

Tesina de Licenciatura

PROPIEDADES MAGNETICAS DE  
CINTAS DE ALEACIONES NANOPERM

Pablo Álvarez Alonso

\*\*\*\*\*

**Universidad de Oviedo**

Directores:

Blanca Hernando Grande

Jesús Daniel Santos Rodríguez

Septiembre 2006

# Índice general

<b>1. Introducción</b>	<b>2</b>
1.1. Aleaciones amorfas y nanocristalinas . . . . .	2
1.2. Conceptos básicos de Magnetismo . . . . .	6
1.2.1. Campo magnético . . . . .	6
1.2.2. Dominios magnéticos y procesos de imanación . . . . .	10
1.2.3. Anisotropías magnéticas . . . . .	11
1.2.4. Magneto-Impedancia . . . . .	13
<b>2. Procedimiento Experimental</b>	<b>17</b>
2.1. Fabricación y tratamiento de las cintas . . . . .	17
2.2. Medidas de Termogravimetría . . . . .	18
2.3. Medida de los Ciclos de Histéresis . . . . .	21
2.4. Determinación del Coeficiente de Magnetostricción . . . . .	23
2.5. Estudio del efecto de la Magneto-Impedancia . . . . .	25

<b>3. Resultados y discusión</b>	<b>28</b>
3.1. $Fe_{91}Zr_7B_2$ . . . . .	29
3.1.1. Ciclos de Histéreis . . . . .	29
3.1.2. Espectros . . . . .	30
3.1.3. Magneto-Impedancia . . . . .	33
3.2. $Fe_{88}Zr_8B_4$ . . . . .	36
3.2.1. Ciclos de Histéresis . . . . .	36
3.2.2. Espectros . . . . .	37
3.2.3. Magneto-Impedancia . . . . .	39
3.3. $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$ . . . . .	42
3.3.1. Ciclos de Histéresis . . . . .	42
3.3.2. Espectros . . . . .	44
3.3.3. Magneto-Impedancia . . . . .	45
<b>4. Conclusiones y futuros trabajos</b>	<b>51</b>

## Agradecimientos

Me gustaría agradecerle a mi directora, Blanca Hernando Grande, su comprensión, su guía y sus explicaciones a lo largo de toda la investigación que he llevado a cabo, y a mi director, Jesús Daniel Santos Rodríguez, su paciencia ayudándome a escribir este trabajo, al igual que sus sugerencias, explicaciones y comentarios.

Gracias a Jesús Olivera por ayudarme en el laboratorio en mis primeros pasos en la investigación, y con el que el transcurso del tiempo en el laboratorio se hizo más ameno.

A Maria José Pérez por permitirme realizar medidas con la balanza de Faraday y explicarme el funcionamiento de esta técnica.

También a Pedro Gorría por darme ánimos y preocuparse por el transcurso de mi investigación.

Agradezco a Víctor de la Prida y a Maria Luisa Sánchez todas sus explicaciones y consejos.

Quiero dar las gracias a mis amigos y a mis padres, que me han apoyado y ayudado en todo lo que han podido, sobre todo en los malos momentos, que por suerte han sido pocos.

Y por último, aunque por ello no menos importante, gracias a mi novia, Bea, por aguantar mis charlas sobre mi trabajo y ser tan comprensiva por esos momentos que no he podido pasar con ella debido al trabajo.

## Resumen

Los *vidrios metálicos* han sido objeto de estudio debido a las diferentes propiedades que poseen en comparación con sus homólogos cristalinos. Presentan unas buenas propiedades magnéticas, eléctricas y mecánicas, por lo que existe un amplio abanico de posibles aplicaciones de estos materiales: sensores de tensión mecánica, de campos magnéticos y de temperatura, transductores, memorias magnéticas,...

Tras el descubrimiento de la *Magneto-Impedancia* en *vidrios metálicos* [1] han aparecido una gran cantidad de aplicaciones relacionadas con este efecto, sobre todo como sensores de campo magnético y de esfuerzos mecánicos.

Los *vidrios metálicos* denominados *NANOPERM* (basados en *Fe* con presencia de *Zr* y *B* en distintas proporciones) fueron desarrolladas en 1989 en el laboratorio del profesor Masumoto. Posteriormente, Suzuki y Kataoka utilizaron la técnica del *enfriamiento ultrarrápido* para fabricar cintas de estas composiciones.

Sus propiedades fueron estudiadas inicialmente por Suzuki, y actualmente están siendo objeto de numerosos estudios debido principalmente a las excelentes propiedades magnéticas que presentan, como alta *imanección a saturación* y alta *permeabilidad*, que se obtienen mediante recocidos bajo condiciones óptimas, formándose la estructura nanocristalina [2].

El objetivo de este trabajo es caracterizar magnéticamente cintas *NANOPERM* de distintas composiciones, y estudiar cómo varía la impedancia con el campo magnético, efecto conocido como *Magneto-Impedancia (MI)*, tanto en el estado *as-quenched* como tras recocerlas durante una hora a  $600^{\circ}\text{C}$ . Se ha elegido este tipo de materiales porque presenta un comportamiento magnético muy prometedor, sobre todo tras la nanocristalización, para obtener un fuerte efecto de la *Magneto-Impedancia*, así como muy buena sensibilidad al campo magnético, lo cual es deseable para diversas aplicaciones relacionadas con sensores magnéticos.

En el primer capítulo se introducen los conceptos empleados a lo largo del presente trabajo. En el segundo se detallan las diferentes técnicas experimentales utilizadas para caracterizar las muestras. Los resultados obtenidos se presentarán en el tercer capítulo.

# Capítulo 1

## Introducción

### 1.1. Aleaciones amorfas y nanocristalinas

Los *vidrios metálicos* son materiales en los que no existe orden más allá de unas pocas veces la distancia interatómica (orden de corto alcance). Son sólidos metaestables que tienden a relajarse estructuralmente hacia el estado cristalino.

Se pueden producir por varios métodos, siendo el principal la solidificación desde el estado líquido. En este método, conocido como *melt spinning* o *enfriamiento ultrarrápido*, la aleación fundida se enfría rápidamente por debajo de la temperatura de fusión hasta que la configuración atómica del líquido se congela a la *temperatura de transición vítrea*. Su estructura atómica es prácticamente la de un líquido, salvo porque los átomos están vibrando alrededor de unas posiciones más condensadas. La *temperatura de transición vítrea* no es única, y depende, al igual que la estructura de la aleación, de la velocidad de enfriamiento. Durante el proceso de fabricación de un vidrio por *enfriamiento ultrarrápido* se generan tensiones internas que determinan el comportamiento de la cinta enfriada o *as-quenched* debido a la *anisotropía magnetoelástica*. Se pueden relajar mediante recocidos por debajo de la temperatura de cristalización [4], [5], [6].

Estos materiales presentan una gran flexibilidad elástica, dado que el límite elástico es próximo al punto de fractura lo que garantiza un excelente comportamiento respecto

a la deformación, y una pequeña conductividad eléctrica, debido a la ausencia de orden de largo alcance, reduciéndose las pérdidas debidas a las corrientes parásitas inducidas. Además, las *temperaturas de Curie* de las aleaciones amorfas son generalmente más bajas que para las aleaciones cristalinas de igual composición [3]. En la figura 1.1 se muestra la curva esfuerzo-deformación o elongación de un material cualquiera, y en la figura 1.2 se representa la deformación en función del esfuerzo para una cinta amorfa.

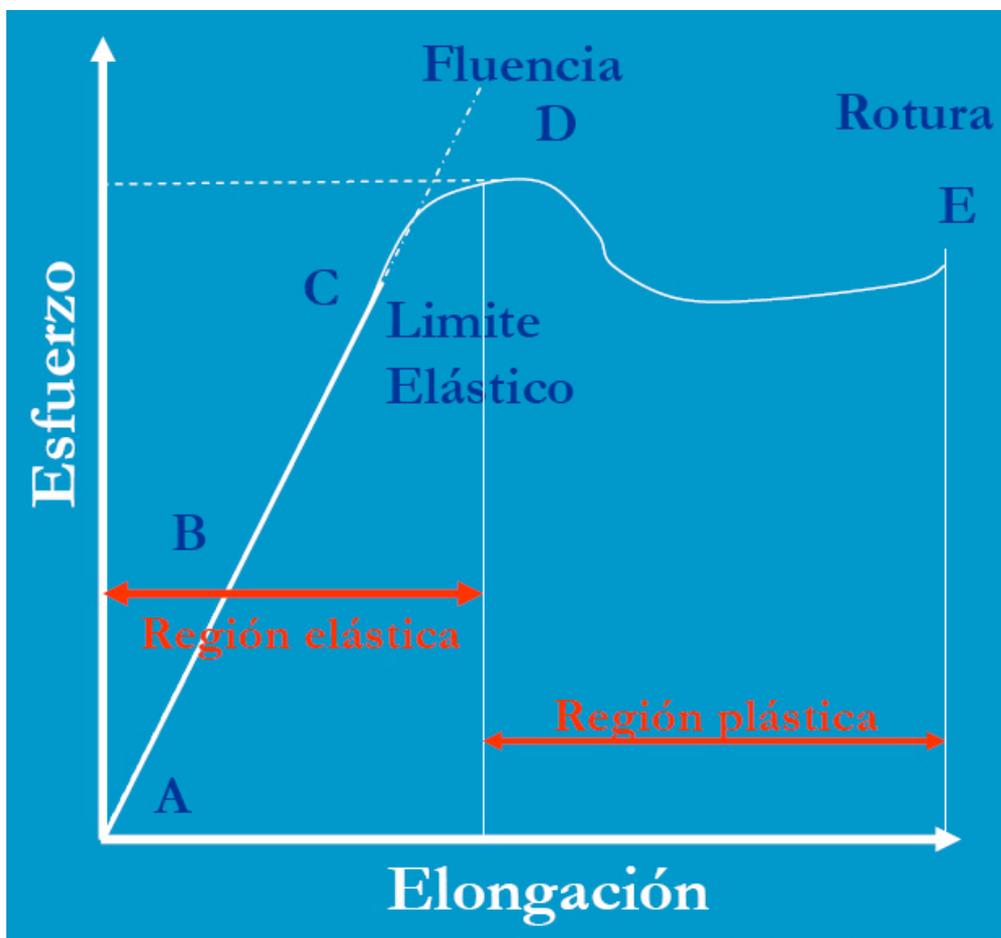


Figura 1.1: Curva esfuerzo-deformación de un material

Los materiales *nanoestructurados* obtenidos a partir de *vidrios metálicos* pueden considerarse como un conglomerado de granos cristalinos, cuyas dimensiones son del orden de unos pocos nanómetros, embebidos en una matriz amorfa. Estas partículas tienen sus ejes cristalinos orientados al azar y su dirección fluctúa de una partícula a otra.

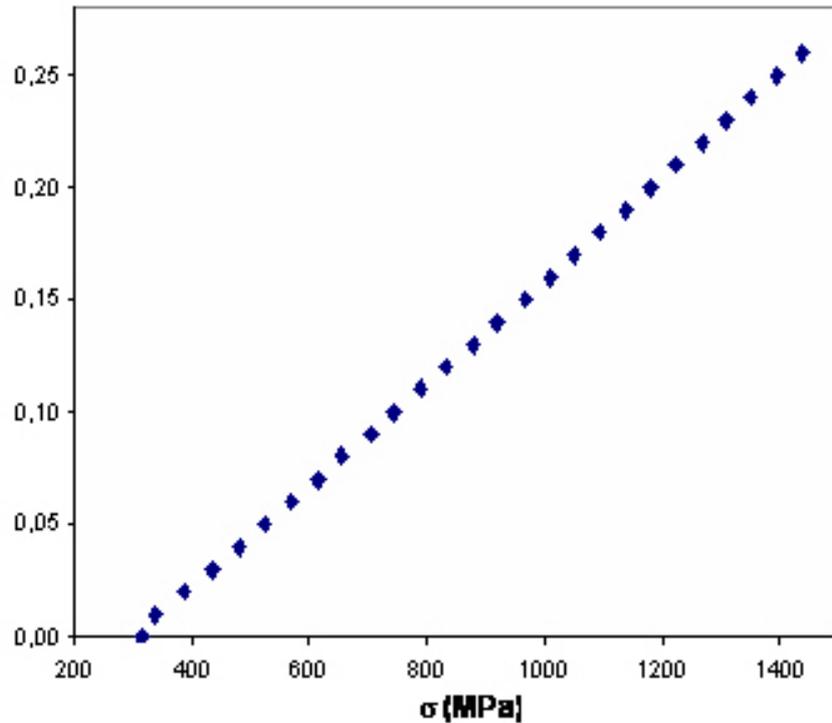


Figura 1.2: Deformación de una cinta amorfa en función de la tensión aplicada

Las características principales de este tipo de estructuras son [7]:

- Las propiedades de las fronteras gobiernan las propiedades macroscópicas con gran frecuencia.
- Son estructuras metaestables.
- La periodicidad translacional de la red es de corto alcance debido a las pequeñas dimensiones de los granos.

Se pueden obtener estructuras granulares mediante el recocido de una aleación amorfa. Las aleaciones amorfas tienen *resistividades* eléctricas  $\rho$  del orden de  $200 \mu\Omega \text{ cm}$ . Cuando se alcanza el estado nanocristalino,  $\rho$  disminuye hasta valores cercanos a  $50 \mu\Omega \text{ cm}$ .

Las aleaciones amorfas que presentan interés por sus propiedades magnéticas están basadas en metales 3d (*metales de transición*) o 4f (*tierras raras*) [2], [5]. Existen tres clases principales de este tipo de aleaciones: Metal de Transición (MT)–Metaloide (M), Metal de Transición Final (MTF)–Metal de Transición Temprano (MTT) y Tierra Rara (TR)–Metal

de Transición.

Las aleaciones MT–M contienen aproximadamente un 80 % de *Fe*, *Co* o *Ni*, y el resto puede ser *B*, *C*, *Si*, *P* o *Al*; normalmente se necesitan velocidades de enfriamiento del orden de  $10^5 - 10^6 K/s$  para evitar la cristalización, por lo que se suelen preparar mediante la técnica de *enfriamiento ultrarrápido*. Al añadir el metaloide se favorece su formación ya que disminuye la temperatura de fusión de la aleación y aumenta la *temperatura de transición vítrea*, por lo que la probabilidad de poder enfriar a través de este intervalo sin inducir la cristalización de la aleación aumenta; del mismo modo, se alteran sus propiedades magnéticas, puesto que el metaloide cede electrones a la capa *d* del átomo magnético.

Los *vidrios metálicos* MTF–MTT contienen alrededor de un 10 % de *Zr*, *Nb*, *Hf*, ..., pero se le suele añadir *B* para incrementar la región de formación. Suelen fabricarse mediante la misma técnica que en el caso anterior y sus propiedades son muy parecidas. Se suele añadir en ambos tipos de aleaciones metales nobles, como *Cu*, *Ag*, *Au*, ..., para favorecer la nucleación de los granos nanocristalinos ferromagnéticos.

Las aleaciones *FeZrB* (*Cu*) han sido patentadas con el nombre de *NANOPERM*. Son aleaciones en las que se puede obtener el estado nanocristalino mediante tratamientos térmicos. En ellas, la *temperatura de Curie* aumenta con el contenido de *Zr* [8].

En el caso de aleaciones TR–MT, se preparan por deposición, y presentan propiedades magnéticas más duras que las anteriores.

Los *vidrios metálicos* basados en *Fe-Co* muestran una gran *imanación a saturación* ( $M_s$ ) y altas *temperaturas de Curie*. Presentan *magnetostricción* muy pequeña, lo que conlleva alta *permeabilidad*. Los basados en *Fe* tienen mayor  $M_s$  que los basados en *Co* o en *Ni*, pero al tener mayor *magnetostricción* ( $\lambda_s \approx 20 \cdot 10^{-6}$ ) se reduce su *permeabilidad*.

En el caso de vidrios metálicos basados en *Fe*, los metaloides se pueden describir como sustitucionales (*P*, *Si*, *Ge*) o intersticiales (*B*, *C*). El grupo intersticial aumenta la *temperatura de Curie* ( $T_c$ ) más que el sustitucional de igual valencia. En ambos grupos, el momento magnético y la  $T_c$  aumenta con el radio del átomo metaloide [5].

Al obtener el estado nanocristalino de un material rico en *Fe* se mejoran las propiedades magnéticas debido al acoplo entre los nanocristales de *Fe*. En las aleaciones con composición, en tantos por ciento atómico, dentro del intervalo 70-80 % de *Fe* y 20-30 %

de átomos metaloides como  $B, Si, P$ , un recocido a temperaturas en el intervalo 400-500°C produce la *cristalización primaria* del sistema,  $T_{x_1}$ , en la que se forma una mezcla de dos fases: nanocristales de  $Fe$  embebidos en una matriz amorfa. A temperaturas por encima de la *temperatura de cristalización secundaria*,  $T_{x_2}$ , se produce la cristalización de la matriz amorfa y el crecimiento de la fase cristalina del  $Fe$ . Pero normalmente estos dos procesos se superponen, por lo que no se llega al estado nanocristalino.

Sin embargo, la adición de otros metales cambia la cinética de la cristalización drásticamente: con el  $Cu$  la *temperatura de cristalización primaria* disminuye, mientras que añadiendo otros metales de transición la *temperatura de cristalización secundaria* aumenta por encima de 700°C [2], [9], [10].

Las aleaciones  $FeZrB(Cu)$  nanocristalizadas pueden presentar dos fases, una  $\alpha-Fe$  pura o conteniendo una pequeña cantidad de  $Zr$  y/o  $B$  y una amorfa. Para tamaños de grano  $< 100\text{ nm}$ , el *campo coercitivo* disminuye con el tamaño de grano. Tanto el tamaño de los granos de la fase nanocristalina como el acoplamiento entre ellos y la fase amorfa, son esenciales para obtener propiedades magnéticas blandas [2], [9], [11].

## 1.2. Conceptos básicos de Magnetismo

Para conseguir una buena caracterización de los materiales magnéticos, es necesaria una buena comprensión de los aspectos físicos influyentes en el sistema. Aquí se exponen algunas ideas generales sobre Magnetismo que serán útiles para entender las distintas propiedades de las muestras.

### 1.2.1. Campo magnético

*Coulomb* descubrió que hay dos tipos de cargas magnéticas o polos, llamados Norte y Sur. Dos polos del mismo tipo se repelen, y los de diferente carga se atraen, según la ley de Coulomb:

$$\mathbf{F}_{12} = \frac{1}{4\pi\mu_0} \frac{p_1 p_2}{r_{12}^2} \hat{\mathbf{u}}_{12} \quad (1.1)$$

siendo  $\mu_0$  la *permeabilidad* en el vacío. Un polo magnético  $p_0$  crea un campo a su alrededor, que produce una fuerza en  $p_1$  dada por:

$$\mathbf{F}_{01} = p_1 \mathbf{H} \quad (1.2)$$

$\mathbf{H}$  se conoce con el nombre de *Intensidad del campo magnético*.

Considérense dos polos de intensidad  $p$  separados por una distancia  $l$ . Se denomina *momento magnético* a  $m = pl$ .

