



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

ESCUELA SUPERIOR DE FÍSICA Y MATEMÁTICAS

*Estudio de Absorción de Microondas en la Aleación
Amorfa de $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_9Mo_3Cu$*

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

**LICENCIADO
EN FÍSICA Y MATEMÁTICAS**

P R E S E N T A:

ARTURO MENDOZA CASTREJÓN

Director: Dr. Rafael Zamorano Ulloa
Co-directora: Dra. Ma. Herlinda Montiel Sánchez

MÉXICO D.F.

JUNIO, 2007



Ahora vuelvo hijo mío,
dijo mi padre sacudiéndome
la cabeza con su mano.

Mi Padre

DEDICATORIAS

Para
Joel, Tomás, Sandro, Elizabeth, Yanet, Teodoro, Andrés, Abiel
quienes se merecen mi respeto y cariño
por ser fieles y silenciosos amigos.



A mis maravillosos padres
quienes me dieron toda su confianza
y que hicieron que naciera en mí, sueños alcanzables.



AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Rafael Zamorano Ulloa, por sus sabios consejos inyectados en esta tesis y por su amistad.

A la Dra. Herlinda Montiel Sánchez, por su gran ayuda en la dirección de este trabajo y sobre todo por su amistad.

Al Dr. Guillermo Alvarez Lucio, por la constante atención en esta tesis y amistad.

Al Dr. Daniel Ramírez Rosales, por su amistad y ayuda académica.

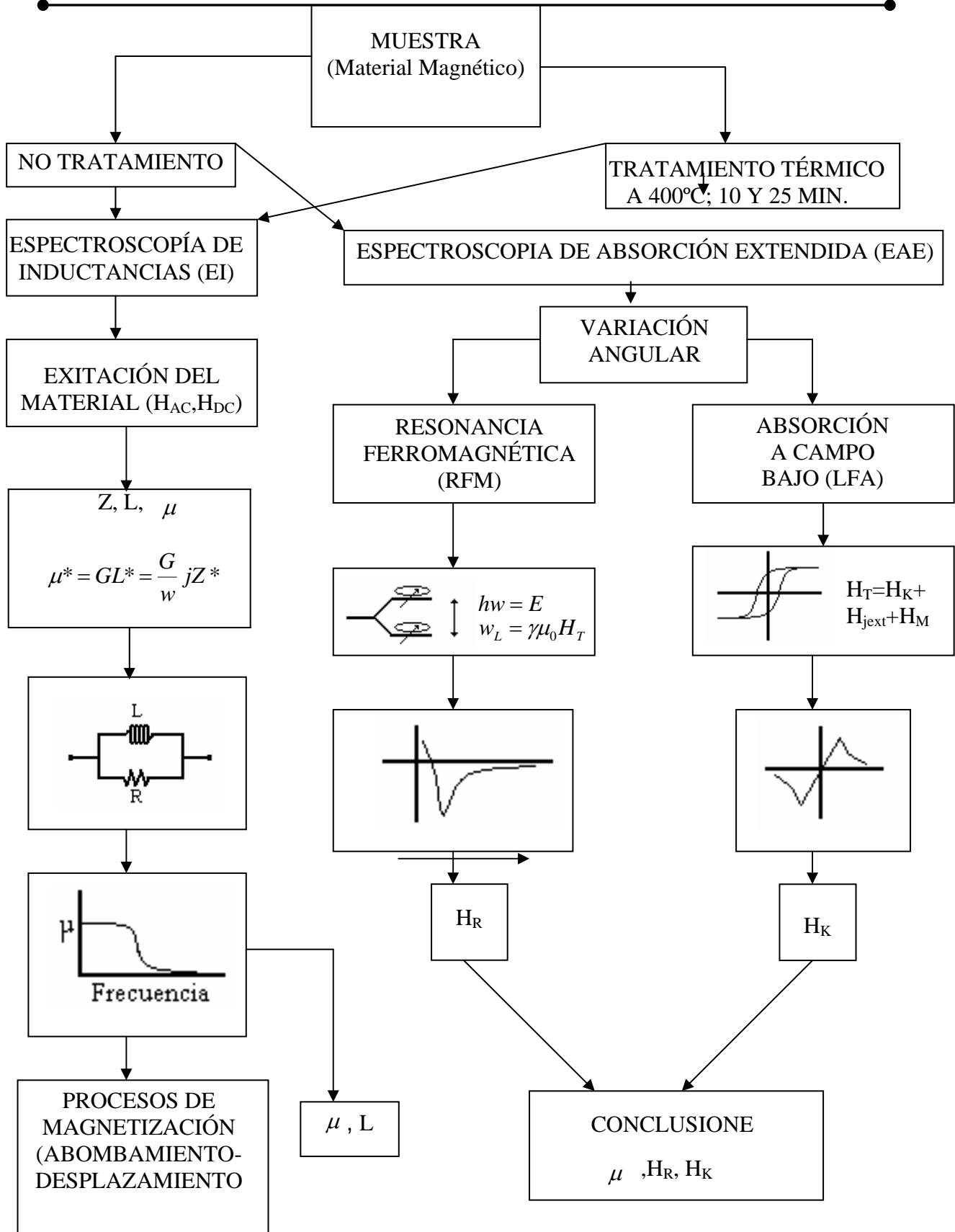
Al “*Che*”, Román y Morrison mis hermanos y amigos, con quien gocé dolor y gloria.

A la ESFM-IPN mi *alma mater* y al IIM-UNAM.

A Nachito, Roger, Verito, Magic, Mauro, Amado y Natasha miembros del MMB.

A Margarita, dulce oración de mis mañanas.

GRACIAS.



 ÍNDICE

Resumen	(1)
Introducción	(2)
Objetivos	(4)
CAPÍTULO I	
Fundamentos Básicos	(5)
1.1 Campo Magnético e Inducción Magnética	(5)
1.2 Origen del momento magnético	(6)
1.3 Magnetización	(6)
1.4 Orden Magnético	(6)
1.5 Energía de Intercambio	(7)
1.6 Anisotropía Magnética	(8)
1.6.1 Anisotropía Magnetocristalina	(8)
1.6.2 Anisotropía de Forma	(9)
1.6.3 Anisotropía Inducida	(10)
1.6.4 Anisotropía Magnetoelástica	(10)
1.7 Dominios Magnéticos	(10)
1.8 Procesos de Magnetización y ciclo de histéresis	(12)
1.9 Materiales Magnéticos Amorfos	(13)
1.10 Campo total del sistema	(15)
CAPÍTULO II	
Procedimiento Experimental	(16)
2.1 Aleación amorfa $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Mo}_3\text{Cu}$	(16)
2.2 Difracción de Rayos X (DRX).....	(17)
2.3 Espectroscopia de Inductancias (EI).....	(17)
2.4 Mediciones de Absorción a Frecuencias de Microondas	(19)
2.4.1 Resonancia Ferromagnética (RFM).....	(20)
2.4.2 Absorción a campo Bajo (LFA).....	(22)
2.4.3 Espectroscopia de Absorción Extendida (EAE)	(22)
2.5 Espectrómetro de Resonancia Paramagnética Electrónica.....	(22)
2.5.1 Consola de control del espectrómetro	(23)
2.6 Resonancia Paramagnética Modificado	(24)

CAPÍTULO III

Resultados y Discusión	(25)
3.1 Caracterización Microestructural mediante DRX (Difracción de Rayos X)	(25)
3.2 Espectroscopia de inductancias (EI)	(27)
3.3 Resonancia Ferromagnética (RFM).....	(35)
3.3.1 Aleación amorfa sin tratamiento térmico.....	(35)
3.3.2 Aleación amorfa con tratamiento térmico de 10 minutos.....	(39)
3.3.3 Aleación amorfa con tratamiento térmico de 25 minutos.	(41)
3.4 Señal a campo bajo (LFA)	(44)
3.4.1 Aleación amorfa sin tratamiento térmico.....	(44)
3.4.2 Aleación amorfa con tratamiento térmico de 10 minutos.....	(48)
3.4.3 Aleación amorfa con tratamiento térmico de 25 minutos.....	(49)
3.5 Resumen del trabajo	(52)

CAPÍTULO IV

Conclusiones	(53)
Referencias	(54)

RESUMEN

En este trabajo se realiza la caracterización de la cinta amorfa. La cual es un material magnético cuya composición nominal es $\text{Fe}_{73.5}\text{B}_9\text{Si}_{13.5}\text{Mo}_3\text{Cu}$. Esta cinta amorfa fue obtenida mediante el método de solidificación ultra-rápida. La caracterización se hizo sobre una cinta sin tratamiento térmico y sobre cintas con tratamientos térmicos durante 10 y 25 minutos a $400\text{ }^\circ\text{C}$. Las cintas amorfas bajo el tratamiento térmico de 10 y 25 minutos fueron nanocristalizadas. Esta caracterización se hizo por medio de Espectroscopia de Inductancias (EI), que nos permitió ver la evolución de la permeabilidad magnética frente a las frecuencias. El estado amorfo y nanocristalino de la cinta se comprobó con Difracción de Rayos X (DRX).

Se realizó el análisis de la Espectroscopia de Absorción Extendida (EAE) a frecuencias de microondas (9.4 GHz) en la cinta sin tratamiento térmico y en cintas tratadas durante 10 y 25 minutos, utilizando un equipo de Resonancia Paramagnética Electrónica Modificado. Se llevó a cabo una variación angular de las cintas respecto a un campo magnético DC a 0° , 30° , 45° , 60° y 90° , considerando que 0° corresponde cuando el eje de la cinta es paralelo al campo DC. Se identificaron dos absorciones diferentes: una absorción a campos de alrededor de 900 G relacionada a la resonancia ferromagnética (RFM) y otra absorción localizada a campo magnético bajo y centrada alrededor de campo cero (LFA). Esta variación angular permitió hacer una comparación del comportamiento del campo de resonancia H_R entre la cinta sin tratamiento y las cintas con los tratamientos, y observamos que existen cambios de estos campos, los cuales están relacionados con procesos de magnetización de naturaleza reversible. Se hizo una comparación de los campos de anisotropía H_K (relacionado con el ancho de la señal LFA) entre las cintas sin tratamiento y las cintas tratadas, que nos permitió ver que estos campos de anisotropía para las cintas tratadas térmicamente a 25 minutos son menores que para la cinta sin tratamiento. Cabe mencionar que la naturaleza de la señal a campo bajo está actualmente en discusión y es considerada como un rasgo del estado ferromagnético.

INTRODUCCIÓN

Las aleaciones amorfas y nanocristalinas poseen propiedades físicas importantes, tales como: campo coercitivo bajo, alta permeabilidad (ambas propiedades le dan a la cinta el carácter de blando) dando señal en un intervalo amplio de frecuencias. Por esta razón en los últimos años el interés por el estudio de este tipo de materiales ha ido en aumento. Estos materiales magnéticos, en particular los ferromagnéticos como es el caso de estas cintas, tienen una estructura magnética compuesta de dominios y paredes de dominios magnéticos. Debido a sus bajos valores en los campos coercitivos y altos valores en la permeabilidad permiten que estos materiales sean vistos como serios candidatos para el desarrollo de nuevas tecnologías, desde sensores magnéticos, transformadores, interruptores, los cuales responden a bajas frecuencias, hasta aparatos de medición, computadores, osciloscopios, motores magnéticos, que responden a altas frecuencias, véase figura 0 [1,2].



Figura 0, aplicaciones de materiales amorfos: transformadores, sensores, interruptores con conexión a tierra, computadoras, osciloscopios, motores magnéticos.

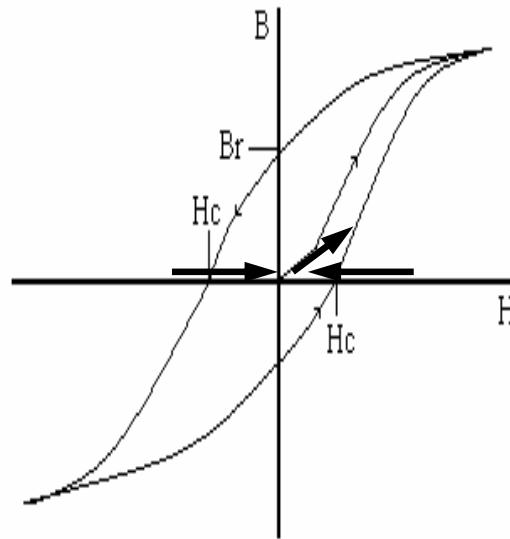
Con la nanocristalización se mejora las propiedades magnéticas de estos materiales [3], tal como sus altos valores de permeabilidad [4-6], lo cual nos permite diseñar dispositivos cuya componente magnética sea de dimensiones pequeñas y esto conduce a la producción de microtecnología. Otras aplicaciones de importancia de estos materiales se encuentran en

los núcleos de transformadores para fuentes de alimentación, en transformadores de corriente de alta precisión, interruptores con conexión a tierra, etc. [7].

Existen diversas técnicas de preparación para la obtención de materiales con estructuras nanométricas, entre ellas están: la química de sol-gel, sputtering, evaporación, condensación de gas, aleación mecánica y solidificación ultra-rápida. Ésta última fue la que se empleó para la elaboración de la cinta que estamos estudiando.

En la actualidad existen dos familias de aleaciones a base de Fe que presentan las mejores propiedades magnéticas suaves. La primera es la aleación nanocristalina de composición (Fe-Cu-Nb-B-Si) conocida como FINEMET, posee un excelente comportamiento magnético blando (campo coercitivo bajo), debido a la presencia de nanocristales, sin embargo tiene magnetización de saturación más baja que las aleaciones amorfas de Fe-M (M = metaloide), con un contenido en Fe (≈ 74 at. % Fe) y la adición de Nb y Cu para controlar la cinética del crecimiento del grano y la nucleación [8,9]. Otra familia son los Nanoperm que contienen mayores cantidades de Fe ($\approx 83-89$ at. % Fe), y por tanto magnetizaciones de saturación más altas que las aleaciones de Finemet [10].

En este trabajo la cinta amorfa bajo estudio tiene una mayor cantidad de Fe (≈ 73.5 at. % Fe) que le da una anisotropía a lo largo del eje longitudinal de la cinta ; tiene Mo para el control del crecimiento del nanocristal, Cu para la nucleación; B quien da la característica de amorfo, el Si evita la oxidación al hacer los tratamientos térmicos y esta cinta presenta una magnetostricción positiva del orden de $\lambda = 20 \times 10^{-6}$, adimensional [11].

OBJETIVOS*Objetivos particulares:*

- 1.- Ver como cambia la permeabilidad de la cinta en función de la frecuencia, usando para esto la Espectroscopia de Inductancia (EI).
- 2.- Conocer el Campo de Resonancia, donde la forma de esta señal es gaussiana-lorentziana y cuyo ancho de línea nos permite conocer los tiempos de relajación. Y conocer el Campo de Anisotropía, el cual está relacionado directamente con el campo coercitivo H_C . Usando para este análisis la Espectroscopia de Absorción Extendida (EAE).
- 3.- Establecer una correlación entre las absorciones magnéticas con procesos de magnetización.
- 4.- Determinaremos que la anisotropía gobierna estos procesos de magnetización, es decir, que estas absorciones son fuertemente dependientes de las distintas variaciones angulares de la muestra con respecto al campo magnético H_{DC} . Esta anisotropía se da por la interacción del momento magnético con el campo magnético H_{DC} aplicado en el laboratorio.

Objetivos generales:

- 5.- Veremos que la permeabilidad, una de las propiedades magnéticas de la cinta, aumenta en valor, bajo los tratamientos térmicos. Y veremos que disminuye el valor del campo coercitivo, vía campos de anisotropía, con estos mismos tratamientos térmicos.

CAPÍTULO I FUNDAMENTOS BÁSICOS

Nota: Se omite el carácter vectorial de las cantidades físicas y solo se toma la magnitud.

1.1 CAMPO MAGNÉTICO E INDUCCIÓN MAGNÉTICA.

Un campo magnético se origina cuando una carga eléctrica está en movimiento. De tal manera que cuando una carga eléctrica fluye a través de una bobina con n vueltas, se genera un campo magnético H . La intensidad de campo magnético en este caso está dado como

$H = \frac{nI}{l}$; donde n es el número de vueltas, I es la corriente en Amperes (A) y l es la

longitud de la bobina en metros (m). Al aplicar un campo magnético en el vacío se inducen líneas de flujo magnético. El número de líneas de flujo por unidad de volumen es conocido como densidad de flujo o inducción magnética B y es definido como: $B = \mu_0 H$. En muchos medios B es una función lineal de H . μ_0 es una constante y es la permeabilidad magnética en el vacío.

Al colocar un material dentro de un campo magnético, véase figura 1.1, la inducción magnética se determina por la interacción de los momentos magnéticos del material con el campo magnético externo aplicado. La inducción magnética de un material ferromagnético no es una función lineal de H , así B y H están relacionadas por: $B = \mu H$, donde μ , que ahora no necesariamente es una constante, representa la permeabilidad del material [12].

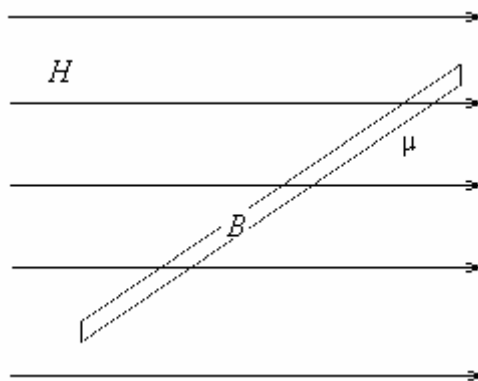


Figura 1.1 Un material con permeabilidad μ inmerso en un campo magnético externo H se induce un campo magnético B .

1.2 ORIGEN DEL MOMENTO MAGNÉTICO.

El momento magnético de los átomos se origina de la combinación de dos características del electrón en movimiento: la primera es una propiedad cuántica intrínseca del electrón llamada espín y la segunda es el momento angular orbital alrededor del núcleo como se muestra en la figura 1.2.

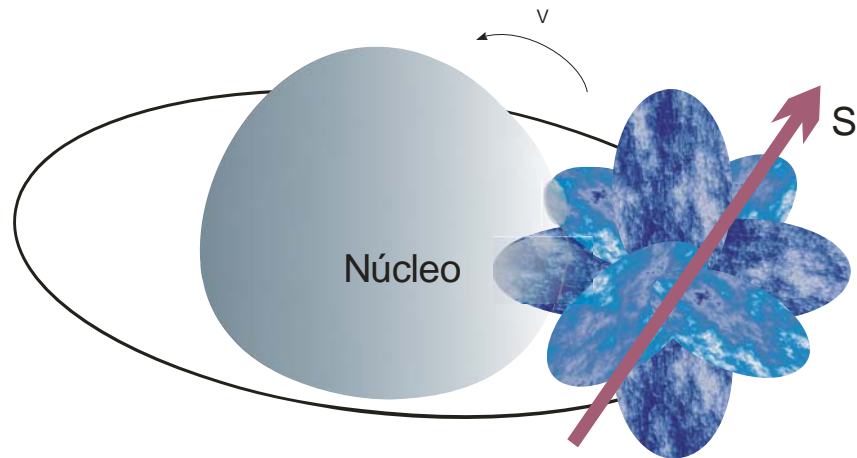


Figura 1.2 Propiedad cuántica intrínseca del electrón llamada espín y movimiento del electrón alrededor del núcleo.

