“PRODUCCION Y CARACTERIZACION DE ALEACIONES AMORFAS MAGNÉTICAMENTE BLANDAS EN FORMA DE CINTAS DE CoFeBSi Y FeBSi”

TESIS DE MAESTRÍA EN CIENCIAS-FÍSICA

MONICA MARIA GOMEZ HERMIDA

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES
PROGRAMA DE MAESTRÍA CIENCIAS-FÍSICA
UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA
SEDE MANIZALES

“PRODUCCION Y CARACTERIZACION DE ALEACIONES AMORFAS MAGNÉTICAMENTE BLANDAS EN FORMA DE CINTAS DE CoFeBSi Y FeBSi”

TESIS DE MAESTRÍA

Presentada como requisito parcial para optar al título de Magíster en Ciencias - Física

MONICA MARIA GOMEZ HERMIDA

DIRECTOR DE TESIS

ANDRÉS ROSALES RIVERA, Ph. D.

CO-DIRECTOR DE TESIS

POSIDIA PINEDA GOMEZ MSc.

FACULTAD DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES

PROGRAMA DE MAESTRÍA CIENCIAS-FÍSICA

UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

SEDE MANIZALES

A mis padres y a Sebastián

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mi familia, pues sin su apoyo moral y económico, no hubiera sido posible llevar a cabo mis estudios de Maestría.

Al Profesor Andrés Rosales Rivera quien ha sido un guía incondicional durante toda mi formación académica y quien me brindo todas las oportunidades con el fin de llevar a cabo el desarrollo de este trabajo. A los profesores Posidia Pineda y Belarmino Segura quienes siempre me brindaron todo su apoyo y conocimiento.

Quiero agradecer a la Dirección de investigaciones de Manizales DIMA de la Universidad Nacional de Colombia. Gracias a su apoyo pude costear la pasantía realizada en el Laboratorio de Sólidos Amorfos de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Buenos Aires y mis estudios de Maestría.

Al Doctor Hugo Sirkin director del Laboratorio de Sólidos Amorfos de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Buenos Aires (Argentina), y muy especialmente al Doctor Diego Muraca, por su valiosa colaboración y su incondicional apoyo.

También quiero expresar mi gratitud a todos mis compañeros del Grupo de Magnetismo y Materiales Avanzados de Manizales, en especial a Oscar Moscoso, Diego Coral y Nicolás Salazar por su apoyo y colaboración; amigos y compañeros que estuvieron acompañándome durante todo este proceso, a todos ellos muchas gracias.

CONTENIDO

INTRODUCCION 1

1. MARCO TEORICO 2

1.1 ALEACIONES MAGNETICAMENTE BLANDAS 2

1.1.1 Características de los Materiales Magnéticamente Blandos 2

1.1.2 Fabricación de aleaciones magnéticamente blandas amorfas 4

1.1.3 Cinética de Cristalización 6

1.1.3.1 Modos de cristalización 7

1.1.3.2 Mecanismos de crecimiento del cristal 7

1.1.4 Fracción de cristalización y parámetros cinéticos 8

1.1.5 Efecto de Magnetoimpedancia Gigante (MIG) 11

1.1.5.1 Impedancia de un conductor magnético 12

1.1.5.2 Fenomenología de la MIG 15

1.PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL Y TECNICAS DE CARACTERIZACION 17

2.1SÍNTESIS DE MATERIALES MAGNÉTICAMENTE BLANDOS AMORFOS 17

2.1.1 Composición de las aleaciones magnéticamente blandas 17

2.1.2 Aleaciones amorfas con composición $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con x= 10, 8 y 6, $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ en forma de cintas 18

2.2 ALGUNAS TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE ALEACIONES MAGNÉTICAMENTE BLANDAS AMORFAS 21

2.2.1 Calorimetría Diferencial de barrido (DSC) 21

2.2.2 Análisis Termogravimétrico (TGA) 22

2.2.3 Difracción de Rayos X (XRD) 23

2.2.4 Magnetometría de Muestra Vibrante (VSM) 24

2.2.5 Sistema para medir Magnetoimpedancia Gigante 26

2. CARACTERIZACIÓN TÉRMICA Y TERMO-MAGNÉTICA DE ALEACIONES MAGNETICAMENTE BLANDAS DE CoFeBSi Y FeBSi 29

3.1 CARACTERIZACIÓN TÉRMICA POR DSC 29
3.1.1 Aleaciones CoFeBSi 29
3.1.1.1 Cálculo de la fracción de cristalización y parámetros cinéticos 33
3.1.2 Aleaciones FeBSi 38
3.1.2.1 Cálculo de la fracción de cristalización y parámetros cinéticos 40
3.2 CARACTERIZACIÓN TERMOMAGNÉTICA POR TGA 44
3.2.1 Aleaciones CoFeBSi 44
3.2.2 Aleaciones FeBSi 48
3. CARACTERIZACIÓN MAGNETICA POR VSM Y ESTUDIO DE MAGNETOIMPEDANCIA (MI) DE LAS ALEACIONES DE CoFeBSi Y FeBSi 52
4.1 CARACTERIZACIÓN MAGNÉTICA POR MEDIO DE VSM 52
4.1.1 Aleaciones CoFeBSi 53
4.1.2 Aleaciones FeBSi 55
4.2 ESTUDIO DEL EFECTO DE MAGNETOIMPEDANCIA 58
4.2.1 Aleaciones CoFeBSi 58
4.2.2 Aleaciones FeBSi 66
4. CONCLUSIONES 74
5. PERSPECTIVAS 77
ANEXO A: RESULTADOS COMPLEMENTARIOS 78
ANEXO B: ARTICULOS Y TRABAJOS RELACIONADOS CON ESTE TRABAJO. . 87

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1. 1 CURVA DE HISTÉRESIS DE UN MATERIAL MAGNÉTICO BLANDO PARA M VS. H Y B VS. H [6]. 4
FIGURA 1. 2 ESQUEMA DEL SISTEMA DE MELT SPINNING 6
FIGURA 1. 3 FRACCIÓN DE CRISTALIZACIÓN VS TEMPERATURA PARA UNA ALEACIÓN DE COFEBSI..... 9
FIGURA 1. 4 ESQUEMA PARA LA DEFINICIÓN DE MAGNETOIMPEDANCIA 12
FIGURA 1. 5 GEOMETRÍA EN FORMA DE HILO..... 14
FIGURA 1. 6 GEOMETRÍA EN FORMA DE CINTA..... 14

FIGURA 2. 1 IMAGEN DEL PROCESO DE FABRICACIÓN POR MELT SPINNING..... 20
FIGURA 2. 2 DIAGRAMA DE BLOQUES DEL VSM DESARROLLADO EN EL LABORATORIO DE MAGNETISMO Y MATERIALES AVANZADOS DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA, SEDE MANIZALES. 25
FIGURA 2. 3 DIAGRAMA DE BLOQUES DEL SISTEMA PARA MEDIR LA MAGNETOIMPEDANCIA GIGANTE SMIG 27

FIGURA 3. 1 TERMOGRAMAS DSC DE CO80-XFEXB10SI10 VARIANDO X PARA 20ºC/MIN. 30
FIGURA 3. 2 TERMOGRAMAS DSC DE CO70FE10B10SI10 PARA DIFERENTES VELOCIDADES DE CALENTAMIENTO..... 31
FIGURA 3. 3 TERMOGRAMAS DSC DE CO72FE8B10SI10 PARA DIFERENTES VELOCIDADES DE CALENTAMIENTO..... 31
FIGURA 3. 4 TERMOGRAMAS DSC DE CO74FE6B10SI10 PARA DIFERENTES VELOCIDADES DE CALENTAMIENTO..... 32
FIGURA 3. 5 GRAFICA DE LA FRACCIÓN DE VOLUMEN CRISTALIZADA EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA PARA CO70FE10B10SI10..... 34

FIGURA 3. 6 GRAFICA DE LA FRACCIÓN DE VOLUMEN CRISTALIZADA EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA PARA CO72FE8B10SI10 34
FIGURA 3. 7 GRAFICA DE LA FRACCIÓN DE VOLUMEN CRISTALIZADA EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA PARA CO74FE6B10SI10 34
FIGURA 3. 8 GRAFICA DE LN[-LN(1-X)] VS. LN(R) PARA CO70FE10B10SI10 35
FIGURA 3. 9 GRAFICA DE LN[-LN(1-X)] VS. LN(R) PARA CO72FE8B10SI10 35
FIGURA 3. 10 GRAFICA DE LN[-LN(1-X)] VS. LN(R) PARA CO74FE6B10SI10 35
FIGURA 3. 11 LN(R/TX1) VS 1000/TX1 PARA CO70FE10B10SI10 37
FIGURA 3. 12 LN(R/TX1) VS 1000/TX1 PARA CO72FE8B10SI10 37
FIGURA 3. 13 TERMOGRAMAS DSC DE LA ALEACIÓN FE80B10SI10 PARA DIFERENTES VELOCIDADES DE CALENTAMIENTO 39
FIGURA 3. 14 TERMOGRAMAS DSC DE LA ALEACIÓN FE78B13SI9 PARA DIFERENTES VELOCIDADES DE CALENTAMIENTO 39
FIGURA 3. 15 X VS. TEMPERATURA PARA FE80B10SI10 41
FIGURA 3. 16 LN[-LN(1-X)] VS. LN(R) PARA FE80B10SI10 41
FIGURA 3. 17 GRAFICA DE LA FRACCIÓN DE VOLUMEN CRISTALIZADA EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA PARA FE78B13SI9 PARA EL PRIMER PICO 42
FIGURA 3. 18 GRAFICA DE LN[-LN(1-X)] VS. LN(R) PARA FE78B13SI9 42
FIGURA 3. 19 GRÁFICA DE LA FRACCIÓN DE VOLUMEN CRISTALIZADA EN FUNCIÓN DE LA TEMPERATURA PARA FE78B13SI9 PARA LOS DOS PICOS. 42
FIGURA 3. 20 LN(R/TX1) VS 1000/TX1 PARA 43
FIGURA 3. 21 LN(R/TX1) VS 1000/TX1 PARA 43
FIGURA 3. 22 TERMOGRAMAS TGA DE CO80-XFEXB10SI10 VARIANDO X PARA 20°C/MIN. 45
FIGURA 3. 23 SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS DSC Y TGA DE LA ALEACIÓN CO72FE8B10SI10 46
FIGURA 3. 24 TERMOGRAMAS DE TGA A DISTINTAS VELOCIDADES DE CALENTAMIENTO PARA CO72FE8B10SI10 47
FIGURA 3. 25 TERMOGRAMAS TGA DE FE78B13SI9 Y FE80B10SI10 PARA 48

FIGURA 3. 26 SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS DE TGA Y DSC A 20°C/MIN PARA FE80B10SI10 49
FIGURA 3. 27 SUPERPOSICIÓN DE TERMOGRAMAS DE TGA Y DSC A 20°C/MIN PARA FE78B13SI9 50
FIGURA 3. 28 TERMOGRAMAS DE TGA A DISTINTAS VELOCIDADES DE CALENTAMIENTO PARA FE78B13SI9 51

LISTA DE TABLAS

TABLA 2. 1 VALORES DE MS Y TC PARA EL COBALTO Y EL HIERRO [2]. 18

TABLA 2. 2 MATERIALES Y CANTIDADES USADAS PARA LA PRODUCCIÓN DE ALEACIONES $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ 20

TABLA 2. 3 MATERIALES Y CANTIDADES USADAS PARA LA PRODUCCIÓN DE ALEACIONES $Fe_{78}B_{13}Si_9$ Y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ 20

TABLA 2. 4 COMPUESTOS UTILIZADOS Y GRADOS DE PUREZA DADOS POR EL FABRICANTE. .. 21

TABLA 3. 1 TEMPERATURAS A LAS CUALES OCURREN LOS EVENTOS TÉRMICOS PARA LA ALEACIÓN $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$ 32

TABLA 3. 2 TEMPERATURAS A LAS CUALES OCURREN LOS EVENTOS TÉRMICOS PARA LA ALEACIÓN $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$ 33

TABLA 3. 3 TEMPERATURAS A LAS CUALES OCURREN LOS EVENTOS TÉRMICOS PARA LA ALEACIÓN $Co_{74}Fe_6B_{10}Si_{10}$ 33

TABLA 3. 4 VALORES DE N PARA DIFERENTES TEMPERATURAS Y PROMEDIO DE N Y M PARA LAS ALEACIONES $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ 36

TABLA 3. 5 VALORES DE LAS ENERGÍAS DE ACTIVACIÓN, CALCULADAS PARA EL MODELO DE AVRAMI Y EL MODELO DE KISSINGER 37

TABLA 3. 6 TEMPERATURAS A LAS CUALES OCURREN LOS EVENTOS TÉRMICOS PARA LA ALEACIÓN $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ 40

TABLA 3. 7 TEMPERATURAS A LAS CUALES OCURREN LOS EVENTOS TÉRMICOS PARA LA ALEACIÓN $Fe_{78}B_{13}Si_9$ 40

TABLA 3. 8 VALORES DE N PARA DIFERENTES TEMPERATURAS Y PROMEDIO DE N Y M PARA LAS ALEACIONES $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ 41

TABLA 3. 9 VALORES DE LAS ENERGÍAS DE ACTIVACIÓN, CALCULADAS PARA EL MODELO DE AVRAMI Y EL MODELO DE KISSINGER 43
TABLA 3. 10 VALORES DE EVENTOS TÉRMICOS EN DSC Y TGA PARA LAS ALEACIONES DE CO80-XFEXB10SI10 PARA UNA VELOCIDAD DE CALENTAMIENTO DE 20°C/MIN 46
TABLA 3. 11 VALORES DE TCP1, TCP2 Y TCCRIST PARA LAS ALEACIONES DE CO72FE8B10SI10 PARA DIFERENTES VELOCIDADES DE CALENTAMIENTO 47
TABLA 3. 12 VALORES DE TCP1, TCP2 Y TCCRIST PARA LAS ALEACIONES DE CO80-XFEXB10SI10 PARA UNA VELOCIDAD DE CALENTAMIENTO DE 20°C/MIN 49

TABLA 4. 1 MAGNETIZACIÓN DE SATURACIÓN DE LAS ALEACIONES CO80-XFEXB10SI10 PARA UNA CONFIGURACIÓN LONGITUDINAL 53
TABLA 4. 2 MAGNETIZACIÓN DE SATURACIÓN DE LAS ALEACIONES CO80-XFEXB10SI10 PARA UNA CONFIGURACIÓN TRANSVERSAL 54
TABLA 4. 3 MAGNETIZACIÓN DE SATURACIÓN DE LAS ALEACIONES FE80B10SI10 Y FE78B13SI9 PARA UNA CONFIGURACIÓN LONGITUDINAL 55
TABLA 4. 4 MAGNETIZACIÓN DE SATURACIÓN DE LAS ALEACIONES FE80B10SI10 Y FE78B13SI9 PARA UNA CONFIGURACIÓN TRANSVERSAL 57

RESUMEN

En este trabajo se realizó la producción de cintas amorfas de composición $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con $x= 10, 8$ y 6, $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$, por medio del método de solidificación rápida de la rueda fría *"Melt Spinning"* y se llevo a cabo la caracterización térmica, termomagnética y magnética de las mismas. La producción de las aleaciones fue realizada en el laboratorio de Sólidos Amorfos de la Facultad de Ingeniería de La Universidad de Buenos Aires.

Por medio de la técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) se realizó el análisis de la cinética de cristalización de las aleaciones y se obtuvo la energía de activación (E_a) y el coeficiente de Avrami *n* de las mismas. La Temperatura de Curie y el comportamiento termomagnético de las cintas, se estudiaron por medio de Análisis Termogravimétrico (TGA), el lazo de histéresis y la magnetización de saturación (M_s) para cada aleación se obtuvieron con Magnetometría de Muestra Vibrante (VSM).

También se llevo a cabo un estudio del fenómeno de Magnetoimpedancia gigante (MIG); éste consiste en el cambio tanto de la componente real como imaginaria de la impedancia de un material magnético blando cuando a través de él se hace pasar una corriente eléctrica ac en presencia de un campo magnético dc, H_0. Tal efecto se ha presentado en materiales magnéticamente blandos en forma de hilos, cintas, películas y multicapas, en el estado amorfo, nanocristalino y cristalino.

El desarrollo de esta tesis se lleva a cabo de la siguiente manera: en el capítulo 1 se describen los conceptos y características a tener en cuenta en la producción de aleaciones magnéticamente blandas, también se realiza una descripción de la cinética de cristalización, los modelos que se aplican en este tipo de materiales y los parámetros cinéticos que son obtenidos por medio de calorimetría diferencial de barrido. Esta revisión permitirá un mejor

entendimiento de los resultados experimentales obtenidos. La teoría del fenómeno de Magnetoimpedancia presente en este tipo aleaciones también es descrita en este capítulo.

En el capítulo 2 se presenta el proceso de fabricación de las aleaciones amorfas en forma de cintas $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con x = 6, 8 y 10, $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ y $Fe_{78}B_{10}Si_{10}$ además se realiza una descripción del principio de funcionamiento y especificaciones técnicas de los instrumentos de medición utilizados para realizar la caracterización térmica, magnética y estructural de las aleaciones.

El capitulo 3 contiene los resultados y la discusión de los datos experimentales obtenidos por medio de análisis térmico para estas aleaciones, se realiza primero la descripción de los resultados Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) a partir de los cuales se hace el estudio de la cinética de cristalización, obteniendo primero la fracción de cristalización y el exponente de Avrami y por último la energía de activación, seguidamente se describe y analiza la caracterización termomagnética de las aleaciones por medio de análisis termogravimetrico (TGA) en presencia de un campo magnético constante y se realiza una comparación entre los resultados de DSC y TGA.

Después de estos resultados se presenta en el capítulo 4 la caracterización magnética por medio de Magnetometría de Muestra Vibrante (VSM) y el estudio del fenómeno de Magnetoimpedancia en este tipo de aleaciones. En el capítulo 5 y 6 se listan las conclusiones y perspectivas surgidas en el desarrollo de este trabajo.

ABSTRACT

The aim in this work was the production amorphous ribbons the composition $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ with *x= 10, 8 and 6*, $Fe_{78}B_{13}Si_9$ and $Fe_{80}B_{10}Si_{10.}$ by the *"Melt Spinning"* methodology and the thermal, thermomagnetic and magnetic characterization was carried out. The production of the alloys was done in the amorphous solid laboratory belonging the engineer school of the Buenos Aires University. The T_c and the thermomagnetic behavior of the ribbons was studied whit thermogravimetric analisys. The hysteresis loops and the saturation magnetization for each alloys, was obtained with the Vibrating Sample Magnetometry.

The giant magnetoimpedance phenomena was studied. This phenomenon has been presented in the soft magnetic materials with wire, ribbons, films and multilayers form, in the amorphous, nanocrystalline and crystalline state.

The developed of this thesis was carried out as follows: In the chapter 1 described the concepts and features to take into account in the soft magnetic alloys production; also a description of the crystallization kinetics, the models apply in this materials and the parameters kinetics obtained by DSC was achieved. This review allowed a better understands of the results obtained. The Magnetoimpedance phenomena theory present in these alloys also is described in this chapter.

In the chapter 2, the production the amorphous alloys ribbons $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ with x = 6, 8 and 10, $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ and $Fe_{78}B_{10}Si_{10}$ was present. Moreover a description of the operation and technical specification of measuring instruments used to perform the thermal, magnetic and structural characterization was achieved.

The chapter 3 contains the results and discussion of the experimental results obtained by thermal analysis for this alloys. A description of the DSC results and study of the crystallization kinetics was achieved. With this dates, first the crystallization fraction and the Avrami exponent was obtained, next the activation energy was calculed. Later the thermomagnetic characterization of the alloys by TGA is described and analyzed in presence of the constant magnetic field, and the DSC and the TGA results were compared.

In the chapter 4 the Vibrating Sample Magnetometry results are presented and the Magnetoimpedancia phenomena for this alloys is studied. In the chapter 5 and 6 the conclusions and Suggested recommendation are presented.

INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas la investigación sobre materiales magnéticamente blandos, amorfos y nanocristalinos, ha venido en aumento. Este interés es debido a las propiedades magnéticas que éstos presentan. En particular las aleaciones basadas en Cobalto y Hierro exhiben características especiales tales como magnetostricción muy baja ($<10^{-6}$) y alta permeabilidad DC que las hacen adecuadas para aplicaciones en dispositivos electrónicos.

En las aleaciones amorfas magnéticamente blandas, la aleatoriedad y arreglo no cristalino de su estructura es el origen de propiedades magnéticas blandas que las pueden hacer superiores a su contraparte nanocristalino, sin embargo su carácter metaestable hace que la aleación tienda a transferir energía en función del tiempo y la temperatura para alcanzar un estado cristalino más estable, lo que es una desventaja a la hora de buscar aplicaciones tecnológicas, ya que se requieren materiales térmicamente estables con el tiempo y la temperatura durante su uso.

Por tal motivo el estudio de la estabilidad térmica de los materiales amorfos a través de la cinética de cristalización es de gran importancia ya que provee la información necesaria para llevar a cabo un control estructural que permita obtener materiales con propiedades magnéticas óptimas.

El objeto de este trabajo fue realizar la producción y el estudio detallado de la cinética de cristalización y de las propiedades térmicas, estructurales y magnéticas, así como el estudio del fenómeno de Magnetoimpedancia de las aleaciones magnéticamente blandas amorfas de composición $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con x = 6, 8 y 10, $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ y $Fe_{78}B_{10}Si_{10}$, con el fin de determinar las principales características de estos materiales y establecer relaciones entre las propiedades magnéticas térmicas y estructurales de estas aleaciones.

1. MARCO TEORICO

En este capítulo se presentan algunos conceptos y modelos teóricos de las características más relevantes de los materiales magnéticamente blandos en estado amorfo tales como sus propiedades magnéticas, los procesos de cristalización y los modelos de cinética de cristalización. También se describe el fenómeno de Magnetoimpedancia (MI) el cual se presenta en este tipo de aleaciones y es de considerable interés para aplicaciones tecnológicas.

1.1 ALEACIONES MAGNETICAMENTE BLANDAS

1.1.1 Características de los Materiales Magnéticamente Blandos

Para obtener materiales magnéticamente blandos es preciso controlar las propiedades magnéticas intrínsecas y extrínsecas del material a través de la escogencia de la composición, la estructura y la morfología de la aleación; por ejemplo se ha encontrado que aleaciones con la misma composición en estado nanocristalino, tienen propiedades magnéticamente blandas inferiores a su contraparte amorfo debido a que la formación de cristales en la aleación obstaculiza la movilidad de las paredes de dominio en el material; sin embargo las aleaciones parcialmente cristalizadas, es decir, cristales embebidos en una matriz amorfa, presentan mejores propiedades magnéticamente blandas [1], lo que ha derivado en investigaciones encaminadas a la obtención de materiales con las características adecuadas, que permitan conseguir propiedades magnéticoblandas optimas, las cuales son muy requeridas industrialmente a la hora de pensar en aplicaciones tecnológicas tales como núcleos de inductores y amplificadores, motores, y sensores de corriente [2,3,4,5].

Las aleaciones magnéticamente blandas más conocidas, se pueden agrupar en tres grupos: 1) Aleaciones basadas en metales de transición Fe y/o Co con adiciones de metaloides como P, Si, B, C. 2) Aleaciones basadas en metales de transición Fe y/o Co con adiciones de elementos cercanos a los metales de transición como Zr, Nb, Cr, Ta. 3) Aleaciones basadas en metales de transición Fe y/o Co con tierras raras como Gd y Tb [6]. Debido a que los elementos como Fe, Co y Ni que presentan comportamiento magnético en su estado natural, son inestables en el estado amorfo, se hace necesario adicionar elementos metaloides para obtener un estado amorfo pero más estable, conservando el comportamiento ferromagnético. Algunas de las características más buscadas en este tipo de materiales tanto para aplicaciones como para investigación, son:

Alta permeabilidad magnética (μ): La permeabilidad magnética, definida como μ = B/H = (1+χ) es el parámetro del material el cual describe la inducción magnética *B* en el material producida por un campo aplicado *H*. Los materiales que poseen altas permeabilidades magnéticas pueden producir grandes inducciones magnéticas para campos magnéticos aplicados pequeños.

Alta magnetización de saturación (M_s): La magnetización es una propiedad intrínseca de los materiales magnéticos, y se define como la cantidad de momentos magnéticos por unidad de volumen. A medida que se va aumentando el campo magnético aplicado sobre una aleación, los momentos magnéticos se van alineando en dirección de dicho campo hasta que se llega a la saturación, este valor de magnetización se conoce como magnetización de saturación M_s (ver figura 1.1)

Bajas pérdidas de histéresis: La perdida de histéresis, es la energía consumida en el material al realizar el ciclo entre un campo magnético aplicado H y –H y regresar de nuevo. La energía consumida en un ciclo, está dada como $W_h = \oint HdB$ o el área dentro de la curva de histéresis.

Estabilidad térmica a altas temperaturas: la capacidad de un material magnético para ser usado a altas temperaturas, está directamente ligada a su temperatura de Curie T_c.

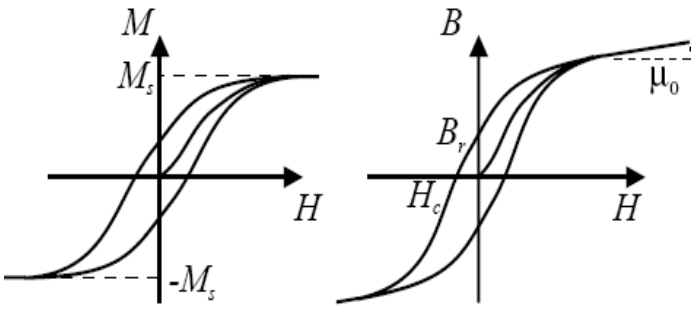


FIGURA 1. 1 curva de histéresis de un material magnético blando para M vs. H y B vs. H [6].

Altas magnetizaciones de saturación son alcanzadas por materiales con estructuras cristalinas como la cúbica centrada en el cuerpo (BCC), presente en aleaciones de Fe y Fe-Si, y la cúbica centrada en la cara (FCC) presente en aleaciones α-Co y CoFe [7,8], la permeabilidad en este tipo de materiales es un poco más alta en el estado amorfo que en el nanocristalino, debido a la anisotropía magnética generada por su arreglo aleatorio.

1.1.2 Fabricación de aleaciones magnéticamente blandas amorfas

La síntesis de aleaciones magnéticamente blandas requiere además del cuidado en la composición de la aleación, una especial atención en el modo de producción de la aleación, con el fin de obtener el estado estructural más conveniente. Las aleaciones amorfas, poseen excelentes propiedades magneticoblandas y por medio de tratamientos térmicos, se pueden obtener aleaciones parcialmente nanocristalinas y nanocristalinas partiendo del precursor amorfo obteniendo mejores propiedades magnéticas, El método usado para obtener aleaciones en estado amorfo es la Solidificación Rápida (SR).

La SR consiste en obtener velocidades de enfriamiento > 10^6 K/s lo que requiere una alta transferencia de calor, para conseguir estas velocidades de enfriamiento, la aleación en estado fundido es expulsada sobre una superficie altamente conductora. A partir de la fase

líquida, velocidades de enfriamiento del orden de 10^6 K/s o mayores, permiten formar aleaciones amorfas. Existen diversas técnicas para producir enfriamientos rápidos, entre ellas están "*splat quenching*", "*melt spinning*", la atomización. En todas ellas, la transferencia de calor se consigue lanzando, aplanando o pulverizando la aleación fundida para que se produzca un contacto brusco con un medio extremadamente frío. Esto implica, como mínimo, la reducción de una dimensión del sólido enfriado rápidamente, el cual adquiere forma de polvos, hilos, cintas o trozos [6].