Se define *imanación* de un material como:

$$\mathbf{M} = \sum \frac{\mathbf{m}_i}{v} \quad (1.3)$$

siendo  $m_i$  el momento magnético del átomo  $i$ -ésimo, y  $v$  el volumen del material.

La razón entre  $dM$  y  $dH$  se denomina *susceptibilidad*:

$$\chi = \frac{dM}{dH} \quad (1.4)$$

Los materiales con  $\chi < 0$  son *diamagnéticos*; si  $\chi > 0$  son *paramagnéticos*, y los *ferromagnéticos* se caracterizan por  $\chi \gg 0$  [12]. Para los dos primeros,  $|\chi| \leq 10^{-3}$ , y  $|\chi| \geq 10$  para los *ferromagnéticos* [4].

Las propiedades magnéticas de un material están determinadas no sólo por la *imanación*, sino por el modo en que ésta varía con el campo magnético. Las curvas  $M$  vs.  $H$  se denominan *curvas de imanación*. En el caso de materiales *para* y *diamagnéticos* son lineales. Los *ferromagnéticos* presentan un comportamiento no lineal, lo que implica que  $\chi$  depende de  $\mathbf{H}$ . Además, se producen dos efectos que diferencian estas curvas de las correspondientes a los materiales *para* y *diamagnéticos*:

- Para valores suficientemente altos de  $H$ ,  $M$  se vuelve constante; se dice que se ha llegado a la saturación ( $M_s$ ). Es el valor máximo de la imanación de la muestra, cuando todos los momentos magnéticos están orientados en la dirección del campo  $\mathbf{H}$ .
- $M$  tiene un comportamiento histerético con respecto a  $H$ , es decir, depende del campo aplicado con anterioridad. Esto es debido a que la orientación de los dominios no es completamente reversible. Por ello las curvas de imanación para los materiales *ferromagnéticos* se denominan ciclos de histéresis.

Se pueden obtener otras características muy importantes de estos materiales a partir de los *ciclos de histéresis* (ver figura 1.3):

- *Remanencia*: es la imanación permanente del material cuando se reduce el campo magnético a cero (En la figura 1.3 es la magnitud denominada  $M_r$ ).
- *Campo coercitivo*: es el campo necesario que hay que aplicar para que se anule la imanación de remanencia (Viene denotada por  $H_c$ ).
- *Campo de anisotropía*: es un campo efectivo con magnitud tal que ejerce la misma rotación sobre  $M_s$  que la anisotropía del material.

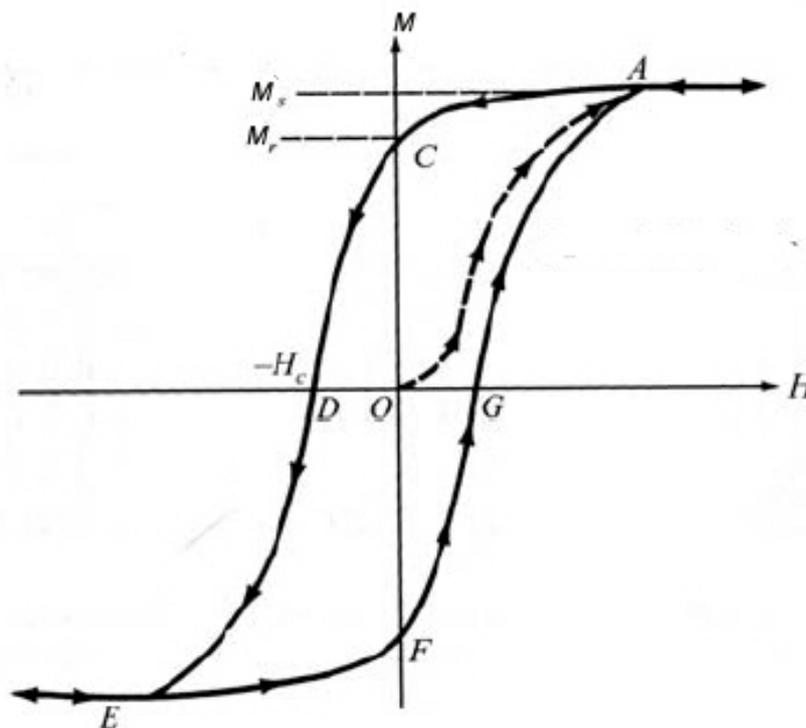


Figura 1.3: Ciclo de histéresis de un material ferromagnético

Los materiales magnéticamente duros son aquellos que requieren campos magnéticos altos para alcanzar la saturación y presentan campos coercitivos superiores a  $100 Oe$ , mientras que los blandos se saturan con campos más pequeños y sus campos coercitivos son inferiores a  $1 Oe$ .

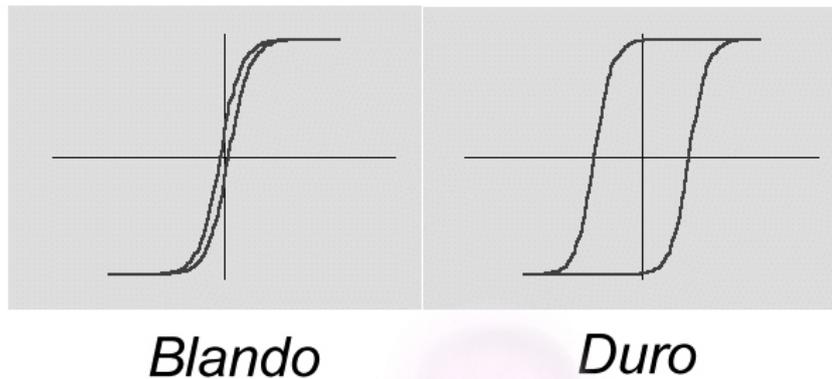


Figura 1.4: Ciclos de histéresis de materiales blandos y duros

Al menos se han identificado cinco efectos que contribuyen a la coercitividad:

- Fluctuaciones intrínsecas de las energías de canje y anisotropías locales.
- Agrupaciones de regiones ordenadas mediante interacción de corto alcance.
- Irregularidades superficiales.
- Efectos de relajación debido a la reordenación estructural local.
- Anclaje de las paredes de dominio por defectos en aleaciones magnetostrictivas.

Otra característica importante de los materiales *ferromagnéticos* es la *Temperatura de Curie*, que indica la transición desde el estado *ferromagnético* al *paramagnético*, debida a la agitación térmica de los momentos magnéticos, que contrarresta la tendencia a alinearse entre ellos.

La *inducción magnética* se obtiene a partir de  $\mathbf{M}$  y  $\mathbf{H}$ :

$$\mathbf{B} = \mu_0 (\mathbf{H} + \mathbf{M}) \quad (1.5)$$

El *flujo del campo magnético* a través de un elemento diferencial de superficie con vector normal  $\hat{\mathbf{n}}$  se define

$$\Phi = \mathbf{B} \cdot \hat{\mathbf{n}} \Delta A \quad (1.6)$$

El flujo total a través de la superficie vendrá dado por:

$$\Phi = \int \mathbf{B} \cdot \hat{\mathbf{n}} \, dA \quad (1.7)$$

Si se trata de un campo  $\mathbf{B}$  constante en todo el área de una bobina de  $N$  vueltas, el flujo es igual a:

$$\Phi = NBA \cos \theta \quad (1.8)$$

Si el flujo magnético a través de un circuito varía por cualquier medio, se induce una *fuerza electro-motriz* que es igual en magnitud a la variación por unidad de tiempo del flujo inducido en el circuito. Como esta fem es el trabajo realizado por unidad de carga, debe existir un campo eléctrico inducido. De este hecho se obtiene la *Ley de Faraday*:

$$\oint \mathbf{E} \, d\mathbf{l} = -\frac{d\Phi}{dt} \quad (1.9)$$

Un flujo que cambia con el tiempo en un medio metálico genera unas corrientes eléctricas denominadas *corrientes de Foucault*. El calor producido no sólo constituye una pérdida de potencia, sino que hay que disiparlo. La pérdida de potencia puede reducirse aumentando la resistencia de los caminos posibles que han de seguir las *corrientes de Foucault* [12].

### 1.2.2. Dominios magnéticos y procesos de imanación

La componente de la imanación de una muestra ferromagnética sin campo aplicado en cualquier dirección es generalmente nula. Para explicarlo, Weiss propuso la existencia de *dominios magnéticos*, en cada uno de los cuales los momentos magnéticos atómicos están alineados, aunque los momentos de dominios diferentes no apuntan necesariamente en la misma dirección. Los dominios están separados por unas regiones de transición llamadas *paredes*.

Aunque una muestra ferromagnética puede no tener un momento magnético total, se le puede inducir colocándola en un campo magnético que alinee los momentos totales de los dominios. La observación de los dominios y su evolución con el tiempo muestra que las orientaciones de la imanación en los dominios forman una distribución discreta.

Los procesos de imanación son aquellos que alteran la imanación de un material. Existen dos mecanismos mediante los cuales se producen. En uno, el volumen de los dominios

orientados favorablemente con respecto al campo crece a expensas de los orientados más desfavorablemente; existe un desplazamiento de paredes de dominios. En el otro, la imanación de los dominios rota hacia la dirección del campo.

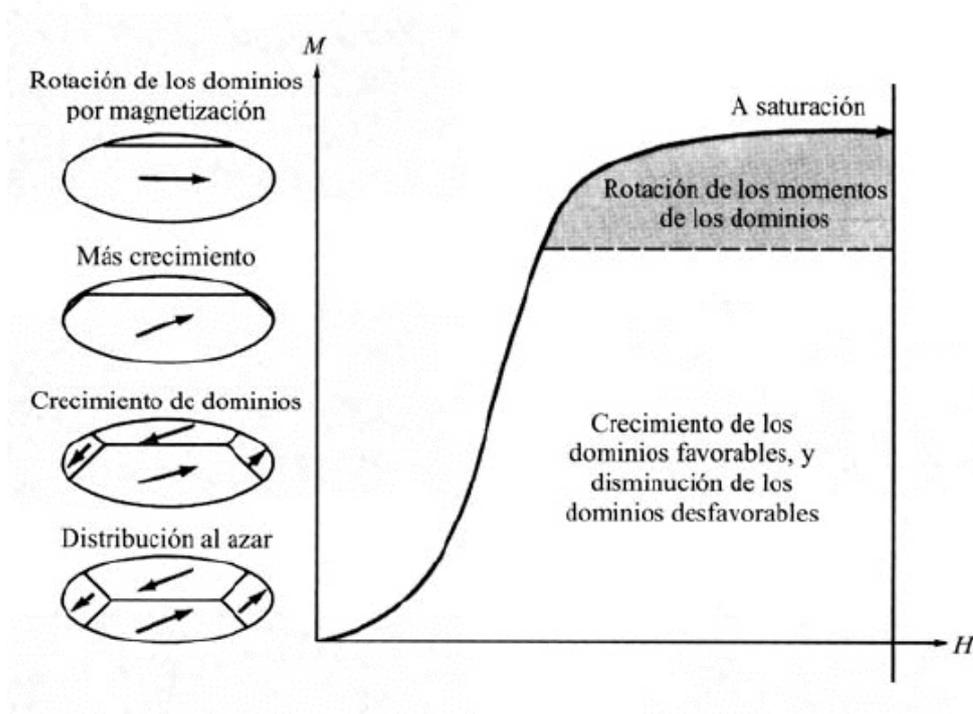


Figura 1.5: Procesos de imanación en función del campo magnético aplicado

Ambos procesos se pueden dar reversible e irreversiblemente, dependiendo de la intensidad del campo y la naturaleza del material [13]. El predominio de un proceso de imanación sobre otro determina la *permeabilidad* y el *campo coercitivo* para cada aleación [5].

### 1.2.3. Anisotropías magnéticas

Cuando un material no se comporta, desde el punto de vista magnético, de igual forma en todas las direcciones, se dice que tiene anisotropía magnética.

Hay diferentes tipos de anisotropía:

- Anisotropía de forma.
- Anisotropía magnetoelástica.

- Anisotropías inducidas.
- Anisotropía de canje.
- Anisotropía cristalina o magnetocristalina.

de las cuáles las cuatro primeras pueden ser determinantes en materiales amorfos.

La anisotropía *de forma* tiene su origen en el campo desimanador que se produce en la muestra imanada debido a la presencia de polos magnéticos. Si se imana un cuerpo mediante un campo y después se retira, la imanación disminuye bajo la acción del campo desimanador  $H_d$ . La energía magnetoestática almacenada viene dada por:

$$E_{me} = -\frac{1}{2} \mu_0 \mathbf{H}_d \cdot \mathbf{M} \quad (1.10)$$

Teniendo en cuenta que en un elipsoide  $\mathbf{H}_d = -N_d \cdot \mathbf{M}$ , se puede reescribir,

$$E_{me} = \frac{1}{2} \mu_0 N_d M^2 \quad (1.11)$$

con  $N_d$  el factor desimanador en la dirección de  $\mathbf{M}$ .

Considérese un elipsoide; a cada eje  $a, b, c$  le corresponde un factor desimanador, estando los tres relacionados por  $N_a + N_b + N_c = 1$ . Supóngase que la imanación  $M$  tiene por cosenos directores  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ , entonces la energía debida al campo desimanador puede expresarse:

$$E_{me} = \frac{1}{2} \mu_0 M^2 (N_a \alpha_1^2 + N_b \alpha_2^2 + N_c \alpha_3^2) \quad (1.12)$$

que en el caso de los elipsoides de revolución ( $N_b = N_c$ ), se tiene:

$$E_{me} = \frac{1}{2} \mu_0 M^2 (N_a - N_b) \cos^2 \theta \quad (1.13)$$

donde  $\theta$  es el ángulo formado por  $\mathbf{M}$  y el eje de revolución. El factor desimanador en la dirección del eje depende exclusivamente del cociente entre la longitud y el diámetro de la sección transversal. Si  $a \gg b$  (caso límite de una cinta),  $N_a \rightarrow 0$  y  $E_{me}$  se minimiza para  $\theta = 0$ .

Anisotropía *magnetoelástica*: en general, al someter un material magnético a la acción de un campo magnético, sus dimensiones cambian. La deformación longitudinal inducida magnéticamente se representa por  $\lambda$  [14].

Si se imana la muestra hasta la saturación, el valor de  $\lambda$  obtenido se llama *magnetostricción a saturación* ( $\lambda_s$ ). En materiales amorfos,  $\lambda_s$  es un escalar.

Por otro lado, la imanación depende del estado de deformación del entorno de cada átomo, ya que la deformación cambia las distancias y las orientaciones de los átomos vecinos. Por tanto, una tensión aplicada a la muestra varía su estado de imanación.

Si admitimos que la magnetostricción es isótropa, la energía magnetoelástica toma la forma:

$$E_\sigma = -\frac{3}{2} \lambda_s \sigma \cos^2 \theta \quad (1.14)$$

siendo  $\theta$  el ángulo formado por  $\mathbf{M}$  y la dirección de  $\sigma$ . Por tanto, si  $\lambda > 0$ , la dirección de la imanación coincide con la dirección de aplicación de la tracción (suponiendo la anisotropía magnetoelástica preponderante) [7].

Las cintas presentan tensiones y compresiones distribuidas localmente debido a las fluctuaciones en la adherencia de la cinta a la rueda en el momento de su formación. Cuando  $\lambda_s \neq 0$ , aparece un laberinto de dominios debido a que la anisotropía *magnetoelástica* no es uniforme [5].

Las cintas *NANOPERM* nanocristalizadas tienen  $\lambda_s \approx 10^{-7}$  debido a las contribuciones puestas de la matriz amorfa y de los nanocristales de *Fe* [9].

#### 1.2.4. Magneto-Impedancia

El efecto de la *Magneto-Impedancia* (*MI*) consiste en la variación de la impedancia compleja de un conductor ferromagnético al aplicar un campo magnético estático ( $H$ ) mientras se le hace pasar una corriente alterna de frecuencia  $f$  [9]. Por lo tanto también existe una dependencia de las componentes de la impedancia con el campo y la frecuencia de la corriente aplicada, es decir:

$$Z(f, H) = X(f, H) + iY(f, H) \quad (1.15)$$

donde  $Z$  es la impedancia del material,  $X$  es la componente real, e  $Y$  la imaginaria.

La *Magneto-Impedancia* ha sido observada en materiales magnéticamente blandos de diferentes geometrías (cintas, hilos, películas), tanto en estado amorfo como nanocristalino.

El modelo teórico que describe el efecto de  $MI$  se basa en la resolución de las ecuaciones de Maxwell y las ecuaciones de movimiento de Landau-Lifshitz. Sin embargo, la solución exacta es prácticamente imposible de obtener, salvo en la geometría cilíndrica, por lo que hay que tomar ciertas aproximaciones [15].

Para un conductor en forma de cinta de longitud  $L$  y sección  $q$  por el que circula una corriente alterna, el campo eléctrico es paralelo al eje de la cinta y el vector magnético  $\mathbf{H}_{AC}$  se encuentra en el plano perpendicular (ver figura 1.6).

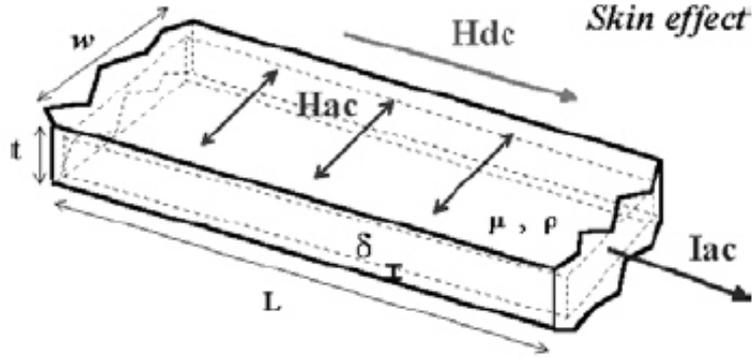


Figura 1.6: Esquema del efecto pelicular en una cinta [9]

Al aumentar la frecuencia, la corriente se concentrará fundamentalmente cerca de la superficie del conductor debido a la aparición de corrientes parásitas inducidas que contrarrestan la corriente alterna aplicada. La densidad de corriente decrece exponencialmente con parámetro de decaimiento  $\delta$ , el cual se denomina *profundidad de penetración*. Este fenómeno se conoce como *efecto pelicular* [16].

Cuando la intensidad de la corriente de excitación es pequeña, la impedancia vendrá dada por

$$Z = R_{DC} \frac{j_z(S)}{\langle j_z \rangle_q} \quad (1.16)$$

siendo  $j_z$  la densidad de corriente en la dirección del eje de la cinta.  $S$  hace referencia al valor de  $j_z$  en la superficie, y  $\langle \rangle_q$  al valor promedio en la sección perpendicular.