1.3 MAGNETIZACIÓN.

Definimos la magnetización M , como el momento magnético por unidad de volumen de un sólido: $M = \frac{m}{V}$. La inducción magnética B en un material es: $B = \mu_o(H + M)$, donde $\mu_o H$ es la inducción generada por el campo magnético H en el vacío y $\mu_o M$ es la inducción adicional debida a la presencia del material magnético [Ref. 12].

1.4 ORDEN MAGNÉTICO.

La susceptibilidad magnética se define como: $\chi = M / H$, donde M es la magnetización y H el campo magnético aplicado.

La permeabilidad relativa de un medio, denotado por μ_r , está dado por

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_o}$$

Donde μ_0 es la permeabilidad del vacío. La permeabilidad relativa está relacionada con la susceptibilidad magnética cumpliéndose la siguiente relación:

$$\mu_r = \chi + 1$$

Los diferentes tipos de materiales magnéticos son clasificados de acuerdo a su susceptibilidad magnética. El primer grupo son materiales cuya χ es pequeña y negativa $\chi \approx -10^{-5}$. Llamados *diamagnéticos*. Un segundo grupo de materiales para los cuales χ es pequeño y positivo y típicamente $\chi \approx 10^{-3}$ a $\chi \approx 10^{-5}$ son los llamados *paramagnéticos*. Los materiales magnéticos más reconocidos son los *ferromagnéticos* para los cuales su susceptibilidad es positiva y más grande que 1, uno puede tener típicamente valores de $\chi \approx 50$ a 10000, ejemplos de esos materiales son Fe, Ni, Co [Ref. 12]. La aleaciones bajo estudio en este trabajo son de la familia de los ferromagnéticos con un valor $\chi \approx 1000$. Existen otras clases de ordenamientos (figura 1.3) tales como: el *ferrimagnéticos*, *antiferromagnéticos* y *helimagnéticos*.

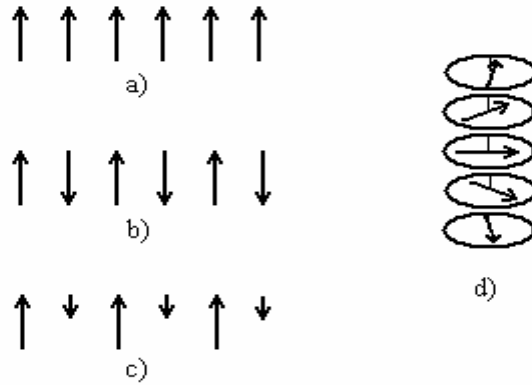


Figura 1.3 Ordenamiento de los momentos magnéticos en materiales, a) Orden ferromagnético, b) Orden antiferromagnético, c) Orden ferrimagnético y d) Orden helicoidal.

1.5 ENERGÍA DE INTERCAMBIO.

Para entender el origen del ordenamiento magnético se considera un sistema simple: dos átomos **a** y **b**, cada átomo tiene un solo electrón en su órbita, suficientemente cercano para generar una interacción electrónica. La energía de intercambio J_{ex} se genera de la probabilidad de intercambio entre electrones, es decir, cuando un electrón en **a** orbita sobre el núcleo de **b** y un electrón en **b** orbita sobre el núcleo de **a**. Los electrones son

indistinguibles excepto por su espín. Su orientación relativa es el factor más importante, ya que, espines paralelos nos conducen a $J_{ex} > 0$, interacción ferromagnética y espines antiparalelos a $J_{ex} < 0$, interacción antiferromagnética [13].

En 1928, Heisenberg mostró que la energía de intercambio (ver fig. 1.4) se escribe como

$$E_{ex} = -2J_{ex} s_1 s_2 \cos \theta$$

S_1 y S_2 son los espines de los electrones en **a** y en **b** respectivamente, θ es el ángulo relativo entre ellos. J_{ex} se define como

$$(J_{ex})_{12} = \langle \varphi_a(1)\varphi_b(2) | e^2 / r_{12} | \varphi_a(2)\varphi_b(1) \rangle$$

φ_a y φ_b son las funciones de ondas para los electrones, 1 y 2 son sus coordenadas [14,15].

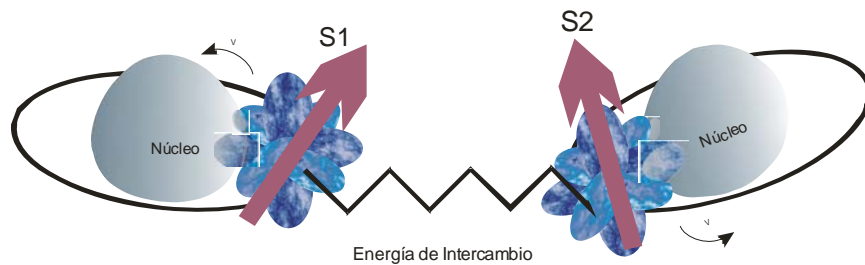


Figura 1.4 Interacción del espín a con el espín b.

1.6 ANISOTROPÍA MAGNÉTICA.

La anisotropía magnética se define como la alineación del momento magnético a lo largo de una cierta dirección cristalográfica. La dirección de los momentos magnéticos para la cual se minimiza la energía, se llama dirección fácil. La energía necesaria para desviar a los espines de la dirección fácil es llamada energía de anisotropía. Existen diferentes tipos de anisotropía magnética en los materiales [16]:

1. Magnetocristalina
2. De Forma
3. Inducida
4. Magnetoelástica

1.6.1 ANISOTROPÍA MAGNETOCRISTALINA.

La anisotropía Magnetocristalina es originada por la orientación del orbital *d* o *f* que está fuertemente acoplada con la red cristalina, por lo que existe un fuerte acoplamiento orbital-

red. Lo que da lugar a direcciones preferentes del momento angular orbital determinadas por la simetría del cristal [12,16,17]. En los materiales ferromagnéticos las energías de intercambio y Magnetocristalina determinan la anisotropía macroscópica total del material. Para cristales cúbicos, y no amorfos como se definirá más adelante, la energía de anisotropía se expresa en función de una sola constante de anisotropía [Ref. 12 y 16]: El campo de anisotropía (H_K) es el campo magnético necesario para desviar la magnetización a 90° de la dirección fácil.

Magnetostricción. Este efecto es originado por el acoplamiento espín-órbita. Los cambios en la dirección del espín resultan en cambios de la orientación de la órbita, como consecuencia se modifica las dimensiones del material, como se ilustra en la figura 1.5

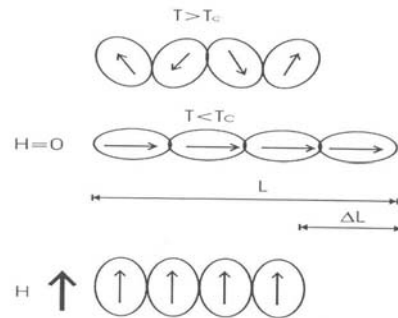


Figura 1.5 Representación esquemática del origen de magnetostricción como consecuencia del acoplamiento espín-órbita.

La constante de magnetostricción λ_s (adimensional) medida en una dirección particular, se define como:

$$\lambda_s = \frac{\Delta L}{L_0}$$

L_0 es la longitud del material en ausencia de campo magnético y L la longitud al aplicar campo magnético, induciéndose la magnetización de saturación y cambio en la longitud inicial [18].

1.6.2 ANISOTROPÍA DE FORMA.

Debido a las interacciones magnetostáticas (campo de inducción, propiedades del campo y líneas de fuerza) se establece una dirección fácil a lo largo del eje, por ejemplo, de

partículas alargadas, las cuales presentan la configuración de mínima energía magnetostática. También se presenta en materiales de alta geometría que cambia de 3D a 2D, como es el caso de la cinta bajo estudio, pues ésta, por el método de solidificación ultra rápida resultan con un grosor de $25\mu\text{m}$ y 1D donde la forma del material induce a un eje de fácil magnetización.

1.6.3 ANISOTROPÍA INDUCIDA.

En los materiales ferromagnéticos amorfos es posible inducir anisotropías magnéticas por medio de tratamientos térmicos, campos magnéticos externos, aplicación de una tensión mecánica o combinación de las anteriores. Estas anisotropías son generalmente uniaxiales. La anisotropía inducida con un campo magnético consiste en el ordenamiento de los momentos magnéticos [19].

1.6.4 ANISOTROPÍA MAGNETOELÁSTICA

Esta anisotropía magnetoelástica es adquirida por el material debido al método de obtención de solidificación ultra-rápida, que guarda ciertas tensiones mecánicas. En materiales amorfos como la cinta en estudio, se presenta un fenómeno que no se presenta en materiales cristalinos llamado *relajación estructural*. Esto se refiere a cambios en las propiedades macroscópicas como son densidad, brillo, temperatura de Curie y permeabilidad magnética, cuando este material amorfo es tratado térmicamente [Ref. 16].

1.7 DOMINIOS MAGNÉTICOS.

La energía magnetostática es la que emana del material magnético, en nuestro caso la que emana de la cinta. Para minimizar esta energía, el material magnético se divide en pequeños volúmenes, llamados dominios magnéticos. La presencia de dominios magnéticos induce el estado de mínima energía magnetostática. Las fronteras que separan un dominio de otro se llaman paredes de dominios magnéticos. En la figura 1.6 se muestra la formación de dominios que minimiza la energía magnetostática mediante dominios magnéticos.

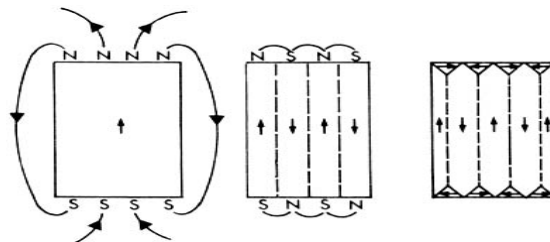


Figura 1.6 Los dominios magnéticos pueden formar diferentes patrones, para minimizar la energía. Los dominios magnéticos se pueden mover por medio de campos externos.

La figura 1.7 muestra dominios magnéticos, los cuales están divididos por las paredes magnéticas. En un material ferromagnético los dominios están orientados en diferentes direcciones y al aplicarles un campo magnético intenso los dominios magnéticos se orientan en la dirección de este campo magnético. Cuando todos los dominios se orientan en la dirección del campo, decimos que es un arreglo de monodominio, en este arreglo de monodominio tenemos una saturación máxima. Las flechas indican los vectores de magnetización.

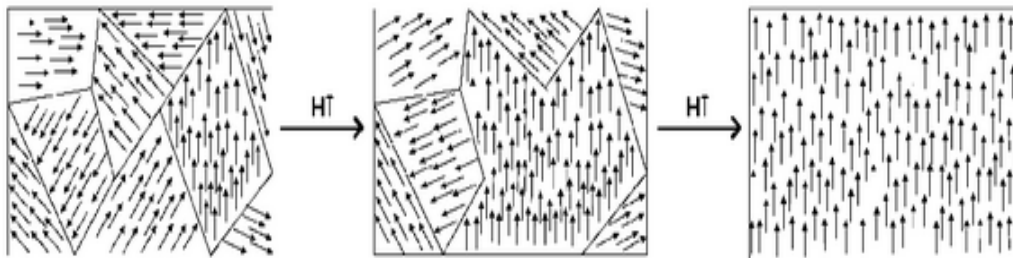


Figura 1.7 Se muestran los dominios magnéticos en un material ferromagnético. Donde en cada uno de los dominios magnéticos los vectores de magnetización se alinean en una dirección dada por las flechas.

En la figura 1.8 se muestra la pared magnética, la cual está compuesta por la rotación de los vectores de magnetización de un dominio hacia la dirección de los vectores de magnetización del dominio vecino [20]. El ancho de la pared (δ_w) está determinado por la interacción de intercambio y por la anisotropía.

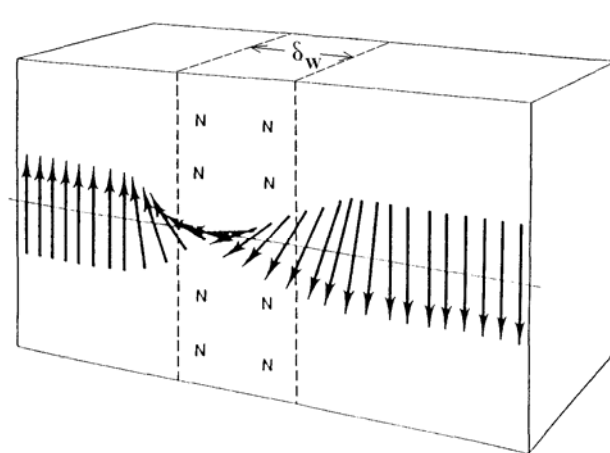


Figura 1.8 Pared de dominio magnético

1.8 PROCESOS DE MAGNETIZACIÓN Y CICLO DE HISTÉRESIS.

En un proceso de magnetización se pueden distinguir tres mecanismos desde $H = 0$ hasta el campo de saturación H_{Sat} , dependiendo de la magnitud de H :

Caso 1. $H < H_C$; donde H_C es el campo crítico, se induce una región inicial lineal. En esta región la orientación de los espines en la dirección del campo, véase figura 1.9, es resultado de la deformación elástica o abombamiento de la pared de los dominios magnéticos, sin que ocurra un desplazamiento, a esto se le denomina, proceso de magnetización reversible (de la pared magnética). En esta región lineal, la permeabilidad es constante ($\mu = B/H$) y se le llama permeabilidad inicial (μ_0), y el punto donde el campo cambia de pendiente se le conoce como campo crítico o de propagación (H_C).

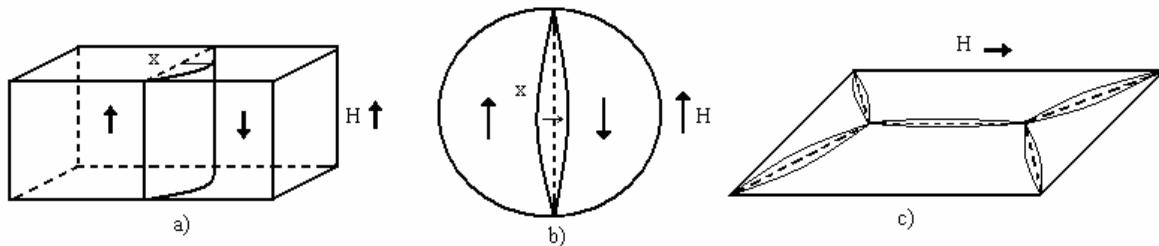


Figura 1.9 Abombamiento de pared en a) Pared rectangular, b) Grano esférico y c) cinta amorfa.

Caso 2. $H \geq H_C$; la pared presenta el desplazamiento, mecanismo mediante el cual suceden cambios drásticos en la inducción B para pequeños incrementos de campo ΔH . Los dominios en la dirección del campo externo H crecen a expensas de los otros.

Caso 3. $H \gg H_C$; para lograr el estado de saturación, se requiere orientar los dominios restantes en la dirección del campo aplicado, para lograr esto se requiere un mecanismo de rotación de espines para su reorientación, el cual ocurre a valores altos de campo aplicado, ver figura 1.10.

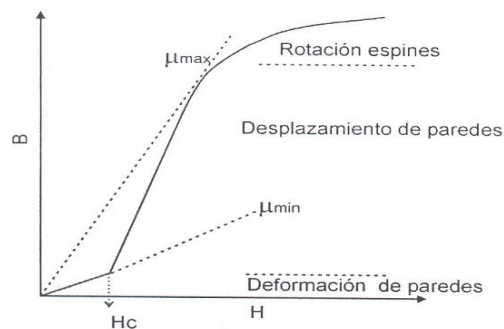


Figura 1.10 Procesos de magnetización típico de un material magnético.

Este ciclo completo se le conoce como ciclo de histéresis y describe los mecanismos magnéticos ya antes mencionados, véase figura 1.11 [21].

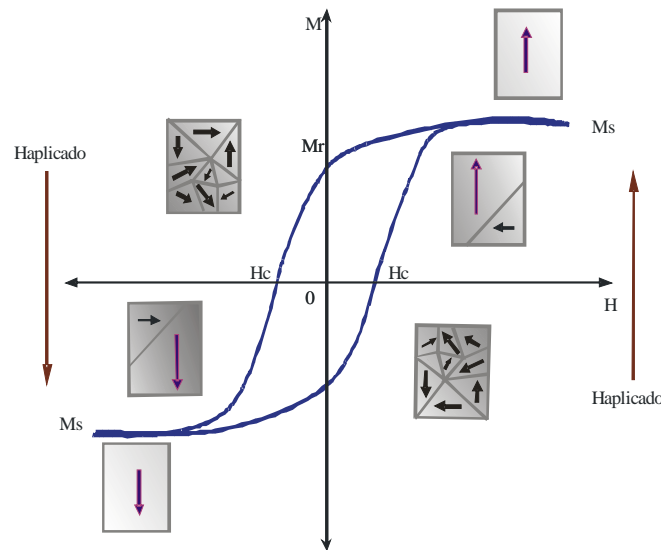


Figura 1.11 Curva de magnetización y su curva asociada de histéresis para un material magnético.

Cuando los materiales se magnetizan fácilmente y presentan campos coercitivos (H_C) muy pequeños reciben el nombre de materiales magnéticamente suaves $H_C < 1kA/m$. Materiales duros o imanes permanentes requieren de campos altos para modificar su estado de magnetización y en consecuencia presentan campos coercitivos grandes $H_C > 10kA/m$ [12,21,22].

1.9 MATERIALES MAGNÉTICOS AMORFOS.

Un sólido cristalino se caracteriza por poseer un arreglo estructural periódico de largo alcance. Sin embargo, los materiales reales siempre presentan imperfecciones debidas a dislocaciones, defectos estructurales, impurezas, que complican el estudio de éstos. Los metales amorfos no tienen periodicidad de largo alcance (figura 1.12), ni orden atómico, por lo que son diametralmente diferentes a los cristalinos.

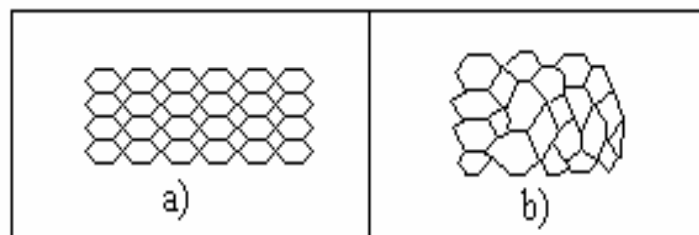


Figura 1.12 Estructura cristalina a) y amorfa b).

Las aleaciones amorfas magnéticas han sido consideradas como excelentes materiales magnéticos suaves, debido a su falta de periodicidad estructural, lo que resulta en valores muy bajos de H_C , consecuencia directa de anisotropías muy pequeñas.

Existen diferentes métodos para obtener materiales amorfos y dependiendo del método de preparación las muestras amorfas pueden ser películas delgadas, discos, hilos o cintas, en general estos métodos son:

- a) Evaporación térmica.
- b) Sputtering.
- c) Solidificación ultra-rápida [23].

