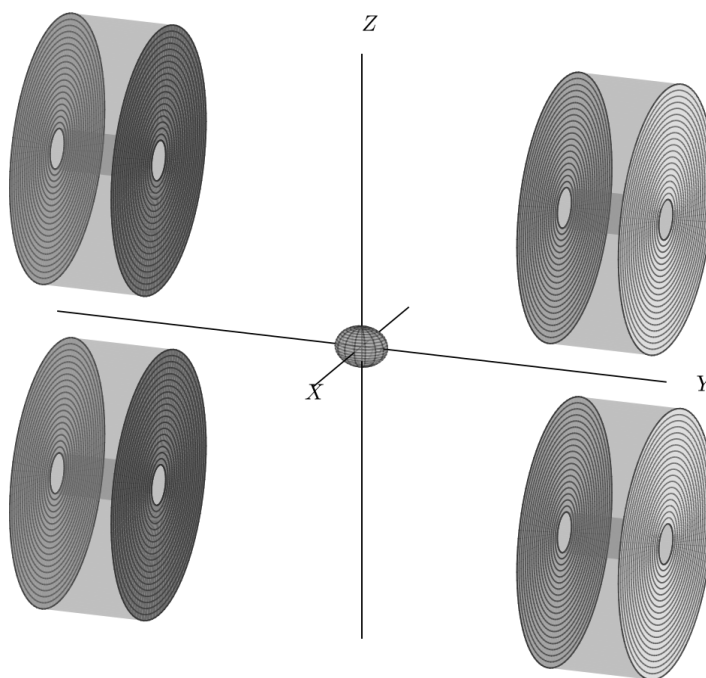


FIGURA 3.5: Arreglo de bobinas de detección en configuración Mallinson. Elipsoide central representa la muestra. Imagen creada por el Prof.D. Laura.

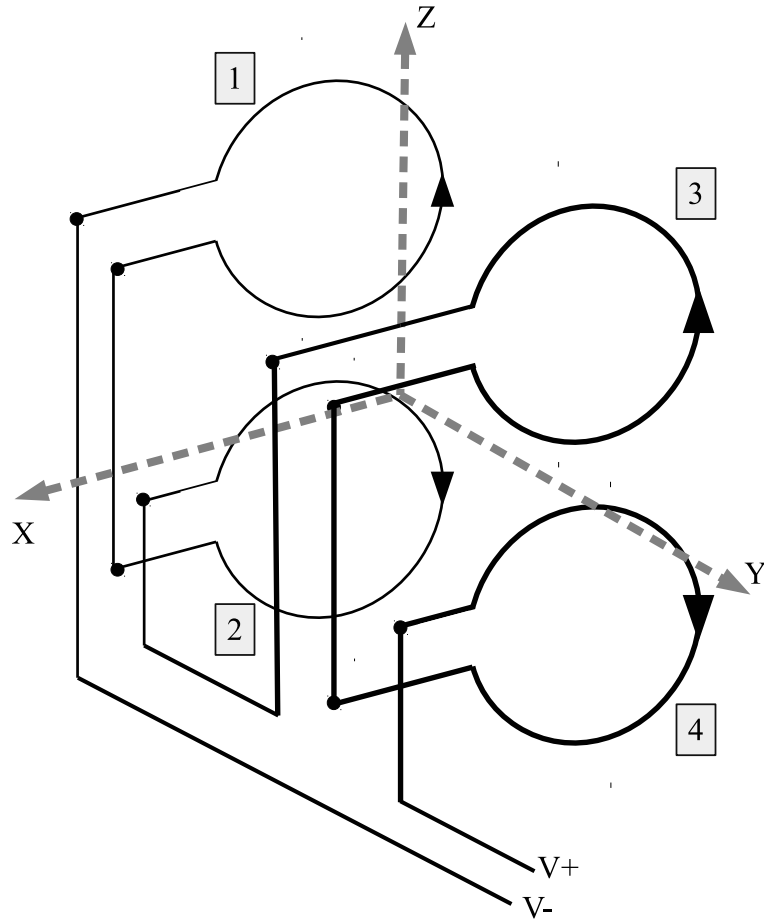


FIGURA 3.6: Conexión de las bobinas de detección. Carretes 1 y 2 se encuentran en el semiespacio donde  $y < 0$ , 3 y 4 en el semiespacio donde  $y > 0$ . Bobinas 1 y 2 (igual que 3 y 4) están conectadas de tal manera que la corriente va en sentidos opuestos. Las bobinas se encuentran colocadas como en Fig. 3.5.

### 3.1.3.2. Simulación y optimización

La señal en estas bobinas se puede estimar utilizando las ecuaciones de la sección 3.1.1.1. De acuerdo a la geometría mostrada en la figura 3.5 podemos hacer las siguientes simplificaciones:

$$\begin{aligned}\hat{e}_{\vec{\mu}} &= \hat{j}, \\ \hat{e}_{\vec{v}} &= \hat{k}.\end{aligned}\tag{3.10}$$

Con esto, la ecuación 3.6, se simplifica a:

$$G(\vec{r}) = \frac{\partial B_y(\vec{r})}{\partial z}.\tag{3.11}$$

El voltaje de salida del LIA es un voltaje *rms* [27] y podemos escribir la ecuación 3.11 como

$$\begin{aligned} V_{\text{rms}} &= \frac{\mu C v_{\text{rms}}(t)}{I} G(\vec{r}) = \mu K G(\vec{r}), \\ V_{\text{rms}}/\mu &= K G(\vec{r}), \end{aligned} \quad (3.12)$$

donde  $K$  es una constante de proporcionalidad. La Ec. 3.12 indica que el voltaje por unidad de momento magnético es directamente proporcional a la función de sensibilidad. Es de nuestro interés determinar esta función de acuerdo a la geometría de las bobinas utilizadas. El campo  $\vec{B}$  que se ve en la ecuación 3.11 viene de las bobinas en configuración Mallinson y, como se ve en la figura 3.7 para una espira, este campo se puede obtener usando la Ley de Biot-Savart e, integrando sobre la variable angular  $\theta$ . El detalle de este cálculo se detalla en el apéndice D y la componente  $B_y$  que se requiere para la sensibilidad tiene la siguiente forma:

$$B_y = \frac{I}{c} \int \frac{z_c R \cos \theta - R^2}{(R^2 + y_c^2 + z_c^2 - 2z_c R \cos \theta)^{3/2}} d\theta. \quad (3.13)$$

Derivando numéricamente la expresión anterior con respecto a la componente  $z$  podemos obtener la sensibilidad para cualquier configuración de bobinas de detección Mallinson, lo cual está relacionado con las características de la curva  $V / \mu$ . Este análisis nos permitirá determinar cuál es el arreglo de dimensiones óptimas para obtener una buena intensidad de señal y para aprovechar el espacio disponible.

### Separación en el eje Y

La influencia de la separación horizontal en la señal inducida se muestra en la figura 3.8(a). Se observa que la sensibilidad decae rápidamente al alejar las bobinas de la muestra. Por lo tanto, es recomendable colocarlas lo más cerca posible, considerando el espacio requerido y el tamaño usual de las muestras al decidir la separación de las bobinas. Las bobinas del VSM implementado en la presente tesis se encuentran a 0.5 cm del centro geométrico y brinda suficiente espacio para colocar la muestra. Esta posición se muestra por el círculo y la línea punteada negra.

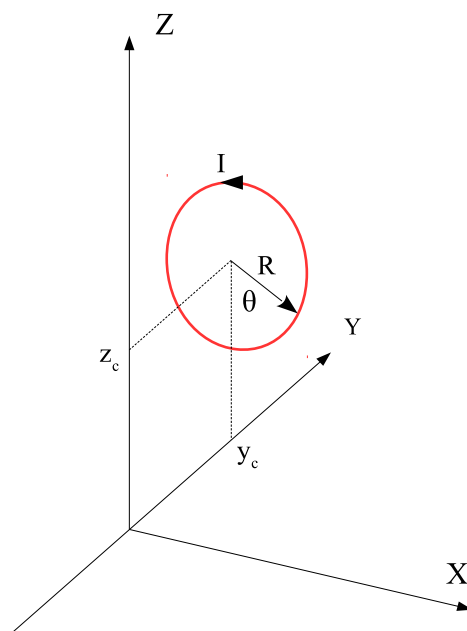


FIGURA 3.7: Geometría utilizada para el cálculo de la componente  $B_y$  (ecuación 3.13).

### Separación en el eje Z

Respecto de la posición de la muestra, las bobinas pueden estar o no separadas en la dirección vertical. Al estar más alejadas de la muestra, se espera menor señal pues el flujo será menor, como se observa en la figura 3.8(b). La sensibilidad máxima se obtiene cuando las bobinas en cada lado del arreglo son tangentes entre sí. Las simulaciones numéricas indicaron que el punto de mínima sensibilidad ocurre en 1.8 cm. Las bobinas implementadas en esta tesis se encuentran ubicadas de tal manera que se están tocando, es decir, el centro de cada bobina está a una distancia vertical de 1.5 cm.

### Variación del radio

Además del posicionamiento, se puede también optimizar la construcción de las bobinas en caso se necesite hacer un nuevo arreglo. El procedimiento y el código utilizado sirven también para optimizar el radio interno, externo, y la altura. Por ejemplo, si se desea que las bobinas sean tangentes al plano  $XY$ , con una altura determinada, y se requiere saber cuál es el radio óptimo para hallar la señal máxima, se obtendría una gráfica como la figura 3.9. De acuerdo a esta figura, se puede concluir que el valor óptimo para el radio para las nuevas bobinas sería aproximadamente 2 cm, donde se encuentra el máximo de la gráfica. El valor de este radio es grande debido a que la

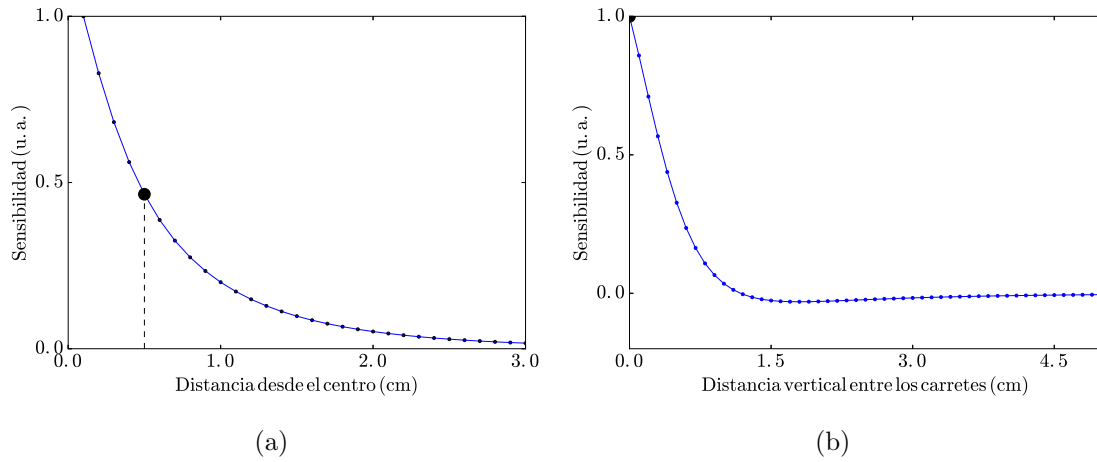


FIGURA 3.8: Simulación de sensibilidad en función de la distancia. En (a) la distancia mostrada en el eje horizontal es del centro al plano de la primera espira de la bobina. En (b) la distancia es la separación vertical entre los carretes, mostrando que la sensibilidad máxima ocurre cuando los carretes son tangentes.

altura elegida para las bobinas fue de 0.1 cm, solo para simplificar y reducir el tiempo de computación.

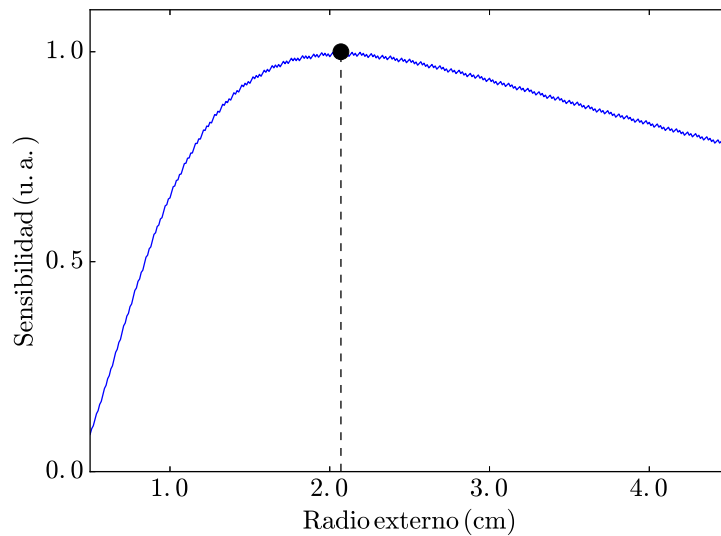


FIGURA 3.9: Sensibilidad en función de radio externo.

### Punto de ensilladura

Todo arreglo de bobinas de detección con tres planos de simetría tiene puntos de ensilladura, es decir, puntos en los cuales las primeras derivadas de la función de sensibilidad respecto de los ejes coordenados desaparecen. El punto de ensilladura es una

región del espacio donde la sensibilidad no varía significativamente [28]. En otras palabras, mientras la muestra se encuentre cerca a este punto, la sensibilidad no será afectada por una pequeña variación en la posición de la muestra.

En el caso del arreglo de bobinas Mallinson, el punto de ensilladura se encuentra en el centro, equidistante de cada bobina. Con el modelo propuesto, se puede simular también la sensibilidad en función del desplazamiento fuera del centro (Fig 3.10). Es importante resaltar que el resultado obtenido de las simulaciones numéricas es comparable con el desarrollo teórico y experimental visto en la literatura [25, 26, 28].

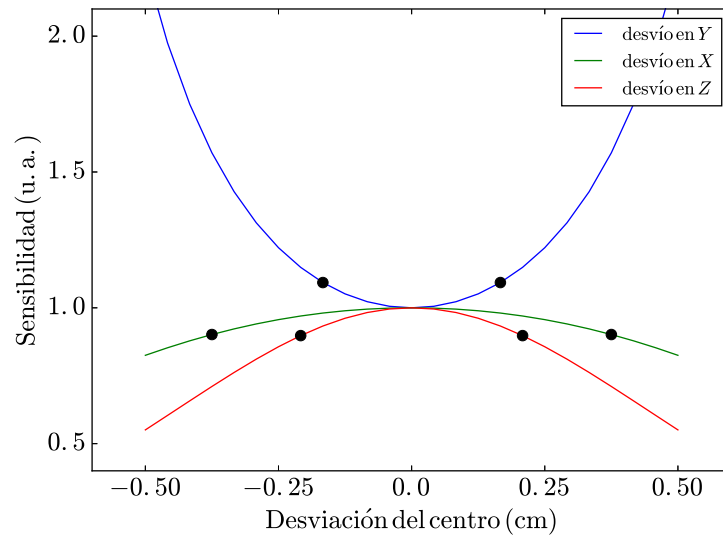


FIGURA 3.10: Sensibilidad de un arreglo de bobinas Mallinson en función del desplazamiento de la muestra fuera del centro. Se muestra la variación en la sensibilidad al mover la muestra desde el centro sobre el eje  $Y$  (curva azul), eje  $X$  (curva verde) y eje  $Z$  (curva roja), respecto a la geometría de la figura 3.5. Los puntos negros indican el desvío para el cual la sensibilidad ha variado en, aproximadamente, un 10%. Es importante notar que al variar la posición a lo largo del eje  $Y$  la sensibilidad aumenta, mientras que en los otros ejes disminuye.

### 3.1.4. Respuesta en frecuencia

La función principal del transductor mecánico del VSM es la de hacer oscilar la muestra de manera controlada a una determinada amplitud y frecuencia. Sin embargo, el transductor está colocado sobre una estructura metálica, en la cual pueden ocurrir vibraciones no deseadas. Estas vibraciones pueden ocasionar fuentes de ruido en la medición si es que llegan a ser tan fuertes que hacen vibrar a la varilla en direcciones no deseadas. Para lograr un movimiento controlado de la varilla el magnetómetro debe operar a una frecuencia de tal forma que el ruido ocasionado por las vibraciones no deseadas sea menor que la señal magnética. Para ello, se analiza la magnitud de la señal entrante al LIA en función de la frecuencia de oscilación del transductor electromecánico. Es importante

resaltar que la frecuencia de la señal de referencia utilizada en el lock-in coincide con la frecuencia de la señal suministrada al transductor, para así medir el efecto de diferentes frecuencias de oscilación sobre las vibraciones de la estructura. Este análisis nos permitirá determinar qué valores de frecuencia evitar y cuáles se pueden utilizar para elegir el valor óptimo de la frecuencia de oscilación de la muestra.