Sustituyendo  $j_z(\mathbf{r})$ , se tiene

$$Z = R_{DC} k \frac{t}{2} \coth \left( k \frac{t}{2} \right) \quad (1.17)$$

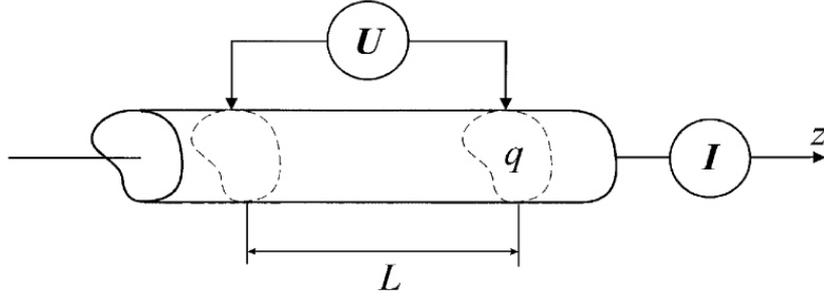


Figura 1.7: Parámetros utilizados en la determinación de la impedancia de un conductor [15]

siendo  $t$  el espesor de la cinta, y  $k = (1 - i)/\delta$  la constante de propagación. Por tanto, la impedancia del material depende de la *profundidad de penetración*  $\delta$ , la cual viene dada por la expresión

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi f \mu_t}} \quad (1.18)$$

donde  $f$  es la frecuencia de la corriente,  $\rho$  la resistencia  $\mu_t$  la *permeabilidad* transversal de la muestra.

La densidad de corriente  $\mathbf{j}(\mathbf{r})$  se puede obtener a partir de las ecuaciones de Maxwell, teniendo en cuenta que para un conductor ferromagnético  $\dot{D} = 0$ :

Aplicando el operador rotacional a

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{j} \quad (1.19)$$

y sustituyendo

$$\nabla \times \mathbf{j} = -\frac{\mu_0}{\rho} (\dot{\mathbf{H}} + \dot{\mathbf{M}}) \quad (1.20)$$

se obtiene

$$\nabla^2 \mathbf{H} - \frac{\mu_0}{\rho} \dot{\mathbf{H}} = -\frac{\mu_0}{\rho} \dot{\mathbf{M}} - \nabla (\nabla \cdot \mathbf{M}) \quad (1.21)$$

Conociendo  $\mathbf{M}(\mathbf{r}, t)$  se obtiene  $\mathbf{j}(\mathbf{r}, t)$ . Para determinar  $\mathbf{M}(\mathbf{r}, t)$  se utiliza la ecuación del movimiento de Landau-Lifshitz:

$$\dot{\mathbf{M}} = \gamma \mathbf{M} \times \mathbf{H}_{\text{eff}} - \frac{\alpha}{M_s} \mathbf{M} \times \dot{\mathbf{M}} - \frac{1}{\tau} (\mathbf{M} - \mathbf{M}_0) \quad (1.22)$$

donde  $\gamma$  es la constante giromagnética,  $\mathbf{H}_{\text{eff}}$  el campo efectivo que se obtiene a partir de la densidad de energía, y  $\mathbf{M}_0$  la imanación estática. El segundo término del miembro de la

derecha es la fuerza de Gilbert, que mantiene fija la longitud del vector  $\mathbf{M}$ , y el último es el término modificado de Bloch-Bloembergen, que describe algunos procesos de relajación en materiales con orden ferromagnético imperfecto [15].

Para un material no ferromagnético,  $\mu$  no depende de la frecuencia ni del campo aplicado. Sin embargo, en un material ferromagnético depende también de otros parámetros, como la amplitud del campo  $H_{AC}$ , la temperatura, ... El origen de la *Magneto-Impedancia* está en la dependencia de  $\mu$  con el campo  $H_{DC}$ . Se puede modificar induciendo anisotropías, aplicando tensiones o mediante cualquier mecanismo que modifique la *permeabilidad* y la estructura de dominios, [17], [18], que es lo que se ha hecho en este trabajo.

La impedancia también varía con la frecuencia, ya que cuando aumenta ésta, la región de la cinta por la cual circula la corriente disminuye del centro hacia la superficie. Para la llamada *frecuencia de relajación*,  $f_x$ , las paredes de los dominios no pueden seguir el campo AC, por lo que el principal proceso de imanación será la rotación de la imanación. Por este motivo la *permeabilidad* empieza a decrecer, y por tanto se produce una disminución en el efecto de la *Magneto-Impedancia*. Para frecuencias bajas, el proceso de imanación dominante puede, en general para aleaciones amorfas (de base *Co*) y nanocristalinas (de base *Fe*), consistir en desplazamientos y/o abombamiento de paredes [19], [20]. El efecto de *MI* se ha observado para frecuencias a partir de 0,1 *MHz*, donde aparece el *efecto pelicular* [10], [15].

Dado que la *Magneto-Impedancia* presenta una gran sensibilidad al campo magnético y a las tensiones, se puede usar como herramienta en la evaluación de las propiedades magnéticas de los materiales, como el campo de anisotropía, la magnetostricción o los procesos de imanación, tanto en el estado amorfo como en el nanocristalino [21].

Si la frecuencia del campo alterno es suficientemente baja para que la muestra esté uniformemente imanada en su dirección transversal, la impedancia está relacionada con la *permeabilidad* mediante la fórmula  $\mu = -i(K/\omega)Z$ , siendo  $K$  un factor geométrico. A partir de ella se puede obtener información de cómo varían las componentes real e imaginaria de  $\mu$  con la frecuencia [22], [23]. Por ello, se puede utilizar la *Magneto-Impedancia* para estudiar el comportamiento de la *permeabilidad* tanto con la frecuencia como con el campo aplicado.

# Capítulo 2

## Procedimiento Experimental

### 2.1. Fabricación y tratamiento de las cintas

En la técnica de *enfriamiento ultrarrápido*, la aleación fundida se lanza sobre la superficie exterior de una rueda, habitualmente de cobre, que gira a gran velocidad, lo que obliga al líquido a enfriarse a temperatura ambiente o menor (puesto que la rueda puede estar a temperatura inferior a la ambiente al estar refrigerada), formándose una cinta de unas pocas decenas de micras de espesor al solidificar el fundido cuando entra en contacto con la rueda, puesto que los metales se caracterizan por su alta conductividad térmica. Mediante este método, se obtienen unas velocidades de enfriamiento del orden de  $10^5 - 10^6 K/s$ .

El proceso de fabricación de cintas por este método consta de los siguientes pasos [24]:

1. Una vez obtenida la *master alloy*, se introduce en un crisol hecho de cuarzo y con una tapa de nitruro de boro, y se funde en un horno de inducción mediante radiofrecuencias comprendidas entre 8 y 17 *kHz*.
2. La tapa posee una pequeña ranura en la parte inferior a través de la cual el material es expulsado mediante una sobrepresión de *Ar* de varios centenares de milibares, cayendo sobre la superficie de la rueda de cobre.

3. La aleación solidifica y se recoge en forma de cinta en un tubo situado a continuación de la rueda.

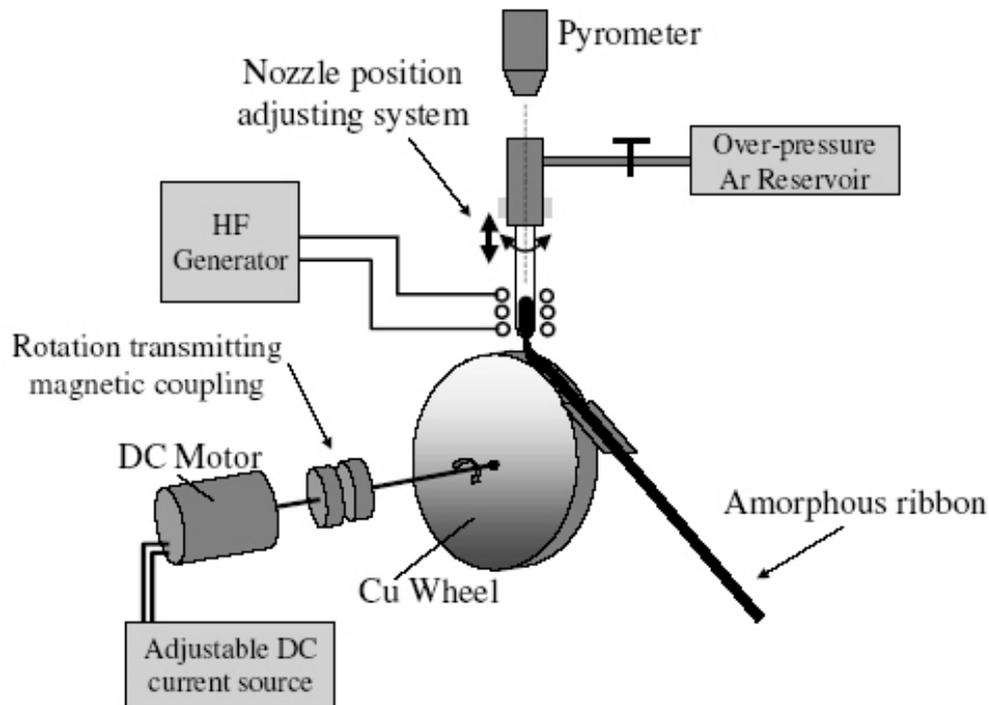


Figura 2.1: Esquema de la Rueda

Tras fabricar las muestras, se recocieron parte de ellas durante una hora a  $600^{\circ}\text{C}$  en un horno convencional en una atmósfera de *Ar* para poder estudiar la *Magneto-Impedancia* antes y después del tratamiento.

## 2.2. Medidas de Termogravimetría

Si se quieren determinar las posibles fases magnéticas de un material, se puede medir la variación de la *imanección a saturación* en función de la temperatura, lo que permite determinar la *temperatura de Curie* tanto de la fase amorfa como de la nanocristalina.

Para determinar  $M_s$  en función de la temperatura se utiliza el método de la *fuerza de Faraday*, que permite obtenerla a partir de la fuerza que se ejerce sobre una muestra magnética al colocarla en el seno de un campo magnético no uniforme [25].

Se emplea una *balanza magnética*, consistente en una balanza de precisión, que mide la fuerza sobre la muestra, y un electroimán cuyas piezas polares producen un campo dirigido a lo largo del plano horizontal con un gradiente en la dirección vertical. El gradiente se mantiene constante en una zona de dos centímetros que se haya próxima al máximo valor del campo. La muestra se coloca en esta posición de gradiente constante y campo máximo (ver figura 2.2). En el plano horizontal el campo se mantiene invariante en 2 cm. Para ver la variación con la temperatura, se le conecta un horno eléctrico controlado por ordenador [26].

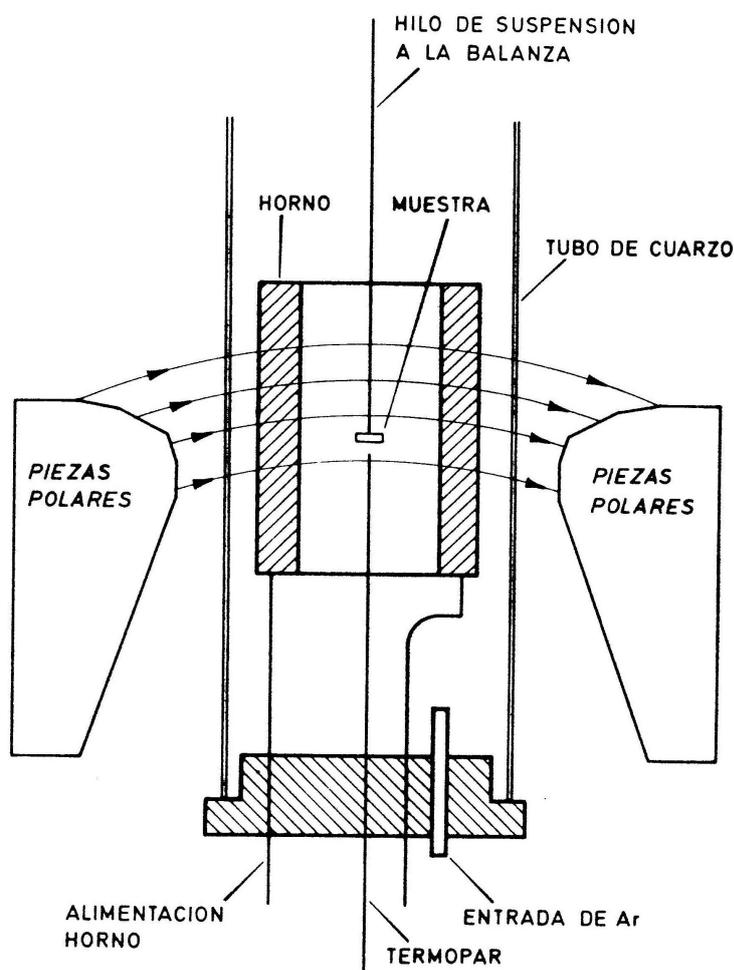


Figura 2.2: Esquema del sistema de medida [26]

Un campo magnético no uniforme en la dirección vertical  $\mathbf{H}(z)$  ejerce una fuerza sobre una muestra de volumen  $v$  e imanación  $\mathbf{M}$ . Si el campo magnético es suficiente para saturarla en la dirección horizontal, se tiene [4]:

$$F_z = \mu_0 M_s v \frac{dH}{dz} \propto M_s \quad (2.1)$$

lo que permite obtener  $M_s(T)$  conociendo  $F_z(T)$ .

Las muestras se colocan en un portamuestras suspendido de la balanza por medio de una cadena. La balanza consta de tres escalas de medida: 1, 10 y 100  $mg$ , con una sensibilidad de  $1 \mu g$  en la escala de 1  $mg$ , y está situada en una plataforma antivibratoria y conectada a un sistema de adquisición de datos controlado por ordenador.

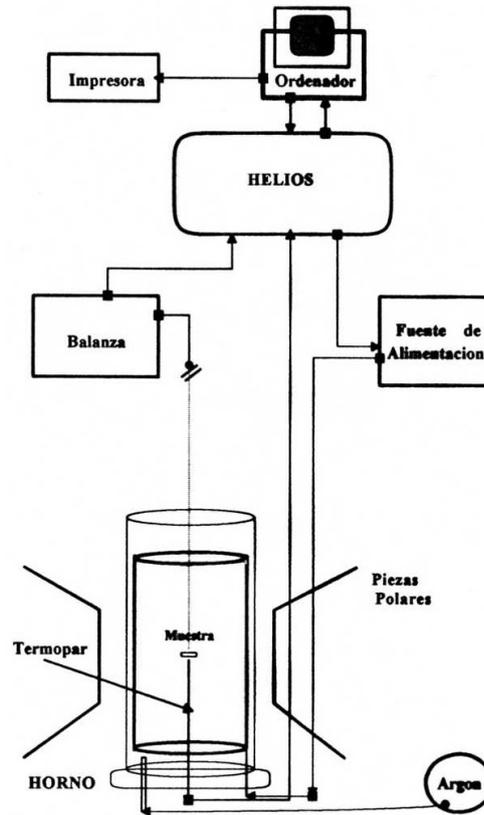


Figura 2.3: Sistema de adquisición de datos [26]

El horno eléctrico consiste en un cuerpo principal formado por un tubo cilíndrico de cuarzo con un arrollamiento de un hilo calefactor en espiral y en forma bifilar, lo que evita la existencia de un campo magnético en el interior del horno debido a la corriente que pasa por el hilo. El horno se introduce en un tubo de cuarzo que se cierra por un extremo acoplándolo a la balanza y por el otro mediante un tapón de teflón, el cual presenta unos orificios para la entrada de corriente de alimentación, flujo de  $Ar$  para evitar la oxidación de la muestra, y para introducir un termopar, que se usa para medir la temperatura de las muestras.

## 2.3. Medida de los Ciclos de Histéresis

La obtención de los ciclos de histéresis en la dirección de la cinta se puede realizar mediante la técnica de *inducción*, basada en la variación del flujo magnético en un solenoide conductor, denominado *secundario*, debido a la variación de la imanación de la muestra con el tiempo.

Para ello se precisa de un campo alterno, que en este caso está producido por un *carrete de Helmholtz* o *primario*. Una segunda bobina, llamada *compensador*, se emplea para restar la contribución al voltaje inducido por la variación de flujo debido al campo aplicado y al aire que hay en el secundario, de modo que a la señal total solamente contribuya la debida a la imanación de la cinta. Para ello, ambos solenoides se conectan en *serie-oposición*. El secundario ha de tener un tamaño inferior a la muestra para que las líneas de imanación sólo atraviesen la sección transversal de la bobina en los extremos de ésta. El *secundario* utilizado tiene 1500 vueltas, y fue arrollado a mano.

A partir de la *ley de Faraday* y considerando el flujo que atraviesa la sección transversal de un solenoide de  $N$  vueltas, se obtiene:

$$V = -NA \frac{dB}{dt} \quad (2.2)$$

De aquí se puede obtener  $B$  integrando:

$$B = -\frac{1}{NA} \int V dt \quad (2.3)$$

Al introducir un material ferromagnético en el secundario, el flujo vendrá dado por

$$\Phi = \mu_0 NA (M + H) \quad (2.4)$$

y por tanto, el voltaje inducido en el secundario será

$$V_s = -\mu_0 NA \frac{d(M + H)}{dt} \quad (2.5)$$

Por otro lado, el voltaje en el compensador, en el cual no hay muestra ferromagnética, es

$$V_c = -\mu_0 NA \frac{dH}{dt} \quad (2.6)$$

y al estar conectados en serie-oposición,

$$V_t = V_s - V_c = -\mu_0 N A \frac{dM}{dt} \quad (2.7)$$

Esta corriente inducida en las bobinas se lleva a un flúxmetro, dispositivo que se encarga de integrar la señal.

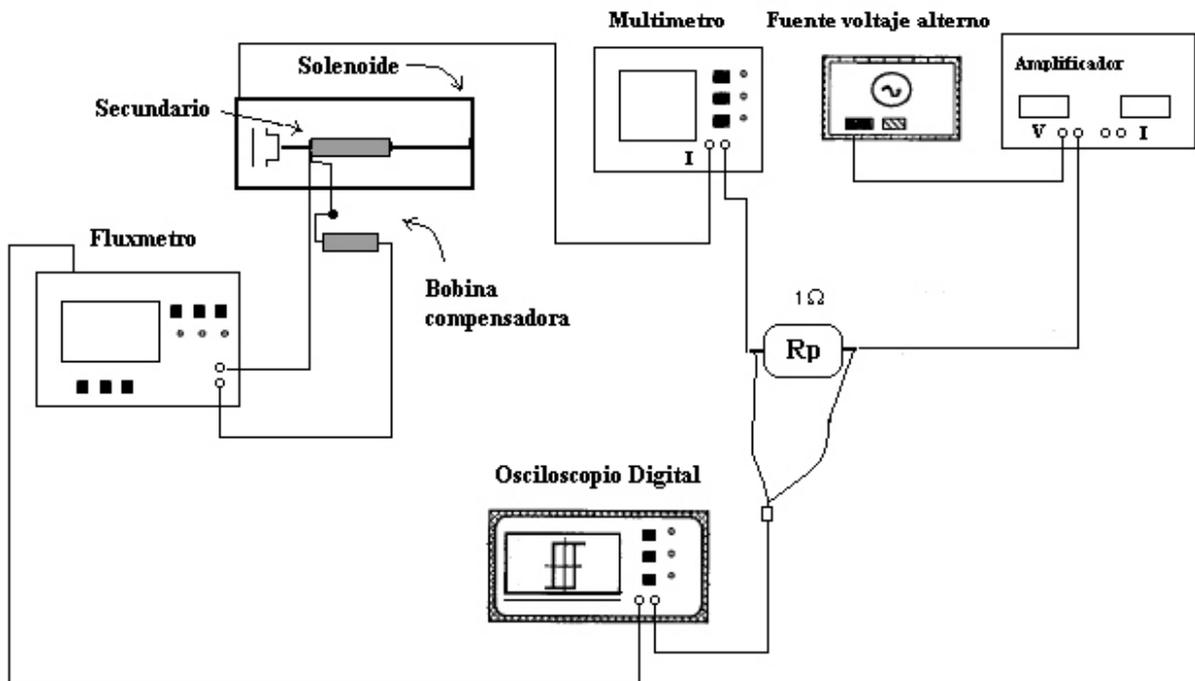


Figura 2.4: Medida de los ciclos de histéresis

Para producir un campo magnético sinusoidal se usó un generador de funciones, con el cual la amplitud y la frecuencia del campo se pueden controlar fácilmente. Dado que el campo así producido no es suficiente para saturar la muestra, la señal se amplifica mediante una fuente bipolar. La corriente amplificada alimenta el *carrete de Helmholtz*, de constante  $K = 71,73 \text{ Oe/A}$ .