Las aleaciones amorfas magnéticas se clasifican como:

- (MT-M): MT son metales de transición, M metaloides (B, Si).
- (TR-MT): TR son tierras raras, las cuales generan una alta anisotropía, en consecuencia los materiales que se obtienen son imanes permanentes [24].

Las aleaciones más importantes del tipo MT-M son:

- ❖ Aleaciones de Fe. Poseen los valores más grandes de inducción de saturación, ver tabla I [Ref. 21], y valores altos de magnetostricción ($\lambda_s = 30 \times 10^{-6}$).
- ❖ Aleaciones de Fe-Ni. El contenido de níquel controla la formación amorfa, reduciendo la magnetostricción ($\lambda_s \approx 10^{-6}$).
- ❖ Aleaciones de Co. Tienen las mejores características como materiales suaves, magnetostricciones pequeñas, permeabilidades altas y campos coercitivos bajos.

<i>Material</i>	$1 \times 10^6 A/m$
Fe	1.71
Co	1.42
Ni	0.48
78 Permalloy (78% Ni, 22% Fe)	0.86
Supermalloy (80% Ni, 15% Fe, 5% Mo)	0.63
Metglas 2605 ($Fe_{80}B_{20}$)	1.27

Metglas 2615 (Fe ₈₀ P ₁₆ C ₃ B ₁)	1.36
Permendur (50% Co, 50% Fe)	1.91

1.10 CAMPO TOTAL DEL SISTEMA

El origen de la anisotropía viene dado por la interacción del campo total del sistema \mathbf{H}_T con el vector de magnetización \mathbf{M} .

$$H_T = H_{Exc} + H_K + H_D$$

donde

$$H_K = H_{K-FORMA} + H_{K-MAGNETOELÁSTICA} + H_{K-MAGNETOCRISTALINA}$$

H_{Exc} es la energía de intercambio, H_K es el campo de anisotropía que está en función de $H_{K-FORMA}$ que depende explícitamente de la forma del material (puede ser en forma de cilindro o esfera) que es una placa plana (en dos dimensiones), $H_{K-MAGNETOELÁSTICA}$ que depende de las tensiones mecánicas de la cinta, $H_{K-MAGNETOCRISTALINA}$ para cristales, sin embargo tenemos un material amorfo y no tenemos esta anisotropía, H_D es el campo de demagnetización que para la cinta es despreciable, por lo tanto el campo total está dado por

$$H_T = H_{Exc} + H_{K-FORMA} + H_{K-MAGNETOELÁSTICA}$$

Escribimos el campo total efectivo como:

$$H_{Eff} = H_{Ext} + H_{Exc} + H_{K-FORMA} + H_{K-MAGNETOELÁSTICA}$$

Donde H_{Ext} es el campo aplicado en el laboratorio.

CAPÍTULO II

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 ALEACIÓN AMORFA $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Mo}_3\text{Cu}$.

La aleación amorfa se obtuvo por el método de Solidificación ultra-rápida, el cual consiste en colocar la muestra sólida en un tubo de crisol de cuarzo que tiene unas bobinas de inducción a su alrededor, las cuales funden al material, se ejerce presión con gas argón para hacer que el material fundido salga por un orificio y llegue hasta una rueda de cobre (con una velocidad tangencial de 20 m/s), la cual debido al alto coeficiente de transferencia térmico del cobre y del momento angular de la rueda, debido a la rotación, resultan en velocidades de enfriamiento del orden de 1×10^6 K/s, véase la figura 2.1, permitiendo de esta manera la obtención de materiales amorfos o nanocristalinos.

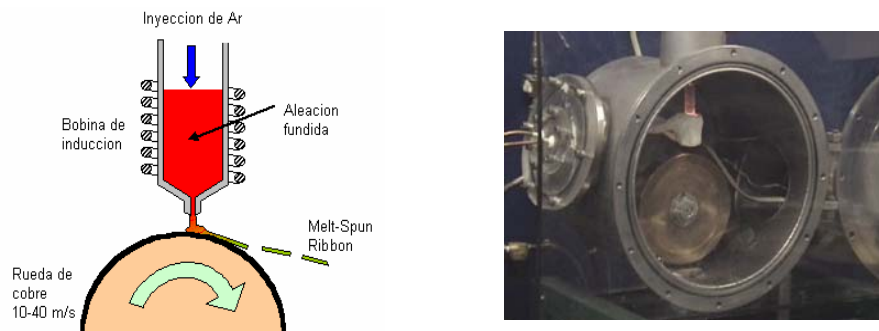


Figura 2.1 Diagrama del la técnica de solidificación ultra-rápida y el equipo.

La aleación amorfa tiene una composición nominal $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Mo}_3\text{Cu}$, donde Cu es para la nucleación, es decir, existen zonas en la cinta con mínima energía donde hay un crecimiento de nanocristales, el Fe induce una anisotropía longitudinal, es decir, que el eje de fácil magnetización tiende a estar en el eje de la cinta, el B le da el carácter de amorfo, el Si evita la oxidación cuando se le hace el tratamiento térmico y el Mo sirve como un controlador del crecimiento del nanocristal [Ref. 19]. Las cintas amorfas tienen un espesor de $25 \mu\text{m}$.

Estas cintas fueron tratadas térmicamente con el fin de inducir el crecimiento de nanocristales, en otras palabras con el tratamiento térmico mejoramos las propiedades magnéticas de la cinta como la permeabilidad, a una temperatura constante de 400°C para

tiempos de 10 minutos y 25 minutos. Este tratamiento térmico se realizó en un horno Vulcan modelo 3-550, en el cual se colocó la cinta dentro de un tubo pirex de 31.8 cm de longitud y 0.9 cm de diámetro. Para el proceso de la nanocrystalización se prepararon todas las muestras con las mismas dimensiones; $25\ \mu\text{m}$ de grosor, 1.12 mm de ancho y 9 mm de largo. Véase la figura 2.2

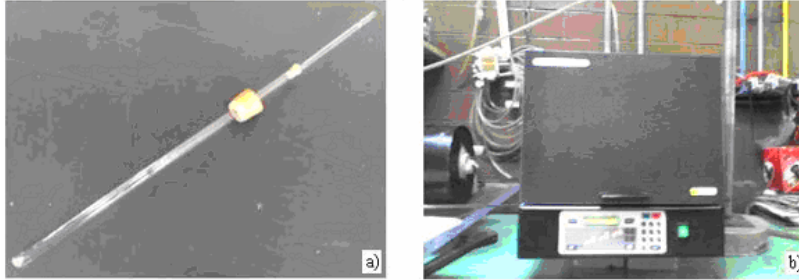


Figura 2.2 a) Tubo pirex donde se colocó la cinta amorfa, b) Horno Vulcan donde se hizo el tratamiento térmico.

2.2 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX).

Los rayos X son una radiación electromagnética que es capaz de atravesar cuerpos opacos y esto permite realizar un análisis estructural del material a estudiar. El haz se hace incidir en varias direcciones, debido a la simetría de la agrupación de átomos y por difracción, da lugar a un patrón de intensidades que pueden interpretarse según la ubicación de los átomos en el cristal, aplicando la ley de Bragg [Ref. 19]. La difracción de rayos X también nos permite conocer el estado amorfo de la aleación. Este estudio se hizo en un difractor de rayos X marca Siemens D-500 utilizando radiación K_{α} del cobre desde $2\theta = 0 \rightarrow 2\theta = 70$, a una velocidad de barrido de $0.02^{\circ}/\text{seg}$.

2.3 ESPECTROSCOPIA DE INDUCTANCIAS (EI).

Las aleaciones tratadas y las no tratadas térmicamente se caracterizaron mediante EI. Se empleó un analizador de impedancias modelo HP4192, en el intervalo de frecuencias de 5 a 13 MHz, registrándose la impedancia compleja de las muestras. Esta técnica mide el proceso de magnetización (abombamiento de la pared y desplazamiento de paredes) por medio de la permeabilidad compleja, ver figura 2.3, o de la inductancia compleja en función de la frecuencia. La impedancia y la inductancia están relacionadas por [25]

$$GL^* = \mu^* = L' + jL''$$

Donde G es un factor que depende de las dimensiones de la cinta (ancho, grosor, largo) y de las características del embobinado (número de vueltas, longitud de la bobina). L' o L_r es la inductancia real, j es el número imaginario, i.e. $j = (-1)^{1/2}$, L'' o L_i es la inductancia imaginaria.

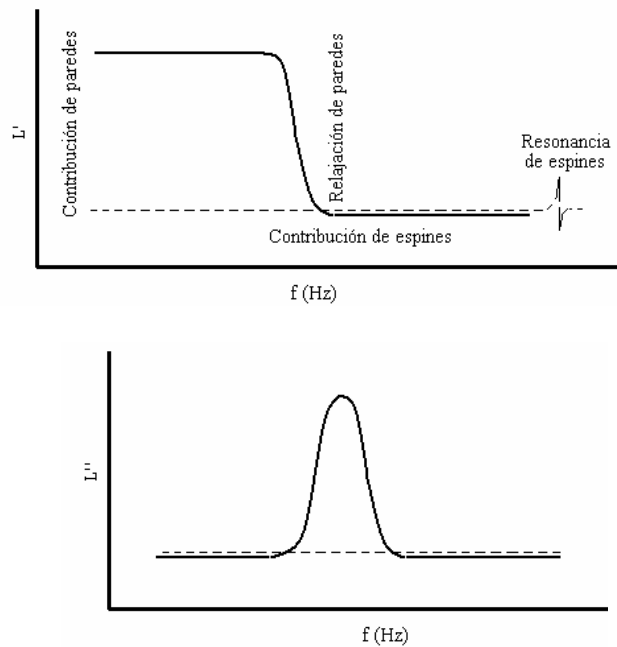


Figura 2.3 En el plano de la inductancia real en función de la frecuencia se muestra el abombamiento de la pared de dominio (a bajas frecuencias), la relajación de la pared en el plano imaginario representa la frecuencia de relajación.

A bajas frecuencias y campos elevados, están activos tres procesos de magnetización. El de histéresis representa el mayor valor de permeabilidad, ya que los desplazamientos de paredes producen los mayores cambios en la magnetización; igualmente, estos desplazamientos dependen del campo aplicado. Se trata, no obstante, del mecanismo más lento, pues exige una complicada secuencia de eventos: abombamiento-desanclaje-desplazamiento-reanclaje-desabombamiento, en cada ciclo. Por eso mismo, desaparece a las frecuencias más bajas. En cuanto a la rapidez de respuesta, le sigue el mecanismo de abombamiento de paredes. Es más veloz que el de histéresis, pues involucra un menor número de pasos; subsiste hasta cerca de 50 KHz. Finalmente, el mecanismo de más alta frecuencia es el de rotaciones de espines, ya que éstos poseen la dinámica más alta. La

rotación de espines presenta, en general, un fenómeno de resonancia que aparece en la gama de los gigahertz, fuera del alcance del sistema aquí utilizado [26].

Para la caracterización por medio de EI empleamos dos condiciones geométricas diferentes: Longitudinal y Transversal.

En la geometría transversal se aplica una corriente AC directamente en la muestra induciéndose un campo H_{AC} transversal de acuerdo a la regla de la mano derecha como se muestra en la figura 2.4

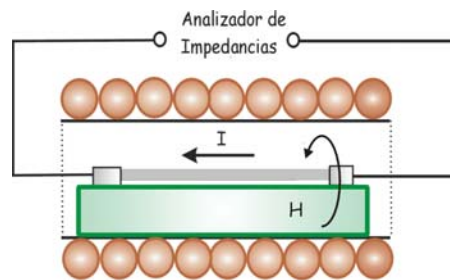


Figura 2.4 Geometría transversal, para mediciones de EI.

En la geometría longitudinal se aplica una corriente a un embobinado de 50 vueltas con sección de 10mm de ancho por 5mm de alto. En este embobinado se induce un campo longitudinal como se observa en la figura 2.5

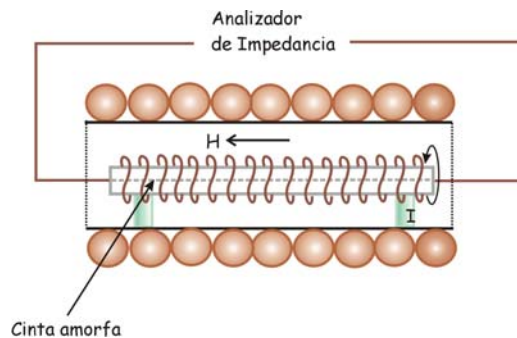


Figura 2.5 Geometría longitudinal para mediciones EI.

2.4 MEDICIONES DE ABSORCIÓN A FRECUENCIAS DE MICROONDAS.

Las mediciones de absorción magnética a frecuencias de microondas fueron realizadas con un espectrómetro de resonancia paramagnética electrónica a banda X (9.4 GHz), en el intervalo de campo magnético de -1000 Gauss a 5000 Gauss.

El desarrollo experimental de este trabajo se llevó a cabo en dos etapas: Estudio de la absorción magnética a frecuencias de microondas de la aleación amorfa de composición nominal $\text{Fe}_{73.5}\text{Si}_{13.5}\text{B}_9\text{Mo}_3\text{Cu}$ en la región de campo H_{DC} -1000 G a 5000 G (FMR-Resonancia Ferromagnética); y estudio de la absorción magnética de la aleación en la región de campo H_{DC} -500 G a 500 G , LFA- Señal a Campo Bajo [27].

En la figura 2.6 se muestra el arreglo experimental, en donde se indican los polos del electroimán que generan un campo magnético DC, identificamos el eje de la cinta como se indica en la figura y cuando este eje es paralelo al campo magnético DC tenemos una variación de 0° , con este sistema de referencia hacemos variaciones angulares, siendo éstas de 30° , 45° , 60° y 90° .

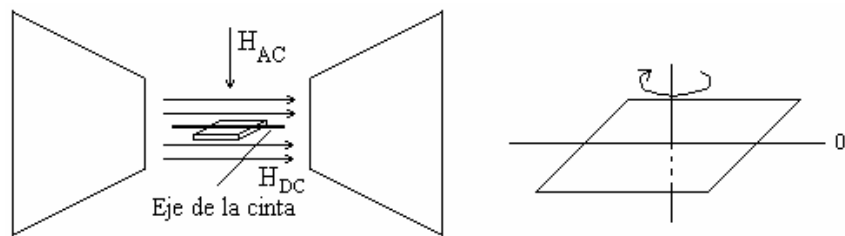


Figura 2.6 Posición de la muestra colocada entre los polos del electroimán del equipo EPR, cuando el eje de la cinta es paralelo a la dirección del campo magnético tenemos la variación 0° .

Las dimensiones de la cinta para el estudio de la resonancia ferromagnética son de $25 \mu\text{m}$ de grosor, 1.12 mm de ancho y 2.7 mm de largo.

2.4.1 RESONANCIA FERROMAGNÉTICA (RFM).

La resonancia ferromagnética [28] ocurre cuando el momento magnético total de la cinta precesa alrededor de la dirección del campo magnético estático, ver figura 2.7, absorbiéndose fuertemente la energía del campo AC transversal cuando su frecuencia (ω) es igual a la frecuencia de precesión. La cual está dada por la frecuencia de Larmor (ω_L) [29,30].

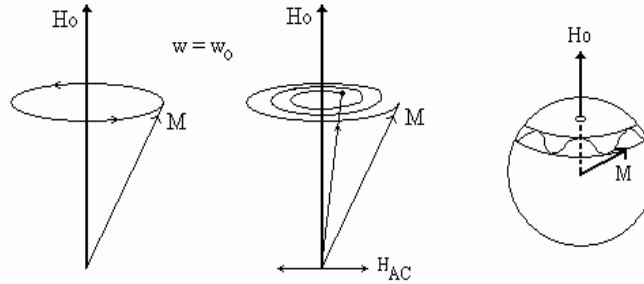


Figura 2.7 Precesión amortiguada de la magnetización M alrededor del campo magnético H .

La ecuación usada para describir la dinámica de la RFM es

$$dM / dt = \gamma(M \times H_{\text{eff}}) + \text{Amortiguamiento}$$

Donde H_{eff} es el campo magnético efectivo que actúa sobre el material, M es la magnetización y γ es una constante conocida como la razón giromagnética. La potencia absorbida por una muestra es medida, esta absorción puede tener uno o mas mínimos y máximos, respectivamente, correspondiente a los modos de resonancia. El campo al que ocurre la resonancia será llamado campo de resonancia H_R [31-33].

Se puede calcular la resonancia ferromagnética en todo el espacio, obteniéndose la condición de resonancia general [31,32,34,35]. Para el caso que estamos estudiando, el campo H es paralelo a la cinta, así

$$\omega = \gamma [H(H + \mu_0 M)]^{\frac{1}{2}}$$

La frecuencia de Larmor está dada por

$$\omega_L = \gamma \mu_0 H$$

Donde γ es la razón giromagnética, μ_0 es la permeabilidad en el vacío y H es el campo total aplicado que actúa sobre el espín. Podemos entonces considerar que la orientación del vector macroscópico, que representa el espín total del ferromagnético, está cuantizado en el campo magnético estático, estando separados los niveles de energía por las frecuencias normales de Zeeman.

2.4.2 ABSORCIÓN A CAMPO BAJO (LFA).

Mide la absorción de microondas en barridos de ida y vuelta de un campo magnético H_{DC} aplicado a un material (en un intervalo de -2500 a 22500 Gauss). Aquí se realiza ciclos de barrido simétrico desde ± 0.1 a ± 2500 Gauss y asimétricos de $-2500 \text{ Gauss} \leq H_{DC} \leq 22500$ Gauss [34-36]. En esta técnica se detecta además del perfil de absorción de microondas como función del campo magnético H_{DC} aplicado (en una región alrededor de campo cero), la presencia o ausencia de ciclos de histéresis, señalando con ello la presencia o ausencia de una absorción irreversible de energía a microondas en el material cuando el campo magnético es muy pequeño. Es una técnica nueva y la interpretación sobre los mecanismos presentes para la absorción de microondas aún se encuentra en discusión [35,37-39].

2.4.3 ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN EXTENDIDA (EAE).

Consiste en capturar simultáneamente la absorción RFM junto con una absorción LFA [Ref. 34].

2.5 ESPECTRÓMETRO DE RESONANCIA PARAMAGNÉTICA ELECTRÓNICA.

El equipo básico para los experimentos FMR y LFA consta de un espectrómetro EPR (Resonancia Paramagnética Electrónica) JEOL modelo JES-RE3X modificado [Ref. 36], el equipo se muestra en la figura 2.8



Figura 2.8 Espectrómetro de Resonancia Paramagnética empleado en las mediciones de FMR y LFA.

El espectrómetro está compuesto de las siguientes partes principales:

1. **Fuente de Microondas.** Es una fuente de microondas en banda X (9.5 GHz) y otra banda Q (35 GHz). Se emplean para generar un campo H_{μ} en la región de las microondas. Este campo es dirigido a una cavidad cilíndrica resonante TE₀₀₁ mediante una guía de ondas (2).
3. **Cavidad Resonante.** La cavidad es del tipo TE₀₁₁, cilíndrica y se coloca en el centro del electroimán, esta cavidad se muestra con más detalle en la figura 2.9.