En la primera prueba que se realizó para observar la respuesta en frecuencia de la estructura se sujetó un imán permanente en el extremo de la varilla y se midió la señal inducida en las bobinas en función de la frecuencia de oscilación con el electroimán apagado. La respuesta en frecuencia se observa en la figura 3.11(a), donde se halla un pico de resonancia centrado en 34 Hz. La frecuencia de trabajo que se elige tiene que estar lejos de esta resonancia para evitar interferir con la señal de la muestra.

La segunda prueba involucra magnetizar un trozo de níquel a la saturación y repetir el procedimiento. En ese caso, como el electroimán está encendido y se suministra una corriente continua de forma permanente para generar el campo magnético, aparece la interferencia debido a la oscilación de la corriente en su frecuencia fundamental de 60 Hz y en los armónicos, como se ve en la figura 3.11(b). En esta figura se observa también una región con baja interferencia por encima de los 80 Hz. La frecuencia utilizada para las pruebas es de 95 Hz ya que está lejos de los picos de resonancia y permite oscilar la muestra con una amplitud considerable. La amplitud disminuye con frecuencias más altas y eso implicaría menor señal.

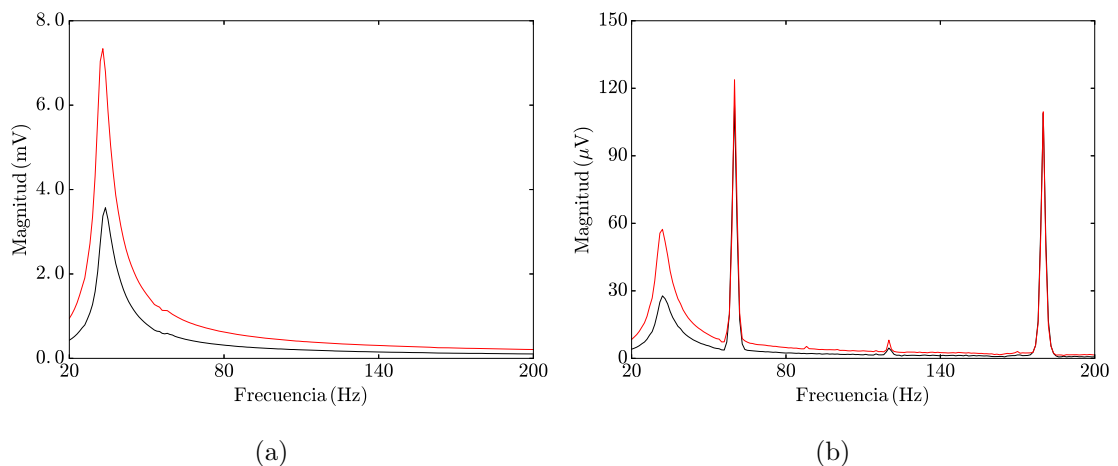


FIGURA 3.11: Respuesta del VSM en función de la frecuencia de oscilación de (a) un imán permanente y (b) una muestra de níquel saturado, ambas en el rango 20 - 200 Hz. La curva negra indica una amplitud de  $0.5 V_{rms}$  en la alimentación al transductor mecánico y la curva roja indica una amplitud de  $1.0 V_{rms}$ .

### 3.1.5. Linealidad de la amplitud de oscilación

Otra prueba importante que ayuda a comprobar lo calculado utilizando el Teorema de Reciprocidad es la proporcionalidad directa entre el voltaje inducido y la amplitud de oscilación. En este caso, la amplitud se está midiendo con la amplitud del voltaje suministrado al transductor electromecánico. En las figuras 3.12(a) y 3.12(b), se puede percibir la linealidad de la amplitud, con sus ecuaciones, para un imán permanente y un trozo de níquel saturado.

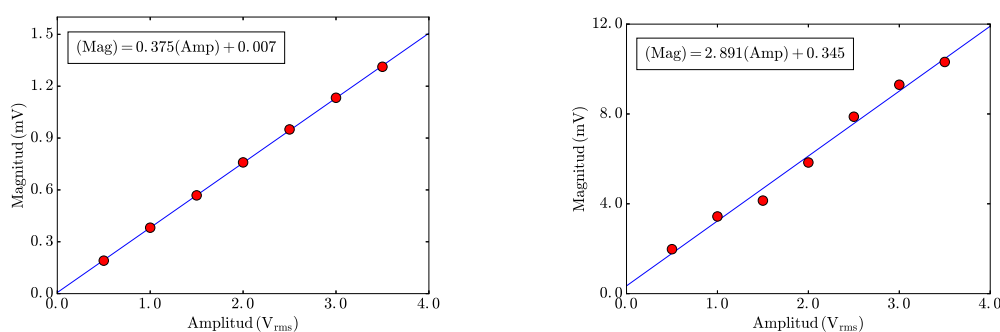


FIGURA 3.12: Magnitud de la señal en función de la amplitud de oscilación, utilizando níquel saturado.

## 3.2. Procesos de medición y calibración

### 3.2.1. Fabricación y preparación de las muestras

Las muestras estudiadas incluyeron cinta de níquel, ferrita, cintas magnéticas, discos magnéticos flexibles y multicapas de *permalloy*:  $Ni_{80}Fe_{20}$  (abreviado usualmente como Py) y titanio. Estas multicapas consisten en un arreglo de películas delgadas que fueron fabricadas en el Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas<sup>4</sup> (CBPF), en un equipo de pulverización catódica, también conocido como *sputtering*, sobre un sustrato de silicio. Estas capas son crecidas sucesivamente una sobre otra combinando diferentes materiales: Py y Ti. El espesor total puede variar desde unos pocos nanómetros hasta algunas micras, dependiendo de la estructura que se desea estudiar. El sustrato fue previamente tratado utilizando la técnica de fotolitografía para determinar un patrón geométrico en su superficie, con el fin de obtener un patrón cuadrado de dimensiones conocidas. El equipo de *sputtering* con el que se fabricaron las muestras<sup>5</sup> se puede observar en la figura 3.13.

<sup>4</sup>Las muestras fueron realizadas bajo la supervisión del Dr. Diego González y el Dr. Rubem Luís Sommer, del Laboratorio de Magnetismo Aplicado (LAMAG-CBPF).

<sup>5</sup>Se trabajó con 5 blancos, a 5 *mTorr* de presión y a temperatura ambiente.



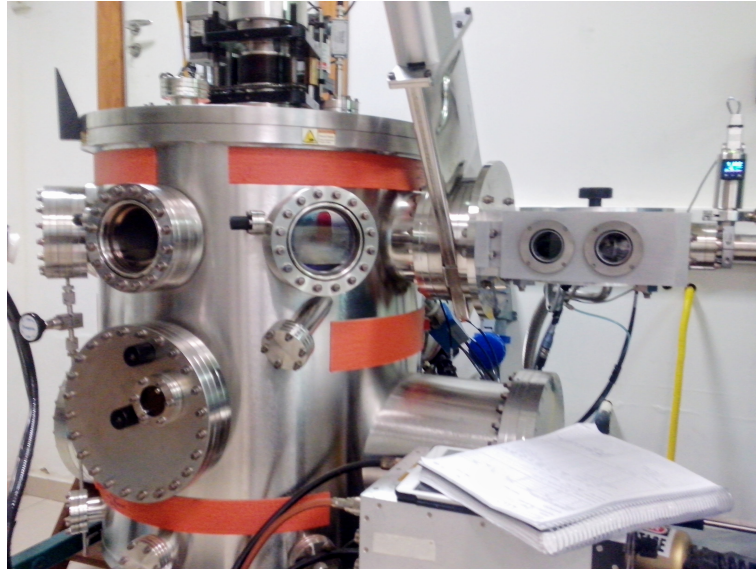


FIGURA 3.13: Cámara de sputtering en el CBPF.

### 3.2.2. Procedimiento de medición

A continuación se detallan los pasos a seguir para realizar la medición de muestras en el VSM. El orden de estos es importante para asegurar que cualquier interferencia entre equipos sea corregida.

Primero, se enciende el equipamiento para la detección de campo magnético, la sonda Hall, y el voltímetro utilizado para medir el voltaje saliente de la sonda. Es importante resaltar que el voltaje mostrado por el voltímetro en los primeros minutos después de encender la sonda Hall no es estable y, usualmente, decrece. Cuando el voltaje que muestra el voltímetro sea estable, encendemos la fuente de corriente y el amplificador Lock-in, y se registra este valor de voltaje como el campo magnético remanente de la sonda Hall, es decir, el voltaje cuando no hay campo aplicado sobre la muestra. Luego, en el segmento de la vara de vidrio utilizado como porta muestra, se adhiere la muestra sujetándola con cinta de teflón. El porta muestra se fija en el conector plástico con el resto de la vara y se enciende el generador de funciones.

Antes de comenzar a la toma de datos, se realizan ciclados del campo magnético, cambiando de una dirección a otra y aumentando el valor tope en cada tramo hasta llegar al máximo campo deseado. Se realizan de dos a cuatro ciclos para intentar eliminar cualquier estado magnético que, previamente, podrían tener la muestra o los núcleos del electroimán [18]. Es importante, si se quiere medir la saturación, llevar la muestra a un campo suficientemente alto, de lo contrario se estarán midiendo ciclos menores o se tendrá una curva que no cierra, como se nota en la figura 3.14. Al finalizar los ciclados, se lleva el campo magnético al máximo valor deseado para el experimento y se asegura

que la fase de referencia en el Lock-in sea correcta: se requiere que la componente Y en el Lock-in muestre un valor cero, lo que indicaría que la componente X tiene la máxima señal y que la fase está bien configurada. En ese sentido, solo en caso de haber modificado alguna parte del VSM sería necesario reconfigurar la fase de referencia. Si no es necesario reconfigurarla, se lleva el campo al valor de partida y se comienza a tomar la medición. El procedimiento para realizar esta medición y el manejo de la interfase utilizada se detalla en el apéndice B.

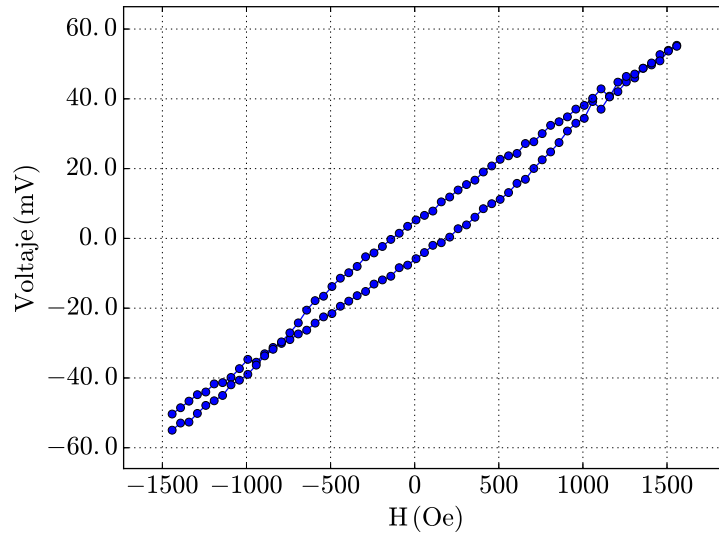


FIGURA 3.14: Ciclo de histéresis de muestra compuesta de 6 discos magnéticos flexibles (provenientes de un diskette) sin llevarla a la saturación.

### 3.2.3. Toma de datos

El código de adquisición de datos con el que se trabaja fue adaptado de un modelo hecho en el CBPF en colaboración con el Dr. Diego González. Las modificaciones fueron necesarias debido a que las interfases disponibles en el LMN son distintas a las utilizadas en el CBPF y la comunicación con los equipos necesitaba de un protocolo distinto al utilizado en el código de adquisición, específicamente el uso de *sockets* de internet utilizando el protocolo TCP/IP<sup>6</sup>. En la programación del código utilizado para comunicarse con la fuente de corriente, un *socket* es un objeto del cual se crea una instancia y a ésta se le asignan la dirección IP y el número de puerto de la fuente de corriente utilizada. Estos parámetros son configurados por separado siguiendo las instrucciones en el manual de la fuente BOP 50-8ML.

<sup>6</sup>La documentación para usar este protocolo en Python se encuentra en <https://docs.python.org/2/library/socket.html>

El código de adquisición permite elegir parámetros de medición como la cantidad de datos que se toman para cada valor de  $H_a$ , el tiempo de espera antes de comenzar a tomar datos al cambiar a un nuevo valor de campo magnético aplicado (tiempo de estabilización de la magnetización), y el tiempo de espera entre cada dato. El tiempo de estabilización de la magnetización, según la experiencia, está en el orden de  $10^{-1}$  a 1 s. El código utiliza por defecto un tiempo de 1 s para que se establezca la magnetización, lo cual se puede incrementar si las interferencias son considerables. Así, estos parámetros ayudan a obtener una curva más estable, sobre todo en el caso de señales pequeñas o muy ruidosas. El código de adquisición calcula el promedio de los datos obtenidos y puede eliminar los que se encuentran muy lejos del promedio, si es que se desea, y tomar más datos para conseguir el número de datos que se requerían inicialmente.

### 3.2.4. Sustracción de contribución paramagnética

Al obtener una curva de magnetización, se notará que, al saturarse, la curva no se encuentra horizontal. La magnetización de saturación magnética es un valor constante, como se describió previamente en la figura 2.10, a campos magnéticos aplicados suficientemente altos debido al alineamiento de todos los momentos magnéticos en el material. Esto es, probablemente, debido a la contribución paramagnética de algunos de los componentes del experimento en la señal medida. No hemos podido identificar, con total convencimiento, cuál es la causa, pero de las pruebas realizadas se pueden descartar la muestra y el porta muestra. La señal mostrada en la figura 3.15 se obtuvo sin estos dos, por lo tanto la responsabilidad recae en el material del electroimán o las bobinas. En el caso de ser las bobinas de detección, esto puede ser causado por alguna conexión entre cada una, una vibración que no se ha logrado atenuar suficientemente o alguna interacción con el transductor mecánico. Sin embargo, esta contribución paramagnética se puede eliminar obteniendo la pendiente mediante un ajuste lineal a cada lado de la curva y sustrayendo la pendiente de cada tramo.

### 3.2.5. Calibración del VSM

Para calibrar la señal del VSM, se utiliza una muestra de magnetización y volumen conocidos, midiendo la respuesta de las bobinas ante su magnetización. Es preferible usar muestras de mucho menor tamaño respecto a las bobinas, de dimensiones milimétricas como máximo, pues así el campo inducido en la muestra podría ser considerado como el de un dipolo y la señal inducida será independiente de la geometría del patrón [29, 30]. El material utilizado fue una cinta de níquel de 99.9% de pureza<sup>7</sup>. Este

<sup>7</sup>Esta cinta fue proporcionada por el Dr. Diego González, del CBPF, para utilizar en la calibración.

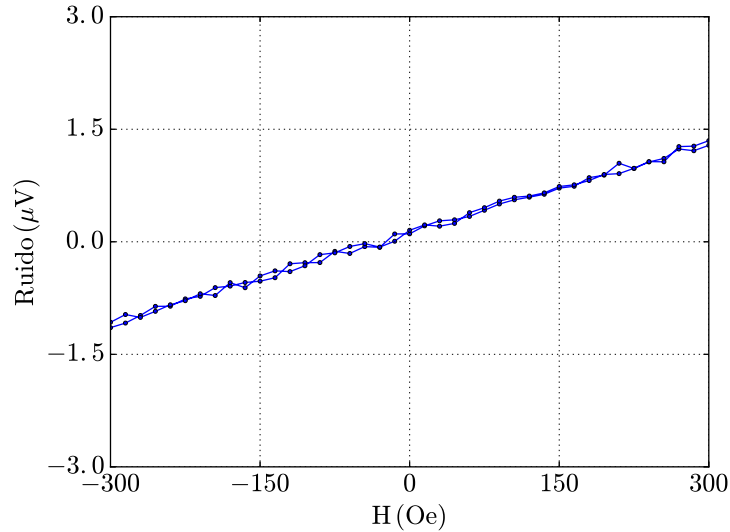


FIGURA 3.15: Señal medida por LIA al no haber muestra.

material es de alta disponibilidad y logra saturarse a relativamente bajos campos. La magnetización se saturación del níquel es  $4\pi M_S = 6410$  G [14], es decir,

$$M_S = \frac{6410}{4\pi} = 510.1 \text{ emu/cm}^3, \quad (3.14)$$

valor que puede ser utilizado para calcular el momento magnético de la muestra patrón conociendo su volumen. El cociente de este valor de momento y el valor de voltaje obtenido al llegar a la saturación del níquel, nos permite obtener un factor de proporcionalidad emu/V.