La frecuencia empleada en las medidas fue 12 Hz. En todo momento el eje longitudinal de las cintas y del carrete se mantuvieron perpendiculares al campo magnético terrestre.

## 2.4. Determinación del Coeficiente de Magnetostricción

El método de *Small Angle Magnetization Rotation (SAMR)* es una forma indirecta de medir la magnetostricción de un material, y fue desarrollado por Narita *et al.* para materiales en forma de cinta [27].

En este método, la imanación se desvía un pequeño ángulo de la dirección de saturación por un campo magnético DC dirigido a lo largo del eje de la cinta, mediante un campo magnético alterno perpendicular, lo que induce una señal en un secundario coaxial a la cinta. Al aplicar una tensión mecánica se induce un cambio en el ángulo, por lo que se produce una variación de la señal en el secundario.

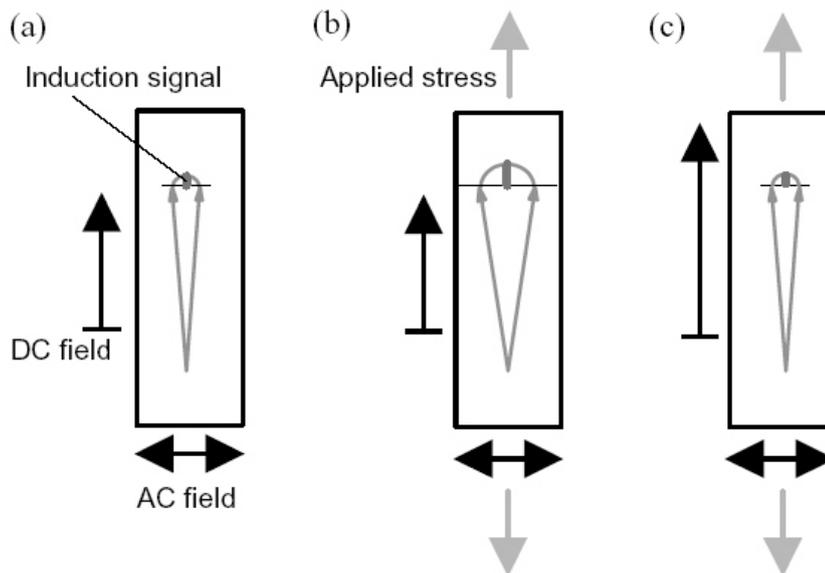


Figura 2.5: Variación del ángulo de la imanación con el campo DC y la tensión aplicados [14]

El cambio de anisotropía debido a la tensión mecánica se mide como el cambio necesario del campo DC bias para mantener constante la diferencia de potencial.

El campo AC se produce mediante una corriente alterna de unos pocos  $mA$  (*rms*), producida por un generador de funciones, que fluye a través de la cinta. Para el campo bias se utilizó el mismo *carrete de Helmholtz* que para los ciclos de histéresis.

El voltaje inducido en el secundario será:

$$V_{2f} = -N S \frac{d(\mu_0 M_s \cos \theta)}{dt} \quad (2.8)$$

siendo  $\theta$  el ángulo que se separa  $\mathbf{M}$  del eje de la cinta debido al campo perpendicular.

Al minimizar la densidad de energía total, teniendo en cuenta la forma de la muestra,

$$E = -\mu_0 H_{DC} M_s \cos \theta - \mu_0 H_{AC} M_s \sin \theta + 3/2 \lambda_s \sigma \sin^2 \theta + 1/2 \mu_0 M_s^2 \cos^2 \theta (N_a - N_b) \quad (2.9)$$

con respecto a  $\theta$ , se tiene

$$\sin \theta = \frac{H_{AC}}{H_{DC} + 3\lambda_s \sigma / M_s + M_s (N_b - N_a)} \quad (2.10)$$

asumiendo que  $\cos \theta = 1$  debido a que, al ser la corriente pequeña,  $\theta \ll 1$ .

El campo alterno tiene la forma  $H_{AC} = H_{acmax} \sin \omega t$ , por lo que

$$\sin \theta = \frac{H_{acmax}}{H_{DC} + 3\lambda_s \sigma / M_s + M_s (N_b - N_a)} \sin \omega t \quad (2.11)$$

El voltaje vendrá dado por la siguiente expresión:

$$V_{2f} = 1/2 N S \mu_0 M_s \omega \sin^2 \theta_{max} \sin 2\omega t \quad (2.12)$$

con  $\sin \theta_{max} = \frac{H_{acmax}}{H_{DC} + 3\lambda_s \sigma / M_s + M_s (N_b - N_a)}$

Debido a las inhomogeneidades locales (ver figura 2.6), el ángulo se encuentra desplazado ( $\theta(t) = \alpha + \theta_0 \sin \omega t$ ), lo que lleva a

$$V_{2f} = 1/2 N S \mu_0 M_s \omega \left( \cos \alpha \sin^2 \theta_{max} \sin 2\omega t + 2 \sin \alpha \sin \theta_{max} \cos \omega t \right) \quad (2.13)$$

El voltaje inducido presenta el armónico fundamental y el segundo armónico de la corriente, y contiene la información sobre la magnetostricción, ya que el primero es extremadamente pequeño y constante [27].

Al aumentar la tensión mecánica en la cinta, aumenta el *campo de anisotropía* si  $\lambda_s > 0$ , por lo que disminuye el voltaje inducido. Por tanto, para mantener  $V_{2f}$  constante hay que disminuir  $H_{DC} \Rightarrow H_k = \Delta H_{DC}$ . Para detectar este voltaje se utiliza una bobina, y un Lock-in se encarga de analizarlo y de eliminar mediante filtros la parte fundamental de

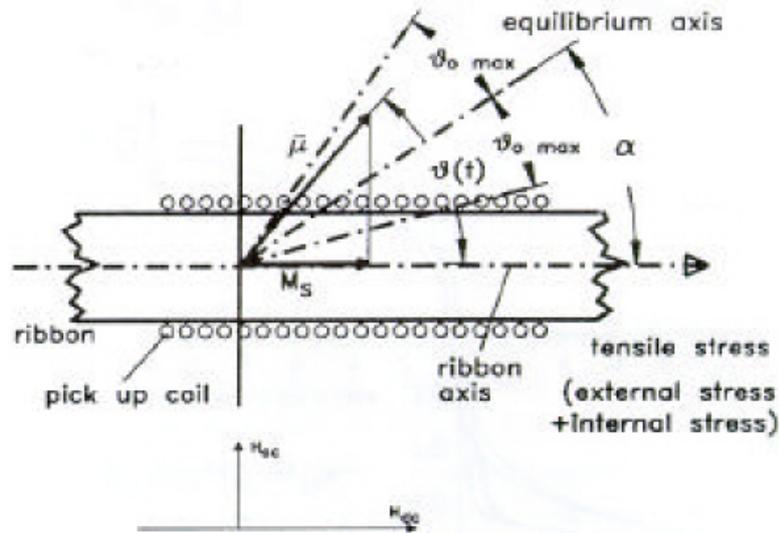


Figura 2.6: Rotación de la imanación en el plano de la cinta [14]

la señal. La tensión mecánica se consigue colocando distintos pesos en una plataforma que se encuentra suspendida de la cinta mediante un hilo.

El valor de la *constante magnetostrictiva* se obtiene como [14]

$$\lambda_s = -\frac{1}{3}\mu_0 M_s \frac{\Delta H_{DC}}{\Delta \sigma} \quad (2.14)$$

Las aleaciones amorfas exhiben una dependencia de la constante magnetostrictiva con el campo. Pero en este método el valor que se obtiene es el de la saturación, ya que los campos involucrados son mayores que el campo de saturación. Además, las tensiones aplicadas son pequeñas, lo que evita la dependencia de  $\lambda_s$  con la tensión.

## 2.5. Estudio del efecto de la Magneto-Impedancia

Para estudiar cómo varía la impedancia con el campo magnético para frecuencias menores de  $10 \text{ MHz}$ , se mide el voltaje en los extremos de las cintas mientras se le hace pasar una corriente con intensidad y frecuencia dadas, ya que  $Z$  se puede obtener a partir de la *ley de Ohm*. El voltaje se mide para valores determinados de  $H$ .

Se define la variación relativa de la *Magneto-Impedancia* para un campo dado con

respecto al campo máximo como

$$\frac{\Delta Z}{Z} (\%) = 100 \times \frac{Z(H) - (H_{max})}{Z(H_{max})} \quad (2.15)$$

El campo magnético se produce mediante un *carrete de Helmholtz* con una constante de  $27 \text{ Oe/A}$ . La cinta se coloca en el interior del carrete y se hace variar el campo a lo largo del eje de la cinta desde  $-100 \text{ Oe}$  hasta  $100 \text{ Oe}$ . La muestra se conecta en serie con una resistencia patrón de  $36,8 \Omega$ , y se les hace pasar una corriente alterna que induce una diferencia de potencial entre los extremos de la cinta. El voltaje se mide mediante un amplificador Lock-in, del que se obtienen tanto la parte real como la imaginaria.

La resistencia patrón sirve para determinar la fase entre las dos componentes del voltaje, puesto que, al tener solamente parte resistiva, el potencial entre sus extremos no tiene parte imaginaria.

La corriente empleada, producida por un generador de funciones, tenía una amplitud de  $8 \text{ mA (rms)}$ , fija para todas las medidas, y un rango de frecuencias variable entre  $1 \text{ kHz}$  y  $2 \text{ MHz}$ .

Se usó tintura de plata para realizar las conexiones entre la cinta y los cables, lo que evita tensiones en las cintas que podrían provocar cambios en los procesos de imanación debido a la anisotropía magnetoelástica.

Se midió la impedancia aumentando el campo desde  $-100$  hasta  $100 \text{ Oe}$ , lo que se denomina *rama up*, y disminuyendo desde  $100$  hasta  $-100 \text{ Oe}$  (*rama down*) para estudiar los posibles comportamientos histeréticos del efecto, así como la presencia de asimetrías.

Para determinar la *frecuencia de relajación* ( $f_x$ ) se realizó un espectro en frecuencias, tomando el valor de la impedancia para  $H = 100 \text{ Oe}$  y  $H = 0 \text{ Oe}$ .  $f_x$  viene dada por el máximo de la curva  $\frac{\Delta Z}{Z} (\%)$  vs.  $f$ .

Por otra parte, se define la *sensibilidad* como [9]:

$$s (\%/ \text{Oe}) = \frac{1}{HWHM} \left( \frac{\Delta Z}{Z} (\%) \right)_{max} \quad (2.16)$$

con  $HWHM$  la mitad de la anchura a media altura del pico de la curva  $\frac{\Delta Z}{Z} (\%)$  vs  $H$ . Esta es una característica muy importante para el uso de una cinta en sensores, pues indica la precisión para detectar variaciones en un campo magnético.

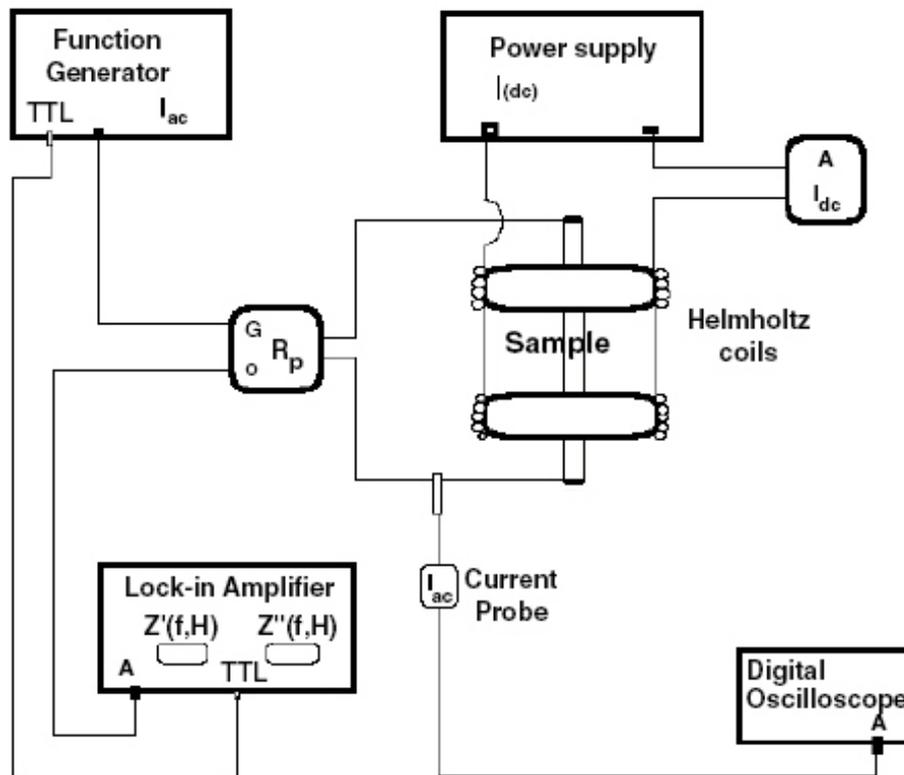


Figura 2.7: Esquema del sistema de medida de MI [9]

Todas las medidas se llevaron a cabo bajo condiciones normales de temperatura y presión.

# Capítulo 3

## Resultados y discusión

En este estudio se utilizaron tres cintas de composiciones *NANOPERM*, obtenidas mediante la técnica de *enfriamiento ultrarrápido* con las siguientes composiciones:  $Fe_{91}Zr_7B_2$ ,  $Fe_{88}Zr_8B_4$  y  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$ , que fueron recocidas durante una hora a  $600^\circ C$  en una atmósfera de *Ar* en un horno convencional, habiendo precalentado el horno previamente a fin de que el recocido sea isoterma. Esta temperatura es inferior a la de cristalización de cada una de las cintas.

Para las dos primeras no se observa *MI* en el estado *as-quenched* debido a que la *temperatura de Curie* es cercana a temperatura ambiente. Para la cinta  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$ ,  $T_c = 27^\circ C$ , por lo que tiene un comportamiento ferromagnético. En este caso se compararán los resultados obtenidos antes y después del recocido para ver cómo influye el tratamiento en la *Magneto-Impedancia*.

Las dimensiones de las muestras estudiadas con su tratamiento se indican en la siguiente tabla:

Composición	Longitud (cm)	Anchura (mm)	Espesor ( $\mu m$ )
$Fe_{91}Zr_7B_2$ $600^\circ C$	5,2	0,76	22
$Fe_{88}Zr_8B_4$ $600^\circ C$	6,6	2,30	23
$Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$ <i>AQ</i>	7,8	0,97	23
$Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$ $600^\circ C$	9,6	0,97	23

### 3.1. $Fe_{91}Zr_7B_2$

En esta cinta la *temperatura de Curie* obtenida a partir de la medida de  $M(T)$  es inferior a la temperatura ambiente pero próxima, por lo que su curva de imanación corresponde a la de un material paramagnético y no existe efecto de *Magneto-Impedancia*. Lo mismo sucede para la cinta con la composición  $Fe_{88}Zr_8B_4$ . Por tanto, en ambos casos sólo se representan el ciclo de histéresis y  $MI$  medidos en la muestra recocida.

#### 3.1.1. Ciclos de Histéreis

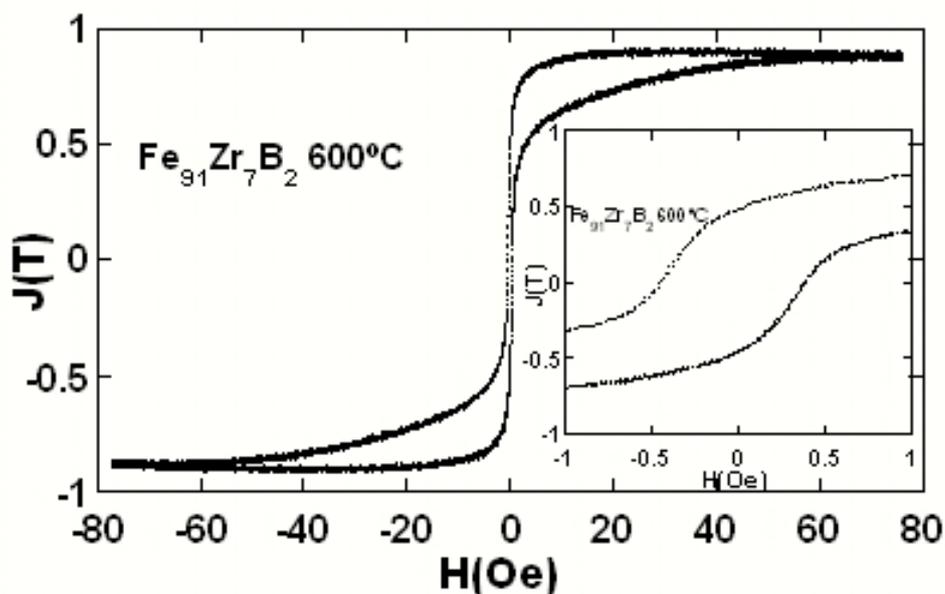


Figura 3.1: Curva de imanación para la muestra de  $Fe_{91}Zr_7B_2$  recocida durante 1 hora a  $600^{\circ}C$

A partir de la figura 3.1 se obtiene que  $H_c = 0,4Oe$  y la *polarización de saturación*  $J_s = \mu_0 M_s = 0,89T$ . A bajo campo la *permeabilidad* es muy alta, lo que indica que en esta región predominan los desplazamientos de paredes. Para valores de campo mayores que el *campo coercitivo*  $\mu$  disminuye, reflejando el proceso de rotación de momentos magnéticos hacia la saturación.

### 3.1.2. Espectros

Como se ha descrito en el apartado 2.5, la *frecuencia de relajación*  $f_x$  de una muestra se determina a partir del espectro de la variación relativa de la *Magneto-Impedancia*.