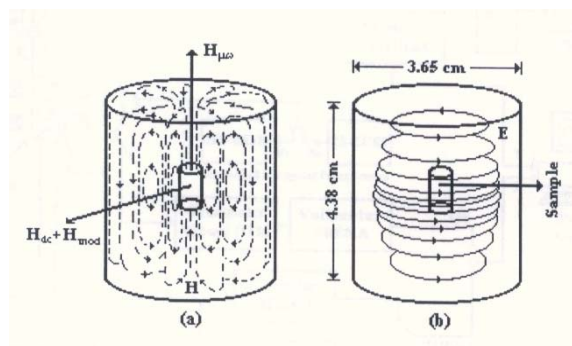


Figura 2.9 Cavidad resonante TE₀₁₁, (a) Líneas de campo magnético y (b) líneas de campo eléctrico.

4. **Fuente de Campo Magnético.** Consta de un electroimán capaz de inducir un campo magnético estático H_{dc} en un rango de 0 a 14000 G, el cual es alimentado por una fuente de corriente con capacidad de 0 a 200 A.

2.5.1 CONSOLA DE CONTROL DEL ESPECTRÓMETRO.

Presenta una unidad de barrido de campo magnético. Su función es controlar la unidad y que se pueda ajustar en el centro y barrido de campo magnético. Desde la consola, ver figura 2.10, es posible controlar los parámetros: frecuencia de modulación, modo de absorción (1° o 2° derivada), fase de la señal, ancho de modulación, ganancia y rapidez de respuesta del equipo, osciloscopio y graficador.



Figura 2.10 Consola de control en el espectrómetro.

2.6 RESONANCIA PARAMAGNÉTICA MODIFICADO.

En la figura 2.11 se muestra el diagrama de bloques del espectrómetro EPR modificado para obtener RFM. Aquí se conectó un voltímetro digital DMM-196 Keithley (señal Y) a una PC permitiendo la adquisición de datos digitales. La lectura de este voltímetro mide la absorción de microondas por la muestra [Ref. 36].

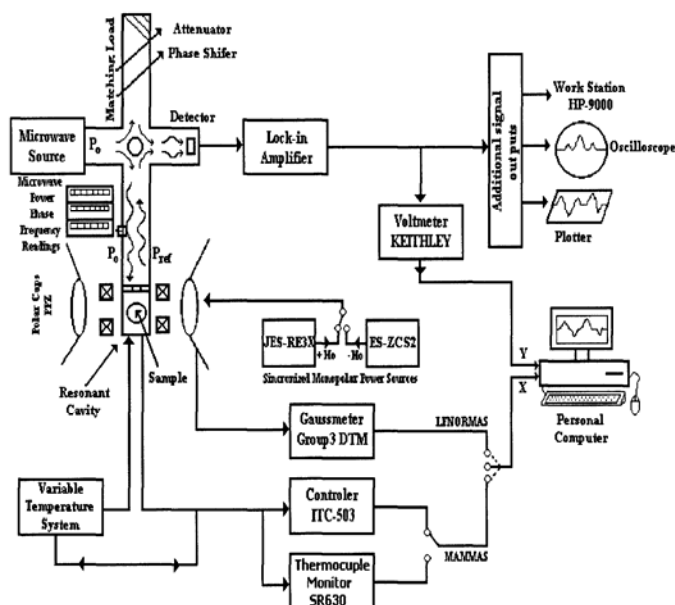


Figura 2.11 Diagrama a bloques del espectrómetro EPR.

CAPÍTULO III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos por las técnicas DRX, Espectroscopia de Inductancia (EI) y RFM-LFA. Para este fin el capítulo se subdividió en tres secciones. La primera sección se enfoca en la caracterización microestructural, donde se detecta la presencia de fases nanocristalinas, esto se realizó mediante difracción de rayos X para verificar el estado amorfo y el inicio de la nanocristalización [Ref. 9,24] de la cinta sin tratamiento y los cambios microestructurales presentados en la aleación debido a los tratamientos. La segunda parte se refiere al análisis de la respuesta de permeabilidad, por medio de la inductancia, en función de la frecuencia. Y la tercera parte se refiere al análisis de absorción de microondas de la aleación. Las mediciones de absorción de microondas se realizaron a frecuencia de 9.4 GHz (banda X) en un rango de campo magnético de -1000 a 5000 Gauss. Analizaremos el comportamiento del campo de resonancia, así como del campo de anisotropía H_R-H_K (mediciones realizadas correspondientes a RFM-LFA respectivamente) con los tratamientos térmicos.

La caracterización se realiza tanto en la aleación amorfa como en las muestras con sus tratamientos térmicos, en cada uno de los análisis se cuidó que las dimensiones de las cintas fueran constantes.

3.1 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL MEDIANTE DRX (DIFRACCIÓN DE RAYOS X).

Se realizaron las mediciones de Rayos X de las aleaciones amorfas sin tratamiento y sus tratamientos térmicos con el fin de evaluar los cambios en la microestructura de la aleación. En la figura 3.1 a)

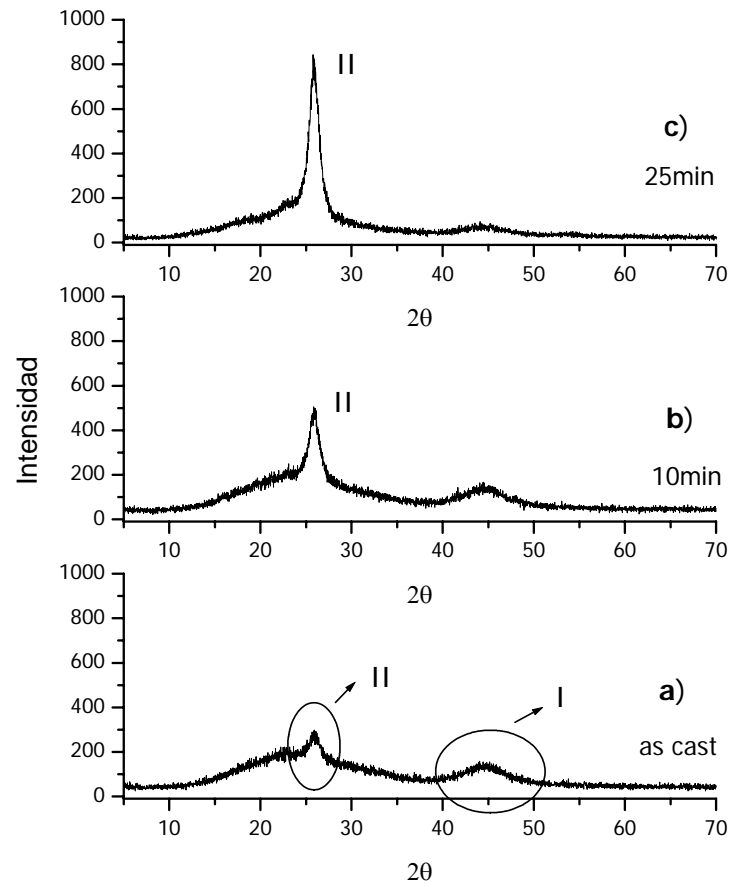


Figura 3.1 Rayos X para la cinta as-cast, 10 min. y 25 min.

se observa el patrón de difracción de la aleación amorfa sin tratamiento, donde tenemos dos aspectos interesantes en el difractograma: primero una envolvente que corresponde a la parte amorfa (I) que es predominante en la región del Fe y un pico que corresponde a una fase nanocrystalina (II), esto se infiere a que es muy ancho el pico detectado, recordando que esto ocurre cuando se presentan cristales del orden de nanómetros [Ref. 9,19,24]. Los patrones de DRX para las aleaciones con tratamientos térmicos de 400 °C para 10 y 25 minutos se observan en la figura 3.1 b), c) respectivamente, en donde se aprecia el crecimiento del pico inicial de la cinta sin tratamiento. Se determinó que el pico corresponde a una fase cristalina Mo-Si la cual es una fase no magnética que está presente desde la aleación no tratada, esto nos indica que la cinta a estudiar es una aleación nanocompuesta, la cual se caracteriza por presentar nanocristales dispersos en una matriz amorfa. De esta manera la parte amorfa está mayormente compuesta por el Fe y la parte

nanocrystalina por el Mo-Si. El tamaño del nanocrystal se determinó mediante la ecuación de Scherrer [20,40], siendo este tamaño de 5nm.

3.2 ESPECTROSCOPIA DE INDUCTANCIAS (EI)

En este apartado se presenta el comportamiento de la permeabilidad en función de la frecuencia, la caracterización se realizó para los diferentes tratamientos térmicos fue evaluado mediante espectroscopia de Inductancia. El experimento se realizó con muestras de las mismas dimensiones dado que la permeabilidad es proporcional a la inductancia salvo un factor geométrico G [Ref. 25]. El experimento se realizó en dos geometrías: longitudinal, la cual corresponde cuando el campo inducido AC es paralelo al eje de la cinta y transversal, el cual corresponde cuando el campo inducido AC es perpendicular al eje de la cinta.

Los comportamientos obtenidos se observan en la figuras 3.2 y 3.3, medidas a 1 Volt (lo mismo se hizo para voltajes más pequeños, 0.05V y 0.5V), donde los círculos corresponden a la parte real L_r de la inductancia, con este valor es posible conocer la permeabilidad y los cuadros a la parte imaginaria L_i de la inductancia que me dan la frecuencia de relajación.

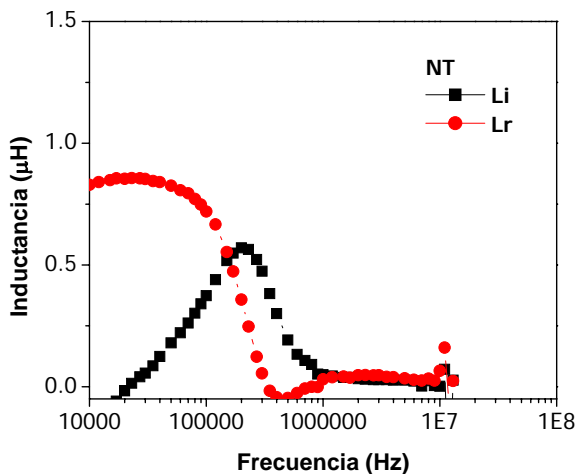


Figura 3.2 Permeabilidad o inductancia compleja en función de la frecuencia de la cinta no tratada para el campo longitudinal.

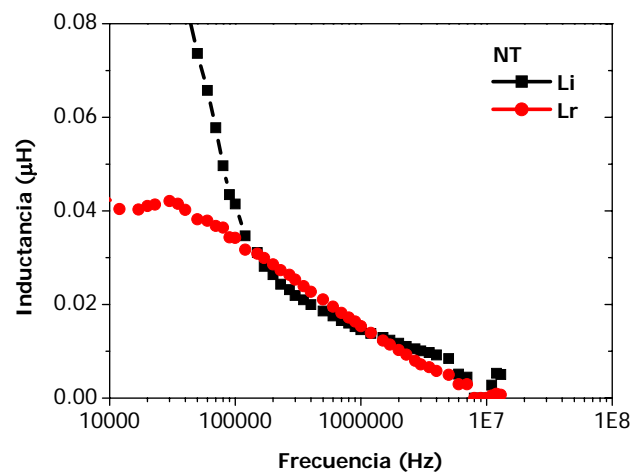


Figura 3.3 Permeabilidad o inductancia compleja en función de la frecuencia de la cinta no tratada para el campo transversal.

En la figura 3.2 observamos que L_r presenta, en su forma inicial, una meseta que se mantiene constante hasta que comienza a disminuir, este comportamiento es típico de una

relajación y se asocia a mecanismos de magnetización relacionados con la dinámica de la pared magnética. Mientras que para la figura 3.3 no se detectan este tipo de comportamientos, sugiriendo que la permeabilidad en esta dirección es muy pequeña para observar algún mecanismo. En lo que sigue, se explican estos comportamientos.

a) Simetría Longitudinal.

Resultados de la inductancia frente a la frecuencia de la cinta no tratada térmicamente.

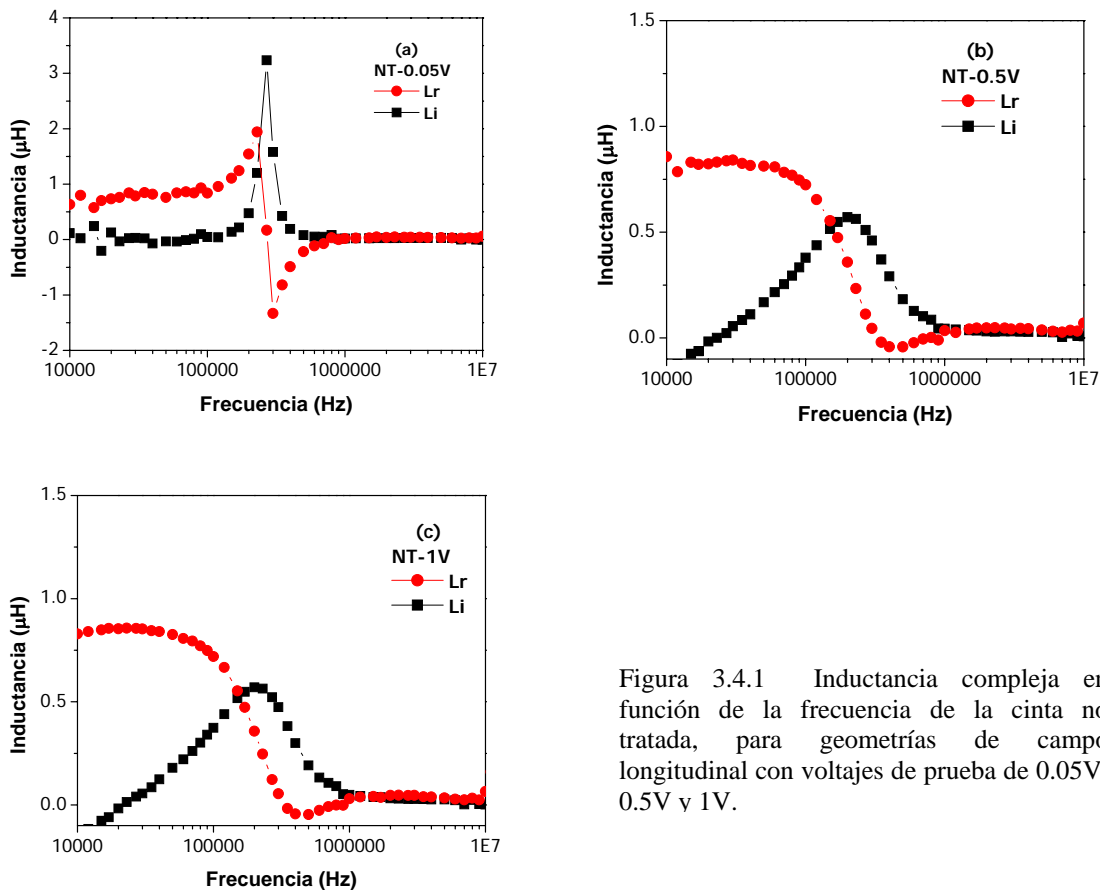


Figura 3.4.1 Inductancia compleja en función de la frecuencia de la cinta no tratada, para geometrías de campo longitudinal con voltajes de prueba de 0.05V, 0.5V y 1V.

En la figura 3.4.1 se observa el comportamiento de la inductancia frente a la frecuencia para valores constantes de 0.05V, 0.5V y 1V para la cinta no tratada térmicamente.

En la gráfica 3.4.1 a) para 0.05V, se observa un comportamiento anómalo, que parece ser una resonancia en la región de los 270KHz, sin embargo no es propiamente una resonancia de precesión, pues corresponde al comportamiento de la pared magnética excitada con un

campo AC: esta respuesta solo se ha detectado en ferritas y se explica en función de la longitud de las paredes de dominio. Para la figura 3.4.1 b) con voltaje de 0.5V, se observa que el comportamiento es distinto al anterior, aquí la curva de L_r presenta una meseta que se puede explicar en función del abombamiento de pared, del gráfico se determina el valor de la inductancia de $0.78 \mu H$, la curva L_i tiene una forma asimétrica y ancha sugiriendo una distribución de tiempos de relajación, por lo que se infiere una superposición de tiempos de relajación, con una frecuencia de relajación promedio de 200KHz. Adicionalmente en este mismo gráfico se observa que el final de la curva de L_r pasa a números negativos después de los 500KHz sugiriendo otro mecanismo no es común en metales magnéticos. Para la gráfica con valor de 1V tenemos una inductancia de $0.83 \mu H$ con una frecuencia de relajación de aproximadamente 200KHz, observamos la meseta que corresponde al abombamiento de pared. La curva L_i es asimétrica y ancha, observando la superposición de tiempos de relajación.

Resultados de la inductancia frente a la frecuencia de la cinta tratada térmicamente durante 10 minutos.

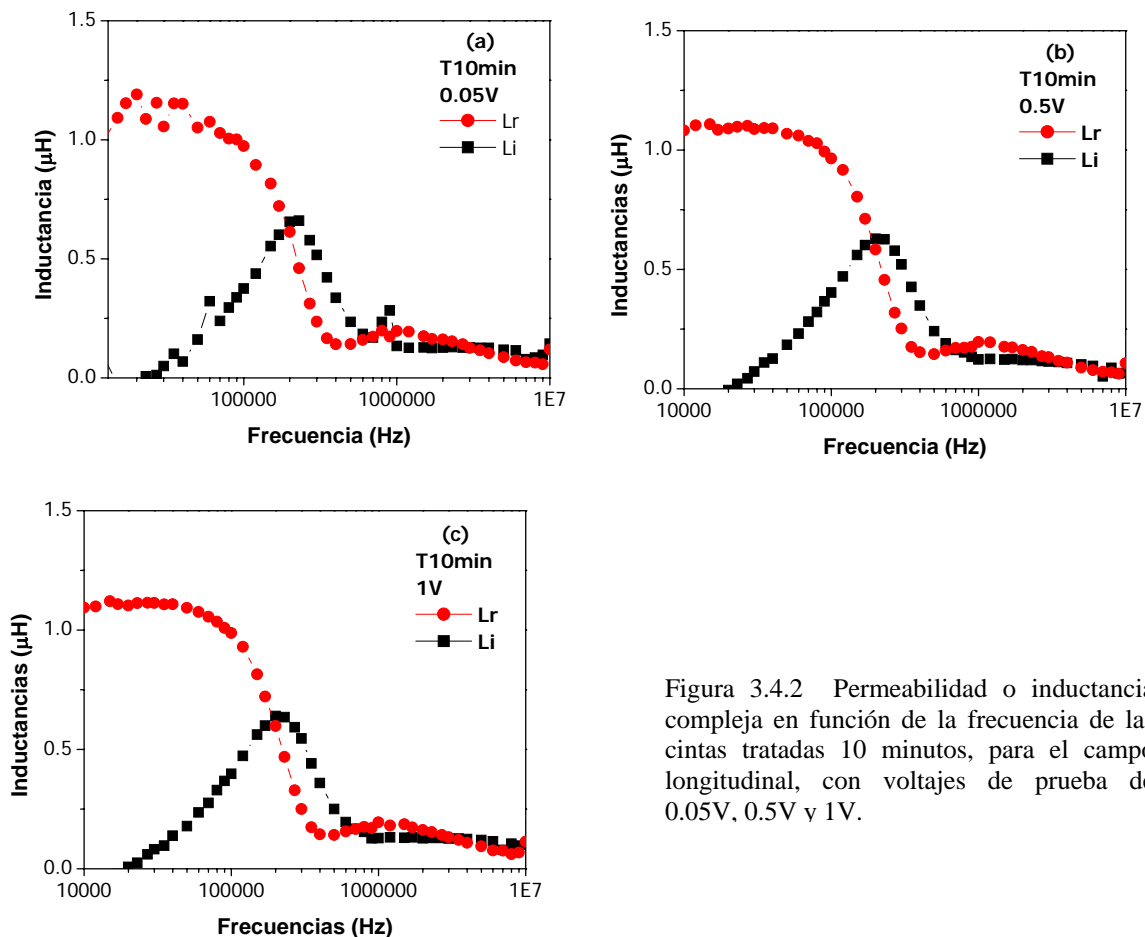


Figura 3.4.2 Permeabilidad o inductancia compleja en función de la frecuencia de las cintas tratadas 10 minutos, para el campo longitudinal, con voltajes de prueba de 0.05V, 0.5V y 1V.