La muestra patrón utilizada fue el trozo cuadrado de níquel presentado en la figura 3.16(a). La correspondiente curva de histéresis (con la corrección en la pendiente) se observa en la figura 3.16(b). El voltaje de saturación es  $1.98 \times 10^{-5}$  V. Como la muestra tiene un volumen de  $(2.03 \pm 0.34) \times 10^{-4}$  cm<sup>3</sup>, el momento total de la muestra es de  $(1.03 \pm 0.17) \times 10^{-1}$  emu. A partir de esto, se calcula que el sistema mide los momentos magnéticos con el siguiente factor de emu/V:

$$(5.22 \pm 0.88) \times 10^3 \text{ emu/V}. \quad (3.15)$$

Es importante resaltar que el tamaño de la muestra y su grado de magnetización afectan la calibración. Una muestra débilmente magnética podría requerir de mucho espacio para tener una señal adecuada, pues se necesitaría mayor cantidad de ese material (más volumen), además de tener una forma irregular o distinta a la de las

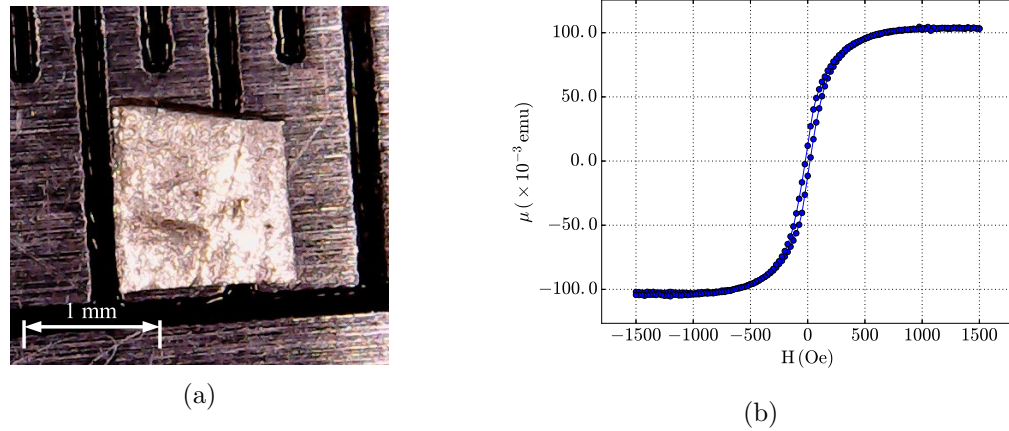


FIGURA 3.16: (a) Muestra de Ni (99.9% puro) usada para calibración. (b) Curva de histéresis de muestra patrón.

demás muestras por medir. Esto afectaría la calibración, pues se requiere muestras de forma equivalente a la muestra patrón ya que la medición se hace por comparación con esta última [29]. Similarmente, si la geometría de las muestras medidas es muy distinta a la del patrón de calibración (por ejemplo, si se calibra con una esfera de níquel pero se miden películas delgadas), es posible que ingresen errores significativos en la medición debido a la diferencia en la geometría [31]. También hay que tener en cuenta que una diferencia de masa puede variar el comportamiento del transductor electromecánico y, por lo tanto, las muestras a ser medidas deben ser lo más parecidas en tamaño, geometría e, idealmente, orden de magnitud de la magnetización que la muestra patrón [32, 33].

## Capítulo 4

# Resultados

### 4.1. Cinta y disco de níquel

Al tener el factor  $\text{emu}/V$ , se puede comenzar la medición de otras muestras. Las medidas se tomaron con una constante de tiempo de 100 ms y conectando las salidas del arreglo de bobinas a las entradas diferenciales del LIA, sin preamplificador o filtros además de los que se encuentran en el LIA.

Se utilizaron trozos de cinta de Ni (99% de pureza). En la figura 4.1(a) se presenta la histéresis de una cinta de níquel de área rectangular. La muestra tiene un volumen total de  $(3.17 \pm 0.87) \times 10^{-4} \text{ cm}^3$  lo que resulta en un momento magnético total teórico de 0.162 emu. Notemos que, a pesar que la cinta de níquel no posee anisotropía cristalina, la geometría de la muestra influye en la obtención de la curva de histéresis. Se obtuvieron dos curvas de histéresis distintas para una misma muestra, una con el eje largo del área rectangular paralelo al campo magnético ( $0^\circ$ ) y la otra perpendicular al campo ( $90^\circ$ ), como se observa en la figura 4.1(b). Esto se debe a la diferencias en los factores demagnetizantes, como se detalló en la sección 2.2.1.1. El momento magnético medido para esta muestra es de  $0.172 \pm 0.029$  emu, presentando una diferencia de 6.2% respecto del valor teórico. También, calculando la magnetización a partir de los datos experimentales se obtiene  $(5.42 \pm 1.74) \times 10^2 \text{ emu}/\text{cm}^3$ , lo cual es conforme con el valor teórico de la ecuación 3.14. La incertidumbre es grande en proporción al valor medido debido a las dificultad en calcular el área de la muestra.

Por otro lado, la figura 4.2 muestra la curva de histéresis de un disco de níquel con volumen de  $2.43 \times 10^{-2} \text{ cm}^3$ . Se midió con el campo magnético aplicado paralelo a un diámetro del disco, el cual mide 6.38 mm, mientras que su altura mide 0.87 mm. Esta muestra es mucho más grande que el patrón de muestra y requeriría de mucho más

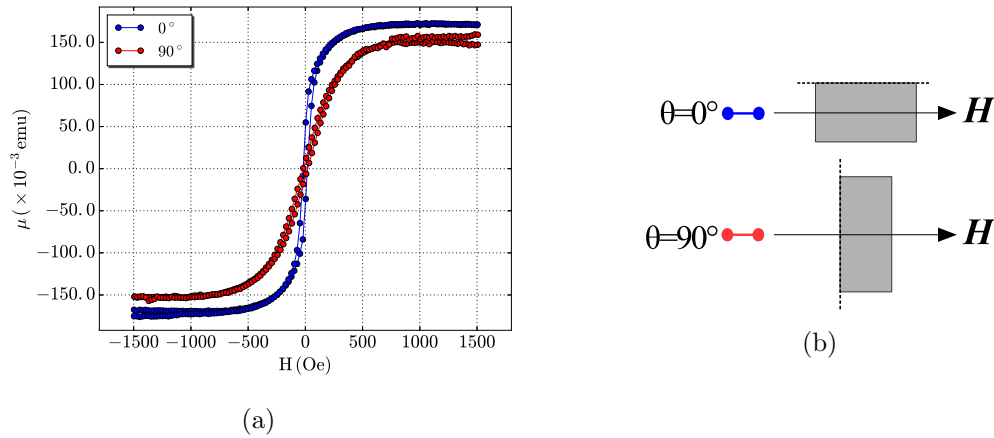


FIGURA 4.1: Curva de histéresis para trozo rectangular de cinta de Ni (a). El ángulo  $\theta$  es el que se forma entre el campo magnético aplicado,  $\vec{H}_a$ , y el lado más largo de la cinta rectangular, como se muestra en (b).

campo para mostrar claramente la saturación del momento magnético neto. La figura 4.2 evidencia la falta de precisión al medir una muestra de mucho mayor tamaño que la muestra patrón pues, del cálculo, ésta tiene 12.4 emu pero en la gráfica se evidencia un momento mayor a 20 emu. Este disco podría servir de patrón de calibración si se requiere medir muestras de similar tamaño y geometría ya que, como se mencionó en la sección 3.2.5, estos factores producen un diferente factor de calibración que el de una película delgada, pero, claramente el patrón de calibración de la ecuación 3.15 no es apropiado para esta muestra.

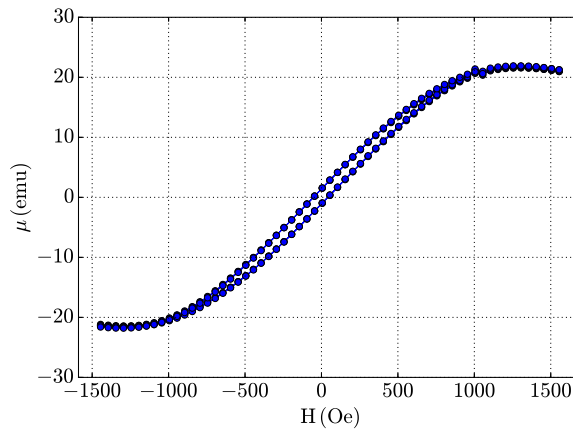


FIGURA 4.2: Curva de histéresis de disco de Ni.

## 4.2. Discos magnéticos flexibles

Estos discos magnéticos flexibles fueron obtenidos de diskettes tipo 2HD de 3.5 pulgadas ancho y marca Imation utilizando una perforadora de papel, resultando en

discos de 6 mm de diámetro. Para estudiar la sensibilidad del sistema, se usaron muestras compuestas de estos discos apilados uno encima de otro, usando configuraciones de 2, 4 y 6 discos. Esta última muestra presentó una señal más clara, pero también se obtuvieron medidas de las otras muestras, como se ve en la figura 4.3. Se observa también una proporcionalidad entre los momentos magnéticos de saturación.

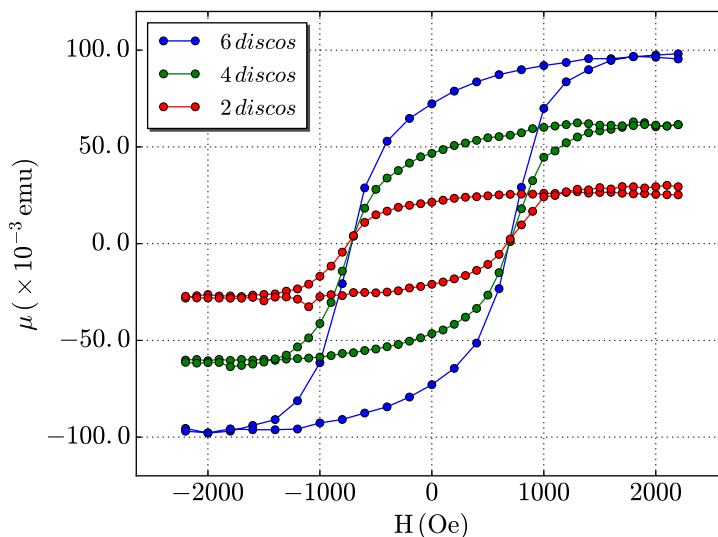


FIGURA 4.3: Curvas de histéresis para discos magnéticos flexibles (diskette).

Es importante resaltar que los discos son de mayor tamaño y distinta geometría que la muestra patrón, lo cual puede resultar en errores al medir su momento magnético, como se indicó en la sección 3.2.5, a pesar que ambos tienen magnetizaciones comparables. Por otro lado, de la gráfica se puede observar un campo coercitivo de 720 Oe. Sabiendo que los diskettes son del tipo *High Density* con un recubrimiento de  $1.2 \mu\text{m}$  de óxido de hierro dopado con cobalto, se comprueba el valor de campo coercitivo esperado, de entre 600 y 750 Oe [34]. De las gráficas también se puede obtener el valor de momento magnético de saturación para cada disco, siendo éste  $(1.51 \pm 0.25) \times 10^{-2}$  emu. El espesor del medio de grabación del diskette es  $7.6 \times 10^{-3}$  cm [35] con lo cual se puede calcular un volumen de  $(2.15 \pm 0.25) \times 10^{-3}$  cm<sup>3</sup> y una magnetización de saturación de  $7.0 \pm 1.4$  emu/cm<sup>3</sup>.

### 4.3. Sistema acusto-magnético

Un sistema acusto-magnético es un dispositivo utilizado para prevenir el robo de mercancía. Consiste de dos cintas con propiedades magnéticas calibradas para interactuar entre sí y con un campo magnético oscilante generado por antenas, colocadas a la salida de los centros comerciales. La primera es una cinta delgada y corta



compuesta de una aleación amorfa que contiene níquel, hierro, cobalto, silicio y boro (su composición exacta no se ha podido determinar). Esta muestra exhibe magnetostricción, es decir, cambio en las dimensiones del material al magnetizarse [36]. La figura 4.4 muestra que su curva de histéresis tiene un campo coercitivo muy bajo, siendo la curva básicamente una línea recta hasta llegar a la saturación ferromagnética, donde se determinó un momento magnético de  $(75.8 \pm 12.7) \times 10^{-3}$  emu. El volumen de la muestra es de  $(33.6 \pm 10.6) \times 10^{-6}$  cm<sup>3</sup>, lo cual permite calcular una magnetización de  $(2.25 \pm 0.81) \times 10^3$  emu/cm<sup>3</sup>.

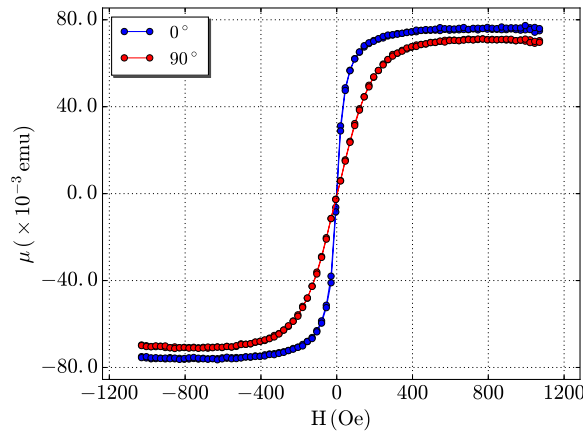


FIGURA 4.4: Curva de histéresis para muestra rectangular de material amorfo. El ángulo  $\theta$  es el que se forma entre el campo magnético aplicado,  $\vec{H}_a$ , y el lado más largo de la cinta rectangular.

La segunda cinta es una aleación cristalina basada en hierro, con níquel, cobalto y/o cromo, junto con otros metales. El material es magnéticamente semi-duro con campo coercitivo entre 20 y 100 Oe [36]. En este caso, de la figura 4.5 se obtiene un campo coercitivo cerca de los 20 Oe y un momento magnético de  $(7.61 \pm 1.28) \times 10^{-1}$  emu, aproximadamente 10 veces mayor al de la primera cinta. Esta cinta se mantiene magnetizada para aumentar la señal emitida por la cinta magnetostrictiva y así ser detectada al estar en la vecindad de las antenas. En caso de estar no magnetizada, la señal emitida por la primera cinta será demasiado débil como para activar la alarma. Se observa en la figura 4.5 que la presencia de anisotropía de forma afecta la saturación magnética máxima. El volumen de la muestra es  $(5.90 \pm 1.98) \times 10^{-5}$  cm<sup>3</sup>, con lo que se calcula una magnetización de  $(12.9 \pm 4.8) \times 10^3$  emu/cm<sup>3</sup>.

#### 4.4. Películas delgadas de *permalloy*

*Permalloy* es el nombre dado a aleaciones de níquel y hierro en diversas proporciones. En las muestras aquí presentadas la proporción es 80 % Ni y 20 % Fe, y tiene

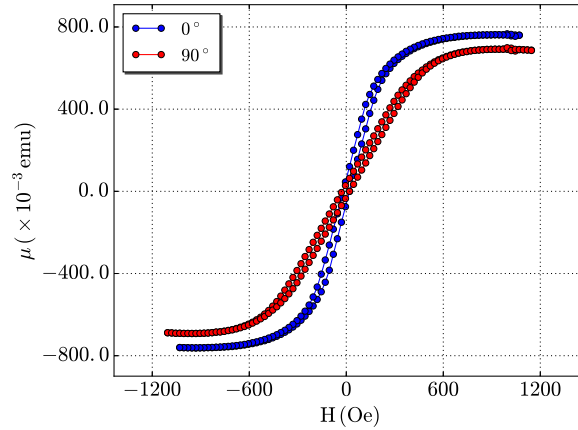


FIGURA 4.5: Curva de histéresis para muestra rectangular de material cristalino basado en hierro. El ángulo  $\theta$  es el que se forma entre el campo magnético aplicado,  $\vec{H}_a$ , y el lado más largo de la cinta rectangular.

una magnetización de saturación de  $851.5 \text{ emu/cm}^3$  [14]. El comportamiento esperado de estas muestras ya es conocido de acuerdo con la sección 2.2.2.1.