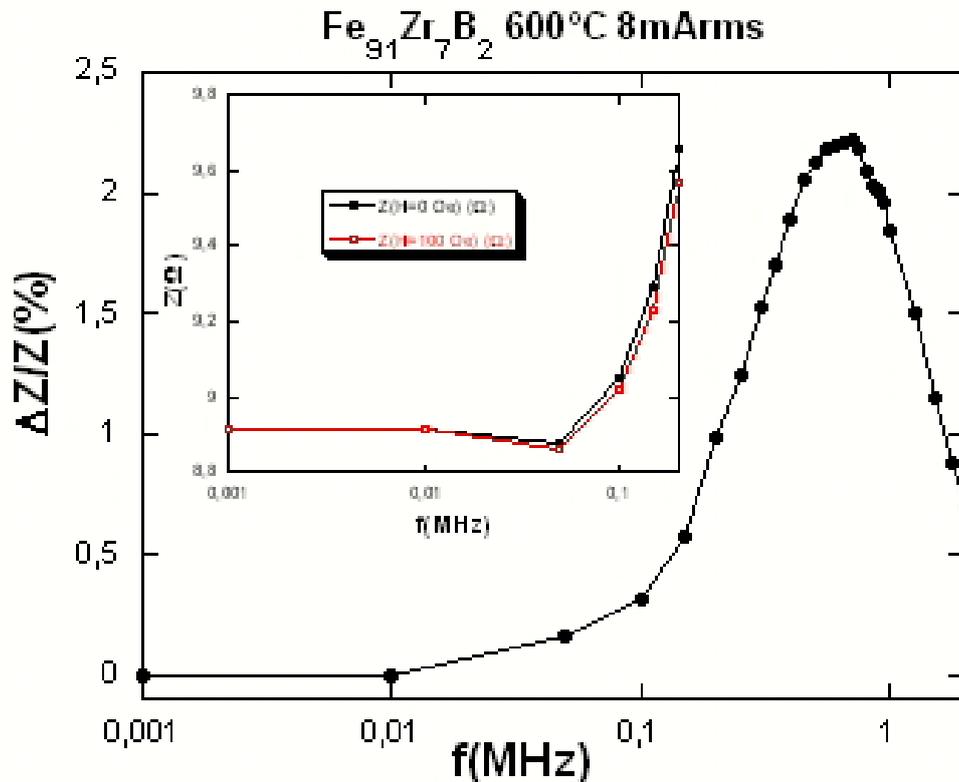


Figura 3.2: Espectro de la cinta  $Fe_{91}Zr_7B_2$  recocida a  $600^\circ C$  durante 1 hora

La variación relativa en la impedancia debida al campo magnético aplicado es diferente a bajas y a altas frecuencias, tal y como puede observarse en la figura 3.2; hasta valores de la frecuencia próximos a  $0,1 MHz$  crece lentamente con la frecuencia, debido a que el *efecto pelicular* no es muy intenso. Sin embargo, a partir del valor indicado,  $\Delta Z/Z$  aumenta rápidamente hasta alcanzar su valor máximo a la *frecuencia de relajación*, que es  $0,65 MHz$ . Se selecciona esta frecuencia para determinar cómo varia la impedancia con el campo aplicado, puesto que para ella se obtiene el mayor efecto. A partir del inset de la figura se deduce que el efecto comienza a la frecuencia de  $0,01 MHz$ , pues es a esta frecuencia

donde los valores de la impedancia para campo nulo y campo máximo comienzan a diferir. También se observa que la impedancia medida con campo máximo aplicado es menor que en ausencia de campo para todo el rango de frecuencias utilizado en este trabajo.

De la figura 3.3 se deduce que a frecuencias bajas el comportamiento inductivo es el dominante hasta frecuencias próximas a la de relajación, mientras que la variación relativa de la componente real es prácticamente nula hasta la frecuencia de  $0,10\text{ MHz}$ , a partir de la cual aumenta rápidamente. La componente imaginaria tiene un máximo, del orden del 4%, situado a la frecuencia de  $0,01\text{ MHz}$ .

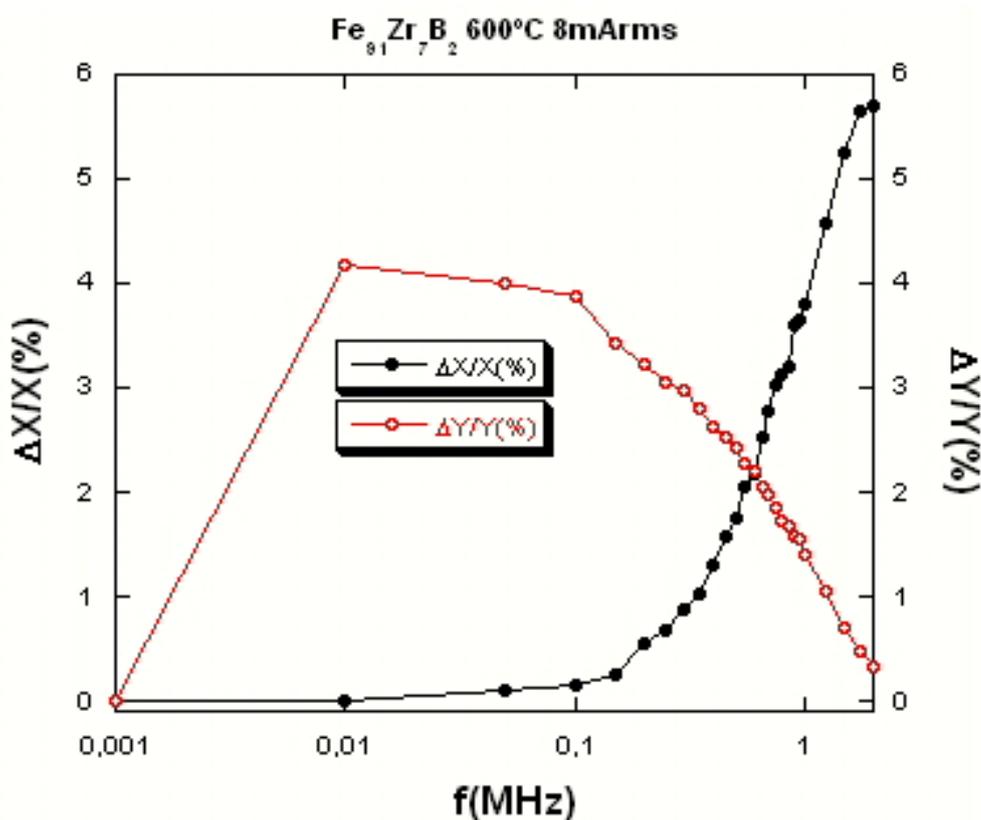


Figura 3.3: Variación con la frecuencia de  $\Delta X/X$  y  $\Delta Y/Y$  para la muestra de  $Fe_{91}Zr_7B_2$  recocida durante 1 hora a  $600^\circ C$

Al comparar las figuras 3.4 y 3.5, se puede ver que la parte imaginaria de la impedancia aumenta más rápidamente y alcanza valores mucho más altos que la real tanto a campo máximo como a campo cero. Para la componente imaginaria, la señal aumenta con la frecuencia tanto si hay campo como en el caso de campo nulo; sin embargo para la real se produce un descenso con la frecuencia hasta una frecuencia de  $0,4\text{ MHz}$  y un posterior

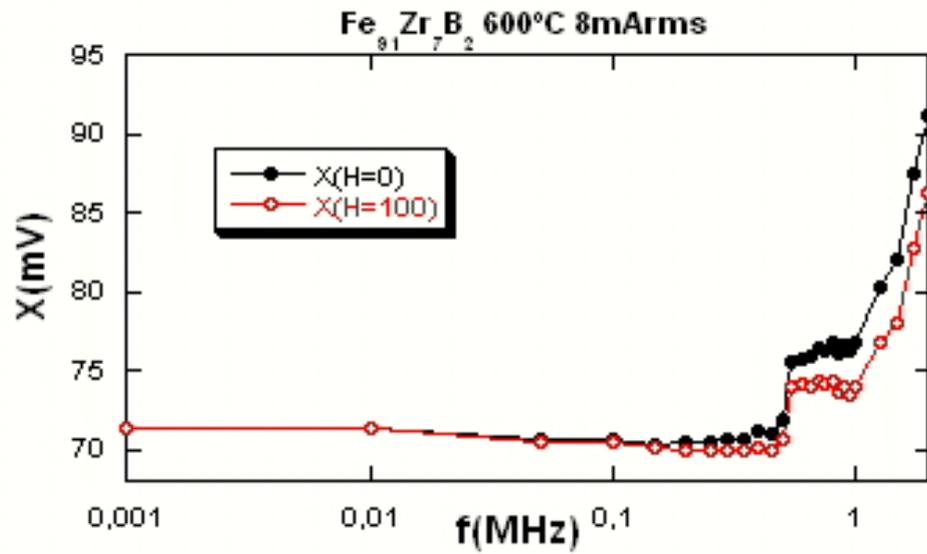


Figura 3.4: Variación con la frecuencia de la componente real de la impedancia de la cinta de composición  $Fe_{91}Zr_7B_2$  recocida 1 hora a  $600^\circ C$

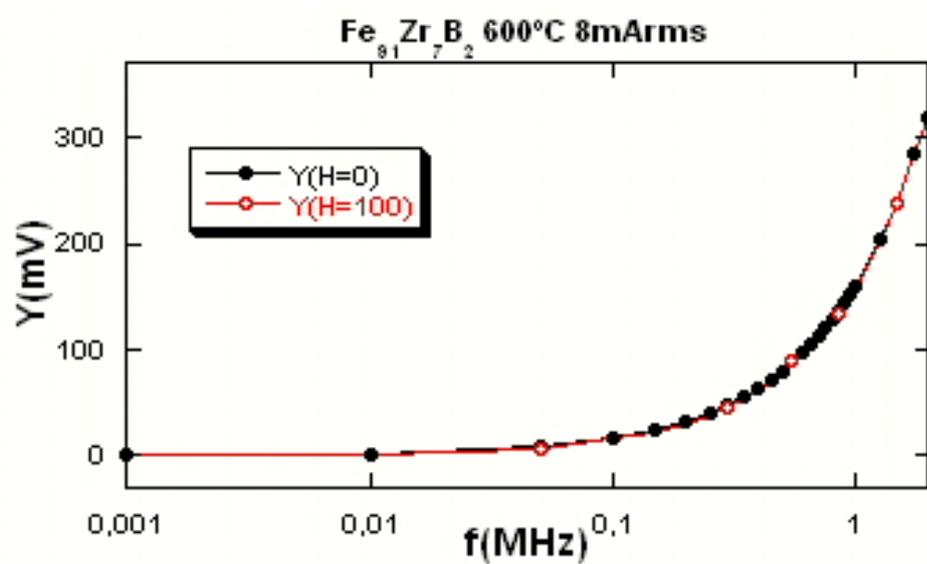


Figura 3.5: Variación de la componente imaginaria de la impedancia con la frecuencia para la cinta de composición  $Fe_{91}Zr_7B_2$  recocida 1 hora a  $600^\circ C$

aumento para el campo máximo, mientras que para campo cero disminuye hasta  $0,15 MHz$ . En ambas componentes, la señal se reduce al aplicar el campo máximo con respecto al caso en que no hay campo magnético DC aplicado.

El efecto del campo magnético continuo comienza a  $f = 0,01 MHz$  para la resistiva,

mientras que para la componente inductiva, aparece para la menor frecuencia, tal y como se puede comprobar en la figura 3.6. Hasta una frecuencia próxima a la de relajación se tiene una mayor variación en la componente imaginaria para  $H = 0$  y  $H = 100$  Oe que en la real, a partir de la cual la máxima variación corresponde a la parte resistiva.

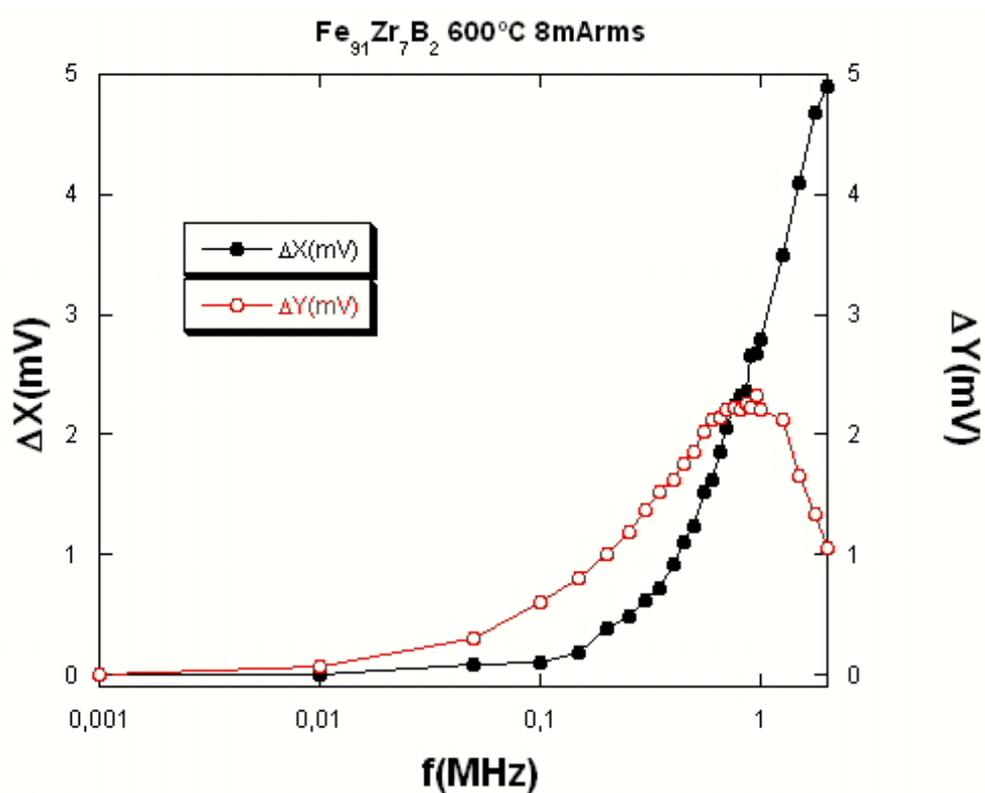


Figura 3.6: Variación con la frecuencia de  $\Delta X$  y  $\Delta Y$  con la frecuencia para la cinta de composición  $Fe_{91}Zr_7B_2$  recocida 1 hora a  $600^\circ C$

Estos comportamientos diferentes en ambas componentes indican el efecto sobre cada una de ellas de la *permeabilidad transversal* y el *efecto pelicular* para cada valor de campo y de frecuencia [18]. Reflejan la contribución de las distintas componentes de la *permeabilidad*, puesto que la parte resistiva de la impedancia es proporcional a la componente imaginaria de la *permeabilidad*, y la inductiva a la real, tal y como se puede ver en el apartado 1.2.4.

### 3.1.3. Magneto-Impedancia

Como se ha comentado en el apartado 2.5, la impedancia se mide para campos aumentando desde  $-100\text{ Oe}$  hasta  $100\text{ Oe}$ , y disminuyendo desde  $100\text{ Oe}$  a  $-100\text{ Oe}$ .

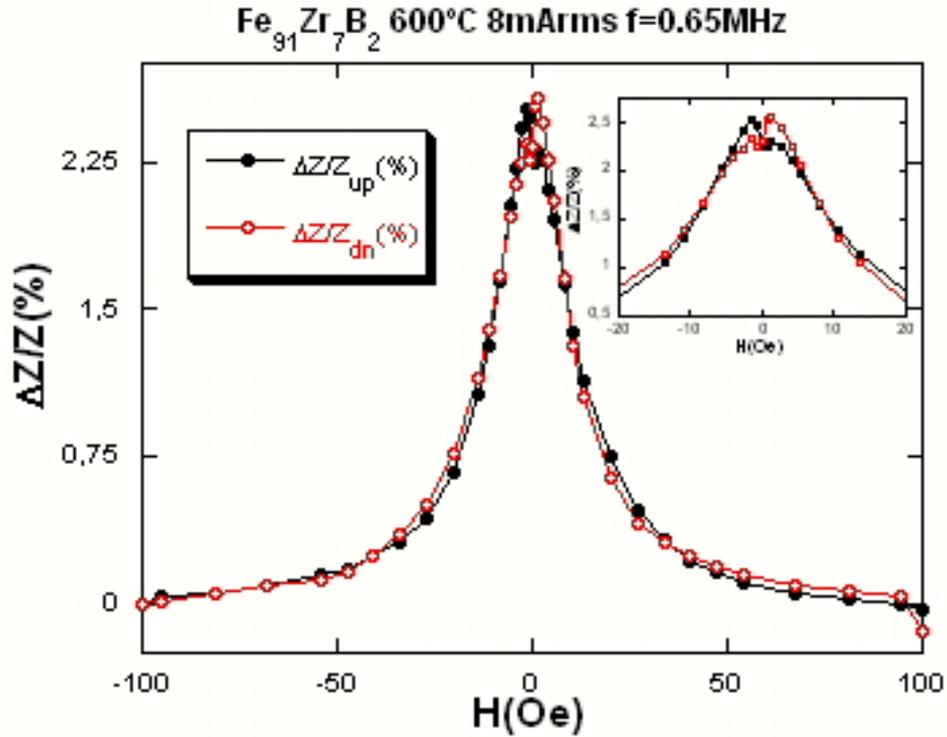


Figura 3.7: Variación de la Impedancia con el campo en la muestra de  $Fe_{91}Zr_7B_2$  recocida a 1 hora a  $60^\circ\text{C}$

Para esta muestra, la *Magneto-Impedancia* presenta dos picos asimétricos a bajo campo, tal y como se ve claramente en el inset de la figura 3.7, lo que puede ser debido a la irreversibilidad en los procesos de imanación, que dependen de cómo haya sido imanada la cinta [20]. La presencia de estos picos para el campo crítico  $H_{cri} = \pm 1,3\text{ Oe}$  indica la existencia de una anisotropía transversal con un valor del campo de anisotropía  $H_k$  próximo al  $H_{cri}$ .

A campos bajos los procesos de imanación están dominados por el campo transversal AC. Al ir aumentando la intensidad del campo DC, la rotación de momentos hace que se

incremente  $\mu_t$ , y por tanto la impedancia. Cuando  $H = H_{cri}$  la *permeabilidad* transversal es máxima, ya que el campo aplicado iguala al de anisotropía, por lo que se obtiene un valor máximo de  $\Delta Z$ . Para campos mayores, la permeabilidad disminuye puesto que los momentos tienden a orientarse en la dirección del campo *DC*, lo que hace disminuir  $\mu_t$  [28].

En cuanto a las componentes de la impedancia, ambas presentan la estructura de doble pico, tal y como se puede observar en las figuras 3.8 y 3.9, para el mismo valor de campo crítico. La resistiva presenta una mayor sensibilidad y un valor de señal ligeramente superior (2.8%), pero un comportamiento histerético más pronunciado que es deseable evitar para su uso general en sensores, puesto que las distintas señales obtenidas para campos magnéticos de igual intensidad pero antiparalelos dan lugar a una imprecisión en la determinación del campo magnético dependiendo de cómo haya sido imanada.

La histéresis puede deberse a la dispersión de la anisotropía a lo largo de la cinta, a la microestructura, así como a la irreversibilidad en los procesos de imanación [20].