En la figura 3.4.2 se observa el comportamiento de la inductancia frente a la frecuencia, para la cinta tratada térmicamente a 400°C durante 10 minutos, para los tres voltajes constantes de 0.05V, 0.5V y 1V.

Para la figura 3.4.2 a) la inductancia es de $1.156 \mu H$, con una frecuencia de relajación de aproximadamente 230KHz, el abombamiento de pared es el proceso de magnetización presente, el valor de la inductancia para la cinta tratada durante 10 minutos es mayor que para el caso de la inductancia de la cinta no tratada. Ésto indica que se mejora la permeabilidad magnética de esta cinta con un tiempo pequeño de tratamiento. El mismo comportamiento de abombamiento de pared se observa en la gráfica 3.4.2 b) y en la gráfica 3.4.2 c), cuya inductancia inicial es $1.104 \mu H$ y $1.121 \mu H$ respectivamente.

Resultados de la inductancia frente a la frecuencia de la cinta tratada térmicamente durante 25 minutos.

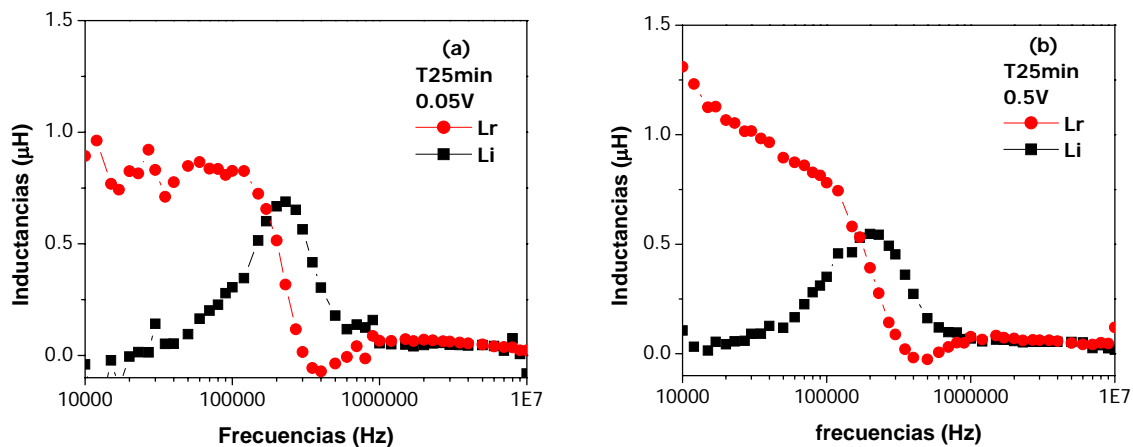


Figura 3.4.3 Permeabilidad o inductancia compleja en función de la frecuencia, de las cintas tratadas a 25 minutos, para el campo longitudinal con voltajes de prueba de 0.05V, 0.5V y 1V.

En la figura 3.4.3 se observa el comportamiento de la inductancia en función de la frecuencia, para los voltajes de 0.05V, 0.5V.

Para la gráfica 3.4.3 a) vemos el abombamiento de la pared de dominio con un valor de la inductancia de $0.894 \mu H$, con una frecuencia de relajación de aproximadamente 230KHz. Para la gráfica 3.4.3 b) se observa que el desplazamiento de pared magnética es el proceso de magnetización dominante con valor de la inductancia es de $1.3 \mu H$ y se observa que decrece de manera casi lineal hasta la región de 120KHz, esto indica que el valor de 0.5V es suficiente para inducir procesos de magnetización, distintos al abombamiento de pared, la frecuencia de relajación es aproximadamente 200KHz. Con este análisis de EI para la geometría longitudinal observamos que se mejora la permeabilidad de la cinta bajo estos tratamientos térmicos.

b) Simetría Transversal. *Comportamiento de la inductancia en función de la frecuencia de la cinta no tratada térmicamente.*

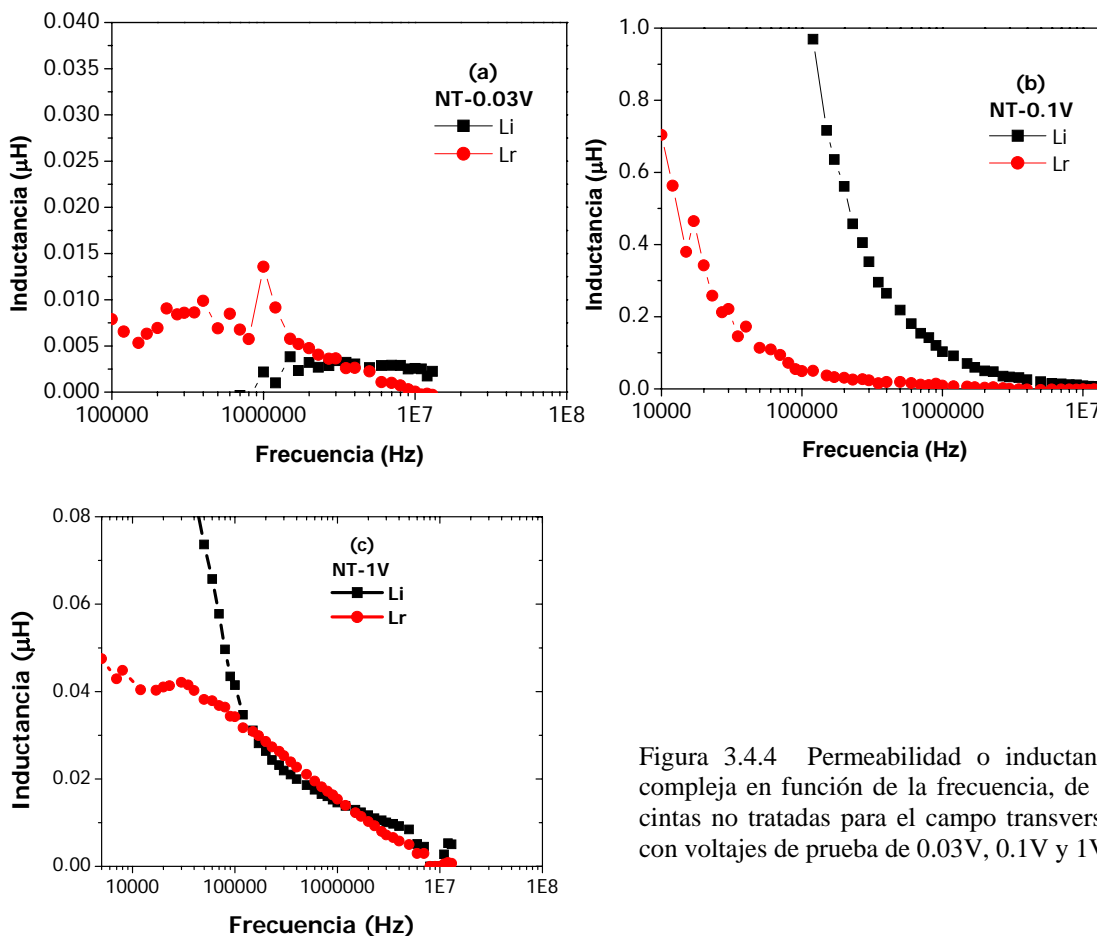


Figura 3.4.4 Permeabilidad o inductancia compleja en función de la frecuencia, de las cintas no tratadas para el campo transversal, con voltajes de prueba de 0.03V, 0.1V y 1V.

Análisis del campo transversal, con voltajes de prueba de 0.03V, 0.1V y 1V, véase figura 3.4.4.

La gráfica 3.4.4 a) tenemos una inductancia de $0.0079 \mu H$ (muy pequeño el valor en comparación al caso del campo longitudinal), la frecuencia de relajación es de aproximadamente 150KHz, el comportamiento de la curva L_r es complejo y eso se debe a la composición de la cinta, pues ésta contiene Fe en un 73.5% que le da una anisotropía preferentemente longitudinal, entonces no se esperaba que hubiese una contribución en la dirección transversal.

Para la gráfica 3.4.4 b) la inductancia es de $0.704 \mu H$ la cual decrece rápidamente hasta los 50KHz, siendo el desplazamiento de las paredes de dominios, el proceso de magnetización, aquí no es posible determinar la frecuencia de relajación.

Para la gráfica 3.4.4 c) la inductancia de $0.0475 \mu H$ empieza a decrecer rápidamente y no es posible conocer la frecuencia de relajación, el proceso de magnetización es el desplazamiento de paredes.

Es importante mencionar que en esta parte, no se ve el comportamiento, que si se observó anteriormente en la región de los 500KHz.

Con esto confirmamos que existe una mayor contribución en la anisotropía longitudinal que en la anisotropía transversal.

Resultados de la inductancia frente a la frecuencia de la cinta tratada térmicamente durante 10 minutos.

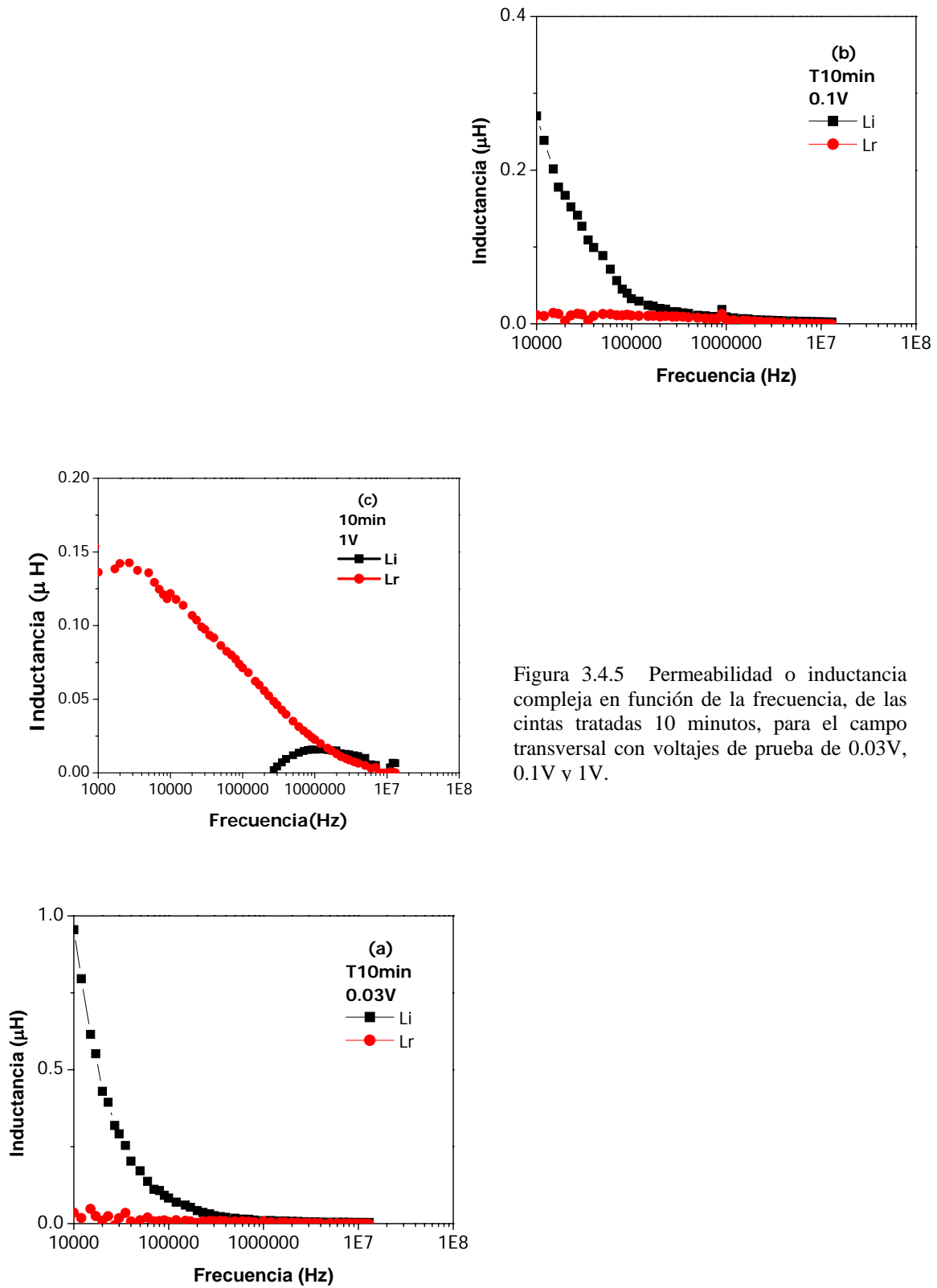


Figura 3.4.5 Permeabilidad o inductancia compleja en función de la frecuencia, de las cintas tratadas 10 minutos, para el campo transversal con voltajes de prueba de 0.03V, 0.1V y 1V.

En la figura 3.4-e el comportamiento de la inductancia frente a la frecuencia es casi una constante, el valor de la inductancia es cercano a cero, y esto también sucede para las gráficas 3.4.5 b) y c), no se conoce la frecuencia de relajación. Sin embargo no pasa lo mismo donde tenemos un valor de 1V, la inductancia es $0.136 \mu H$, la cual decrece rápidamente, la frecuencia de relajación es de 1.2MHz y el proceso de magnetización que se observa es el desplazamiento de pared.

Resultados de la inductancia frente a la frecuencia de la cinta tratada térmicamente durante 25 minutos.

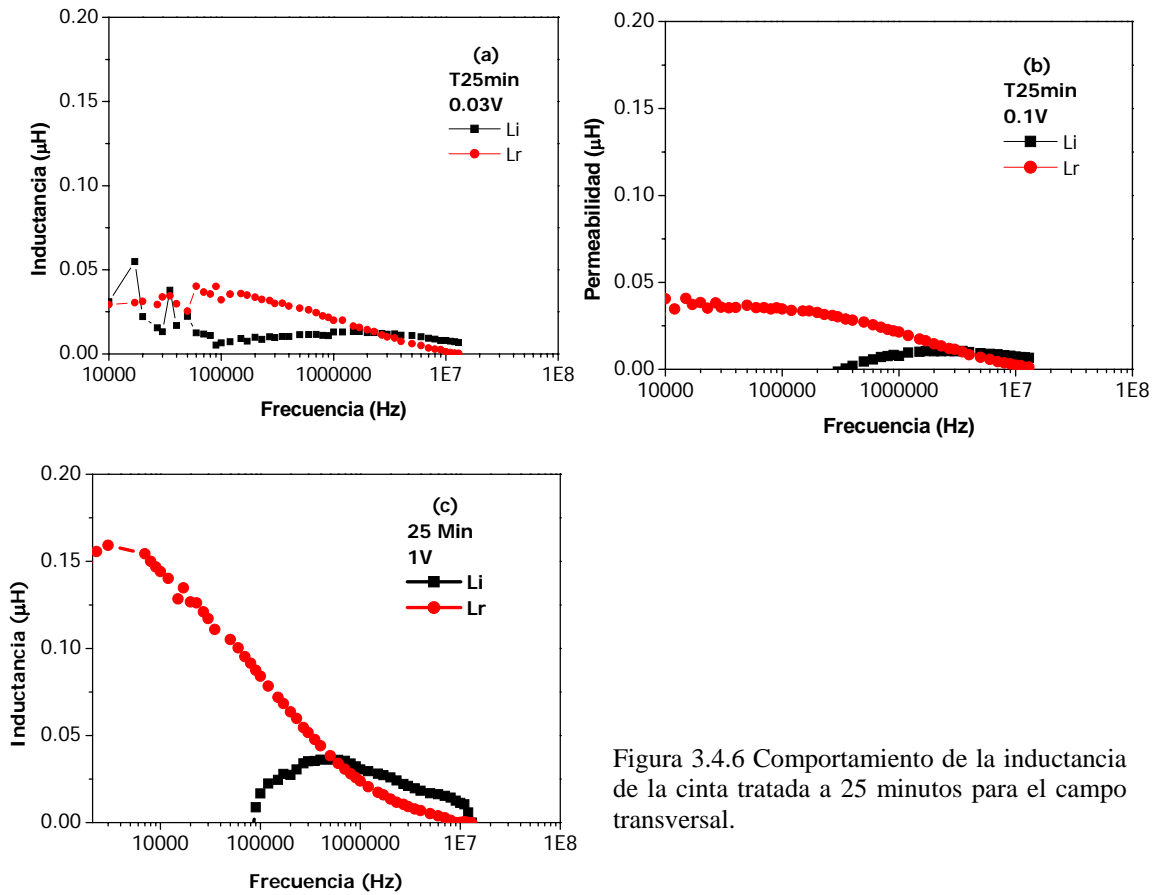


Figura 3.4.6 Comportamiento de la inductancia de la cinta tratada a 25 minutos para el campo transversal.

En la figura 3.4.6 tenemos los valores de la inductancia inicial de $0.031 \mu H$, $0.041 \mu H$ y $0.156 \mu H$ para las gráficas 3.4.6 a), b) y c) respectivamente. Es difícil determinar la frecuencia de relajación para 0.03V, sin embargo para los otros dos valores de 0.1V y 1V son 3.5MHz y 500KHz respectivamente, en los tres casos el proceso de magnetización es el desplazamiento de paredes.

En la figura 3.4.a se observa el comportamiento de la frecuencia de relajación en función del tiempo de tratamiento térmico para los voltajes 0.5V y 1V. Esto nos indica que con estos tratamientos térmicos no estamos afectando la fase nanocristalina (no magnética) de la cinta.

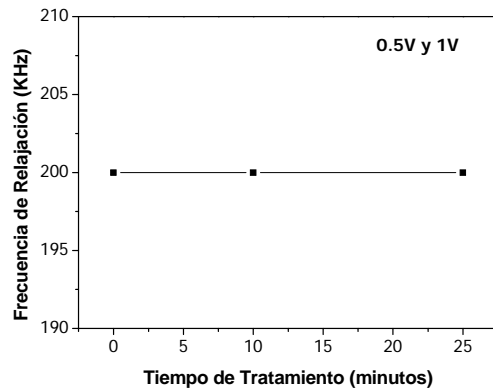


Figura 3.4.a Comportamiento de la frecuencia de relajación en función del tratamiento térmico para los voltajes 0.5V y 1V.

