



**INSTITUTO POTOSINO DE INVESTIGACIÓN
CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA, A.C.**

POSGRADO EN NANOCIENCIAS Y MATERIALES

**Materiales compósitos con anisotropía magnética
reprogramable**

Tesis que presenta

Daniela Abigail López Mireles

Para obtener el grado de

Maestra en Nanociencias y Materiales

Director de la Tesis:

Dr. Armando Encinas Oropesa



Constancia de aprobación de la tesis

La tesis **Materiales compósitos magnéticos con anisotropía magnética ajustable mediante reconfiguración controlada** presentada para obtener el Grado de de Maestro en Nanociencias y Materiales fue elaborada por **Daniela Abigail López Mireles** y aprobada el **xxx de mes del 2023** por los suscritos, designados por el Colegio de Profesores de la División de Materiales Avanzados del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C.

Dr. Armando Encinas Oropesa
(Director de la tesis)

Dr. Jorge Roberto Oliva Uc
(Asesor de la tesis)

Dra. Elizabeth Alvarado Gómez
(Asesor de la tesis)



Créditos Institucionales

Esta tesis fue elaborada en la División de Materiales Avanzados del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C., bajo la dirección del Dr. Armando Encinas Oropesa.

Durante la realización del trabajo el autor recibió una beca académica del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (931482) y del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A. C.

(Página en Blanco que se va a utilizar para colocar la copia del acta de examen.)

Dedicatoria

A mi familia y seres queridos que siempre me han apoyado por conseguir mis metas.

A mis amigos por aligerar mi día a día y hacerme más relajada la vida..

A mi asesor por motivarme y tener disposición, tiempo y apoyo para mis trabajos.

Y a todos los que han contribuido.

Agradecimientos

Gracias al Comité Tutoral por el tiempo que han dedicado para revisar la tesis y sus valiosos comentarios.

Agradezco al Dr. Joaquín De La Torre Medina, del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM campus Morelia por su valiosa colaboración en las mediciones de absorción de microondas y resonancia ferromagnética.

Al Laboratorio Nacional de Investigaciones en Nanociencias y Nanotecnología (LINAN), por facilitar el acceso y uso de la infraestructura experimental. En particular, se agradece el apoyo técnico de la Dra. Gladis Judith Labrada, M. C. Ana Iris Peña y Dr. Ignacio Becerril en el microscopio electrónico de barrido, así como a M. C. Beatriz Rivera en rayos X. Así como a los doctores Sergio Díaz y José Luis Sánchez Llamazares por su apoyo con las mediciones realizadas en el sistema PPMS.

Proyecto SEP-CONACYT Ciencia Básica 286626, así como al CONACYT y al IPICYT.

Índice general

| | |
|--|--------------|
| Constancia de aprobación de la tesis | III |
| Créditos Institucionales | v |
| Agradecimientos | XI |
| Resumen | XVIII |
| Abstract | XIX |
| 1. Marco teórico | 4 |
| 1.1. El campo magnético | 4 |
| 1.2. Magnetización en los materiales | 6 |
| 1.3. Magnetismo en la materia | 8 |
| 1.4. Ciclo de histéresis | 10 |
| 1.5. Campo desmagnetizante | 12 |

| | |
|---|-----------|
| 1.5.1. Factor desmagnetizante | 14 |
| 1.6. Anisotropía magnética | 16 |
| 1.6.1. Anisotropía magnética de forma | 17 |
| 1.7. Factor desmagnetizante efectivo en ensamblajes de par-tículas | 19 |
| 1.7.1. Factor desmagnetizante efectivo en materiales magnéticos porosos | 21 |
| 1.8. Dinámica de la magnetización y resonancia ferromagnética | 22 |
| 1.8.1. La ecuación de movimiento de magnetización | 22 |
| 1.8.2. Aplicaciones micro-ondas | 24 |
| 1.9. Matrices poliméricas | 27 |
| 1.10. Matrices poliméricas con respuesta magnética | 28 |
| 2. Antecedentes | 30 |
| 2.1. Elastómeros reconfigurables | 32 |
| 2.2. Medición de la fuerza magnética para caracterizar com-pósitos magnéticos | 37 |
| 3. Enfoque y objetivos | 48 |
| 3.1. Compósitos moldeables: identificación de parámetros | 50 |
| 3.2. Hipótesis y objetivos | 51 |
| 3.3. Objetivos específicos | 52 |

| | |
|---|-----------|
| 4. Materiales y métodos | 54 |
| 4.1. Materiales | 54 |
| 4.2. Equipo menor de laboratorio | 55 |
| 4.3. Caracterización | 56 |
| 4.4. Fabricación de compósitos usando matrices no magnéticas termoplásticas . | 57 |
| 4.4.1. Plastilina Magnética | 59 |
| 4.4.2. Parafina histológica magnética | 59 |
| 5. Construcción de dispositivo de medición de fuerza magnética | 61 |
| 6. Resultados: Caracterización de materiales | 71 |
| 6.1. Magnetita mineral | 71 |
| 6.2. Níquel metálico | 73 |
| 6.3. Ferrita de Bario | 75 |
| 7. Materiales compuestos magnéticos moldeables | 77 |
| 7.1. Propiedades magnéticas | 77 |
| 7.2. Resonancia ferromagnética | 79 |
| 7.2.1. Resonancia ferromagnética en compósitos de plastilina | 80 |
| 7.2.2. Resonancia ferromagnética en compósitos de parafina | 84 |

| | |
|---|------------|
| 7.3. Programación de propiedades magnéticas en compósitos reconfigurables . . | 86 |
| 7.3.1. Anisotropías inducidas y programables | 87 |
| 7.3.2. Anisotropía magnética de forma en compósitos | 87 |
| 7.3.3. Anisotropía magnética por ordenamiento de partículas asistida por campo | 93 |
| 7.3.4. Anisotropía magnética por magnetización de fase magnética de imán permanente | 97 |
| 7.3.5. Anisotropía magnética por huecos no magnéticos | 99 |
| 8. Conclusiones generales | 107 |
| 9. Perspectivas | 108 |

Resumen

En el presente trabajo se han desarrollado materiales compuestos magnéticos con la particularidad de que sus propiedades de anisotropía magnética son reconfigurables o reprogramables. Esto se ha logrado empleando una matriz no magnética termoplástica que puede ablandarse y volverse maleable a temperaturas cercanas a la ambiental. En particular se usaron plastilina o bien parafina como matrices en las cuales se dispersan micro partículas magnéticas. En el trabajo se han propuesto y validado cuatro esquemas mediante los cuales es posible introducir de manera controlada y reconfigurable, cambios en las propiedades magnéticas del compuesto. Estas son mediante (1) el moldeo de la forma macroscópica del compuesto, (2) la alineación de las partículas al interior de la matriz aplicando calor y un campo magnético, (3) usando partículas de un material magnético duro y polarizando el compuesto en diferentes direcciones y (4) introduciendo en el volumen del compuesto huecos no magnéticos con geometrías bien definidas y una distribución controlada. Los cambios en las propiedades magnéticas inducidas por estos mecanismos han sido evidenciados usando una balanza digital basada en la plataforma arduino que se diseñó y construyó para el presente proyecto. Ésta permite medir los cambios de masa que produce la fuerza magnética que resulta al aplicar campo magnético al material. A partir de estas mediciones se ha mostrado que los cuatro mecanismos probados resultan en cambios claros en la anisotropía magnética del compuesto y éstos son reconfigurables. El moldeo de la forma macroscópica, la alineación de partículas aplicando calor y campo magnético así como la introducción de huecos no magnéticos, modifican la anisotropía mediante efectos desmagnetizantes o bien de interacción dipolo-dipolo entre partículas. Mientras que para el caso de materiales con partículas de material magnético duro, la anisotropía proviene de la anisotropía magnetocristalina de las micro partículas. Finalmente, se ha aprovechado la propiedad de maleabilidad de los compósitos para adaptarlos a una guía de onda tipo coplanar, mediante la cual se han realizado con éxito mediciones de resonancia ferromagnética. Esto abre perspectivas importantes tanto como técnica de caracterización magnética así como para posibles aplicaciones relacionadas con absorción de microondas y apantallamiento de ondas electromagnéticas. Finalmente gracias a que la respuesta magnética de estos materiales es reconfigurable, tienen perspectivas interesantes como materiales magneto-ópticos o magneto-acústicos, así como materiales de transición de fase que responden al campo.

Abstract

In this project we have developed magnetic composite materials with the particularity that their magnetic anisotropy properties are reconfigurable or reprogrammable. This has been achieved by using a non-magnetic thermoplastic matrix that can soften and become malleable at temperatures close to ambient. Specifically, plasticine or paraffin were used as matrices in which magnetic micro particles are dispersed. Four schemes have been proposed and validated in the study through which controlled and reconfigurable changes in the magnetic properties of the composite can be introduced. These include (1) molding the macroscopic shape of the composite, (2) aligning the particles within the matrix by applying heat and a magnetic field, (3) using particles of a hard magnetic material and polarizing the composite in different directions, and (4) introducing non-magnetic voids with well-defined geometries and controlled distribution within the composite volume. The changes in magnetic properties induced by these mechanisms have been evidenced using a digital balance based on the Arduino platform, which was designed and built for this project. It allows for measuring the mass changes resulting from the magnetic force applied to the material. Based on these measurements, it has been shown that the four tested mechanisms result in clear changes in the magnetic anisotropy of the composite, and these changes are reconfigurable. Molding the macroscopic shape, aligning particles through heat and magnetic field, as well as introducing non-magnetic voids, modify the anisotropy through demagnetizing effects or dipole-dipole interaction among particles. On the other hand, for materials with particles of hard magnetic material, the anisotropy follows from the magnetocrystalline anisotropy of the microparticles. Finally, the malleability property of the composites has been exploited to adapt them to a coplanar waveguide, through which successful measurements of ferromagnetic resonance have been performed. This opens important prospects both as a magnetic characterization technique and for potential applications related to microwave absorption and electromagnetic wave shielding. Finally, thanks to the reconfigurable magnetic response of these materials, they have interesting prospects as magneto-optical or magnto-acoustic materials, as well as field responsive phase transition materials.

Introducción

Los materiales magnéticos han sido históricamente un detonante importante de ciencia básica de frontera así como de notables desarrollos e hitos tecnológicos. El magnetismo y los materiales magnéticos están omnipresentes en nuestras vidas diarias por ejemplo en la generación y conversión de energía eléctrica así como en electrodomésticos, computadoras, teléfonos, automóviles, sistemas médicos, de telecomunicaciones y de seguridad. Por lo que la ciencia y tecnología de estos materiales continua siendo un tema de interés y actualidad.

Esto motiva la búsqueda continua de materiales con propiedades magnéticas excepcionales y aplicaciones novedosas. Una familia de materiales que ha sido muy investigada y que ha mostrado una gran cantidad de propiedades interesantes y aplicaciones potenciales son los compósitos magnéticos. Estos están formados por partículas o material magnético disperso en otro material no magnético que actual como una matriz. En principio es posible variar el tipo de material magnético y sus principales parámetros, así mismo, la matriz no magnética puede ser de naturalezas muy variadas. Por lo que existen un número importante de tipos de materiales tipo compósitos magnéticos. En este trabajo nos interesamos en una clase de compósitos magnéticos que son los denominados suaves o deformables. Estos compósitos suaves magnéticos comprenden materiales con matrices mecánicamente suaves: elastómeros, hidrogeles, otros polímeros (no elastómeros), ceras y también líquidos [1, 2].

Estos materiales poseen un potencial importante para su implementación en diversos tipos de aplicaciones entre las que sobresalen, amortiguadores magnéticos, sellos y juntas magnéticas, actuadores y sensores, acoplamientos magnéticos para transmitir torca o movimiento, frenos y embragues magnéticos, aislamiento magnético para suprimir campos electromagnéticos no deseados, micromanipulación y ensamblaje de micro-robots, microfluídica y lab-on-a-chip, sistemas magneto-electro-mecánicos para generación y cosecha de energía, por mencionar algunos ejemplos [3, 4, 5, 6].

Una vertiente más reciente de estos materiales son los denominados materiales compuestos magnéticos reconfigurables. Los cuales han surgido como una opción prometedora en la vanguardia de la ciencia de materiales. Estos materiales, que combinan características magnéticas y reconfigurables, han despertado un gran interés debido a su capacidad para

adaptarse y alterar sus propiedades magnéticas en respuesta a estímulos externos. Su versatilidad y potencial en diversas aplicaciones tecnológicas han generado un gran interés.

Los materiales compuestos magnéticos reconfigurables están compuestos por una matriz suave y moldeable que alberga partículas magnéticas. Estas partículas pueden ser metálicas, como partículas (nano o micro) de hierro o níquel, o compuestos magnéticos más complejos, como óxidos de hierro o ferritas. Lo que distingue a estos materiales es su capacidad para ser moldeados para variar su forma así como también reorganizar su estructura interna en respuesta a campos magnéticos externos, cambios de temperatura, fuerzas mecánicas u otros estímulos controlables [7]. Esta capacidad de reconfiguración abre un abanico amplio de posibilidades para su aplicación en campos, entre los cuales se distinguen: la industria electrónica debido a su potencial para aplicaciones en dispositivos de almacenamiento de datos, tales como discos duros magnéticos y memorias magnéticas. En el campo de la medicina, estos materiales ofrecen oportunidades en el desarrollo de sistemas de liberación de fármacos controlados magnéticamente [8]. Lo que abre perspectivas a terapias más efectivas y personalizadas, minimizando los efectos secundarios y mejorando la precisión de la administración de medicamentos. En la industria de la energía, donde estos materiales se utilizan en la fabricación de dispositivos de conversión y generación de energía, como generadores y sensores magnetoeléctricos. Su capacidad para adaptar sus propiedades magnéticas y eléctricas en respuesta a cambios externos, como la temperatura o el campo magnético, permite mejorar la eficiencia y la estabilidad de estos dispositivos, abriendo nuevas posibilidades en la producción y almacenamiento de energía renovable. Además, los materiales compuestos magnéticos reconfigurables encuentran aplicaciones en la industria automotriz, donde se utilizan en sistemas de absorción de impactos y amortiguación de vibraciones [9, 10, 11]. Estos materiales pueden alterar sus propiedades magnéticas para adaptarse a diferentes condiciones de carga, mejorando la seguridad y el rendimiento de los vehículos. También se exploran aplicaciones en la electrónica flexible y los dispositivos portátiles, donde la capacidad de reconfiguración magnética puede permitir la creación de componentes electrónicos flexibles y adaptables a diferentes formas y tamaños [12, 13, 14].

En el presente trabajo, se propone el uso de matrices termoplásticas con bajas temperaturas de fusión para obtener un nuevo tipo de materiales compuestos magnéticos reconfigurables con propiedades y características magnéticas, así como las técnicas y procesos utilizados para su fabricación. Como matrices se han elegido la plastilina y la parafina ya que ambas tienen la propiedad de cambiar de fase a temperaturas muy cercanas a la ambiental y por lo tanto es fácil moldearlas y modificar su forma. En este sentido se han fabricado materiales compósitos magnéticos mezclando partículas magnéticas en polvo dentro de estas matrices. En el trabajo se han propuesto y validado cuatro esquemas mediante los cuales es posible introducir de manera controlada y reconfigurable, cambios en las propiedades magnéticas del compósito. Estas van desde (1) el control o moldeo de la forma macroscópica del compósito, (2) la alineación de las partículas al interior de la matriz mediante calor y campo magnético, (3) usando partículas de un material magnético duro y polarizando el compósito en diferentes direcciones y (4) introduciendo en el volumen del compósito huecos no magnéticos de geometría bien definida y con una distribución controlada. Con lo cual se ha mostrado la

viabilidad de fabricar este tipo de materiales empleando matrices no magnéticas de plastilina o parafina.

El presente trabajo está estructurado en siete capítulos. En el primer capítulo se presenta el marco teórico sobre el cual se apoya el trabajo de investigación presentado. El segundo capítulo presenta una revisión del estado del arte de los sistemas de interés, con el fin de identificar oportunidades de investigación y definir claramente la problemática. En base a esto, en el capítulo tres se definen los objetivos y las metas del presente estudio. En el cuarto capítulo se presenta la metodología experimental que ha sido utilizada en este trabajo. Posteriormente, los resultados son presentados en tres capítulos, para terminar con las conclusiones generales y perspectivas.

Capítulo 1

Marco teórico

1.1. El campo magnético

Toda materia en el universo reacciona con el campo magnético, sin embargo, hay diferentes tipos de respuesta, esta interacción ocurre a distancia y puede ser tanto de repulsión como de atracción, fuerte o débil dependiendo de las propiedades intrínsecas del material o la fuente de campo magnético. El campo magnético es un campo vectorial ya que en cualquier punto está especificado por dos valores, la dirección y la magnitud. Existen dos formas de producir campo magnético, mediante corriente eléctrica en un conductor y a través de un material magnetizado [15].

La primera fuente un campo magnético, fue descubierta por Hans Christian Oersted quien demostró experimentalmente que una corriente eléctrica circulando por un alambre conductor era capaz de desviar la aguja de una brújula. La segunda fuente de campo magnético son los materiales magnetizados conocidos comúnmente como imanes, este material se caracteriza por poseer magnetización constante y considerable al interactuar con otros imanes, este material posee dos polos norte (+) y sur (-), notación dada por su comportamiento en la presencia del campo magnético de la tierra. Un polo magnético nunca se ha aislado, es decir, los polos magnéticos siempre se encuentran en pares. Las líneas de campo magnético salen del polo norte y convergen en el polo sur como se muestra en la figura 1.1 [16].

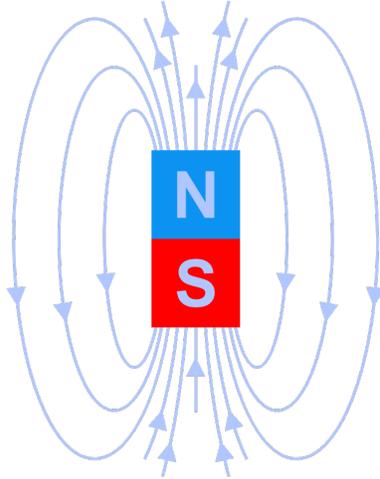


Figura 1.1: Dirección de las líneas de campo.

El campo magnético generado por corrientes eléctricas en conductores, es decir, los campos que podemos controlar se representan con el símbolo H , mientras que el símbolo B representa la inducción magnética. Por lo tanto, en ausencia de materiales magnéticos, solo existen los campos producidos por fuentes controlables en este caso.

$$B \sim H, \quad (1.1)$$

Y si usamos unidades

$$B = \mu_0 H \text{ (MKS)}, \quad (1.2)$$

$$B = H \text{ (CGS)}, \quad (1.3)$$

Donde μ_0 es la permeabilidad magnética del vacío que es la capacidad que tienen los materiales de afectar y ser afectados por los campos magnéticos [17].

La forma más común de generar campo magnético controlado es haciendo pasar corriente a través de un material conductor, un alambre enrollado que transporta corriente forma una bobina y cada una de las vueltas es llamada espira. En primer lugar, La ley de Biot nos da el campo magnético creado por dicho elemento de corriente. La ley de Biot-Savart [18] establece el calculo para obtener el campo magnético generado por la corriente que pasa a través de un alambre conductor, determinada por la siguiente expresión:

$$d\vec{H} = \left(\frac{\mu_0}{4\pi}\right) \frac{I d\vec{l} \times \hat{r}}{r^2}, \quad (1.4)$$

donde $d\vec{H}$ es la contribución elemental de campo magnético generado por la corriente I , μ_0 es la permeabilidad magnética del vacío, $d\vec{l}$ es el elemento infinitesimal de longitud del

alambre conductor y $\hat{r} = \frac{\vec{r}}{r}$ es el vector unitario del vector que apunta una distancia r del elemento infinitesimal del alambre $d\vec{l}$.

Las líneas de campo magnético se crean debido al movimiento de cargas en la espira con circunferencias concéntricas en cada punto del conductor, generando un campo magnético perpendicular a la espira y el sentido de las líneas de campo se puede obtener aplicando la regla de la mano derecha. Las bobinas tienen la característica de generar un campo magnético homogéneo en su interior. De lejos, una bobina tiene la misma representación que un material magnético con un polo norte y sur bien definidos. El campo magnético en el centro de un solenoide o bobina es [19],

$$H = 0,4\pi \frac{NI}{l}, \quad (1.5)$$

donde N es el número de vueltas, I la corriente y l la longitud. De esta manera podemos generar campo magnético de forma controlada utilizando distintos arreglos de bobina dependiendo de la aplicación que busquemos, un ejemplo es la bobina de Helmholtz la cual consiste en dos bobinas circulares idénticas colocadas en el mismo eje de manera que la distancia entre ellas es equivalente al radio de cada una de las bobinas de modo que en el centro de esta configuración se produce un campo magnético uniforme.

El campo magnético es homogéneo si las líneas de flujo discurren en paralelo y el campo magnético tiene la misma intensidad en todas partes, mientras que si el campo no cumple con esta descripción entonces tenemos un campo magnético no homogéneo o un gradiente de campo magnético. La diferencia más evidente entre los campos magnéticos homogéneos y no homogéneos es el hecho de que el campo magnético homogéneo produce torca diferente de cero, pero no es capaz de ejercer una fuerza por su parte, el campo no homogéneo tanto la fuerza como el torque es diferente de cero.

1.2. Magnetización en los materiales

Todos los materiales responden al campo magnético, todos los materiales están conformados por átomos y cada átomo, a primera aproximación, por sí mismo va a poseer un momento magnético \vec{m}_0 relacionado con los momentos angulares atómicos spin/orbital. El material al ser conformado por átomos, va a poseer un momento magnético total \vec{M}_T del material, también llamado magnetización, resultado de la suma de los momentos magnéticos \vec{m}_0 , y tiene comportamiento vectorial,

$$\vec{M}_T = N_a \vec{m}_0. \quad (1.6)$$

La magnetización es una propiedad extensiva. La magnetización total del material también puede verse como una densidad,

$$\vec{M}_T = \frac{1}{V} \sum_{i=1}^N \vec{m}_{0i}. \quad (1.7)$$

Un material con momento magnético total igual a cero nos indica que el material está desmagnetizado y que por lo tanto no tiene líneas de campo magnético, si tenemos momento magnético total mayor a cero, se dice que el material está magnetizado, por lo tanto presenta líneas de campo magnético y por consiguiente el material se encuentra polarizado [18]. Es importante recordar que, al momento de hablar de la suma de los momentos magnéticos de cada átomo del material, estos son representados como vectores, por lo tanto, el momento magnético total del material es una suma vectorial para la cual existen n configuraciones que nos dan valores de momento magnético total igual a cero y diferente de cero. El estado en el cual todos los átomos del material tienen su momento magnético en la misma dirección se le conoce como estado de máxima magnetización \vec{M}_s también conocido como estado saturado o saturación magnética y es cuando existen mayor número de líneas de campo magnético en el material. La importancia del estado de saturación magnética radica en ser el único estado magnético reproducible por ello es el estado de referencia. Existen infinitud de estados no saturados en los cuales el valor de la magnetización se encuentra en el rango $0 < \vec{M} < \vec{M}_s$ [16], son no controlables.