Las técnicas de SR se caracterizan por una velocidad de enfriamiento en la transición líquido-sólido elevada y un intercambio térmico, por conducción, extremadamente rápido, para que se cumplan estas características, se deben tener las siguientes condiciones:

- El sustrato sobre el que se efectúa el temple ha de ser un buen conductor térmico, como por ejemplo el Cu.
- El contacto térmico entre el sustrato y el líquido ha de ser tan perfecto como sea posible (sobrepresión sobre el fundido).
- La altura del líquido en dirección perpendicular al sustrato ha de ser tan reducida como sea posible.

De acuerdo a lo anterior, el tiempo transcurrido entre el contacto inicial del líquido con el sustrato y el final de la solidificación ha de ser tan corto como sea posible. Las aleaciones estudiadas en este trabajo, se fabricaron por medio del método de SR de *"melt spinning"*.

En la técnica Melt Spinning, esquematizada en la figura 1.2, los componentes de la aleación en estado fundido son expulsados bajo presión sobre una rueda de cobre en movimiento, la diferencia de temperatura entre la aleación y la rueda ocasiona que la aleación se enfrié a una velocidad tan alta que las moléculas no alcanzan a reorganizarse, obteniéndose una aleación en estado amorfo, con propiedades muy diferentes a las de los componentes de la aleación en estado cristalino [9].

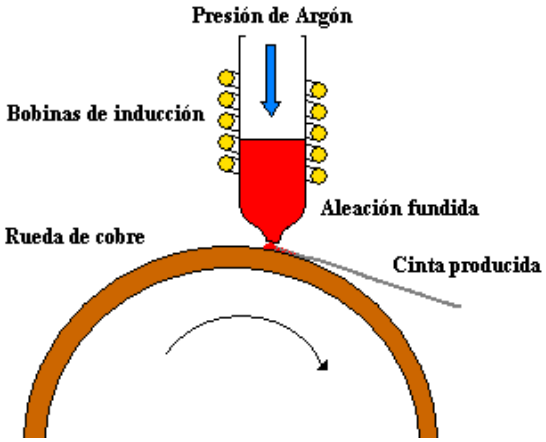


FIGURA 1. 2 Esquema del sistema de Melt Spinning

1.1.3 Cinética de Cristalización

En las aleaciones magnéticamente blandas amorfas, el estudio de la cinética de cristalización es muy importante, ya que determina el límite en el cual las excelentes propiedades magnéticas de estas aleaciones, comienzan a deteriorarse y en el caso en que la aleación es parcialmente cristalina (cristales embebidos en una matriz amorfa), permite controlar la microestructura de la aleación [10]. A partir de la cinética de cristalización en una aleación, se determina el valor de la energía de activación, el cual ha sido interpretado como el valor umbral de energía que al ser superado, asegura el inicio de los procesos de transformación estructural [11].

El proceso de cristalización es un proceso cinético el cual envuelve la formación de núcleos de cristal y su posterior crecimiento. Termodinámicamente, el proceso de cristalización se da como resultado de diferencias en la energía de Gibbs, debido a una diferencia de presión, potencial químico o temperatura en la aleación [4].

El proceso de cristalización no se da necesariamente en un único paso, ni en único mecanismo, este proceso envuelve diferentes mecanismos, cada uno de los cuales es dominante para cada paso y para cada rango de temperatura.

1.1.3.1 Modos de cristalización

Para los vidrios metálicos el proceso de cristalización se puede presentar de tres formas diferentes:

Cristalización polimorfa: en la cristalización polimorfa, el proceso de cristalización se presenta sin generar ningún cambio en la composición de la aleación, es decir no hay gradientes de concentración en la frontera del grano. Por ejemplo si se tiene una aleación formada por $Fe_{75}B_{25}$, en la formación del cristal, se presentarán granos compuestos por Fe_3B.

Cristalización Primaria: en la cristalización primaria se presenta una segregación de componentes primarios, esto constituye un cristal embebido en una fase amorfa. Por ejemplo en una aleación binaria de FeB se presenta la formación de cristales α-Fe con Boro en el exterior. Los cristales formados en la cristalización primaria, pueden servir como sitios de nucleación para cristalizaciones secundarias y terciarias. En este tipo de cristalización el gradiente de concentración en la interface del cristal es alto.

Cristalización eutéctica: se presenta la cristalización simultánea de dos fases cristalinas por una reacción discontinua. Esta reacción no presenta gradiente de concentración en la interfaz pero tarda más que la reacción polimorfa, debido a que se presentan dos componentes separados por difusión dentro de dos fases separadas en la región cristalizada.

1.1.3.2 Mecanismos de crecimiento del cristal

Las aleaciones amorfas cristalizan mediante la formación de núcleos y su posterior crecimiento, el cual es controlado por fuerzas conductoras producto de gradientes en la

energía de Gibbs, según sean estas fuerzas conductoras, se presentan dos diferentes mecanismos de crecimiento.

Difusión controlada: En el caso de una cristalización primaria, la composición de la matriz amorfa está cambiando localmente alrededor del grano en crecimiento, debido al transporte de elementos dentro y fuera de la frontera del grano, a causa de esto la diferencia inicial en la energía de Gibbs entre la fase amorfa y la cristalina es reducida, tendiendo a alcanzar un equilibrio lo que puede detener el crecimiento. Sin embargo, un gradiente en la energía de Gibbs aparece en la matriz, que induce la difusión de elementos agregados o rechazados en la región cercana a la interfaz de la matriz amorfa. Como resultado de ambos mecanismos competitivos, una difusión controlada del estado de crecimiento es lograda eventualmente. La transformación termina cuando la composición de la matriz desordenada del conjunto logra el valor metastable/estable del equilibrio, es decir, no existe un gradiente en la energía de Gibbs [12].

Crecimiento de interfaz controlada: Cuando el gradiente en la energía de Gibbs solo depende de la temperatura a lo largo de la transformación, como en el caso de una cristalización polimórfica, en la que no hay gradientes de composición, el mecanismo de crecimiento es conocido como mecanismo de interfaz controlada.

1.1.4 Fracción de cristalización y parámetros cinéticos

A partir de experimentos de DSC es posible calcular el volumen de material transformado en el proceso de cristalización o la fracción de cristalización χ como una función de la temperatura T. La fracción de volumen de cristal precipitado es obtenido desde la curva DSC usando $\chi = S/S_o$ donde S_o es el área total bajo la curva entre la temperatura en el inicio de la cristalización (T_i) y la temperatura al final del proceso de cristalización (T_f), S es el área a cualquier temperatura en el rango T_i y T_f en la cual la fracción requiere ser conocida. Al realizar la grafica de χ vs. T, se obtiene una curva sigmoidal (figura 1.3), la cual es una función matemática que representa el aumento o crecimiento de una variable por medio de

tres estados, primero un incremento lento, luego este incremento se acelera y finalmente se desacelera. Para este caso la descripción del crecimiento del volumen cristalino dentro de la aleación en función de la Temperatura, se puede realizar en tres etapas *a*, *b* y *c*.

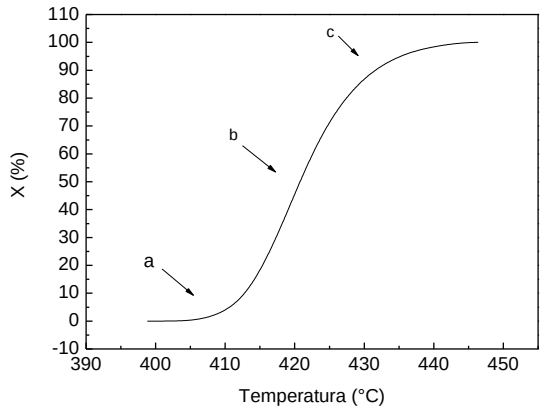


FIGURA 1. 3 Fracción de cristalización vs Temperatura para una aleación de CoFeBSi

En la etapa *a* ocurre la nucleación en varios puntos del volumen de la muestra y la cristalización volumétrica se vuelve dominante. En la etapa *b* se muestra el crecimiento de núcleos al incrementarse la velocidad de la reacción mientras el área superficial del núcleo se incrementa, en el estado *c* se presenta el decremento en el área superficial, como resultado de coalescencia de núcleos.

La base teórica para interpretar los resultados experimentales de DSC es provista por la teoría formal de transformación cinética desarrollada por Johnson y Mehl [13] y Avrami [14] llamada ecuación JMAK, en la cual se describe la evolución de la fracción de volumen cristalizada en función del tiempo por medio de la ecuación 1.1

$$\chi(t) = 1 - exp[-(kt)^n] \tag{1.1}$$

Donde $\chi(t)$ es la fracción de volumen de la aleación transformado o fracción de cristalización, E_a es la energía de activación y n es el exponente de Avrami, k es un factor de frecuencia que obedece una dependencia de la temperatura de Arrenius $k=k_o exp(-$

E_a/RT). Es necesario tener en cuenta que la ecuación 1.1 fue desarrollada para explicar experimentos de tipo isotérmico, sin embargo esta ecuación también ha sido extensamente usada para derivar expresiones que describen resultados de experimentos no isotérmicos presentando buena concordancia entre los resultados prácticos y teóricos [15]. La ecuación de JMAK se puede escribir para χ en función de la temperatura de la siguiente forma

$$\chi = 1 - \exp\left\{-\left[\int_{t_0}^{t} K(T)\, dt\right]^n\right\} \tag{1.2}$$

Para el caso de un proceso isotérmico esta ecuación deriva en la ecuación 1.1 ya que *K(T)* se mide para la temperatura en la cual se realiza la isoterma, por tal motivo es constante, mientras que para un proceso no isotérmico se tiene la ecuación [16]:

$$\chi = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{1}{r^n}\right)\left[\int_{T_0}^{T} K(T)\, dT\right]^n\right\} \tag{1.3}$$

Al remplazar $Z(T) = \left[\int_{T_0}^{T} K(T)\, dT\right]^n$ la ecuación 1.3 puede ser reescrita de la siguiente forma

$$\chi = 1 - \exp\left\{-\frac{Z(T)}{r^n}\right\} \tag{1.4}$$

Donde *r* es la velocidad de calentamiento. Al aplicar doble logaritmo sobre 1.4 con el fin de obtener una ecuación en términos de la energía de activación se obtiene la ecuación 1.5

$$Ln(-Ln(1-\chi) = nLn(r) - \frac{E_a}{RT} + Ln(Z_0) \tag{1.5}$$

De esta ecuación es posible obtener el exponente de Avrami *n* como la pendiente de la grafica de $Ln(-Ln(1-\chi))\ vs.\ Ln(r)$. El exponente de Avrami se puede escribir como *n=m+1* para materiales en los que no hay núcleos preexistentes donde *m* es un número entero o semientero el cual depende del mecanismo de crecimiento y de la dimensionalidad del cristal. Para crecimiento por interfaz controlada *m* asume valores de 1, 2 y 3 para

crecimiento en una, dos y tres dimensiones respectivamente, para crecimiento por difusión controlada *m* asume valores de 1/2, 1 y 3/2 para las respectivas dimensiones del crecimiento [15].

La determinación de la energía de activación puede ser realizada al considerar la derivada con respecto a la temperatura de la fracción de cristalización, en transformaciones de estado sólido se utilizan comúnmente dos teorías fenomenológicas para realizar este cálculo, las cuales son el modelo de Kisinger (1.6) y el modelo de Avrami (1.7):

$$\ln\left(\frac{r}{T_i^2}\right) = \frac{E_a}{RT} + C_2 \tag{1.6}$$

$$\ln\left(\frac{r}{T_i}\right) = \frac{E_a}{nRT} + C_3 \tag{1.7}$$

El cálculo de la energía de activación resulta muy similar utilizando cualquiera de las dos ecuaciones. El problema del uso de la ecuación de Avrami o la ecuación de Kissinger radica en que apropiado es el modelo aplicado al describir el proceso de cristalización, ya que la teoría de Kissinger parte originalmente de una reacción de descomposición irreversible *solido1 → solido 2 +gas 3,* mientras que la teoría de Avrami asume una transformación *solido1 → solido 2* incluyendo la nucleación y crecimiento del solido 2 en la matriz del solido 1[17].

1.1.5 Efecto de Magnetoimpedancia Gigante (MIG)

Las aleaciones amorfas y nanocristalinas magnéticamente blandas, presentan un fenómeno de interés en aplicaciones tecnológicas llamado magnetoimpedancia (MI). Este fenómeno consiste en una gran variación de la impedancia alterna ac, $Z = R + iX$ (donde R es la resistencia o parte real y X es la reactancia o parte imaginaria), cuando a través de una muestra del material se hace pasar una corriente eléctrica ac de magnitud (I_{ac}) y frecuencia

(*f*) en presencia de un campo magnético dc, H. Usualmente, la razón de cambio en la magneto-impedancia gigante, es definida de la siguiente manera [18]:

$$\frac{\Delta Z}{Z} = \frac{\left[Z(H) - Z(H\max)\right]}{Z(H\max)} \times 100 \qquad (1.8)$$

donde | Z | es el módulo de la impedancia, $/Z/^2 = R^2 + X^2$, y H_{max} es el campo en el que el material se considera magnéticamente saturado.

1.1.5.1 Impedancia de un conductor magnético

De acuerdo a la ley de Ohm, la impedancia eléctrica es dada como la razón entre U_{ac}/I_{ac} donde I_{ac} es la amplitud de la corriente sinusoidal que pasa por el conductor y U_{ac} es el voltaje medido entre sus terminales. En metales ferromagnéticos esta definición tiene validez limitada, debido a que un metal ferromagnético es un material no lineal y la ley de Ohm aplica solo para materiales lineales, pero bajo ciertas circunstancias esta definición puede ser usada. En la figura 1.4 se presenta un esquema para ilustrar la definición de Impedancia

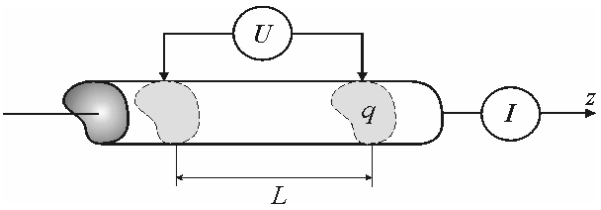


FIGURA 1. 4 Esquema para la definición de Magnetoimpedancia

En la aproximación lineal la razón de la MIG esta dada como:

$$\frac{Z}{R_{dc}} = \frac{j_z(S)}{\langle j_z \rangle_q} \qquad (1.9)$$

Donde R_{dc} es la resistencia, $j_z(S)$ es la componente axial de la densidad de corriente en la superficie y $\langle j_z \rangle_q$ es su valor promedio sobre la sección transversal q (figura 1.4), Alternativamente la razón de MIG puede ser obtenida del tensor impedancia ξ:

$$\frac{Z}{R_{dc}} = \frac{q}{\rho l}\left(\xi_{zz} - \xi_{z\phi}\,\frac{h_z(S)}{h_\phi(S)}\right) \tag{1.10}$$

Donde ρ es la resistividad, l es la longitud del contorno del área transversal y h_z y h_φ son las componentes axial y circunferencial de campo magnético ac respectivamente [19].

Cuando la componente h_z del campo ac es cero, el segundo término del lado derecho de la ecuación se anula y la impedancia es proporcional a la impedancia superficial ξ_{zz}, presentándose una respuesta simétrica de la MIG, es decir la componente diagonal $\xi_{z\phi}$ de la impedancia es la responsable de la "magnetización transversal" y de una respuesta asimétrica de la MI [18].

La densidad de corriente j o el campo magnético ac h pueden ser obtenidos de la teoría electrodinámica de medios continuos, de la solución simultanea de las ecuaciones de Maxwell

$$\nabla^2 h - \frac{2i}{\delta_0^2}\,h = \frac{2i}{\delta_0^2}\,m - grad\ div\ m \tag{1.11}$$

y de las ecuaciones de Landau–Lifshitz para el movimiento del vector de magnetización:

$$i\frac{\omega}{\gamma}m = m \times \left(H_{eff,0} + i\frac{\alpha\omega}{\gamma M_s}M_0\right) + M_0 \times h_{eff} \tag{1.12}$$

Donde $\delta_0 = \sqrt{(2\rho/\omega\mu_0)}$ es la profundidad piel no magnética y m es la componente ac de la magnetización, M_o y $H_{eff,0}$ son las componentes, en equilibrio, de la magnetización y el

campo efectivo respectivamente, h_{eff} es la componente efectiva del campo ac, γ es el radio giromagnético y α es el parámetro de amortiguamiento de Gilbert.

Obtener la solución exacta del problema resolviendo simultáneamente la ecuación 1.11 y 1.12 es difícil, en vez de esto, se resuelve la ecuación 1.11 considerando una relación lineal entre la magnetización y el campo magnético ac $m=\chi h$ y haciendo caso omiso a la ecuación 1.12.

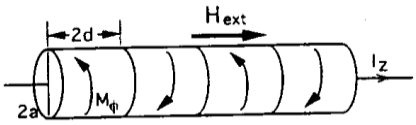


FIGURA 1. 5 Geometría en forma de hilo

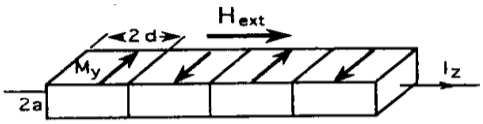


FIGURA 1. 6 Geometría en forma de cinta

De esta forma, se puede encontrar, para geometrías simples, una aproximación lineal de la impedancia para cualquier frecuencia [20]. En un hilo (fig. 1.5), *Z* tiene la forma:

$$Z = R_{dc} ka \frac{J_0(ka)}{2J_1(ka)} \tag{1.13}$$

En forma de cinta (fig. 1.6), Z tiene la forma de

$$Z = R_{dc} ika \coth(ika) \tag{1.14}$$

Donde $k = (1+i)/\delta_m$ y $\delta_m = \sqrt{\frac{2\rho}{\omega\mu_t}}$ es la profundidad piel magnética.

De acuerdo a las ecuaciones 1.13 y 1.14, la magnetoimpedancia puede ser entendida como una consecuencia del incremento de la profundidad piel hasta que alcanza el radio del alambre mientras disminuye la permeabilidad circunferencial del alambre en la ecuación 1.13 o hasta que alcanza la mitad del espesor mientras decrece la permeabilidad transversal en la ecuación 1.14, bajo un campo externo aplicado [21].

1.1.5.2 Fenomenología de la MIG

Dependiendo de la frecuencia *f* de la corriente I_{ac} que fluye a través de la muestra, la magnetoimpedancia gigante puede ser separada en tres diferentes regiones [22]:

***Frecuencia muy baja (f < 10 kHz)*:** Para este rango de frecuencias, el comportamiento es altamente no lineal. El efecto piel es muy débil y la reactancia es la principal contribuyente al cambio de la impedancia. Para niveles de señal mas bajos donde la señal podría ser lineal, los efectos son muy débiles y difícilmente observables.

Frecuencia baja e intermedia (f ~ MHz): Para rangos de frecuencia entre 10kHz y 1 MHz, el cambio en la MIG es originada por las variaciones en la profundidad piel debidas a los fuertes cambios de la permeabilidad magnética efectiva causados por el campo magnético externo. En este régimen, tanto el movimiento de paredes de dominio (μ_w) como la rotación de la magnetización (μ_{rot}) contribuyen a la permeabilidad transversal efectiva (μ_t) [20]

$$\mu_t = \mu_w + \mu_{rot} \tag{1.15}$$

Para frecuencias más altas, los movimientos de las paredes de dominio son amortiguados por corrientes parasitas por lo que la contribución a la MIG es debida principalmente a la rotación de la magnetización.

Frecuencia alta (f ~ GHz): En rangos de frecuencias del orden de GHz la rotación de la Magnetización es fuertemente influenciada por el efecto giromagnético de la relajación ferromagnética. La máxima impedancia es desplazada a campos más altos donde la muestra ya esta magnéticamente saturada. Los fuertes cambios en la profundidad de penetración son causados por el mismo mecanismo de la resonancia ferromagnética [19].

Referencias

[1] V. Franco, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 185 (1998) 353-359

[2] T. Uchiyama, K. Mohri, L.V. Panina, K. Furuno, IEEE Trans. Magn.31 (1995) 3182.

[3] H. Chiriac, M. Tibu, A. Moga, D. Herea Journal of Magnetism and Magnetic Materials 293 (2005) 671–676

[4] G.V. Kurlyandskaya, V.M. Prida, B. Hernando, J.D. Santos, M.L. Sánchez, Sensors and Actuators A 110 (2004) 228–231

[5] M. Tejedor M. Phan, H Peng, Progress in Materials Science 53 (2008) 323–420

[6] Y. Ishikawa, N. Miura, Physics and engineering applications of magnetism, Springer series in Solid-State Science 92

[7] Boll R, Warlimont H. IEEE Trans Mag 1981

[8] C.W. Chen. Magnetism and metallurgy of soft magnetic Materials. New York: Dover Publications, 1986.

[9] Michael E. McHenry, Matthew A. Willard, David E. Laughlin Progress in Materials Science 44 (1999) 291-433.

[10] A. Hsiao, M. E. Mchenry, D. E. Laughlin, M. J. Kramer, C. Ashe, and T. Ohkubo, IEEE Transactions on Magnetics, vol. 38, no. 5, (2002)

[11] S.D. Kaloshkin, I.A. Tomilin, Thermochim. Acta 280–281 (1996)

[12] **Clavaguera-Mora, M.T.**, Clavaguera, N., Crespo, D. and Pradell T. Progress in Materials Science 47 (2002) 559–619

[13] W. A. Johnson and K. F. Mehl, Tram, Am. Inst.Mining. Met. Engrs. 135, 315 (1981).

[14] M. Avrami, J. Chem. Phys., 7(1939) 1103.

[15] J. Vazquez, C. Wagner, P. Villares y R. Jimenez-Garay. Acta Matter. Vol. 44, NO. 12, PP. 4807-4813, 1996

[16] J.S. Blázquez, C.F. Conde, A. Conde Acta Materialia 53 (2005) 2305–2311

[17] P. Altuzar y R Valenzuela, Materials letter, volumen 11 numero 3,4 1991

[18] M. Vázquez, J. Magn. Magn. Matter; 226-230, 693-699; 2001

[19] Luděk Kraus Sensors and Actuators A 106 (2003) 187–194

[20] L. V. Panina and K. Mohri. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. vol. 157 / 158 (1996), p. 137 - 140.

[21] M.H. Phan, H.X. Peng. Progress in Materials Science 53 (2008) 323–420

[22] M. Knobel, M. Vásquez and L. Kraus. Giant Magnetoimpedance. Versión 5 18th June 2002.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL Y TECNICAS DE CARACTERIZACION

En este capítulo se realiza una descripción detallada del proceso de selección y síntesis de las aleaciones en forma de cintas, estudiadas en este trabajo, $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con *x= 10, 8 y 6,* $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$, las cuales fueron obtenidas a través de una pasantía internacional realizada en el Laboratorio de Sólidos Amorfos de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Buenos Aires. También se presenta una breve descripción de las técnicas empleadas para la caracterización de las aleaciones estudiadas en este trabajo.

2.1 SÍNTESIS DE MATERIALES MAGNÉTICAMENTE BLANDOS AMORFOS

2.1.1 Composición de las aleaciones magnéticamente blandas

Los criterios usados en la escogencia de la composición de las aleaciones estudiadas en este trabajo son: la optimización del mayor número de propiedades magnéticas (tanto intrínsecas como extrínsecas) y la optimización de las características estructurales de la aleación, las cuales afectan el comportamiento magnético de las mismas.

Las aleaciones producidas y estudiadas en este trabajo son aleaciones magnéticamente blandas en estado amorfo, estas aleaciones se pueden representar de forma general como $MT_{1-x}M_x$ donde MT son metales de transición como Hierro y/o Co y M son elementos metaloides, en este caso B y Si. Para obtener una aleación con propiedades ferromagnéticas

apropiadas, esta debe tener el mayor porcentaje de MT posible; los elementos B y Si son adicionados a la aleación con el fin de promover la formación vítrea en el precursor.

Se escogieron como elementos MT al Hierro y al Cobalto por sus excelentes propiedades magnéticas tales como alta Magnetización de Saturación (M_s), alta Inducción magnética (B_s), alta temperatura de Curie (T_c) y bajo coeficiente de magnetostriccion [1], en la tabla 2.1 se presentan los valores de algunas de estas propiedades para el Fe y el Co. En el caso de las aleaciones de CoFeBSi, la presencia del Cobalto en la aleación incrementa la temperatura de Curie de la aleación debido a que la interacción de intercambio de Fe-Co es muy fuerte, esto es de interés a la hora de pensar en aplicaciones a altas temperaturas, por otro lado estas aleaciones presentan coeficientes de magnetostriccion (λ_s) muy cercanos a cero, cualidad que es requerida para aplicaciones tecnológicas y para mejores propiedades magneticoblandas [2-5].

Elemento	M_s (Oe para T=0K)	M_s (Oe para T. amb.)	T_c(K)
Co	1446	1400	1043
Fe	1740	1707	1388

Tabla 2. 1 ***Valores de Ms y Tc para el Cobalto y el Hierro [2].***

2.1.2 Aleaciones amorfas con composición $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con x= 10, 8 y 6, $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ en forma de cintas

Se produjeron cintas amorfas de aleaciones $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con $x= 10, 8 y 6$, $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ con diferentes longitudes, 2mm de ancho y 0,2 mm de espesor. Las aleaciones se fabricaron por la técnica de *Melt Spinning*. Estas aleaciones fueron escogidas por sus excelentes propiedades magnéticas y térmicas las cuales ya se habían vislumbrado en estudios previos realizados en el grupo de Magnetismo y Materiales Avanzados de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales, los pasos seguidos en el proceso de fabricación son descritos a continuación:

- Se realiza vacío de aproximadamente de 10^{-4} mb en los crisoles de cuarzo donde se va a depositar los componentes de la aleación a producir, esto con el fin de verificar el estado de los crisoles.

- Una vez verificado el estado de los crisoles, se procede a la limpieza de los mismos para el pesado de la muestra.

- Listos los componentes, se depositan en el crisol, se realiza vació de 10^{-4} mb, en esta condición se hacen baños con Argón sobre la muestra hasta alcanzar una presión de 1 Atm y se procede con la fundición, llevando el horno a potencias entre 30 y 35 KW durante 3 a 4 minutos.

- Con la aleación fundida, se prepara la rueda de cobre para producir la cinta. El lingote obtenido anteriormente se introduce en una boquilla de cuarzo. Esta boquilla posee un orificio de 0.7 mm de diámetro. La rueda se pone a girar hasta alcanzar una velocidad tangencial de entre 35-40 m/s. La aleación se funde llevando el horno a una potencia entre 60 y 80 KW, el doble de la potencia para la realización del lingote. Una vez fundida la aleación, se libera Argón a una presión entre 28 y 29 mmHg, para conseguir que la aleación fundida salga a través del orificio; al hacer contacto con la rueda de cobre se tiene una velocidad de enfriamiento 10^{7} K/s produciendo una aleación amorfa en forma de cinta, una imagen del proceso de fabricación de las cintas es mostrado en la figura 2.1.