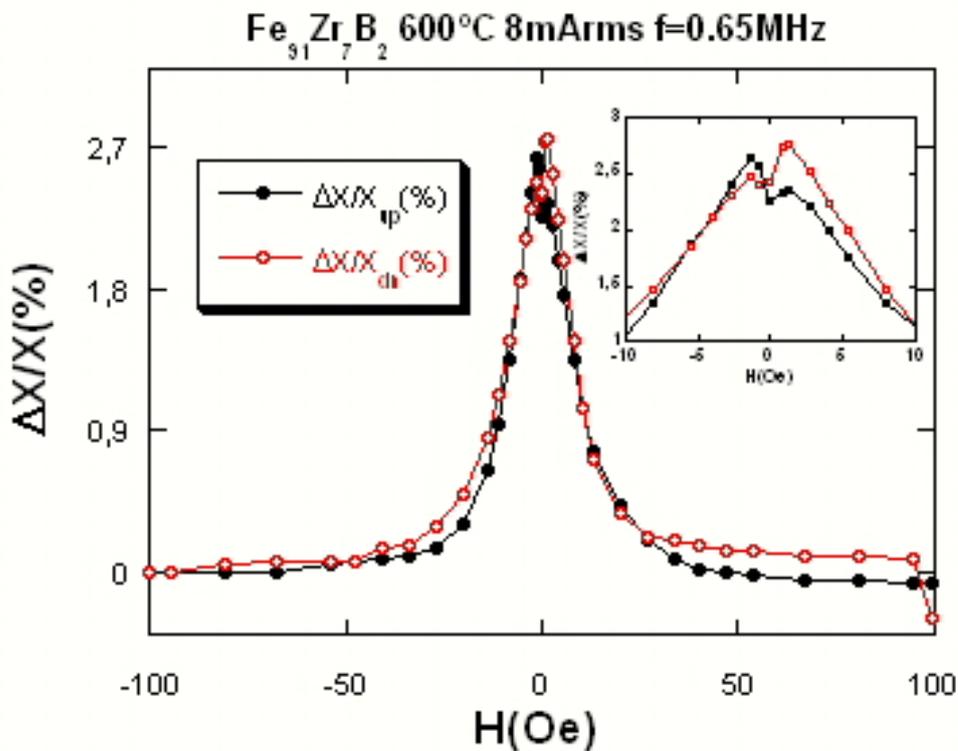


Figura 3.8: Variación de la parte resistiva con el campo en la muestra de  $Fe_{91}Zr_7B_2$  recocida a 1 hora a  $60^\circ C$

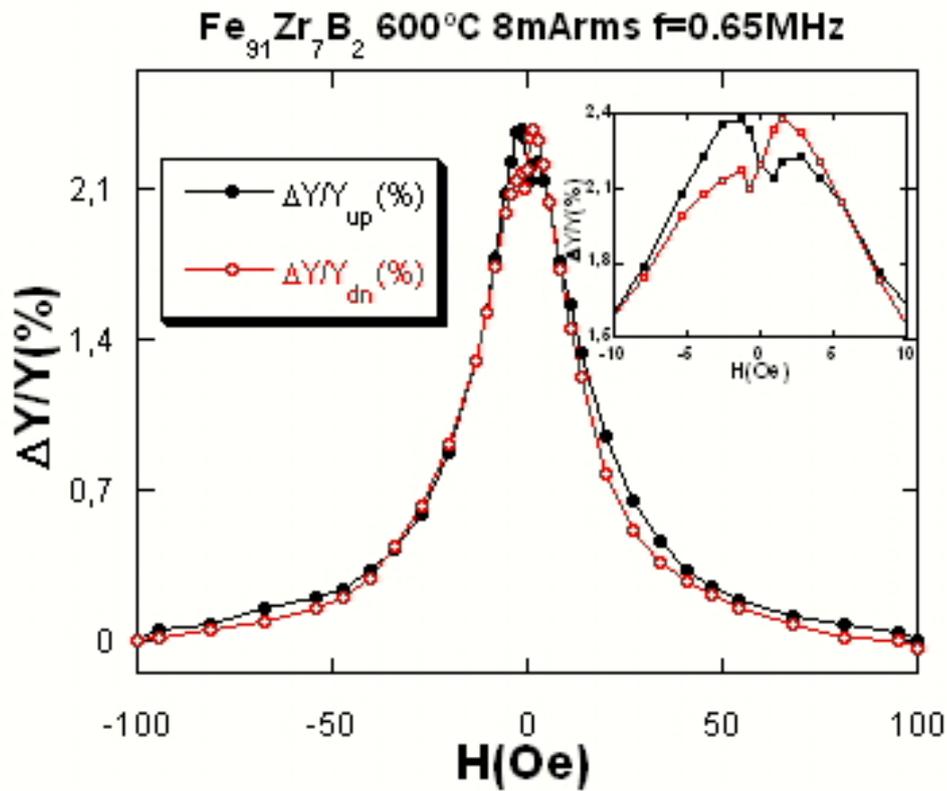


Figura 3.9: Variación de la parte inductiva con el campo en la muestra de  $Fe_{91}Zr_7B_2$  recocida a 1 hora a  $60^\circ C$

## 3.2. $Fe_{88}Zr_8B_4$

En este caso, se estudió la variación de la *Magneto-Impedancia* para varias frecuencias. Se calculó la sensibilidad y se determinó la frecuencia a la que se obtiene una mayor sensibilidad.

### 3.2.1. Ciclos de Histéresis

Para esta cinta  $H_c = 1,0 Oe$  y  $J_s = 1,05 T$ . El aumento del *campo coercitivo* con respecto a la muestra anterior se puede deber a un aumento de las fluctuaciones de las anisotropías locales, lo que provoca un aumento de la histéresis y del campo crítico al cual

aparecen los picos de la *Magneto-Impedancia*.

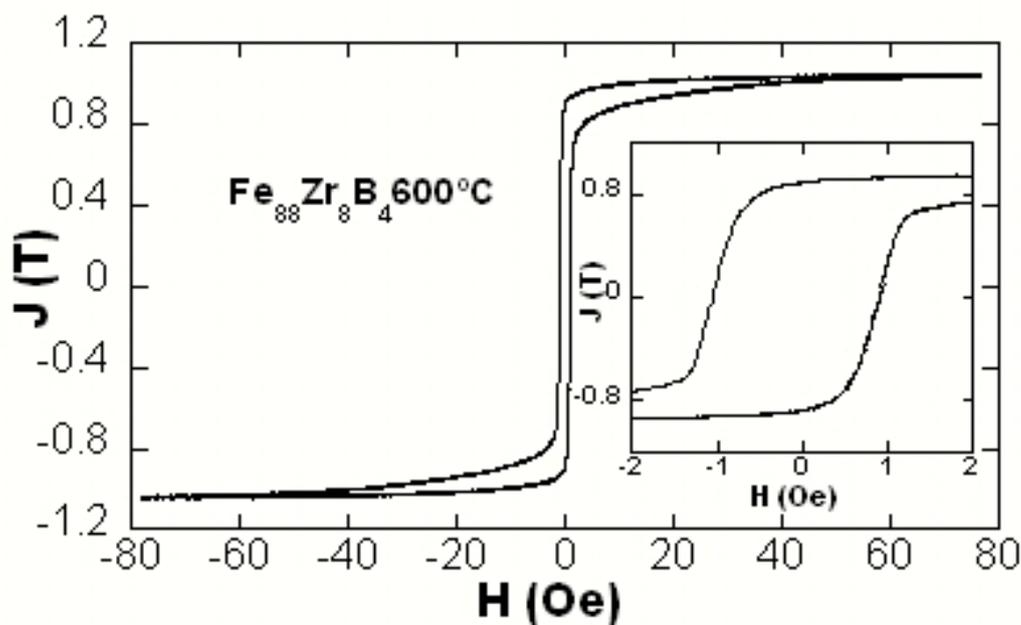


Figura 3.10: Ciclo de histéresis de la muestra de  $Fe_{88}Zr_8B_4$  recocida 1 hora a  $600^\circ C$

Tanto para esta composición como en la muestra anterior se obtiene un diagrama de fases magnético muy complejo a temperaturas bajas, lo que, junto con una *temperatura de Curie* próxima a la ambiente, conlleva que la imanación a saturación sea menor que en otras aleaciones amorfas.

### 3.2.2. Espectros

De la figura 3.11 se obtiene que  $f_x$  está en el intervalo  $(1,00 - 1,25) MHz$ , ya que los valores de  $\Delta Z/Z(\%)$  son muy próximos en este intervalo, por lo que se han elegido las frecuencias  $1,00$  y  $1,25 MHz$  como posibles *frecuencias de relajación*. También se han realizado estudios a  $0,50$  y  $1,50 MHz$  para obtener más información de la variación de *MI* con la frecuencia.

A partir del inset que muestra  $\Delta Z$  vs.  $f$  se ve que el efecto del campo en la impedancia comienza a  $0,05 MHz$ , y que a medida que aumenta la frecuencia, el efecto se va haciendo

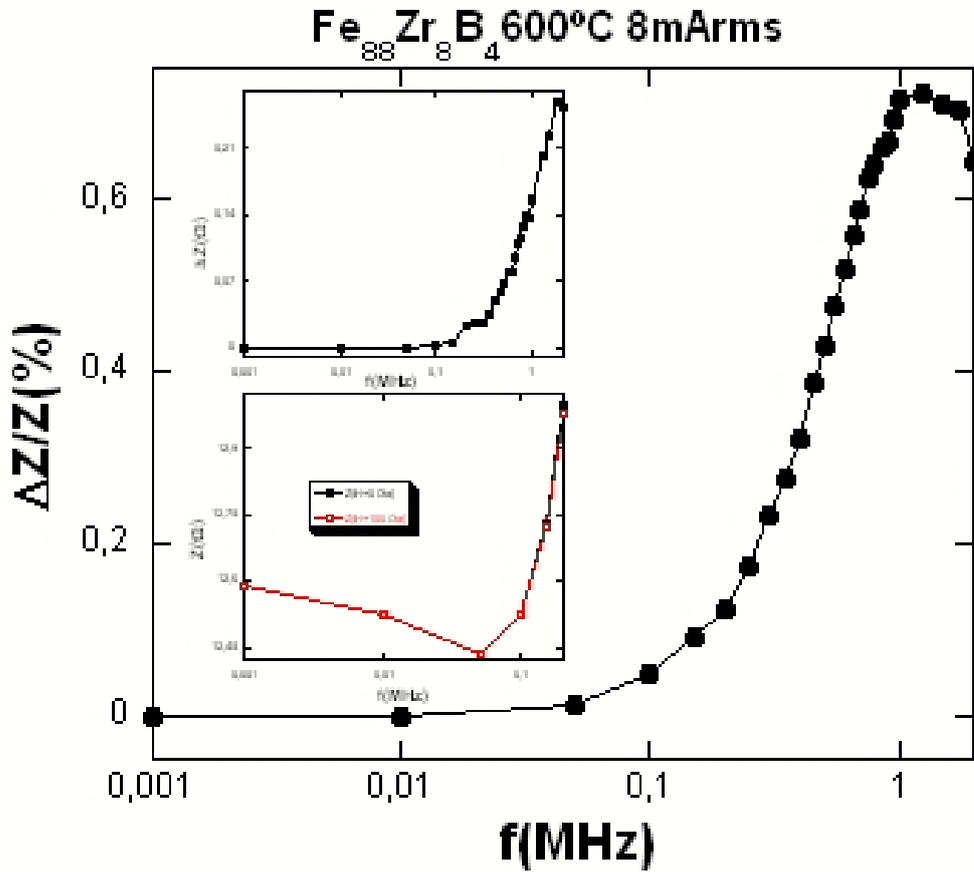


Figura 3.11: Dependencia de  $\Delta Z/Z$  con la frecuencia para la muestra de  $Fe_{88}Zr_8B_4$  recocida 1 hora a  $600^\circ C$

mayor. Puesto que  $\Delta Z > 0$ , el valor de la impedancia a campo nulo es mayor que al aplicar un campo de  $100 Oe$ .

Tanto a campo nulo como a campo máximo, la impedancia presenta un mínimo de  $12,43 \Omega$  a  $f = 0,05 MHz$ , tal y como se puede observar en el segundo inset de la figura 3.11.

Como en la cinta anterior,  $\Delta X/X$  se mantiene prácticamente constante para frecuencias bajas, al igual que para la imaginaria (ver figura 3.12). Se ve que  $\Delta Y/Y$  es mayor que  $\Delta X/X$  a todas las frecuencias por debajo de  $1,5 MHz$ , lo cual muestra que predomina el efecto inductivo en el efecto de  $MI$  para estas frecuencias. A partir de esta frecuencia, comienza a dominar la parte resistiva. El efecto del campo en la componente real aparece a

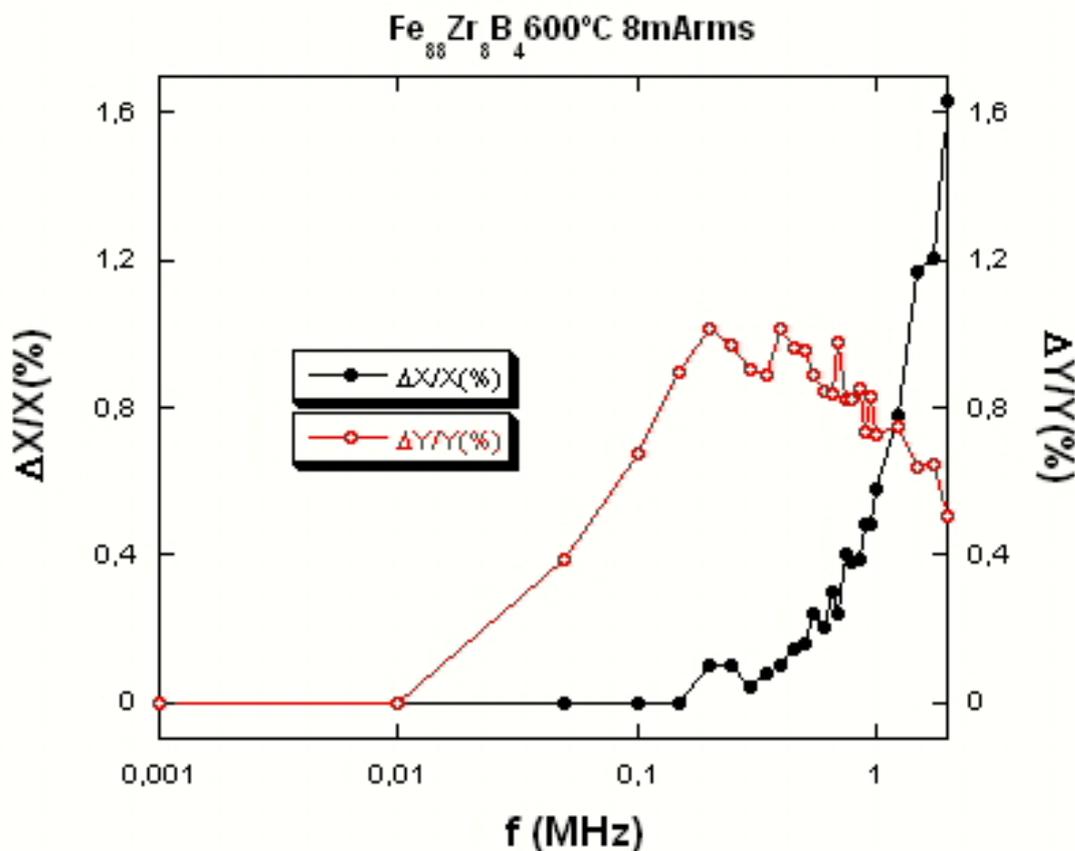


Figura 3.12: Espectro de las partes resistiva e inductiva correspondiente a una muestra de  $Fe_{88}Zr_8B_4$  recocida a 1 hora a  $600^\circ C$

0,15  $MHz$ , mientras que en la parte inductiva se produce a 0,01  $MHz$ .

### 3.2.3. Magneto-Impedancia

En la figura 3.13 se muestra la variación de la impedancia con el campo para varias frecuencias. En todas las frecuencias seleccionadas se observan dos picos asimétricos situados a un campo crítico  $H_{cri} \approx \pm 3,3 Oe$ . Los dobles picos aparecen debido a la existencia de una anisotropía transversal, y están situados para valores del campo aplicado próximos al campo de anisotropía. La asimetría de estos picos puede asignarse a dispersiones de la anisotropía a lo largo de la cinta.

También se observa histéresis a todas las frecuencias que, a diferencia de la cinta

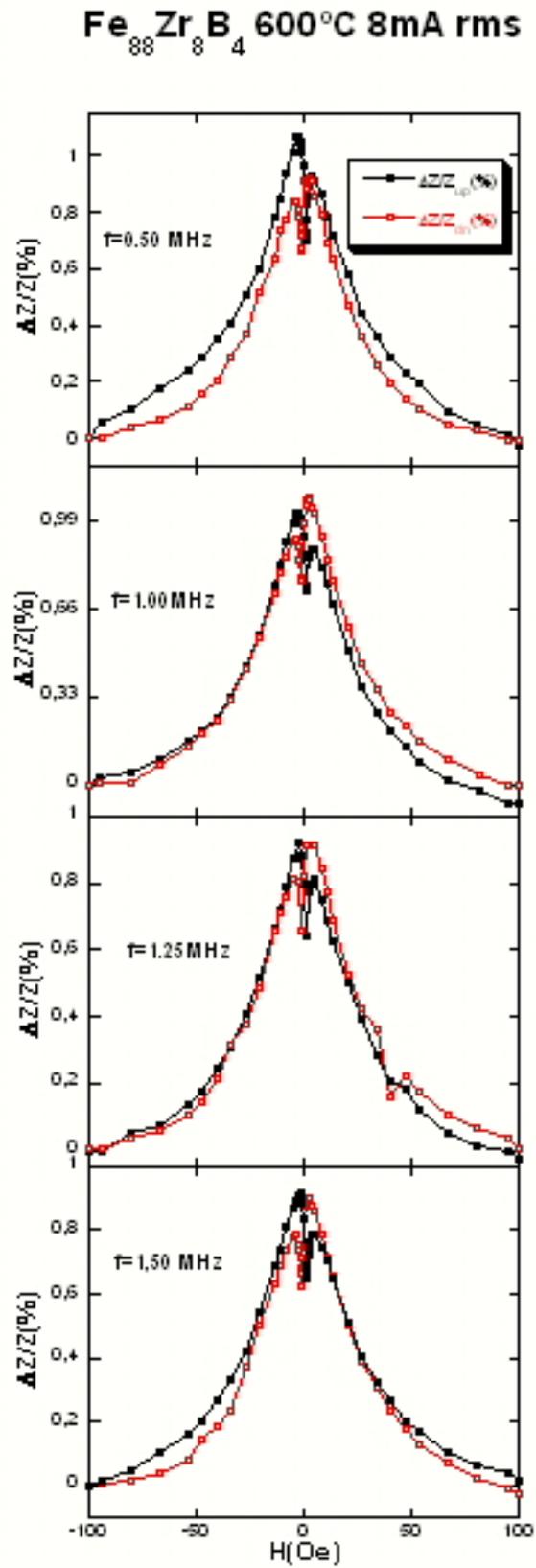


Figura 3.13: Variación de la impedancia con el campo magnético a diferentes frecuencias para la muestra  $Fe_{88}Zr_8B_4$  recocida 1 hora a  $600^\circ C$

anterior, es más pronunciada, si bien el efecto en la muestra es del orden o inferior al 1% para las cuatro frecuencias representadas. Puedo deberse a la histéresis en los procesos de imanación, junto con la posible existencia de dos fases magnéticas [28].