Entonces, regresando a la relación entre el campo magnético \vec{H} y la inducción magnética \vec{B} , tomando en cuenta que solo hay dos fuentes de líneas de campo magnético la inducción magnética total queda descrita como

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}), \quad (1.8)$$

esta ecuación es conocida como ecuación constitutiva, donde \vec{B} tiene unidades de *Tesla* = $[Wb/m^2]$, \vec{H} y \vec{M} tienen unidades de $[Am^{-1}]$ y $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} [WbAm^{-1}m^{-1}]$. La ecuación constitutiva hace evidente el hecho de que en ausencia de un material magnético es decir que posee magnetización \vec{M} entonces $\vec{B} = \vec{H}$, esto nos dice que las líneas de campo magnético con debidas únicamente a material conductor con una corriente aplicada.

En el sistema CGS, la ecuación constitutiva está dada como [18],

$$\vec{B}_{[Gauss]} = \vec{H}_{[Oe]} + 4\pi\vec{M}_{[emu/cm^3]}. \quad (1.9)$$

Como se vio anteriormente, si aplico un campo magnético externo \vec{H} sobre el material, este responde, se magnetiza o dicho de otra forma, cambia su estado de magnetización, esto implica $\vec{M} = \vec{M}(\vec{H})$, la relación entre magnetización del material \vec{M} y un campo magnético externo \vec{H} aplicado se resuelve mediante una constante de proporcionalidad la cual indica que tan grande es la respuesta del material, es decir que tan fácil o difícil resulta magnetizar el material. Esta constante es llamada susceptibilidad magnética χ y es adimensional.

$$\vec{M} = \chi\vec{H}. \quad (1.10)$$

Al ser esta dependencia una relación lineal, podemos definir de manera general a χ como

$$\chi = \frac{d\vec{M}}{d\vec{H}}. \quad (1.11)$$

Si sustituimos la magnetización por la susceptibilidad en la ecuación constitutiva, tenemos que

$$\vec{B} = \mu_0(1 + \chi) = \mu_0\mu_r\vec{H}, \quad (1.12)$$

donde μ_r se le conoce como permeabilidad magnética relativa del material y esta dada por $\mu_r = 1 + \chi$ [16, 17, 15].

1.3. Magnetismo en la materia

Toda la materia tiene una respuesta al momento de aplicar un campo magnético sobre ella. Existen cinco clasificaciones principales distintas de materiales según la intensidad de respuesta que presentan al aplicarles un campo magnético externo (H_a).

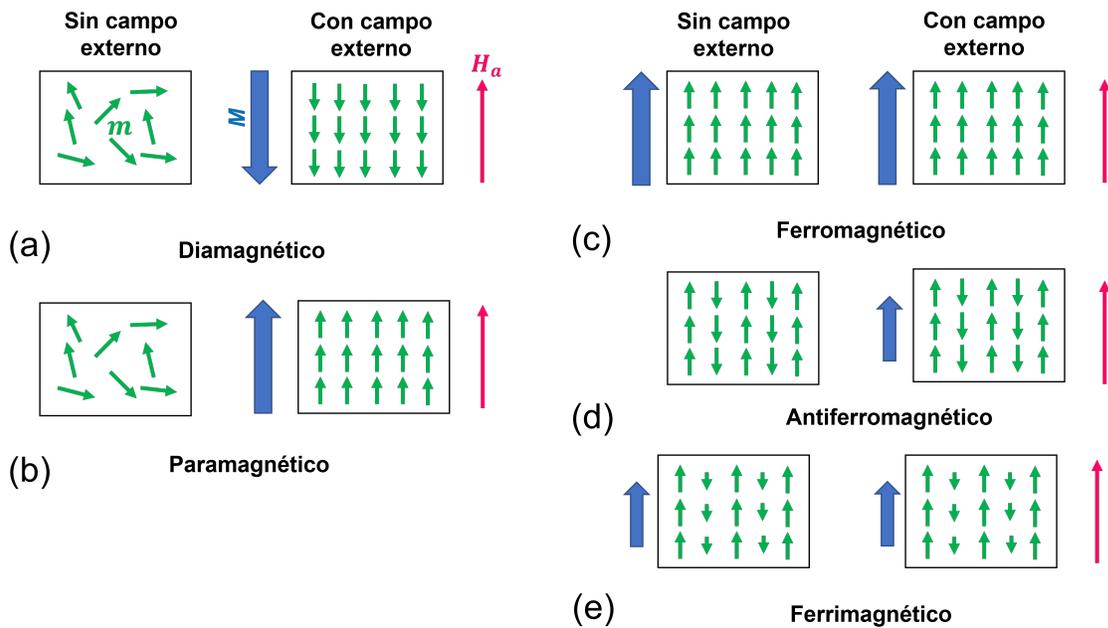


Figura 1.2: Esquema de los diferentes materiales magnéticos en presencia y ausencia del campo magnético aplicado. Las flechas verdes representan los momentos magnéticos atómicos (m), las flechas azules representan la magnetización inducida (M) y las flechas rosas el campo magnético externo aplicado (H_a).

Los materiales diamagnéticos se caracterizan por poseer magnetización negativa como

se observa en la figura 1.2 (a), esta es debido a que los dipolos (m) en el interior del material se oponen al campo magnético aplicado, es decir los materiales diamagnéticos son repelidos por un campo magnético. En estos materiales, el momento resultante del átomo es cero, no tienen electrones no emparejados esto genera que los espines y los momentos orbitales se compensan exactamente. En este caso, para describir el mecanismo del efecto del diamagnético, coincide una imagen clásica simplificada de un elector orbitando el núcleo de un átomo. El electrón al estar orbitando, es una carga en movimiento esta genera un campo magnético. Cuando se aplica un campo magnético se generan por inducción pequeñas corrientes adicionales dentro del átomo. Según la ley de Lenz, el sentido de las corrientes inducidas es opuesto al aumento del campo magnético, es decir, cada momento magnético del material se opone al campo magnético aplicado. El fenómeno del diamagnético fue descubierto por Sebald Justinus Brugmans que observó en 1778 que el bismuto y el antimonio eran repelidos por los campos magnéticos [20].

Cuando el material posee átomos cuyo momento magnético es permanente, esto es que cada orbita y espín electrónico tienen corriente resultante no nula, entonces existe la posibilidad de alinear los momentos magnéticos atómicos. Por lo tanto al aplicar un campo magnético externo los momentos tienen a alinearse en la misma dirección del campo aplicado. Este magnetismo inducido aumenta el campo magnético externo. En los materiales paramagnéticos este campo magnético es débil ya que las fuerzas de alineamiento son pequeñas respecto a las fuerzas provenientes de los movimientos térmicos (debido a colisiones entre átomos) que tienen a destruir el orden esto genera que el material presente mayor efecto paramagnético a menor temperatura. Esto hace que el material en escala macro se muestre comportamiento magnético al aplicar un campo magnético externo y en ausencia de campo magnético deja de presentar comportamiento magnético como se observa en (b) de la figura 1.2 [20].

Luego existen sustancias y materiales cuyos momentos magnéticos de los átomos del material generan una fuerza resultante que es mucho más intensa que en los materiales que presentan diamagnetismo y paramagnetismo, a este fenómeno se le conoce como material ferromagnético (figura 1.2 (c)). Los materiales ferromagnéticos exhiben momentos magnéticos espontáneos y permanentes aun en ausencia de un campo magnético externo además estos materiales presentan momentos magnéticos inducidos grandes cuando se les aplica un campo magnético externo. Los materiales ferromagnéticos presentan dominios magnéticos, los cuales son regiones del material que presenta momentos magnéticos alineados, separados por superficies llamadas paredes de Bloch. Si sometemos un material ferromagnético a un campo magnético externo intenso, los dominios magnéticos tienden a alinearse con este campo externo conduciendo a un monodominio lo cual genera que el campo magnético inducido en el material aumente, al retirar el campo magnético externo el monodominio permanece alineado permanentemente [20].

Si el material presenta ordenamiento magnético de todos los momentos magnéticos de modo que se generan momentos que se alinean con un campo magnético aplicado y otros

en dirección opuesta haciendo que se anulen entre sí, entonces se habla de materiales ferrimagnéticos, sin embargo no se consigue la anulación completa dando como resultado pequeñas magnetizaciones como se observa en la figura 1.2 (e).

Asimismo, existe también materiales antiferromagnéticos los cuales presentan un estado magnético en cual los momentos magnéticos de los átomos se encuentran en dirección opuesta entre si generando un campo magnético nulo y una magnetización débil en presencia de un campo magnético aplicado(figura 1.2 (d)).

Finalmente, otro comportamiento magnético de la materia es el superparamagnetismo que aparece en nanopartículas ferromagnéticas o ferrimagnéticas. En este fenómeno, la magnetización puede cambiar de dirección al dependiendo de la temperatura, ya que debido a los movimientos térmicos pueden mover aleatoriamente las direcciones de los momentos magnéticos generando una nula magnetización neta y un comportamiento cualitativamente similar a los materiales paramagnéticos al exponerlos a un campo magnético externo [20, 17].

1.4. Ciclo de histéresis

Como se ha mencionado anteriormente, toda la materia responde al ser expuesta a un campo magnético externo, pasa de un estado magnético inicial a un estado magnético final. Estos estados están descritos por la magnetización total del sistema los cuales pueden ser analizados graficando la magnetización como función del campo: $\vec{M} = \vec{M}(\vec{H})$, a estas gráficas se les conoce como curvas de magnetización. Lo que se mide y grafica es la componente del vector de magnetización en la dirección del campo aplicado. Para realizar este análisis, se requiere variar la magnitud de un campo magnético homogéneo cuya dirección es fija [16, 21]. Una característica de cualquier material ferromagnético es la respuesta no lineal de magnetización \vec{M} a un campo magnético aplicado \vec{H} . Esta respuesta queda reflejada en el ciclo de histéresis.

La figura 1.3, muestra un ciclo de histéresis básico, conocido como el ciclo mayor, la medición normal para generar el bucle inicia aplicando un campo magnético positivo grande en una dirección determinada. El campo aplicado debe ser comparable en magnitud a la magnetización para trazar un bucle de histéresis, al cual se le denomina \vec{H}_{max} . La magnitud de este campo es reducida pasando por cero e invirtiendo el signo hasta llegar a un máximo valor negativo $-\vec{H}_{max}$. Así se obtiene la primer mitad del ciclo de histéresis, la segunda mitad se genera variando nuevamente el campo desde $-\vec{H}_{max}$ hasta llegar a \vec{H}_{max} . Es común referirse a los dos segmentos o a las dos partes del ciclo como la parte o segmento decreciente para la mitad del ciclo que va de la saturación positiva a la negativa y a la parte o segmento, ascen-

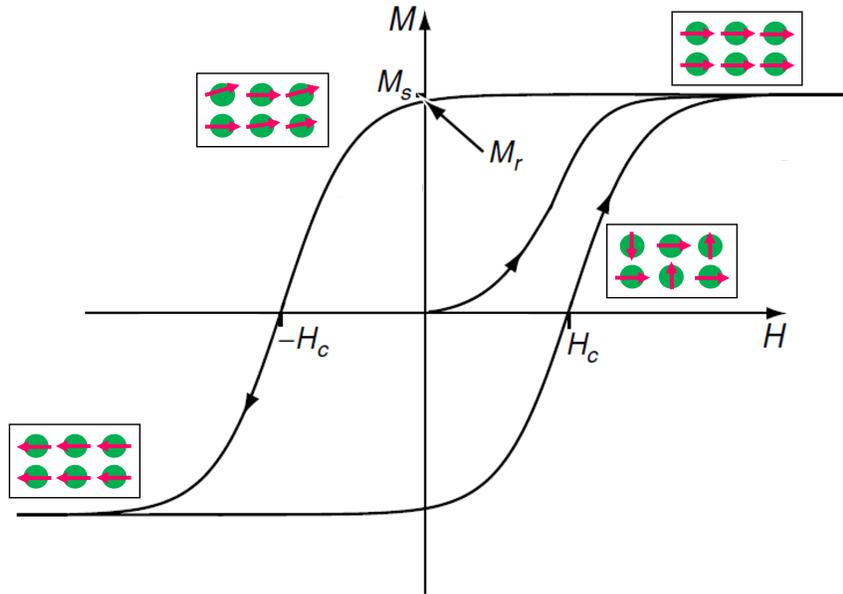


Figura 1.3: Ciclo de histéresis y esquema de las configuraciones magnéticas representativas en el estado saturado, en el estado remanente y en el campo coercitivo (imagen adaptada de [16]).

dente a la parte del retorno de la saturación negativa hacia la positiva. Al iniciar el barrido de campo en \vec{H}_{max} se busca un valor tal que el material se encuentre en el estado de saturación magnética \vec{M}_s , tal que todos los momentos magnéticos atómicos del material estén orientados en la misma dirección del campo magnético aplicado, como se muestra en la figura. La importancia del estado saturado radica en que sirve para borrar el historial magnético del material. Este es el máximo valor que alcanza la magnetización. Cuando llegamos un \vec{H}_{max} , se reduce la intensidad del campo magnético, llegando a un valor en el cual la magnetización empieza a variar. Cuando esta variación provoca la disminución de la magnetización con respecto al estado magnético saturado a este campo magnético aplicado se le conoce como la salida de la saturación. Conforme se reduce la magnitud del campo aplicado, el valor de la magnetización sigue disminuyendo. En el momento en el cual el campo magnético llega a cero, se observa que la magnetización posee un valor diferente al inicial, a este valor se le llama magnetización remanente \vec{M}_{rem} , o simplemente remanencia. Esta cantidad se expresa siempre como una fracción o porcentaje del valor medido en la saturación \vec{M}_s . A este estado le corresponde una configuración no homogénea de la magnetización total del material y su valor depende de la suma vectorial de todos los momentos magnéticos como se muestra en la figura [16].

Si continuamos variando el campo aplicado hacia valores negativos. Al valor de campo magnético para el cual corresponde una magnetización igual a cero se conoce como campo coercitivo (\vec{H}_c). En este punto, la configuración del estado de los momentos magnéticos del material es tal que la suma vectorial de estos es igual a cero.

Cuando el campo magnético aplicado negativo aumento, la magnetización se acerca a su valor negativo de saturación, lo que se conoce como la llegada de la saturación. Cuando se alcanza el valor negativo del máximo, se llega al estado de saturación negativo que es igual que el positivo pero con dirección contraria como se muestra en la figura.

Al hacer la segunda parte del ciclo de histéresis, el campo es barrido de $-\vec{H}_{max}$ hasta \vec{H}_{max} y observamos el mismo comportamiento luego que la magnetización se inicia en la saturación negativa y rota hasta llegar a la saturación positiva. La parte ascendente del ciclo de histéresis $[M'(H')]$ corresponde a la transformada de espejo de la parte descendiente $[M(H)]$ en ambas cantidades $M' = -M$ y $H' = -H$ [16]. Los materiales que permanecen en un estado magnetizado cuando se retira un campo magnético aplicado se conocen como materiales magnéticos duros y se caracterizan por tener ciclos de histéresis $M(H)$ cuadrados y anchos. Estos materiales son ideales para ser imanes permanentes al aplicar el campo magnético $H \geq M_s$ suficiente para saturar el material mientras que los materiales que pierden fácilmente la magnetización al retirar el campo magnético aplicado se les conoce como materiales blandos y estos se caracterizan por tener ciclos de histéresis $M(H)$ muy estrechos [16, 21].

1.5. Campo desmagnetizante

El campo desmagnetizante es un concepto clásico en magnetostática y omnipresente en el proceso de magnetización/desmagnetización de un material debido a las propiedades finitas de este. Toda la materia responde a la acción del campo magnético. Cuando aplicamos un campo magnético la respuesta del material se refleja en el aumento de su magnetización. La cualidad finita del material hace necesario considerar la susceptibilidad magnética en relación con su volumen y forma. Ambos factores, hacen necesaria la introducción de un nuevo campo magnético nombrado *campo desmagnetizante* (H_d). Este campo aparece en cuerpos finitos cuando la magnetización del material es diferente de cero.

En electromagnetismo clásico, cuando la magnetización de un material es diferente de cero decimos que el material se polariza, haciendo *visibles* su polo norte y polo sur lo cual esta relacionado a un proceso de acumulación de polos magnéticos en la superficie del material. A esta densidad de polos se le conoce como densidad superficial de cargas magnéticas (σ) y esta definida como,

$$\sigma = \vec{m} \cdot \hat{n}, \quad (1.13)$$

donde \hat{n} es el vector normal a la superficie. Considerando los polos magnéticos norte y sur como carga positiva y negativa respectivamente, también se adopta la convención de que las líneas de campo emanan de los polos o cargas magnéticas positivas y convergen a los polos o cargas magnéticas negativas como se ilustra en la figura 1.4. Cuando un material se magnetiza en dirección del campo aplicado la magnetización busca alinearse paralelamente

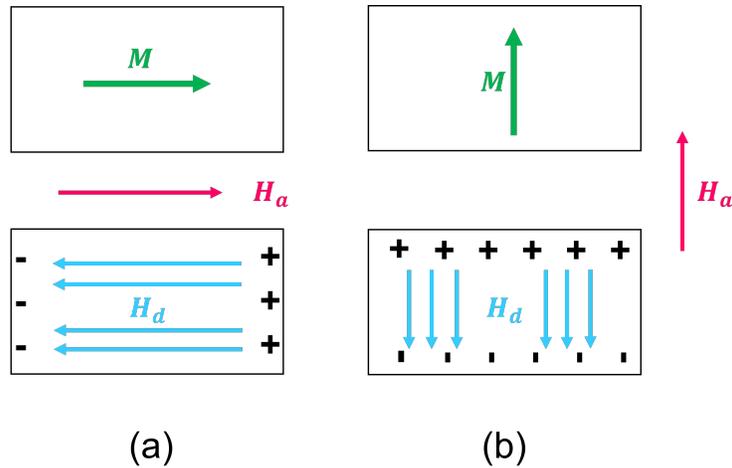


Figura 1.4: Vector de magnetización (M), campo aplicado (H_a) y campo desmagnetizante (H_d), los signos representan la carga superficial. La magnitud del vector de campo desmagnetizante depende de la distancia entre los polos lo cual depende de la forma del objeto, como se ilustra para los ejes (a) largo y (b) corto.

al campo. Al exterior del material vemos que aparecen líneas de campo cuya intensidad es proporcional a la cantidad de carga magnética acumulada en la superficie. Cuando se estudia el interior del material, se encuentra un campo anti-paralelo al campo aplicado y a la magnetización inducida, debido a que las líneas de campo salen del polo norte y convergen en el polo sur. Este campo siempre es contrario a los campos \vec{H} y \vec{M} e intuitivamente vemos que su magnitud depende de la cantidad de carga magnética acumulada en la superficie. Si no hay cargas magnéticas acumuladas, este campo vale cero y su valor máximo se alcanza cuando se llega al estado saturado y la densidad superficial de cargas magnéticas se satura en su valor máximo. Este campo que aparece al interior del material cuando la magnetización es diferente de cero se le conoce como campo desmagnetizante (H_d). Se le llama desmagnetizante debido a que aparece en dirección opuesta a la magnetización inducida, su acción en el proceso de magnetización es dificultar que el material se magnetice o lo que es equivalente, busca desmagnetizar el material. Debido a que el campo desmagnetizante aparece en el interior del material, relacionado con la polarización de cargas en la superficie, es evidente que este campo depende de la distancia que separa a las cargas positivas de las negativas debido a que la fuerza del campo es inversamente proporcional a la distancia. Así, si una de las dimensiones del material tiende a infinito entonces obtendríamos que el campo desmagnetizante tiende a cero.

Considerando este campo, vemos que el campo total al interior del material, llamado campo interno (H_i) es la suma de los campos aplicado y desmagnetizante [16].

$$H_i = H_a - H_d. \quad (1.14)$$

El procedimiento para encontrar este campo es descrito en varios libros de texto, aquí nos basamos en la descripción hecha por A. Aharoni [22]. Consideramos que el material es continuo y entonces el problema se describe a partir de las ecuaciones de Maxwell. Si además no

hay corrientes eléctricas de desplazamiento, $\nabla \times \vec{H} = 0$ y $\nabla \cdot \vec{B} = 0$. En este caso, el potencial magnético dentro del material es:

$$U = \int \frac{-\nabla \cdot \vec{M}}{|r - r'|} dv' + \int \frac{-\vec{M} \cdot \hat{n}}{|r - r'|} ds', \quad (1.15)$$

para un objeto uniformemente magnetizado, la densidad volumétrica de carga $\rho = \nabla \cdot \vec{M} = 0$. Tomando en cuenta que $\vec{H} = -\nabla U$, se tiene que el campo dentro del material esta dado por,

$$\vec{H} = -\nabla \left(\vec{M} \cdot \frac{\hat{n}}{|r - r'|} ds' \right). \quad (1.16)$$

En este caso, \vec{M} sale de la integral por que se ha supuesto que el material esta uniformemente magnetizado y por lo tanto las componentes de \vec{M} son constantes. Eso quiere decir que cada componente de \vec{H} es una función lineal de las componentes, M_x , M_y y M_z de \vec{M} . Así, al suponer constante, de la relación entre el campo y la energía, tenemos que,

$$E = -\frac{1}{2} \cdot \int \vec{H} dv, \quad (1.17)$$

el término correspondiente de la carga superficial se puede obtener de manera sencilla considerando que el material esta magnetizado de manera uniforme, en este caso la energía potencial derivada del segundo término en la ecuación (1.15) se puede escribir como,

$$E = \frac{1}{2} V (N_{11} M_x^2 + N_{12} M_x M_y + \dots), \quad (1.18)$$

donde N_{ij} se conocen como factores desmagnetizantes y reflejan como se distribuye la carga magnética en toda la superficie del material, es decir, nos proporcionan la información geométrica del material y están relacionadas con la integral que aparece en el segundo término de la ecuación 1.15. Por otro lado, el teorema de Brown-Morrish dice que, siempre siempre es posible rotar el eje de coordenadas de tal manera que la anterior ecuación cuadrática de la energía sea diagonal,

$$E = \frac{1}{2} V (N_x M_x^2 + N_y M_y^2 + N_z M_z^2). \quad (1.19)$$

La ecuación 1.18 es la forma más general de la energía electrostática de un cuerpo ferromagnético uniformemente magnetizado válida para cualquier forma del material.