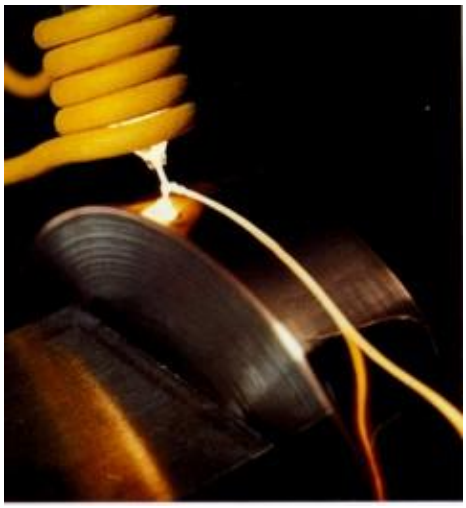


FIGURA 2. 1 Imagen del proceso de fabricación por melt spinning

Las aleaciones producidas y las cantidades de material utilizadas, se presentan en la tabla 2.2 y 2.3:

Aleación	**Co (g)**	**Fe (g)**	**B (g)**	**Si (g)**
$Co_{74}Fe_6B_{10}Si_{10}$	1.0062	0.0770	0.0248	0.0645
$Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$	1,1728	0.1234	0.0298	0.0776
$Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$	1,5061	0.2038	0.0394	0.1025

Tabla 2. 2 Materiales y cantidades usadas para la producción de aleaciones Co80-xFexB10Si10

Aleación	**Fe (g)**	**B (g)**	**Si (g)**
$Fe_{78}B_{13}Si_9$	1.0274	0.0331	0.5962
$Fe_{80}B_{10}Si_{10}$	1.0311	0.0249	0.0648

Tabla 2. 3 Materiales y cantidades usadas para la producción de aleaciones Fe78B13Si9 y Fe80B10Si10

Las cantidades de los elementos usados, fueron pesados con un balanza Mettler Toledo AB204-S, con un grado de sensibilidad de 0.1 mg.

Los compuestos utilizados en la producción de las diferentes cintas amorfas son de la casa productora *"Alfa Aesar"* y su grado de pureza según el compuesto se muestra a continuación en la tabla 2.4:

Compuesto	Grado de Pureza
Fe	99.98 %
Co	99.9 %
Si	99.9 %
B	99.5 %

Tabla 2. 4 Compuestos utilizados y grados de pureza dados por el fabricante.

Culminado el proceso de síntesis de las aleaciones, es preciso llevar a cabo la caracterización de las mismas. En este trabajo se realizó una caracterización térmica y estructural, por medio de la técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC) y difracción de rayos X (XRD), estas técnicas permitieron estudiar la cinética de cristalización de las cintas y corroborar el proceso de cristalización, partiendo del estado amorfo, también se realizaron estudios termomagnéticos, utilizando un analizador termogravimétrico (TGA), el cual permitió determinar las Temperaturas de Curie en la fase amorfa y cristalina. El estudio del comportamiento magnético de las aleaciones, se llevo a cabo usando técnicas de Magnetometría de muestra vibrante (VSM) y Magnetoimpedancia (MI). Cada uno de estas técnicas son explicadas en la siguiente sección.

2.2 ALGUNAS TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE ALEACIONES MAGNÉTICAMENTE BLANDAS AMORFAS

2.2.1 Calorimetría Diferencial de barrido (DSC)

La calorimetría diferencial de barrido DSC por sus siglas en ingles, es una técnica de análisis térmico en la que se miden las diferencias en la cantidad de calor aportado a una muestra y a una referencia, en función de la temperatura de la muestra cuando las dos están sometidas a un programa de temperatura y una atmósfera controlados.

El DSC usado en este trabajo es un DSC de flujo de calor, en el cual, la muestra y la referencia se encuentran en el mismo horno, y se someten a un programa de temperatura. La diferencia en el flujo de calor se calcula indirectamente de la diferencia de temperaturas entre la muestra y la referencia.

De los experimentos de DSC realizados en calentamiento continuo sobre aleaciones amorfas magnéticamente blandas, se obtiene información sobre la evolución estructural de la muestra, ya que los procesos de cristalización se presentan como picos exotérmicos en el termograma, de estos resultados, es posible obtener las temperaturas de cristalización e incluso para algunas aleaciones y bajo ciertas condiciones también se puede determinar la temperatura de transición vítrea. Al realizar experimentos usando un programa de temperatura y diferentes velocidades de calentamiento, se presenta un corrimiento hacia temperaturas más altas de los picos exotérmicos, este comportamiento es un reflejo de la dependencia entre la velocidad de transformación de la estructura de la aleación y la velocidad de calentamiento, es decir, el proceso de cristalización es un proceso cinético [6], lo cual hace necesario un estudio de la cinética de cristalización de cada aleación.

Para llevar a cabo el estudio de la cinética de cristalización, por medio de DSC se obtienen las temperaturas a las cuales se presenta la cristalización y a partir de ellas aplicando modelos cinéticos (expuestos en el capitulo 1), se calculan parámetros como la energía de activación (E_a) la fracción de cristalización y el exponente de Avrami *n* responsable por el mecanismo de cristalización.

2.2.2 Análisis Termogravimétrico (TGA)

La técnica de Análisis Termogravimétrico (TGA) permite medir la cantidad y la velocidad de cambio en el peso de un material como función de la temperatura y del tiempo en presencia de una atmósfera controlada. Los instrumentos comerciales modernos empleados en termogravimetría constan de: (1) una balanza analítica sensible, (2) un horno, (3) un sistema de gas de purga para proporcionar una atmósfera inerte (o algunas veces reactiva) y

(4) un microprocesador para el control del instrumento y para comunicación con el PC. Además, existe la opción de añadir un sistema para cambiar el gas de purga en las aplicaciones en las que este gas debe cambiarse durante el experimento.

La técnica de TGA, también puede ser utilizada para determinar la temperatura de Curie (T_c) de materiales ferromagnéticos al realizar el experimento tradicional de TGA pero en presencia de un campo magnético constante producido por un magneto. El magneto ejerce una fuerza magnética sobre la muestra adicional a la fuerza gravitatoria, cuando el material alcanza la temperatura de Curie, los momentos magnéticos de este se desordenan y ya no son atraídos por el magneto, lo que es registrado por el instrumento como una perdida abrupta en el peso de la muestra, permitiendo así determinar la temperatura de Curie.

Los resultados de Termogravimetría sumados con la información de la calorimetría diferencial de barrido, conllevan a una relación entre los cambios estructurales y las propiedades magnéticas de la muestra.

2.2.3 Difracción de Rayos X (XRD)

Esta técnica, aplicada al estudio de la estructura de los materiales, permite obtener en forma no destructiva, importante información sobre distintos aspectos de los mismos como las fases presentes, orientaciones cristalinas preferenciales, defectos cristalográficos, tensiones residuales, etc.

La difracción tiene como origen un fenómeno de difusión por un número grande de átomos. Estos átomos están ordenados en una forma periódica formando una red cristalina. Esto hace que los rayos X difundidos por cada uno de ellos tengan una diferencia de fase definida entre sí, que puede ser destructiva o constructiva según las direcciones. Las direcciones constructivas corresponden a los haces difractados y están definidos por la ley de bragg [7].

$$2d\,sen\theta = n\lambda \tag{2.1}$$

Cuya expresión corresponde a la ley de Bragg, donde *n* es un número entero, *d* es la distancia entre los planos cristalinos, λ es la longitud de onda de los rayos X y el haz incidente tiene un ángulo θ.

Los haces difractados están caracterizados por su posición angular respecto del haz incidente la cual da información para la identificación de compuestos cristalinos, medición de macrotensiones residuales y determinación del valor del parámetro de red. También se utiliza el ancho de las líneas que da información del estado de la estructura cristalina. Por último, las intensidades proporcionan información cuantitativa de compuestos cristalinos y mide la textura cristalográfica. Esta información se presenta en un gráfico de intensidad en función del ángulo 2θ, llamado patrón de difracción.

2.2.4 Magnetometría de Muestra Vibrante (VSM)

La Técnica de Magnetometría de Muestra Vibrante (VSM) está fundamentada en la ley de Faraday. Su funcionamiento consiste en someter una muestra de material a oscilaciones mecánicas senoidales en el interior de un campo magnético externo uniforme [8]. La magnetización de la muestra en movimiento genera una variación de flujo magnético en el espacio adyacente, induciendo una señal eléctrica alterna en unas bobinas de captación ubicadas especialmente para maximizar la amplitud de la fuerza electromotriz inducida. Esta señal inducida es proporcional a la magnetización de la muestra que es una medida del momento magnético neto por unidad de volumen y por consiguiente, brinda información sobre el comportamiento magnético de la misma. El VSM es comúnmente usado para la determinación de lazos de histéresis el cual permite conocer las características de cualquier material magnético, tales como la magnetización de saturación (M_s) y el Campo Coercitivo (H_c). El Magnetómetro utilizado en este trabajo fue desarrollado en el Laboratorio de

Magnetismo y Materiales Avanzados de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales. Un esquema de este magnetómetro se muestra en la figura 2.2.

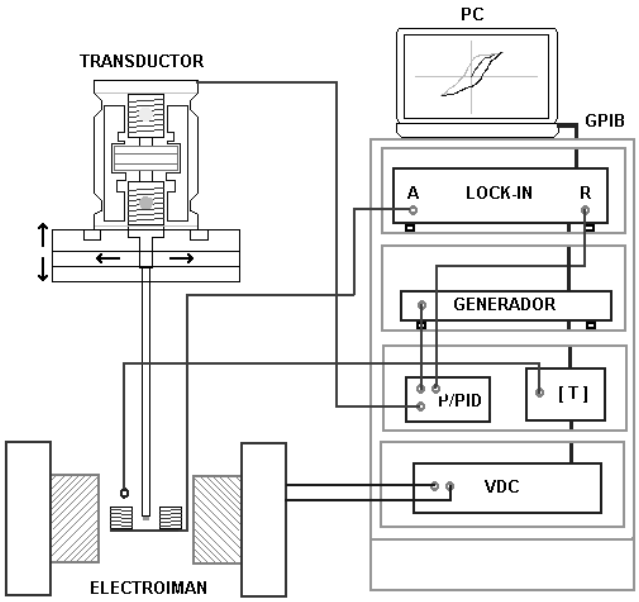


FIGURA 2. 2 Diagrama de bloques del VSM desarrollado en el Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados de la Universidad Nacional de Colombia, Sede Manizales.

En el VSM se genera un movimiento vibratorio aplicado en la muestra y un controlador PID, ajusta y controla la amplitud de la vibración a un valor de referencia establecido mediante un generador de señales Stanford Research Systems modelo DS360 de ultra baja distorsión. Estas vibraciones son transmitidas hasta la muestra por medio de una varilla acrílica, la muestra se ubica en su extremo inferior, entre los polos del electroimán, rodeada por el espacio vectorial magnético que éstos generan. El campo magnético aplicado a la muestra es medido mediante un Gaussímetro Lake Shore 450 que posee una sonda Hall transversal, ubicada en las proximidades de la muestra. Así, la muestra vibra perpendicularmente al campo aplicado, entonces los momentos magnéticos oscilantes inducen un voltaje en las bobinas de detección estacionarias. Las propiedades magnéticas de la muestra pueden ser deducidas de las mediciones de este voltaje que viene dado por [8].

$$V = -NS\left(\frac{dB}{dt}\right) = -Ns\frac{d}{dt}\left(B_{campo\ \ externo} + g(t)m\right) \qquad (2.2)$$

Donde $g(t)$ es la función posición de la muestra, N es el número de espiras, S es el área transversal y m es el momento magnético. Un segundo voltaje es inducido en una bobina de referencia vibrante al interior del transductor Mössbauer, dicha solenoide se encuentra acoplado al eje de vibración del Mössbauer, e interacciona con el campo magnético producido por magnetos permanentes en su interior, es decir, sobre el mismo eje de vibración, ambos, la muestra y la bobina de referencia se encuentran impulsados por un elemento en común. Para conocer la relación proporcional de los momentos magnéticos de la muestra con el voltaje en las bobinas de detección basta con relacionar la señal de voltaje en dichas bobinas en fase con la señal de voltaje en las bobinas de referencia a la frecuencia de vibración, por medio de la siguiente ecuación:

$$V = k\, m * M_{saturación} \tag{2.3}$$

Donde $M_{saturación}$ es la magnetización de saturación de un material conocido, en este caso se usó Niquel que posee un momento magnético $\sigma_s = 54.39$ *emu/g*, a temperatura ambiente [9]. Por medio del uso del amplificador lock-in, en este proceso de medición, se logra un rechazo en modo común de los campos electromagnéticos estáticos, como los que pueden generarse por inestabilidades propias del electroimán o las no uniformidades del campo magnético en los polos [10].

2.2.5 Sistema para medir Magnetoimpedancia Gigante

El efecto de magneto-impedancia gigante, MIG, observado en materiales ferromagnéticos blandos, consiste en una gran variación de la impedancia alterna ac, Z, cuando a través de una muestra del material se hace pasar una corriente eléctrica ac de magnitud (I_{ac}) y frecuencia (f) en presencia de un campo magnético dc, H.

El sistema para la medición de la magnetoimpedancia en muestras en forma de hilos y cintas que presentan dicho fenómeno, fue desarrollado en el Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales [5]. El

sistema está compuesto de un generador de señales que suministra la corriente AC a la muestra a estudiar, el generador permite trabajar en un rango de frecuencias entre 0.1 y 30 MHz, la señal de respuesta de la cinta es recibida por un Lock-in Stanford Research SR844, una fuente DC alimenta a las bobinas, las bobinas de Helmholtz son las encargadas de generar el campo DC, H_0, suministrado a la muestra, un gaussímetro mide el campo, un porta muestras, y un PC encargado de gobernar todos los dispositivos que conforman el sistema y procesar los datos. El esquema del sistema se presenta en la Figura 2.3.

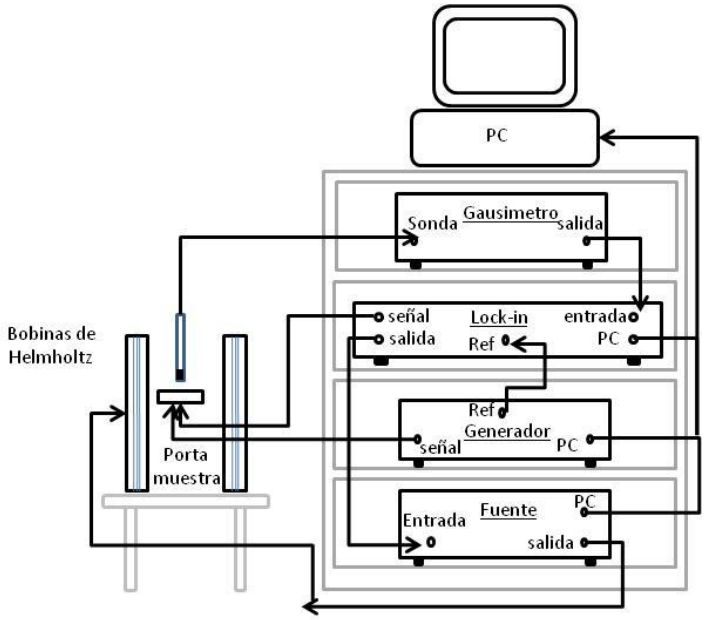


FIGURA 2. 3 Diagrama de bloques del sistema para medir la Magnetoimpedancia Gigante SMIG

La medida del cambio de la impedancia en función del campo es obtenido aplicando un divisor de voltaje, a través de un circuito acondicionador ubicado en el portamuestras, este método permite que los contactos ubicados sobre la muestra sean solo dos, minimizando así los efectos de resistencia y capacitancia ocasionadas en los contactos al trabajar en frecuencias altas.

En el cuadro sinóptico de la figura 2.4 se realiza la descripción del proceso de síntesis y caracterización de las aleaciones estudiadas en esta tesis.

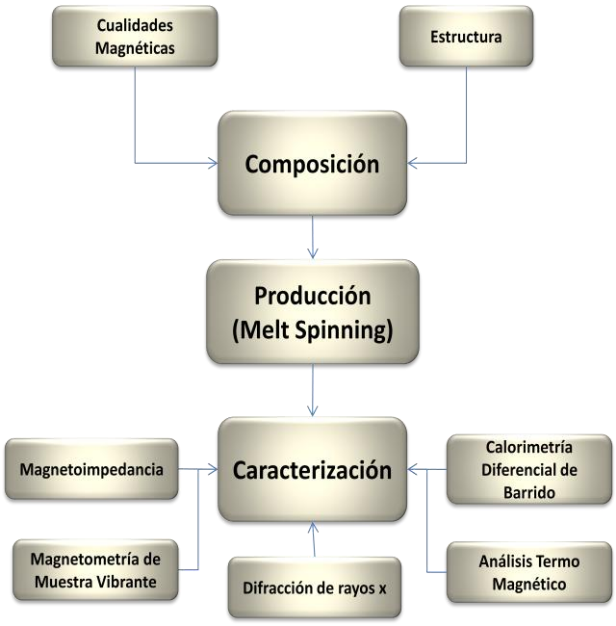


FIGURA 2. 4 Proceso de producción y caracterización de aleaciones magnéticamente blanda en estado amorfo.

Referencias

[1] S.J. Ahn, C.K. Kim, S.J. Kim, D.K. Choi, R.C. O'Handley, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 217 (2000)

[2] Y. Ishikawa, N. Miura, Physics and engineering applications of magnetism, Springer series in Solid-State Science 92

[3] Boll R, Warlimont H. IEEE Trans Mag 1981

[4] C.W. Chen. Magnetism and metallurgy of soft magnetic Materials. New York: Dover Publications, 1986.

[5] V. H. Valencia Serna. Estudio del fenómeno de Magnetoimpedancia Gigante MIG en cintas magnéticamente blandas de aleaciones $Fe_{73.5-x}Cr_xNb_3Cu_1Si_{13.5}B_9$ con $0 \leq x \leq 10$. Manizales. 2004.

[6] Thermochimica Acta 280/281 (1996) 303 317 S.D. Kaloshkin, I.A. Tomilin Moscow State Steel and Alloys Institute, Leninsky prosp., 4, Moscow, 117936, Russia

[7] W. Ashcroft N. W., Mermin N. D. Solid State Physics. Harcourt College Publishers. Pag. 96-109. 1976

[8] S. Foner, Rev. Sci. Instrum 27, 548 (1956)

[9] Richard M. Bozorth, Ferromagnetism, 5th edition, Pg 270. (1993) IEEE.

[10] A. Rosales Rivera, J. A. Restrepo, M. A. Sanin, O. E. Patiño. Revista Colombiana de Física, Vol. 38, No. 1, 2006

3. CARACTERIZACIÓN TÉRMICA Y TERMO-MAGNÉTICA DE ALEACIONES MAGNETICAMENTE BLANDAS DE COFEBSI Y FEBSI

En este capítulo se presenta un estudio detallado del comportamiento térmico de las aleaciones en forma de cintas, estudiadas en este trabajo, $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con $x= 10, 8$ y 6, $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$. La caracterización fue realizada por medio de las técnicas de análisis térmico DSC y TGA. A partir de los datos obtenidos a través de DSC fue posible analizar la cinética de cristalización de las aleaciones y obtener la energía de activación (E_a) y el coeficiente de Avrami *n* de las mismas. La Temperatura de Curie y el comportamiento termomagnético de las cintas es obtenido, usando la técnica TGA.

3.1 CARACTERIZACIÓN TÉRMICA POR DSC

Las medidas de DSC efectuadas sobre las muestras, fueron realizadas en un Calorímetro Diferencial de Barrido (*DSC-Q100 TA-Intruments*) en muestras de (5 ± 0.5) mg. Las muestras fueron depositadas en charolas de aluminio no herméticas. Antes de cada cambio de la velocidad del calentamiento, se realizó en el equipo la respectiva calibración de temperatura con el estándar de indio. Los programas de calentamiento se efectuaron desde temperatura ambiente hasta 600ºC para velocidades de calentamiento de 2, 5, 7, 10, 15 y 20 °C/min. Todas las medidas fueron realizadas en presencia de una atmósfera de Nitrógeno con un flujo de 50mL/min.

3.1.1 Aleaciones CoFeBSi

Los termogramas de Temperatura vs. Flujo de calor obtenidos para las aleaciones de $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con $x = 10, 8, y\ 6$, realizados para una velocidad de 20ºC/min, son presentados

en la figura 3.1. En los termogramas se observan dos picos exotérmicos resultado de un proceso de cristalización, el cual se realiza en dos fases. El primer pico es el resultado de la formación de una fase α(Co,Fe) y (Fe,Co)-Si embebida en una matriz amorfa, el segundo pico es el resultado de la formación de una fase CoFe-B [1,2].

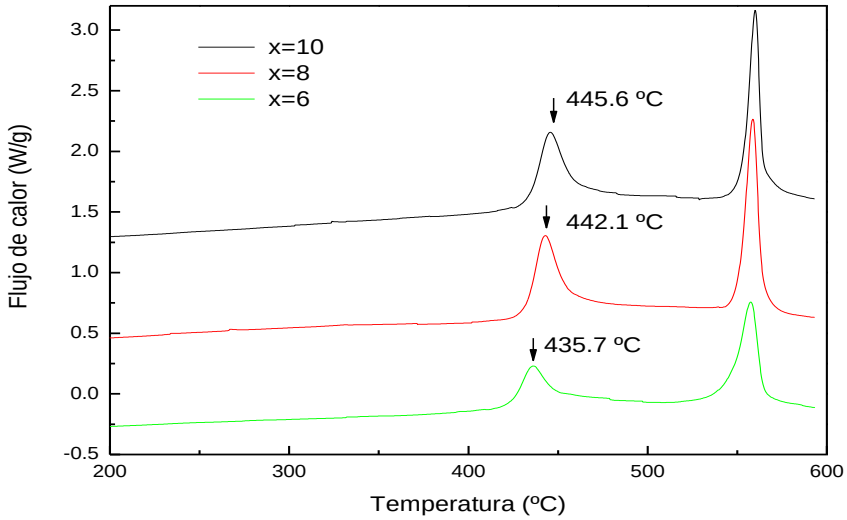


FIGURA 3. 1 Termogramas DSC de Co80-xFexB10Si10 variando x para 20ºC/min.

El la figura 3.1 también se observa que se presenta un pequeño corrimiento entre 5 y 6 ºC hacia mayores temperaturas en el primer pico, al aumentar el porcentaje de hierro presente en la muestra. El segundo pico presenta un corrimiento más pequeño entre 1 y 2 ºC al aumentar el porcentaje de hierro en la muestra. El corrimiento en el primer pico indica que la disminución de Co y el consecuente aumento de Fe retrasan el inicio de la primera cristalización como se verá en el cambio de la energía de activación presentado más adelante.

Los termogramas presentados en las figuras 3.2, 3.3 y 3.4 muestran los resultados de DSC para las aleaciones con *x = 10, 8,* y *6* respectivamente, para diferentes velocidades de calentamiento. Estos termogramas permiten observar un corrimiento de las temperaturas de cristalización para el primer y segundo pico hacia temperaturas más altas al ir aumentando

la velocidad de calentamiento. La dependencia del proceso con la velocidad de calentamiento indica que se trata de un fenómeno cinético.

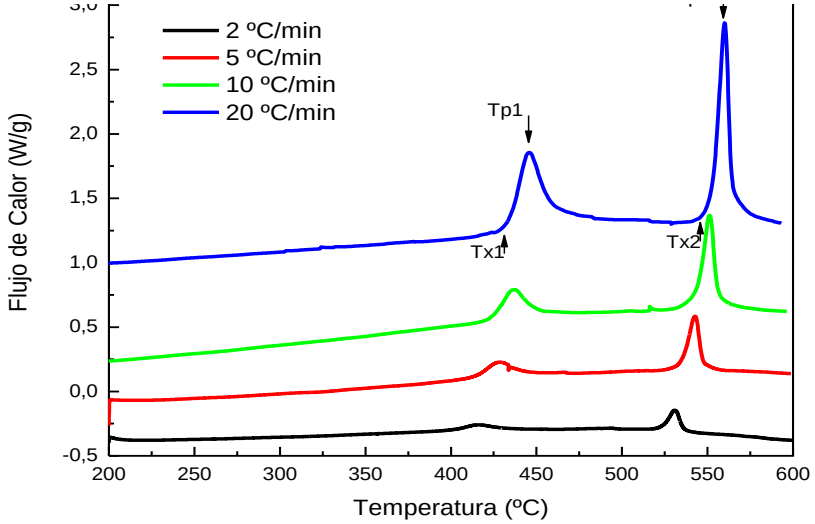


FIGURA 3. 2 Termogramas DSC de Co70Fe10B10Si10 para diferentes velocidades de calentamiento

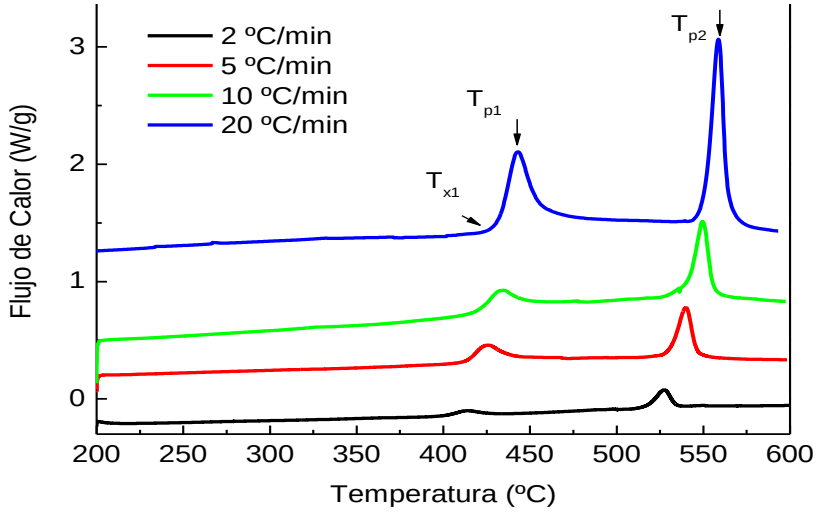


FIGURA 3. 3 Termogramas DSC de Co72Fe8B10Si10 para diferentes velocidades de calentamiento

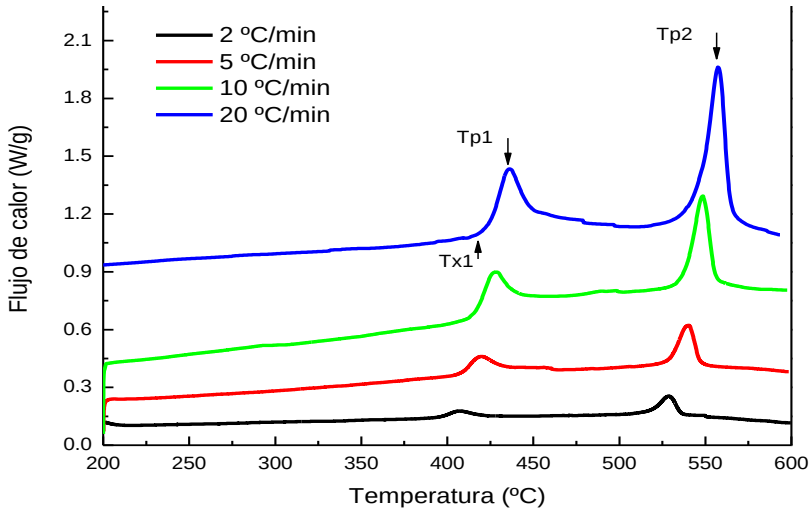


FIGURA 3. 4 Termogramas DSC de Co74Fe6B10Si10 para diferentes velocidades de calentamiento

En las tablas 3.1, 3.2 y 3.3 se listan las temperaturas del los dos picos presentados en los termogramas DSC. La Temperatura T_{x1} (*onset*) se toma justo en el inicio del primer pico de cristalización, la temperatura T_{p1} es la temperatura tomada en el máximo del primer pico y T_{p2} es la temperatura tomada en el máximo del segundo pico.