Se observa que tanto la asimetría como el comportamiento histerético son más pronunciados para la frecuencia más baja. Esto es debido a que a esta frecuencia las paredes no están relajadas, por lo que tienen una contribución importante en los procesos de imanación. Se produce una ligera disminución del comportamiento histerético al aumentar la frecuencia hasta la de relajación, lo que puede ser debido a que, aunque el proceso de oscilación de paredes tenga aún influencia, la rotación sea el proceso de imanación principal. Para las dos frecuencias más altas, la asimetría de los picos ha desaparecido.

El máximo valor de  $\Delta Z/Z$  a campo magnético aplicado nulo (0,98%) se obtiene a la frecuencia  $f = 1,00 MHz$ , si bien  $\Delta Z/Z$  alcanza valores superiores (pero muy próximos) a 0,98% para las cuatro frecuencias representadas para bvalores del campo  $H$  aplicado del orden del de anisotropía.

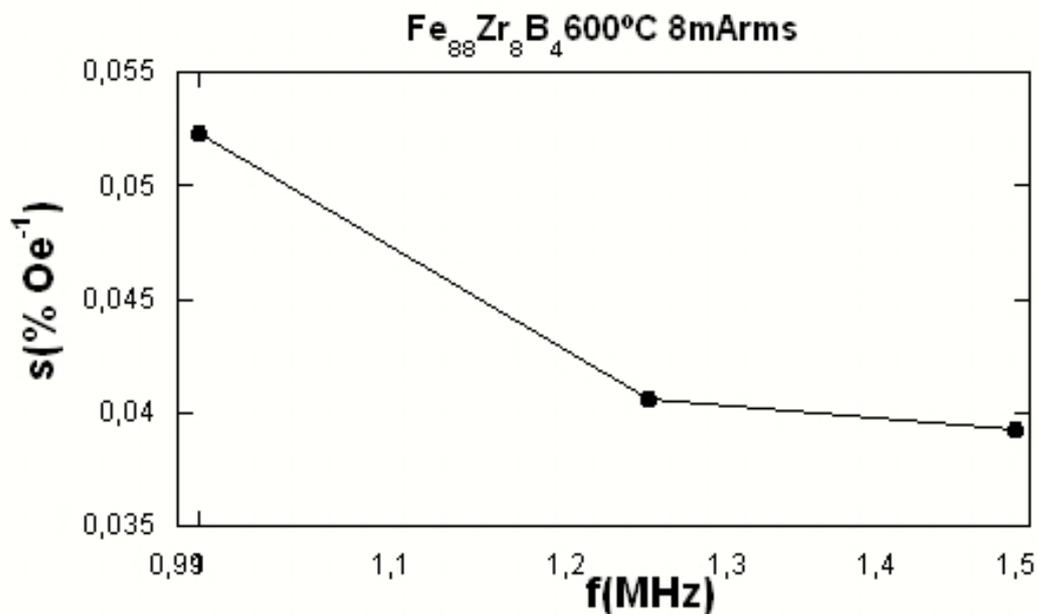


Figura 3.14: Sensibilidad en función de la frecuencia para la muestra de  $Fe_{88}Zr_8B_4$  recocida durante 1 hora a  $600^\circ C$  (La línea es sólo una guía para los ojos)

La sensibilidad más alta corresponde a la frecuencia de  $1,00 MHz$ , con valor próximo a  $0,05 \%/Oe$ , mientras que es muy próxima para  $1,25$  y  $1,50 MHz$  (ver figura 3.14). Esta

frecuencia es la que posee mayor señal y sensibilidad, lo que la hace buena candidata para ser utilizada en sensores aunque los valores obtenidos no son muy altos. Para  $f = 0,50MHz$  no se ha determinado la sensibilidad debido al fuerte comportamiento histerético y a la asimetría de los picos.

### 3.3. $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$

En este caso la *temperatura de Curie* es de  $27^\circ C$ , por lo que se puede medir  $MI$  en el estado *as-quenched*, lo que permite comparar el efecto del campo en la impedancia para esta muestra antes y después del recocido. Para ello es importante conocer cómo varía la *resistividad* del material, puesto que la *frecuencia de relajación* y los procesos de imanación dependen de ella [9]. Para determinar la *resistividad*, se mide la resistencia de las cintas mediante un voltímetro, y se obtiene mediante la fórmula:

$$\rho = \frac{S}{L}R \quad (3.1)$$

donde  $S$  es la superficie,  $L$  la longitud y  $R$  la resistencia de la cinta en cuestión. Se produce un descenso de  $\rho$  desde 218 a  $174 \mu\Omega cm$  debido al proceso de nanocristalización.

#### 3.3.1. Ciclos de Histéresis

Tras el recocido, ha aumentado la  $J_s$  desde  $0,2T$  hasta  $1,1T$ , así como la *permeabilidad* inicial, lo que favorece un aumento en la señal de  $MI$ , aunque el *campo coercitivo* haya aumentado ligeramente de  $0,1Oe$  hasta  $0,3Oe$  (ver figura 3.15). En ambas cintas se observa la existencia de una anisotropía perpendicular intrínseca, con campo de anisotropía próximo a  $0.8Oe$  para la cinta *a-q*, y  $0.6Oe$  para la nanocristalizada, lo que indica que tras el tratamiento de recocido no se ha conseguido eliminar esta anisotropía.

Comparando con las otras cintas, se espera una dependencia más intensa de la impedancia con el campo debido al aumento de la *permeabilidad*.

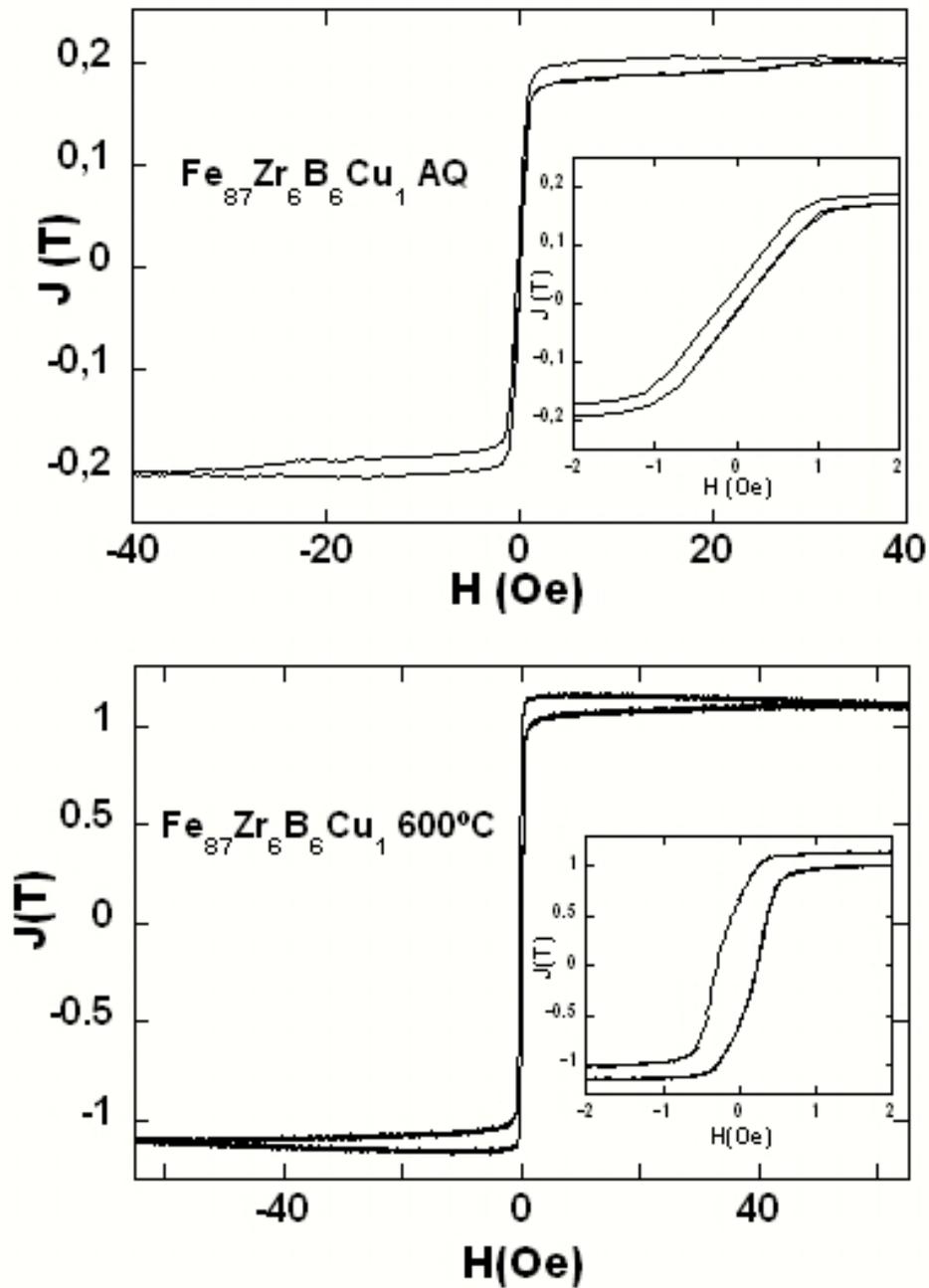


Figura 3.15: Ciclos de histéresis para la muestra de  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$  en estado *aq* y recocida 1 hora a  $600^\circ C$

### 3.3.2. Espectros

De la figura 3.16 se puede ver el diferente comportamiento con respecto a la  $MI$  que tienen ambas muestras:

Por un lado, las *frecuencias de relajación* son diferentes para cada muestra; para el caso de la cinta  $aq$ ,  $f_x = 0,65 MHz$ , y tras recocer,  $f_x$  disminuye hasta  $0,20 MHz$ . Este descenso se debe a una mayor contribución de los procesos de rotación al alcanzar el estado nanocrystalino, y a que las paredes se relajan a frecuencias más bajas.

Por otro lado, tras el tratamiento se ha producido un aumento de la señal en un factor cinco comparando los valores máximos de  $\Delta Z/Z$  (%) en cada muestra.

También se observa que el efecto comienza a frecuencias más bajas tras el recocido.

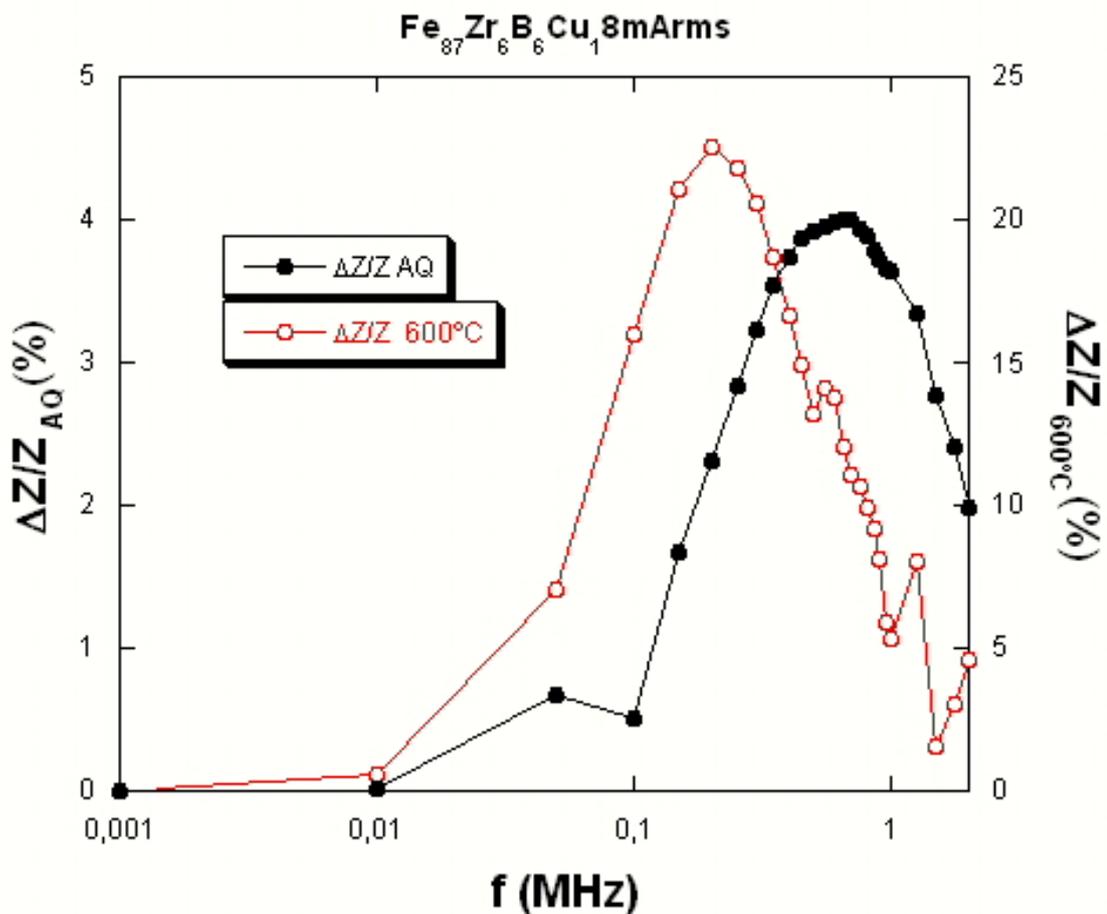


Figura 3.16: Espectro para la muestra de  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$  en estado  $aq$  y recocida 1 hora a  $600^\circ C$

### 3.3.3. Magneto-Impedancia

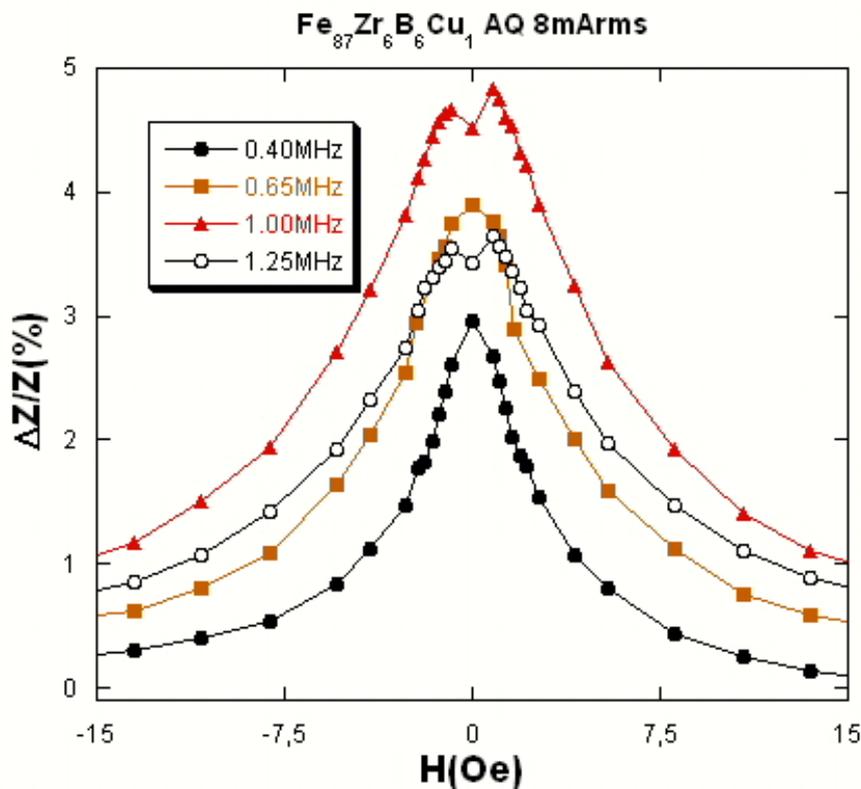


Figura 3.17: Rama *up* de *MI* para diferentes frecuencias en la muestra de  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$  en estado *aq*

Comparando las curvas de 3.16 y 3.17, donde se representa la rama *up* de la *Magneto-Impedancia* a diferentes frecuencias para las dos muestras, se observa un fuerte aumento de la señal tras recocer la cinta, principalmente a bajas frecuencias, si bien a medida que la frecuencia aumenta por encima de la de *relajación*, la diferencia se va haciendo cada vez más pequeña. En la cinta nanocristalizada se tiene la máxima señal ( $\Delta Z/Z = 27,5\%$ ) a la *frecuencia de relajación*, y ocurre a campo  $H \approx 0$ . Para la cinta no tratada, el valor máximo se alcanza para la frecuencia de 1,00 *MHz*.

La aparición de una estructura de doble pico en ambas muestras para frecuencias altas indica la existencia de una anisotropía transversal que es más intensa en la superficie. Para la cinta sin recocer,  $H_{cri} = 0,8 Oe$ , valor que coincide con el campo de anisotropía obtenido en los ciclos de histéresis, y para la recocida aumenta con la frecuencia desde 0,8 *Oe* para  $f = 0,10 MHz$  hasta 4,5 *Oe* para  $f = 1,50 MHz$ . Tras el recocido el campo crítico aumenta,

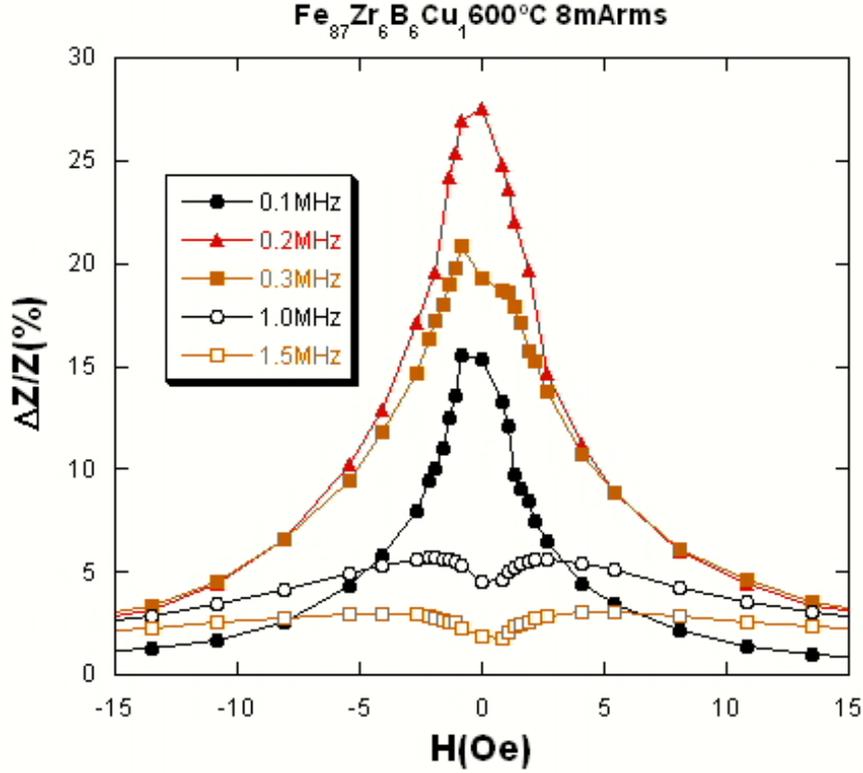


Figura 3.18: Variación de  $\Delta Z/Z_{up}$  con el campo aplicado para diversas frecuencias en la muestra de  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$  recocida 1 hora a  $600^\circ C$

lo que permite comprobar que esta anisotropía es más intensa. Esto puede deberse a las tensiones en las interfases nanocristal-matriz amorfa. La variación de la *magnetostricción* en los distintos estadios de la cristalización en aleaciones nanocristalinas ha sido interpretado por Slawska-Waniewska *et al* como [29]:

$$\lambda_s^{eff} = p \lambda_s^{cr} + (1 - p) (\lambda_s^{am} + k p) + p \lambda_s^s \frac{S}{V} \quad (3.2)$$

donde  $p$  es la fracción de volumen de la fase cristalina,  $k$  expresa cambios de la magnetostricción en la fase amorfa al evolucionar la cristalización, y el último término describe el efecto de las zonas intermedias entre la matriz amorfa y los nanocristales, y depende de la relación entre el volumen ( $V$ ) y la superficie ( $S$ ) de cada grano, y de la constante  $\lambda_s^s$  que caracteriza la interfase cristal-amorfo. Se ha encontrado que  $\lambda_s^s$  varía en el rango  $(4,5-7,1) \times 10^{-6}$  para aleaciones nanocristalinas de *NANOPERM* [30].