#### 4.4.1. Película de 100 nm de espesor

La figura 4.6(a) muestra la medición de la película con el eje de anisotropía paralelo a las líneas de campo magnético externo. En la figura se nota el cambio en la dirección de magnetización. La estimación de un momento magnético a partir de esta gráfica no resulta ser tan precisa debido al ruido, sin embargo, el código de adquisición empleado realiza un ajuste de mínimos errores para la curva obteniendo un momento magnético de  $(6.23 \pm 1.05) \times 10^{-4} \text{ emu}$ . Esto se puede comparar con el valor de momento magnético calculado a partir del volumen de la muestra,  $(6.00 \pm 0.07) \times 10^{-7} \text{ cm}^3$ , que resulta ser  $(5.11 \pm 0.06) \times 10^{-4} \text{ emu}$ . El error porcentual entre estos dos valores de momento magnético es de 21.8 %, el cual es alto pero consistente con lo observado de su gráfica. Similarmente, el cálculo de la magnetización de esta muestra resulta en  $(1.04 \pm 0.17) \times 10^3 \text{ emu/cm}^3$ , lo cual tiene el mismo error porcentual del valor teórico que el valor medido para el momento magnético.

La figura, 4.6(b), muestra el comportamiento con el eje de anisotropía perpendicular a las líneas de campo magnético externo y podemos distinguir el cambio de magnetización como se esperaba, una línea recta hasta llegar a la saturación.

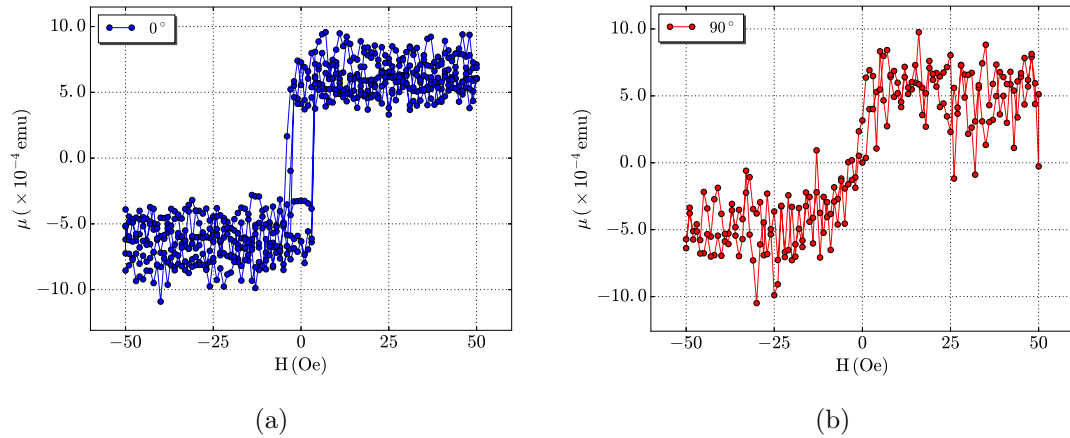


FIGURA 4.6: Curva de histéresis de película delgada de *permalloy* con 100 nm de espesor. El ángulo  $\theta$  es el que se forma entre el campo aplicado,  $\vec{H}_a$ , y el eje de anisotropía de la película delgada, mostrado para los valores de (a)  $\theta = 0^\circ$  y (b)  $\theta = 90^\circ$ .

#### 4.4.2. Películas de espesor menor a 100 nm

Dentro de las muestras disponibles se cuenta con un par cuyo espesor era desconocido debido a que son el resultado de procesos de *sputtering* incompletos. Las muestras son similares ya que se depositó en ambas Py simultáneamente sobre un área de  $4.0 \times 10^{-2} \text{ cm}^2$ . La curva de histéresis de una de ellas se puede ver en la figura 4.7(a) con el eje de anisotropía paralelo a las líneas de campo magnético externo. El momento magnético obtenido con el VSM es de  $(2.46 \pm 0.41) \times 10^{-4} \text{ emu}$ . A partir de las medidas de magnetización del *permalloy* se puede estimar el espesor de la película delgada. El valor de magnetización obtenido indica que el espesor aproximado es de  $(7.2 \pm 1.2) \times 10^1 \text{ nm}$ . Este espesor es apropiado ya que el proceso de *sputtering* debería haber colocado 100 nm de *permalloy* si se completaba.

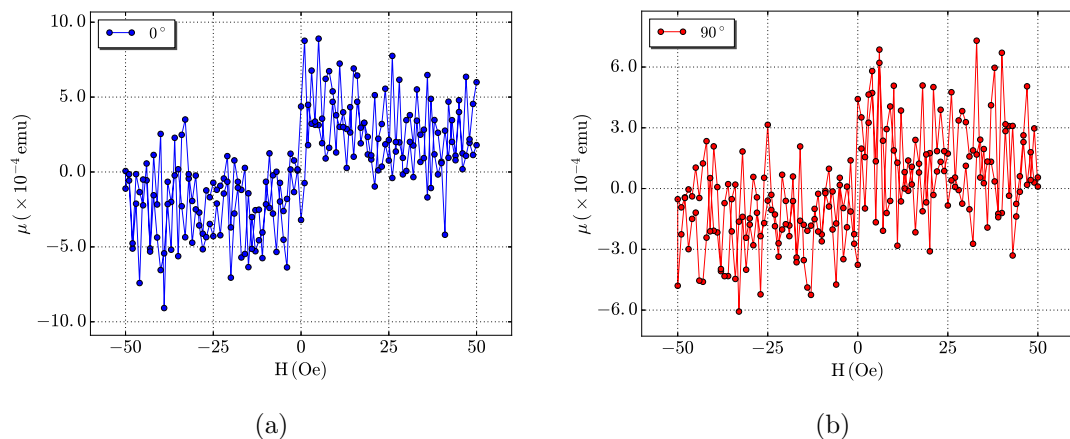


FIGURA 4.7: Curva de histéresis de película delgada de *permalloy* de espesor menor a 100 nm. El ángulo  $\theta$  es el que se forma entre el campo aplicado,  $\vec{H}_a$ , y el eje de anisotropía de la película delgada, mostrado para los valores de (a)  $\theta = 0^\circ$  y (b)  $\theta = 90^\circ$ .

Al girar el eje de anisotropía de esta muestra a  $90^\circ$  respecto al campo magnético externo, se obtuvo la curva de la figura 4.7(b). Es difícil ver el comportamiento esperado de macroespín debido al ruido en la medición.

Finalmente se midieron ambas muestras simultáneamente (Fig. 4.8), para poder comparar los valores de la magnetización. Ésta equivaldría, aproximadamente, a una película delgada del doble de espesor. El momento magnético medido para esta configuración es de  $(5.77 \pm 0.97) \times 10^{-4}$  emu. Este momento magnético es comparable a la muestra de 100 nm, excepto que como la primera muestra tiene más área, esta segunda equivale a un espesor de  $(1.7 \pm 0.3) \times 10^2$  nm.

Es importante recordar que estos resultados fueron obtenidos sin amplificación debido a un problema con la fase de la señal. El ruido ocupa un rango de, aproximadamente,  $5 \times 10^{-4}$  emu y esto limita la claridad de ciertas curvas, como se ve en la figura 4.7(b).

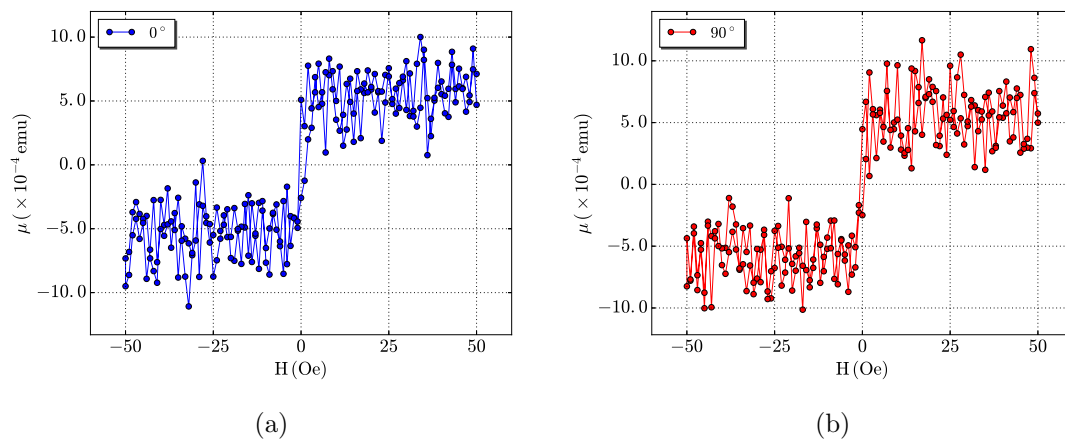


FIGURA 4.8: Curva de histéresis de dos muestras de película delgada de *permalloy* apiladas. Estas son de espesor menor a 200 nm. El ángulo  $\theta$  es el que se forma entre el campo aplicado,  $\vec{H}_a$ , y el eje de anisotropía de la película delgada, mostrado para los valores de (a)  $\theta = 0^\circ$  y (b)  $\theta = 90^\circ$ .

## Capítulo 5

# Discusión

### 5.1. Respuesta en frecuencia

En la figura 3.11(a) se pueden observar picos correspondientes a la frecuencia de resonancia de 34 Hz del sistema mecánico, lo que incluye el transductor mecánico, los soportes y la base adjunta al electroimán. Adicionalmente, en la figura 3.11(b) se pueden observar los picos correspondientes a la interferencia debido al suministro eléctrico del laboratorio. La frecuencia de oscilación de las muestras estudiadas se realiza lejos de esta frecuencia de resonancia para evitar voltajes inducidos debido a las vibraciones no deseadas de la estructura. Es importante recalcar que si hay cambios en los componentes del VSM es necesario hacer este análisis para asegurar que no esté ingresando ruido innecesario a la señal.

### 5.2. Medición de campo magnético aplicado

A lo largo del trabajo se observó que al encender el transductor magnético, se debe prestar atención al voltaje que se detecta. Éste depende de la escala utilizada, no es constante y decae ligeramente con el tiempo, alcanzando incluso valores negativos. Este voltaje se observa incluso al tener el transductor aislado, con ningún otro dispositivo encendido, es pequeño y está dentro de la precisión de lectura mencionada en el equipo. Para la escala de 1 Oe/mV, usualmente se detecta un voltaje alrededor de +20 mV con la fuente de corriente encendida a 0 A y 0 V, equivalente a 20 Oe, demasiado alto como para ser causado por el campo magnético terrestre (de 0.3 a 0.7 Oe).

Este valor variable de *offset* causó algunos problemas en la configuración del voltaje a campo magnético aplicado cero, ya que el mismo puede variar a lo largo del tiempo. En las muestras que se caracterizan por tener campos coercitivos muy bajos, esto se puede manifestar como curvas de histéresis que se cruzan o cuyo centro se desplaza del origen y debe ser corregido. De comunicaciones con los fabricantes del transductor, nos indican que este es comportamiento normal para el dispositivo y es debido a la electrónica que alimenta el sensor Hall cuya respuesta varía con la temperatura. Esto significa que los cambios de temperatura normales durante el día de trabajo y las variaciones de temperatura de las bobinas del electroimán al utilizar campos magnéticos altos pueden afectar la lectura.

### 5.3. Calibración del VSM

Como se describió en la sección 3.2.5, la magnetización de saturación depende sólo del material utilizado y es independiente de la forma, la respuesta de las bobinas de detección depende de la geometría de ella. Así, se obtienen mejores resultados mientras más similares sean el patrón de calibración y las muestras por medir. Esto implica que al medir diferentes tipos de muestra es necesaria una calibración previa con un material de similar forma y tamaño. Se puede tener una muestra patrón de calibración listo para cada tipo, hecha de manera que sus dimensiones son conocidas con precisión. No sería necesario hacer el procedimiento de calibración al cambiar de tipo de muestra, solamente reemplazar el factor de calibración en emu/V para cada geometría utilizada en el código de adquisición para la toma de datos. Es importante recalcar, adicionalmente, que mientras menor sea la incertidumbre en el volumen de la muestra utilizada como patrón de calibración, menor será la incertidumbre en el factor emu/V. En este caso, las muestras obtenidas a partir de una cinta de Ni fueron cortadas manualmente y su volumen fue medido con un *vernier*.

### 5.4. Mejoras en la sensibilidad

Para mejorar la sensibilidad del magnetómetro es necesario reducir el ruido e interferencia, mejorar la geometría de la configuración, o una combinación de estos dos. Primero, fuentes de ruido e interferencia en la señal medida incluyen el ruido térmico, la interferencia electromagnética y el ruido mecánico. El ruido térmico se puede reducir al bajar la temperatura de las bobinas de detección y mantenerla constante. Foner indica poder tener una sensibilidad incluso en el orden de  $10^{-9}$  emu a 4.2 K [37] utilizando imanes superconductores, que adicionalmente reducen la interferencia electromagnética.

Bajar la temperatura del electroimán también ayudaría a reducir el ruido térmico en los conductores por la reducción de la energía térmica de los portadores de carga. Por otro lado, señales eléctricas inducidas en las bobinas de detección debido a acoples mecánicos pueden ser observadas debido a vibraciones no deseadas de la estructura o interferencia física de alguna fuente. Para reducir las vibraciones no deseadas se sujetaron todos los componentes que puedan vibrar colocando algún tipo de amortiguador. El transductor mecánico es sujetado por un peso encima y las partes de la base que regulan la altura del transductor están ajustadas. Las bobinas de detección están sujetas a los núcleos del electroimán por cinta adhesiva, aunque se ha notado que es importante deshacer y rehacer esta configuración pues los soportes de las bobinas se van despegando por su peso y por las vibraciones (aunque reducidas) de todo el sistema mecánico.

Otra manera de mejorar la sensibilidad, es incrementando el factor de llenado del VSM, definido como la razón entre el volumen de la muestra y el volumen efectivo de medición [38]. Ya se ha estudiado en la sección 3.1.3.2 que se puede aumentar la sensibilidad al acercar las bobinas en el eje  $Y$ . Si se dispone del espacio y la acción de colocar y retirar la muestra no se ve afectada, acercar las bobinas no debería causar problema alguno. Adicionalmente, y en lo necesario, se pueden alejar las bobinas del plano  $XY$  para acomodar el porta muestra y la muestra. El diseño de nuevas bobinas con nueva geometría es un trabajo que puede dar bastante ganancia en la sensibilidad del instrumento. De igual manera, la implementación de una etapa de pre-amplificación sería de bastante utilidad. En esto se debe tener cuidado de estudiar bien el diseño, su interacción con el resto de instrumentos y con la red eléctrica, con el fin de no introducir mayor ruido e interferencias en la medición, pues eso fue lo que nos impidió utilizar uno. Finalmente, en cuanto a la preservación de la sensibilidad ya lograda, uno debe recordar mantener la región de medición, y los componentes que entran a ella, limpia de toda impureza o residuo de material magnético, debido a que estos pueden afectar la señal detectada [38].

## 5.5. Automatización

El uso de automatización en la recolección de datos mejora el flujo del trabajo realizado, ya que se puede programar varios ciclados y varias formas de recolección de datos. Actualmente se puede controlar los parámetros de campo magnético máximo, el paso (en oersted) entre valores de campo magnético donde se realizan mediciones y la cantidad de ciclos que se pueden realizar. La programación utilizada permite cambiar parámetros como la sensibilidad y/o a constante de tiempo del LIA, la frecuencia y/o

amplitud de oscilación del transductor mecánico, el tiempo de espera para la estabilización del campo magnético, la cantidad de valores del LIA que se miden y el tiempo de espera entre cada una de estas mediciones. La automatización permite también realizar procesos de medición largos como el de medir ciclos de histéresis menores y curvas de retorno a la saturación dentro de la curva de histéresis.

## 5.6. Campo magnético aplicado

Por experiencias pasadas con otra fuente de corriente, se ha demostrado que el electroimán soporta corrientes hasta de 10 A, lo que equivale a un campo magnético máximo de aproximadamente 4900 Oe, aunque es cerca de los 5 A que se comienza a sentir un aumento en la temperatura. Este valor de 5 A de corriente corresponde a un campo magnético de 2300 Oe. Este se considera el campo magnético máximo que se aplica sobre la muestra en el VSM. Este valor depende también de la temperatura de las bobinas ya que el aumento de la temperatura y, por consiguiente, su resistencia, disminuye la corriente y el campo magnético máximo que se pueden obtener. Por lo tanto, este VSM es adecuado para medir la magnetización y mostrar las curvas de histéresis de muestras que alcanzan el estado de saturación magnética por debajo de 2300 Oe.