3.3 RESONANCIA FERROMAGNÉTICA (RFM)

3.3.1 ALEACIÓN AMORFA SIN TRATAMIENTO TÉRMICO

En la figura 3.5 se muestra el espectro extendido EAE para la aleación amorfa sin tratamiento térmico. Se observan dos señales, denotadas por las letras α y β que corresponden a un modo de absorción centrado a campo cero (α) y un modo de absorción a campos más altos (β). En esta sección nos centraremos en el análisis de la señal β .

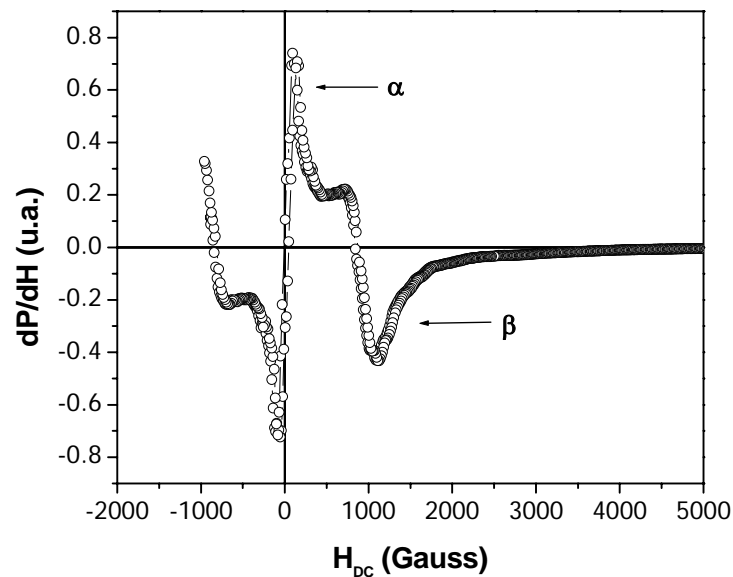


Figura 3.5 Espectro de la señal extendida EAE para la cinta sin tratamiento.

En el espectro EAE a 0° (ángulo entre el eje de la cinta y el campo DC), figura 3.5, se observa que la señal β está centrada en un campo de 900 Gauss, no presenta histéresis al hacer barridos en campo magnético. Lo cual indica que este modo de absorción corresponde a procesos de magnetización reversible [40,41] y está relacionado con la precesión coherente del espín que caracteriza a la Resonancia Ferromagnética RFM.

Se realiza el análisis angular para determinar el eje de fácil magnetización en función del campo de Resonancia (H_R) y de los anchos de línea (ΔH_{pp}), donde el ancho de línea es proporcional a la respuesta de los tiempos de relajación de la RFM, de tal forma para anchos grandes el tiempo de relajación es muy rápido, mientras que para anchos pequeños el tiempo de relajación es más lento.

En la figura 3.6, se observa la dependencia angular de la señal de resonancia ferromagnética para la cinta amorfa sin tratamiento. Las variaciones angulares son de 0° , 30° , 45° , 60° y 90° . La forma de línea más compleja se presenta a 90° corresponde a la dirección difícil de magnetización. Dado que la aleación en estudio es a base de Fe, el cual presenta la tendencia a generar anisotropías longitudinales, originada por la anisotropía de forma y la magnetostricción inducida por la composición. De tal forma la dirección transversal (90°) es un eje de difícil magnetización; dado que el campo aplicado es perpendicular al eje de la muestra, entonces requerirá de mayor energía para satisfacer la condición de resonancia y en consecuencia la resonancia ferromagnética ocurrirá a mayor campo aplicado.

Es necesario notar que la intensidad de la absorción de la LFA es mayor que la RFM, esto se puede explicar en función de la anisotropía que presenta la cinta. Cabe hacer notar que la región donde se presenta la LFA se extiende hasta campos cercanos a la RFM por lo que es posible que parte de la complejidad de la línea de la RFM consista en la superposición de las dos señales. Este efecto se observa aumentado para 90° donde la contribución de la anisotropía de forma hace que se ensanchen tanto LFA como RFM y en consecuencia la superposición entre las señales tenga mayor efecto.

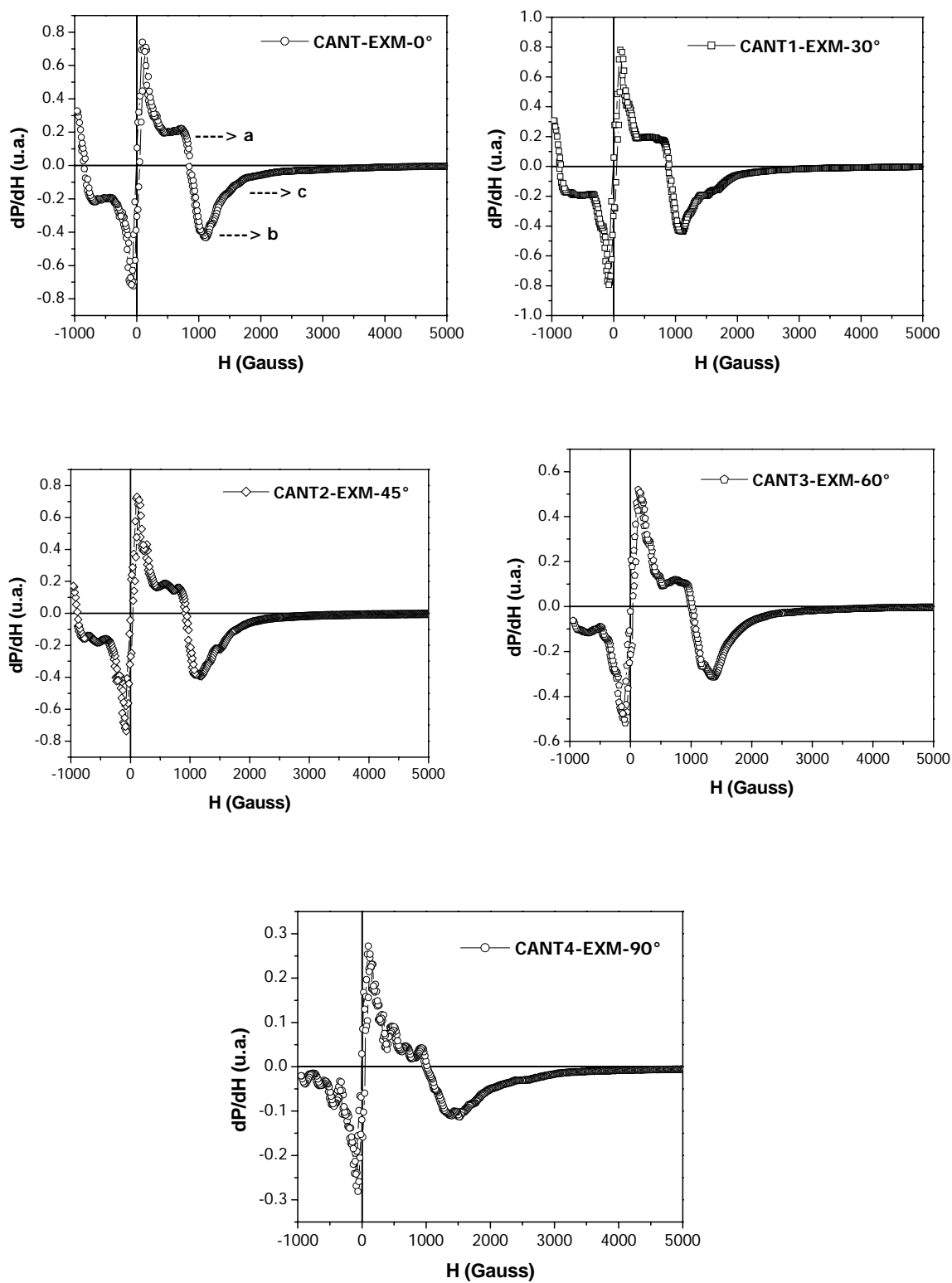


Figura 3.6 Espectros extendidos EAE donde se muestra las variaciones angulares.

En la figura 3.7 se presenta el comportamiento del ancho de línea ΔH_{pp} para la señal RFM en función del ángulo, recordando que el ΔH_{pp} es la distancia en campo magnético de pico a pico de la señal RFM.

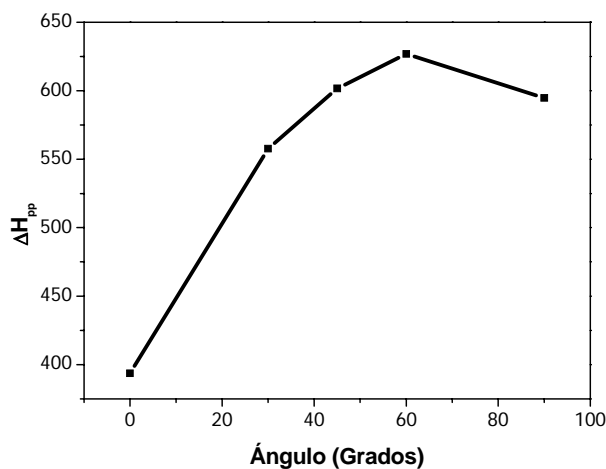


Figura 3.7 Variación angular del Ancho de los campos de resonancia.

El mínimo de este ancho de línea se encuentra en 0° (lo cual confirma la tendencia a presentar anisotropía magnética longitudinal), con un valor de 394 G. y aumenta a 30° , 45° y 60° , para luego disminuir a 90° . Por lo que se presentan dos mínimos locales: a 0° y a 90° . En la figura 3.8 se ve el comportamiento de los campos de resonancia H_R en función del ángulo. Donde el campo de resonancia H_R es el campo en el cual esta señal cruza con el eje cero. Se tiene un mínimo en 0° con un valor de 869 G. aumenta hasta 60° y vuelve a disminuir en 90° con un valor de 1013 G. Se observa que el comportamiento angular del H_R es similar al encontrado en el ancho de línea.

La presencia del mínimo local a 90° en el campo de resonancia puede explicarse como la presencia de una contribución pequeña en la magnetización en la dirección transversal como se observó en las mediciones de permeabilidad realizadas con EI. Encontrando que la dirección difícil se encuentra a 90° .

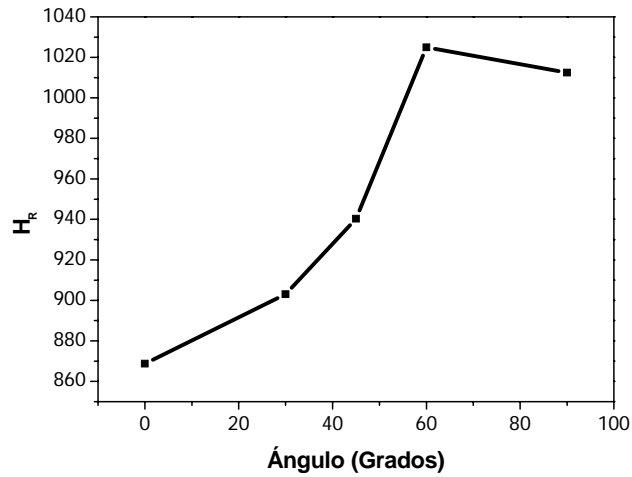


Figura 3.8 Comportamiento de los campos de resonancia con las variaciones angulares.

3.3.2 ALEACIÓN AMORFA CON TRATAMIENTO TÉRMICO DE 10 MINUTOS

En la figura 3.9 se muestran los espectros de resonancia ferromagnética para la cinta tratada térmicamente durante 10 minutos a 400 °C. Se observa el mismo comportamiento inhomogéneo en la forma de línea de la RFM, originado por tensiones inducidas durante la obtención del material. De igual forma se evaluó el comportamiento angular para establecer el eje de fácil magnetización. En la Figura 3.10 se observan los espectros EAE para diferentes ángulos. Se observa el mismo comportamiento encontrado para la aleación sin tratamiento. De tal forma el espectro más complejo se observa nuevamente a 90°.

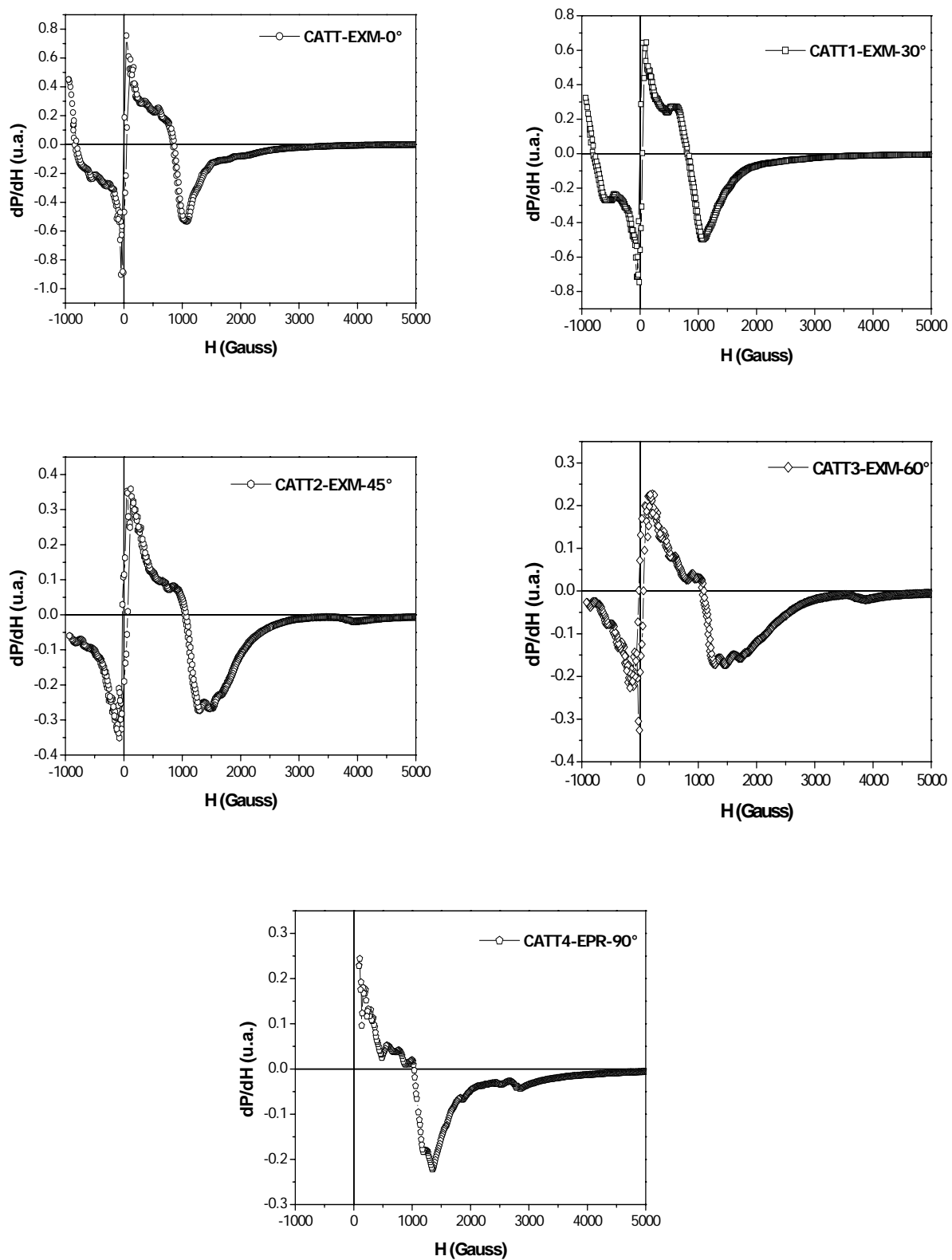


Figura 3.9 Espectros EAE para la cinta tratada térmicamente a 400°C durante 10 minutos.

En la figura 3.10 y 3.11 se muestran los comportamientos de estos campos con las variaciones angulares. Sin embargo los comportamientos son distintos al caso de la cinta sin tratamiento térmico.

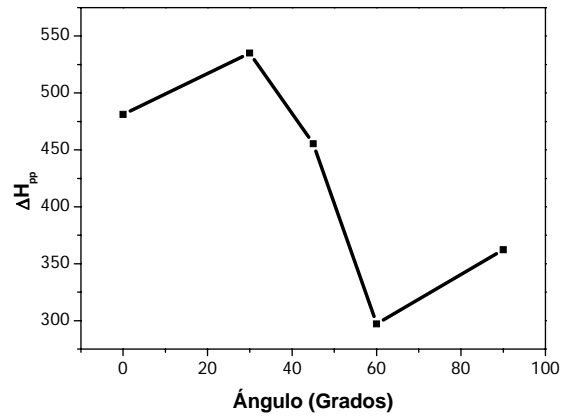


Figura 3.10 Comportamiento de los anchos de las señales de resonancia a las variaciones angulares.

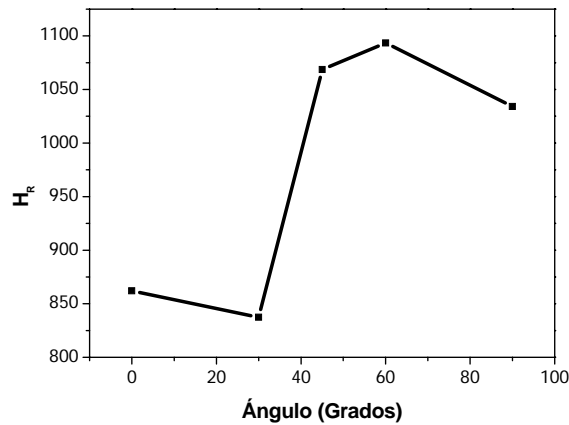


Figura 3.11 Comportamiento de H_R con las variaciones angulares.

3.3.3 ALEACIÓN AMORFA CON TRATAMIENTO TÉRMICO DE 25 MINUTOS.

En la figura 3.12 se observan las señales de EAE para cada variación angular, observando que las formas de líneas de estas señales son más simples que para las señales de las cintas sin tratamiento y con el tratamiento a 10 minutos. Esto se debe a que con el tratamiento

térmico estamos relajando la microestructura de la cinta y en consecuencia disminuyendo las tensiones mecánicas.