1.5.1. Factor desmagnetizante

El factor desmagnetizante es un tensor diagonal

$$N = \begin{pmatrix} N_x & 0 & 0 \\ 0 & N_y & 0 \\ 0 & 0 & N_z \end{pmatrix} \quad (1.20)$$

En esta forma diagonal las tres componentes N_x , N_y y N_z son números no negativos cuya suma, es decir la traza es 4π (CGS) o 1 (MKS). Otra forma de expresarlo es $N = N_x, N_y, N_z$. El factor desmagnetizante refleja las características geométricas del material. A continuación se muestran diferentes valores del factor desmagnetizante según geometría esférica, cilíndrica y película.

| Geometría | N_{xx} | N_{yy} | N_{zz} |
|------------------|----------|----------|----------|
| Esfera | $4\pi/3$ | $4\pi/3$ | $4\pi/3$ |
| Cilindro | 2π | 2π | 0 |
| Película delgada | 0 | 0 | 4π |

Cuadro 1.1: Factores desmagnetizantes para los casos límite.

El campo desmagnetizante es proporcional a la magnetización del sistema y se puede escribir como:

$$\vec{H}_d = -N \cdot \vec{M}, \quad (1.21)$$

el signo menos es por que este campo es opuesto al vector de magnetización. La energía magnetostática o la auto energía es

$$E_d = \frac{1}{2} \vec{M} \cdot N \cdot \vec{M}. \quad (1.22)$$

Por otra parte, si reescribimos el campo magnético interno en términos del factor desmagnetizante, tenemos que

$$H_i = H_a - MN. \quad (1.23)$$

Esto tiene importancia al momento de graficar la magnetización del material, ya que el valor de la magnetización no solo depende del campo magnético aplicado H_a si no también del campo desmagnetizante propio del material, es decir,

$$M(H_a) \longrightarrow M(H_a - NM), \quad (1.24)$$

El resultado de la consideración del campo desmagnetizante se manifiesta en una modificación en las curvas de histéresis, esta transformación en las curvas se conoce como sesgo de la curva de histéresis. Este fenómeno, implica que un material con diferente forma poseerá diferentes curvas de magnetización, dependiendo del factor desmagnetizante, lo cual indica que la susceptibilidad medida no necesariamente corresponde a la intrínseca. La forma y las dimensiones del material además de los factores desmagnetizantes a lo largo de los ejes son diferentes por lo tanto mantienen una diferencia entre los ciclos de histéresis correspondientes.

Así, resulta importante obtener las propiedades intrínsecas del material, en este caso la susceptibilidad. Tomando (1.23) y dividiéndola entre M , considerando $\chi = M/H$, se obtiene

$$\chi' = \frac{\chi_0}{1 + \chi_0 N}, \quad (1.25)$$

donde $\chi = M/H_i$ la cual es la susceptibilidad medida, χ_0 es la susceptibilidad intrínseca del material cuando no existe un campo desmagnetizante, $\chi_0 = M/H_a$. Si el material es ferromagnético con valores de magnetización de saturación M_s altos se tiene que $\chi_0 N \gg 1$, por lo que la ecuación (1.25) tiende a

$$\chi' \approx \frac{1}{N}. \quad (1.26)$$

Esto nos indica que la pendiente del campo coercitivo perteneciente al ciclo de histéresis sesgado es inversamente proporcional al factor desmagnetizante. De esta manera, podemos afirmar que siempre que el material sea finito las propiedades magnéticas que se midan serán diferentes a las propiedades intrínsecas del material en ello radica la importancia de considerar al campo desmagnetizante cuando se lleva a cabo una caracterización.

1.6. Anisotropía magnética

La anisotropía magnética es una propiedad general de todos los materiales magnéticos donde la respuesta del material varía según la dirección en que son examinadas.

La anisotropía magnética tiene origen en las diferentes energías asociadas a la orientación de la magnetización. Una manera de observar experimentalmente la anisotropía magnética es mediante la diferencia entre las curvas de histéresis medidas en diferentes orientaciones del campo aplicado.

Al momento de aplicar un campo magnético sobre una muestra siempre se van a presentar direcciones en la cuales es mas fácil magnetizar el material, es decir, se requiere menor energía para alcanzar el estado saturado de magnetización. De igual manera existen direcciones en las cuales es mas difícil llegar al estado saturado, osea requieren de más energía. En magnetismo, este comportamiento se conoce como la dirección fácil y la dirección difícil del material. Para cada caso se puede cuantificar la energía necesaria para llegar al estado saturado del material y la diferencia entre estas energías se le conoce como la energía de anisotropía magnética K .

$$K = E_{difícil} - E_{fácil}. \quad (1.27)$$

Existen cuatro principales orígenes de la anisotropía magnética, la anisotropía magnética de forma, anisotropía magneto cristalina, anisotropía magneto elástica y anisotropías inducidas. Siendo las primeras tres las más comunes debido a que son características intrínsecas del material, sus dimensiones y su forma.

Al momento de medir la anisotropía magnética de un material, se obtiene un valor que puede representar cualquiera de las anisotropías o la combinación de las cuatro diferentes anisotropías mencionadas anteriormente. Una solución a esta problema es la introducción una

anisotropía magnética efectiva, K_{EF} la cual es resultado de la superposición de las diferentes anisotropías presentes en el material al momento de caracterizarlo, es decir,

$$K_{EF} = \sum K_i. \quad (1.28)$$

De las tres anisotropías citadas anteriormente, la anisotropía magneto elástica y las anisotropías inducidas no son relevantes para llevar a cabo este estudio. La anisotropía de forma está relacionada con la forma y geometría del material, por lo que su simetría queda en función de este parámetro. Por lo que se refiere a las anisotropías magneto cristalina y magneto elástico su origen radica en el acoplamiento espín-órbita que asocia el momento magnético de espín con el orbital. El momento orbital en un sólido tiene la característica de poseer una simetría impuesta por la estructura cristalográfica del material, esta simetría se refleja en la anisotropía magnética. En los metales de transición, a temperatura ambiente, se sabe que los efectos magneto elásticos son despreciables, por lo que generalmente el problema de la anisotropía magnética se reduce a considerar únicamente las anisotropías de forma y magneto cristalina. La anisotropía magneto cristalina es el tipo de anisotropía más común, la cual resulta de la interacción espín-orbita de los electrones. La simetría de los orbitales electrónicos está determinada por la estructura cristalográfica y debido a su interacción con los espines hace que estos últimos prefieran alinearse a lo largo de direcciones cristalográficas bien definidas. Esto genera la existencia de direcciones en el espacio a lo largo de las cuales es más fácil magnetizar el material que con respecto a otras. La interacción espín-orbita puede ser evaluada teóricamente. Sin embargo, es más fácil utilizar expresiones fenomenológicas, en particular expansiones en serie que tomen en cuenta la simetría del cristal y tomando los coeficientes a partir de experimentos.

Aquí es importante aclarar que para el presente estudio nos basamos en el uso de polvos dispersos en matrices no magnéticas. De los diferentes materiales que se han utilizado, la magnetita, el níquel y el hierro carbonilo son materiales que poseen anisotropías magneto-cristalinas despreciables. Por su parte, la ferrita de Bario que posee una estructura hexagonal, si tiene anisotropía magnetocristalina no despreciable y será tomada en cuenta cuando sea relevante.

1.6.1. Anisotropía magnética de forma

La anisotropía magnética de forma es la contribución principal y la más importante en los materiales que se han estudiado.

La anisotropía de forma esta relacionada con la respuesta del material al campo aplicado a lo largo de diferentes direcciones principales de la geometría del material. En particular, interesan los campos desmagnetizantes, ec. (1.21), o energías desmagnetizantes, ec. (1.22), a lo largo de las direcciones principales (de simetría) del material. La forma del material y su simetría son descritas por el factor desmagnetizante N , ec. (1.20).

Cuando magnetizamos un material a lo largo de sus direcciones principales, se observa el campo desmagnetizante de cada una, sean éstos $H_{D_x}, H_{D_y}, H_{D_z}$ cada uno dado como $H_{D_i} = M_s N_i$. En base a estos campos desmagnetizantes decimos que el sistema tiene anisotropía de forma si hay alguna diferencia entre ellos. Por el contrario, decimos que el sistema no tiene anisotropía de forma o bien que su forma es isotrópica si los campos desmagnetizantes son iguales.

En base a la simetría de la forma (volumen) del material podemos hacer una clasificación simple usando los factores desmagnetizantes ($N = \{N_x, N_y, N_z\}$):

- Caso 1, volumen isotrópico: $N_x = N_y = N_z$. Idealmente tendríamos que $N_i = 1/3$. Los volúmenes que caen en este caso son la esfera y el cubo.
- Caso 2, anisotropía con un eje fácil y un plano difícil isotrópico: estos son volúmenes donde se tiene un eje más largo (o corto), sea este el eje z y la sección transversal (plano xy) es circular o cuadrada de manera que $N_x = N_y$ y por lo tanto isotrópica. En este caso la dirección fácil esta a lo largo del eje largo y se debe cumplir que $N_x = N_y \neq N_z$. Este es el caso de un cilindro circular, un elipse de revolución o un prisma cuadrado.
- Caso 3, tres direcciones principales no equivalentes: en este caso $N_x \neq N_y \neq N_z$, que seria el caso de un prisma rectangular con sus tres lados diferentes o bien un cilindro elipsoidal.

Para calcular o determinar la anisotropía de forma asociada al volumen del material se requiere conocer los valores más chico y más grande de los campos desmagnetizantes. Aquel para el cual se tiene el valor más bajo corresponde a la dirección fácil y el mayor corresponde a la dirección difícil. Sean N_f y N_d los factores desmagnetizantes de las direcciones fácil y difícil respectivamente. La anisotropía de forma se define como la resta entre el campo (o energía) desmagnetizante de la dirección difícil y la fácil:

$$K = \alpha(N_d - N_f) = \alpha\Delta N \quad (1.29)$$

Donde $\Delta N = N_d - N_f$ y α es una constante que varía según si calculamos el campo ($\alpha = Ms$) o la energía desmagnetizante ($\alpha = M_s^2/2$). Es importante notar que la dirección fácil implica que $N_f < N_d$.

En la práctica se requiere encontrar las direcciones fácil y difícil y calcular ΔN . Para los tres casos mencionados anteriormente tenemos que: (a) para caso isotrópico $\Delta N = 0$, (b) anisotropía con un eje fácil (N_z) y un plano difícil isotrópico ($N_x = N_y$) $\Delta N = N_x - N_z$, (c) si los tres ejes principales son diferentes, igual se hace la resta entre los campos desmagnetizantes mínimo y el máximo, pudiéndose también calcular otras combinaciones que darán un ΔN menor.

1.7. Factor desmagnetizante efectivo en ensambles de partículas

En este trabajo se trabajó con materiales compósitos en los que partículas magnéticas se encuentran dispersas en una matriz no magnética formando un volumen macroscópico bien definido. De punto de vista magnético esto corresponde a un ensamble de partículas magnéticas discretas confinadas a un volumen o envoltente bien definido. Las propiedades magnetostáticas y desmagnetizantes de este tipo de sistemas se describen empleando el denominado factor o campo desmagnetizante efectivo. A continuación se presenta lo más relevante del modelo general para el campo desmagnetizante de un ensamble de partículas [23].

El punto de partida es la expresión propuesta por U. Netzelmann [24], en la cual la energía por unidad de volumen de material magnético se escribe en función de la fracción de volumen P que ocupan las partículas. Tenemos un ensamble de partículas caracterizadas por un factor desmagnetizante N que están dispersas con fracción de volumen P en un volumen macroscópico, el cual es descrito por su correspondiente factor desmagnetizante N^\dagger , como se ilustra esquemáticamente en la figura 1.5.

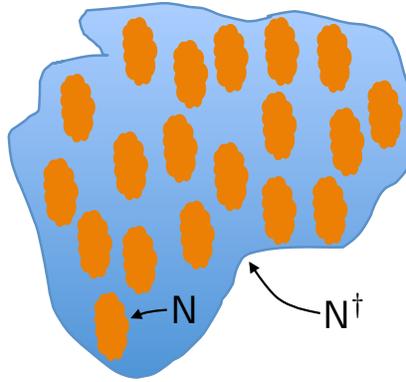


Figura 1.5: Ensamble de partículas idénticas cuya geometría es descrita por un factor desmagnetizante N distribuidas espacialmente en un volumen macroscópico cuya forma es descrita por otro factor desmagnetizante N^\dagger .

Sin introducir restricciones sobre la forma de las partículas o del volumen que las contienen, partimos de la expresión obtenida anteriormente para la auto energía magnetostática de una sola partícula, ecuación (1.22) y escribimos la energía del ensamble utilizando una ley de mezclas, esto es:

$$E = \frac{1}{2}(1 - P)\mathbf{M} \cdot N \cdot \mathbf{M} + \frac{1}{2}P\mathbf{M} \cdot N^\dagger \cdot \mathbf{M}. \quad (1.30)$$

Esta expresión contiene ambos factores desmagnetizantes, sin embargo \mathbf{M} es la misma. Por

lo que podemos identificar el factor desmagnetizante efectivo N_{ef} como,

$$N_{ef} = (1 - P)N + PN^\dagger. \quad (1.31)$$

Esta expresión ha sido utilizada por varios autores, sobre todo para describir ensambles de partículas esféricas, cilíndricas y elipsoidales [25, 26, 27, 28, 29, 30, 31].

Rescribiendo la ec. (1.31) y reagrupando términos tenemos que,

$$N_{ef} = N + (N^\dagger - N)P. \quad (1.32)$$

Aquí se han agrupado términos que no dependen y que dependen de P por separado. En esta última expresión podemos ver que si el factor de empaquetamiento tiende a cero, $P \rightarrow 0$, $N_{ef} = N$, que corresponde a una sola partícula aislada y no interactuante, como era de esperarse. Por otro lado, si tomamos el límite contrario y $P \rightarrow 1$, podemos ver que esta expresión se reduce al factor desmagnetizante del volumen que contiene las partículas, $N_{ef} = N^\dagger$ tal y como se esperaba.

El primer término que es independiente del empaquetamiento, corresponde a la autoenergía, mientras que el segundo término que depende de P corresponde al término de la interacción dipolar, entonces

$$N_{ef} = N_{auto} + N_{dip}. \quad (1.33)$$

Esta expresión para el factor desmagnetizante efectivo para un ensamble de partículas es general ya que no se han puesto restricciones sobre N y N^\dagger .

El campo desmagnetizante efectivo se obtiene a partir de la definición de éste campo, ecuación (1.21), por lo que

$$\vec{H}_{Def} = N\vec{M} + (N^\dagger - N)\vec{M}P. \quad (1.34)$$

Esta expresión da, el campo desmagnetizante efectivo H_{Def} para un ensamble de partículas en el estado saturado.

Para el caso de la anisotropía de forma efectiva o total de un ensamble de partículas, usamos las ecuaciones (1.29) y (1.32), omitiendo el factor α tenemos,

$$\Delta N_{ef} = \Delta N + (\Delta N^\dagger - \Delta N)P. \quad (1.35)$$

Esta ecuación nos dice que la anisotropía total o efectiva resulta de la competencia de las anisotropías de forma de las partículas y del volumen envolvente y esta competencia esta ponderada por la fracción de volumen. En efecto, vemos que si $P \rightarrow 0$ la anisotropía total corresponde a la de una partícula individual ΔN . Por el contrario si llenamos por completo el volumen envolvente, $P \rightarrow 1$, la anisotropía total converge a la del volumen macroscópico ΔN^\dagger .

1.7.1. Factor desmagnetizante efectivo en materiales magnéticos porosos

El caso descrito en la sección anterior corresponde a partículas dispersas de manera que no se tocan y por lo tanto interactúan entre sí a través de la interacción dipolo-dipolo clásica. El campo desmagnetizante efectivo se interpreta como la suma de la anisotropía de forma de la partícula individual más el campo producido por el resto de las partículas del ensamble, es decir, la interacción dipolar. Esto es justamente lo que expresa la ecuación (1.33). Si ahora tenemos un material continuo con huecos o poros, entonces ya no podemos hablar de una interacción dipolar si no que corresponde introducir un efecto desmagnetizante asociado a la geometría de los huecos/poros.

Aquí nos basamos en el modelo desarrollado en la tesis de maestría de Elia Oliva para el caso de un medio magnético con poros o huecos [32]. Este modelo es igual al del ensamble de partículas pero renombrando y reacomodando cantidades.

En este caso suponemos que en lugar de partículas tenemos poros o huecos con una geometría a la que le corresponde un factor desmagnetizante N_h y la porosidad o la fracción de volumen hueca esta dada por f y el volumen externo, macroscópico o envolvente esta descrito por N^\dagger . En este caso el factor desmagnetizante efectivo esta dado por,

$$N_{ef} = N^\dagger + (N_h - N^\dagger)f \quad (1.36)$$

de acuerdo a lo visto en la sección anterior, el campo desmagnetizante y la correspondiente anisotropía de forma se obtiene de la misma manera. En particular para la anisotropía tenemos,

$$\Delta N_{ef} = \Delta N^\dagger + (\Delta N_h - \Delta N^\dagger)f. \quad (1.37)$$

Como vemos, la anisotropía total o efectiva resulta de la competencia de las anisotropías de forma de los huecos o poros y del volumen envolvente y esta competencia esta ponderada por la fracción de volumen. En efecto, vemos que si $f \rightarrow 0$ el material no tiene poros y la anisotropía total corresponde a la del volumen macroscópico ΔN^\dagger . Por el contrario si llenamos por completo el volumen envolvente con huecos, $f \rightarrow 1$, la anisotropía total converge a la de la geometría del hueco ΔN_h .

1.8. Dinámica de la magnetización y resonancia ferromagnética

En el presente trabajo se ha utilizado la técnica experimental de resonancia ferromagnética para caracterizar los materiales compositos a base de plastilina y mineral de magnetita. Por esta razón, a continuación se presentan los elementos básicos del fundamento teórico de la resonancia ferromagnética. Este fenómeno está relacionado con la respuesta de un material magnético a la acción de un campo magnético débil que varía de manera periódica en el tiempo. Es decir, la respuesta dinámica de la magnetización de un material a la acción de una perturbación periódica.

1.8.1. La ecuación de movimiento de magnetización

Consideremos un material ferromagnético como una aglomeración de pequeños elementos de volumen, cada uno de los cuales tiene asociado un momento angular \vec{L} y momento magnético \vec{m} , esta consideración se conoce como aproximación continua y permite el uso de la teoría clásica [33]. La ecuación de movimiento para un elemento de volumen, considerando un campo aplicado \vec{H} , será

$$\hbar \frac{\partial \vec{L}}{\partial t} = \vec{m} \times \vec{H}, \quad (1.38)$$

donde \vec{L} está expresado en términos de \hbar y \vec{m} en unidades absolutas. Si ahora consideramos N elementos de volumen sobre todo el material y empleamos la relación mecánico-cuántica $\hat{m} = \gamma \hbar \hat{L}$, podemos reescribir la última ecuación como

$$\frac{\partial \vec{M}}{\partial t} = -\gamma \vec{M} \times \vec{H}, \quad (1.39)$$

ecuación conocida como la ecuación de movimiento de magnetización, la cual está escrita de forma tal que no considera disipación de energía magnética y es solo válida para \vec{M} uniforme o con variaciones pequeñas de la misma.

Una información importante que aporta la ecuación (1.39) es la conservación de la norma de \vec{M} , pues si multiplicamos escalarmente ambos lados de la ecuación de movimiento por M

y escribimos en componentes la magnetización, podemos notar que se trata de un vector cuyo punto final se encuentra siempre en la superficie de una esfera, tal movimiento es conocido como precesión de la magnetización.

Eigenoscilaciones en un cilindro infinitamente largo

Al aplicar un campo magnético perturbativo, la magnetización del material describe un movimiento de precesión alrededor de la dirección del campo estático aplicado. En este caso, se ha obtenido como resultado, que existe una frecuencia de resonancia.

Estos resultados se limitan al caso de un sistema isotrópico. A continuación nos interesamos al caso de un material anisotrópico.

Consideremos ahora el problema de las oscilaciones uniformes de la magnetización para una geometría conocida, un pequeño elipsoide ferromagnético, el cual está sometido a un campo \vec{H} que puede ser escrito como

$$\vec{H} = \vec{H}_e - \overset{\leftrightarrow}{N} \vec{M} \equiv \vec{H}_e + \vec{H}_{dem}, \quad (1.40)$$

donde \vec{H}_e es el campo magnético externo, \vec{H} el campo interno, \vec{M} la magnetización y $\overset{\leftrightarrow}{N}$ se conoce como tensor desmagnetizante, razón por la cual \vec{H}_{dem} es llamado campo desmagnetizante.

Si ahora empleamos esta nueva concepción de campo, podemos construir la condición de equilibrio $\vec{M}_0 \times \vec{H}_0 = 0$ y linealizar la nueva ecuación de movimiento considerando a \vec{M}_0 en la dirección z y a $\overset{\leftrightarrow}{N}$ diagonal (es decir, \vec{H}_{e0} alineado con uno de los ejes del elipsoide, eje z por conveniencia), obtendremos un par de ecuaciones que se reducen a la ecuación de eigenfrecuencia [33], que bajo estas condiciones es conocida como ecuación de Kittel

$$\omega_0 = \gamma \{ [H_{e0} + (N_x - N_z) M_0] [H_{e0} + (N_y - N_z) M_0] \}^{1/2}. \quad (1.41)$$

Si consideramos casos limites para los ejes del elipsoide estudiado, se obtienen otras geometrías de interés, en particular, si tomamos un cilindro infinitamente largo (que a primera aproximación representa la geometría del arreglo de nanoalambres que se estudian) con la

dirección de la magnetización a lo largo del eje del cilindro, la ecuación (1.41) se reescribe de la siguiente manera

$$\left(\frac{\omega_0}{\gamma}\right) = H_{e0} + 2\pi M_0. \quad (1.42)$$

1.8.2. Aplicaciones micro-ondas

Los materiales magnéticos responden a la acción de ondas electromagnéticas, un ejemplo es la resonancia ferromagnética descrita anteriormente. Esta respuesta dota a estos materiales y materiales obtenidos a partir de éstos, como son los compósitos, de un potencial para su aplicación en problemas y áreas como son [34, 35]:

- Absorción de micro-ondas y materiales absorbentes de radar (RAM, del inglés Radar Absorbing Materials). Los compósitos magnéticos se pueden utilizar para (a) absorber y atenuar la intensidad de radiación micro-ondas así como (b) para fabricar RAM que pueden absorber microondas y reducir la firma de radar de los objetos.
- Blindaje de interferencia electromagnética, o en inglés Electromagnetic Interference (EMI) Shielding. Los compósitos magnéticos se pueden utilizar para blindajes EMI a fin de bloquear la radiación electromagnética. Esto es importante para el manejo de la contaminación electromagnética y siendo útil también en dispositivos electrónicos para evitar la interferencia de otros dispositivos y para proteger componentes sensibles.
- Transferencia de energía inalámbrica, donde los compósitos magnéticos se pueden utilizar en sistemas de transferencia de energía inalámbrica para mejorar la eficiencia y reducir la interferencia electromagnética. Esto es especialmente útil en aplicaciones como vehículos eléctricos, donde se requiere carga inalámbrica de alta potencia.