## 5.7. Saturación y curvas cerradas

Es importante tener en cuenta que la forma de una curva de histéresis depende de la historia del proceso de magnetización [18]. En la figura 2.13 se muestra un proceso de magnetización que involucra solamente un par de términos, según la ecuación 2.39, y se puede observar el efecto del camino que se toma al magnetizar el material modelado. Estando en  $H = 20$  Oe, el material se encuentra en un mínimo de energía local, representado por el punto negro en la figura. Entonces, se puede observar que la minimización de energía para cierto estado depende del estado anterior del material. En el caso de un material real, hay un mayor número de parámetros que determinan la energía interna y que están involucrados en la minimización de ella, por lo cual es posible tener curvas de histéresis más complicadas.

En la figura 3.14, a la muestra de discos magnéticos flexibles no se les aplicó un campo magnético suficientemente alto como para saturar su magnetización, por lo que el valor de la magnetización al retornar al valor inicial de campo magnético aplicado no fue simétrico. En la figura 4.3 se observa que la muestra satura con un campo magnético 1800 Oe. Esta asimetría también puede suceder en muestras magnéticamente blandas,



como el níquel, si el campo magnético aplicado no es suficientemente alto, como se puede observar en la figura 5.1, donde se observa que la curva de histéresis no regresa al mismo valor.

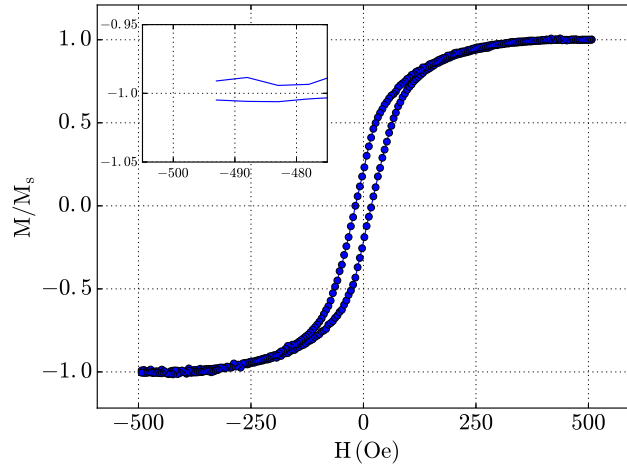


FIGURA 5.1: Curva de histéresis de cinta de níquel. En el recuadro se encuentra una ampliación de la curva en el extremo inferior izquierdo donde se observa que la magnetización no retorna al valor inicial.

## 5.8. Efecto del ángulo sobre la magnetización

Como se observa en la figura 2.11, la interacción magnetocristalina tiende a alinear los momentos magnéticos a lo largo del eje de anisotropía. Cuando se aplica un campo magnético a la muestra en una dirección paralela al eje de anisotropía, la magnetización de la muestra estará orientada a lo largo de esa dirección. Sin embargo, cuando el campo magnético y el eje de anisotropía no son paralelos, el ángulo de la magnetización tomará un valor que minimice la energía libre del material. Esto se puede analizar con el modelo simplificado mostrado en la figura 2.14(b), donde se encuentran los casos de paralelismo y perpendicularidad entre el campo magnético aplicado y el eje de anisotropía, mostrado por la línea negra y la línea roja, respectivamente. Recordando que la magnetización es una cantidad vectorial dada por  $\vec{M} = M_S \cos \theta_m \hat{e}_H$ , donde  $M_S$  es el valor de saturación de la magnetización,  $\theta_m$  es el ángulo entre el campo magnético aplicado y  $\hat{e}_H$  es el vector dirección del campo magnético  $\vec{H}_a$ , la magnitud relativa de la magnetización en la dirección de  $\vec{H}_a$  se puede expresar por  $M/M_S = \cos \theta_m$ . Al ser el campo magnético aplicado paralelo al eje de anisotropía,  $\theta_{ani} = 0$  rad, y la ecuación 2.39 se reduce a

$$E = K_1 V \sin^2(\theta_m) - \mu H_a \cos(\theta_m). \quad (5.1)$$

Es importante resaltar que en caso que  $H_a = 0$ , el ángulo que minimiza la energía puede ser 0 rad o  $\pi$  rad, lo que indica que el valor de este ángulo depende del estado previo del sistema. Es decir, para un campo magnético  $H_a > 0$  suficientemente alto, la mínima energía ocurre cuando  $\theta_m = 0$  rad, es decir, la magnetización se encuentra paralela al campo magnético. Se puede verificar que, mientras el valor del campo magnético disminuye, el valor de  $\theta_m = 0$  rad corresponde a un mínimo local de energía. Es por esta minimización local que el valor de la magnetización se mantiene positivo a pesar que  $H_a$  comienza a ser negativo hasta llegar a un valor de campo magnético negativo donde  $\theta_m = 0$  rad se convierte en un máximo local y la energía se minimiza para otro valor del ángulo. Esta segunda minimización, cuando  $H_a < 0$ , ocurre cuando  $\theta_m = \pi$  rad, es decir, la magnetización de la muestra es también paralela al campo magnético pero está orientada en dirección opuesta al caso anterior. El procedimiento se repite, esta vez con la intensidad del campo magnético aumentando hacia un valor positivo, hasta cierto valor donde el ángulo de la magnetización vuelve a girar. Este valor de campo magnético en el que la magnetización experimenta la transición,  $H_{a,t}$ , se puede calcular de la expresión anterior, resultando en

$$H_{a,t} = \pm \frac{2K_1V}{\mu}. \quad (5.2)$$

En caso que el eje de anisotropía y el campo magnético aplicado sean perpendiculares, es decir,  $\theta_{ani} = \pi/2$  rad, la expresión para la energía cambia y se expresa por

$$E = K_1V \cos^2(\theta_m) - \mu H_a \cos(\theta_m), \quad (5.3)$$

donde podemos notar que para  $H_a = 0$  la energía es mínima cuando  $\theta_m = \pi/2$  rad. Al aumentar el valor de  $H_a$ , el ángulo disminuye para minimizar la energía, y se puede deducir a partir de esta expresión para la energía libre del sistema que  $\theta_m$  tiende a cero. El valor de campo magnético donde ocurre la saturación es el mismo que el de la ecuación 5.2. En este caso no hay histéresis pues los mínimos locales son siempre mínimos, no se convierten en máximos locales como en el caso de  $\theta_{ani} = 0$  rad, y la magnetización sigue la curva roja mostrada en la figura 2.14(b).

Este comportamiento es, aunque de manera simplificada, el que ocurre en las muestras de películas delgadas de Py mostradas en las figuras 4.6 a 4.8. Por otro lado, en las figuras 4.1(a), 4.4 y 4.5 se observa una disminución en la magnetización de saturación al medir la muestra en dos direcciones distintas, como se muestra en la figura 4.1(b), donde  $\theta$  es igual a  $0^\circ$  y  $90^\circ$ . Esta diferencia en la saturación es debido al campo

demagnetizante, un campo magnético causado por los polos norte y sur formados en los extremos de la muestra al ser magnetizada. El campo demagnetizante va en dirección opuesta a la magnetización y de las ecuaciones 2.35 y 2.36 se puede deducir que el efecto del campo demagnetizante es de reducir el campo total que experimenta la muestra. Esto causa que se requiera un campo magnético más alto para saturar completamente una muestra [15]. En general, en una muestra con forma de paralelepípedo, el factor demagnetizante es mayor si la magnetización está orientada en el sentido de la menor dimensión y a este factor se le denota por  $N_{d,\perp}$ . El factor de demagnetizante es menor si la magnetización está orientada a lo largo de la mayor dimensión y se denota por  $N_{d,\parallel}$  [13, 18]. En el caso de muestras extraídas de la cinta de níquel o de películas delgadas con nanómetros de espesor, el factor  $N_{d,\parallel}$ , para  $\theta = 0^\circ$ , se puede calcular que está en el orden de  $10^{-3}$  o menor, mientras que para  $\theta = 90^\circ$  aumenta uno o dos órdenes de magnitud. Por otra parte, si este tipo de muestra es magnetizada perpendicularmente a su superficie el factor demagnetizante,  $N_{d,\perp}$ , tiende a la unidad.

## 5.9. Cinta y disco de níquel

Para calcular la magnetización del níquel, y de las siguientes muestras, es importante medir el volumen con la mayor exactitud posible. Al medir las muestras de níquel de dimensiones en el orden de unos pocos milímetros, como, por ejemplo, la muestra de calibración u otras obtenidas de la cinta de níquel, éstas son rápidamente magnetizadas y son atraídas a las partes metálicas de los implementos, tales como el *vernier* o las pinzas, dificultando la medida de sus dimensiones. Así, la muestra de la cinta de níquel muestra un error porcentual de 6.2%. El disco de níquel no es el tipo de muestra para la cual este VSM está calibrado y su medición confirma esta noción, midiendo un momento magnético distinto al calculado teóricamente.

Por otro lado, el análisis del origen del ferromagnetismo en el níquel requiere de la teoría de bandas, descrita en la sección 2.1.3. En el caso del níquel, los electrones de sus orbitales  $3d$  y  $4s$  comparten un rango de energía y, por lo tanto, ambos orbitales contribuyen la banda de conducción con sus electrones y no solo el orbital exterior,  $4s$  [20]. La contribución a la magnetización del Ni es mayor para el orbital  $3d$  que para el orbital  $4s$  y como comparten electrones, al estar tan cercanos en energía, el número de electrones de cada orbital en cada átomo resulta no ser un número entero. La cantidad de electrones  $4s$  por cada átomo de níquel en el material bulk es 0.6. Para el orbital  $3d$ , el número es 9.4 electrones por cada átomo de níquel en el material bulk [13].

## 5.10. Discos magnéticos flexibles

Como se mencionó en la sección 4.2, se obtuvieron discos de 6 mm de diámetro a partir del medio de grabación de datos, el disco suave recubierto con una capa de 1.2  $\mu\text{m}$  de óxido de hierro dopado con cobalto, que se encuentra dentro de la carcasa de plástico duro. La señal obtenida al medir estos discos es débil, por lo que se tuvieron que medir en grupos de 6, 4 y 2 (este fue el orden en que se hicieron las mediciones). La magnetización del recubrimiento es bajo comparada con las otras muestras medidas en la tesis. El origen del magnetismo en el medio de grabación para estos discos es el ferrimagnetismo del óxido de hierro. El cobalto es usualmente un recubrimiento a la capa ferrimagnética, o un dopaje a ésta, que ayuda a preservar la magnetización [39, 40]. Esta baja magnetización es útil en su función, la cual es guardar información en la orientación de la magnetización de regiones en su superficie. La magnetización de estas regiones tiene que ser detectada y grabada, de manera eficiente, por un cabezal apropiado y el tener una magnetización baja permite el uso de campos magnéticos moderados que no afecten las regiones vecinas de la superficie.

## 5.11. Sistema acusto-magnético

Ambas muestras de este sistema son materiales ferromagnéticos. El material magnéticamente semi-duro, la aleación cristalina basada en hierro, presenta mayor intensidad de saturación magnética, 10 veces mayor que la aleación amorfa, a pesar que la muestra cristalina tiene un poco menos del doble de volumen que la muestra amorfa. Esto, posiblemente, se debe a diferencias en la composición de cada una. A pesar de no tener la proporción exacta, en la sección 4.3 se muestran los posibles componentes. En cuanto al proceso de medición de estas muestras, la saturación magnética en ellas se presenta tan cerca al origen que es necesario proveer un buena resolución en esa región, es decir, asegurar que se está midiendo la señal cada 25 o 50 Oe, en lugar de cada 100 Oe, por ejemplo. Esto es especialmente importante si es que el valor de campo magnético máximo utilizado fuese mayor a 1000 Oe, como se observa en las figuras 4.4 y 4.5.

## 5.12. Películas delgadas de *permalloy*

Las muestras de Py presentan un muy bajo campo coercitivo, por lo cual es importante, como se mencionó para la muestra de material amorfo, medir suficientes

puntos cerca al origen. El problema de ruido en la medición es evidente al ver las figuras 4.6, 4.7 y 4.8. Este ruido puede tener un origen que es una combinación de varios factores. Primero, las características de ruido al medir estas muestras mejoraron al fijar más fuertemente las bobinas de detección a los núcleos del electroimán, por lo cual se recomienda asegurarlas periódicamente. Las vibraciones del sistema mecánico pueden ser imperceptibles al tacto pero es una posible fuente de señales no deseadas. Segundo, es posible que parte del ruido se origine en interferencia electromagnética sobre las bobinas de detección o sobre las conexiones debido a los equipos aledaños. Tercero, pero no necesariamente la última fuente de origen de este ruido, puede suceder que la varilla esté vibrando en direcciones fuera de la vertical. Estas causas tienen soluciones que se discutieron previamente en la sección 5.4.

La resolución del valor de magnetización depende del grosor de la curva. Para las muestras de 100 nm y aproximadamente 170 nm (Fig.4.6 y 4.8) se presenta un grosor de curva más consistente que para la muestra de aproximadamente 70 nm (Fig. 4.7). De las primeras dos curvas se puede aproximar la resolución de la magnetización, es decir, si la diferencia entre los dos valores de momento magnético de saturación fuese menor o igual a  $5.0 \times 10^{-4}$  emu, el cambio de orientación de la magnetización no sería fácilmente visible. Se puede aproximar, entonces, una incertidumbre en la magnetización calculada para estas muestras de  $\pm 2.5 \times 10^{-4}$  emu, la cual es distinta y mayor a la incertidumbre en el momento magnético obtenido en la sección 4.4, ya que esa incertidumbre proviene de la incertidumbre en el volumen de la muestra.

## Capítulo 6

# Conclusiones y perspectivas

### 6.1. Conclusiones

Se diseñó e implementó un magnetómetro de muestra vibrante para el análisis de muestras planas, como películas delgadas, y muestras minerales. Su calibración se logró utilizando trozos de cinta de níquel (99.9% puro). Se realizó un análisis de la respuesta en frecuencia del sistema, desde 20 a 200 Hz, con y sin el electroimán activado, para encontrar una frecuencia adecuada de trabajo. En base a los resultados obtenidos de la calibración se pudo también obtener parámetros óptimos de operación, mostrados en la tabla 6.1:

TABLA 6.1: Valores óptimos de operación del VSM.

Parámetro	Valor Recomendado
Frecuencia de Oscilacion	95 Hz
Constante de tiempo	100 ms
Posición de la muestra	Centro geométrico del arreglo Mallinson

Se ha logrado medir momentos magnéticos en el orden de  $10^{-4}$  emu, automatizando la medición con un código de adquisición de datos. Se midieron muestras planas de diferentes geometrías para evaluar la calidad de medición del VSM. Entre ellas se midieron cintas de níquel, discos magnéticos flexibles (*diskette*), cintas magnéticas y películas delgadas de *permalloy* (Py) de 100 nm de espesor. Los datos de las muestras medidas se resumen en la tabla 6.2. Es importante resaltar que la automatización implementada permite realizar varias mediciones sobre una muestra con diferentes parámetros aparte de los indicados en la tabla 6.1.

La mayoría de los materiales caracterizados con este VSM presentan campos coercitivos por debajo de los 50 Oe, tan solo los discos magnéticos provenientes de un

TABLA 6.2: Resultados de las mediciones hechas con el VSM.

	$H_c$ (Oe)	$\mu_s$ (emu)	$M_S$ (emu/cm <sup>3</sup> )
Ni	18	$0.172 \pm 0.029$	$(5.42 \pm 1.74) \times 10^2$
<i>Diskette</i>	720	$(1.51 \pm 0.25) \times 10^{-2}$	$7.0 \pm 1.4$
Mat. Amorfo	0.65	$(75.8 \pm 12.7) \times 10^{-3}$	$(2.25 \pm 0.81) \times 10^3$
Fe crist.	20	$(7.61 \pm 1.28) \times 10^{-1}$	$(12.9 \pm 4.8) \times 10^3$
Py (100 nm)	3.5	$(6.23 \pm 1.05) \times 10^{-4}$	$(1.04 \pm 0.17) \times 10^3$

*diskette* mostraron un campo coercitivo mayor, de 720 Oe. También, la saturación de la mayoría de las muestras medidas ocurría por debajo de los 1000 Oe, y solo las muestras del *diskette* y el cilindro de níquel mostraban saturación por encima de tal valor.