Rata de calentamiento (ºC/min)	T_{x1}(ºC)	T_{p1}(ºC)	T_{p2}(ºC)
2	402.55	415.91	531.15
5	414.51	428.28	543.04
7	419.19	432.89	547.22
10	424.9	436.75	551.39
15	429.59	441.46	556.41
20	434.46	445.73	560.03

Tabla 3. 1 ***Temperaturas a las cuales ocurren los eventos térmicos para la aleación $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$***

Rata de calentamiento (ºC/min)	T_{x1}(ºC)	T_{p1}(ºC)	T_{p2}(ºC)
2	401.87	413.83	527.49
5	414.07	425.62	540.56
7	418.38	430.24	544.91
10	421.57	432.9	549.81
15	428.22	438.26	555.22
20	432.42	441.11	558.9

Tabla 3. 2 Temperaturas a las cuales ocurren los eventos térmicos para la aleación Co72Fe8B10Si10

Rata de calentamiento (ºC/min)	T_{x1}(ºC)	T_{p1}(ºC)	T_{p2}(ºC)
2	395.64	408.35	528.9
5	408.87	419.55	540.44
7	412.61	423.73	544.57
10	416.91	427.27	548.71
15	422.06	432.48	554.13
20	424.72	435.87	557.46

Tabla 3. 3 Temperaturas a las cuales ocurren los eventos térmicos para la aleación Co74Fe6B10Si10

3.1.1.1 Cálculo de la fracción de cristalización y parámetros cinéticos

Para calcular la fracción de cristalización y los parámetros cinéticos (energía de activación E_a y el exponente de Avrami (*n*) en las aleaciones de CoFeBSi, se efectuaron calentamientos continuos en DSC desde temperatura ambiente hasta 600 ºC a velocidades de calentamiento de 2, 5, 7, 10, 15 y 20 ºC/min. Para cada velocidad de calentamiento se tomaron las temperaturas T_x, T_{p1} y T_{p2}.

A partir de los resultados obtenidos de los experimentos de DSC fue posible calcular el volumen de material transformado en el proceso de cristalización o la fracción de cristalización χ como una función de la temperatura T, para cada velocidad de calentamiento de acuerdo a la definición $\chi = S/S_o$ (S: área bajo la curva para un temperatura T, y S_0: área total bajo la curva del pico). Los resultados obtenidos de χ vs. T, para la cristalización primaria a diferentes velocidades de calentamiento se presentan a continuación.

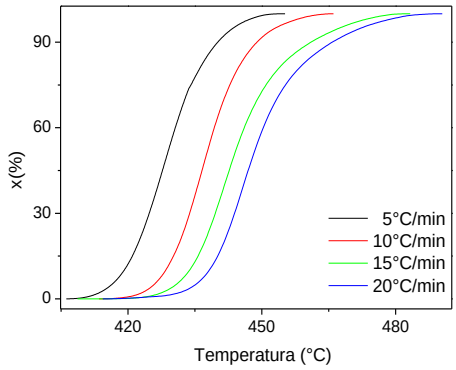


FIGURA 3. 5 Grafica de la fracción de volumen cristalizada en función de la Temperatura para $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$

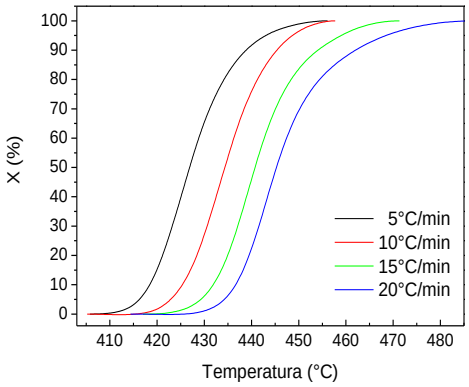


FIGURA 3. 6 Grafica de la fracción de volumen cristalizada en función de la Temperatura para $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$

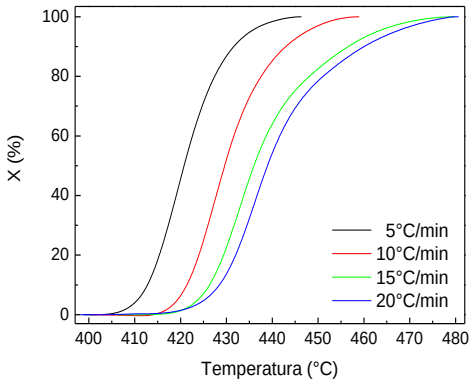


FIGURA 3. 7 Grafica de la fracción de volumen cristalizada en función de la Temperatura para $Co_{74}Fe_6B_{10}Si_{10}$

Las gráficas de las figuras 3.5, 3.6 y 3.7 permiten observar una curva sigmoidal la cual aparece frecuentemente en la literatura [3-6]. La curva permite establecer tres estados o etapas en el proceso de cristalización: el estado *a* (principio de la gráfica) en el cual se produce la nucleación, el estado *b* donde se da un crecimiento de los núcleos y por tanto de su área superficial (parte lineal de la gráfica) y el estado *c* representa la coalescencia de núcleos derivando en un decremento de su superficie [3].

El valor del exponente de Avrami *n* se obtiene como la pendiente de la gráfica de $Ln(-Ln(1-\chi))\ vs.\ Ln(r)$ ecuación (1.5). Los resultados son presentados en las figuras 3.8, 3.9 y 3.10.

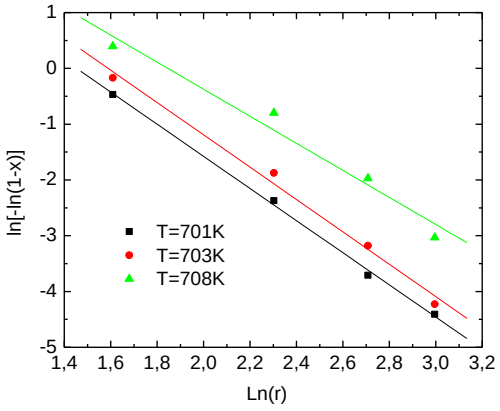


FIGURA 3. 8 Grafica de Ln[-Ln(1-x)] vs. Ln(r) para Co70Fe10B10Si10

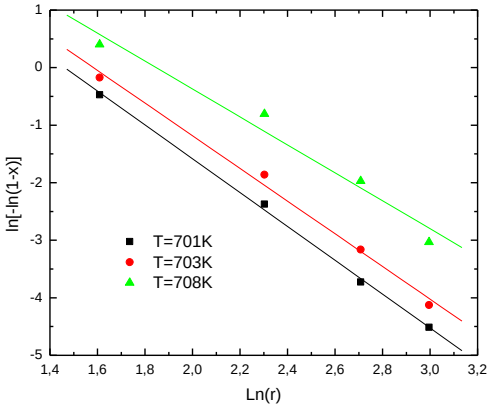


FIGURA 3. 9 Grafica de Ln[-Ln(1-x)] vs. Ln(r) para Co72Fe8B10Si10

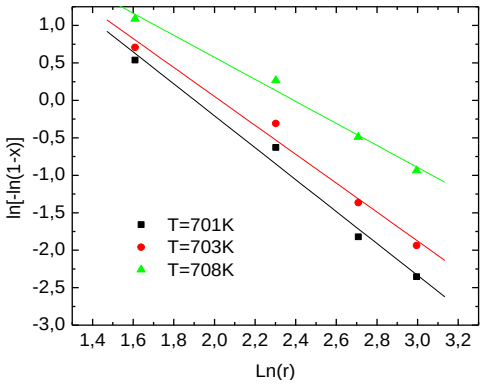


FIGURA 3. 10 Grafica de Ln[-Ln(1-x)] vs. Ln(r) para Co74Fe6B10Si10

El valor de *m* definido como *n-1*, proporciona información sobre el mecanismo de cristalización. Para un promedio de *n* se han obtenido los valores de *m* de cada aleación y son listados en la tabla 3.4

	Valores de n para cada Temperatura			***n* promedio**	***m***
aleación	428 ºC	430 ºC	435 ºC		
$Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$	2,89	2,90	2,42	2,73±0.19	1,73±0.19
$Co_{72}Fe_{8}B_{10}Si_{10}$	2,94	2,84	2,40	2,72±0.18	1,72±0.18
$Co_{74}Fe_{6}B_{10}Si_{10}$	2,42	2,12	1,93	2,16±0.15	1,16±0.15

Tabla 3. 4 valores de n para diferentes temperaturas y promedio de n y m para las aleaciones Co80-xFexB10Si10

De acuerdo a los resultados, para las aleaciones con *x=10* y *8 m* toma valores cercanos a 1,5 lo cual indica que el proceso corresponde a un crecimiento de grano tridimensional gobernado por difusión controlada. En el caso de la aleación con *x=6* el valor de *m* es cercano a 1, lo que indica un crecimiento de grano bidimensional, aunque es de anotar que el crecimiento de grano puede ser tanto bidimensional como tridimensional, de acuerdo al avance del proceso de cristalización [6].

De los resultados de DSC también es posible obtener los valores para la energía de activación, este cálculo se realizó usando tanto el modelo de Kissinger (ecuación 1.6) como el de Avrami (ecuación 1.7). El valor de la energía de activación se obtiene de la pendiente de la grafica de $Ln(r/T^2)$ *vs 1000/T* para el modelo de Kissinger y *Ln(r/T) vs 1000/T* para el modelo de Avrami. Las gráficas para la temperatura T_{x1} de las aleaciones con *x=10* y *8* se muestran en las figuras 3.11 y 3.12, las demás gráficas se muestran en el apendice A.

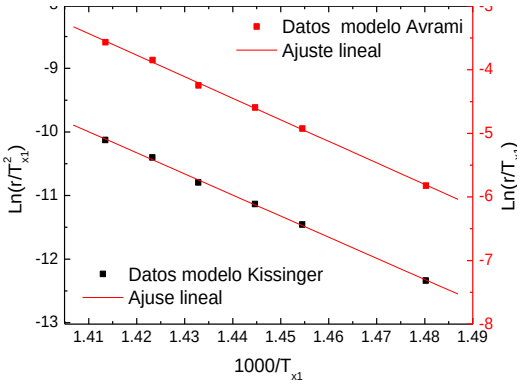


FIGURA 3. 11 Ln(r/Tx1) vs 1000/Tx1 para Co70Fe10B10Si10

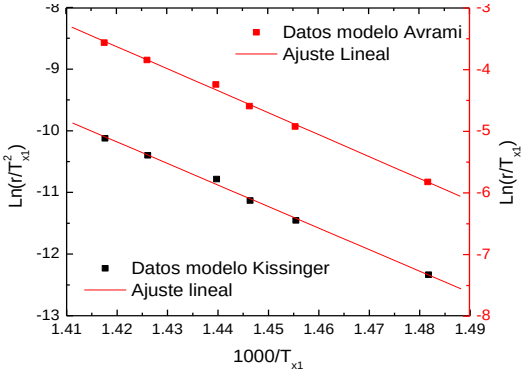


FIGURA 3. 12 Ln(r/Tx1) vs 1000/Tx1 para Co72Fe8B10Si10

Los valores de la E_a según cada uno de los modelos para los dos picos de cristalización se obtuvieron a partir de la regresión lineal de los datos experimentales y son listados en la tabla 3.5.

Aleación	***Kissinger***			***Avrami***		
	E_{x1}(eV)	E_{p1}(eV)	E_{p2}(eV)	E_{x1}(eV)	E_{p1}(eV)	E_{p2}(eV)
$Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$	2.80± 0,03	3.22±0,04	4.48±0,03	2.85±0.03	3.28±0,05	4.56±0,03
$Co_{72}Fe_{8}B_{10}Si_{10}$	3.09±0,03	3.35±0,06	4.47±0,02	3.12±0,05	3.41±0,03	4.54±0,03
$Co_{74}Fe_{6}B_{10}Si_{10}$	3.25±0,07	3.48±0,02	4.49±0,02	3.31±0,07	3.54±0,03	4.56±0,03

Tabla 3. 5 Valores de las energías de activación, calculadas para el modelo de Avrami y el modelo de Kissinger

Los valores obtenidos de E_a para este tipo de aleaciones, están en buen acuerdo con los reportados en otros trabajos [3,6,7]. Comparando el valor de la E_a obtenida con la aplicación de los dos modelos, se observa que no hay diferencias significativas y en ambos casos el valor de E_a para T_{x1} y T_{p1} crece al aumentar el contenido de cobalto, para el caso del segundo proceso (T_{p2}) el cambio en E_a es despreciable. De estos resultados se puede inferir que la cantidad de átomos de Co y la disminución de átomos de hierro en la aleación afecta en mayor medida el inicio de la cristalización primaria, que la cristalización secundaria, además se observa que el valor de la energía de activación se incrementa en cada proceso es decir la E_a para T_{x1} es menor que la E_a para T_{p1} y a su vez esta última es

menor que la E_a para T_{p2} esto es debido a que en cada estado del proceso es preciso la creación de nuevas fases lo que implica aumento en la energía.

Los cambios estructurales de las aleaciones de CoFeBSi con respecto a la temperatura pueden ser observados en resultados de difracción de rayos X (XRD), los cuales son presentados en el apéndice A.

3.1.2 Aleaciones FeBSi

En los termogramas DSC, obtenidos para las aleaciones de $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ y $Fe_{78}B_{13}Si_9$ de nuevo se observan dos picos exotérmicos evidencia de que el proceso de cristalización se presenta en dos fases. De acuerdo con reportes existentes en la literatura para este tipo de aleaciones [3, 8, 9], el primer pico es el resultado de la formación simultánea de una fase α-(Fe,Si) y una fase metaestable de Fe_3B la cual es transformada en una fase estable Fe_2B en temperaturas más altas. Además de los picos exotérmicos en las aleaciones, se observa una variación (*step*) en la línea base del termograma. Este escalón es interpretado como la transición vítrea de la aleación y coincide con la Temperatura de Curie amorfa (Tc_{amorfa}) como se verá más adelante al revisar los resultados de TGA.

En la figura 3.13 y 3.14 se presentan los termogramas obtenidos para estas aleaciones y en las tablas 3.6 y 3.7 se listan las temperaturas a las cuales ocurren los eventos térmicos para cada velocidad de calentamiento.

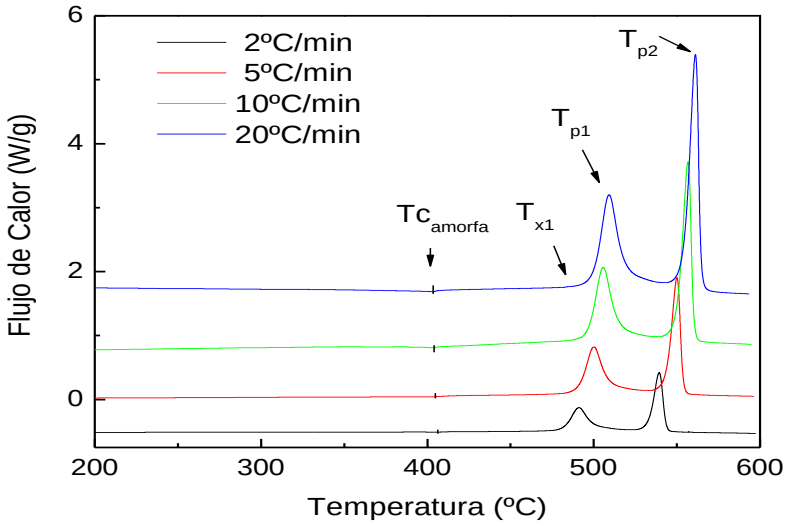


FIGURA 3. 13 Termogramas DSC de la aleación Fe80B10Si10 para diferentes velocidades de calentamiento

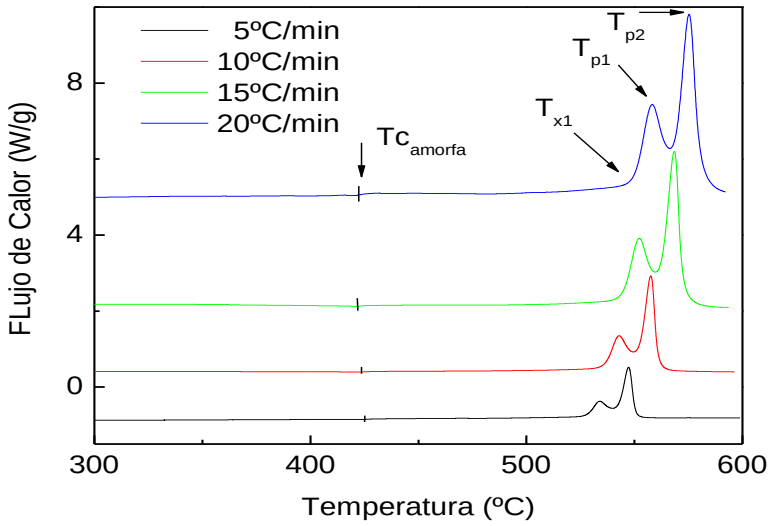


FIGURA 3. 14 Termogramas DSC de la aleación Fe78B13Si9 para diferentes velocidades de calentamiento

Rata de calentamiento (ºC/min)	Tc_{amorfa}	T_{x1}(ºC)	T_{p1}(ºC)	T_{p2}(ºC)
2	405.31	477.42	490.97	539.4
5	404.95	483.47	499.77	550.05
7	404.78	489.65	505.64	556.64
10	404.14	492.87	509.17	561.05
20	403.62	503.87	518.89	572.78

Tabla 3. 6 Temperaturas a las cuales ocurren los eventos térmicos para la aleación Fe80B10Si10

Rata de calentamiento (ºC/min)	Tc_{amorfa}	T_{x1}(ºC)	T_{p1}(ºC)	T_{p2}(ºC)
2	425.12	526.86	533.83	547.26
5	423,61	534.57	542.72	557.55
7	423,14	541.95	551.95	568.41
10	422,15	547.28	557.99	571.19
20	422,41	551.35	562.1	580.07

Tabla 3. 7 Temperaturas a las cuales ocurren los eventos térmicos para la aleación Fe78B13Si9

3.1.2.1 Cálculo de la fracción de cristalización y parámetros cinéticos

En la gráfica 3.15 se muestra la fracción de cristalización en función de T para la aleación $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$, de nuevo se observa una típica curva sigmoidal. En la tabla 3.8 se muestran los valores obtenidos de la pendiente de la gráfica 3.16 para valores de temperatura en el intervalo del proceso de cristalización. Se obtiene un valor de $m \approx 1$ correspondiente a un crecimiento de grano bidimensional, dominado por un mecanismo de difusión controlada.

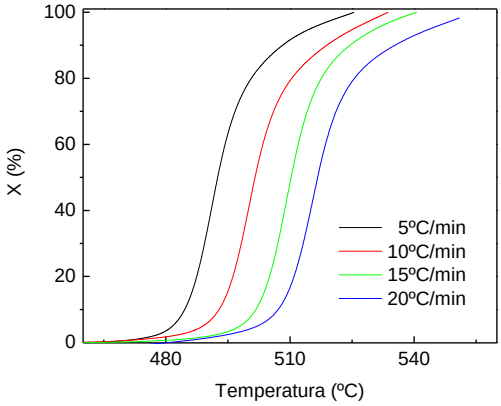


FIGURA 3. 15 χ vs. Temperatura para Fe80B10Si10

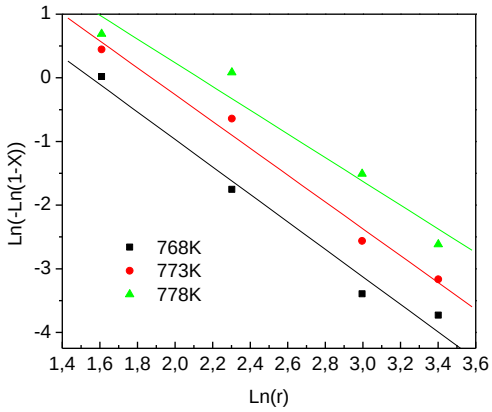


FIGURA 3. 16 Ln[-Ln(1-x)] vs. Ln(r) para Fe80B10Si10

Valores de n para cada Temperatura			***n* promedio**	***m***
495 ºC	502 ºC	505 ºC		
2,16	2,10	1,8	2,02±0.23	1,02±0.23

Tabla 3. 8 valores de n para diferentes temperaturas y promedio de n y m para las aleaciones Fe80B10Si10

En la aleación de $Fe_{78}B_{13}Si_9$ los eventos exotérmicos que representan el primer y segundo proceso de cristalización, están muy cerca entre sí, es decir, hay un traslapamiento entre ellos, por esta razón, en la figura 3.17 la tercera etapa de la curva sigmoidal para la cristalización primaria no se observa y al realizar la grafica de Ln[-Ln(1-x)] vs. Ln(r) (figura 3.18) se presenta un traslapamiento de los puntos.

La curva completa para el proceso de cristalización (cristalización primaria y secundaria) denotada por χ se muestra en la figura 3.19. Como puede apreciarse, la curva no presenta la sección lineal correspondiente a crecimiento de los núcleos y en vez de esto se observa la superposición de dos fenómenos, este comportamiento particular es debido a la cantidad de B presente en la aleación, ya que al disminuir el Fe y aumentar el contenido de B, se obtiene una fase amorfa mucho más estable, lo que se reflejará en la energía de activación discutida más adelante y lo que hace que también se retrase el proceso de cristalización

primaria en la aleación y se superponga a la cristalización secundaria. El modelo usado para calcular n y m no son aplicables en este caso.

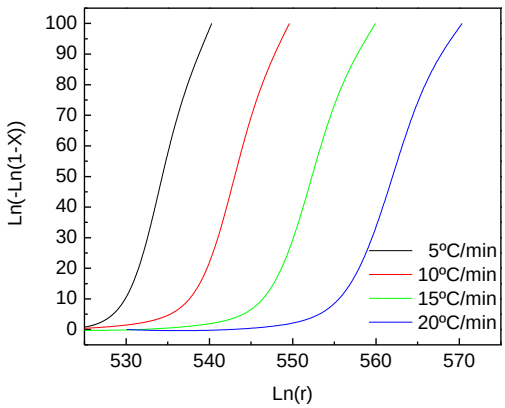


FIGURA 3. 17 Grafica de la fracción de volumen cristalizada en función de la Temperatura para Fe78B13Si9 para el primer pico

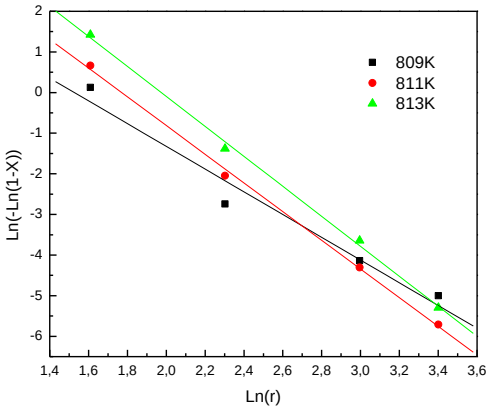


FIGURA 3. 18 Grafica de Ln[-Ln(1-x)] vs. Ln(r) para Fe78B13Si9

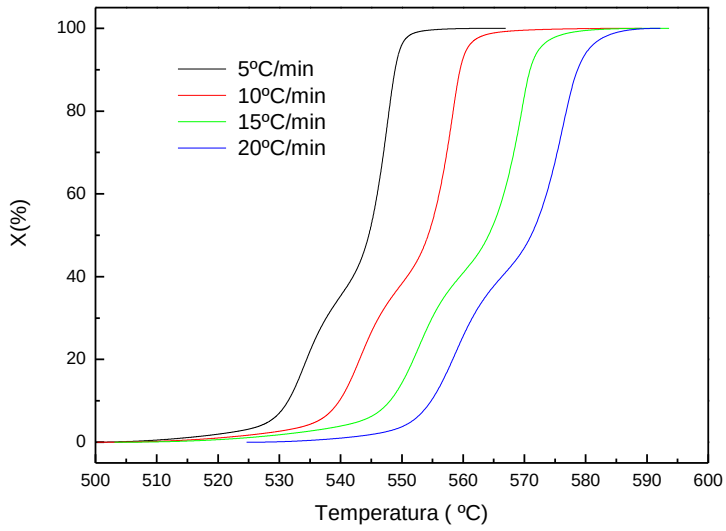


FIGURA 3. 19 Gráfica de la fracción de volumen cristalizada en función de la Temperatura para Fe78B13Si9 para los dos picos.

En las figuras 3.20 y 3.21 se muestran las gráficas de $Ln(r/T^2)$ *vs 1000/T* para el modelo de Kissinger y *Ln(r/T) vs 1000/T* para el modelo de Avrami en la temperatura T_{x1} de las aleaciones $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ y $Fe_{78}B_{13}Si_9$ respectivamente.

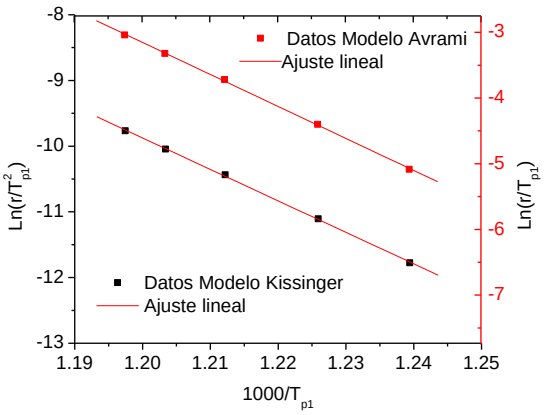


FIGURA 3. 20 Ln(r/Tx1) vs 1000/Tx1 para Fe80B10Si10

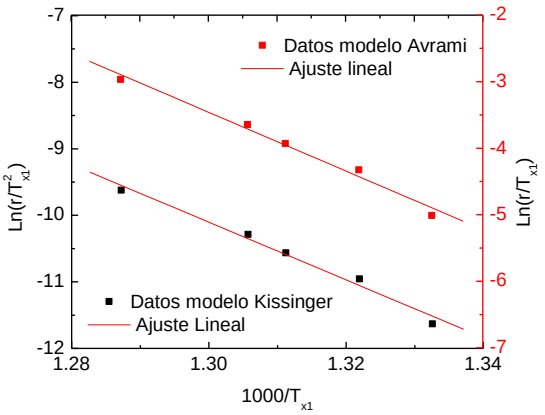


FIGURA 3. 21 Ln(r/Tx1) vs 1000/Tx1 para Fe78B13Si9

En la tabla 3.9 se muestran los valores de la E_a obtenidas. En ambos casos se observa un incremento considerable en la energía de activación de la temperatura T_{x1} para la aleación de $Fe_{78}B_{13}Si_9$ comparado con el valor de la aleación $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$, este aumento como se menciono anteriormente, es debido a la estabilidad que el mayor contenido de B le da a la fase amorfa en la aleación, lo cual se hace necesaria más energía para iniciar el proceso de cristalización.

Aleación	***Kissinger***			***Avrami***		
	E_{x1}(eV)	E_{p1}(eV)	E_{p2}(eV)	E_{x1}(eV)	E_{p1}(eV)	E_{p2}(eV)
$Fe_{80}B_{10}Si_{10}$	3,74±0,10	3,74±0,01	3,55±0,01	3,80±0,10	3,81±0,01	3,62±0,01
$Fe_{78}B_{13}Si_9$	4,74±0,04	4,13±0,02	3,82±0,12	4,81±0,04	4,20±0,02	3,90±0,12

Tabla 3. 9 Valores de las energías de activación, calculadas para el modelo de Avrami y el modelo de Kissinger

Se observa también que en la aleación $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ la energía de activación en la T_{p1} no difiere considerablemente con respecto al valor obtenido en T_{x1} sin embargo el valor de Ea para la T_{p2} si presenta una disminución debido a que los núcleos previamente formados facilitan la estabilización de la segunda fase. Cuando el contenido de Fe disminuye en la nucleación $Fe_{78}B_{13}Si_9$ la energía de activación para T_{x1} es mayor que la de T_{p1}, lo cual permite comprobar el rol del boro en la aleación como estabilizante de la fase amorfa haciendo más difícil el inicio en la formación de núcleos. Los valores de E_a concuerdan con los valores reportados para este tipo de cintas en la literatura [10,11].