Otras aplicaciones posibles derivadas de la interacción entre un material magnético y radiación electromagnética es como agentes de contraste en para imágenes por resonancia magnética o bien en aplicaciones de calentamiento por microondas, como en la industria alimentaria, para calentar selectivamente ciertos materiales y mejorar la eficiencia del proceso de calentamiento.

Absorción de microondas

La absorción de microondas es un proceso mediante el cual un material absorbe energía de microondas y la convierte en otra forma de energía, como el calor. Esto puede ocurrir cuando las microondas entran en contacto con un material que tiene propiedades dieléctricas o magnéticas. Esto es importante en los materiales compósitos ya que ambos materiales, la matriz dieléctrica y el material magnético, participan en estos procesos.

Los materiales dieléctricos son aquellos que no conducen bien la electricidad, pero pueden ser polarizados por un campo eléctrico. Esto significa que las cargas positivas y negativas dentro del material se mueven en direcciones opuestas cuando se aplica un campo eléctrico, lo que hace que el material absorba energía. Los materiales dieléctricos comúnmente utilizados para la absorción de microondas incluyen polímeros, cerámicas y algunos vidrios especiales.

Por otro lado, los materiales magnéticos, como el hierro o el níquel, pueden absorber energía de las microondas debido a su capacidad para interactuar con los campos magnéticos. Cuando una onda de microondas entra en contacto con un material magnético, los momentos magnéticos de los átomos del material comienzan a oscilar, lo que genera calor y absorbe energía de la onda de microondas.

La absorción de microondas es un proceso mediante el cual un material absorbe energía de una onda de microondas y la convierte en otra forma de energía, como el calor. Esto se puede lograr utilizando materiales dieléctricos o magnéticos o combinaciones de éstos que tienen propiedades especiales para interactuar con las ondas de microondas. Algunos ejemplos de cómo se utilizan los materiales para la absorción de microondas son: En la industria aeroespacial para fabricar paneles de absorción de microondas en la superficie de los aviones y satélites. Estos paneles ayudan a reducir la reflexión de las ondas de radar y reducir la detección. En la fabricación de dispositivos electrónicos, (se utilizan ferritas) para absorber y reducir la interferencia electromagnética. Las ferritas se utilizan en la fabricación de núcleos de transformadores y bobinas de inductores para reducir la interferencia de los campos magnéticos externos. En aplicaciones médicas para fabricar dispositivos de absorción de microondas para la terapia de hipertermia. En la industria de la electrónica de alta frecuencia para fabricar antenas y componentes de circuitos. Estos materiales pueden reducir la reflexión de las ondas de radio y microondas, y mejorar la eficiencia y la precisión de los dispositivos electrónicos.

Como se mencionó, esto sigue de la combinación de las propiedades dieléctricas y magnéticas del material compósito, por lo que la elección de materiales específicos y su diseño será importante para satisfacer las necesidades y requerimientos específicos de cada aplicación.

Blindaje de interferencia electromagnética

El blindaje de interferencia electromagnética (EMI) funciona bloqueando o desviando la radiación electromagnética no deseada. Para lograr esto, se utilizan materiales conductores o magnéticos que absorben o reflejan la radiación electromagnética [36, 37, 38].

Los materiales conductores, como el cobre o el aluminio, actúan como barreras que bloquean la radiación electromagnética. Esto se debe a que los campos eléctricos de la radiación electromagnética inducen corrientes en la superficie del material conductor, lo que produce campos magnéticos que a su vez reflejan o absorben la radiación electromagnética.

Por otro lado, los materiales magnéticos, como el hierro o el níquel, pueden desviar o absorber la radiación electromagnética debido a sus propiedades magnéticas únicas. Estos materiales contienen átomos que tienen momentos magnéticos, lo que les permite interactuar con los campos electromagnéticos y absorberlos o desviarlos.

El blindaje de EMI funciona mediante el uso de materiales conductores o magnéticos para bloquear o desviar la radiación electromagnética no deseada. Estos materiales actúan como barreras que impiden que la radiación electromagnética penetre en los dispositivos electrónicos y cause interferencias o daños. Algunos ejemplos específicos del uso de compósitos magnéticos para blindaje de interferencia electromagnética son: (1) en pantallas de visualización, como las que se encuentran en los dispositivos móviles y computadoras portátiles, los cuales pueden ser susceptibles a la interferencia electromagnética. (2) en componentes electrónicos, como transistores y los microchips, que también pueden ser susceptibles a la interferencia electromagnética. (3) como envoltentes o cajas de equipos electrónicos, como las que se utilizan en los sistemas de comunicaciones y los sistemas de control de procesos. (4) para sistemas de protección de datos, como los servidores y los centros de datos, pueden estar sujetos a la interferencia electromagnética.

Finalmente, es de notar que la resonancia ferromagnética que ocurre cuando un material magnético es expuesto a un campo magnético oscilante a una frecuencia específica. En esta frecuencia, los momentos magnéticos de los átomos del material comienzan a oscilar en fase, lo que resulta en una absorción máxima de energía.

Por lo anterior, la FMR se utiliza comúnmente en la absorción de microondas y el blindaje de interferencia electromagnética ya que permite que los materiales absorban eficazmente la energía de las ondas de microondas y reduzcan la interferencia electromagnética. Para la absorción de microondas, interesa diseñar un material magnético con una frecuencia de resonancia específica que coincida con la frecuencia de la onda de microondas que se desea absorber. De esta manera, el material absorberá eficazmente la energía de las microondas y se convertirá en calor. Mientras que para el blindaje de EMI, los materiales magnéticos se

utilizan para desviar y absorber la radiación electromagnética no deseada. Cuando se expone a una onda electromagnética, un material magnético puede absorber la energía de la onda a través de la FMR, lo que reduce la cantidad de radiación electromagnética que llega a los dispositivos sensibles.

1.9. Matrices poliméricas

La fabricación de compósitos magnéticos, robots suaves y estructuras reconfigurables generalmente se basa en la mezcla de dos componentes, una matriz polimérica y un relleno magnético. La matriz polimérica brindará principalmente las propiedades mecánicas mientras que el relleno magnético todas las propiedades magnéticas que el material posea. Existen diferentes matrices poliméricas con distintas propiedades y con funciones especializadas diferentes. Las matrices poliméricas más comunes se pueden clasificar en cuatro categorías hidrogeles, polímeros con memoria de forma, fluidos y elastómeros suaves [1, 3, 14, 8, 39, 40].

Los hidrogeles se presentan como cadenas poliméricas hidrófilas con propiedades elásticas. Estas cadenas de polímeros pueden contener más del 90% en peso de agua. Debido a su baja rigidez y su buena biocompatibilidad, los hidrogeles son usados más comúnmente en el campo de las aplicaciones biomédicas. Los polímeros de memoria de forma son un tipo de materiales inteligentes que son capaces de memorizar formas temporales y recuperar sus formas originales bajo estímulos externos como la temperatura, la luz, etc. Los polímeros de memoria de forma permiten un cambio de forma fácil bajo la actuación magnética, bloqueando la deformación sin una aplicación continua de campo magnético siendo útiles en las aplicaciones que requieren mantener deformaciones ya que no requieren un consumo continuo de energía [41, 42]. Los fluidos magnetorreológicos constan generalmente de partículas magnéticas en fluidos como el aceite de silicona, fluoro carbono o agua. Los fluidos magnetorreológicos cambia de forma y mantiene un comportamiento de magnetostricción bajo la influencia de campos magnéticos. Se caracteriza por mantener en movimiento libre a las partículas que contienen haciéndolas capaces de formar estructuras similares a cadenas en presencia de un campo magnético lo cual genera un fuerte efecto magnetorreológico. Bajo la aplicación de campo magnético, las gotas de estos fluidos pueden tomar diferentes formas y configuraciones funcionales pudiéndose comportar como robots líquidos con control a distancia [13, 43].

La última clasificación de matrices poliméricas son los elastómeros poliméricos los cuales serán nuestro principal objeto de estudio ya que será la matriz polimérica que emplearemos para la fabricación de elastómeros magnéticos reconfigurales. Los elastómeros poliméricos suaves los cuales poseen comportamientos elásticos, cuya deformación es reversible bajo cargas mecánicas. Debido a la suavidad y alta tensión de falla, los elastómeros blandos se usan comúnmente como matriz para materiales de repuesta magnética ya que este

material permite grandes deformaciones. Los elastómeros más comúnmente usados son siliconas como polidimetilsiloxano (PDMS) y Ecoflex los cuales son muy comercializados y no requieren síntesis compleja.

El polidimetilsiloxano es uno de los polímeros más comúnmente usados. Destaca por su biocompatibilidad, nula toxicidad, compatibilidad con la sangre, elasticidad, transparencia y durabilidad. Se compone de dos partes, componente A el cual es la base y componente B que es el agente de curado, mezclados en una relación 10:1 en masa. Ambos componentes son transparentes y viscosos. El PDMS requiere ser curado a 60°C en un horno por una hora [44, 45].

Por otra parte, el ecoflex es un plástico completamente biodegradable y compostable. Está diseñado para procesos como polietileno de baja densidad en películas, bolsas o recubrimientos. Es estable en estantería y almacén durante un año. Al igual que el polidimetilsiloxano, consta de dos partes parte A y Parte B, los cuales deben ser mezclados homogéneamente para lograr su correcta polimerización [46, 47].

1.10. Matrices poliméricas con respuesta magnética

Como se mencionó anteriormente las partículas magnéticas se utilizan típicamente incrustadas en diversas matrices, hablando específicamente de las matrices poliméricas, estas logran mantener la forma, movimiento o elongaciones que se busque controlar.

Generalmente, las matrices poliméricas con partículas magnéticas incrustadas se pueden categorizar en dos diferentes sistemas, continuo o discreto de acuerdo a la distribución y tamaño de las partículas magnéticas en el interior como se muestra en la figura 1.6.

Los sistemas continuos se caracterizan por un tamaño de partícula de escala nano o micro, este tamaño de partícula genera que las partículas incrustadas en la matriz resulten en una distribución continua de momentos magnéticos a lo largo del compuesto figura 1.6 (b), mientras que los sistemas discretos consisten en imanes pequeños o partículas magnéticas concentradas, logrando con ello una concentración alta de magnetización de momentos magnéticos locales dentro de la matriz polimérica (a). Asimismo, los sistemas continuos se clasifican en compósitos magnéticos isotrópicos (c) y anisótropicos (d) dependiendo de la orientación y distribución de las partículas magnéticas. Si aplicamos un campo magnético externo sobre la matriz polimérica con partículas magnéticas antes de curar, las partículas magnéticas incrustadas, se distribuirán de forma columnar generando una dirección preferencial es decir un compuesto magnético continuo anisotrópico. Los compósitos magnéticos continuos anisotrópicos a diferencia de los isotrópicos se caracterizan por tener mayor rigidez y torsión,

lo que mejora la capacidad de respuesta magnética y el rendimiento de deflexión [1, 2].

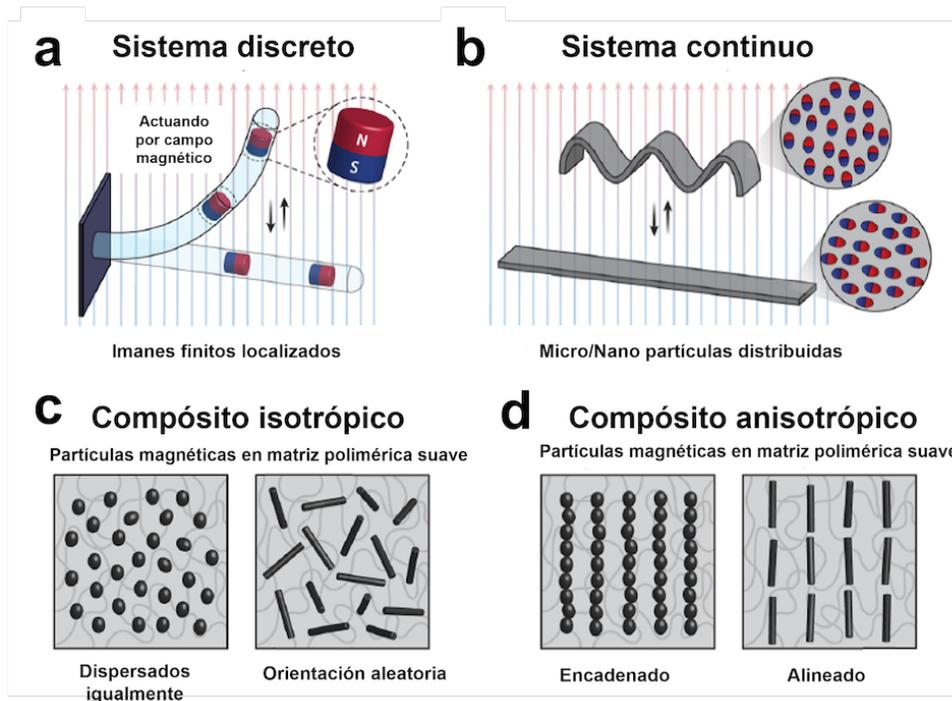


Figura 1.6: Clasificación y composición de los materiales magnéticos suaves. Los materiales magnéticos suaves se clasifican en sistemas (a) discretos o (b) continuos. Los materiales magnéticos suaves continuos se pueden clasificar en (c) compuestos mecánicamente isotrópicos o (d) anisotrópicos según la estructura microscópica o la disposición de las partículas de relleno magnético en la matriz polimérica huésped (imagen adaptada de [1, 2]).

Un elastómero magnético es un sistema compuesto por una matriz polimérica como lo es la silicona, polidimetilsiloxano (PDMS), elastómero termoplástico, ecoflex entre otros, los cuales poseen características mecánicas como suavidad, gran deformación y resistencia a la fatiga; con partículas magnéticas incrustadas [1, 48].

Los elastómeros con partículas magnéticas suaves incrustadas tienen la propiedad de cambiar de forma al someterse a un campo magnético, a esta propiedad se le conoce como magnetostricción, esto otorga al material modulo y amortiguación a campos magnéticos controlados. En presencia de un campo magnético gradiente el elastómero magnético sufre una flexión local, mientras que los elastómeros magnéticos con partículas magnéticas duras sufren una deformación bajo un campo magnético. Debido a la alta remanencia de los materiales magnéticamente duros, los elastómeros magnéticos duros mantienen un comportamiento inelástico al someterlos a un campo magnético [2].

Capítulo 2

Antecedentes

La fabricación de elastómeros magnéticos reconfigurables es un tema de creciente interés al momento de hablar de materiales avanzados por este motivo, es un tema que cuenta con múltiples antecedentes y ejemplos. Actualmente se han realizado importantes avances en el desarrollo de estos nuevos materiales, para su aplicación en el área médica, electrónica y tecnológica los cuales han motivado y guiado la presente investigación [7, 8, 14].

Para comenzar el estudio de la fabricación y diseño de los elastómeros magnéticos reconfigurables, es necesario adentrarse en primeramente en la fabricación de compósitos magnéticos basadas partículas magnéticas embebidas en resina o algún polímero cuyas características aporte propiedades mecánicas únicas. Se tomó principalmente la referencia a artículos de revisión y de investigación que remontan desde el año 2004 [40, 49, 50] hasta artículos del año 2022 donde se existe una notable mejoría en el diseño de los materiales magnéticos reconfigurables [1, 4, 51].

La fabricación de compósitos magnéticos basados en material magnéticamente suave incrustado en un polímero o resina no es nuevo, ya que los compósitos hierro-resina surgieron alrededor de hace 100 años [40], sin embargo, su diseño y aplicaciones se encontraba limitado. Una vez que se desarrolló una metodología de fabricación y surgieron más estudios acerca de sus propiedades magnéticas y mecánicas, fue que incrementó su uso en motores eléctricos [9, 10, 49]. Los compósitos magnéticos suaves se caracterizan por sus propiedades magnéticas y mecánicas. Las propiedades de los materiales basados en compósitos magnéticos suaves varían, desde su isotropía magnética, muy baja pérdida por corrientes de Foucault y baja pérdida total del núcleo a bajas y altas frecuencias, aumento en la permeabilidad magnética, alta magnetización remanente, aumento en la resistividad, se logra reducir el tamaño y peso, constante anisotrópica grande, baja coercitividad y alta temperatura de Curie [11, 52].

A continuación, se presenta un resumen de la revisión realizada acerca de la metodología y técnicas conocidas hasta la actualidad para cada uno de los materiales fabricados, así como sus aplicaciones individuales.

En el año 2004 se reportaron las propiedades de materiales poliméricos reforzados con partículas nanoestructuradas de Nd-Fe-B. Específicamente se reporta la fabricación de un material que consta de una matriz de resina epóxica con partículas de NdFeB incrustadas a la cual se caracteriza por distintos métodos comparando las propiedades del material puro contra las propiedades del material magnético en la matriz polimérica. La caracterización de este material compuesto demostró una disminución en las propiedades magnéticas de los materiales de relleno sin embargo mejoró notablemente sus propiedades mecánicas en el compuesto. Empleando polvo de hierro se reporta un aumento de la dureza de 112 a 136,2MPa; Con polvo de acero se reporta la mejora en la dureza, provocando su aumento de 35,0 a 39,8 HBW así mismo se reporta también un aumento en la resistividad la cual aumenta hasta 488 m [50].

Entonces la introducción de material magnético a una matriz polimérica, modifica las propiedades magnéticas del material magnético e incrementando sus propiedades mecánicas, por este motivo, la fabricación de estos compósitos magnéticos es de relevancia en el estudio de materiales magnéticos. Uno de los usos de estos materiales magnéticos son la fabricación de los llamados robots suaves [1, 3, 4, 12, 8].

Según la definición descrita en el libro *Robotics, Vision and Control* de Peter Corke [53] un robot es una máquina capaz de detectar, planificar y accionar, es decir, capaz de Recopilar información sobre el entorno para con ella generar decisiones sobre como cambiar o actuar sobre su entorno y así realizar una tarea física basada en su decisión. Sin embargo, esta definición no es completa, se omite, por ejemplo, la posible programabilidad entre otras características. Dentro de la comunidad robótica existe un espectro muy variado de *robots* que no cumplen estas características, la constante investigación y desarrollo de estos hacen que la definición de robot limite su desarrollo. Por ello si contamos con material micro estructurado el cual podemos programar y además es capaz de realizar una tarea física, podemos decir que tenemos un robot suave.

En 2018, se fabricó un robot suave capaz de nadar dentro y sobre la superficie de líquidos, escalar meniscos líquidos, rodar y caminar sobre superficies sólidas, saltar obstáculos y gatear dentro de túneles estrechos [3]. El robot suave de forma rectangular fue creado de una mezcla de elastómero (Ecoflex 00-10) y partículas magnéticamente duras de Neodimio-Hierro-Boro (NdFeB) como se observa en la figura 2.1. La magnetización del material se programó para lograr un perfil de magnetización armónico de longitud de onda única a lo largo de todo el material. Así generaron diferentes modos de movimiento controlándolo a distancia mediante un campo magnético variable en el tiempo. Este robot no es reconfigurable, ya que una vez magnetizado no se puede generar un cambio en la estructura magnética del material, únicamente se puede magnetizar con un campo programado para generar los

movimientos deseados. De esta manera, a pesar de generar un robot magnéticamente suave con propiedades mecánicas únicas se hace poco eficaz por la necesidad de generar múltiples robots para lograr movimientos distintos en el elastómero magnéticamente suave. Una de las soluciones a este problema es la fabricación de elastómeros magnéticos reconfigurables, es decir, que seamos capaces de modificar la magnetización del mismo material las veces que sea necesario.

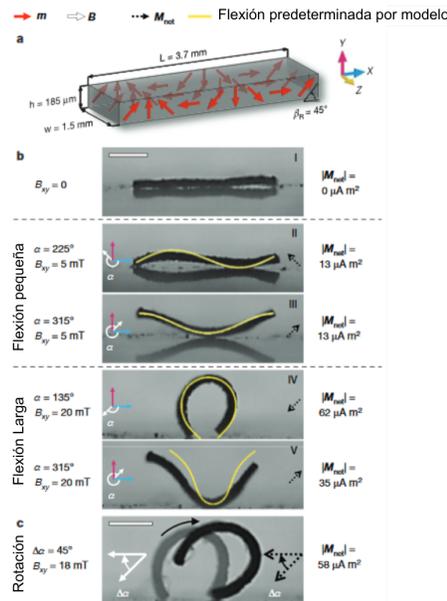


Figura 2.1: Diseño, mecanismos de cambio de forma y rotación de cuerpo rígido. del milirobot suave magneto-elástico. Adaptado de [3].

2.1. Elastómeros reconfigurables

Uno de los métodos desarrollados para la fabricación de elastómeros magnéticos reconfigurables, reportados en 2020 [4], es mediante el encapsulamiento de las partículas magnéticas empleando un polímero de cambio de fase las cuales serán vertidas en un segundo polímero con punto de fusión más alto que el elastómero que contiene a las partículas magnéticas de esta manera, al calentar el material se producirá un cambio de fase ocasionando un medio en el cual las partículas magnéticas puedan ser reconfiguradas siempre que se aplique calor sobre la muestra. Un método propuesto para la fabricación de este material con respuesta magnético consiste en compósitos magnéticos en forma de micro esferas incrustadas en una matriz elastómerica (ecoflex 00-30) cada una de las micro esferas consiste en partículas magnetizables de Neodimio-Hierro-Borro (NdFeB) encapsuladas en polietilenglicol oligomérico (PEG). Para fabricar este material primero hay que generar los compósitos magnéticos de partículas de NdFeB en PEG, para esto se debe de someter a calentamiento el PEG hasta que exista la transición sólido-líquido para añadir las partículas en un propor-

ción en peso 7:3 y se deben de moler hasta alcanzar diámetros alrededor de 53 y 150 μ m en nitrógeno líquido para generar las micro esferas magnéticas. Después de esto, las micro esferas se mezclan en el elastómero en una proporción de peso 1:1 esta mezcla se vierte en un molde y se procede curar. El resultado que se obtiene es un material suave con respuesta magnética el cual puede reproducir superficies curvas y si se une a una capa de sustrato flexible es capas de realizar dobleces de origami distintos modificando la magnetización cada que se desee.