Como se ha mencionado, se ha logrado medir muestras en el orden de  $10^{-4}$  emu. Esta sensibilidad se logró asegurando que los componentes mecánicos del sistema estén fijos, ya que la vibración del transductor afecta las bobinas de detección. Este tipo de detecciones parásitas se redujeron fijando fuertemente las bobinas de detección a los núcleos del electroimán, fijando el transductor mecánico a su base, o colocándole algo de peso para reducir la vibración de su carcasa sin afectar las membranas del parlante. La interferencia en la medición de las muestras de Py era evidente, dando un error en la medida de, aproximadamente  $2.5 \times 10^{-4}$  emu. Por otro lado, el factor de emu/V obtenido de la calibración es:

$$(5.22 \pm 0.88) \times 10^3 \text{ emu/V}, \quad (6.1)$$

lo cual hace de este VSM el magnetómetro más sensible del país.

## 6.2. Perspectivas

El trabajo posterior sobre este VSM será reducir las interferencias al medir películas delgadas de Py. Se puede implementar un sistema de amplificación que mantenga intacta la fase de la señal medida por las bobinas y así le permita al LIA detectarla. También se puede reducir las vibraciones construyendo una estructura de soporte que sostenga y fije las bobinas de detección al electroimán y su mesa. Adicionalmente, se puede construir un nuevo conjunto de bobinas de detección utilizando técnicas de construcción computarizadas como impresoras 3D o sistemas de corte guiado por computadora. Esto resultaría en mayor uniformidad en los carretes y en la señal obtenida,

mejorando no solamente la resolución del momento magnético medido sino también el espacio de trabajo, ya que se puede diseñar un soporte que de más facilidad al operador al momento de cambiar la muestra. En sí, el sistema implementado puede ser adaptado para la medición de transporte electrónico, para medir el campo coercitivo de muestras para dispositivos espintrónicos, o medir curvas de retorno a la saturación dentro de la región encerrada por la curva de histéresis. En sí, el VSM implementado es un aporte para la investigación presente y futura de materiales magnéticos y películas delgadas en el LMN.



## Apéndice A

# Unidades magnéticas

A continuación se muestran las unidades magnéticas utilizadas en el sistema CGS y su equivalencia en el Sistema Internacional (SI). El uso de estas unidades, en CGS o SI, se encuentra en las referencias citadas a lo largo de la tesis. Es importante notar que emu es una simplificación del término *electromagnetic unit of magnetic moment* (unidad electromagnética de momento magnético), cuya unidad oficial es erg/Oe. Las ecuaciones fundamentales que definen estas relaciones son:

$$B = H + 4\pi M \quad (\text{CGS}), \quad (\text{A.1})$$

$$B = \mu_0(H + M) \quad (\text{SI}). \quad (\text{A.2})$$

Cantidad	Símbolo	Sistema CGS	Relación con unidad SI
Campo magnético	H	oersted (Oe)	1 Oe = $10^{-4}$ T
Inducción Magnética	B	gauss (G)	1 G = $10^{-4}$ T
Magnetización	M	emu/cm <sup>3</sup>	1 emu/cm <sup>3</sup> = $10^{-3}$ A/m
Magnetización	4 $\pi$ M	G	1 G = $4\pi \times 10^{-3}$ A/m
Momento magnético	$\mu$	emu	1 emu = $10^3$ A·m <sup>2</sup>
Susceptibilidad	$\chi$	(adimensional)	$\chi_{\text{CGS}} = (4\pi)^{-1}\chi_{\text{SI}}$
Susceptibilidad en masa	$\chi_m$	cm <sup>3</sup> /g	$\chi_{m,\text{CGS}} = (4\pi \times 10^{-3})^{-1}\chi_{m,\text{SI}}$

## Apéndice B

# Manual de uso del VSM

Empezamos encendiendo los componentes del VSM: la fuente de corriente, el amplificador *lock-in*, el transductor magnético, el voltímetro y el generador de funciones. El orden particular en que se encienden los componentes no afecta la medición. Es importante tener en cuenta, como ya se ha mencionado previamente, que se debe esperar que el transductor magnético muestre un voltaje estable. Para iniciar la medición del voltaje del transductor magnético, luego de encenderlo, se presiona el botón marcado “V” de la sección “MEAS” y el botón marcado “I” de la sección “SOURCE”. Una vez el voltaje del transductor magnético sea estable, sin disminuir, se procede a realizar la conexión entre la computadora y el resto de componentes electrónicos del VSM.

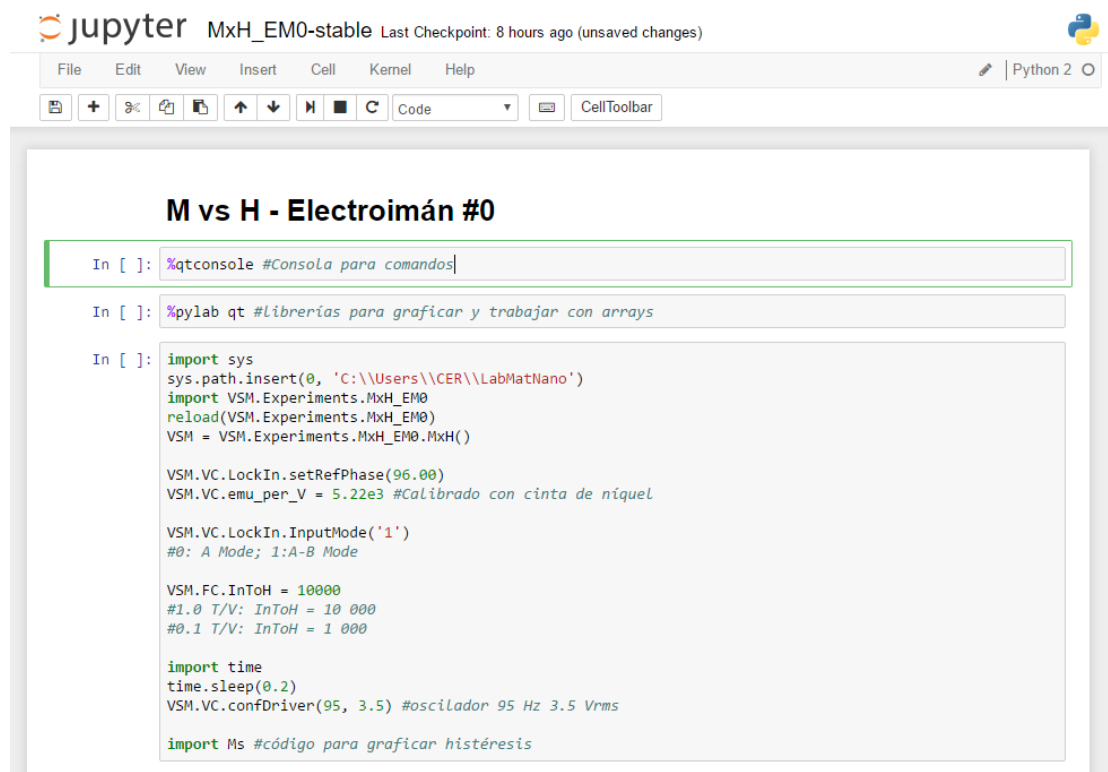
La toma de datos con el VSM se controla a través de la plataforma *Jupyter Notebook*, la cual interpreta los comandos escritos en el lenguaje de programación *Python*. El propósito del *Notebook* es poder tener un flujo de trabajo hecho que cualquier usuario puede operar y realizar mediciones. Sin embargo, la plataforma permite al usuario cambiar el flujo de trabajo y el tipo de medición que se realiza para acomodar el sistema del VSM a sus necesidades.

### B.1. Inicializando el *Jupyter Notebook*

Una vez se ha iniciado el programa *Jupyter Notebook* abriendo el enlace que se encuentra en la barra de tareas de la computadora, se abrirá una ventana del buscador de internet determinado por defecto (en este ejemplo se utiliza *Chrome*) donde se mostrarán las carpetas del directorio principal, usualmente C:, como se muestra en la figura B.1. Luego, se navega a la carpeta donde se encuentra el código para controlar el VSM. En este sistema el camino a esta carpeta es C:\Users\CER\LabMatNano.

FIGURA B.1: Página principal del *Jupyter Notebook*.

Este *notebook*, es decir, el archivo que contiene el código de operación del VSM, tiene por nombre `MxH_EM0-stable.ipynb` y se le puede hacer una copia si el usuario decide modificar el archivo. Una vez abierto este a. En la figura B.2 se puede observar el *notebook* antes de ser inicializado. El borde verde alrededor de la primera casilla debajo del título indica que el curso está en la casilla y se puede editar su contenido. Para ejecutar los comandos de cada casilla se presiona **Mayús+Entrar**. Notemos que al ejecutar los comandos se selecciona la casilla inferior pero con un borde azul (Fig. B.3). Al ejecutar las tres primeras casillas mostradas en la figura B.2 todos los componentes del VSM estarán en modo remoto, es decir, siendo controlados por la computadora.

FIGURA B.2: *Notebook* con el código de control del VSM.

```

M vs H - Electroimán #0

In [1]: %qtconsole #Consola para comandos

In [ ]: %pylab qt #Librerías para graficar y trabajar con arrays

```

FIGURA B.3: Ejecución de la primera casilla y selección de la casilla inferior. Notemos que se enumeran las casillas ejecutadas a su izquierda.

## B.2. Voltaje remanente del transductor magnético

Luego, se registra el voltaje remanente del transductor magnético, TMAG, mediante el código mostrado en la figura B.4. Como se ha mencionado anteriormente, esto usualmente es necesario si es que la unidad TMAG se ha encendido recientemente.

```

Zero offset TMAG

In [ ]: VSM.FC.VoltMeter.zerolevel #Revisar valor anterior de offset

In [ ]: VSM.FC.VoltMeter.ask('read?') #Comparar valor de offset con lectura del TMAG

In [ ]: VSM.FC.VoltMeter.zero() #Cambiar offset si los valores anteriores son distintos.

```

FIGURA B.4: Código para registrar el voltaje remanente del transductor magnético.

## B.3. Ciclos de medición

Se ingresan los parámetros del máximo campo magnético al que se desea someter a la muestra y el paso, en oersted, para avanzar de valor a valor de campo magnético en la primera casilla de la figura B.5. El ciclo de medición de histéresis comienza en el valor negativo del campo magnético máximo, alcanza el valor positivo máximo y luego termina nuevamente en el negativo. Según la figura, el ciclo comenzará en -2000 Oe, avanzará a -1975 Oe, -1950 Oe, ..., 1975 Oe, 2000 Oe, 1975 Oe, ..., -1975 Oe, -2000 Oe. La segunda casilla de la misma figura muestra el código necesario para realizar ciclos crecientes. Estos ciclos se realizan antes de la toma de datos y ayudan en saturar gradualmente la muestra que se quiere estudiar. La cantidad de ciclos determina la fracción del valor de campo magnético máximo al que llegará cada iteración del *for*. Por ejemplo, si se quieren hacer dos ciclos con un campo magnético máximo de 2000 Oe, comenzando de cero, se llegará a 1000 Oe, -1000 Oe, 2000 Oe, -2000 Oe, y terminará en 2000 Oe, donde se puede cerciorar la fase de la señal que ingresa al LIA. Por último, con la tercera casilla de la figura, el campo magnético se lleva al negativo del campo magnético máximo para comenzar la toma de datos.

**Configurando ciclos de medición**

```
In [ ]: max_field = 2000 #Campo magnético máximo
        field_step = 25 #Paso de campo magnético

        #Array de valores de campo donde se medirá M
        npoints = int(2*abs(max_field)/field_step) + 1
        r1 = linspace(-max_field, max_field, npoints)
        crv = r_[r1,r1[::-1]]

In [ ]: #Ciclo creciente
        #Usualmente solo es necesario ejecutarlo al inicio del trabajo

        ciclos = 1 #Cantidad de ciclos por ejecutar
        for i in range(ciclos):
            frac = (i+1.0)/ciclos
            VSM.FC.setField(frac*max_field)
            time.sleep(.5)
            VSM.FC.setField(-frac*max_field)
            time.sleep(.5)
        VSM.FC.setField(max_field)
        VSM.FC.BEEP()

        • Configurar LIA a sensibilidad apropiada
        • Verificar que señal en el LIA se encuentra en fase, de lo contrario configurar a fase apropiada

In [ ]: #Configurar campo a -max_field.
        VSM.FC.setField(-max_field)
```

FIGURA B.5: Código para la configuración de los ciclos de medición: campo magnético máximo y paso entre valores de campo magnético donde se realizarán mediciones. También se presenta el código para la ejecución de ciclos crecientes.

## B.4. Toma de datos y gráfica de resultados

Antes de tomar datos se debe ingresar un nombre para el archivo donde los datos eventualmente serán almacenados. El código automáticamente adiciona la fecha y hora de la medición al nombre el archivo para prevenir que se reemplace un archivo grabando otro con el mismo nombre y, así, perdiendo la información. En la segunda casilla se encuentra el código que inicia la toma de datos. Este código se puede ejecutar con las opciones de medición estándares o puede uno modificarlas. Las opciones que uno puede modificar son la cantidad de datos que se toman y promedian para cada valor de campo magnético, el tiempo de espera antes de comenzar la toma de datos para cada valor de campo magnético, y el tiempo de espera entre medidas de momento magnético, como se puede observar en la figura B.6. Estos parámetros se pueden implementar de la siguiente manera según el ejemplo de la figura:

- `VSM.Measure(crv, file_name = muestra)`
- `VSM.Measure(crv, file_name = muestra, meas_opts = [10, 1.3, 0.3])`

y en caso sea necesario, se tiene una casilla del *notebook* para detener la toma de datos, en caso sea necesario, con `VSM.Stop()`.

```

Nombre de la muestra

In [ ]: #La fecha y hora de La medición se adicionan automáticamente para evitar grabar sobre el mismo archivo
        #Colocarle nombre a La muestra

        fecha = time.strftime("%Y%m%d_%H%M") + '_'
        muestra = fecha + 'nombre'

Realizar medición

In [ ]: VSM.Measure(crv, file_name = muestra) #, meas_opts = [10, 1.3, 0.3])

Opciones de medición: meas_opts = [n, t_esp, t_med]

n: Número de datos por promediar
t_esp: tiempo de espera antes de comenzar la toma de datos
t_med: tiempo de espera entre cada toma de dato

Detener medición (se regresa el campo mag a cero)

In [ ]: VSM.Stop()

```

FIGURA B.6: Realizando la medición del momento magnético de la muestra.

Al iniciar el proceso de la medición se abrirá una ventana mostrando el progreso de la toma de datos y de la curva de histéresis. Al terminar, el archivo puede ser accedido mediante el código de la casilla mostrada en la figura B.7 colocando el nombre del archivo al inicio de los parámetros del método `Ms.Medida`, el cual en este ejemplo es '20170214\_1116\_nanopart1'. La gráfica de los datos se presentará en una ventana aparte donde se podrá realizar acercamientos y cambios de escala para ser analizada.

```

Graficando resultados de histéresis

In [ ]: #Abriendo Archivo
        M = Ms.Medida('20170214_1116_nanopart1', incl = False, Hs = 500, offset = 0)
        M.plotMn()

Opciones de Ms.Medida:
incl: describir si gráfica está inclinada (True) o no (False)
Hs: valor de campo al que satura la muestra
offset: valor de campo para centrar gráfica (de ser necesario)

```

FIGURA B.7: Código utilizado para graficar datos tomados con el VSM.

## B.5. Midiendo la respuesta del sistema

Esta sección del *notebook*, mostrado en la figura B.8, muestra el código necesario para crear las gráficas mostradas en la sección 3.1.4, para medir la respuesta del sistema mecánico a las vibraciones causadas por el transductor mecánico y la interferencia del suministro eléctrico. Primero se elige el voltaje *rms* de alimentación para el transductor mecánico, luego se establece el rango de frecuencias en el que se medirá la magnitud

de la señal que ingresa al LIA. Por último, se ejecuta la última casilla para iniciar el proceso de medición.