La cinta sin tratar no presenta histéresis para frecuencias por encima de la de *relajación* (ver figura 3.19), por lo que la rotación de los momentos se hace de un modo coherente

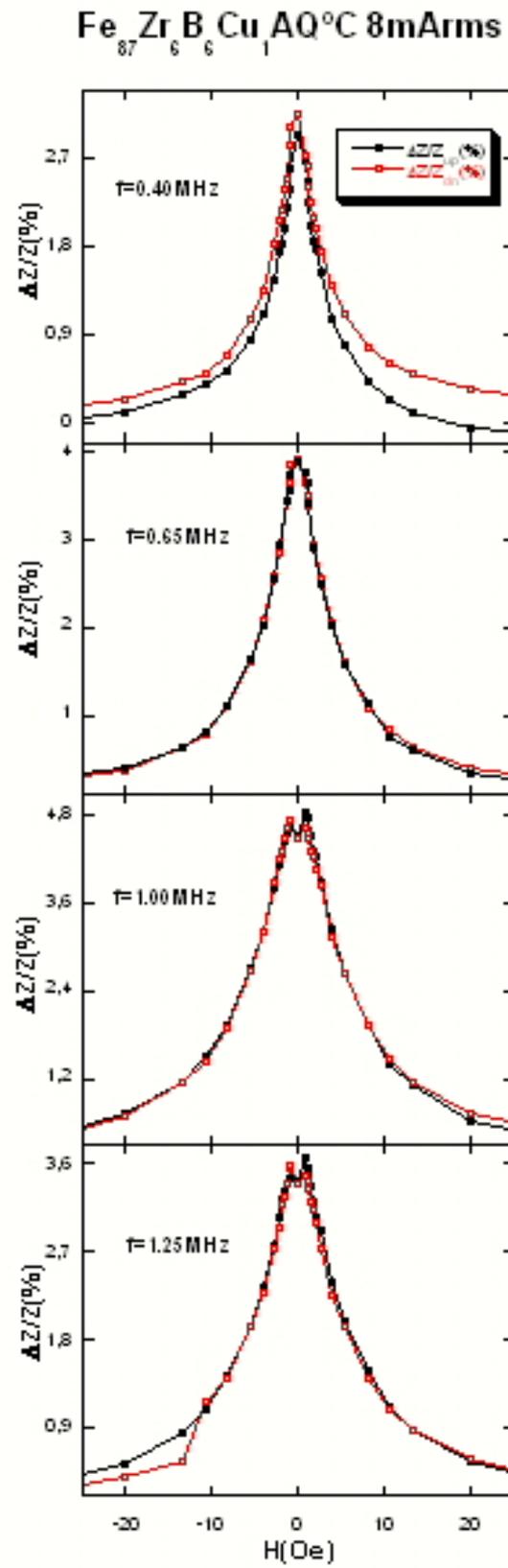
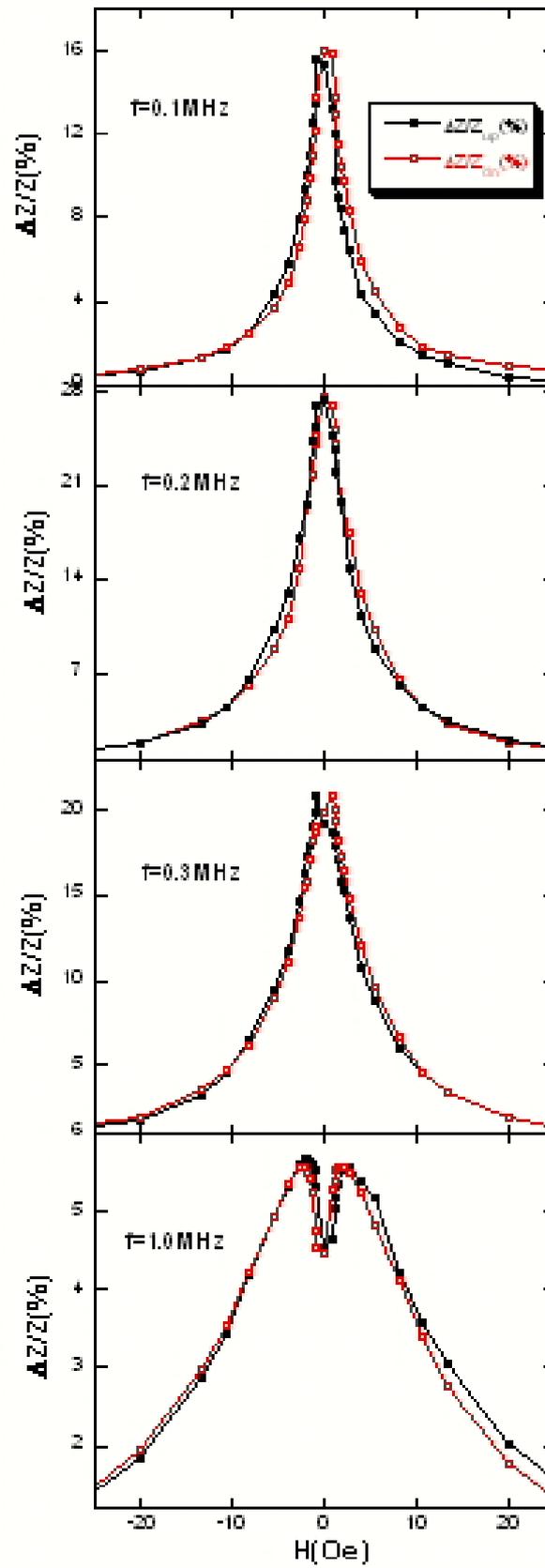


Figura 3.19: Variación de  $\Delta Z/Z$  para varias frecuencias en la muestra de  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$  en estado  $aq$

Fe<sub>87</sub>Zr<sub>6</sub>B<sub>6</sub>Cu<sub>1</sub> 600°C 8mArms



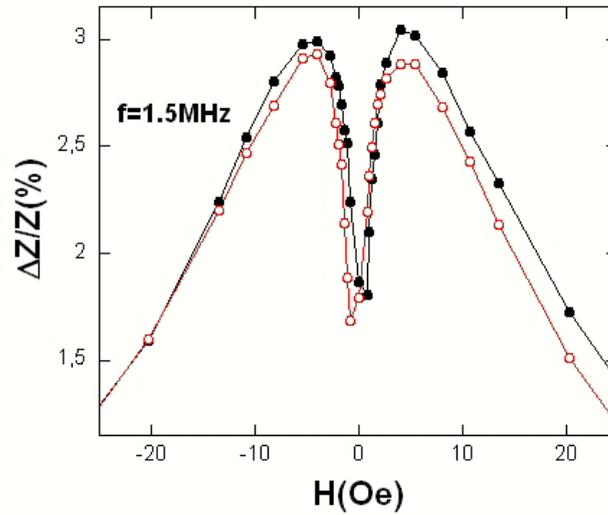


Figura 3.20: Variación de  $\Delta Z/Z$  para varias frecuencias en la muestra de  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$  tras recocer 1 hora a  $600^\circ C$

[20]. Sin embargo, para la frecuencia más baja la histéresis es muy pronunciada. En la figura 3.20 se observa que en la muestra recocida la histéresis es apreciable en todas las frecuencias, debido a la dispersión de la anisotropía.

La sensibilidad tras el recocido aumenta para todas las frecuencias en comparación con la muestra amorfa. El valor más alto se obtiene para la *frecuencia de relajación* de la cinta nanocristalizada, mientras que para la no tratada se obtiene el máximo valor a la frecuencia más baja.

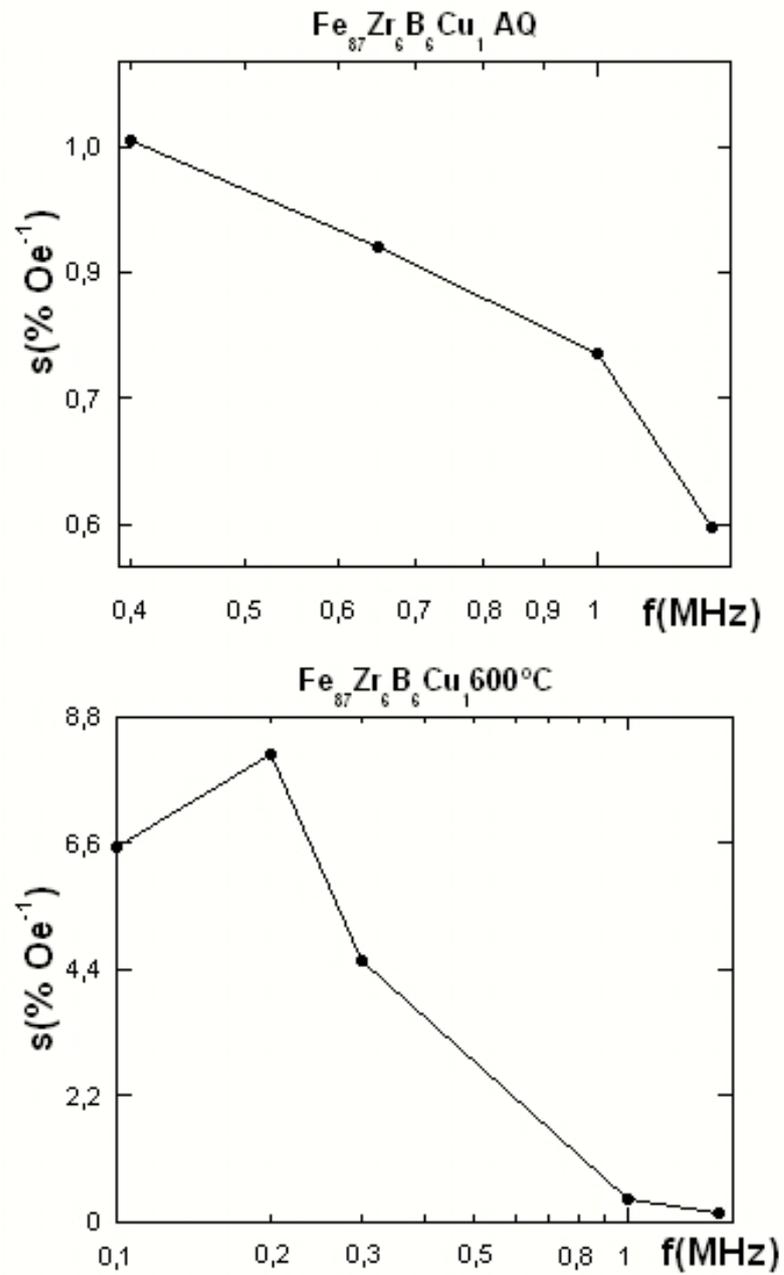


Figura 3.21: Sensibilidad para la muestra de  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$  en estado *aq* y recocida 1 hora a  $600^\circ\text{C}$  (Las líneas son guías para los ojos)

## Capítulo 4

# Conclusiones y futuros trabajos

Ha quedado patente que el mismo tratamiento térmico da lugar a comportamientos diferentes para cintas de composición semejante. El máximo valor del efecto de *Magneto-Impedancia* (del orden de 28 % para  $f = 0,20 \text{ MHz}$ ) se obtiene para la cinta  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$  recocida durante una hora a  $600^\circ\text{C}$ , que además tiene la mayor sensibilidad, de 8,2 %/Oe, sobre todo para frecuencias cercanas a la de *relajación*, si bien presenta histéresis. En la muestra no tratada de igual composición la histéresis es más reducida, aunque su sensibilidad sólo llega a 1,1 %/Oe y los valores de pico no son tan altos (el valor máximo es 4,9 % a  $1,00 \text{ MHz}$ ). La anisotropía transversal intrínseca es menos intensa y está localizada en la superficie.

Para las otras dos muestras estudiadas, tras el tratamiento de recocido se consigue que haya variación de la impedancia al aplicar el campo magnético, pero la señal es sensiblemente menor en ambos casos respecto al valor obtenido en la muestra de  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$  nanocristalizada. Para la cinta con composición  $Fe_{88}Zr_8B_4$ , el valor máximo de la *Magneto-Impedancia* es 1,1 % y de la sensibilidad, de 0,05 %/Oe se obtienen a  $1,00 \text{ MHz}$ . Para la muestra de  $Fe_{91}Zr_7B_2$ , la sensibilidad es de 0,25 %/Oe a  $0,65 \text{ MHz}$ .

El estudio de la *Magneto-Impedancia* permite obtener información tanto de las anisotropías que poseen las cintas como de los diferentes procesos de imanación que tienen lugar a diferentes frecuencias en cada muestra.

En futuros trabajos se pretende estudiar cómo varía la anisotropía con el espesor de la

muestra midiendo  $MI$  para diferentes frecuencias. Así se podría determinar si la anisotropía magnetoelástica de la interfase nanocristal-fase amorfa en la superficie de la cinta es la causa de la anisotropía transversal observada para la composición  $Fe_{87}Zr_6B_6Cu_1$  nanocristalizada.

Otras líneas de trabajo son:

- Estudiar la *Magneto-Impedancia* a diferentes densidades de corriente, puesto que para valores altos de  $j_z$  aparecen efectos no lineales.
- Controlar la influencia de las dimensiones de la cinta en el efecto de *Magneto-Impedancia*.

## Referencias

- [1] L.V. Panina, K. Mohri: *Appl. Phys. Lett.* 65 (1994) 1189.
- [2] M. E. McHenry, M. A. Willard, D. E. Laughlin: *Progress in Materials Science* 44 (1999) 291-433.
- [3] A. Hernando: *Nuevos materiales: los vidrios metálicos*. Editorial Eudema Universidad (1987).
- [4] D. Jiles: *Introduction to magnetism and magnetic materials*. Editorial Chapman & Hall, segunda edición (1998).
- [5] F. E. Luborsky: *Amorphous metallic alloys*. Editorial Corporate Research and Development Center.
- [6] M. Tejedor, J. A. García, J. Carrizo, L. Elbaile, J. D. Santos: *Recent Res. Devel. Non-Crystalline Solids*, 1(2001): 235-259. ISBN: 81-7895-028-6.
- [7] A. Hernando, J. M. Rojo: *Física de los materiales magnéticos*. Editorial síntesis (2001).
- [8] J. M. Barandiarán, P. Gorriá, I. Orúe, M. L. Fdez-Gubieda, F. Plazaola, A. Hernando: *Physical Review B Volume 54, number 5 (1996)-I* 3026-3029.
- [9] V. M. Prida, P. Gorriá, G. V. Kurlyandskaya, M. L. Sánchez, B. Hernando, M. Tejedor: *Nanotechnology* 14 (2003) 231-238.
- [10] P. Gorriá, V. M. Prida, M. Tejedor, B. Hernando, M. L. Sánchez: *Physica B* 299 (2001) 215-224.
- [11] F. Zhou, K. Y. He, K. C. Bai: *J.App.Phys.* 80(9) (1996) 5209-5212.
- [12] B. D. Cullity: *Introduction to magnetic materials*. Editorial Addison-Wesley Publishing Company (1972).
- [13] A. H. Morrish: *The Physical principles of magnetism*. Robert E. Krieger Publishing Company, Inc. (1980).
- [14] R. Grössinger, H. Sassik, D. Holzer, N. Pillmayr: *J. Magn. Magn. Mater.* 254-255 (2003) 7-13.
- [15] L. Kraus: *J. Magn. Magn. Mater.* 195 (1999) 764-778.
- [16] L. D. Landau, E. M. Lifshitz: *Curso de física teórica—Electrodinámica de los medios continuos*. Editorial Reverté, S. A. (1975).
- [17] T. Sánchez, J. Olivera, P. Alvarez, M. J. Pérez, F. J. Belzunce, J. D. Santos, M. L. Sánchez, P. Gorria, B. Hernando: *J. Non-Cryst. Sol.* (en prensa).
- [18] J. D. Santos, J. Olivera, P. Álvarez, T. Sánchez, M. J. Pérez, M. L. Sánchez, P. Gorriá, B. Hernando: *J. Magn. Magn. Mater.* (en prensa).

- [19] M. Tejedor, B. Hernando, M. L. Sánchez, V. M. Prida, G. V. Kurlyandskaya, D. García, M. Vázquez: *J. Magn. Magn. Mater.* 215-216 (2000).
- [20] V. M. Prida, M. L. Sánchez, B. Hernando, P. Gorriá, M. Tejedor, M. Vázquez: *Appl. Phys. A* 77, 135-140 (2003).
- [21] B. Hernando, J. Olivera, P. Alvarez, J. D. Santos, M. L. Sánchez, M. J. Pérez, T. Sánchez, P. Gorriá: *Physica B* 384 (2006) 165-168.
- [22] W. Qin, Y. F. Zhang, Y. W. Du, F. Xu, Y. J. Wu, M. Zhao, F. Ma: *J. Magn. Magn. Mater.* 270 (2004) 174-181.
- [23] J. Olivera, M. L. Sánchez, V. M. Prida, M. J. Pérez, J. D Santos, P. Gorriá, B. Hernando, J. L. Sánchez: *J. Magn. Magn. Mater.* 294 (2005) 202-205.
- [24] J. D. Santos: *Propiedades mecánicas y magnéticas de cintas amorfas producidas por enfriamiento ultrarrápido e inducción de anisotropías magnéticas durante su fabricación*. ISBN 84-8317-382-4 (2002).
- [25] M. Tejedor, A. Fernández, B. Hernando: *Rev.Sci.Instrum.* 57(7), 1986.
- [26] M. J. Pérez: *Tesis-Estructura e imanación de saturación en materiales magnéticos amorfos en función de la temperatura*. (1996).
- [27] K. Narita, J. Yamasaki, H. Fukunaga: *IEEE Trans. Magn.* 16(2)(1980), 435-439.
- [28] B. Hernando, P. Álvarez, M. L. Sánchez, P. Gorriá, J. Olivera, J. D. Santos, M. J. Pérez, V. M. Prida: *J. Magn. Magn. Mater.* 300 (2006) e59-e62.
- [29] A. Ślawska-Waniewska, R. Żuberek, P. Nowicki: *J. Magn. Magn. Mater.* 157/158 (1996) 147-148.
- [30] P. García Tello, J. M. Blanco, J. González: *Nanotechnology* 14 (2003) 304-307.