Otra metodología para la fabricación de estos, según se encontró en la literatura, al igual que el método anterior, emplean micro partículas de NdFeB en una matriz de Policaprolactona (PCL), para obtener las microesferas, se añadió 0.4 gr de la mezcla de PCL con las micropartículas de NdFeB a 10 ml de Alcoholpolivinil PVA sobre una placa de calentamiento a 100 °C, debido a la interacción de las mezclas, se genera las micro esferas. Por último se deben de lavar y verterlas en la segunda matriz elastomerica, para este método se debe emplear una proporción 1:1 a temperatura ambiente. El resultado fue un material con respuesta magnética reprogramable por calentamiento láser así mismo, se demostró su funcionamiento como interruptor eléctrico multiestado a través de un circuito de control de leds. Además se demostró el empleo de este material como robot suave logrando movimientos estables, en la figura 2.2 se observan las partículas reprogramables del material [6]. De igual manera en

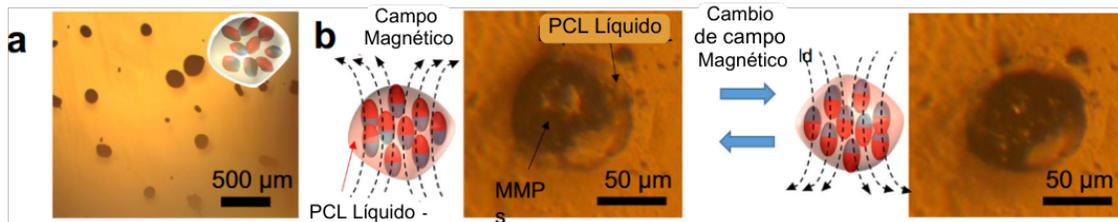


Figura 2.2: Diseño, mecanismos de cambio de forma y rotación de cuerpo rígido. del milirobot suave magneto-elástico. Adaptado de [6].

2020 [5], se publico un articulo en el cual se fabrican imanes libres de tierras raras mediante una impresora 3D, esto se logra mezclando una matriz suave de cambio de fase como lo es la cera y nanopartículas de CoFe_2O_4 , la reconfigurabilidad de estos imanes radica en las multiples formas que se pueden obtener gracias a la impresión 3D en la figura 2.3 se observan las muestras que obtuvieron.

Otra alternativa a la reprogramación de los compósitos magnéticos, es mediante el calentamiento por encima de la temperatura de Curie de las partículas ferromagnéticas y reorientando sus dominios magnéticos con campos magnéticos externos durante el enfriamiento. A partir de este principio se fabricó un elastómero magnético reconfigurable compuesto por micropartículas de dióxido de cromo (CrO_2) con un diámetro promedio de 10 incrustadas en polidimetilsiloxano (PDMS). El CrO_2 es un material ferromagnético, que tiene una temperatura de Curie de 118 °C, lo que permite la reprogramación magnética asistida por calor dentro de la temperatura de funcionamiento de los elastómeros. Así se demuestra una re-

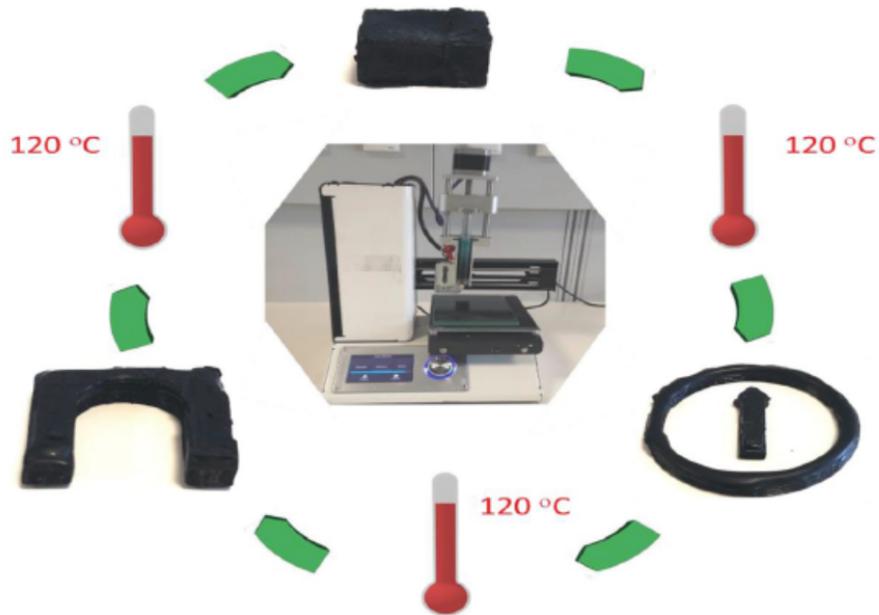


Figura 2.3: La magnetización y el producto de energía máxima de los compuestos Wax/CFO aumentan con el aumento de la concentración de CFO [5].

programación remota y no invasiva efectiva para la optimización del comportamiento del material, programando los comportamientos del robot suave [54].

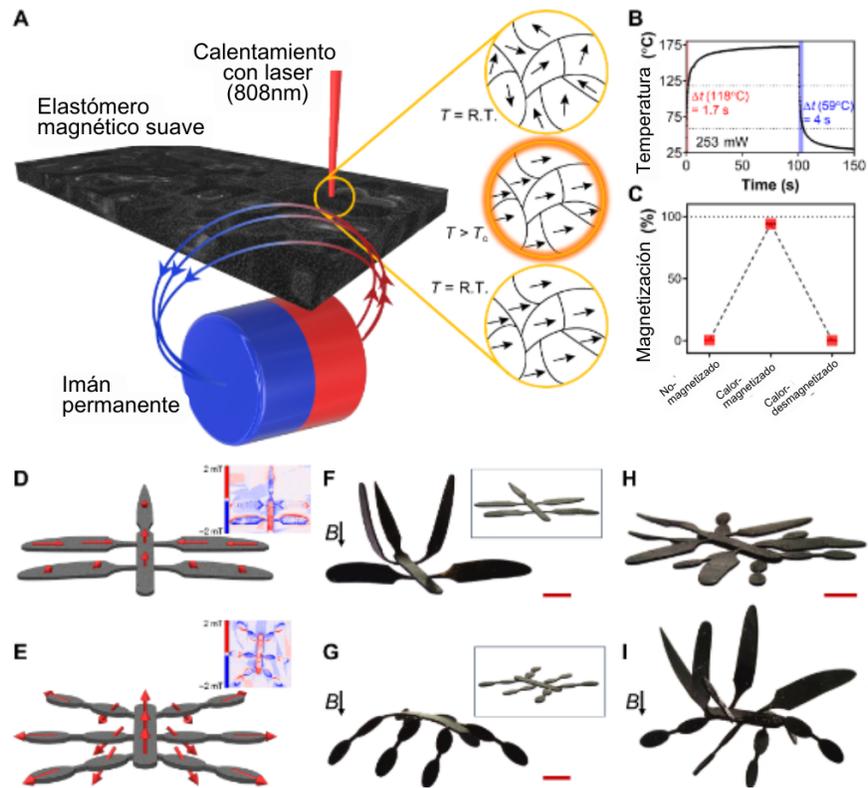


Figura 2.4: Programación magnética 3D asistida por calor de máquinas suaves magnéticas, adaptado de [54].

En 2021 [12], se desarrolló otro tipo de robot magnéticamente suave basado igualmente de una matriz polimérica (ecoflex 00-10) mezclada con partículas magnéticamente duras (NdFeB) en una concentración 1:1. A diferencia de los elastómeros magnéticos reconfigurables anteriores, este es reconfigurable en su estructura magnética, ya que desarrollaron un sistema de bobina doble en el cual se introduce la muestra y esta recibe un campo magnético homogéneo del 99%, hasta 15 mT en una región esférica de 50 mm de diámetro. Este sistema genera campos magnéticos pulsados oscilantes y no oscilantes, con los cuales se puede hacer el proceso de magnetización y desmagnetización, es decir, una vez que la muestra se magnetiza, la dirección interna se puede reorientar con las descargas no oscilantes. Además de esto, su sistema de bobina doble logra generar distintas distribuciones de magnetización. Estos robots fueron capaces de realizar distintos modos de movimiento, paralelos y perpendiculares a un campo magnético aplicado, se logró el movimiento controlado en un eje de la misma forma que se mueve un gusano y se logró llevar una píldora atravesando diferentes obstáculos.



Figura 2.5: Robot suave reconfigurable, adaptado de [12].

Un método propuesto [4], es la adición de partículas magnéticas (NdFeB) y borax a una solución de alcohol polivinílico (PVA) para conseguir un material con consistencia de *slime* con respuesta magnética. Este material es esencialmente agua, consiste en más del 90 wt %, es decir es un hidrogel esto indica una excelente biocompatibilidad. Sin embargo, las partículas NdFeB son tóxicas entonces se realizó un recubrimiento SiO_2 por el método de Stober para obtener un *slime* magnético biocompatible. Este material, en comparación con los robots suaves fabricados con elastómeros, este permite mayor deformación, se demostró su capacidad de adaptarse a entornos restringidos, incluso en ambientes con interfaz compleja como agua o aire y al igual que los elastómeros magnéticos suaves se puede lograr deformaciones y movimientos complejos programables con los cuales se pueden realizar captura de medicamentos o reparación de circuitos.

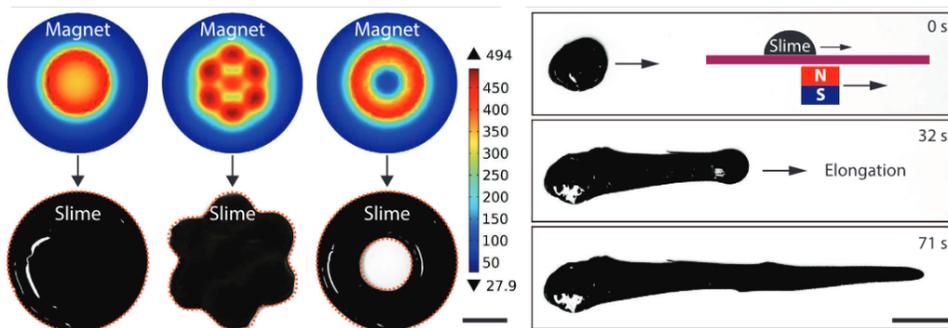


Figura 2.6: Cuadros experimentales del comportamiento estirable del slime magnético. Barra de escala, 10 mm. Adaptado de [4].

2.2. Medición de la fuerza magnética para caracterizar compósitos magnéticos

Al momento de trabajar con material magnético, resulta necesario hacer una caracterización de las propiedades magnéticas. Comúnmente la caracterización de material magnético se lleva a cabo empleado instrumentos de medición como el magnetómetro, sin embargo, este instrumento tiene lugar únicamente en laboratorios especializados y la cantidad de material que puede caracterizarse en este instrumento es poco representativa considerando sistemas magnéticos macroscópicos. Por lo tanto, es importante buscar nuevas formas de caracterizar materiales de dimensiones mayores y sean accesibles a la mayoría de laboratorios.

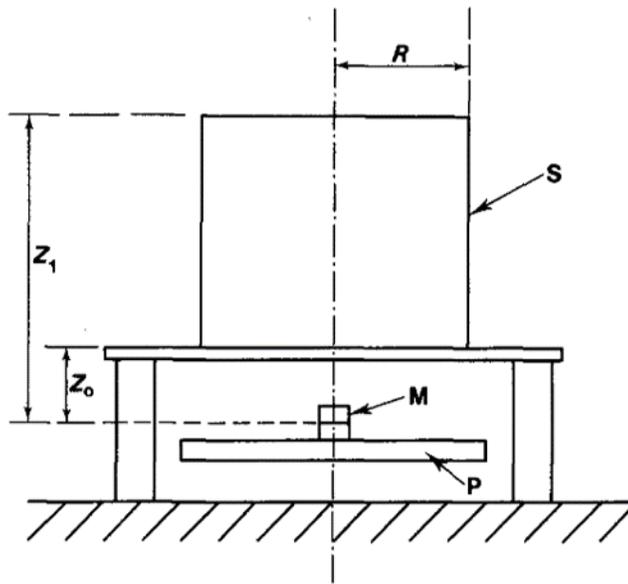


Figura 2.7: Aparato para medir muestras magnéticas donde (S) es la muestra, (M) son los imanes y (P) es el plato de la balanza analítica. Adaptado de [55].

Uno de los métodos publicados en [55], propone un método para medir la susceptibilidad magnética utilizando una balanza analítica y dos imanes de tierras raras. Este método, coloca dos imanes sobre el plato de la balanza para después colocar una muestra magnética en un soporte que se encuentra arriba del plato de la balanza como se muestra en la figura 2.7. Debido a que va a existir una fuerza de atracción o repulsión dependiendo del material que coloquemos en la balanza, existirá un cambio en la masa y con este cambio de masa podemos fácilmente obtener la fuerza con la formula,

$$F = mg. \quad (2.1)$$

Este método se limita a materiales lineales, isotópicos y homogéneos los cuales se caracterizan por tener susceptibilidades $\chi = \mu_r - 1 \approx 0$ y calcula la fuerza magnética considerando la

geometría de los imanes la cual es,

$$F = (\mu_r - 1)\mu_0 \frac{3m^2}{6\pi} \left(\frac{1}{z_0^4} - \frac{1}{z_1^4} - \frac{z_0^2 + \frac{R^2}{3}}{(z_0^2 + R^3)^3} + \frac{z_1^2 + \frac{R^2}{3}}{(z_1^2 + R^3)^3} \right). \quad (2.2)$$

Finalmente, consideran $z_1^4 \gg z_0^4$ y $R^4 \gg \frac{z_0^4}{3}$, así F se simplifica obteniendo,

$$F = (\mu_r - 1)\mu_0 \frac{3m^2}{64\pi z_0^4}. \quad (2.3)$$

Así, podemos obtener el valor de $\mu_r - 1$ conociendo la lectura de la balanza. Este diseño puede otorgarnos las medidas de la susceptibilidad para materiales seleccionados con gran precisión.

Medir la susceptibilidad magnética de un material es muy importante ya que es una característica intrínseca de cada material que esta relacionado con la estructura atómica y molecular. La susceptibilidad magnética representa una medida de la facilidad que presenta un material a ser magnetizado por un campo magnético. Los materiales magnéticos se clasifican principalmente en diamagnéticos ($\chi < 0$), paramagnéticos y ($\chi > 0$) ferromagnéticos ($\chi \rightarrow \infty$) y en magnitud los materiales diamagnéticos y los materiales paramagnéticos se caracterizan por poseer $|\chi| \ll 1$.

Simplificando el modelo anterior, se desarrolló otro método para determinar la susceptibilidad magnética de los materiales diamagnéticos y paramagnéticos [56]. En este método, se considera que el volumen de la muestra es mucho mayor al volumen del imán, por lo cual aproximan el imán como un dipolo de momento magnético m . Se considera mantener el imán cerca de la muestra, por lo que la fuerza de interacción se puede resolver mediante el método de imágenes dipolares en presencia de un plano infinito. La muestra se considera un dipolo equivalente sobre el mismo eje de simetría que el imán y separado del imán por una distancia equivalente al doble de la distancia entre el centro del imán y la superficie de la muestra.

Este sistema de medición consta de una balanza analítica compuesta por dos platos, un pequeño imán de NdFeB como fuente de magnetización y un porta muestras. En uno de los dos platos de la balanza se colocó un pequeño imán sostenido por un soporte y sobre el imán se colocó un porta muestras cilíndrico ligeramente separado de este y desacoplado de la balanza. En el otro plato de la balanza se colocó un contra peso de masa ligeramente superior a la suma de la masa del imán y su soporte para lograr que la balanza quede en equilibrio en ausencia de la muestra cómo se observa en la figura 2.8. Con este dispositivo se lograron obtener resultados que confirman la posibilidad de utilizar una técnica sencilla para medir la susceptibilidad en muestras diamagnéticas y paramagnéticas.

En 2008, se presentó una diferente configuración para medir la susceptibilidad magnética empleando una balanza analítica [57]. Al igual que en los métodos anteriormente menciona-

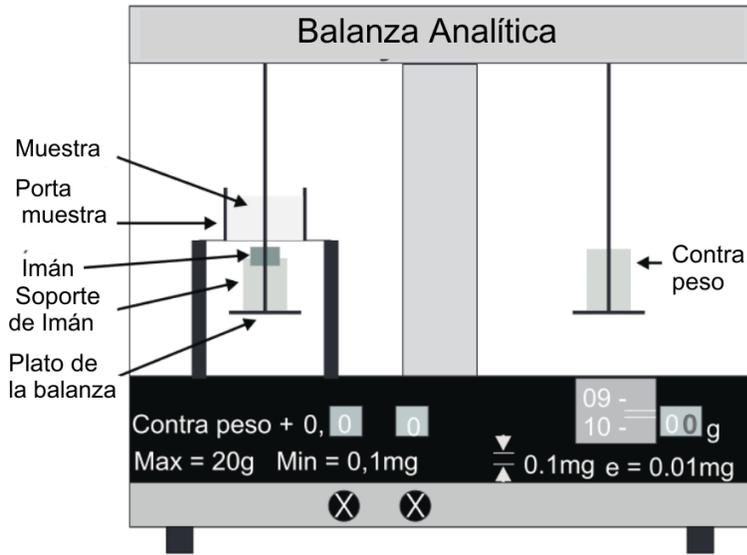


Figura 2.8: Diagrama esquemático del sistema desarrollado para medir la susceptibilidad magnética de diferentes muestras. Adaptado de [56].

do [55, 56], emplean el método de imágenes dipolares, sin embargo, muestran dos diferentes modelos: Modelo 1: solución para un material semi-infinito, Modelo 2: solución para un material finito (cilindro). La configuración experimental que emplearon se muestra en la figura 2.9. Así, evaluaron y compararon directamente la susceptibilidad magnética con el modelo finito e infinito mostrando diferencias entre el 5% al 10% por lo cual demuestran que ejecutando este tipo de sistemas de medición se puede poseer una caracterización magnética precisa.

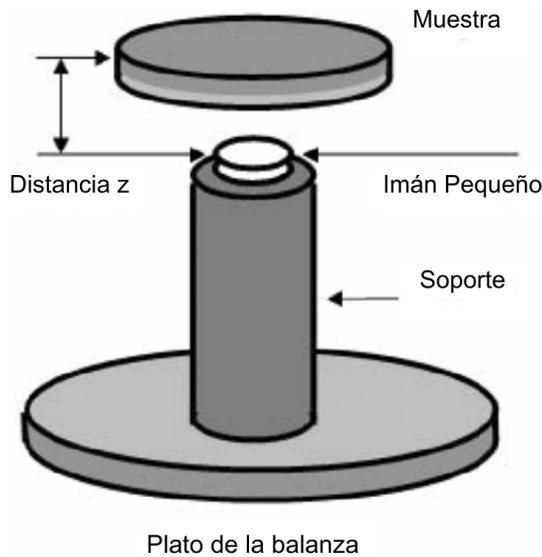


Figura 2.9: Diagrama esquemático de la configuración experimental, que muestra los componentes principales. Adaptado de [57].

Otro diseño encontrado en la literatura para medir la fuerza magnética y con ella la susceptibilidad magnética, es mediante la configuración experimental mostrada en la figura 2.10.

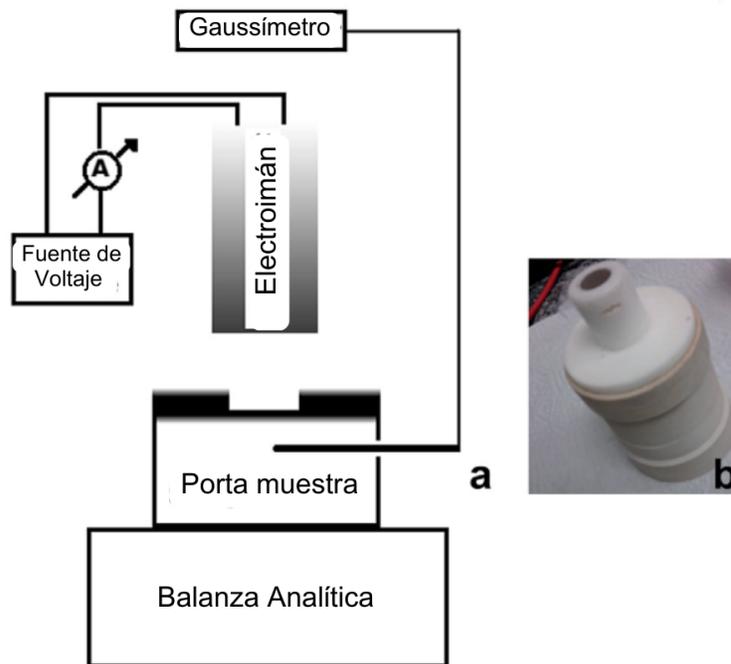


Figura 2.10: Configuración experimental utilizada en las pruebas de fuerza magnética frente a campo magnético (a) y detalles del portamuestras utilizado (b). Adaptado de [58].

Este sistema coincide con los demás con el empleo de una balanza analítica, utilizan un electroimán y Gaussímetro para recolectar las mediciones de campo magnético. Para llevar a cabo la caracterización magnética un material magnético con este sistema se requiere seguir una serie de pasos [58]:

1. Se deben obtener curvas de campo magnético (G) vs la corriente eléctrica obtenida (A) entre 0.00 y 0.90 A a pasos de 0.05 A.
2. Se deben obtener curvas de corriente eléctrica (A) vs masa (gr) entre 0.00 y 0.90 A a pasos de 0.05 A.
3. Se debe de colocar una masa conocida de la muestra en el porta muestras.
4. La balanza se debe de tarar y las muestras se deben someter a las mismas condiciones de campo magnético que en el paso 1. La variación de peso se debe registrar para cada valor de corriente utilizada.
5. El modulo de la fuerza magnética, al igual que los métodos anteriores, se obtiene multiplicando la variación de la masa por la aceleración de la gravedad, $F_m = \Delta m \cdot g$.

6. Finalmente los valores de corriente eléctrica se reemplazan por los del campo magnético y la F_m se presenta como una función del campo magnético.

Con este método, sometieron a medición composites de maghemita en PLA con diferentes concentraciones, así demuestran que con el aumento del campo magnético aplicado se va a producir un aumento en la fuerza magnética de las muestras. Además se demuestra también que el aumento en la cantidad de material magnético de la muestra aumenta la fuerza magnética. Este método de caracterización ha sido utilizado en distintos trabajos demostrando su gran utilidad y precisión [59, 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66].

Otra manera de obtener información magnética de un material, es mediante la ecuación,

$$F_z = m\mu_0 \frac{dH}{dz}, \quad (2.4)$$

donde m es el momento magnético, μ_0 es la permeabilidad magnética del vacío y $\frac{dH}{dz}$ es el gradiente del campo magnético. Si se consideran muestras únicamente diamagnéticas y paramagnéticas, en las cuales χ es una constante, entonces,

$$F_z = \chi\mu_0 V H_z \frac{dH}{dz} \quad (2.5)$$

así, conociendo $H_z \frac{dH}{dz}$ podríamos determinar la susceptibilidad magnética de cualquier muestra magnética. Al igual que las metodologías anteriormente descritas, se encuentra otro dispositivo en la literatura como se observa en la figura 2.11, en la cual emplean principalmente una balanza analítica, dos imanes toroidales, un posicionador micrométrico y un porta muestras [67].