### Midiendo R vs. frecuencias

```
In [ ]: #Voltaje RMS de alimentación al transductor mecánico:
vrms = 1.5

#Configuración del generador de funciones
sdg = VSM.VC.Driver
vpp = '%0.4f' % (vrms * 2 * sqrt(2))
sdg.write('C1:BSWV FRQ,30, AMP,' + vpp)
time.sleep(0.2)
sdg.write('C2:BSWV FRQ,30')
```

```
In [ ]: #Rango de frecuencias por medir y paso (en Hz)
ini_freq = 20
fin_freq = 200
step_freq = 1.0

#Nombre del archivo donde guardar los datos
archivo = ''
```

```
In [ ]: #Realizar medición
nPoints = (fin_freq-ini_freq)/step_freq+1
freqs = linspace(ini_freq, fin_freq, nPoints)
rlia = zeros_like(freqs)
frv = open(archivo,'w')
for r, f in enumerate(freqs):
    sdg.write('C1:BSWV FRQ,' + str(f))
    time.sleep(0.2)
    sdg.write('C2:BSWV FRQ,' + str(f))
    time.sleep(2)
    #VSM.VC.LockIn.write('AGAN')
    count = 10
    avg = 0
    while count>0:
        avg += VSM.VC.LockIn.Magnitude
        time.sleep(0.1)
        count -= 1
    rlia[r] = avg/10
    frv.write(str(f)+' '+str(rlia[r])+'\n')
frv.close()
plot(freqs,rlia, ms=3.0)
grid()
```

FIGURA B.8: Código para la medición de la respuesta del VSM a diferentes frecuencias de vibración del transductor mecánico.

## Apéndice C

# Cálculo de susceptibilidades antiferromagnética y ferrimagnética

### C.1. Cálculo de susceptibilidad antiferromagnética

La gran mayoría de materiales antiferromagnéticos son aislante eléctricos o semiconductores, de muy baja conductividad y sin electrones libres, lo que significa que están localizados a los iones del material [13]. Por lo tanto, se tienen momentos magnéticos localizados, y el cálculo de la magnetización y susceptibilidad resultante en un material antiferromagnético se puede aproximar con el concepto de campo molecular. Como ya se mencionó, la interacción de intercambio disminuye rápidamente con la separación [13], por lo tanto se puede tomar el caso en que cada momento magnético es solamente afectado por sus vecinos más cercanos [17]. El material antiferromagnético consiste de dos redes magnéticamente iguales, como se observa en la figura 2.7. Los de la primera red (sea esta la red A) afectan a la segunda red (sea esta la red B) y viceversa. La interacción entre miembros de la misma red es despreciable.

El campo molecular sobre cada red será entonces determinada por la siguiente expresión:

$$\begin{aligned} H_{mA} &= -\gamma M_B \\ H_{mB} &= -\gamma M_A, \end{aligned} \tag{C.1}$$



donde  $\gamma$  es el coeficiente del campo molecular, igual para ambos campos. Estas ecuaciones son válidas en todo momento y a toda temperatura [13]. Considerando, primero, la región paramagnética, se comienza por el comportamiento de la ley de Curie para una de las redes. Es decir, se parte de

$$\chi_m = \frac{M}{\rho H} = \frac{C}{T}, \quad (\text{C.2})$$

y luego

$$MT = \rho CH, \quad (\text{C.3})$$

donde se debe recordar que  $H$  es el campo total. Por lo tanto, para cada red esta última ecuación se puede escribir como

$$\begin{aligned} M_A T &= \rho C' (H - \gamma M_B), \\ M_B T &= \rho C' (H - \gamma M_A), \end{aligned} \quad (\text{C.4})$$

siendo  $C'$  la constante de Curie para cada red. La magnetización total del material es la suma de la magnetización de cada red, entonces, sumando estas ecuaciones y volviendo a calcular la susceptibilidad en masa, se tiene lo siguiente,

$$\chi_m = \frac{M}{\rho H} = \frac{2C'}{T + \rho C' \gamma}. \quad (\text{C.5})$$

Aquí notamos que  $C = 2C'$  y  $\theta = \rho C' \gamma$ . Es importante resaltar que la magnetización en esta región es usualmente de menor magnitud que la de materiales paramagnéticos. Esto se puede explicar mediante los campos moleculares. Al aplicarse un campo al material, cada red es magnetizada en la dirección de este campo, pero al mismo tiempo cada red ejerce un campo molecular sobre la otra en dirección opuesta al campo aplicado. Esto resulta en una reducción de  $M_A$  y  $M_B$  y, por ende, una reducción en la susceptibilidad en comparación con un paramagnético ideal.

Por debajo de  $T_N$ , en la región antiferromagnética, cada red se magnetiza espontáneamente. Si  $H_a = 0$ , la magnetización de una tiene que ser igual al negativo de la otra para que el campo total se anule,  $H = 0$ . Considerando las ecuaciones de C.4, esto podría implicar que el  $\theta = T_N$ . Sin embargo, esto no se confirma experimentalmente y  $\theta_P$ ,

llamada la temperatura de Curie paramagnética, no coincide con  $T_N$ , la temperatura de ordenamiento magnético y se toman como dos parámetros separados [19]. Luego, cada red se magnetizará a un nivel de saturación espontánea tal como lo hacen los ferromagnéticos. Nuevamente, se utiliza la magnetización específica en los cálculos para tomar en cuenta los efectos de la expansión térmica. También, como  $H = H_a + H_m$ , el campo presente en este caso es solo el molecular dado por  $H_{mA} = -\gamma M_B = \gamma M_A = \gamma \rho \sigma_A$ . Entonces, la magnetización específica relativa se expresa según la relación:

$$\frac{\sigma_{sA}}{\sigma_{0A}} = B\left(J, \frac{\mu_H \gamma \rho \sigma_A}{kT}\right). \quad (\text{C.6})$$

La magnetización espontánea de la red A puede hallarse de igual manera que en la figura 2.1. La magnetización espontánea de la red B será de igual magnitud pero en dirección opuesta, lo que resultará en magnetización total nula. Al aplicar un campo externo, se puede dar una magnetización neta distinta de cero al material, pero la intensidad de esta depende del ángulo que toma el campo aplicado con el eje de alineación de los momentos magnéticos, llamado el eje de espín.

Dos casos, los más sencillos, son cuando el campo es perpendicular al eje de espín y cuando es paralelo. En caso de ser perpendicular, los momentos magnéticos intentan alinearse al campo aplicado, como se ve en la figura C.1(a), girando un ángulo leve  $\alpha$ . Esta rotación crea una magnetización resultante,  $\vec{M}$ , en la dirección del campo aplicado y un campo molecular resultante en la dirección opuesta. El giro se dará hasta que el campo molecular se iguale al campo externo y la susceptibilidad se puede calcular de la siguiente manera. Primero, se igualan las intensidades de campo:

$$\begin{aligned} H &= 2(H_{mA} \sin(\alpha)) \\ &= 2\gamma \rho \sigma_{sA} \sin(\alpha). \end{aligned} \quad (\text{C.7})$$

Luego, de la geometría, calculamos  $\sigma = 2\sigma_{sA} \sin(\alpha)$ , y por lo tanto,  $\gamma \rho \sigma = H$ . Entonces, la susceptibilidad de masa, con el campo perpendicular, está expresada por Cullity and Graham [13]:

$$\chi_{m,\perp} = \frac{\sigma}{H} = \frac{1}{\gamma \rho} = \frac{C}{2\theta}. \quad (\text{C.8})$$

En el caso que el campo sea paralelo al eje de espín, como se muestra en la figura C.1(b), este causa un aumento en la magnetización de una red y disminución en

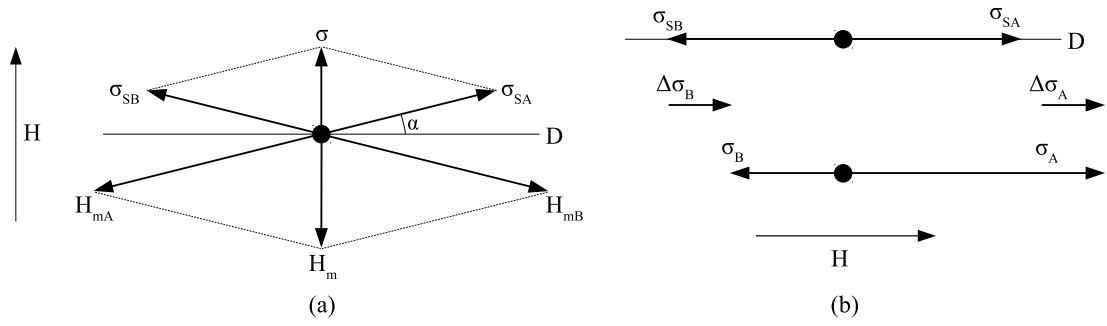


FIGURA C.1: Representación vectorial de la magnetización de un material antiferromagnético debido a campo (a) perpendicular y (b) paralelo al eje de espines.

la magnetización de la otra. La magnetización neta resulta de la diferencia entre estas nuevas magnetizaciones es

$$\sigma = \sigma_A - \sigma_B = |\Delta\sigma_A| + |\Delta\sigma_B|. \quad (\text{C.9})$$

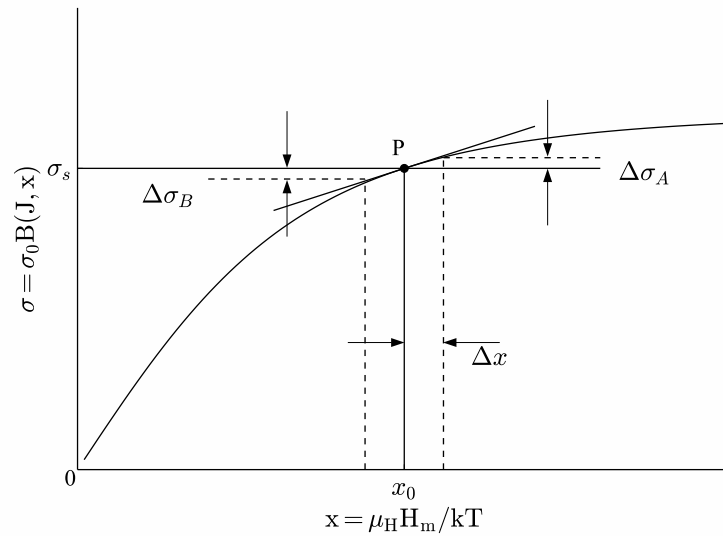


FIGURA C.2: Cambio en magnetización espontánea en un material antiferromagnético al aplicar un campo magnético paralelo al eje de espín.

De la gráfica en figura C.2, podemos ver que si el cambio en magnetización producido en ambas redes es igual,  $|\Delta\sigma_A| = |\Delta\sigma_B|$ , entonces, la magnetización neta pasa de ser cero a ser  $\sigma = 2\Delta\sigma_A$ . Esta magnetización se puede aproximar si el campo aplicado es bajo [13] y se reemplaza la función de Brillouin por su pendiente en la abscisa  $a_0$ , donde se encuentra la magnetización de saturación espontánea para ambas redes. El cambio en la magnetización de la red A es

$$\Delta\sigma_A = \Delta x[\sigma_{0A}B'(J, x_0)], \quad (\text{C.10})$$

donde  $B'(J, x_0)$  es la derivada de la función de Brillouin en el punto  $x_0$  y  $\sigma_{0A}$  es la magnetización específica de saturación de la red A del material. Para hallar  $\Delta x$ , calculamos la variación en el campo total, que inicialmente solo era la magnetización debido a la red B,  $-\gamma\rho\sigma_{B0}$ , y, finalmente,  $H_a - \gamma\rho\sigma_B$ , siendo el cambio

$$\Delta H = H_a - \gamma\rho|\Delta\sigma_B| = H_a - \gamma\rho\Delta\sigma_A, \quad (\text{C.11})$$

y por lo tanto

$$\Delta x = \frac{\mu_H}{kT}\Delta H = \frac{\mu_H}{kT}(H_a - \gamma\rho\Delta\sigma_A). \quad (\text{C.12})$$

Luego, la ecuación C.10 se convierte en

$$\Delta\sigma_A = \frac{n_g\mu_H^2}{2kT}(H_a - \gamma\rho\Delta\sigma_A)B'(J, x_0), \quad (\text{C.13})$$

donde  $\sigma_{0A}$  ha sido reemplazado por  $(n_g/2)\mu_H$ , siendo  $n_g$  el número de iones magnéticos por gramo. Resolviendo ecuación C.13 para el valor de campo  $H_a$ , podemos calcular la susceptibilidad paralela al eje de espín [13]:

$$\chi_{m,\parallel} = \frac{\sigma}{H_a} = \frac{2\Delta\sigma_A}{H_a} = \frac{2n_g\mu_H^2 B'(J, x_0)}{2kT + n_g\mu_H^2 \gamma\rho B'(J, x_0)}. \quad (\text{C.14})$$

## C.2. Cálculo de susceptibilidad ferrimagnética

La mayoría de ferrimagnéticos tienen resistencias muy altas; por lo tanto, los electrones se consideran localizados a cada ion [13]. Esto da confianza en utilizar el método del campo molecular para estudiar la magnetización y susceptibilidad de los ferrimagnéticos. El arreglo de dos redes con orientaciones antiparalelas parece similar a lo trabajado para los antiferromagnéticos; empero, las interacciones entre las redes no son simétricas debido a que las configuraciones cristalinas son distintas para cada una. Entonces, aparecen diferencias entre la interacciones AA, BB y AB. La figura C.3 muestra las diferencias en la dependencia de temperatura de materiales ferrimagnéticos (línea sólida) y materiales ferromagnéticos (línea punteada).

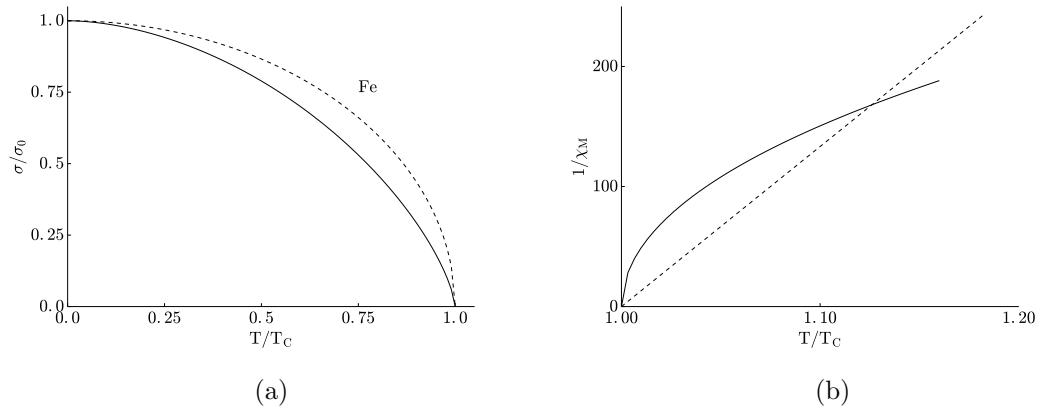


FIGURA C.3: Comportamiento ferrimagnético de la (a) magnetización específica relativa y de la (b) susceptibilidad inversa, comparados con el comportamiento del hierro, representado por la línea punteada.