Los cambios estructurales de las aleaciones de FeBSi observados en resultados de difracción de rayos X (XRD), son presentados en el apéndice A.

3.2 CARACTERIZACIÓN TERMOMAGNÉTICA POR TGA

Los experimentos termo-magnéticos fueron realizados en una Analizador Termogravímetro (*TGA-Q500 TA-Intruments)* en presencia de un campo magnético constante de aproximadmente 4.9 Oe. Las medidas se realizaron sobre muestras de (10 ± 0.5) mg. Los programas de calentamiento se efectuaron desde temperatura ambiente hasta 800ºC para una velocidad de calentamiento 20 °C/min. Todas las medidas fueron realizadas en presencia de una atmósfera de Nitrógeno con un flujo de 50mL/min. Los cambios en la fuerza magnética sobre la muestra, relacionados con las variaciones de la magnetización en función de la temperatura, son mostrados como una pérdida abrupta de peso del material.

3.2.1 Aleaciones CoFeBSi

En la figura 3.22 se presentan los termogramas de Temperatura vs. Porcentaje de peso, para las aleaciones de $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con $x = 10, 8 \text{ y } 6$ realizados a una velocidad de calentamiento de 20ºC/min.

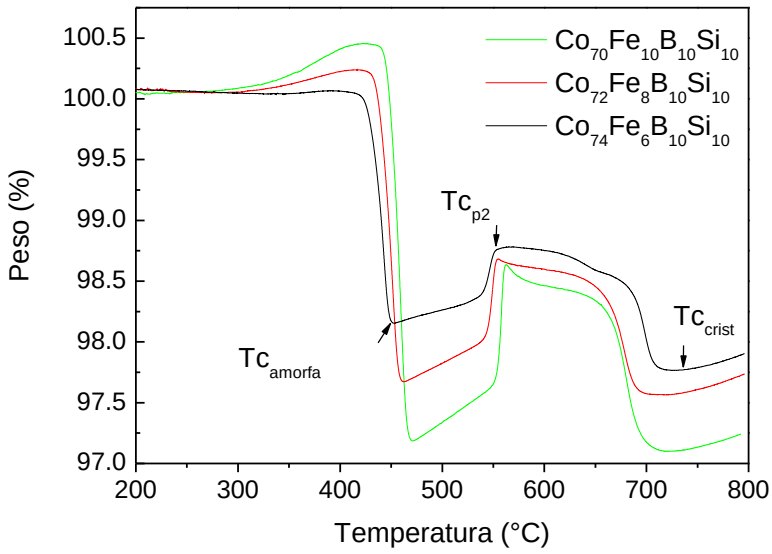


FIGURA 3. 22 Termogramas TGA de Co80-xFexB10Si10 variando x para 20ºC/min.

En la gráfica se observan tres eventos térmicos. En el primero para una temperatura=Tc_{amorfa} ocurre una pérdida de peso abrupta entre 440 y 460 ºC, la cual es atribuida a un desordenamiento magnético de la muestra que da origen a una desmagnetización asociada a la transición Ferro-Paramagnética, o Temperatura de Curie de la matriz amorfa. En el segundo evento térmico identificado con T_{p2}, se presenta un aumento aparente en el peso de la muestra, el cual es asociado a una recuperación del orden magnético de la muestra. Finalmente en el tercer evento térmico (Tc_{cris}), se observa de nuevo una pérdida en el peso es decir una desmagnetización asociada con la temperatura de Curie de la muestra en la fase cristalina.

En la figura 3.23, se presenta una superposición de los termogramas DSC y TGA para la aleación $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$ realizados a una velocidad de calentamiento de 20 ºC/min. En las gráficas se observa que los eventos térmicos que se presentan en las medidas de DSC coinciden con los eventos térmicos que se presentan en las medidas de TGA, permitiendo observar que los cambios estructurales del material dan origen al cambio en sus propiedades magnéticas.

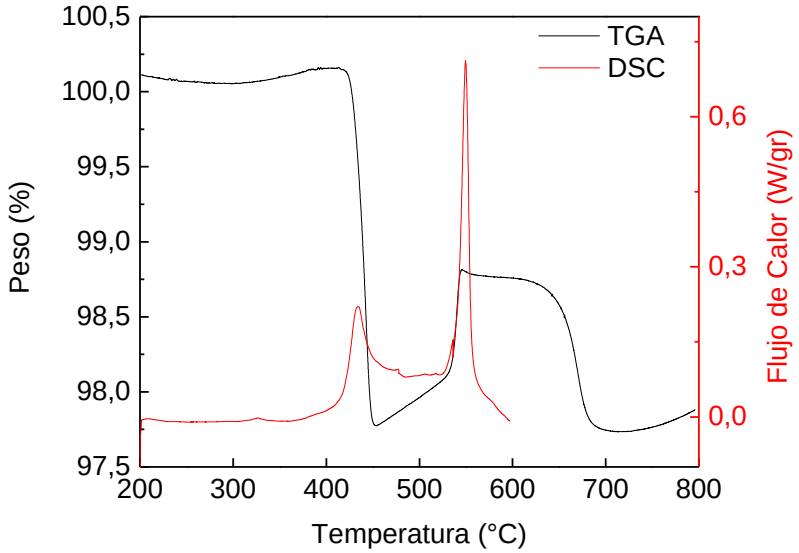


FIGURA 3. 23 Superposición de termogramas DSC y TGA de la aleación Co72Fe8B10Si10

	TGA			DSC		
Aleación	**Tc_{amorfa}**	**T_{p2}**	**Tc_{cris}**	**T_{x1}(ºC)**	**T_{p1}(ºC)**	**T_{p2}(ºC)**
$Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$	455.01	552.83	681.41	434.46	445.73	560.03
$Co_{72}Fe_{8}B_{10}Si_{10}$	447.74	550.26	675.88	432.42	441.11	558.9
$Co_{74}Fe_{6}B_{10}Si_{10}$	440.63	554.63	677.14	424.72	435.87	557.46

Tabla 3. 10 Valores de eventos térmicos en DSC y TGA para las aleaciones de Co80-xFexB10Si10 para una velocidad de calentamiento de 20ºC/min

Según los resultados reportados en la tabla 3.10, la temperatura de Curie en la matriz amorfa Tc_{p1} ocurre en el intervalo de temperaturas en el cual se presenta la formación de fases (CoFe)-Si embebidas en una matriz amorfa como se puede observar en la curva DSC, En un rango de 100ºC las curvas TGA permiten observar un estado paramagnético luego del cual se presenta de nuevo un aumento en la magnetización de la aleación Tc_{p2}, el cual coincide con la cristalización secundaria presentada en el termograma DSC.

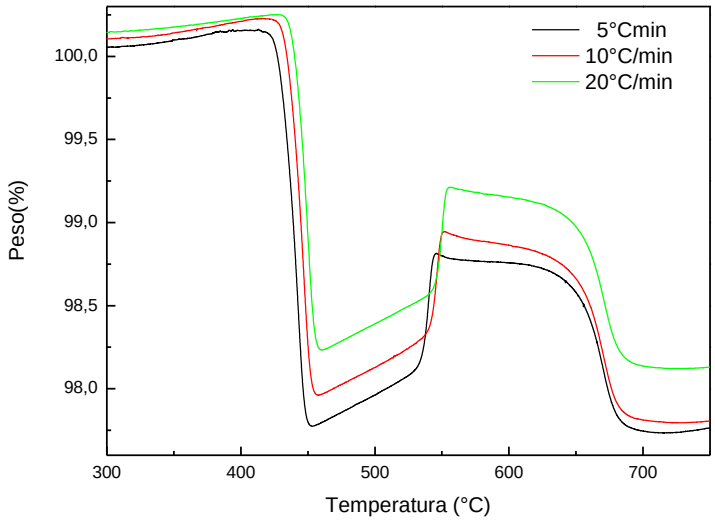


FIGURA 3. 24 Termogramas de TGA a distintas velocidades de calentamiento para Co72Fe8B10Si10

En la figura 3.24 se presenta un termograma TGA a diferentes velocidades de calentamiento para la muestra $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$, donde se observa un corrimiento de las temperaturas Tc_{amorfa} y T_{p2} (tabla 3.11), lo cual de nuevo concuerda con el corrimiento de los picos exotérmicos reportados en DSC al aumentar la velocidad de calentamiento, esto es debido a la relación de la Tc_{amorfa} y la T_{p2} con la cristalización primaria y la cristalización secundaria respectivamente.

Velocidad de calentamiento (*ºC/min*)	Tc_{amorfa} **(ºC)**	T_{p2}**(ºC)**	Tc_{crist}**(ºC)**
5	447.86	542.97	680.69
10	452.09	549.14	680.25
20	455.01	552.83	681.41

Tabla 3. 11 Valores de Tcp1, Tcp2 y Tccrist para las aleaciones de Co72Fe8B10Si10 para diferentes velocidades de calentamiento

3.2.2 Aleaciones FeBSi

En la figura 3.25 se presentan los termogramas de TGA para las aleaciones de $Fe_{78}B_{13}Si_9$ (en rojo) *y* $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ (en negro) para una velocidad de calentamiento de 20ºC/min. Se observa una primera caída abrupta en el peso aparente, para ambas aleaciones correspondiente a la temperatura de Curie amorfa (Tc_{amorfa}). La aleación de $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ presenta luego una recuperación parcial de la magnetización y enseguida una recuperación máxima en una temperatura T_{p2}. En la aleación $Fe_{78}B_{13}Si_9$ la recuperación parcial de la magnetización no se presenta. Por último, en ambas aleaciones se observa una nueva pérdida en el peso aparente, correspondiente a la Temperatura de Curie de la fase cristalina (Tc_{crist}). Los valores de las temperaturas a las cuales ocurren los eventos térmicos (tabla 3.12) están en buen acuerdo con la literatura [8,12].

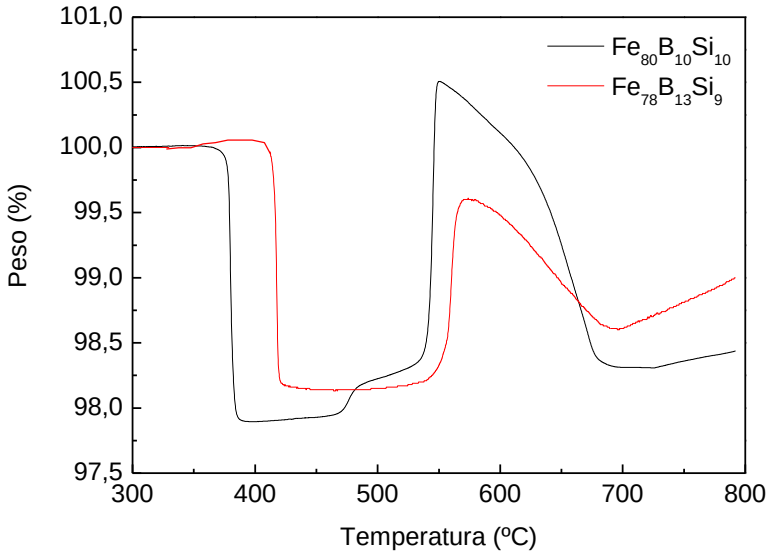


FIGURA 3. 25 Termogramas TGA de Fe78B13Si9 y Fe80B10Si10 para

	TGA			DSC			
Aleación	Tc_{amorfa}	T_{p2}(ºC)	Tc_{crist}(ºC)	Tc_{amorfa}	T_{x1}(ºC)	T_{p1}(ºC)	T_{p2}(ºC)
$Fe_{80}B_{10}Si_{10}$	396.86	553.44	678.66	403.62	503.87	518.89	572.78
$Fe_{78}B_{13}Si_{9}$	417.04	563.74	683.84	422,41	551.35	562.1	580.07

Tabla 3. 12 Valores de Tcp1, Tcp2 y Tccrist para las aleaciones de Co80-xFexB10Si10 para una velocidad de calentamiento de 20ºC/min

Un análisis de los termogramas de DSC y TGA superpuestos para la aleación $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ (figura 3.26) permite observar una correlación entre la Temperatura Tc_{amorfa} y el escalón de la línea base del termograma DSC correspondiente a la transición vítrea de la aleación amorfa. La magnetización parcial de la muestra esta asociada a la formación de nanocristales en la matriz amorfa lo cual ocurre en la cristalización primaria y el aumento de la concentración de nanocristales en la aleación llevan a alcanzar un máximo en su magnetización (T_{p2}).

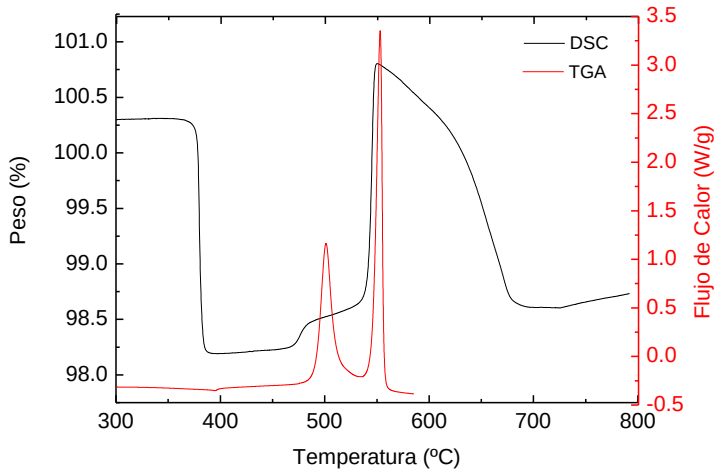


FIGURA 3. 26 Superposición de Termogramas de TGA y DSC a 20ºC/min para Fe80B10Si10

En la aleación $Fe_{78}B_{13}Si_{9}$ los termogramas de DSC y TGA superpuestos (figura 3.27) de nuevo muestran la misma correlación con los datos DSC. La recuperación de la magnetización de la aleación en T_{p2} se presenta en un único paso lo cual corresponde a la

poca diferencia en la temperatura a la cual se presentan los procesos de cristalización primaria y secundaria en esta aleación. Estos resultados indican que la formación de nanocristales en una matriz amorfa y el casi inmediato aumento en la concentración de estos nanocristales en la aleación, llevan a un incremento en la magnetización de la muestra, es decir el ordenamiento magnético de la aleación está ligado al ordenamiento estructural de la misma.

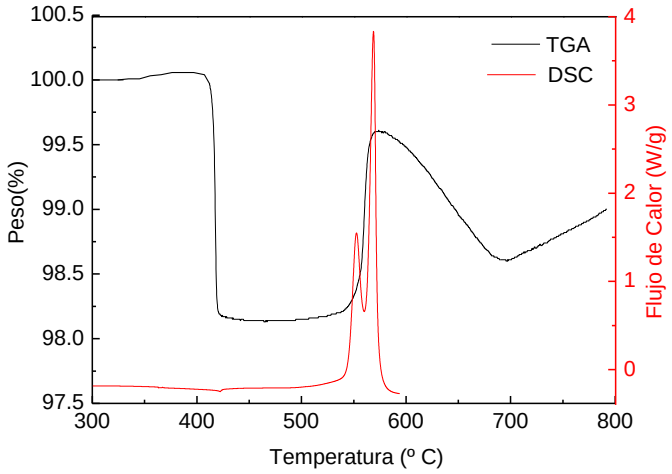


FIGURA 3. 27 Superposición de Termogramas de TGA y DSC a 20ºC/min para Fe78B13Si9

En la figura 3.28 se presenta un termograma TGA a diferentes velocidades de calentamiento para la aleación $Fe_{78}B_{13}Si_9$, el cual permite observar que la Tc_{amorfa} no presenta corrimiento hacia temperaturas mayores al aumentar la velocidad de calentamiento, fenómeno que si se presenta en la T_{p2}. Lo anterior se debe a que contrario a lo que ocurre con las aleaciones de CoFeBSi, la Tc_{amorfa} está asociada con la transición vítrea mientras que la T_{p2} está asociada al proceso de cristalización, siendo éste último, un fenómeno dependiente en mayor medida de la velocidad de calentamiento.

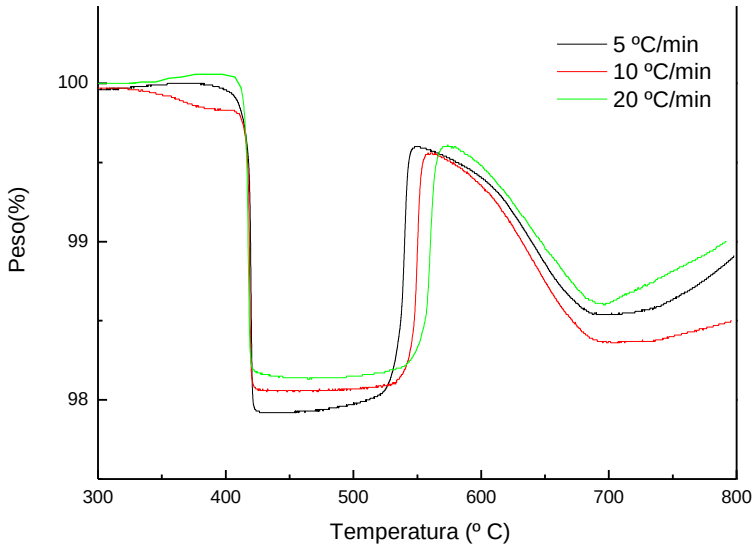


FIGURA 3. 28 Termogramas de TGA a distintas velocidades de calentamiento para Fe78B13Si9

Referencias

[1] W. Hofstetter, H. Sassik, R. Grössinger, R. Trausmuth, G. Vertesy, y L.F. Kiss, Mater. Sci. Eng., A 226–228, 213. 1997.

[2] V. G. Kravets, X. Portier, A. K. petford-long journal of materials science 37 (2002) 2773 – 2780

[3] A. Pratap, K. N. Lad, T. L. Shanker Rao, P. Majmudar, N.S. Saxena. Journal of Non-Crystalline Solids 345&346 (2004) 178–181.

[4] R.A. Ligero, J. Vazquez, M. Casas-Ruiz, R. Jimenez-Garay, Thermochim. Acta 197 (1992) 319.

[5] C. Wagner, P. Villares, J. Vazquez, R. Jimenez-Garay, Mater. Lett. 15 (1993) 370.

[6] J. Vazquez, C. Wagner, P. Villares, R. Jimenez-Garay, Acta Mater. 44 (1996) 4807.

[7] J. Y. Bang y R. Y. Lee. Journal of Materials ScienceVolume 26, Number 18. 1991

[8] H.Y. Tong and F.G. Shi. Scripta Materialia, Vol. 34, No. 12, pp. 1887-1892, 1996

[9] R. Piccin, P. Tiberto , M. Baricco Journal of Alloys and Compounds 434–435 (2007) 628–632

[10] Michael E. McHenry, Matthew A. Willard, David E. Laughlin Progress in Materials Science 44 (1999) 291±433.

[11] E. Jakubczyk, A. Krajczyk, M. Jakubczyk. Journal of Physics: Conference Series 79 (2007) 012008.

[12] O. Moscoso-Londoño, A. Rosales-Rivera y P. Pineda-Gómez. Revista Mexicana de Física S 53 (7) 150–153.

4. CARACTERIZACIÓN MAGNETICA POR VSM Y ESTUDIO DE MAGNETOIMPEDANCIA (MI) DE LAS ALEACIONES DE COFEBSI Y FEBSI

En este capítulo se presenta un estudio detallado del comportamiento magnético estudiado por magnetometría de muestra vibrante (VSM) y un estudio del fenómeno de Magnetoimpedancia (MI) en las aleaciones en forma de cintas con composición $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con $x= 10, 8, 6$, $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$. Las medidas fueron realizadas por medio de un magnetómetro de muestra vibrante con el cual se obtuvo el lazo de histéresis y la magnetización de saturación ($M_{s)}$ para cada aleación. El fenómeno de MI fue estudiado en un sistema para medir Magnetoimpedancia en un rango de frecuencias entre 25kHz y 20 MHz, ambos equipos fueron desarrollados en el Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales.

4.1 CARACTERIZACIÓN MAGNÉTICA POR MEDIO DE VSM

Las medidas de Magnetometría de muestra vibrante se realizaron a temperatura ambiente para un rango de campo magnético constante entre -1000 y 1000 Oe, a una frecuencia de 40 Hz. Las cantidades de material usado para cada medida fueron de (4 ± 0.5) mg. Las medidas se realizaron tanto para una ubicación transversal como longitudinal de la muestra con respecto al campo magnético producido por el electroimán, antes de cada medida se realizó la respectiva calibración del equipo con Níquel (99.99%).

4.1.1 Aleaciones CoFeBSi

En la figura 4.1 se presenta los resultados de VSM para las aleaciones con composición $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con *x= 10, 8* y *6*, las medidas se realizaron en una ubicación longitudinal de las cintas con respecto al campo magnético, los resultados muestran un lazo de histéresis muy estrecho, lo que revela la naturaleza ultrablanda de estos materiales. El campo de saturación es pequeño debido a la naturaleza ferromagnética de las aleaciones. El valor de la magnetización de saturación (M_s) presentado en la tabla 4.1 muestra un decremento en la magnetización de saturación al aumentar el contenido de Cobalto, lo cual concuerda con la literatura [1].

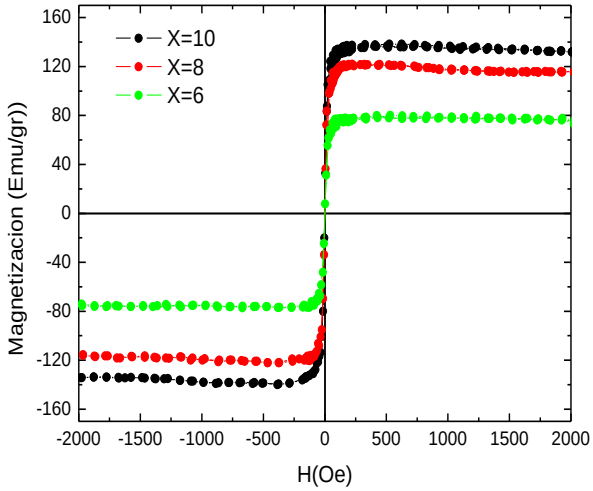


FIGURA 4. 1 Curvas de Magnetización de aleaciones Co80-xFexB10Si10 para una configuración longitudinal

$Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$	Magnetización de Saturación (emu/gr)
X=10	135.86±0.7
X=8	122.68±0.5
X=6	81.46±0.6

Tabla 4. 1 Magnetización de saturación de las aleaciones Co80-xFexB10Si10 para una configuración longitudinal

Los resultados de las medidas de VSM para una configuración transversal (figura 4.2), muestran de nuevo un lazo de histéresis estrecho, pero en esta configuración el campo de saturación es más alto que el producido en la configuración longitudinal. De los resultados presentados en la tabla 4.2, también se observa que la magnetización de saturación disminuye con respecto a la configuración longitudinal lo que indica una configuración preferente de la ubicación de los spines con respecto al campo. En la figura 4.3 se presenta la comparación de las gráficas para las dos configuraciones con respecto al campo magnético en la aleación $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$.

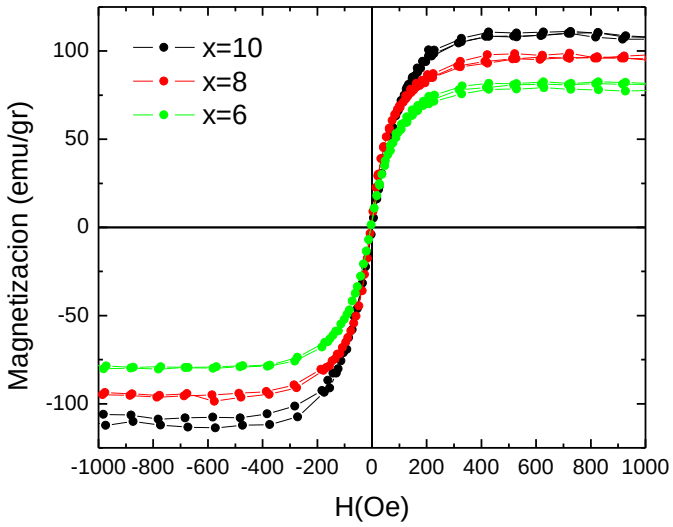


FIGURA 4. 2 Curvas de Magnetización de aleaciones Co80-xFexB10Si10 para una configuración transversal

$Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$	Magnetización de Saturación (emu/gr)
X=10	111.6±0.5
X=8	98.17±0.3
X=6	78.23±0.4

Tabla 4. 2 Magnetización de saturación de las aleaciones Co80-xFexB10Si10 para una configuración transversal

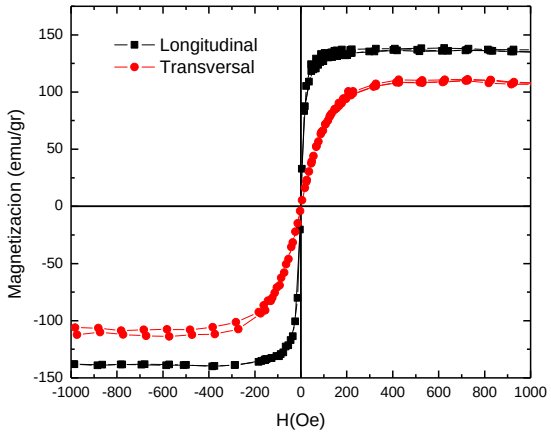


FIGURA 4. 3 Curvas de Magnetización superpuestas de Co70Fe10B10Si10 para una configuración transversal y longitudinal

4.1.2 Aleaciones FeBSi

Las curvas de histéresis para las aleaciones de $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ en una configuración longitudinal al campo magnético externo, son mostradas en la figura 4.4 y los valores de la magnetización son listados en la tabla 4.3, se observa una disminución en la magnetización de la aleación con mayor contenido de Boro, esto es debido a que el Boro deteriora las propiedades magnéticas del material, ya que modifica la microestructura del mismo al ubicarse en los espacios intersticiales de los átomos de Hierro, debilitando el campo magnético interno y disminuyendo así la magnetización de saturación [2].

Aleación	Magnetización de Saturación (emu/gr)
$Fe_{80}B_{10}Si_{10}$	226.89±0.2
$Fe_{78}B_{13}Si_9$	212.77±0.3

Tabla 4. 3 Magnetización de saturación de las aleaciones Fe80B10Si10 y Fe78B13Si9 para una configuración longitudinal

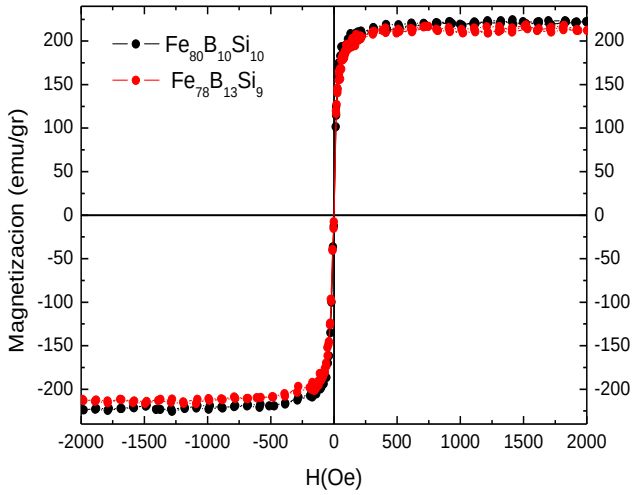


FIGURA 4. 4 Curvas de Magnetización de aleaciones con composición Fe80B10Si10 y Fe78B13Si9 para una configuración longitudinal

Según lo observado en la figura 4.5 y los valores presentados en la tabla 4.4 para las aleaciones de FeBSi en una configuración transversal al campo, de nuevo se presenta una disminución de la magnetización de saturación y un aumento en el campo de saturación de las aleaciones. En las aleaciónes $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ se observa que al comparar las configuraciones longitudinal y transversal (figura 4.6 y figura 4.7 respectivamente) se presenta una pendiente menos pronunciada en el segmento lineal del lazo de histéresis para la aleación $Fe_{78}B_{13}Si_9$ lo que hace inferir para una configuración transversal del campo, la menor cantidad de Fe presente en la aleación, disminuyó la susceptibilidad del material.