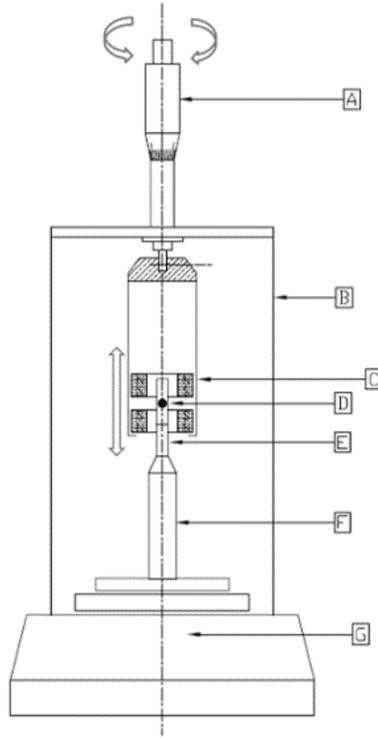


Figura 2.11: Componentes del magnetómetro de fuerza. A: posicionamiento micrométrico. B: escudo de equilibrio. C: conjunto de imanes. D: muestra. E: porta muestras. F: pedestal. G: balanza analítica. Adaptado de [67]

Para este dispositivo, emplearon dos imanes toroidales axialmente idénticos montados coaxialmente, se mantuvo a la muestra fija mientras que la posición de los imanes cambia. Así conociendo la geometría toroidal de los imanes se determinó analíticamente la intensidad axial del campo magnético a lo largo de su eje de simetría,

$$H_z(0, z) = \frac{J_r}{2\mu_0} \left[\frac{A}{\sqrt{A^2 + B^2}} - \frac{C}{\sqrt{C^2 + B^2}} \right] - \left[\frac{A}{\sqrt{A^2 + D^2}} - \frac{C}{\sqrt{C^2 + D^2}} \right], \quad (2.6)$$

donde $A = (z + L)$, $B = (D_{ext}/2)$, $C = (z - L)$, $D = (D_{int}/2)$; z es un punto axial variante, J_r es la remanencia del imán, L es la mitad del grosor del imán, D_{int} y D_{ext} es el diámetro interior y diámetro exterior respectivamente del imán toroidal. La ecuación 2.6 es únicamente para un solo imán toroidal, en la configuración se emplean dos colocados concéntricamente, por lo tanto, emplean el principio de superposición con una distancia $d = 5,3\text{mm}$ entre ambos imanes. Conociendo todos los valores constantes de la ecuación 2.6, se puede obtener el perfil de gradiente. De esta manera, caracterizaron partículas de SmCo_5 preparadas por molienda de bolas de alta energía de las cuales se obtuvo, después del procesamiento de datos, su ciclo de histéresis. Los resultados obtenidos con este dispositivo fueron comparados con mediciones realizadas con un VSM comercial y los resultados concuerdan como se observa en la figura 2.12.

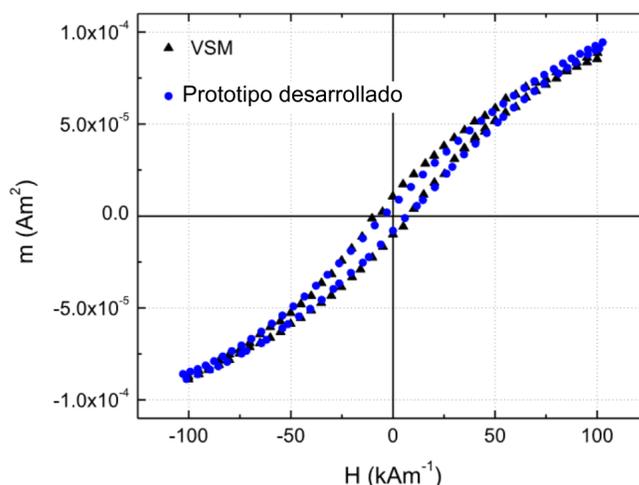


Figura 2.12: Ciclo de histéresis de partículas de SmCo_5 obtenido en el sistema desarrollado y utilizando un VSM. Adaptado de [67].

Este estudio demuestra una buena alternativa para lograr caracterizar muestras magnéticas si la necesidad de comprar equipos costosos como lo son VSM o un SQUID utilizando dispositivos que se encuentran en cualquier laboratorio y que son de bajo costo como lo son una balanza analítica e imanes permanentes se obtiene gran precisión comparable con los resultados de estos equipos.

Además de la necesidad implícita de tener dispositivos y métodos con los cuales se puedan obtener caracterizaciones magnéticas en los laboratorios de física y materiales, estos dispositivos también son necesarios en los laboratorios de medicina o ciencias biológicas en los cuales no es redituable adquirir de equipos como el VSM o el SQUID, sin embargo estos dispositivos podrían ser una buena alternativa ya que una de las características de las muestras en el área de medicina es su tamaño que alcanzan un peso de 200 gr por lo cual un equipo como los anteriores no son capaces de realizar una caracterización magnética representativa. Por ello un equipo de investigación del área de materiales llevo a cabo la construcción de un dispositivo siguiendo el mismo principio, el dispositivo que crearon logró una sensibilidad teórica $3 \times 10^{-8} \text{ Am}^2$ [68]. El dispositivo constaba de una balanza analítica, un imán permanente de NdFeB y trasladores lineales. La muestra se coloca en una caja de muestras de poliestireno para evitar interacción con el campo, esta caja se sujeta a una barilla de aluminio y esta a la parte inferior de una balanza analítica comercial la cual esta previamente en un sitio alto. Por debajo de la balanza se colocó un traslador lineal de pasos $1 \mu\text{m}$ con una longitud total de 170mm que genera el movimiento lineal del imán permanente NdFeB con campo magnético 0.143 T como se muestra en la figura 2.13

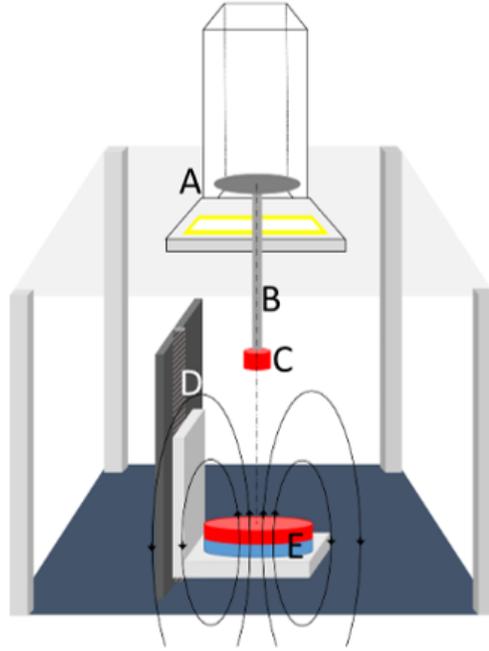


Figura 2.13: Representación esquemática del montaje experimental. (A) Balanza analítica, de cuyo gancho inferior se suspende la muestra. (B) Varilla de muestra, hecha de materiales débilmente magnéticos, aluminio y cobre. (C) Caja de muestras de poliestireno. (D) Transductor lineal con una precisión de 1 lm y una longitud total de recorrido de 170 mm. (E) Imán permanente NdFeB, 8 cm de diámetro, 1 cm de altura. Proporciona campos de hasta 0.143 T. Adaptado de [68].

En este dispositivo no existe un gaussmetro al realizar las mediciones ya que previamente se generó una curva de campo magnético contra la distancia, así no se requiere mantener un sensor de hall en el dispositivo. Para realizar las mediciones, ocuparon la ecuación,

$$\vec{F} = (\vec{m} \vec{\nabla}) \vec{B}, \quad (2.7)$$

donde \vec{F} es la fuerza magnética, \vec{m} es momento magnético y \vec{B} es el campo magnético. Para demostrar la eficiencia del dispositivo se midieron andamios óseos dopados con hierro en un magnetómetro SQUID y con el dispositivo construido, los resultados se comparan en la figura 2.14.

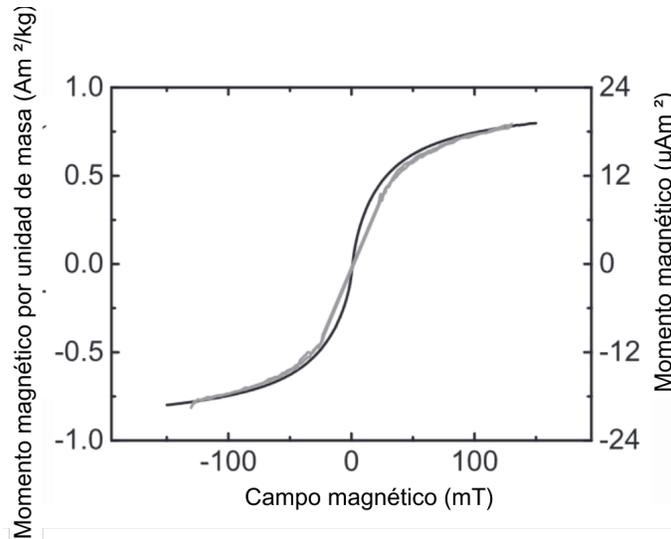


Figura 2.14: Momento magnético por unidad de masa de cinco andamios oseos dopados con hierro. La línea negra indica los datos medidos con un magnetómetro SQUID, mientras que la línea gris indica los datos medidos con el magnetómetro de balanza analítica. Adaptado de [68].

El cambio de signo del campo magnético se generó girando el imán manualmente. En la figura 2.15 se observa otro diseño para medir la susceptibilidad magnética de los materiales utilizando una balanza analítica y un imán de NdFeB. En este método [69], colocan un soporte de madera largo sobre dos balanzas analíticas una de resolución de 0.01 gr y la segunda balanza con una resolución de 0.001 gr. En el soporte de madera colocan un porta muestras de plástico para evitar contribuciones magnéticas que afecten la medición y con un posicionador móvil, colocan imanes de NdFeB sobre el portamuestras de tal manera que la muestra sienta el campo magnético del imán en uno de sus ejes. Para este experimento, midieron materiales diamagnéticos como el agua, la sal y el grafito y aluminio para demostrar su funcionamiento con los materiales paramagnéticos. En este caso, el dispositivo se sugiere emplear como ejercicio para reforzar el entendimiento de los alumnos en temas de magnetismo.

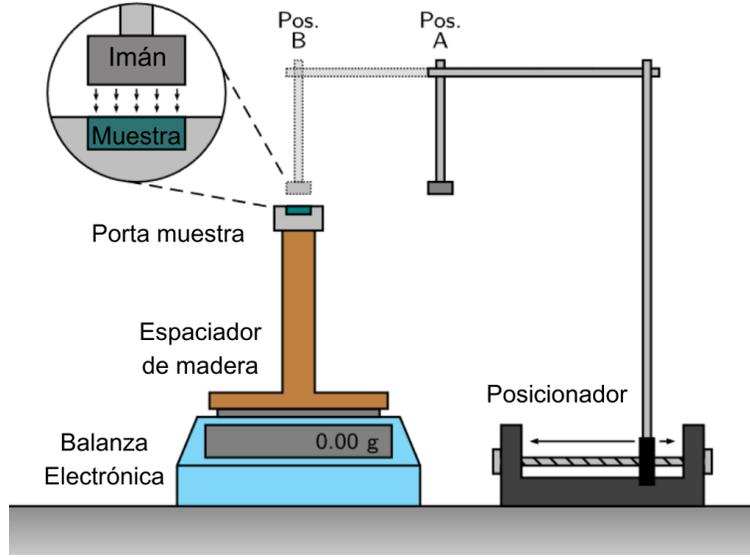


Figura 2.15: Diagrama esquemático de la configuración experimental para la medición de la susceptibilidad del volumen magnético. Adaptado de [69].

Para este diseño, como en los anteriores [55, 56, 57, 58, 67, 68] se consideran solo materiales diamagnéticos y paramagnéticos para los cuales se puede asumir una relación lineal entre la magnetización y el campo magnético ($\vec{M} = \frac{\chi_v}{\mu_0} \vec{B}$).

Los datos que obtuvieron de ambas balanzas (resolución 0.01 gr y 0.001 gr), los compararon con datos de la literatura, demostrando que incluso una balanza analítica con una precisión de 0,01 g se pueden obtener resultados cuantitativos satisfactorios para materiales diamagnéticos y paramagnéticos. Por lo tanto, con este tipo de configuraciones experimentales, se puede adecuar un sistema de medición para demostraciones cualitativas y mediciones cuantitativas de sustancias tanto diamagnéticas como para magnéticas en las aulas y laboratorios de física de nivel universitario u otros grados. Finalmente, en 2022 [70] se propone otro mecanismo de medición magnética para materiales diamagnéticos y paramagnéticos. el cual considera al campo magnético \vec{B} y a la energía potencial magnética $dU(\vec{r})$,

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}), \quad (2.8)$$

$$dU(\vec{r}) = \frac{-dV\chi B^2}{2\mu_0(1+\chi)}, \quad (2.9)$$

a partir de estas, se puede obtener la fuerza magnética causada por un campo magnético $\vec{B}(\vec{r})$ sobre un momento magnético \vec{m} (inducido por $\vec{B}(\vec{r})$) localizado en \vec{r} dentro de un material paramagnético o diamagnético. Consideran geometría cubica para el imán permanente [71]. La configuración experimental que utilizaron se muestra en la figura 2.16. La metodología que siguieron para realizar mediciones consta básicamente de tres pasos:

1. Hacer un mapa del campo magnético sobre la región donde se va a localizar la muestra.

2. Medir la fuerza Magnética que ejercen los imanes sobre el objeto empleando la balanza analítica comparando el peso en presencia del campo magnético con el peso en ausencia del campo.
3. Obtener numéricamente las ecuaciones anteriores con los datos obtenidos del experimento.

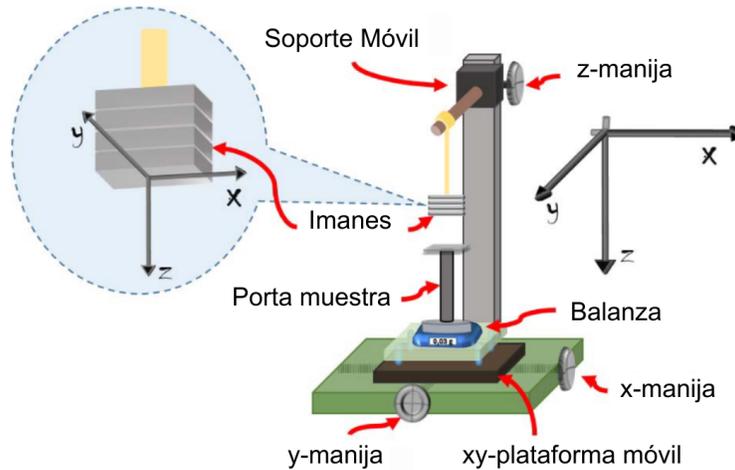


Figura 2.16: Configuración experimental para las mediciones de susceptibilidad magnética. Las muestras se colocan en el portamuestras, debajo de los imanes. La fuerza magnética sobre el objeto de muestra colocado en una posición determinada en relación con los imanes es detectada por la balanza electrónica. También se detalla el sistema de coordenadas elegido con su correspondiente origen (izquierda). Adaptado de [70].

Los resultados obtenidos, los compararon con los datos encontrados en la literatura. Los datos obtenidos con el dispositivo fabricado demuestran tener errores relativos inferiores o igual al 20%. Lo cual hace que este procedimiento sea el más preciso comparado con los dispositivos y metodologías anteriormente mencionadas.

Capítulo 3

Enfoque y objetivos

El tema de interés del presente trabajo se centra en materiales compósitos (o compuestos) magnéticos reconfigurables y/o moldeables. La idea es fabricar materiales cuya respuesta magnética pueda ser reconfigurada o reprogramada de manera controlada o por diseño. En este sentido, la forma más obvia de tener un material con respuesta magnética reconfigurable sería dispersando partículas de un material magnético duro, como una ferrita o imanes de tierras raras, en una matriz no magnética y aplicar un campo magnético para magnetizar el material a lo largo de diferentes direcciones. El proceso de reconfiguración en este caso consiste en utilizar un estímulo externo, en este caso el campo magnético aplicado, para programar la dirección de magnetización del material compuesto. En este caso, al momento de utilizar el material, su respuesta va a depender de como se magnetizó el material. Sin embargo, su respuesta puede ser reprogramada o reconfigurada repitiendo el proceso de magnetización.

El interés por desarrollar materiales compuestos magnéticos con respuesta reprogramable o reconfigurable es llevar el concepto de compósito magnético a un espectro más amplio de composiciones/formulaciones y sobre todo de propiedades y funciones del material. Lo cual resultaría en perspectivas de aplicabilidad más amplia.

A partir de los trabajos reportados en la literatura y discutidos en el capítulo anterior, sobresalen dos estrategias para obtener materiales compuestos magnéticos reconfigurables. El primero consiste en dispersar las partículas en una matriz que sea moldeable. Esto puede servir para (a) ordenar y reordenar la distribución de partículas y, (b) reconfigurar o cambiar la forma del material compuesto. El otro enfoque consiste en hacer un material compuesto con dos fases no magnéticas. La primera fase puede ser un material moldeable en el que se encuentran las partículas magnéticas. Después en una segunda fase, polímero/elastómero, se puede dispersar la primera fase en forma de dominios o gotas. En el presente trabajo nos

vamos a interesar y centrar en variantes de la primera opción, esto es: utilizar una matriz no magnética flexible y maleable en la cual serán dispersas las partículas magnéticas.

Nuestra propuesta fue usar dos tipo de materiales como matriz: la plastilina y la parafina.

La plastilina es un tipo de masa suave y maleable que se utiliza principalmente para modelar y crear diferentes formas y figuras. Es una mezcla de sustancias que incluye principalmente arcilla, aceites, pigmentos y a veces ceras o glicerina. La combinación de estos ingredientes le da a la plastilina su textura suave y flexible. Una de las características distintivas de la plastilina es que no se seca ni se endurece al aire. Esto significa que se puede reutilizar y moldear una y otra vez, siempre y cuando se guarde adecuadamente en recipientes herméticos para evitar que se seque.

Además de su textura suave y maleable, la plastilina tiene varias propiedades importantes: es altamente plástica, lo que significa que se puede deformar y moldear fácilmente sin romperse. Esto permite crear una amplia variedad de formas y figuras, desde simples hasta complejas. Es muy flexible y elástica, lo que le permite mantener su forma una vez moldeada. A diferencia de otros materiales de modelado como la arcilla o el yeso, la plastilina no se seca al aire. Esto significa que se puede reutilizar muchas veces y no es necesario cocinarla ni hornearla para que conserve su forma y textura. Finalmente, tiene un punto de fusión relativamente bajo, lo que significa que puede pasar a su fase líquida fácilmente al calentarse y volver a solidificarse al enfriarse. De hecho, por lo general basta con amasarla para ablandarla y poder moldearla.

La parafina es una sustancia cerosa y sólida que se obtiene a partir de la refinación del petróleo crudo. Es un hidrocarburo compuesto principalmente por alcanos, que son moléculas formadas por átomos de carbono e hidrógeno en una estructura lineal o ramificada. Se caracteriza por tener un punto de fusión relativamente bajo, lo que significa que puede pasar a su fase líquida fácilmente al calentarse y volver a solidificarse al enfriarse.

La parafina, utilizada como material matriz en materiales compuestos, presenta varias propiedades y ventajas, entre estas: tiene la capacidad de funcionar como una matriz adecuada para una amplia gama de materiales de refuerzo, como partículas magnéticas, fibras o partículas cerámicas. Esta compatibilidad permite la creación de una variedad de materiales compuestos con propiedades y características específicas. Tiene una baja viscosidad y es altamente fluida cuando se calienta, lo que facilita la incorporación y dispersión homogénea de los materiales de refuerzo en la matriz. Esto favorece la obtención de una distribución uniforme de las partículas o fibras, lo que a su vez contribuye a mejorar las propiedades mecánicas del material compuesto. Es fácil de manejar y procesar debido a su baja temperatura de fusión y su maleabilidad. Puede fundirse y moldearse con relativa facilidad, lo que permite dar forma al material compuesto de acuerdo con los requisitos deseados. Además, su capacidad de ser reconfigurable mediante la aplicación de calor ofrece flexibilidad en la fabricación y

posibilita cambios controlados en las propiedades del compuesto. Finalmente, la parafina tiene una buena estabilidad térmica, lo que significa que puede retener sus propiedades físicas y químicas en un amplio rango de temperaturas.

3.1. Compósitos moldeables: identificación de parámetros

Para explorar las diversas posibilidades de cambiar y controlar las propiedades magnéticas de un material compuesto magnético moldeable, se pueden considerar las siguientes variaciones:

Tipos de Partículas Magnéticas: a. Partículas Magnéticamente Duras para proporcionar una anisotropía elevada, capacidad de ser polarizado en diferentes direcciones, además de contar con coercividades y magnetización remanente elevadas. b. Partículas Magnéticamente Suaves que exhiben una mayor magnetización en respuesta a un campo magnético externo pero pierden su magnetización cuando se retira el campo. Tienen alta susceptibilidad magnética.

Concentración de Partículas: a. Variar la concentración de partículas magnéticas en el compuesto. Una concentración mayor de partículas promoverá el aumento de los efectos de la interacción dipolar entre partículas, mientras que concentraciones más bajas pueden resultar en compuestos más maleables o deformables o al contrario, disminución en la maleabilidad a concentraciones altas.

Tamaño y Forma de Partículas: a. Probar diferentes tamaños y formas de partículas. Partículas más pequeñas pueden mejorar la homogeneidad del compuesto, mientras que partículas más grandes pueden proporcionar efectos magnéticos más pronunciados. b. Explorar diferentes formas de partículas, como esféricas, alargadas o irregulares, para influir en la anisotropía magnética y la alineación dentro del compuesto.

Tratamiento Térmico: a. Aplicar diferentes tratamientos térmicos al material compuesto para inducir cambios de forma o alteraciones en las propiedades magnéticas. Calentar el compuesto puede permitir la remodelación o reestructuración mientras se retienen las propiedades magnéticas.

Intensidad y Orientación del Campo Magnético: a. Utilizar un campo magnético constante de magnitud ajustable para estructurar las partículas magnéticas dentro de la matriz. Varía la intensidad del campo para lograr diferentes grados de alineación y orientación. b. Explorar el efecto de aplicar campos magnéticos con diferentes orientaciones en relación con la forma del compuesto o el patrón de magnetización deseado.