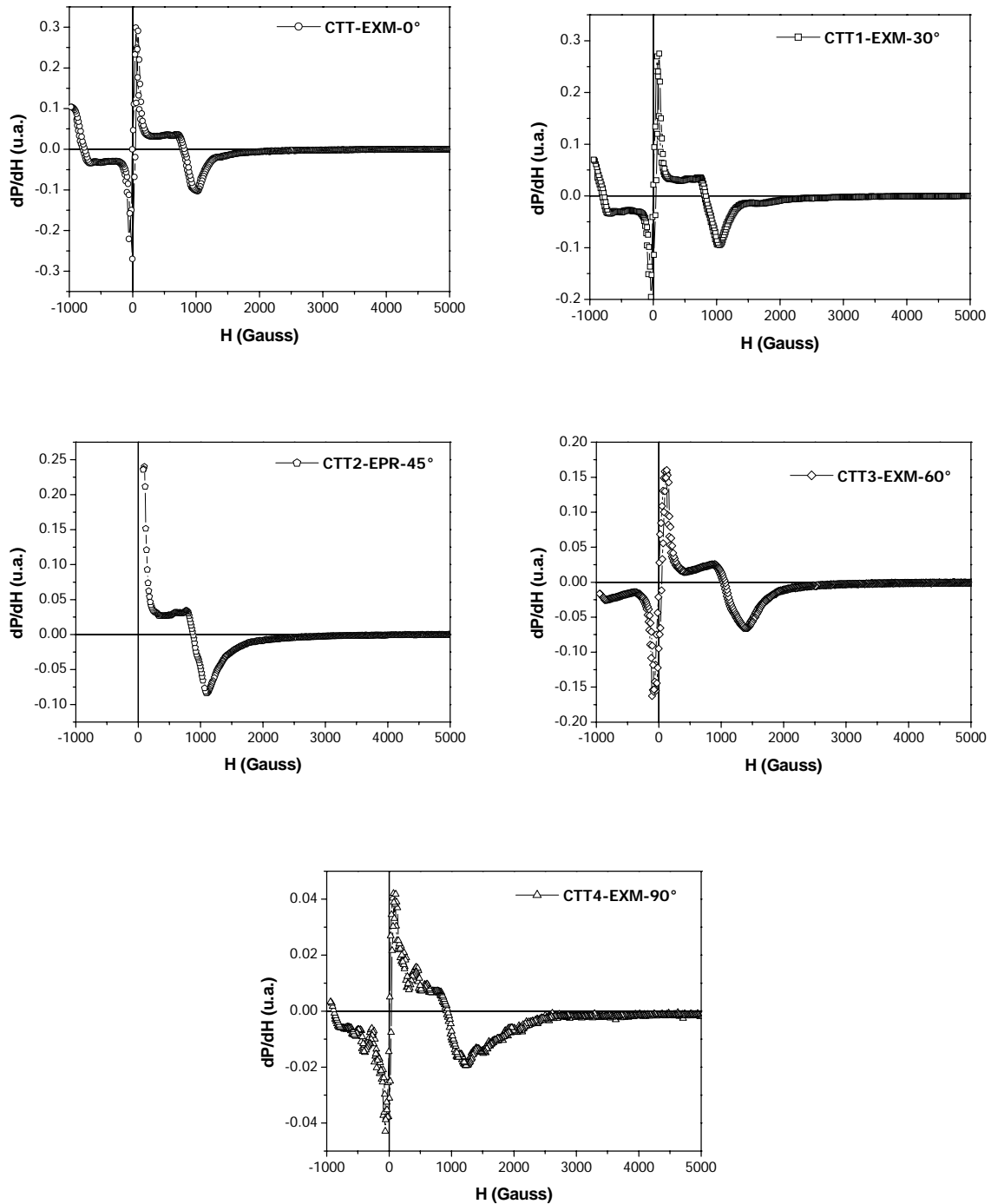


Figura 3.12 Señales FMR para la cinta tratada térmicamente a 400°C durante 25 minutos.

A pesar de haber eliminado las tensiones mecánicas inducidas con el tratamiento térmico, observando nuevamente una compleja forma de línea a 90° , lo cual indica que se continúa superponiendo las absorciones LFA y RFM. En la figura 3.13 y 3.14 se muestran los comportamientos de los anchos de línea ΔH_{pp} y los campos de resonancia H_R respectivamente. Para ambos casos se presenta un comportamiento similar. Observando que los anchos disminuyen debido a la eliminación de las tensiones mecánicas inducidas en la obtención del material y responsables de las inhomogeneidades magnéticas.

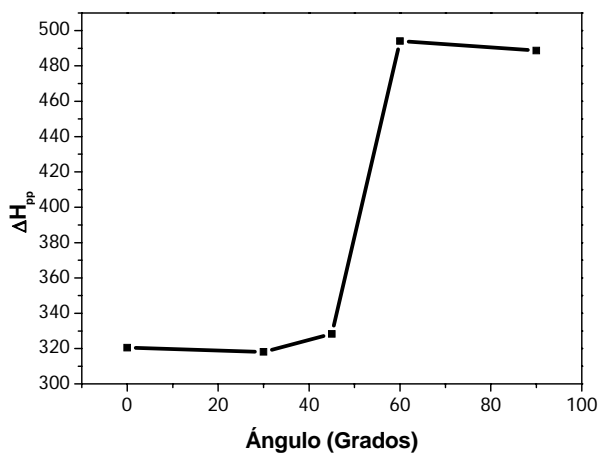


Figura 5.13 Anchos de la señal RFM con las variaciones angulares.

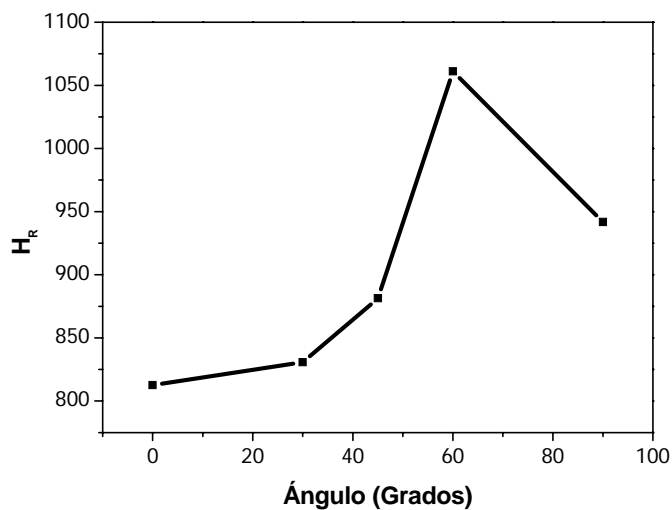


Figura 3.14 Comportamiento de los campos de resonancia con la variación angular.

Cabe hacer notar que a pesar de los tratamientos térmicos no se observa un corrimiento drástico en el H_R , los cambios predominantes son en el ancho de línea.

3.4 SEÑAL A CAMPO BAJO (LFA)

3.4.1 ALEACIÓN AMORFA SIN TRATAMIENTO TÉRMICO

La señal α se encuentra a campo bajo y centrada en un campo magnético cero con una fase inversa a la señal β . En la figura 3.15 se observa el espectro EAE para la cinta sin tratamiento y se muestra una pequeña histéresis en la LFA alrededor de campo cero, lo cual indica que esta absorción magnética corresponde a procesos de magnetización irreversibles relacionados con los cambios de los volúmenes de las paredes de los dominios magnéticos. Cabe enfatizar que, a pesar de que se observa una dinámica de cambio de los volúmenes de los dominios, los mecanismos que se presentan en esta técnica no son los mismos que ocurren a campos magnéticos DC y AC a frecuencias menores de GHz, donde se observa que los procesos de magnetización presentes bajo estas condiciones son asociados al abombamiento y desplazamiento de pared magnética.

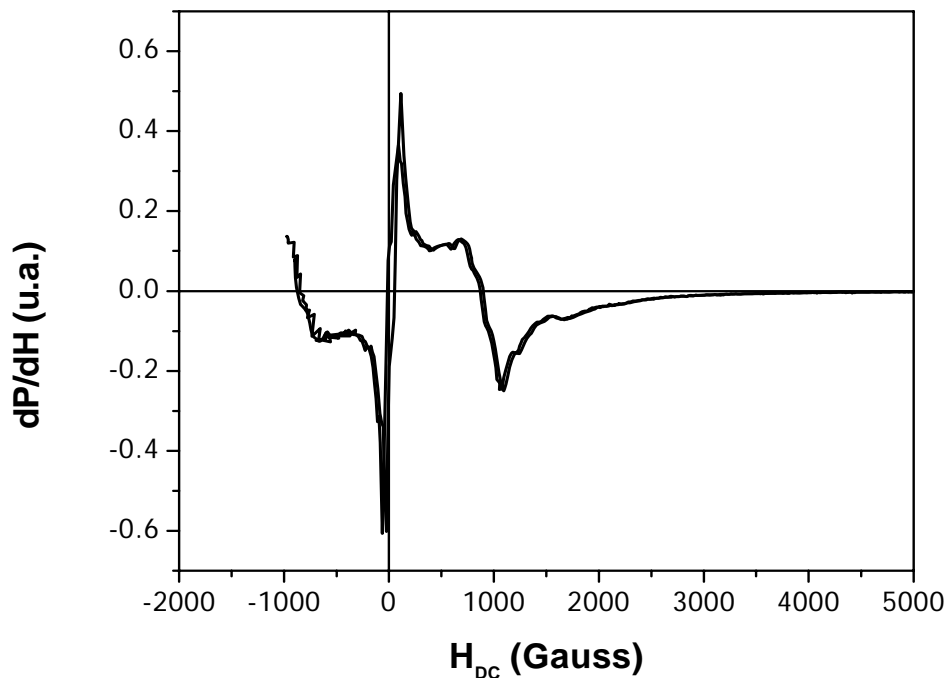


Figura 3.15 Espectro de la señal extendida EAE para la cinta tratada térmicamente.

Sin embargo es posible establecer que el ciclo observado es resultado de la variación en los volúmenes de los dominios a frecuencia de microondas y que posiblemente la rotación de espín es el proceso predominante.

Cabe señalar que el modelo teórico de esta absorción aún se encuentra en discusión [24,35]. En trabajos anteriores [23,42,43] se ha mostrado que la presencia de esta señal está asociada con propiedades intrínsecas magnéticas del material, como es el caso del campo de anisotropía H_K . Este campo de anisotropía depende de la anisotropía de forma del material y de la magneostricción resultado de la composición de la aleación. En dichos trabajos se establece que el ancho de línea de LFA corresponde al campo de anisotropía del material y este campo se puede relacionar directamente con los campos coercitivos H_C . Sin embargo para hacer esa correlación es necesario considerar que las condiciones para este hecho son en materiales magnéticos suaves.

La figura 3.16 muestra en detalle las absorciones a campo cero (LFA) para las variaciones angulares. Se observa que el ancho de pico a pico ($\Delta H_{PP(SCB)}$) de LFA aumenta con las variaciones angulares, además de presentar cambios en la forma de línea, sin embargo centrada siempre en campo cero, contrario a lo que ocurre con la RFM donde si hay corrimientos en el campo de resonancia. La naturaleza de la señal LFA está correlacionada con procesos de magnetización antecesores al estado de saturación y están delimitados por H_K . Actualmente se establece que el $\Delta H_{PP(SCB)}$ indica el valor de H_K [42,44], por lo que la dependencia angular de pico a pico de LFA está relacionada con la dependencia angular del campo de anisotropía magnética, cuyas componentes en forma mayoritaria son la anisotropía de forma y magnetoelástica.

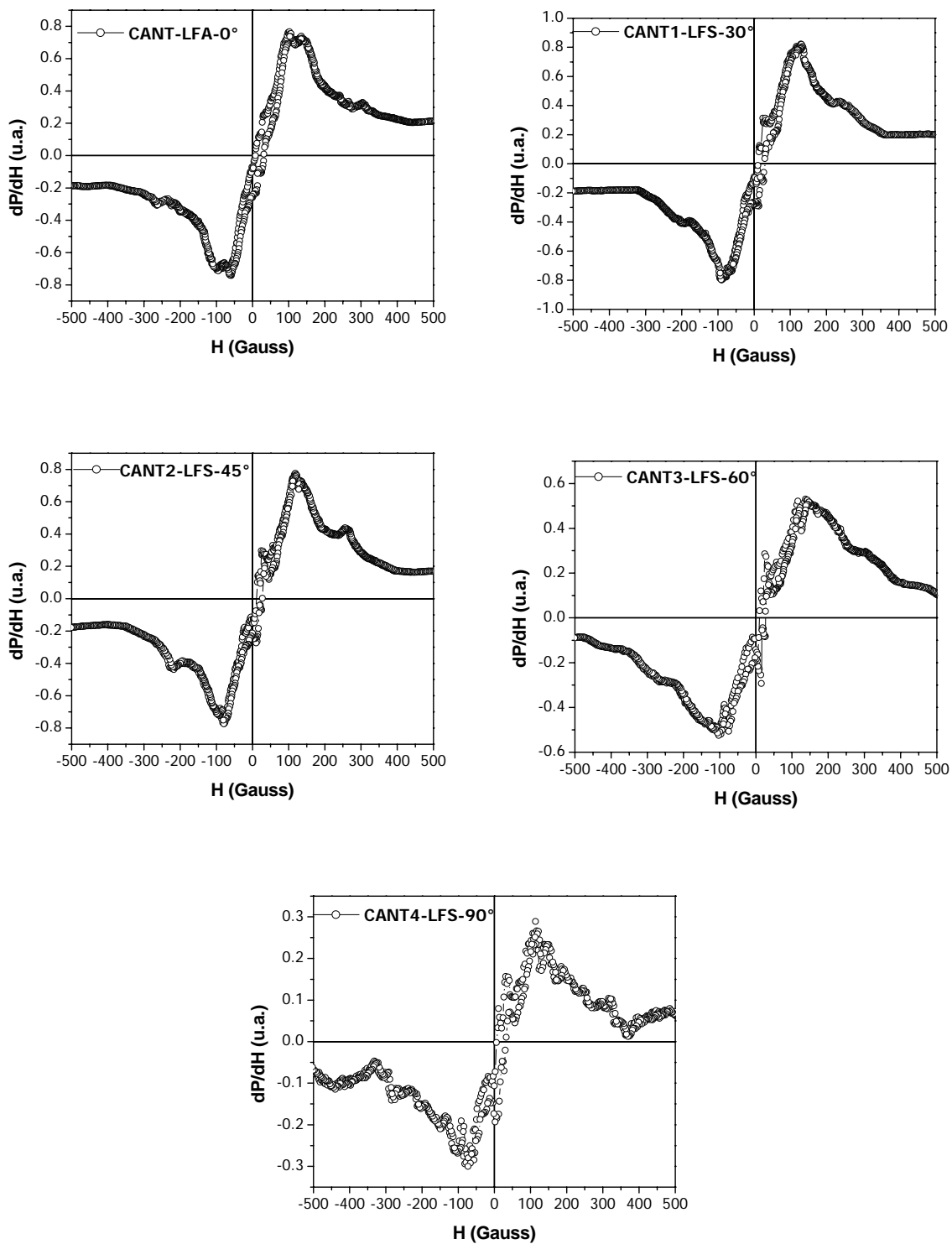


Figura 3.16 Señales LFA para las distintas variaciones angulares.

Otra característica de estas señales es que se observa una compleja forma de línea debido a la presencia de estas tensiones, como sucede en el ancho de línea de la RFM.

El comportamiento de los anchos de línea en función de las variaciones angulares se muestra en la figura 3.17

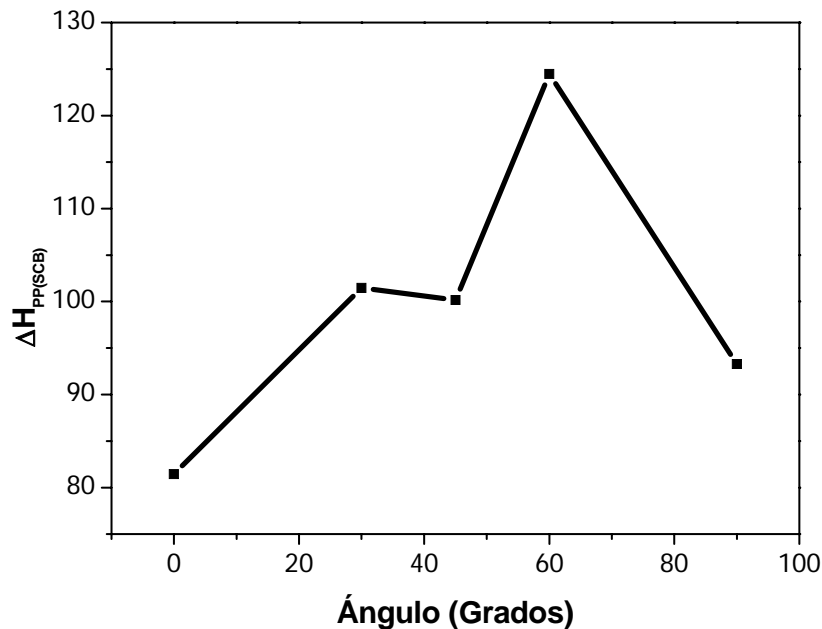


Figura 3.17 Comportamiento de los campos de anisotropía a las variaciones angulares.

El ancho de la señal a campo bajo ($\Delta H_{PP(SCB)}$) en 0° es de 81 G, aumenta a 45° en un valor de 100 G observando un máximo a 60° con 124 G y disminuir a 90° con un valor de 93 G. Al correlacionar los $\Delta H_{PP(SCB)}$ y el H_K con el comportamiento angular sugiere que los mínimos en $\Delta H_{PP(SCB)}$ presentes corresponden a valores mínimos en la anisotropía, lo cual indica que el eje de fácil magnetización se encuentra a 0° , ya que aquí el campo de anisotropía muestra el mínimo. El comportamiento del campo de anisotropía es similar al campo de resonancia para la cinta sin tratamiento. Tenemos una mayor contribución en la anisotropía longitudinal y una pequeña contribución a la anisotropía transversal. Estos resultados coinciden con los de EI.

3.4.2 ALEACIÓN AMORFA CON TRATAMIENTO TÉRMICO 10 MINUTOS.

En la figura 3.18 se observan las variaciones angulares de la LFA de la aleación tratada 10 minutos a 400°C.

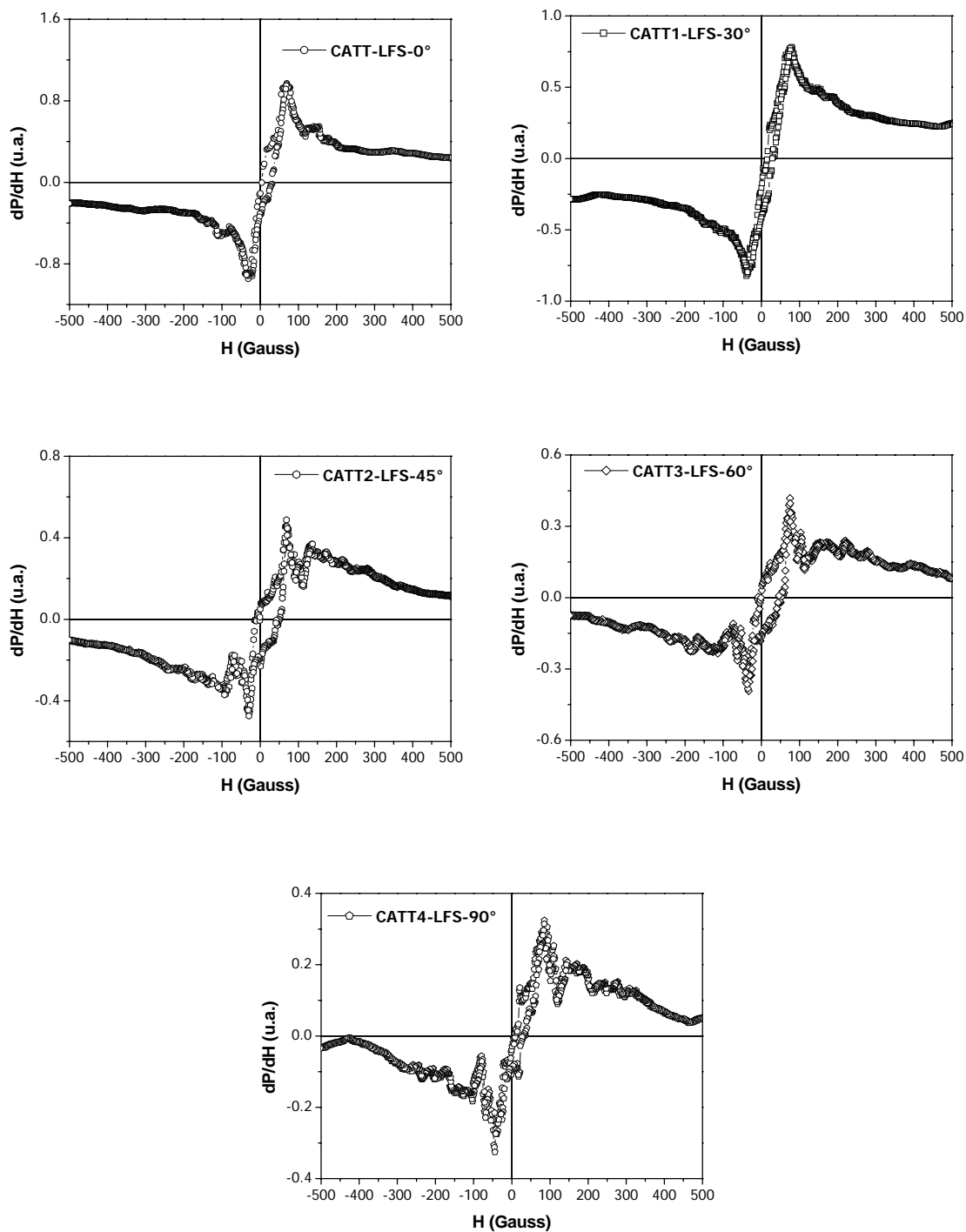


Figura 3.18 LFA para las distintas variaciones angulares.