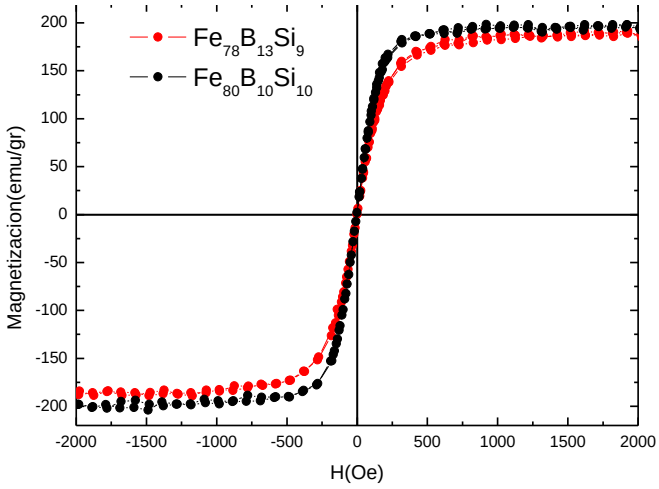


FIGURA 4. 5 Curvas de Magnetización superpuestas de aleaciones con composición Fe80B10Si10 y Fe78B13Si9

Aleación	Magnetización de Saturación (emu/gr)
$Fe_{80}B_{10}Si_{10}$	199.94±0.3
$Fe_{78}B_{13}Si_{9}$	190.6±0.2

Tabla 4. 4 Magnetización de saturación de las aleaciones Fe80B10Si10 y Fe78B13Si9 para una configuración transversal

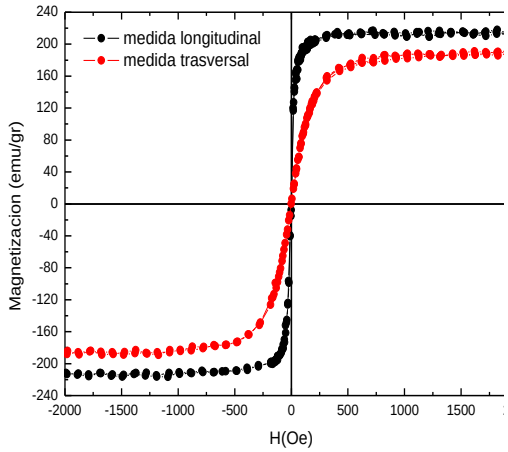


FIGURA 4. 6 Curvas de Magnetización de la aleación Fe78B13Si9 con configuración trasversal y longitudinal

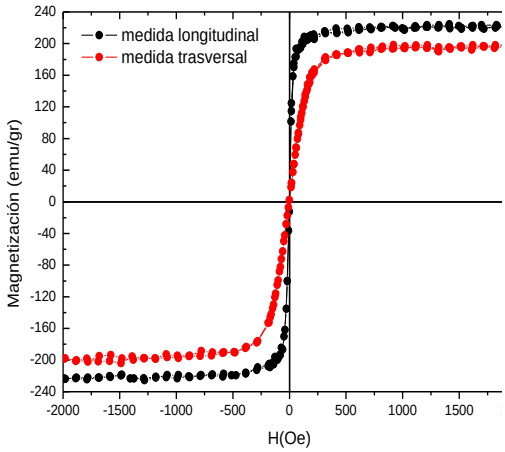


FIGURA 4. 7 Curvas de Magnetización de la aleación Fe80B10S10 con configuración trasversal y longitudinal

4.2 ESTUDIO DEL EFECTO DE MAGNETOIMPEDANCIA

Las medidas de Magnetoimpedancia se realizaron a temperatura ambiente sobre las aleaciones con una longitud de 1.3cm, ancho de 2mm y un espesor de 30μ en un rango de frecuencias de la señal de corriente aplicada a la muestra desde 0.25 MHz hasta 10 MHz, y con el campo magnético aplicado (H_0) paralelamente al sentido de la corriente, como se ilustra en la figura 4.8. Los contactos sobre las muestras fueron hechos con tinta de plata, siendo estos previamente limpiados cuidadosamente con acetona. Durante las medidas el intervalo de tiempo entre cada punto fue de ~2s y a pasos de campo magnético de 1 Oe aproximadamente. Las medidas de MIG se realizaron variando campo aplicado desde –74 Oe a +74 Oe.

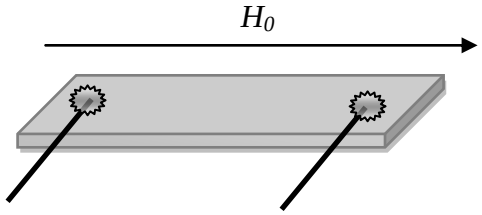


FIGURA 4. 8 Configuración utilizada para la medición de la MIG en una muestra en forma de cinta.

4.2.1 Aleaciones CoFeBSi

En las figuras 4.9, 4.10 se presenta la dependencia con el campo magnético de la razón cambio la resistencia (R), la reactancia (X) y la impedancia total (Z) para la aleación $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$ a frecuencias entre 0,5 y 9MHz (A frecuencias superiores de hasta 20 MHz la curva no se presenta cambios significativos). Se observa una razón de cambio máxima de 23.4 % para una frecuencia de 3MHz. La respuesta de la Magnetoimpedancia de esta aleación presenta un solo pico cuando H→0 para frecuencias hasta de 1MHz, lo cual significa que para frecuencias inferiores a 1MHz la mayor contribución a la magnetización transversal de la aleación es debida al movimiento de las paredes de dominio (μ_w) (Ecuación 1.15). Para frecuencias superiores a 1MHz, se presentan dos picos cuando H→0, indicando que la mayor contribución a la magnetización transversal proviene de la rotación de la magnetización (μ_{rot}) [3,4].

Las medidas de MI sobre las aleaciones $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$ permiten observar que la rotación de la magnetización es la contribución principal a la permeabilidad transversal incluso para frecuencias desde 1 MHz. También se observa que la respuesta de MI presenta una asimetría en los picos la cual se incrementa con la frecuencia, esta asimetría ha sido reportada en diferentes trabajos [5-7] y es consecuencia de las anisotropías presentes en los materiales ricos en Cobalto. También se observa que la distancia entre los dos picos se va incrementando con en valor de la frecuencia, este comportamiento se puede explicar desde la historia de fabricación del material, ya que el gradiente de temperatura necesaria para producir una aleación amorfa, se inducen esfuerzos compresivos en su superficie y esfuerzos de estiramiento en el centro de la aleación. Los esfuerzos compresivos junto con la magnetostriccion negativa característica de las aleaciones ricas en cobalto forman estructuras de dominios transversales. Como el esfuerzo varía desde la superficie al centro, los dominios transversales también lo hacen y al aumentar la frecuencia, aumenta la profundidad piel, y cambia la respuesta de la MI [8,9].

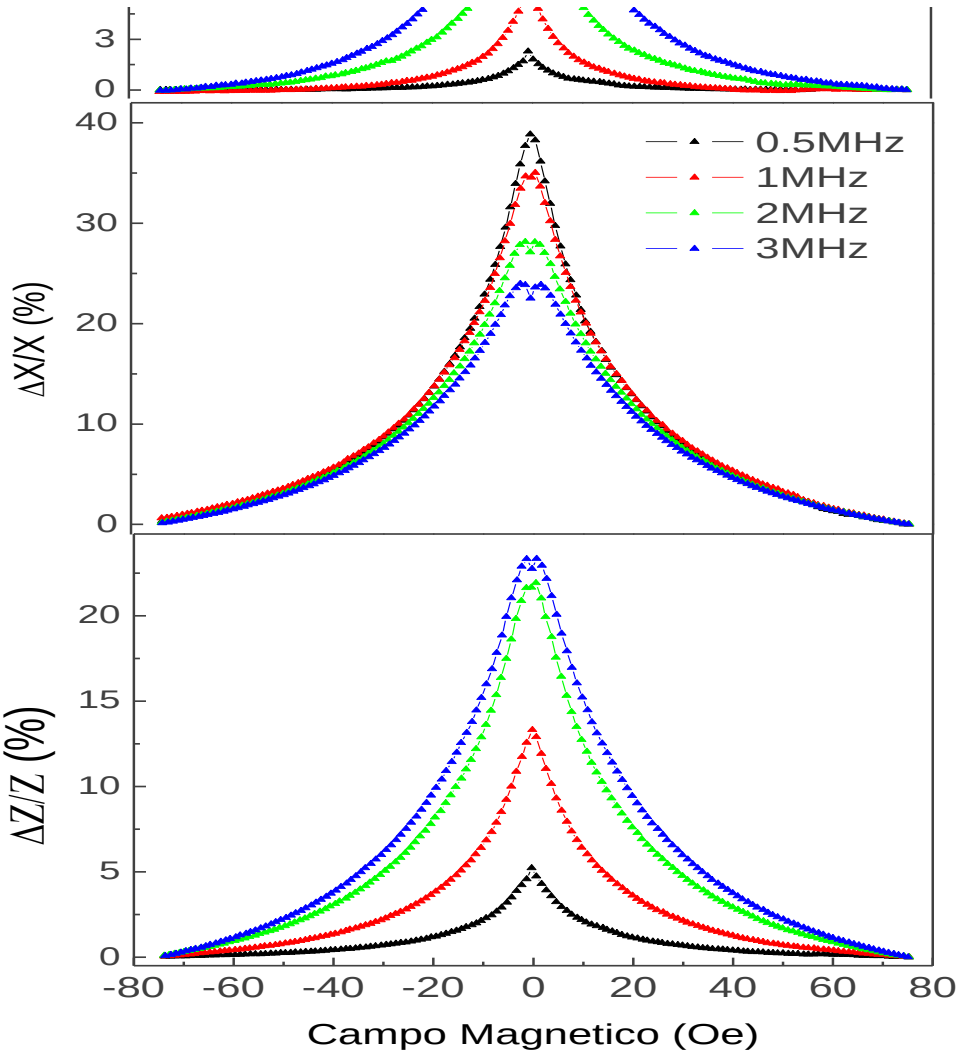


FIGURA 4. 9 Resultados de la Magnetoimpedancia en aleaciones de Co70Fe10B10Si10 para frecuencias entre 0.5 y 3MHz.

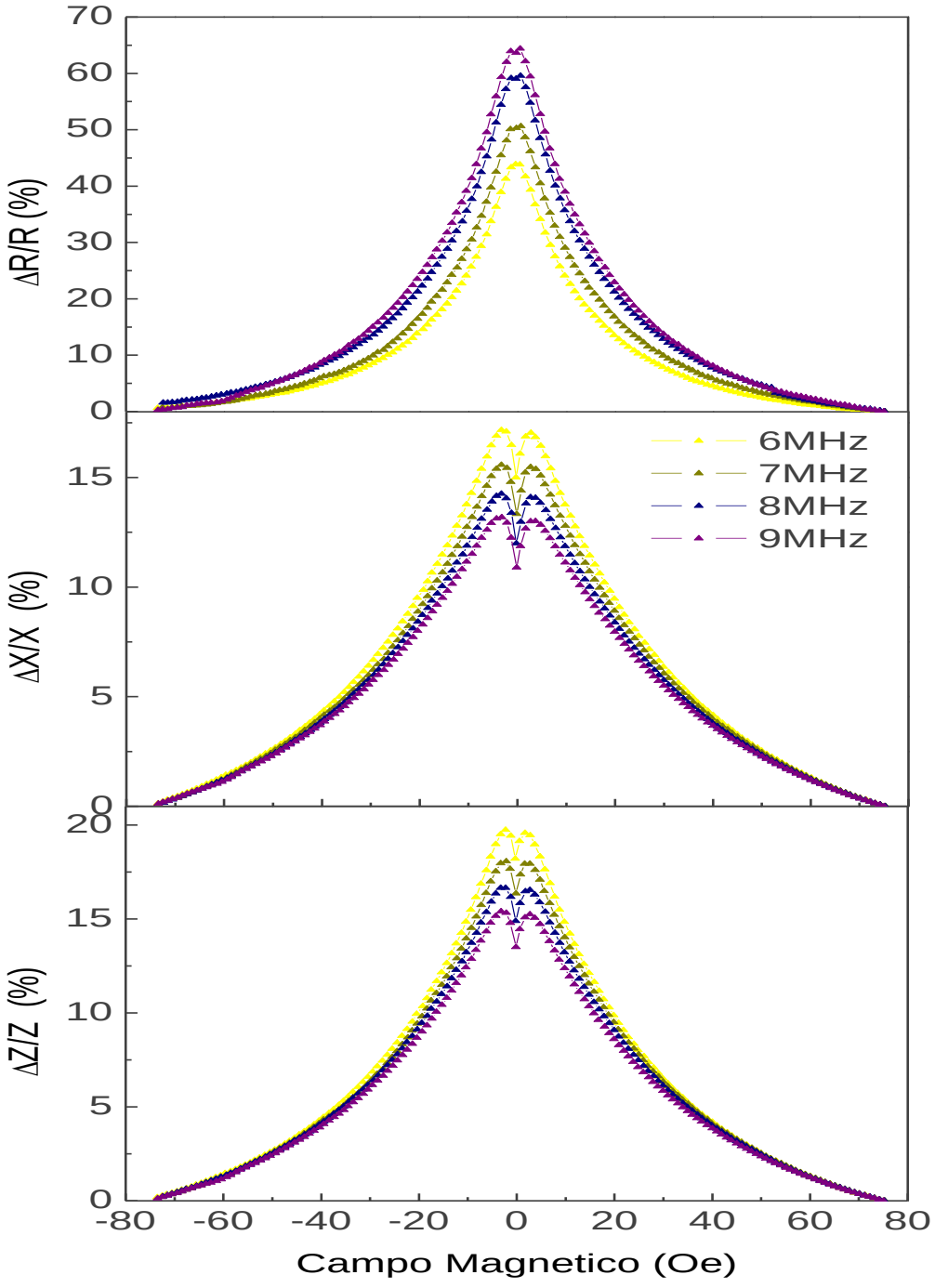


FIGURA 4. 10 Resultados de la Magnetoimpedancia en aleaciones de Co70Fe10B10Si10 para frecuencias entre 6 y 9MHz.

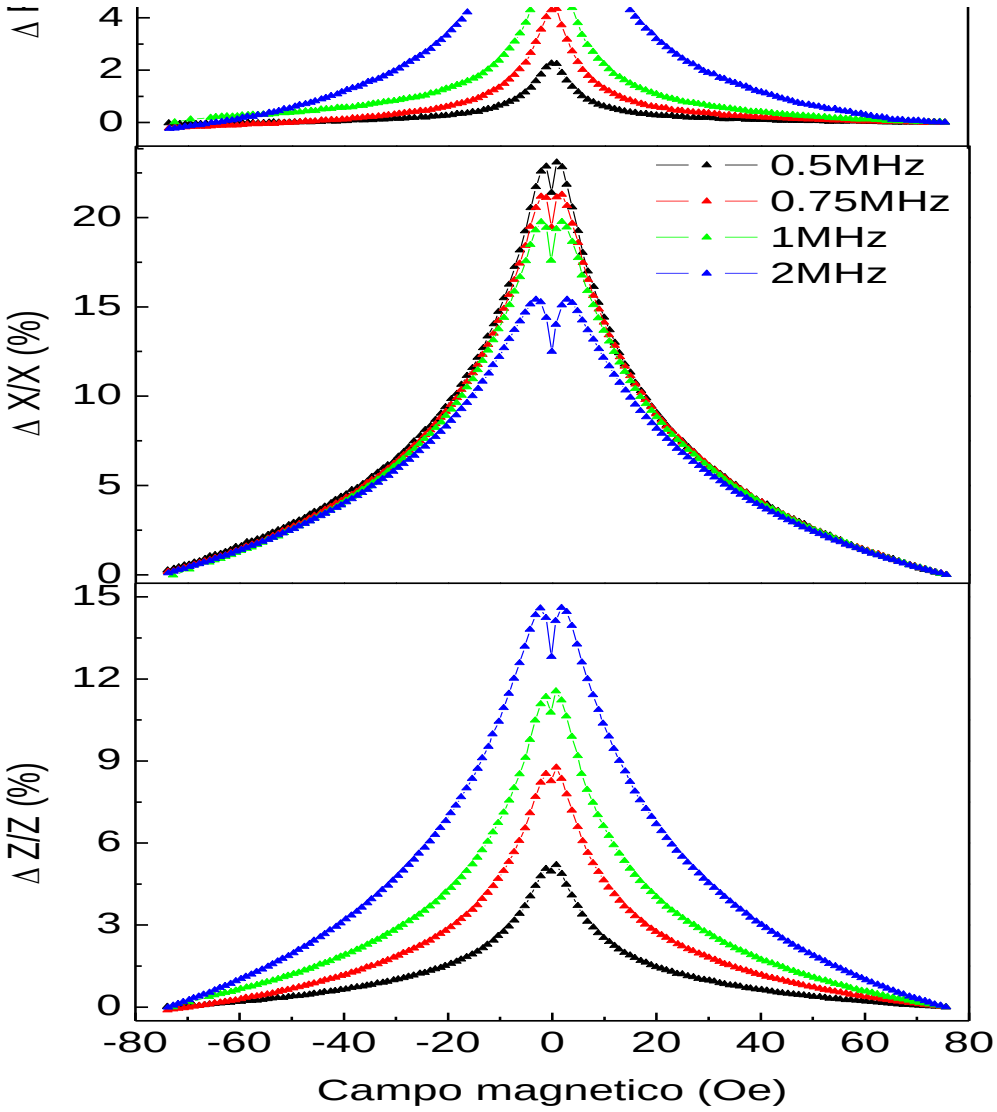


FIGURA 4. 11 Resultados de la Magnetoimpedancia en aleaciones de Co72Fe8B10Si10 para frecuencias entre 0.5 y 2MHz.

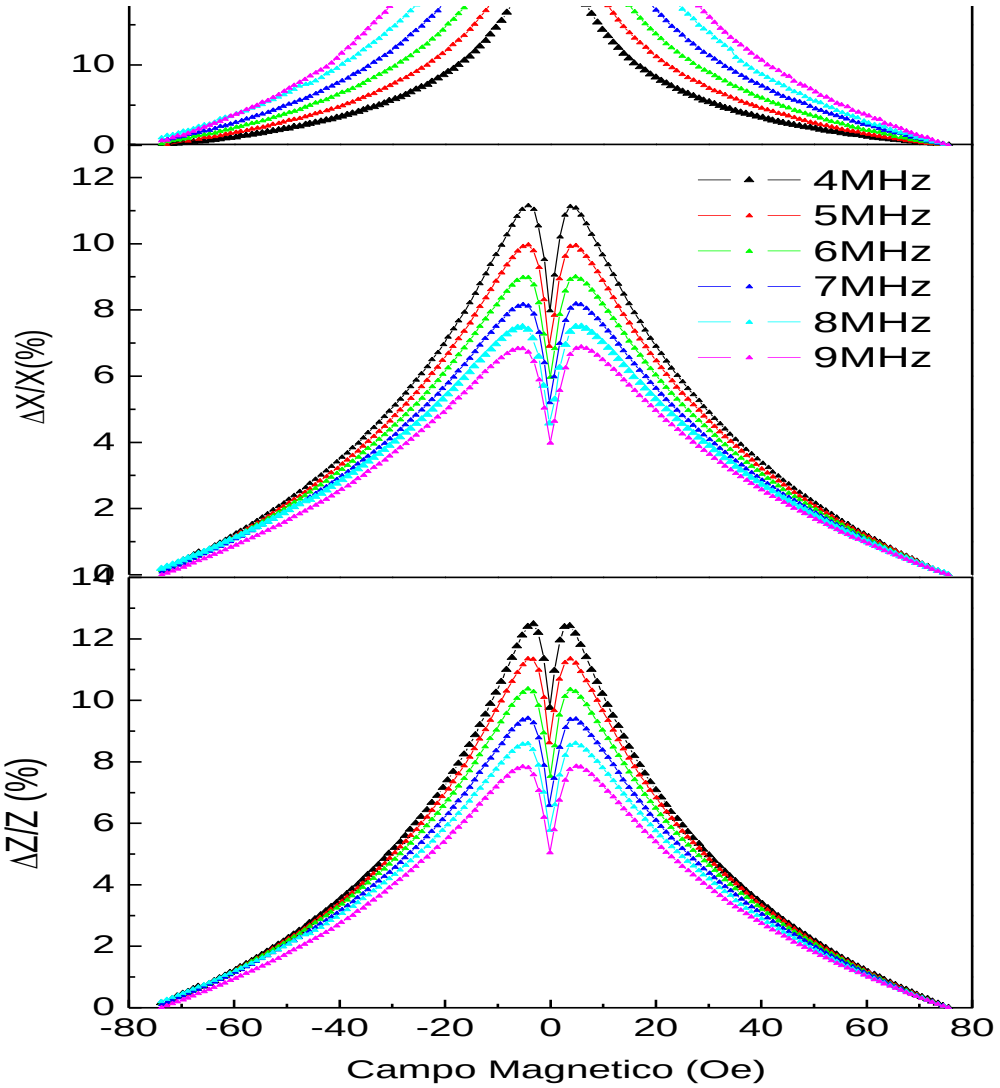


FIGURA 4. 12 Resultados de la Magnetoimpedancia en aleaciones de Co72Fe8B10Si10 para frecuencias entre 4 y 9MHz.

Para la aleación $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$ los resultados de MI presentados en la figuras 4.11 y 4.12 se evidencia de nuevo un comportamiento de dos picos pero este se empieza a presentar débilmente desde frecuencias de 0,5MHz la asimetría de los picos de nuevo se hacen presente y el máximo cambio de la impedancia es de 14.6% y es alcanzado para una frecuencia de 2MHz.

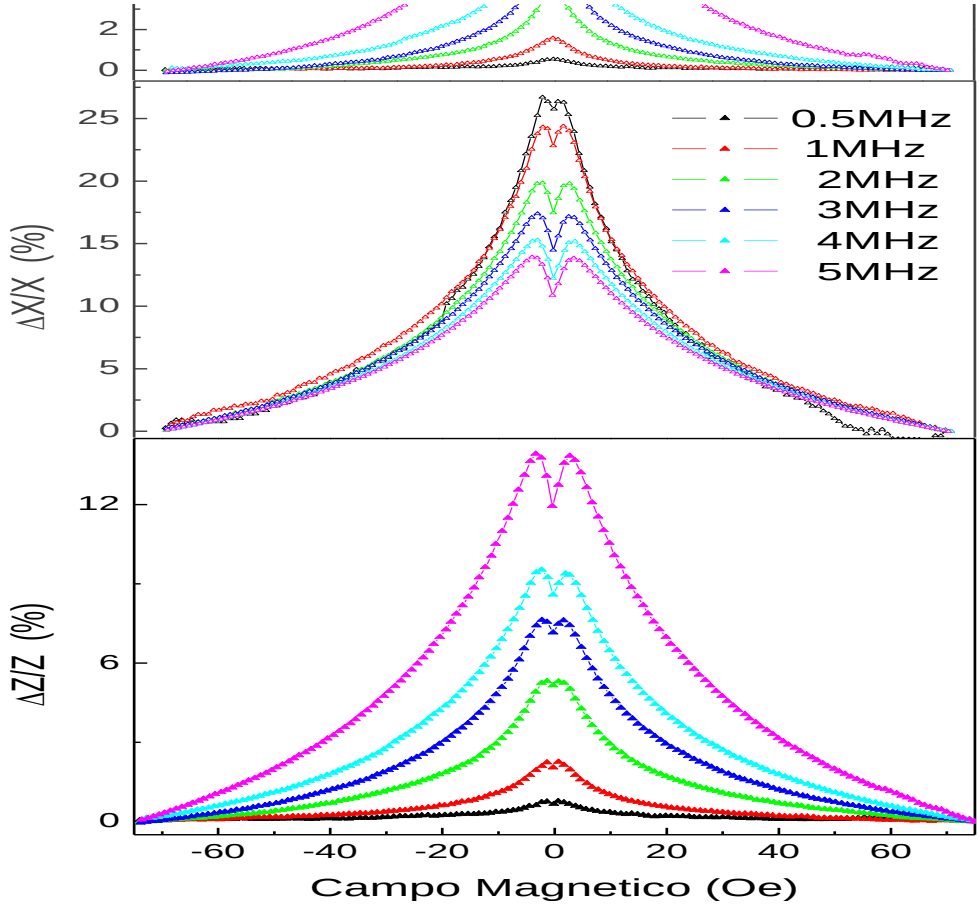


FIGURA 4. 13 Resultados de la Magnetoimpedancia en aleaciones de Co74Fe6B10Si10 para frecuencias entre 0.5 y 5MHz.

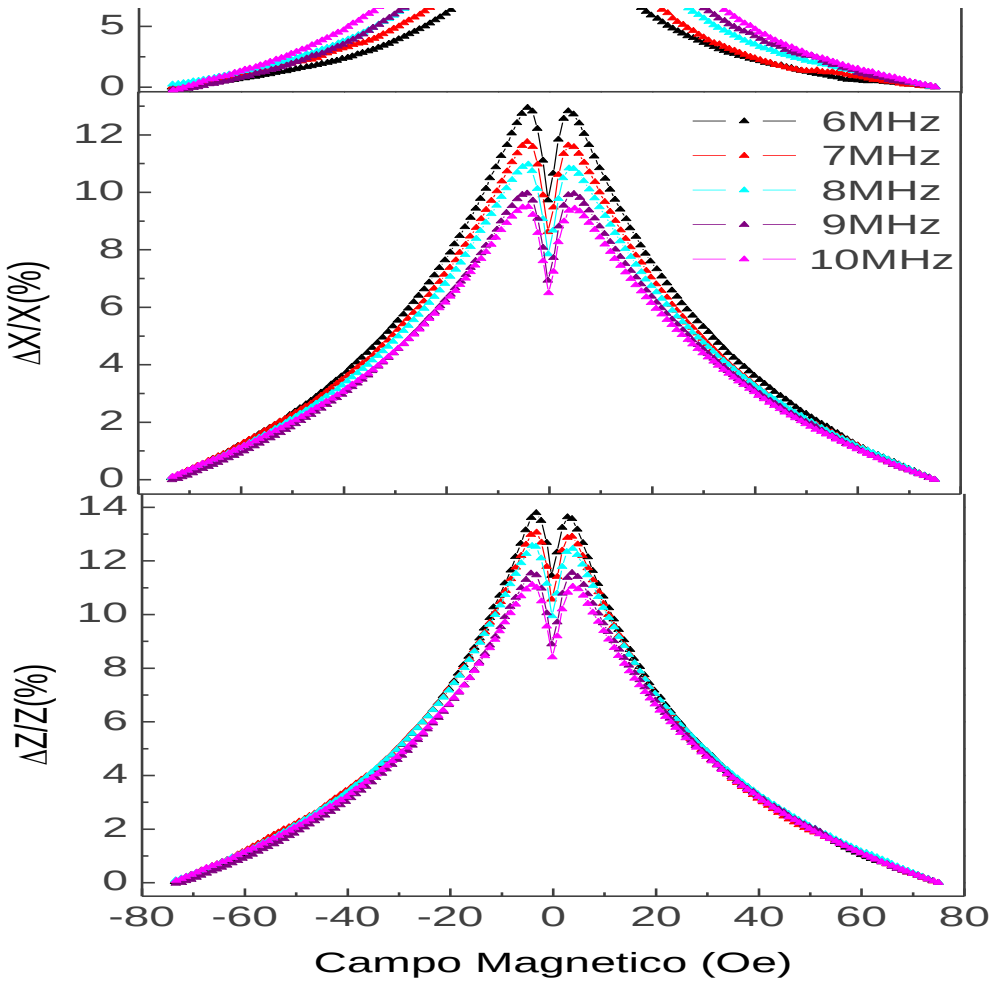


FIGURA 4. 14 Resultados de la Magnetoimpedancia en aleaciones de Co74Fe6B10Si10 para frecuencias entre 4 y 9MHz.