Uso de campos magnéticos externos: a. Usar campos magnéticos pulsantes o campos magnéticos de frecuencias específicas para estudiar los efectos de la excitación magnética en

el material compuesto. b. Utilizar gradientes de campo magnético para crear perfiles de magnetización específicos o gradientes de magnetización dentro del material compuesto.

En principio es posible explorar todas estas opciones y éstas posiblemente permitan obtener nuevas propiedades y posibilidades para los materiales compuestos magnéticos.

En el presente estudio nos enfocamos solamente en cuatro mecanismos para buscar modular las propiedades de anisotropía magnética del compuesto de manera que sean reversibles, reprogramables o reconfigurables. Estas son: (1) variando la forma macroscópica del compuesto aprovechando que la plastilina/parafina son fácilmente maleables, (2) la alineación de las partículas al interior de la matriz en estructuras tipo cadena que se obtienen aplicando calor y un campo magnético externo cuya magnitud y dirección sirven para controlar como se ordenan y responden las cadenas de partículas, (3) usando partículas de un material magnético duro y polarizando el compuesto en diferentes direcciones con un campo magnético externo y finalmente (4) introduciendo en el volumen del compuesto huecos no magnéticos con geometrías bien definidas y una distribución controlada.

En base a lo anterior, para el presente trabajo nos hemos enfocado en materiales compuestos magnéticos moldeables usando como matriz moldeable no magnética plastilina o bien ceras (parafina).

Por una cuestión práctica y de tiempo, se optó por que todos los materiales magnéticos en forma de partículas sean de grado comercial a fin de no tener que realizar síntesis de partículas magnéticas. Esto ha permitido emplear partículas magnéticamente suaves y duras así como suaves eléctricamente aislantes y conductoras.

A partir de estos materiales se definió un problema de estudio que se describe a continuación.

3.2. Hipótesis y objetivos

Hipótesis: Se propone que las propiedades magnéticas de un material compuesto en el que las partículas están dispersas en una matriz no magnética maleable pueden ser reconfiguradas o reprogramadas mediante la aplicación de estímulos externos como son el moldeo, el campo magnético y temperatura, a través de los cuales se puede variar la geometría del material así como el ordenamiento de las partículas en la matriz. Esto permite variar de manera controlada, reversible y por diseño la anisotropía magnética del material.

Objetivo general: Poner a punto y validar la metodología para fabricar materiales compósitos maleables con propiedades magnéticas reconfigurables y mostrar diferentes mecanismos y comportamientos magnéticos que se pueden obtener al variar el tipo de material magnético, la geometría y dimensiones del compósito así como el ordenamiento de las partículas en la matriz y demostrar que esto permite variar de manera controlada, reversible y por diseño la anisotropía magnética total del material.

3.3. Objetivos específicos

El desarrollo del proyecto se planteó en diferentes etapas en base a las cuales hemos definido los objetivos específicos y la metodología general.

Fabricación de los materiales compósitos: Poner a punto el proceso y metodología de fabricación de los compósitos, tal que se asegure que la fabricación es reproducible, que se logra una dispersión homogénea de las partículas en la matriz e identificando si existen concentraciones críticas por encima de las cuales el compósito ya no es maleable.

Construcción de una balanza digital: Realizar la construcción y puesta a punto y validación de un montaje experimental basado en una balanza digital en la cual se pueda medir el cambio de masa de un material magnético debido a la fuerza ejercida por un gradiente de campo externo aplicado utilizando una celda de carga acoplada a una plataforma Arduino.

Caracterización de los materiales magnéticos comerciales utilizados: Caracterizar la microestructura de los materiales de magnetita mineral, hierro carbonilo, níquel y ferrita de bario mediante rayos X y microscopía electrónica de barrido, y de manera complementaria medir sus ciclos de histéresis.

Puesta a punto de guía de onda y mediciones de resonancia ferromagnética: Realizar la adaptación del material compósito para fabricar una guía de onda tipo coplanar que permita observar la absorción microondas del compósito y posteriormente medir las propiedades de resonancia ferromagnética.

Modular la anisotropía del compósito variando su forma: Analizar cambios en las propiedades magnéticas del compósito inducidas por cambios en su geometría y verificar que dichos cambios son coherentes con la forma y simetría.

Modular la anisotropía del compósito usando temperatura y campo aplicado: Analizar cambios en las propiedades magnéticas del compósito inducidas al emplear un tratamiento térmico para ablandar la matriz no magnética y posteriormente aplicar campo

para inducir la formación de estructuras filamentosas de partículas magnéticas. Analizar las propiedades de anisotropía cuando se mantiene fija la geometría del material y las partículas son ordenadas en diferentes direcciones.

Modular la anisotropía del compuesto mediante la polarización de partículas duras: Analizar cambios en las propiedades magnéticas del compuesto que contiene partículas del material duro (ferrita de Bario) cuando éste es polarizado con un campo magnético aplicado en direcciones específicas.

Modular la anisotropía del compuesto mediante huecos no magnéticos: Analizar cambios en las propiedades magnéticas del compuesto inducidas al introducir huecos no magnéticos con forma bien definida y que se distribuyen también de manera bien definida en el compuesto.

Capítulo 4

Materiales y métodos

El trabajo experimental desarrollado en el presente trabajo consistió en la fabricación de los materiales compósitos que como parte de su implementación fueron sujetos a tratamientos térmicos y a campos magnético aplicados. También se realizaron los estudios de caracterización física y estructural necesarios sobre los materiales empleados. A continuación se detallan los materiales y métodos que fueron empleados para la realización del presente trabajo.

4.1. Materiales

Para la fabricación de los materiales compósitos se han utilizado matrices no-magnéticas termoplásticas así como partículas de materiales magnéticos obtenidos como polvos.

Matrices no-magnéticas: Como materiales no-magnéticos que se probaron para usarlos como matriz moldeable en la cual se pudieran dispersar y eventualmente organizar las partículas con calor y campo magnético, están la plastilina para manualidades, figura 4.1 (a) y la parafina histológica, figura 4.1 (b). Estos materiales nos interesaron por que poseen la propiedad de termoplasticidad. La termoplastidad es la capacidad de ciertos materiales, como la plastilina o parafina, de ablandarse y volverse maleables cuando se exponen al calor, lo que les permite ser moldeados y dar forma fácilmente. Para este trabajo, además de poder moldearlos o darles forma fácilmente, también nos interesa la posibilidad de reacomodar partículas magnéticas ablandando la matriz con calor y aplicando un campo magnético.



Figura 4.1: (a) Plastilina para manualidades y (b) Parafina Histológica.

Partículas magnéticas: En el presente trabajo se utilizaron cuatro tipos de partículas magnéticas, tres son magnéticamente suaves y una dura.

Los materiales suaves que se usaron son: (a) polvo de magnetita mineral polidisperso que contiene 93 % de magnetita y 7 % de impurezas no magnéticas obtenido en la mina de Peña Colorada, ubicada en el estado de Colima, (b) hierro carbonilo tamaño $< 5-9 \mu\text{m}$, marca Sigma-Aldrich (CAS 44890) y (c) níquel metálico con tamaño de partícula $< 50 \mu\text{m}$, marca Sigma-Aldrich (CAS 266981). Finalmente, como material magnético duro se usó la hexaferrita de Bario, $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ (Barium dodecairon nonadecaóxide), Alfa Aesar (CAS 87688).

4.2. Equipo menor de laboratorio

Para la fabricación de las muestras se ha utilizado el siguiente equipo menor:

- Balanza analítica,
- placa calentadora con agitación magnética,
- horno eléctrico,
- desecador con bomba de vacío.

Adicionalmente, para la fabricación de muestras, en particular para estructurar, acomodar, ordenar o incluso magnetizar las partículas magnéticas, es necesario aplicarles campo magnético.

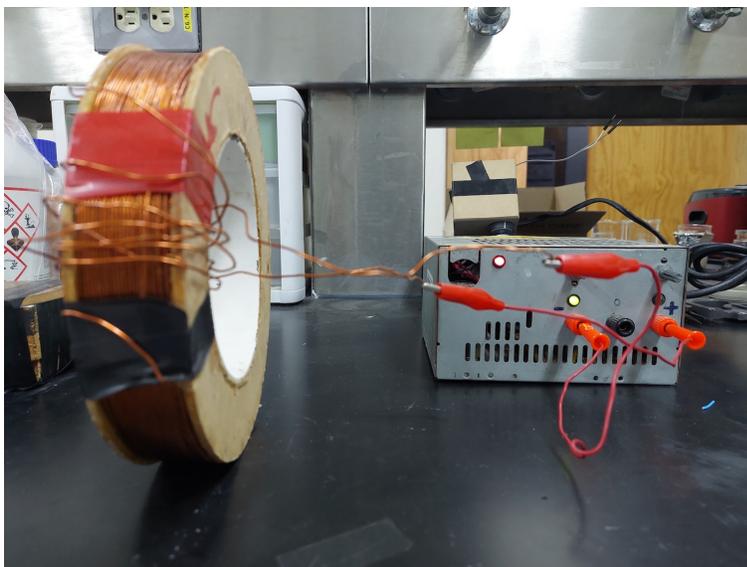


Figura 4.2: Configuración de bobina empleada para aplicar un campo magético de 5.9 mT (59 Oe).

Para este fin se ha utilizado un imán permanente de NdFeB grado N52 de 50mm \times 50mm \times 25mm y una bobina alimentada por una fuente DC, la cual se muestra en la figura 4.2.

Para medir el campo magnético se ha utilizado un Gaussmetro de mano HT20. Este Gaussmetro tiene un rango de medida: 0/200/2000 mT con una resolución: 0.1 mT/1 mT y una precisión: 1T, dígitos \pm 5% + 3. Con este equipo se midió la intensidad del campo magnético en la superficie del imán de NdFeB siendo ésta de 429 mT o 4290 Oe, mientras que para la bobina; ésta proporciona un campo homogéneo en su centro de 5.9 mT o 59 Oe.

4.3. Caracterización

Para la caracterización de los materiales se ha utilizado la difracción de rayos X para analizar las propiedades estructurales de las diferentes partículas magnéticas utilizadas. Con este fin se empleo el difractómetro Smartlab RIGAKU con radiación de Cu $K\alpha$ ($\lambda = 0.15405$ nm), ubicado en el LINAN y cuya foto se muestra en la figura 4.3 (a). La morfología de las partículas se analizó mediante la microscopía electrónica de barrido. En este trabajo se utilizó el sistema FEI - ESEM QUANTA FEG-250 disponible en el LINAN, figura 4.3 (b). Es un microscopio ambiental o Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM por sus siglas en inglés) el cual permite el análisis de muestras no conductoras y húmedas. Las curvas de histéresis se midieron a temperatura ambiente utilizando un magnetómetro de gradiente alternante, MicroMag Model 2900 AGM System, de Princenton Measurements Corporation, cuya imagen se muestra en la figura 4.3 (c) o bien el sistema VSM PPMS Dynacool de

Quantum Design ubicado en el LINAN y cuya foto se muestra en la figura 4.3 (d).



Figura 4.3: (a) Difractómetro de Rayos X, (b) Microscopio de Barrido Electrónico Ambiental, y (c) Magnetómetro de gradiente alternante (d) sistema PPMS Dynacool para magnetometría VSM.

4.4. Fabricación de compósitos usando matrices no magnéticas termoplásticas

Con el fin de obtener compuestos magnéticos basados en una matriz no magnética se emplearon matrices suaves de cambio de fase, o termoplásticas, de plastilina comercial y parafina histológica, ambas con punto de fusión entre 58°C y 60°C . Las partículas magnéticas fueron dispersadas en la fase no magnéticas con el fin poder reprogramar o reconfigurar la respuesta magnética del material. Esto es posible gracias a la propiedad de termoplaticidad de la plastilina y la parafina. Por lo tanto al calentar el sistema podemos reprogramar o re-

configurar la geometría o forma macroscópica del compuesto o bien el ordenamiento de las partículas al interior utilizando un campo magnético externo.

De manera general, el protocolo que se siguió para fabricar el material compuesto/compósito en el cual se dispersan partículas en una matriz maleable fue el siguiente:

1. Preparación de la matriz maleable:

- a) Plastilina: para emplear la plastilina como matriz suave, únicamente se seleccionaron 72.83 gramos no se requiere aplicar tratamientos térmicos, modificaciones químicas, ni manipulaciones especiales.
- b) Parafina: para emplear la parafina como matriz suave se necesita incorporar las partículas magnéticas para lograr esto se debe llevar a cabo el proceso de fusión de la parafina para esto se utiliza una placa calentadora. Así 5 gramos de parafina deben ser colocados en la placa calentadora a una temperatura de 100 °C. La parafina se debe mantener a esta temperatura durante 5 minutos, permitiendo que se derrita por completo.

2. Selección de las partículas:

- a) Escoger las partículas adecuadas para dispersar en la matriz maleable. Pueden ser partículas de diferentes materiales. Para la realización de esta investigación se emplearon Níquel, Magnetita Mineral y Ferrita de Bario.

3. Medición y mezcla de las partículas:

- a) Plastilina: Para incorporar las partículas magnéticas en polvo a la plastilina, se debe amasar en conjunto agregando gradualmente las partículas magnéticas en polvo a la plastilina buscando una distribución uniforme.
- b) Parafina: A la parafina líquida se añaden cuidadosamente las partículas magnéticas. Estas se deben mezclar de manera homogénea hasta lograr una distribución uniforme de las partículas en la parafina líquida.

4. Moldeado o modelado:

- a) Plastilina: Debido a la naturaleza moldeable de la plastilina, podemos crear cualquier forma deseada empleando las manos o moldes con las geometrías de interés.
- b) Parafina: el líquido resultante de la mezcla de parafina con partículas magnéticas debe ser vertido en moldes con las geometrías de interés. Los moldes se deben mantener a temperatura ambiente para permitir que la mezcla se enfríe y solidificarla naturalmente. En caso de buscar un compuesto magnético con partículas ordenadas en alguna dirección, se debe el molde debe mantenerse a temperatura ambiente en exposición de un campo magnético en la dirección que se deseen alinear las partículas.

4.4.1. Plastilina Magnética

Se incorporaron partículas magnéticas a la plastilina de forma gradual hasta llegar a un punto en el que el material perdió su maleabilidad y comenzó a quebrarse debido a la sobresaturación de partículas magnéticas. Este punto crítico se alcanzó a con 66.06 gramos de Magnetita mineral en 72.83 gramos de plastilina. Este punto crítico se tomó como referencia, representando el 100% de concentración de partículas en la plastilina. A partir de este punto crítico, se utilizó esta concentración máxima como base para realizar mezclas con concentraciones menores. De esta forma se realizaron otras tres diferentes muestras de plastilina magnética con diferente concentración 75%, 50% y 25%, permitiendo así estudiar los efectos de diferentes proporciones de partículas magnéticas en la plastilina. En la figura 4.4 Se observa el cambio de la plastilina al introducirle Magnetita mineral.

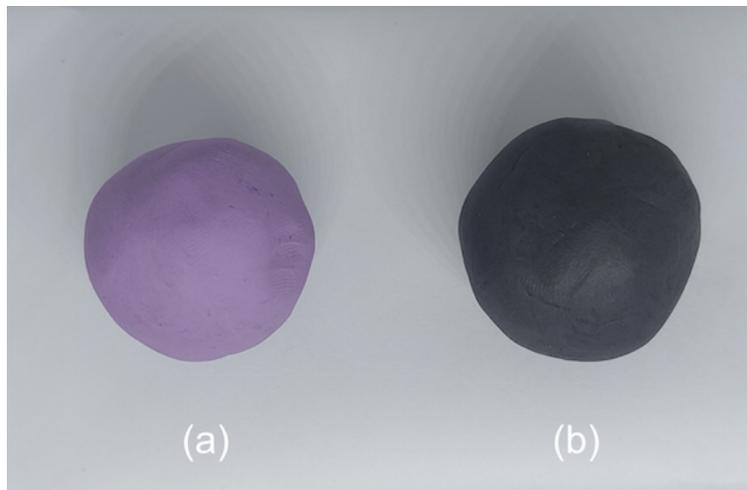


Figura 4.4: (a) Plastilina de manualidades (b) Plastilina con partículas de Magnetita mineral.

4.4.2. Parafina histológica magnética

Para la fabricación de las muestras en forma de disco y cuadrado de parafina se vertieron 5 gramos de parafina histológica en un vaso de precipitado para después calentarlo en una placa de calentamiento a 100°C durante 20 minutos una vez derretida la parafina, se le añadieron 5 gramos de magnetita mineral. Se vertieron 2.5 gramos de la mezcla aún líquida en dos diferentes moldes, un molde cilíndrico de diámetro de 2 cm con 0.4 cm de ancho y un molde cuadrangular de 2 cm de lado con 0.4 cm de ancho.

Se realizaron tres diferentes muestras utilizando dos diferentes moldes: (1) Se vertieron 2.5 gramos de la mezcla de parafina con partículas de magnetita mineral en el molde y se dejaron reposar a temperatura ambiente hasta conseguir su estado sólido, logrando mantener

con esto un sistema de partículas ordenadas aleatoriamente. (2) Se vertieron 2.5 gramos de la mezcla de parafina con partículas de magnetita mineral en el molde y se dejaron reposar a temperatura ambiente mientras se aplicó un campo magnético generado por una bobina paralelo al eje de los moldes, logrando con esto una diferente orientación. (3) Se vertieron 2.5 gramos de la mezcla de parafina con partículas de magnetita mineral en el molde y se dejaron reposar a temperatura ambiente mientras se aplicó un campo magnético generado por una bobina perpendicular al eje de los molde, logrando con esto un sistema de partículas ordenadas perpendicular al campo H_a en la figura 7.15 y 7.17 se puede observar un esquema de las muestras obtenidas las cuales se midieron en la balanza. Para medir la resonancia ferromagnética en compósitos de parafina se hicieron dos diferentes mezclas de parafina con material magnético, uno de con polvo de níquel y otro con magnetita mineral con la misma concentración. En este caso se vertieron 5 gramos de parafina histológica en un vaso de precipitado para después calentarlo en una placa de calentamiento a 100°C durante 20 minutos una vez derretida la parafina, se le añadieron 2 gramos de material magnético, obteniendo así una dos compósitos magnéticos de parafina, uno de níquel y otro con partículas de magnetita mineral.

Capítulo 5

Construcción de dispositivo de medición de fuerza magnética

Como se mencionó en capítulos anteriores, se identificó en interés de contar con un sistema de medición que permita analizar cualitativa o cuantitativamente la respuesta magnética de un material. En particular para casos en los que el tamaño del material a medir supera las capacidades permitidas en equipos tradicionales de magnetometría. En este sentido, el presente trabajo buscó realizar la construcción y puesta a punto de un sistema basado en una balanza digital en la cual se pueda medir el cambio de masa de un material magnético debido a la fuerza ejercida por un gradiente de campo externo aplicado.

Como fue discutido en los antecedentes, hay varios diseños reportados en la literatura, cada uno con sus virtudes, ventajas y limitantes [55, 56, 57, 58, 67, 68, 69, 70]. Aquí se ha optado en una primera aproximación por fabricar un sistema basado en una celda de carga acoplada a una plataforma Arduino para realizar mediciones de masa en función de un campo aplicado. Las principales ventajas que buscamos obtener con este enfoque a diferencia de usar una balanza digital comercial son :

- Diseño flexible y posibilidad de personalizar la configuración experimental: el sistema puede ser diseñado, y no adaptado, para obtener un mejor desempeño, eliminar elementos y variables que hacen más complicado el experimento o que incluso pueden introducir fuentes de error o incertidumbre. Por ejemplo, se puede usar una celda de carga con rango de masas adecuada o específica a los sistemas que se van a medir. La medición de campo magnético también se puede hacer de acuerdo a la configuración experimental, en particular usando sensores de campo con los rangos de detección adecuados. Finalmente, la construcción se puede hacer de manera que se evite el uso de piezas que respondan al campo magnético (tornillos, tuercas, etc.) y que puedan

introducir errores.

- Se puede diseñar de manera que solo desarrolle la función deseada, simplificando así el diseño e implementación. Permite incluir elementos adicionales de monitoreo o control. Por último, se puede programar para que su desempeño cumpla con las características deseadas (cantidad de datos, frecuencia de muestreo, cifras significativas, cálculos y conversiones de las mediciones) y también nos permite definir como se guardan y exportan los datos.
- Complejidad configurable del montaje: la implementación de la balanza basada en Arduino nos dan mucha libertad para configurar el experimento. Empezando por que según el tipo de materiales a medir, se puede cambiar la celda de carga sin mayor dificultad para trabajar con materiales de diferentes rangos de masa. Adicionalmente, empleando el Arduino es fácil incorporar mas componentes y sensores al montaje. En el presente trabajo se ha incluido un sensor de campo magnético por efecto Hall, pero se podrían incluir varios de estos sensores si fuera necesario. Así mismo, se pueden acoplar también bobinas o electroimanes para aplicar campo, e incluso incluir sensores de corriente para el monitoreo de estas componentes.
- Facilidad para la adquisición de datos: las balanzas digitales de cocina, no permiten acceso a los datos, es decir, no es fácil acceder a partir de los circuitos y componentes a las lecturas. Existen opciones comerciales que permiten enlazar vía bluetooth o bien con interfaces dedicadas para conectar a equipo de computo. Sin embargo estas opciones resultan ser más costosas.
- Mejor precio: la compra de una balanza comercial adecuada para ser adaptada para este experimento es mayor a la suma del costo de las componentes individuales requeridas para el diseño base Arduino.

El sistema que se diseñó e implementó solo contará con capacidades cualitativas ya que la implementación cuantitativa requiere de más tiempo y una inversión más importante.

Para la construcción del dispositivo de medición de fuerza magnética se empleó una plataforma de creación de electrónica de código abierto Arduino-Uno a la cual se le implementaron dos sensores diferentes, una celda de carga HX711 con carga máxima de 100 gr con la que se obtiene la medición del peso y un sensor de efecto Hall 49E el cual mide campo magnético.

La celda de carga HX711 [figura 5.1 (a)] es una celda de carga es un transductor capaz de convertir una fuerza en una señal eléctrica, esto la hace a través uno o más galgas internas que posee, configuradas en un puente Wheatstone. Para la programación de la celda de carga se emplea un modulo transmisor de celda de carga HX711 [figura 5.1 (b)], este módulo es una interface entre las celdas de carga y el microcontrolador, permitiendo poder leer el peso de manera sencilla. Internamente se encarga de la lectura del puente wheatstone formado por

la celda de carga, convirtiendo la lectura analógica a digital con su conversor A/D interno de 24 bits. Es muy utilizado en procesos industriales, sistemas de medición automatizada e industria médica. Se comunica con el microcontrolador mediante 2 pines (Clock y Data) de forma serial [72].