El modelo simple que se utiliza para estudiar la magnetización de los ferrimagnéticos consiste en considerar dos redes con iones magnéticos iguales. Cada red tiene una densidad de  $n$  iones por unidad de volumen, similar a lo visto en la figura 2.8. La fracción de iones en la red A es  $\lambda$  y en la red B es  $\nu$  ( $= 1 - \lambda$ ) [13, 15]. Las magnetizaciones de las redes A y B serán entonces dadas por

$$\begin{aligned} M_A &= \lambda n \mu_A = \lambda M_a \\ M_B &= \nu n \mu_B = \nu M_b. \end{aligned} \quad (\text{C.15})$$

La magnetización total es  $M = M_A + M_B = \lambda M_a + \nu M_b$  y los campos moleculares para las redes son

$$\begin{aligned} H_{mA} &= -\gamma_{AB} M_B + \gamma_{AA} M_A \\ H_{mB} &= -\gamma_{AB} M_A + \gamma_{BB} M_B. \end{aligned} \quad (\text{C.16})$$

Los coeficientes de campos moleculares se pueden reemplazar por  $\alpha = \gamma_{AA}/\gamma_{AB}$ ,  $\beta = \gamma_{BB}/\gamma_{AB}$ . De aquí se tienen las siguientes ecuaciones, válidas a temperaturas superiores e inferiores a la temperatura de Curie,

$$\begin{aligned} H_{mA} &= \gamma_{AB} (\alpha \lambda M_a - \nu M_b), \\ H_{mB} &= \gamma_{AB} (\beta \nu M_b - \lambda M_a). \end{aligned} \quad (\text{C.17})$$

Por encima de  $T_C$ , el cálculo puede partir de la ley de Curie, como se hizo en la ecuación C.3. Para las dos redes se tienen las siguientes relaciones entre la magnetización y el campo total:

$$\begin{aligned} M_a T &= \rho C (H + H_{mA}), \\ M_b T &= \rho C (H + H_{mB}). \end{aligned} \quad (\text{C.18})$$

La constante de Curie depende del tipo de moléculas que se tiene en el material, ya que los momentos magnéticos en materiales ferrimagnéticos no suelen ser causados por un solo tipo de átomo sino, posiblemente, varios. Usando las ecuaciones anteriores la susceptibilidad de masa se puede calcular como

$$\chi = \frac{M}{\rho H} = \frac{CT - \gamma_{AB} \rho C^2 \lambda \nu (2 + \alpha + \beta)}{T^2 - \gamma_{AB} \rho C T (\alpha \lambda + \beta \nu) + \gamma_{AB}^2 \rho^2 C^2 \lambda \nu (\alpha \beta - 1)}, \quad (\text{C.19})$$

lo cual, según [13] se puede escribir como

$$\frac{1}{\chi} = \frac{T + (C/\chi_0)}{C} - \frac{b}{T - \theta} \quad (\text{C.20})$$

siendo

$$\frac{1}{\chi_0} = \gamma_{AB} \rho (2\lambda \nu - \alpha \lambda^2 - \beta \nu^2), \quad (\text{C.21})$$

$$b = \gamma_{AB}^2 \rho^2 C \lambda \nu [\lambda(1 + \alpha) - \nu(1 - \beta)]^2, \quad (\text{C.22})$$

$$\theta = \gamma_{AB} \rho C \lambda \nu (2 + \alpha + \beta). \quad (\text{C.23})$$

La ecuación C.20 describe una hipérbola al graficarla en los ejes de susceptibilidad recíproca y temperatura. En la figura C.4, se puede ver como esta hipérbola corta el eje horizontal en un punto llamado el punto de Curie paramagnético,  $\theta_p$ , pero en la misma figura la segunda curva se basa en datos experimentales y se verifica que el corte con el eje horizontal ocurre a una temperatura más baja,  $\theta_f$  (también denotado por  $T_C$ ), llamado el punto de Curie ferrimagnético. Por debajo de este segundo punto, la magnetización espontánea aparece y la diferencia entre estas dos temperaturas puede ser debido a la formación de grupos de espín (*spin clusters*) que se mantienen alineados

incluso por encima de  $\theta_f$  [13].

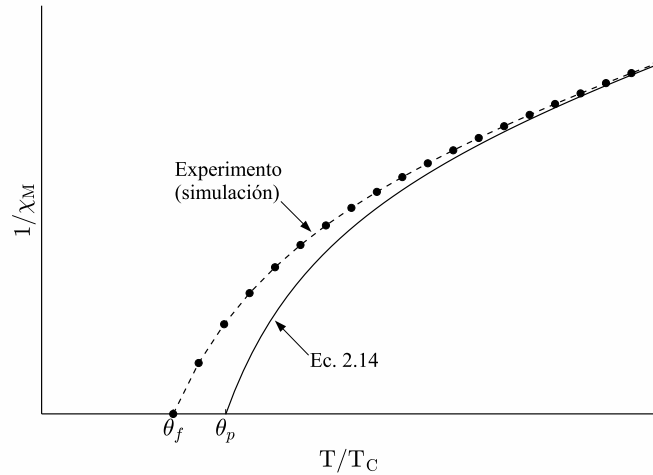


FIGURA C.4: Susceptibilidad recíproca de un material ferrimagnético en función de la temperatura. Se muestra la discrepancia entre el modelo y el experimento.

Por debajo de la  $T_C$ , hay una magnetización neta espontánea. Cada red tiene una magnetización opuesta en dirección a la otra y distinta en magnitud. La magnitud de la magnetización total es la diferencia positiva de los valores absolutos de las dos magnetizaciones. También, la saturación de cada red es de similar comportamiento como un ferromagnético [13]. Si se está buscando el valor de la magnetización espontánea, el campo magnético que actúa, por ejemplo, sobre la red A, será el campo molecular que depende de las magnetizaciones de las redes A y B dados por las ecuaciones en 2.33, expresadas utilizando la función de Brillouin en función de la magnetización específica. Como se observa, estas ecuaciones no se pueden resolver cada una por su cuenta. Un ejemplo de cómo puede ser una solución a éstas se muestra en la figura 2.9, pero los comportamientos de cada una de las magnetizaciones puede variar considerablemente en función a la temperatura, incluso llegando a ser cero para varias temperaturas [13, 15].

## Apéndice D

# Cálculo de la función de sensibilidad

El cálculo de la función de sensibilidad para el arreglo de bobinas Mallinson se puede realizar con la ley de Biot-Savart:

$$\vec{B} = \frac{1}{c} \oint \frac{I d\vec{l} \times \vec{r}}{r^3}, \quad (\text{D.1})$$

donde  $I$  es la corriente en la espira que se observa en el diagrama de la figura 3.7. Para realizar la integración, comenzamos analizando los vectores necesarios. Recordemos primero que el centro de la espira tiene coordenadas  $(0, y_c, z_c)$ . El vector desde el origen (donde se encuentra la muestra) hasta el centro de la espira es  $\vec{r}_c = (0, y_c, z_c)$ . El vector desde el centro de la espira hasta la espira misma es  $\vec{r}_e = (R \sin \theta, 0, -R \cos \theta)$ . Entonces, el vector desde el elemento de alambre al centro, donde se encuentra la muestra, está dado por

$$\begin{aligned} \vec{r} &= -(\vec{r}_c + \vec{r}_e) \\ &= -(R \sin \theta, y_c, z_c - R \cos \theta). \end{aligned} \quad (\text{D.2})$$

El elemento de espira,  $d\vec{l}$ , se puede calcular derivando  $\vec{r}_e$  con respecto a  $\theta$ , resultando en

$$d\vec{l} = (R \cos \theta, 0, R \sin \theta) d\theta. \quad (\text{D.3})$$



y luego el producto vectorial que se encuentra en la integral es:

$$d\vec{l} \times \vec{r} = (y_c R \sin \theta, z_c R \cos \theta - R^2, -y_c R \cos \theta) d\theta \quad (\text{D.4})$$

Por otro lado, el denominador del integrando es  $r^3 = (R^2 + y_c^2 + z_c^2 - 2z_c R \cos \theta)^{3/2}$ . La integral de la ecuación D.1 se puede escribir ahora con un diferencial de ángulo, donde  $\theta$  se integra de 0 a  $2\pi$ , de la siguiente forma:

$$\vec{B} = \frac{I}{c} \int_0^{2\pi} \frac{(y_c R \sin \theta, z_c R \cos \theta - R^2, -y_c R \cos \theta)}{(R^2 + y_c^2 + z_c^2 - 2z_c R \cos \theta)^{3/2}} d\theta, \quad (\text{D.5})$$

y como se ha observado, en la ecuación 3.11, se requiere la componente  $y$  del campo magnético,  $B_y$ ,

$$B_y = \frac{I}{c} \int_0^{2\pi} \frac{z_c R \cos \theta - R^2}{(R^2 + y_c^2 + z_c^2 - 2z_c R \cos \theta)^{3/2}} d\theta. \quad (\text{D.6})$$

recordando que los límites de integración dependen qué bobina se está integrando. El sentido de la corriente, según la figura 3.6, determina si los límites son de 0 a  $2\pi$  o de 0 a  $-2\pi$ . Luego, para realizar la derivada respecto a la variable  $z$  se puede calcular la integral para el valor de  $z = z_c \pm \delta z$ . Denominemos la integral con la suma de  $\delta z$  por  $B_{y+}$  y el de la resta por  $B_{y-}$ . La derivada respecto a  $z$  se puede aproximar numéricamente por

$$G(\vec{r}) = \frac{\partial B_y(\vec{r})}{\partial z} \approx \frac{B_{y+} - B_{y-}}{2\delta z}, \quad (\text{D.7})$$

# Bibliografía

- [1] *Magnetic Resonance Imaging (MRI)*, Apr 2016. URL <https://www.nibib.nih.gov/science-education/science-topics/magnetic-resonance-imaging-mri>.
- [2] Y. Liu, D.J. Sellmyer, and D. Shindo. *Handbook of Advanced Magnetic Materials: Vol 1. Nanostructural Effects*. Springer, 2005.
- [3] E. du Trémolet de Lacheisserie, D. Gignoux, and M. Schlenker. *Magnetism: Materials and Applications*. Number v. 2. Springer, 2005.
- [4] Claude Chappert, Albert Fert, and Frédéric Nguyen Van Dau. The emergence of spin electronics in data storage. *Nature materials*, **6**(11):813–823, 2007.
- [5] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, and J. Chazelas. Giant magnetoresistance of (001)fe/(001)cr magnetic superlattices. *Phys. Rev. Lett.*, **61**:2472–2475, Nov 1988.
- [6] Peter A. Grünberg. From spinwaves to giant magnetoresistance and beyond. *Uspekhi Fizicheskikh Nauk*, **178**(12):1349, 2008.
- [7] Cafer T. Yavuz, J. T. Mayo, William W. Yu, Arjun Prakash, Joshua C. Falkner, Sujin Yean, Lili Cong, Heather J. Shipley, Amy Kan, Mason Tomson, Douglas Natelson, and Vicki L. Colvin. Low-field magnetic separation of monodisperse fe<sub>3</sub>o<sub>4</sub> nanocrystals. *Science*, **314**(5801):964–967, 11 2006.
- [8] Valerii Orel, Anatoliy Shevchenko, Andriy Romanov, Marina Tselepi, Thanos Mitrelias, Crispin H.W. Barnes, Anatoliy Burlaka, Sergey Lukin, and Igor Shchepotin. Magnetic properties and antitumor effect of nanocomplexes of iron oxide and doxorubicin. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, **11**(1), 2015.
- [9] Valerii Orel, Thanos Mitrelias, Anatoliy Shevchenko, Andriy Romanov, Crispin Barnes, Marina Tselepi, Anatoliy Burlaka, Sergey Lukin, and Igor Schepotin. Studies of complex magnetic nanoparticles with anticancer agents for cancer therapy. *J. Basic Appl. Phys*, **2**, 2013.

- 
- [10] S. A. Wolf, D. D. Awschalom, R. A. Buhrman, J. M. Daughton, S. von Molnár, M. L. Roukes, A. Y. Chtchelkanova, and D. M. Treger. Spintronics: A spin-based electronics vision for the future. *Science*, **294**(5546), 2001.
- [11] Fausto Fiorillo. Measurements of magnetic materials. *Metrologia*, **47**(2):S114–S142, apr 2010.
- [12] J. Rigue, D. Chrischon, A.M.H de Andrade, and M. Carara. A torque magnetometer for thin films applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **324**(8): 1561 – 1564, 2012.
- [13] B. D. Cullity and C. D. Graham. *Introduction to Magnetic Materials*. John Wiley & Sons, Inc., 2009.
- [14] David R. Lide. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Taylor & Francis, 87<sup>th</sup> edition, 2006.
- [15] S. Chikazumi and C.D. Graham. *Physics of Ferromagnetism*. Clarendon Press, 1997.
- [16] W. Nolting and A. Ramakanth. *Quantum Theory of Magnetism*. Springer Berlin Heidelberg, 2009.
- [17] M. Getzlaff. *Fundamentals of Magnetism*. Springer Berlin Heidelberg, 2007.
- [18] G. Bertotti. *Hysteresis in Magnetism: For Physicists, Materials Scientists, and Engineers*. Elsevier Science, 1998.
- [19] K.H.J. Buschow and F.R. de Boer. *Physics of Magnetism and Magnetic Materials*. Springer US, 2007.
- [20] A. Aharoni. *Introduction to the Theory of Ferromagnetism*. Clarendon Press, 2000.
- [21] A. Wagendristel and Y. Wang. *An Introduction to Physics and Technology of Thin Films*. World Scientific, 1994.
- [22] H. Frey and H.R. Khan. *Handbook of Thin Film Technology*. Springer Berlin Heidelberg, 2015.
- [23] John Mallinson. Magnetometer Coils and Reciprocity. *Journal of Applied Physics*, **37**(6):2514, 1966.
- [24] D.I. Hoult. The Principle of Reciprocity. *Journal of Magnetic Resonance*, **213**(2): 344–346, dec 2011.
- [25] Luis Avilés and Abel Gutarra. *Caracterización y estudio de materiales magnéticos*. Editorial Académica Española, 2012.

- [26] Luis Avilés. Implementación de un magnetómetro de muestra vibrante para la caracterización de materiales magnéticos. Tesis de licenciatura, Universidad Nacional de Ingeniería, 2010.
- [27] *MODEL SR830 DSP Lock-In Amplifier (Manuel del usuario)*. Stanford Research Systems, 2.5 edition, oct 2011.
- [28] A. Zieba and S. Foner. Detection coil, sensitivity function, and sample geometry effects for vibrating sample magnetometers. *Review of Scientific Instruments*, **53**(9):1344, 1982.
- [29] S. Foner. Versatile and sensitive vibrating sample magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, **30**(7):548–557, 1959.
- [30] S. Foner. The vibrating sample magnetometer: Experiences of a volunteer (invited). *Journal of Applied Physics*, **79**(8):4740–4745, 1996.
- [31] J. Lindemuth, J. Krause, and B. Dodrill. Finite sample size effects on the calibration of vibrating sample magnetometer. *IEEE Transactions on Magnetics*, **37**(4):2752–2754, 2001.
- [32] U Außerlechner, W Steiner, and P Kasperkovitz. Calibration of vibrating sample magnetometers independent of reference samples. *Measurement Science and Technology*, **7**(11):1574, 1996.
- [33] C. Johansson and M. Hanson. Influence of sample geometry in a vibrating sample magnetometer. *IEEE Transactions on Magnetics*, **30**(2):1064–1066, 1994.
- [34] (M)TRONICS SCS. *Floppy-Disketten-Laufwerke*. URL <http://www.hardware-bastelkiste.de/index.html?floppy.html>.
- [35] Rashid Riaz. *Floppy Disk*. URL <http://www.madehow.com/Volume-1/Floppy-Disk.html>.
- [36] Giselher Herzer. Magnetic materials for electronic article surveillance. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, **254-255**:598–602, 2003.
- [37] S. Foner. Further improvements in vibrating sample magnetometer sensitivity. *Review of Scientific Instruments*, **46**(10):1425–1426, 1975.
- [38] S. Foner. Sensitivity of vibrating sample magnetometers - and how to increase sensitivity if needed. *Review of Scientific Instruments*, **45**(9):1181–1183, 1974.
- [39] Mitsuo Sugimoto. The past, present, and future of ferrites. *Journal of the American Ceramic Society*, **82**(2):269–280, 1999.

- [40] S.N. Piramanayagam and T.C. Chong. *Developments in Data Storage: Materials Perspective*. Wiley, 2011.

# Agradecimientos

En primer lugar, quiero agradecer a Karen Pinzás por compartir conmigo el anuncio para participar en este proyecto. Dudo que haya podido vivir esta experiencia sin cruzar camino contigo. Gracias por los empujones necesarios, las repetidas alzas de ánimo y la oportunidad de crecer juntos.

Agradezco a Luis Avilés y Nahuel Monteblando por darme la oportunidad de participar en este proyecto. También les agradezco su constante apoyo y consejo, y por compartir su experiencia, conocimiento y tiempo para sacar adelante este trabajo. Esta tesis no estaría completa sin sus útiles correcciones y comentarios. Agradezco también a Diego González y al Dr. Rubem Sommer del CBPF por la valiosa experiencia durante la pasantía realizada ahí. Gracias a Diego por todo lo enseñado en tan poco tiempo, por toda la información y conversaciones altamente instructivas e interesantes.

Quiero agradecer al Dr. Misael León por el apoyo administrativo, por su trabajo como jefe del proyecto y por estar siempre atento a lo que se necesite. Siempre apreciaré las veces que discutimos los resultados obtenidos y los avances que realizaba. Agradezco también al Dr. Abel Gutarra por la acogida en su laboratorio y por la ayuda brindada para tener un espacio de trabajo apropiado, gestionando los *racks* y las modificaciones al electroimán. Aprecio enormemente la confianza que ambos depositaron en mi.

Agradezco al sr. Quinde y al Sr. Farfán por el apoyo técnico y las recomendaciones en la construcción de diversas partes del VSM.

Es sumamente importante reconocer el apoyo brindado por FINCyT y CONCYTEC, instituciones que han apoyado económicamente a este proyecto (código del proyecto: PIBA-1-P-411-13) y siguen apoyando a muchos otros investigadores. Sin su gestión y apoyo nada de este avance sería posible.

Gracias a mi familia por el constante apoyo, interminable cariño y benévola preocupación acerca de mi presente y futuro.