Los resultados para la aleación $Co_{74}Fe_6B_{10}Si_{10}$ presentados en las figuras 4.13 y 4.14 muestran un máximo del cambio en la impedancia para una frecuencia de 5MHz y el valor del cambio es de 14%. El comportamiento de dos picos se presenta también desde 0.5 MHz.

De acuerdo a los resultados, el valor máximo del cambio de la impedancia presenta un decremento cuando aumenta el contenido de Cobalto en la aleación, este resultado coincide con la disminución de la magnetización de saturación al aumentar el Co.

En la figura 4.15 se muestra la superposición de la señales de cambio de impedancia vs. El campo magnético para las tres aleaciones, en una frecuencia de 1MHz. Se observa la disminución del valor del cambio en la impedancia y el comportamiento de un pico y dos picos de acuerdo al aumento de Co en la aleación.

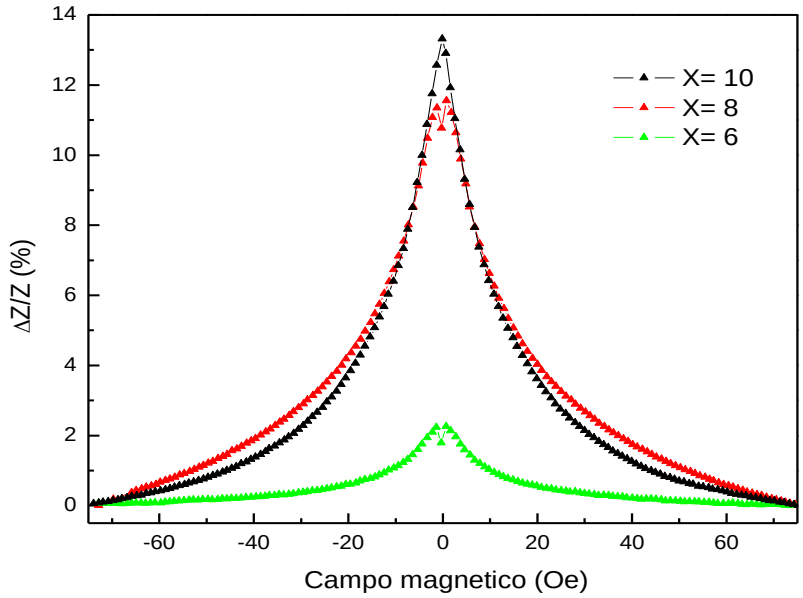


FIGURA 4. 15 Respuesta de la magnetoimpedancia para Co80-xFexB10Si10 con x= 10, 8 y 6 en una frecuencia de 1MHz.

4.2.2 Aleaciones FeBSi

En las figuras 4.16, 4.17, 4.18 y 4.19 se muestra la respuesta de Magnetoimpedancia para las aleaciones de $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ y $Fe_{78}B_{13}Si_{9}$ realizadas en un rango de frecuencias entre 0,25 y 10 MHz. Los resultados para este tipo de aleaciones, presentan comportamientos muy diferentes comparados con las aleaciones de CoFeBSi. En la aleación $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ la respuesta de MI presenta un comportamiento de un solo pico, el cual se mantiene hasta frecuencias de 2Mhz, entre las frecuencias de 3 y 4 MHz se presenta un cambio gradual del comportamiento de un pico, al comportamiento de dos picos por lo cual la señal de MI presenta una forma achatada, en la frecuencia de 5MHz se observa la aparición de un tercer pico en la señal este comportamiento ha sido observado en otro tipo de aleaciones [4,10]. En la grafica 4.20 se presenta un acercamiento a estas frecuencias con el fin de observar más claramente este comportamiento. El valor máximo del cambio en la impedancia para esas aleaciones es alcanzado para una frecuencia de 1MHz y tiene un valor de 4.5%. Las medidas de MI para este caso fueron realizadas para pasos de campo de 0.5 Oe con el fin de mostrar con más detalle el comportamiento de tres picos.

Para la aleación $Fe_{78}B_{13}Si_{9}$ se presenta un comportamiento similar, el comportamiento de un pico se presenta hasta una frecuencia de 2 MHz para la frecuencia de 3 MHz la señal de MI es achatada y en 4MHz se observa el comportamiento de tres picos, para esta aleación la variación máxima de la Impedancia, se encuentra para una frecuencia de 1MHz y corresponde a 2.6% de nuevo se encuentra una relación entre el decremento de la magnetización de saturación y el decremento en el máximo de la impedancia, en la figura 4.21 se presenta un acercamiento en estos valores de frecuencias.

El comportamiento de tres picos presentados en las aleaciones de FeBSi se puede explicar por la competencia entre el mecanismo del movimiento de las paredes de dominios que caracteriza el comportamiento de un pico y el mecanismo de rotación de la magnetización que gobierna el comportamiento de dos picos; estos dos mecanismos podrían estar presentes con similar intensidad en el régimen de tres picos. Otro posible mecanismo que

puede intervenir en la aparición del comportamiento de tres picos es la influencia del volumen de la muestra, ya que en frecuencias altas, la relajación de la rotación de magnetización es más veloz que la relajación del movimiento de las paredes de dominio, y debido a que la influencia de la superficie de la muestra es determinante en el efecto de la MI, se origina la aparición de dos picos debido a la rotación de la magnetizacion y el tercer pico, ser originado en el centro de la muestra debido todavía al movimiento de las paredes de dominio[10].

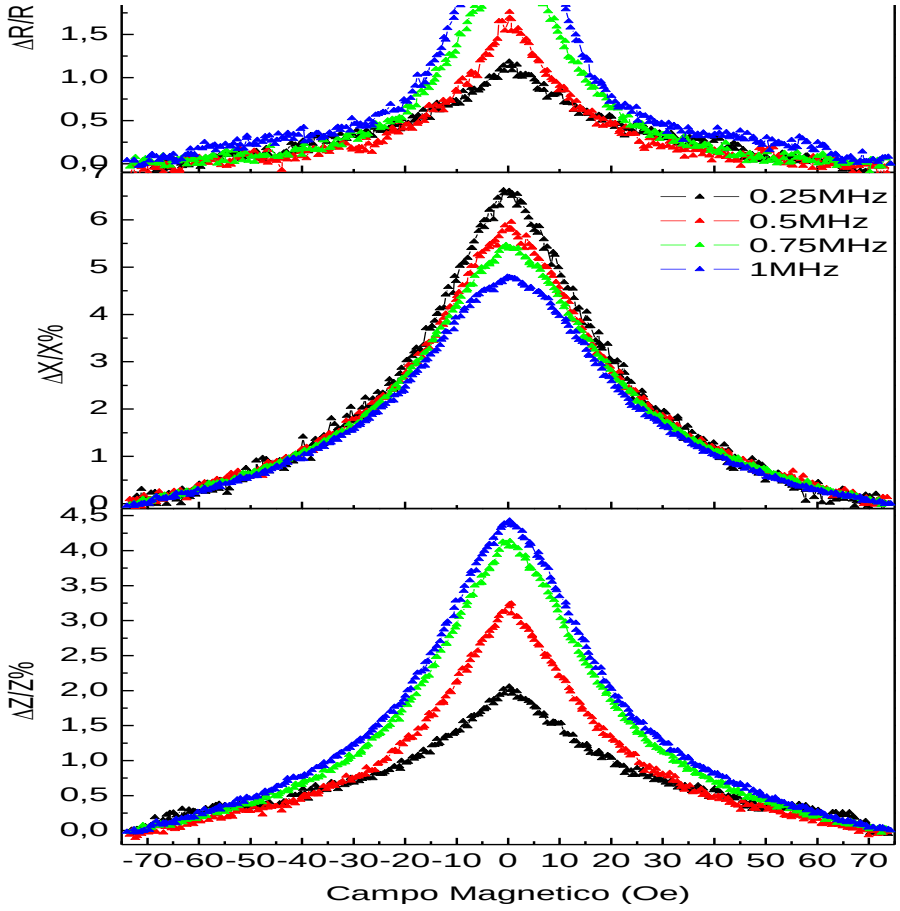


FIGURA 4. 16 Resultados del MI en aleaciones de Fe80B10S10 para frecuencias entre 0,25 y 1MHz.

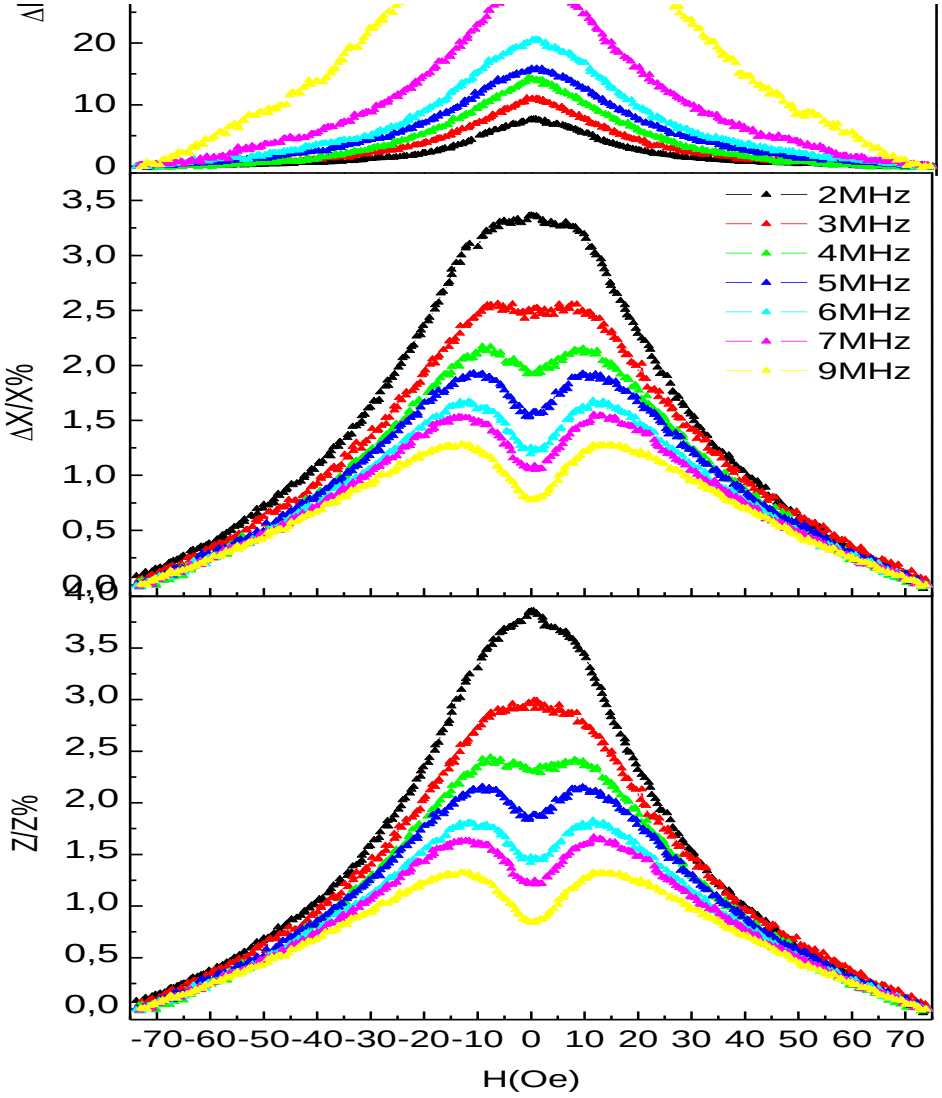


FIGURA 4. 17 Resultados del magnetoimpedancia en aleaciones de Fe80B10S10 para frecuencias entre 2 y 9MHz.

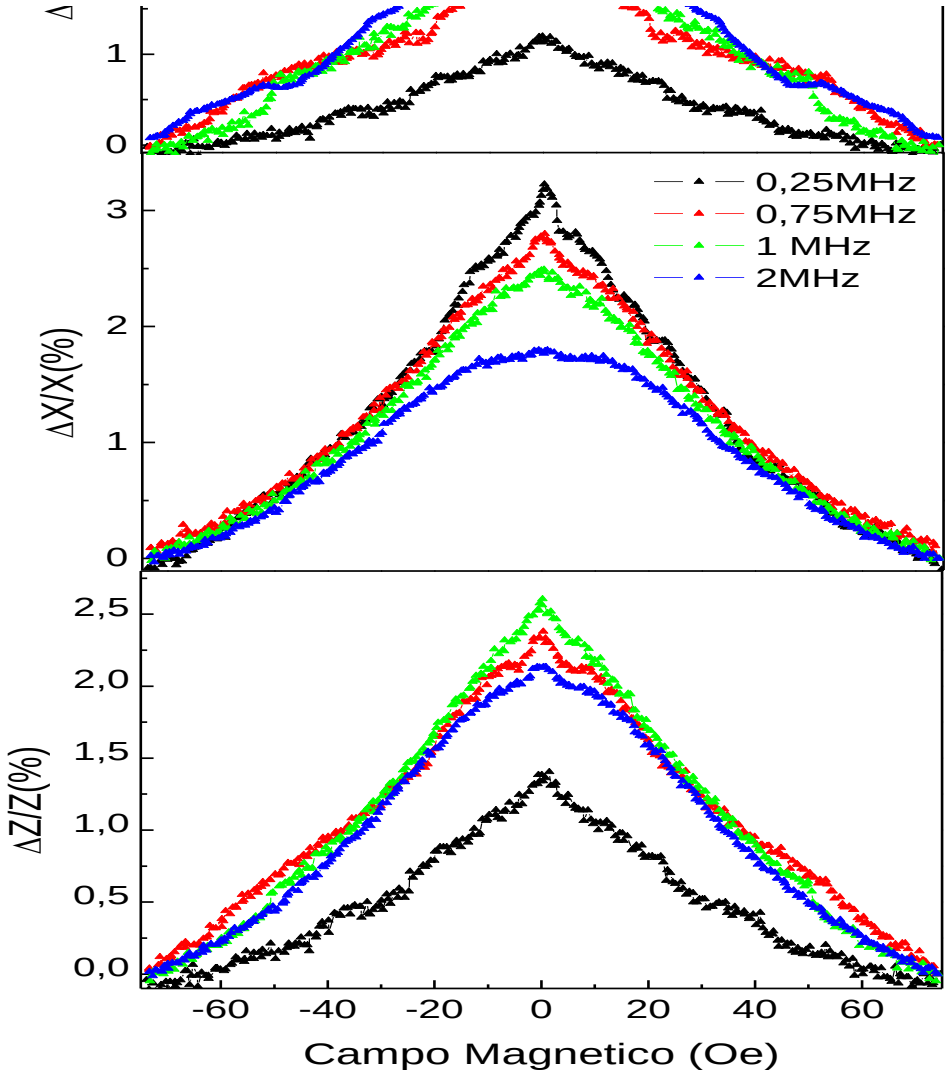


FIGURA 4. 18 Resultados del magnetoimpedancia en aleaciones de Fe78B13S9 para frecuencias entre 0,25 y 2MHz.

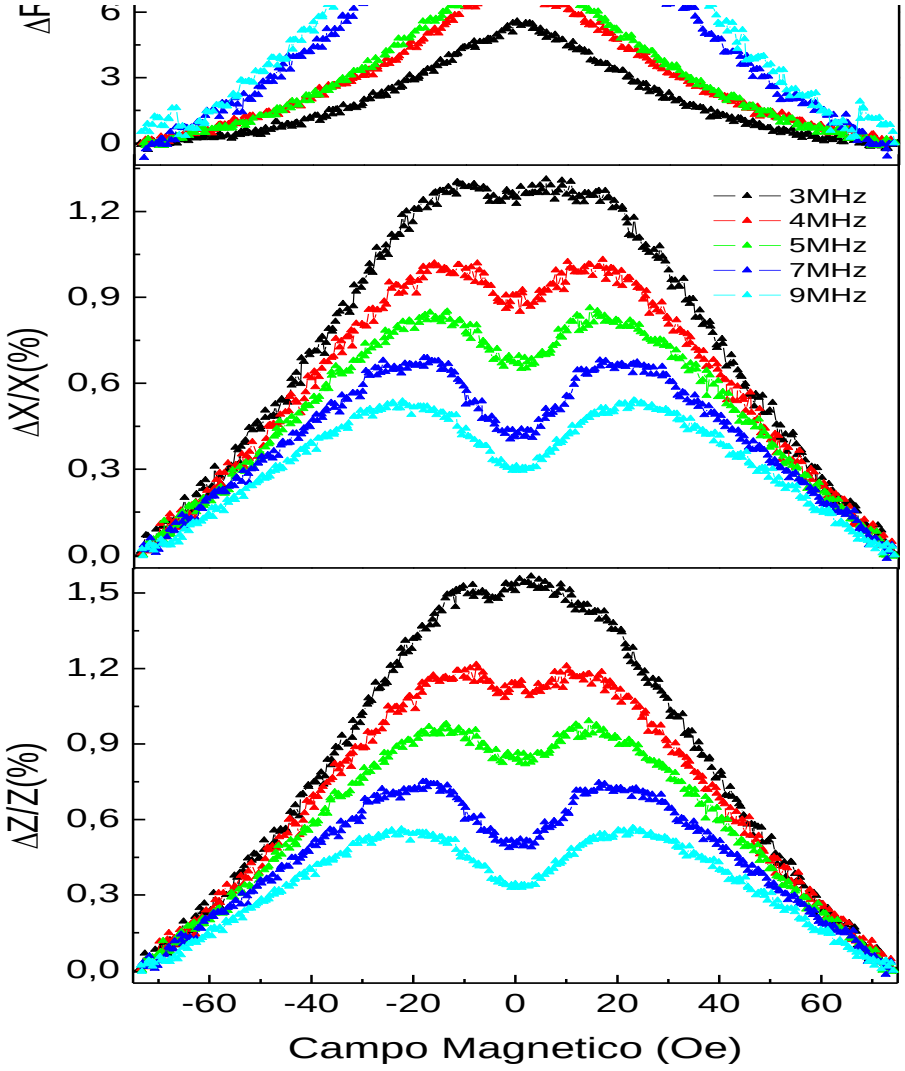


FIGURA 4. 19 Resultados del magnetoimpedancia en aleaciones de Fe78B13S9 para frecuencias entre 3 y 9MHz.

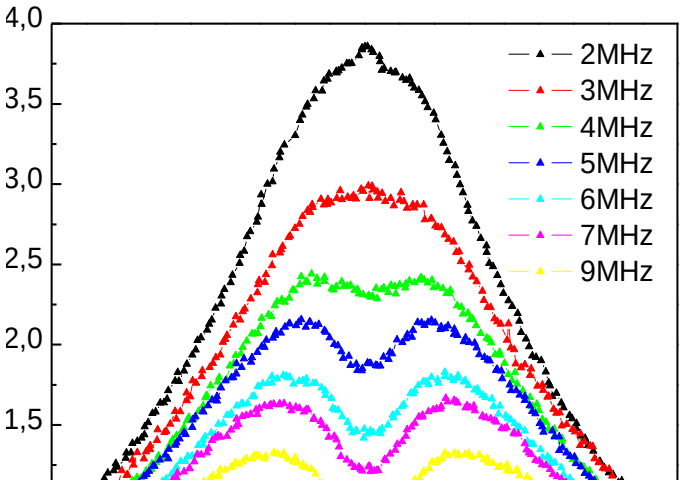


FIGURA 4. 20 Resultados del magnetoimpedancia con evidencia de comportamiento de tres picos en aleaciones de Fe80B10S10 para diferentes frecuencias

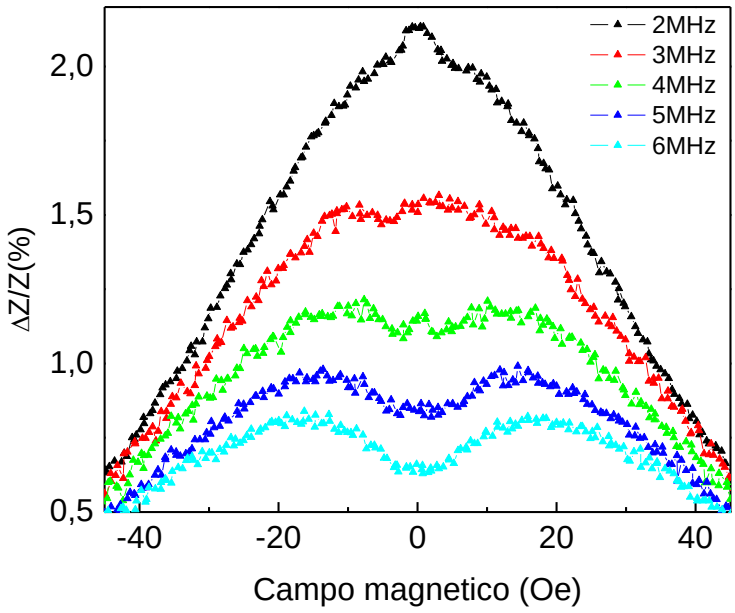


FIGURA 4. 21 Resultados del magnetoimpedancia con evidencia de comportamiento de tres picos en aleaciones de Fe78B13S9 para diferentes frecuencias

Referencias

[1] F. Mazaleyrat, Zs. Gercsi, J. Ferenc, T. Kulik, L.K. Varga, Materials Science and Engineering A 375–377 (2004) 1110–1115.

[2] Michael E. McHenry, Matthew A. Willard, David E. Laughlin Progress in Materials Science 44 (1999) 291±433.

[3] L. V. Panina and K. Mohri. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. vol. 157 / 158 (1996), p. 137 - 140.

[4] A. Rosales-Rivera, V.H. Valencia, D.L. Quintero, P. Pineda-Gómez, M. Gómez. Physica B 384 (2006) 169–171

[5] Seok-Soo Yoon, N.A. Buznikov, Lan Jin, Chong-Oh Kim, CheolGi Kim, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 304 (2006) e186–e188.

[6] Pirota, K. R., Kraus, L., Knobel, M., Pagliuso, P. G., & Rettori, C. 1999a, Phys.Rev.B, vol. 60, p. 6685

[7] CheolGi Kim, Youngwoo Rheem, Chong-Oh Kim, SeokSoo Yoon, E.A Ganshina, M.Yu. Kochneva, D.A. Zaichenko Journal of Magnetism and Magnetic Materials 258–259 (2003) 170–173.

[8] I.Z. Rahman, Md. Kamruzzaman y M.A. Rahman. Journal of Materials Processing Technology 153–154 (2004) 791–796

[9] L. Kraus. Sensors and Actuators A 106 (2003) 187–194

[10] A. Rosales-Rivera, V.H. Valencia, P. Pineda-Gómez, Physica B 398 (2007) 252–255

5. CONCLUSIONES

- Se llevo a cabo una completa caracterización de las aleaciones producidas utilizando las técnicas adquiridas y desarrolladas en el Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales, encontrando resultados que permiten contribuciones significativas al estudio de este tipo de materiales no solo a nivel nacional si no también internacional.

- Se llevo a cabo la producción y caracterización de aleaciones magnéticamente blandas amorfas con composición $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ con *x= 10, 8 y 6*, $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$.

- Se realizó el estudio de la cinética de cristalización de la cristalización primaria por medio de la técnica DSC, calculando la Energía de Activación y la fracción de cristalización para cada aleación. A partir de los datos de DSC también fue obtenido el exponente de Avrami *n* con valores entre 2.7 y 2.1 para las aleaciones de CoFeBSi, y de aproximadamente 2.0 para la aleación de $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$, por medio de estos valores de *n* se determinó el mecanismo de cristalización para cada aleación, encontrando que el mecanismo dominante en ambos tipos de aleación es difusión controlada, para la aleación $Fe_{78}B_{13}Si_9$ debido a la superposición de procesos de cristalización, no fue posible calcular el valor de n.

- Se obtuvo el comportamiento de la magnetización de las aleaciones en función de la temperatura usando TGA, obteniendo valores de $T_{camorfa,}$ T_{p2} y T_{ccris} de 451.05 ºC, 552.83 ºC y 681,41 ºC, respectivamente para la aleación de $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$, 447.74 ºC, 550.26 ºC y 675.88ºC, para la aleación de $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$, 440.63 ºC, 554.63 ºC, 677.14

ºC para la aleación de $Co_{74}Fe_6B_{10}Si_{10.}$ 396.86 ºC, 553.44 ºC, 678.66 ºC para la aleación de $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ y 417.04ºC, 563.74ºC, 683.84ºC para la aleación de $Fe_{78}B_{13}Si_9$.

- Se encontró una relación entre la cristalización primaria y secundaria y las Tc_{amorfa} y T_{p2} respectivamente en las aleaciones de CoFeBSi, debido a esta relación se encuentran aumentos en los valores de estas dos temperaturas al aumentar la velocidad de calentamiento. Las propiedades magnéticas y estructurales de las aleaciones FeBSi presentan una relación diferente, al tener la Tc_{amorfa} ligada a la transición vítrea de la aleación por lo que esta no presenta una dependencia de la velocidad de calentamiento. Estas características diferentes en la aleación, hacen que el valor de Tc_{amorfa} se incremente para las aleaciones ricas en Cobalto comparado con el valor para las aleaciones ricas en Fe.

- Se obtuvo el lazo de histéresis para cada aleación usando un VSM encontrando que la adición de cobalto en las aleaciones, ocasiona una reducción del valor de la magnetización de saturación de la aleación, para las aleaciones de FeBSi se encontró una disminución al aumentar la cantidad de Boro en las aleaciones, debido a que el Boro deteriora las propiedades magnéticas del material, ya que modifica la microestructura del mismo al ubicarse en los espacios intersticiales de los átomos de Hierro, debilitando el campo magnético interno y disminuyendo así la magnetización de saturación.

- Se estudio la Magnetoimpedancia de ambos tipos de aleaciones encontrando comportamientos muy diferentes. En las aleaciones de CoFeBSi se presentó comportamiento de uno y dos picos para la aleación con mayor contenido de Fe (x=10) en las aleaciones con menor porcentaje de Fe el comportamiento es siempre de dos picos para las frecuencias trabajadas, se observó asimetría en la respuesta de magnetoimpedancia, originada de la combinación de las anisotropías por esfuerzos originadas en la fabricación de la aleación y la magnetostriccion negativa características de las aleaciones ricas en Co. Para las aleaciones de FeBSi se encontró comportamiento

de uno, dos y tres picos. Estos resultados dan evidencia de la influencia de la composición de las aleaciones con la respuesta de la magnetoimpedancia.

- Se encontró una relación entre el valor máximo de la impedancia y la magnetización de saturación con el contenido de Co en las aleaciones de CoFeBSi, estas dos variables decrecen al aumentar el contenido de Co. La misma dependencia se presenta en las aleaciones de FeBSi con el contenido de B se las mismas.