Todas las señales muestran un comportamiento similar, y en esta señal se magnifica las inhomogeneidades de la muestra, debido a que las formas de línea son más complejas. Se observan ciclos de histéresis, que como ya se ha dicho anteriormente, son debidos a procesos de magnetización mayores por el cambio de volumen de los dominios magnéticos. Este comportamiento de línea también lo podemos entender en términos de que estamos cambiando la anisotropía tanto magnetoelástica y de forma de la cinta mediante las variaciones angulares. El comportamiento de los campos de anisotropía con las variaciones angulares se muestra en la figura 3.19.

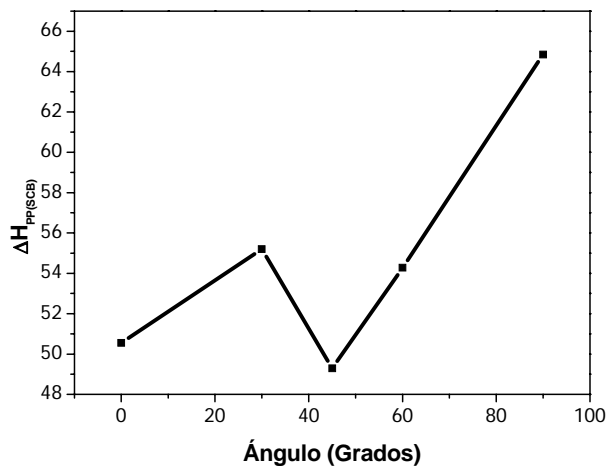


Figura 3.19 Comportamiento de los campos de anisotropía a las variaciones angulares

Aquí el ancho de línea de LFA ($\Delta H_{PP(SCB)}$) a 0° es de 51 G, disminuyendo ligeramente a 45° con un valor de 49 G, finalmente el ancho de línea aumenta a 90° con un valor de 65 G. Al correlacionar los ($\Delta H_{PP(SCB)}$) y H_K con el comportamiento angular nos sugiere que el mínimo en el ancho de LFA corresponde al valor mínimo de la anisotropía. Estos resultados no coinciden con el caso de la cinta sin tratamiento puesto que estamos variando la anisotropía de la cinta.

3.4.3 ALEACIÓN AMORFA CON TRATAMIENTO TÉRMICO 25 MINUTOS.

En la figura 3.20 se muestran los espectros LFA de las variaciones angulares de la cinta amorfa con el tratamiento térmico a 25 minutos, y lo más interesante de esta parte es que la forma de línea de LFA es más simple que para la cinta tratada térmicamente durante 10

minutos, y este comportamiento se debe a que con estos tratamientos se están disminuyendo las tensiones mecánicas adquiridos por el método de obtención, en otras palabras estamos haciendo con el tratamiento térmico que la microestructura se relaje, es decir, que tenga un reacomodo y en consecuencia cambie la respuesta magnética.

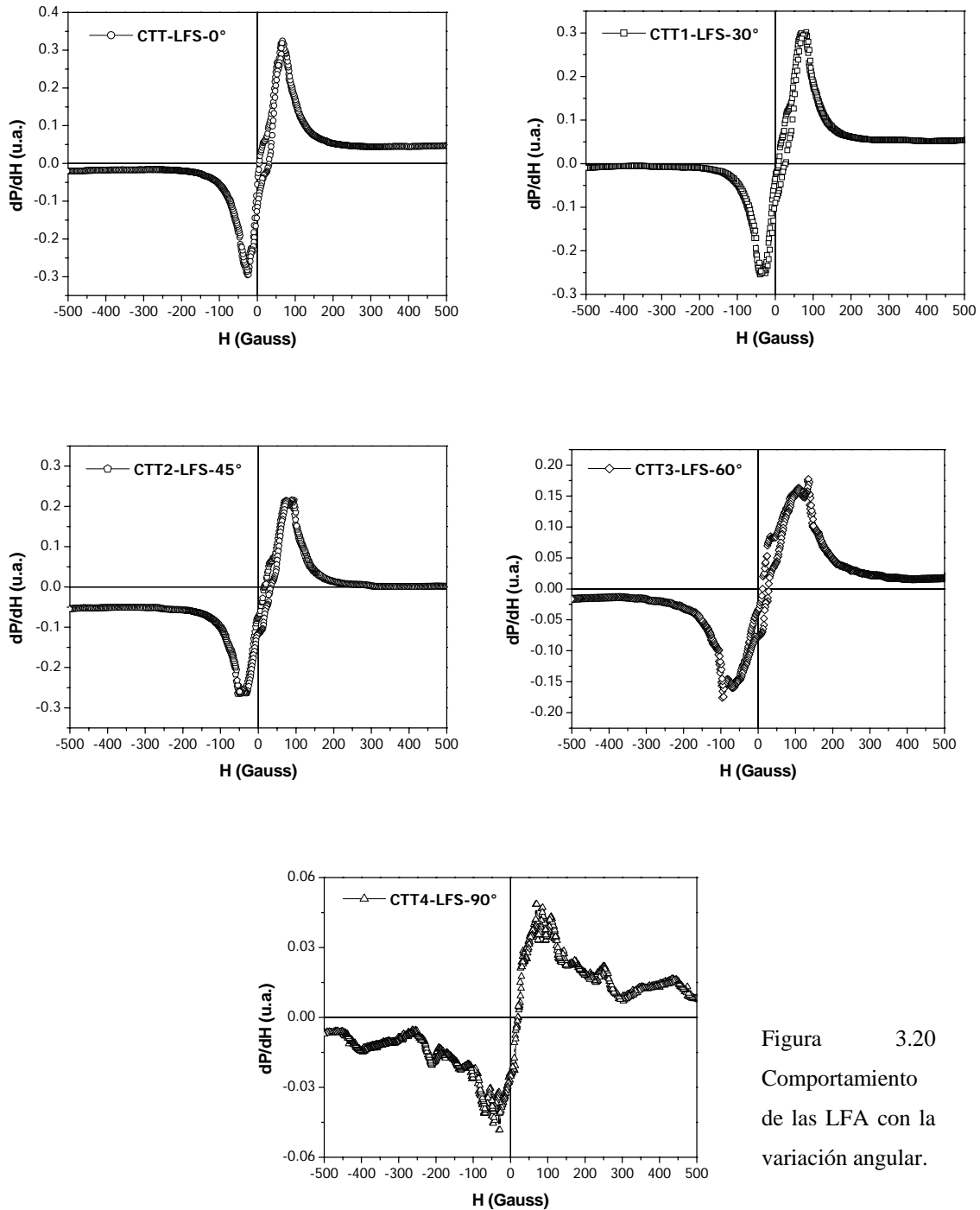


Figura 3.20
Comportamiento de las LFA con la variación angular.

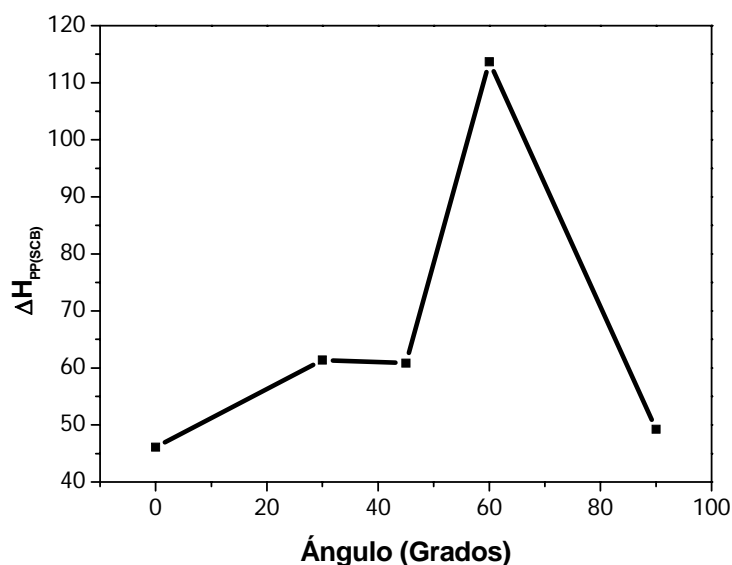


Figura 3.21 Evolución angular del campo de anisotropía

En la figura 3.21 tenemos el comportamiento angular de la señal a campo bajo y se observan dos aspectos importantes. La primera es que el ancho de LFA presenta un mínimo de energía a 0° con un valor de 46 G, observando un máximo a 60° con un valor de 114 G, disminuyendo a 90° con un valor de 49 G, nuevamente correlacionando los $\Delta H_{PP(SCB)}$ y H_K con el comportamiento angular, sugiere que el mínimo en el ancho de LFA presente corresponde al valor mínimo en la anisotropía, lo que indica que el eje de fácil magnetización se encuentra a 0° . La segunda cosa interesante es que el valor del campo de anisotropía en 0° para la cinta sin tratamiento térmico es de 81 G casi el doble que para el caso de la cinta tratada térmicamente, que es de 46 G, esto nos indica que estamos disminuyendo el campo de anisotropía con el tratamiento, en otras palabras estamos disminuyendo los campos coercitivos, es decir, estamos mejorando esta propiedad magnética del material. Adicionalmente se establece que la fase nanocrystalina no-magnética no afecta las propiedades magnéticas y los cambios más importantes se observan por la eliminación de tensiones, que se deben a la energía magnetoelástica debidos al método de obtención, observándose esto en la disminución de la anisotropía. La presencia del Mo ayuda a controlar la nanocrystalización de Fe dado que nanocrystaliza primero con el Si que es la primera fase magnética.

3.5 Resumen del trabajo

Tiempo (min)	Inductancia (μH)	%
NT	0.8	---
10	1.1	37.5%
25	1.3	62.5%

TABLA 1

En la tabla 1 tenemos el comportamiento de la inductancia frente a los tratamientos térmicos y vemos que este valor de la inductancia aumenta de $0.8 \mu H$ a $1.1 \mu H$ (valores para la cinta sin tratamiento térmico y la tratada durante 10 minutos respectivamente), teniendo un aumento del 37.5%, y de 10 minutos a 25 minutos, el valor de la inductancia aumenta a $1.3 \mu H$ con una ganancia del 62.5%.

Tiempo (min.)	Hk (Gauss)	%
NT	81.4	---
10	50.5	37%
25	46.1	43%

TABLA 2

En la tabla 2 tenemos el comportamiento de los campos de anisotropía frente a los tratamientos térmicos y vemos que los valores de estos campos disminuyen, es decir, de la cinta sin tratamiento térmico a la tratada durante 10 minutos el valor del campo de anisotropía disminuye de 81.4 G a 50.5G con una pérdida del 37%, y de la cinta tratada durante 10 minutos a la tratada durante 25 minutos el valor del campo disminuye a 46.1 G con una pérdida del 43%.

CAPÍTULO IV**CONCLUSIONES**

1. Con DRX detectamos dos fases: una amorfa rica en hierro y una fase nanocristalina a base de Mo-Si.
2. Detectamos con EI, el proceso del abombamiento reversible de las paredes de dominio. Observamos que existe una mayor inductancia o permeabilidad en el eje de fácil magnetización (0°) y una pequeña contribución en la dirección transversal (90°).
3. Se identificó una señal de naturaleza reversible RFM, debido a la rotación de espines y otra señal de naturaleza irreversible a campo bajo LFA, que se debe al desanclaje-desplazamiento-reanclaje de las paredes de dominios.
4. Con RFM y LFA vimos que para la cinta sin tratamiento térmico, como para la cinta tratada térmicamente durante 25 minutos el eje de fácil magnetización se encuentra a 0° .
5. Aumentamos el valor de la inductancia y disminuimos el valor del campo coercitivo de la cinta con los tratamientos térmicos, en otras palabras con el tratamiento térmico blandamos el material.
6. Es importante notar que la señal LFA es asimétrica para el caso de la cinta sin tratamiento térmico y para las cintas con tratamientos térmicos durante 10 y 25 minutos como ya se ha reportado en trabajos recientes [45].

REFERENCIAS

- [1] *H. R. Hilzinger, IEEE Trans. Magn. MAG-21, 2020 (1985).*
- [2] *R. Hasegawa, JMMM, 215-216, 240-245 (2000).*
- [3] *P. Quintana, E. Amano, R. Valenzuela and Irvine, J. Appl. Phys. 75, 6940 (1994).*
- [4] *J. Gonzalez, N. Murillo, J. Blanco P. Quintana, E. Amano, and R. Valenzuela, IEEE Trans. Mag. 4812,30, (1994).*
- [5] *G. Herzer, Mater. Sci. Eng. A. 133,1 (1991).*
- [6] *Y. Yoshizawa, S. Oguma and K. Yamauchi, J. Appl. Phys. 64, 6044 (1988).*
- [7] *R. Hasegawa, J. Mag. Mag. Mat. 215, 240, (2004).*
- [8] *I. Betancourt and R. Valenzuela, IEEE Trans. Magn. 33(5), 3973 (1997).*
- [9] *Tesis de maestría, “Propiedades magnéticas en aleaciones nanoestructuradas”, J. I. Betancourt, UNAM-IIM, (1997).*
- [10] *A. Makino, A. Inoue, T. Hatani and T. Bitoh. Material Science Forum, 723, 235, (1997).*
- [11] *G. Herzer, “Nanostructured and Non Crystalline Materials” Ed. World Scientific Singapur (1994).*
- [12] *D. Jiles, “Introduction to Magnetism and Magnetic Materials” Ed. Chapman and Hall, (1991).*

-
- [13] T. G. Salvador, C. G. Norma A., S. T. Martha E., Z. U. Rafael, *J. Chem. Soc., Dalton Trans.*, 2431-2435 (1998).
- [14] W. Heisenberg, *Z. Phys.*, 49, 619 (1928).
- [15] J. Crangle, "Solid State of Magnetism", Ed. Edward Arnold, (1991).
- [16] Valenzuela R. *Chemistry of Solid State Materials No. 4 "Magnetic Ceramics"*, Ed. Cambridge, (1994).
- [17] R.C. O'Handley en "Modern Magnetic Material". Ed. John Wiley and Sons, Nueva York, (2000).
- [18] G. Herzer, *IEEE Trans. Magn.* 26, 1397 (1990).
- [19] Miguel Chávez G. "Estudio de la nanocrystalización de aleaciones amorfas mediante resonancia ferromagnética", Tesis de Maestría, UNAM-IIM (2006).
- [20] C. Kittel, "Introduction to Solid State Physics", Ed. John Wiley and Sons, Nueva York, (1996).
- [21] B. D. Cullity, "Introduction to Magnetic Materials", Ed. Addison-Wesley Publishing Company, (1972).
- [22] H. Morrish, "The Physical Principles of Magnetism", Ed. John Wiley and Sons, Inc, (1965).
- [23] J. Israel Betancourt, Tesis de Maestría "Propiedades magnéticas en aleaciones nanoestructuradas", IIM-UNAM, (1997).

-
- [24] H. Montiel, “Nanocristalización y Estudio a Frecuencia de Microondas en aleaciones Amorfas Ricas en Co”, *Tesis de Doctorado, IIM-UNAM, México (2004)*.
- [26] R. Valenzuela, *Investigación y Ciencia, Scientific American, Agosto (1994)*.
- [27] Guillermo Alvarez Lucio, “Caracterización de la Absorción de Potencias en Materiales Ferroeléctricos a muy Altas Frecuencias” *Tesis de Doctorado, IPN-ESFM (2006)*.
- [28] J.H.E. Griffiths, *Nature*, 158, 670 (1946).
- [29] C. Kittel, *Phys Rev.*, 73,155 (1948).
- [30] J. H. Van Vleck, *Phys.* 15, 197 (1949).
- [31] L. Landau and E. Lifshitz, *Phys.* 8, 153 (1935).
- [32] O. Kohmoto, *J. Mag. Mag. Mat.* 280, 262 (2003).
- [33] C. Kittel, *Phys Rev.* 76, 743 (1949).
- [34] Guillermo Alvarez Lucio, *Tesis de Maestría “Estudio MAMMAS, LFS y EPR de materiales superconductores cerámicos de alta Tc”, IPN-ESFM (2000)*.
- [35] H. Montiel, G. Alvarez, M. P. Gutiérrez, R. Zamorano and R. Valenzuela, *J. Alloys comp.* 369, 141 (2004).
- [36] G. Alvarez y R. Zamorano, *J. Alloys. Comp.* 369,231(2004).
- [37] A. Yelon, D. Ménard, M. Britel and Ciureanu, *App. Phys. Lett.* 69, 3084 (1996).

-
- [38] T. Óvari, H. Chiriac, M. Vasquez and A. Hernando, *IEEE Trans. Mag.* 3445, 36 (2000).
- [39] D. P. Makhnovskiy, L. V. Panina and J. Mapps, *Phys. Rev. B.* 63, 144424, (2001).
- [40] L. Wang, F.S. Li, *J. Magn. Magn. Mater.*, 223, 233-237 (2001).
- [41] R.S. Beach and A.E. Berkowitz, *J. Appl. Phys.* 76, 6209 (1994).
- [42] M. Domínguez, J.M. García-Beneytez, M. Vázquez, S.E. Lofland and S.M. Baghat, *J. Magn. Magn. Mater.*, 249, 117 (2002).
- [43] H. Montiel, *Appl. Phys. Lett.* 86, 072503 (2005).
- [44] H. Montiel, G. Alvarez, E. Mata, I. Betancourt, R. Zamorano, J. Saniger and R. Valenzuela, *VIII International Workshop of Non-crystalline Solids, Gijón, Spain, June (2006)*.
- [45] H. Montiel, G. Alvarez, R. Zamorano, R. Valenzuela, *J. Non Crystalline Solids*, 353, 908 (2007).