6. PERSPECTIVAS

Con el fin de continuar con el proceso investigativo del Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales y haciendo uso de las nuevas técnicas desarrolladas (susceptómetro ac) y adquiridas (VSM), se pueden realizar nuevos estudios que deriven en la elaboración de otras tesis de grado ó trabajos de investigación en esta interesante área. A continuación se presentan algunas perspectivas referentes a este trabajo:

- Realizar estudios de Magnetización en función de la temperatura sobre las cintas fabricadas en este trabajo, con el fin de entender más a fondo la relación entre las propiedades magnéticas del material y su estructura.

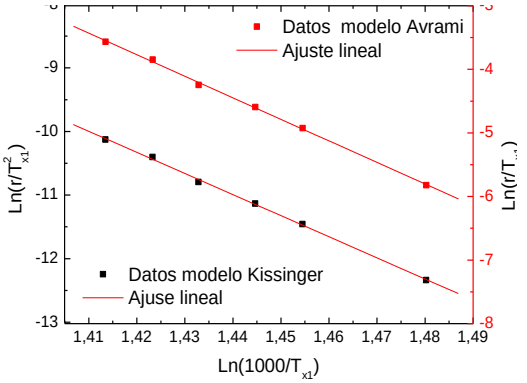
- Modificar las superficies de las aleaciones, por medio de electrodeposición con el fin de verificar su influencia en el fenómeno de magnetoimpedancia

- Realizar estudios de efecto Hall, y correlacionar los resultados con el fenómeno de Magnetoimpedancia.

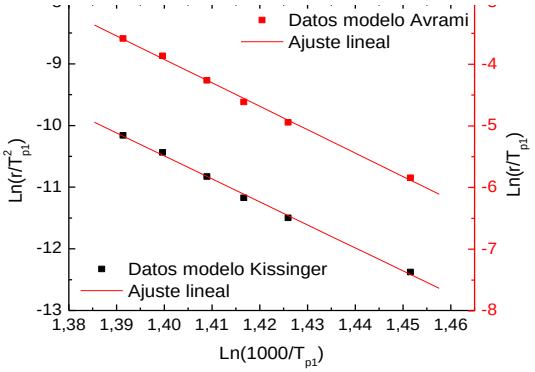
- Realizar estudios de Susceptibilidad AC en función de la temperatura y llevar a cabo una correlación entre los resultados de magnetización y Magnetoimpedancia.

ANEXO A: RESULTADOS COMPLEMENTARIOS

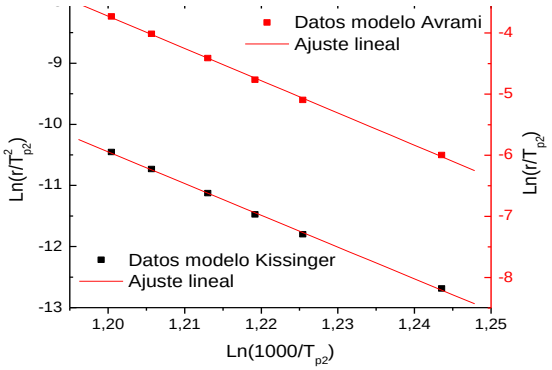
A.1 Graficas de obtención de la energía de activación



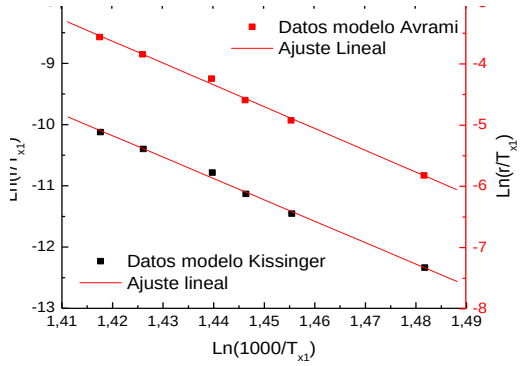
A1.1. Ln(r/T_{x1}) vs Ln(1000/T_{x1}) para $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$



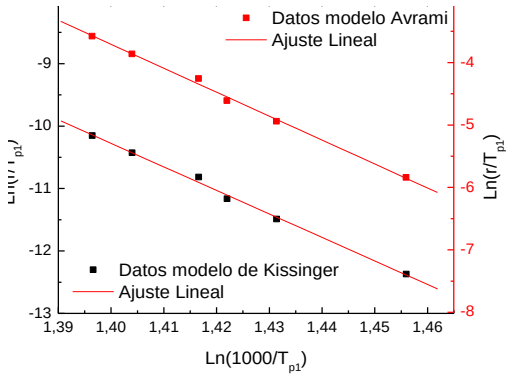
A1.2. Ln(r/T_{p1}) vs Ln(1000/T_{p1}) para $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$



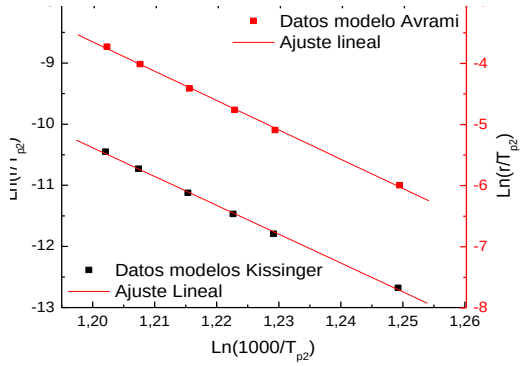
A1.3. Ln(r/T_{x1}) vs Ln(1000/T_{x1}) para $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$



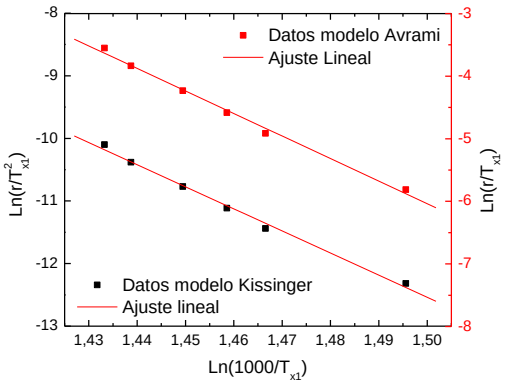
A1.4. Ln(r/T_{x1}) vs Ln(1000/T_{x1}) para $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$



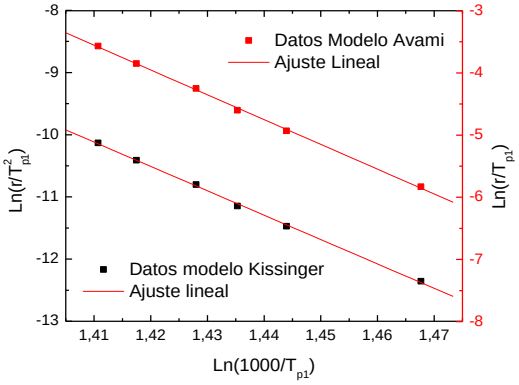
A1.5. Ln(r/T_{p1}) vs Ln(1000/T_{p1}) para $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$



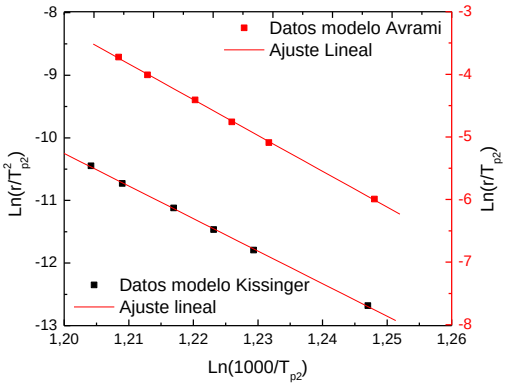
A1.6. Ln(r/T_{p1}) vs Ln(1000/T_{p1}) para $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$



A1.7. Ln(r/T_{x1}) vs Ln(1000/T_{x1}) para $Co_{74}Fe_6B_{10}Si_{10}$

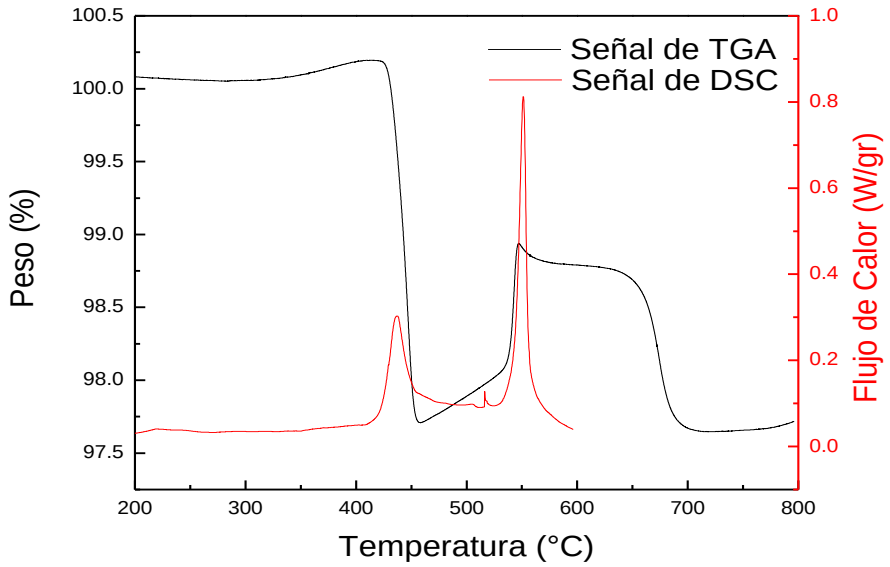


A1.8. Ln(r/T_{p1}) vs Ln(1000/T_{p1}) para $Co_{74}Fe_6B_{10}Si_{10}$

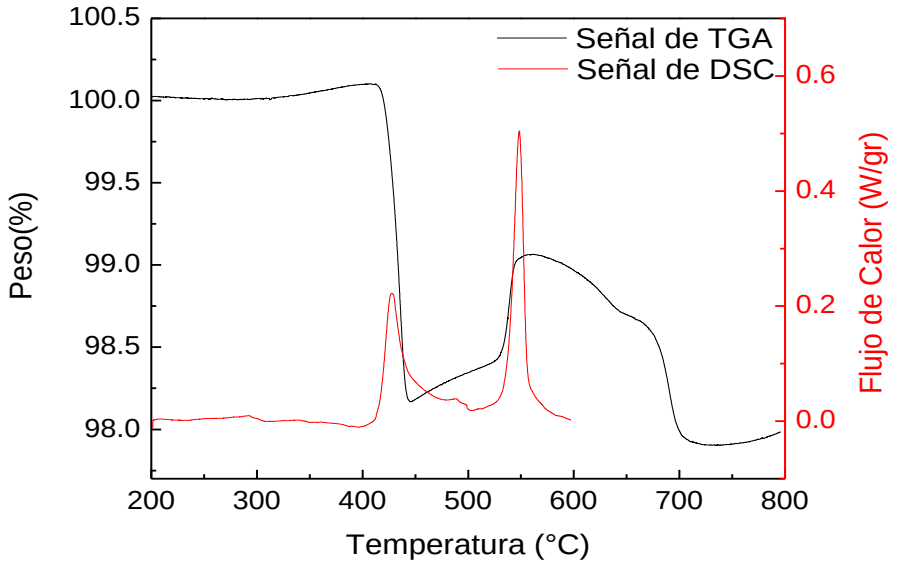


A1.9. Ln(r/T_{p2}) vs Ln(1000/T_{p2}) para $Co_{74}Fe_6B_{10}Si_{10}$

A.2 Graficas superpuestas de DSC y TGA

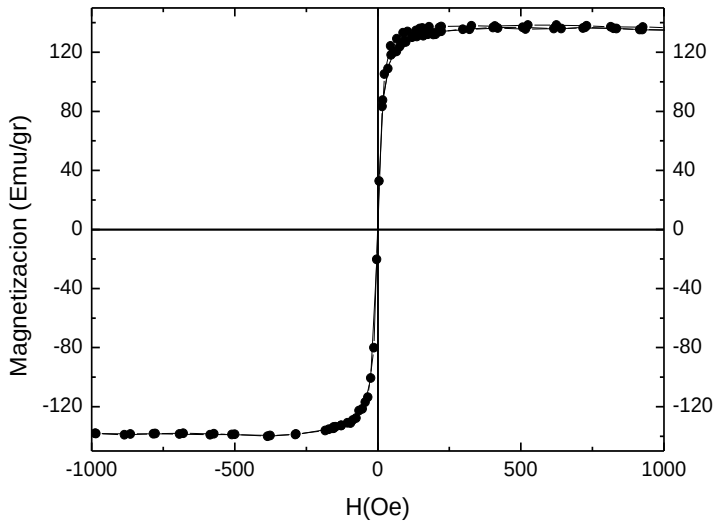


A2.1. Superposición de termogramas DSC y TGA de la aleación $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$

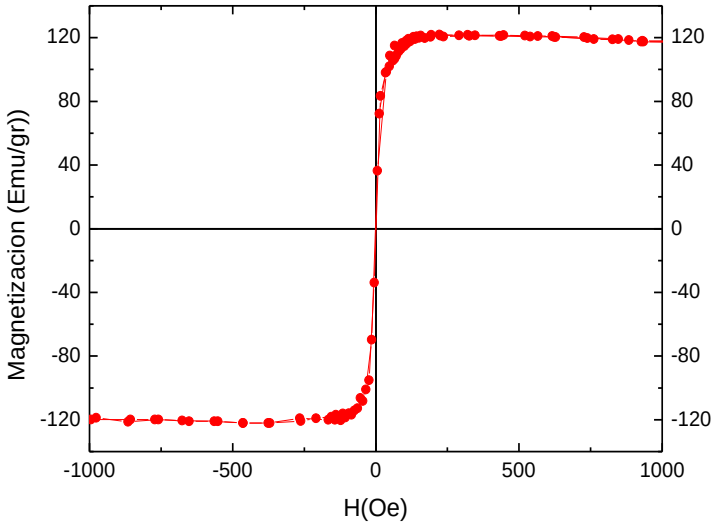


A2.2. Superposición de termogramas DSC y TGA de la aleación $Co_{74}Fe_6B_{10}Si_{10}$

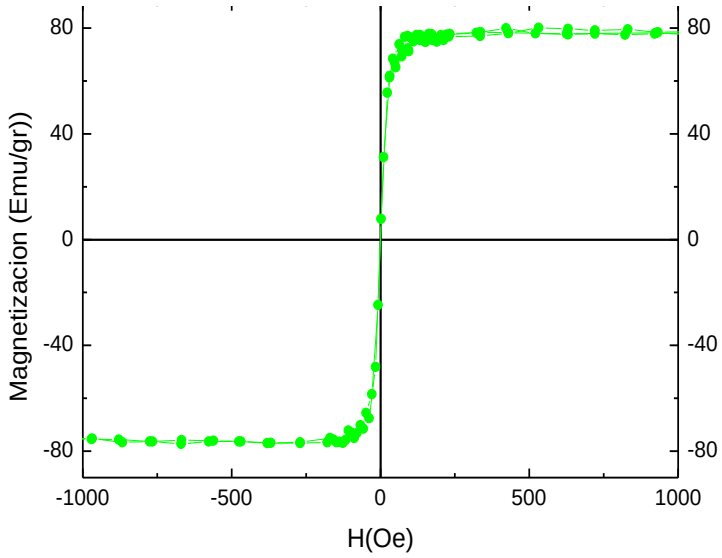
A.3 Graficas de VSM



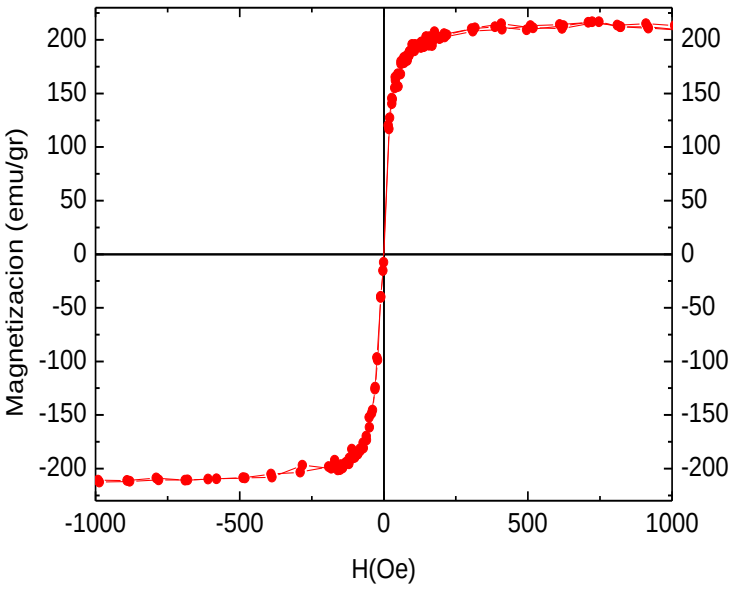
A3.1.Curvas de Magnetización de aleaciones con composición $Co_{70}Fe_{10}B_{10}Si_{10}$



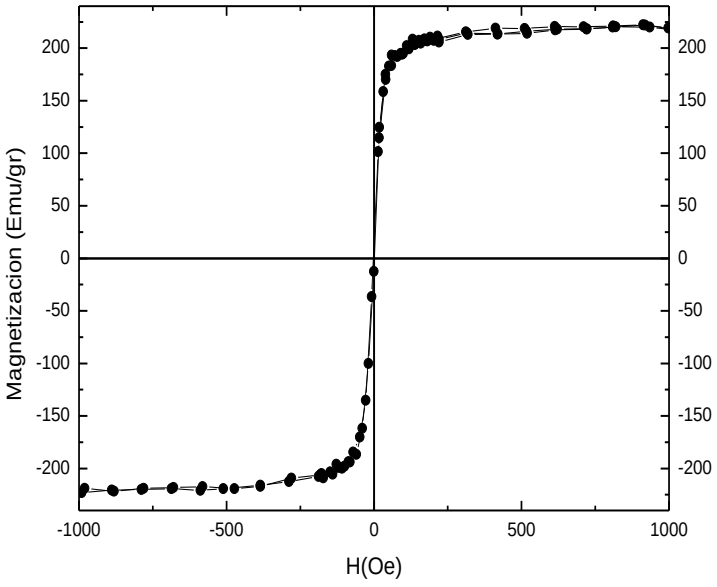
A3.2. Curvas de Magnetización de aleaciones con composición $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$



A3.3 Curvas de Magnetización de aleaciones con composición $Co_{74}Fe_6B_{10}Si_{10}$

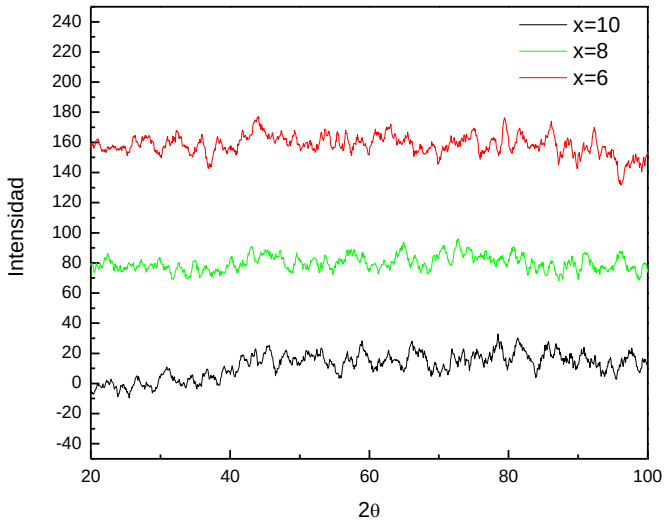


A3.4. Curvas de Magnetización de aleaciones con composición $Fe_{78}B_{13}Si_9$

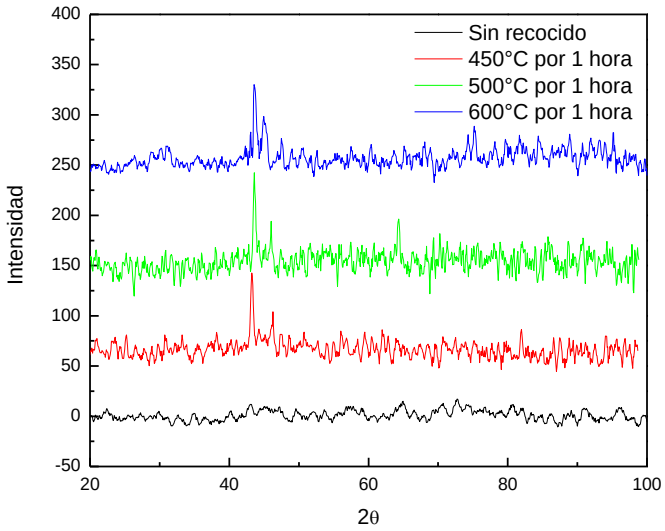


A3.5 Curvas de Magnetización de aleaciones con composición $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$

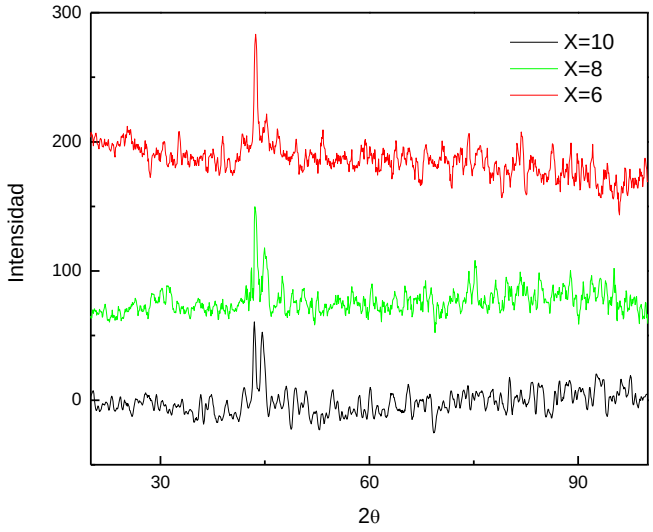
A.4 Resultados X-RD



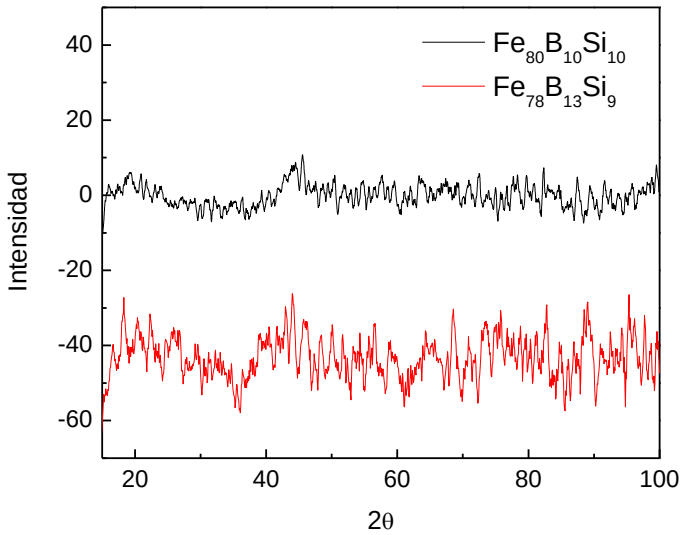
A4.1. Confirmación de la amorficidad de las aleaciones $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ por medio de XRD



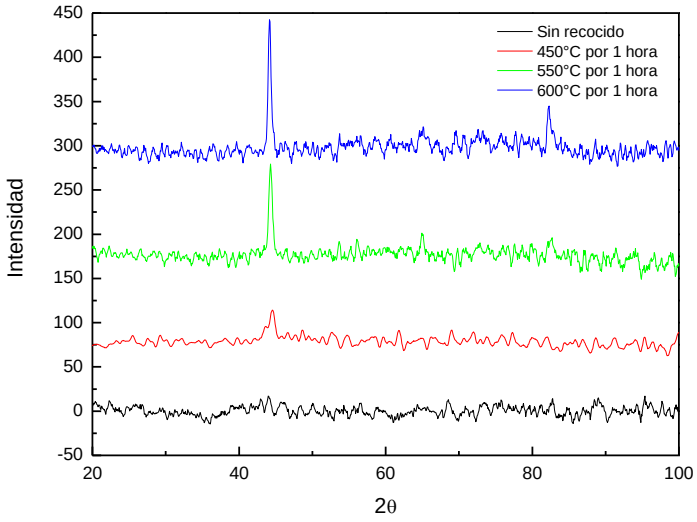
A4.2 Resultados de XRD de $Co_{72}Fe_8B_{10}Si_{10}$ para diferentes etapas estructurales



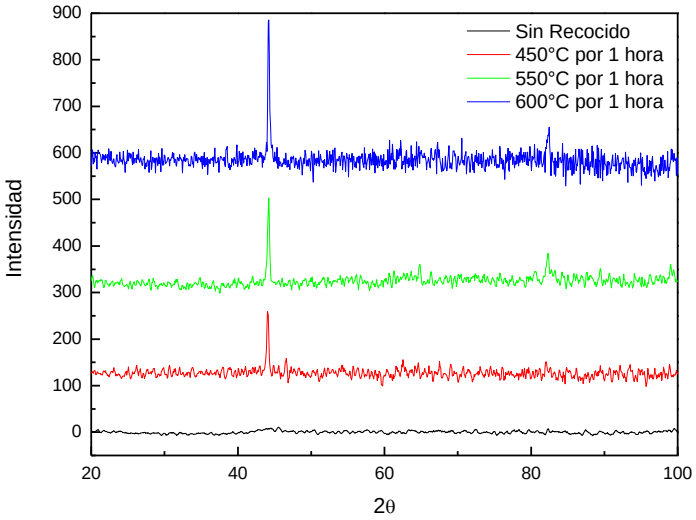
A4.3Resultados XRD de $Co_{80-x}Fe_xB_{10}Si_{10}$ variando x para un recocido de 1 hora a 600°C.



A4.4. Confirmación de la amorficidad de las aleaciones $Fe_{78}B_{13}Si_9$ y $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ por medio de XRD



A4.5 Resultados de XRD de $Fe_{78}B_{13}Si_9$ para diferentes etapas estructurales



A4.6Resultados de XRD de $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ para diferentes etapas estructurales

ANEXO B: ARTICULOS Y TRABAJOS RELACIONADOS CON ESTE TRABAJO.

En el siguiente apartado se enumeran algunos de los trabajos realizados en el marco de las actividades científicas del grupo de Magnetismo y Materiales Avanzados de Manizales en los cuales he participado activamente y que sin duda han construido los cimientos para la elaboración de esta tesis. Algunos de estos trabajos han sido presentados en la modalidad de mural y oral en congresos nacionales e internacionales como el XXII congreso nacional de física realizado en Ibagué, en el CLACSA 2007 y el ISMANAM 2008 de las presentaciones en estos congresos hay un artículo internacional y dos nacionales aceptados para publicación y uno internacional que a la fecha, está en proceso de evaluación. Los artículos publicados son: "**Characterization thermal, structural and magnetic of Cobalt-based alloys**". Microelectronics Journal 39, 2 de junio de 2008. Pag. 1242–1244, "**Influencia del contenido de Hierro sobre las propiedades termomagneticas de aleaciones CoFeBSi**". Revista Colombiana de Física, vol. 41, No. 2, pag.491.493, 2009 y "**Estudio de las Propiedades Magnéticas de Aleaciones Amorfas Magnéticas Blandas de FeBSi**". Revista Colombiana de Física, vol. 41, No. 2, pag.281.284, 2009. El articulo en revisión para ser publicado en Journal of Alloys and Compounds se tituló: "***Magnetic Behavior and Magneto-Impedance Effect in CoFeBSi Ribbons*****"**.