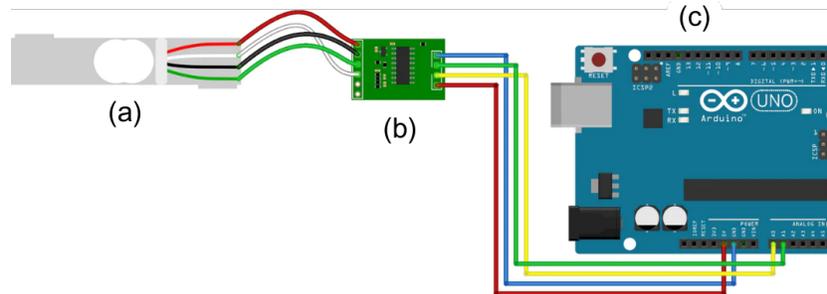


Figura 5.1: Conexiones entre la Celda de carga, módulo HX711 y Arduino. (a) Celda de carga (b) Trasmisor de celda de carga HX711 (c) Arduino.

El sensor de efecto Hall [figura 5.2 (a)] que se empleó fue el SS49E el cual es lineal y de bajo costo de perteneciente a la serie SS39ET/SS49E/SS59ET, se caracteriza por ser un dispositivo pequeño y versátil que funciona tanto en campo magnético de un imán permanente como de un electroimán. Está diseñado y fabricado para la competitividad de costos. El voltaje de salida de fuente lineal lo establece el voltaje de suministro y varía en proporción a la fuerza del campo magnético. La capacidad de bajo voltaje de hasta 2,5 V CC y el consumo de corriente reducido de solo 6 mA, por lo general a 5 V CC, ayudan a que este producto sea eficiente desde el punto de vista energético. El circuito integrado presenta una salida de bajo ruido, lo que hace innecesario el uso de filtrado externo. Estos circuitos integrados de sensores interactúan con muchos componentes eléctricos sin almacenamiento en búfer. También incluyen resistencias de película delgada para proporcionar una mayor estabilidad y precisión de la temperatura.

Estos circuitos integrados de sensores de efecto Hall lineales tienen un rango de temperatura de funcionamiento de $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ [$-40\text{ }^{\circ}\text{F}$ a $212\text{ }^{\circ}\text{F}$], adecuados para entornos industriales y médicos. El equilibrio térmico permite un funcionamiento estable en todo el rango de temperatura [73].

La celda de carga HX711 se construyó con tablas de MDF y tornillos de plástico para evitar interferencia al momento de realizar las mediciones de esta forma se elimina la necesidad de utilizar un porta muestras o un soporte como se puede encontrar en la literatura [55, 68, 69, 70].

Además, para obtener un desplazamiento en el eje z perpendicular a las muestras a medir, se utilizó un motor a pasos obtenido de un escáner logrando así, tener un dispositivo de caracterización magnética de bajo costo. La configuración del dispositivo se muestra en la figura 5.3, mientras que en la figura 5.4 se muestran fotografías de la implementación del

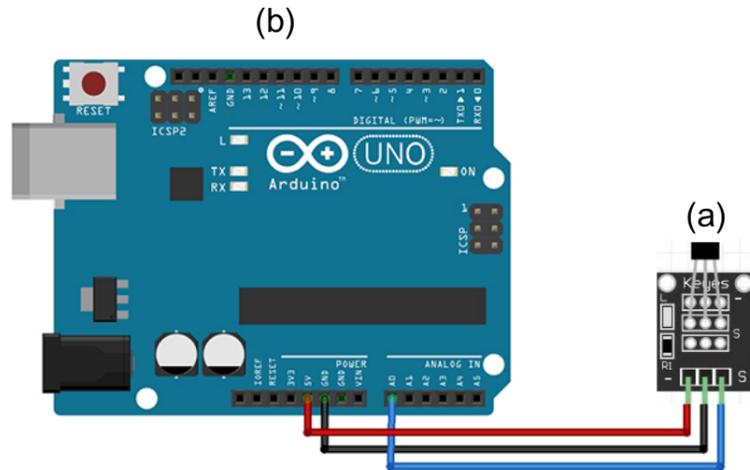


Figura 5.2: Conexiones entre sensor de efecto Hall y Arduino (a) Sensor de efecto Hall 49E (b) Arduino.

montaje, (a) conexión de sensor de efecto Hall con Arduino (b) conexión de sensor de efecto Hall y Celda de carga HX711 con Arduino (c) configuración para el plato de la balanza (d) conexión de sensor de efecto Hall y Celda de carga HX711 con Arduino con plato.

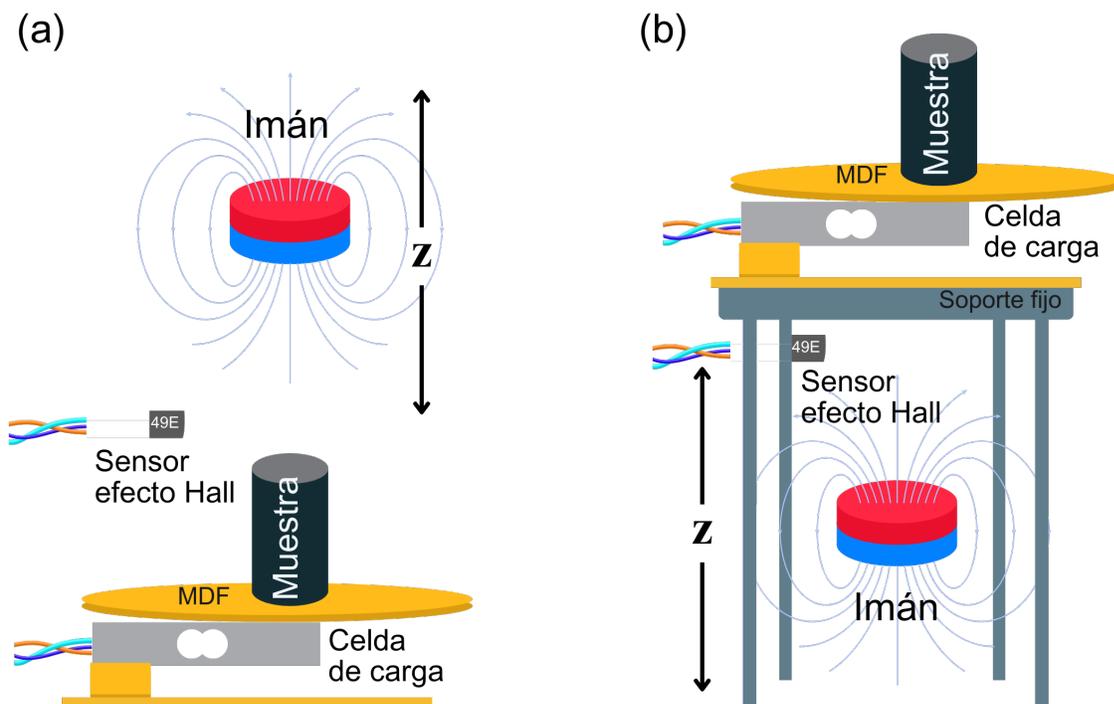


Figura 5.3: (a) primer diseño del dispositivo (b) diseño final.

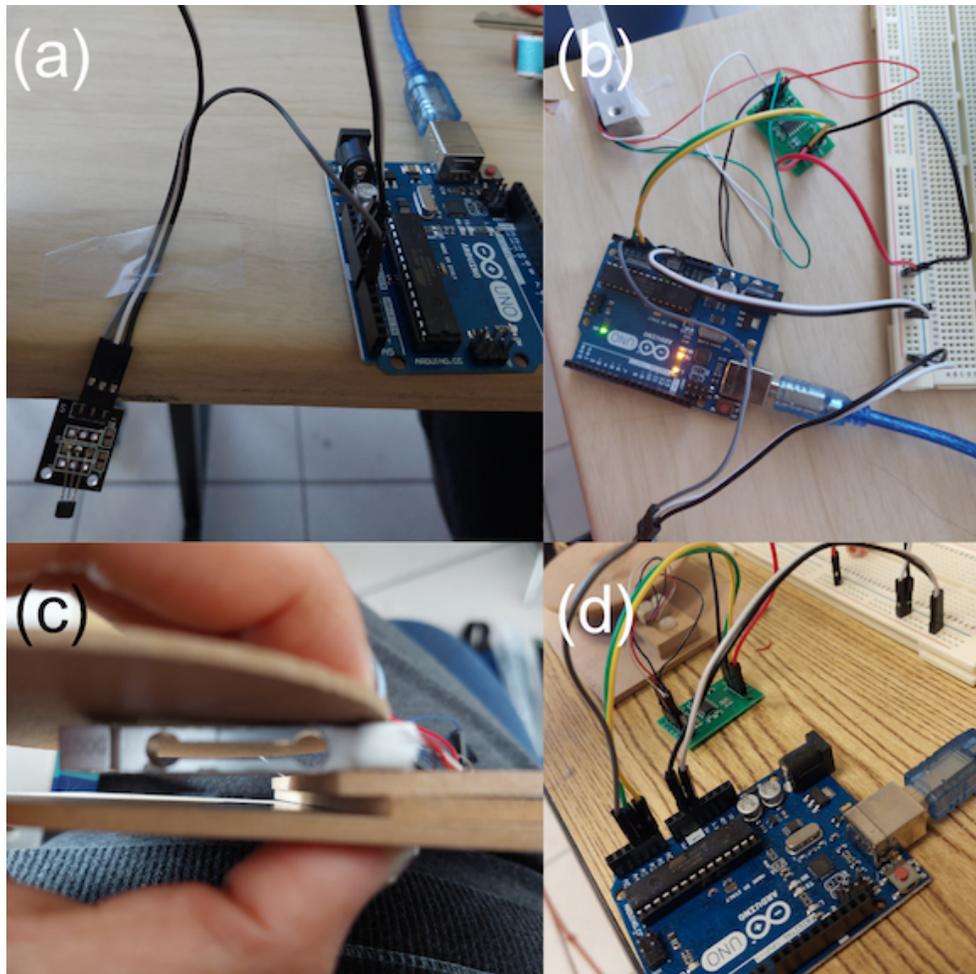


Figura 5.4: Proceso de construcción de balanza magnética (a) conexión de sensor de efecto Hall con Arduino (b) conexión de sensor de efecto Hall y Celda de carga HX711 con Arduino (c) configuración para el plato de la balanza (d) conexión de sensor de efecto Hall y Celda de carga HX711 con Arduino con plato.

La celda de carga HX711 y el sensor de Hall fueron programados empleando las librerías del IDE (entorno de desarrollo integrado) de Arduino. Las mediciones de ambos sensores se obtienen en archivos .txt en dos columnas mediante el programa *CoolTerm*. Una vez programada la celda de carga HX711, la interfaz entrega un valor “bruto” la cual es la respuesta de un transductor capaz de convertir una fuerza en una señal eléctrica, esto la hace a través uno o más galgas internas. Se colocaron seis diferentes pesos de calibración de 10 gr, 20 gr, 50 gr, 60 gr, 70 gr, 90 gr arbitrariamente sobre la balanza. Cada peso entrega un valor bruto diferente, de este valor se toma el promedio y el promedio se divide entre el peso conocido siguiendo la ecuación 5.1.

$$Escala = \frac{\text{Valor promedio de la lectura}}{\text{Peso de Calibración}} \quad (5.1)$$

Así, se obtuvo el valor de escala de los seis diferentes pesos, y de estos seis valores de escala

se tomo el promedio como el valor de escala oficial. De esta manera se obtiene el valor de la escala, valor que será colocado en el código de programación de la celda de carga. Para la calibración de la celda de carga se midieron pesos de calibración desde 1 gr hasta 95 gr. En la figura 5.5 se observa la curva de calibración.

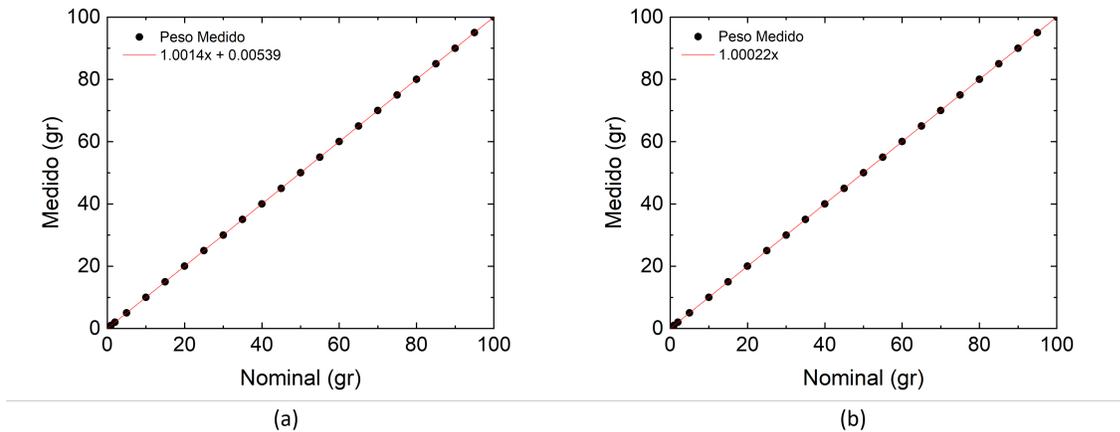


Figura 5.5: (a) Curva de Calibración con ajuste lineal (b) Curva de Calibración con ajuste lineal con intersección en $y = 0$.

Para la calibración del Sensor de efecto Hall se empleo un electroimán de 12V y un gaussímetro. Se midió el campo magnético del electroimán controlando el voltaje de 0.5 V a 10.5 V en pasos de 0.5 V con el gaussímetro y el sensor de efecto Hall conectado al Arduino Uno. En la figura 5.6 se observan las curvas de calibración obtenidas (a) se muestra las medidas obtenidas con ambos sensores mientras que en (b) se observa la diferencia entre ambos.

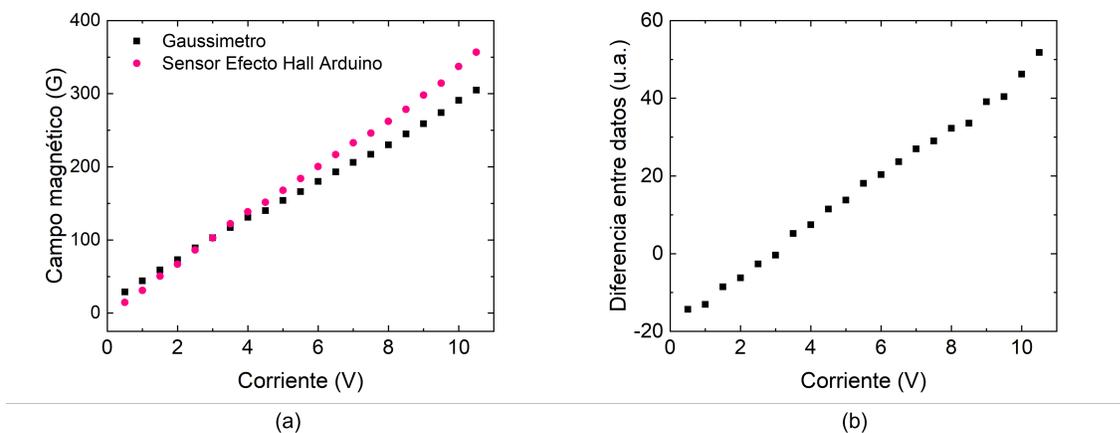


Figura 5.6: (a) Se muestra las medidas del sensor de efecto Hall conectado a Arduino Uno y el gaussímetro (b) La diferencia entre las mediciones de los sensores.

Además se realizaron cinco mediciones del campo magnético sin muestra para observar el comportamiento del aumento del campo magnético relativo a la distancia, en la figura 5.7 se muestra la curva obtenida del promedio de las mediciones realizadas.

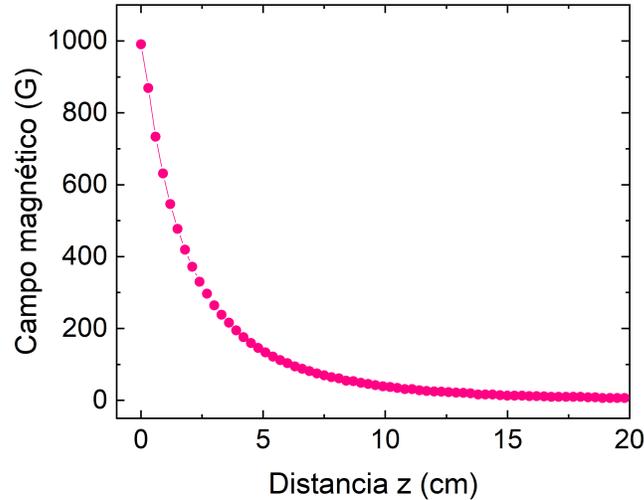


Figura 5.7: Curva del campo magnético del imán permanente lo largo de la distancia z.

Las mediciones se realizaron siguiendo los siguientes pasos:

1. Se carga el programa en la placa de programación Arduino y se conecta a la aplicación *CoolTerm* la cual generara un archivo .txt con los datos obtenidos.
2. Se coloca la muestra en el plato de la balanza, una vez obtenido el peso final de la muestra, se inicia el desplazamiento del imán en dirección z acercándose a la muestra, para provocar un aumento de campo que se traducirá en la disminución de la masa de la muestra.
3. Una vez que la masa llega a 0.0 gr se guarda el archivo .txt y con el cual se puede obtener la fuerza magnética en cada punto del desplazamiento empleando la formula $F = \Delta m \cdot g$.

El archivo que se obtiene contiene las coordenadas de masa e intensidad del campo magnético aplicado. El valor de masa inicial corresponde al valor medido cuando el campo aplicado es igual a cero, sea este valor m_0 . El cambio de masa se obtiene para cada valor medido de masa $m_i(H)$ como,

$$\Delta m_i = m_i(H) - m_0. \quad (5.2)$$

Para terminar, se han realizado mediciones de diferentes sistemas magnéticos suaves con el fin de validar la capacidad del sistema para medir cambios de masa inducidos por la fuerza relacionada con la intensidad del gradiente campo magnético aplicado.

En la figura 5.8 se muestra (a) la masa en función del campo y (b) el correspondiente cambio de masa. Se presentan las mediciones realizadas sobre cuatro muestras de materiales que responden al campo: un plato con bisutería, un frasco con magnetita mineral, un cilindro de monedas de 50 centavos y un cilindro de un elastómero magnético.

En la figura 5.8 (a) vemos que a la escala de la gráfica, no se observan cambios muy grandes al variar el campo magnético. Sin embargo aquí la intención es mencionar que estos son los puntos que se obtiene en el archivo de salida. Para nuestro sistema, la celda de carga es de 100 gr y como vemos aquí, los datos se pueden medir sin problema hasta para la muestra de menor masa, que en este caso es de ≈ 24 gr. Es importante comentar que los valores de masa que se han medido están en un rango de 25 a 60 gr, lo cual es grande y no compatible con lo que es permitido en un sistema de medición como un magnetómetro.

La cantidad relevante que se obtiene de la medición es el cambio de masa Δm ya que es la que se puede relacionar con la fuerza magnética, F_{mag} mediante $F_{mag} = \Delta m \cdot g$, como se muestra en la figura 5.8 (b) para cada muestra.

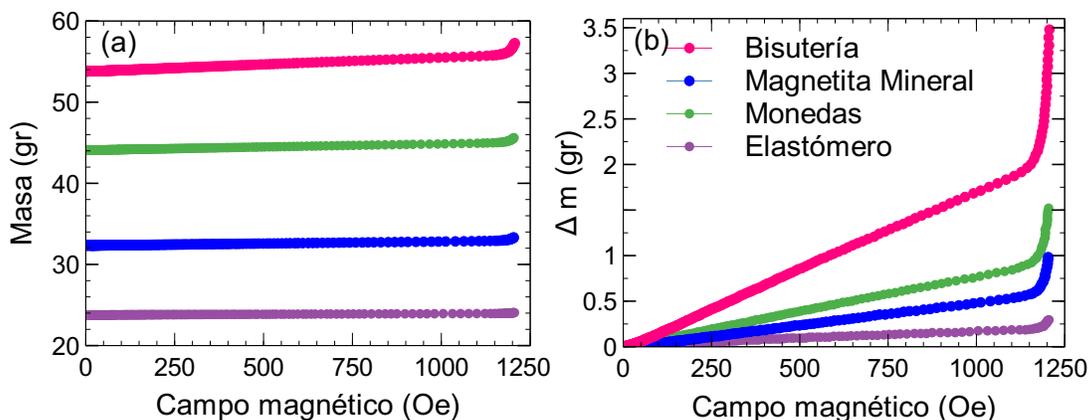


Figura 5.8: Curvas de cambio de masa en función del campo magnético aplicado para un plato con bisutería, un frasco con magnetita mineral, un cilindro de monedas de 50 centavos y un cilindro de un elastómero magnético.

Respecto a las curvas mostradas en la figura 5.8 (b), éstas se interpretan de la siguiente manera: El incremento lineal que vemos para el rango de campos entre 0 y 1100 Oe se debe al incremento de la magnetización, o polarización, del material cuando aumenta el valor del campo aplicado. Este incremento de la magnetización con el campo, se puede relacionar con la parte correspondiente al ciclo de histéresis del material. En todas las curvas

observamos que cuando el campo es mayor a 1100 Oe, la masa deja el comportamiento lineal y muestra un incremento muy rápido. Este incremento rápido resulta del hecho que el campo aplicado proviene de un imán permanente que se acerca al plato de la balanza. A partir de cierta distancia, el campo crece más rápido lo que produce un incremento más rápido de la masa. Llegando finalmente al valor máximo detectable por el sensor de efecto Hall que se ha utilizado.

Cuando comparamos diferentes curvas, la interpretación es que a un valor dado de campo, la curva con mayor cambio de masa es la que gana mas magnetización. Al contrario, la curva con menor cambio de masa es aquella que se magnetizó menos a ese valor de campo. Por ejemplo, de los resultados mostrados en la figura 5.8, concluimos que la bisutería es el que se magnetiza más fácilmente, seguido de las monedas, frasco con magnetita mineral y el elastómero magnético, respectivamente.

En la figura 5.9 se muestran dos mediciones realizadas sobre una esfera de acero. Entre mediciones, la esfera se quitó y se volvió a colocar sobre la balanza. Como se puede ver, las dos curvas tienen un comportamiento creciente cuando aumenta la magnitud del campo aplicado. Esto indica que el material en prueba siente una fuerza magnética atractiva, cuya magnitud aumenta cuando se incrementa la intensidad del campo magnético aplicado, resultando en un incremento de la masa medida. Los resultados mostrados en la figura 5.9 muestran que la esfera se comporta igual al medirla en dos direcciones diferentes.

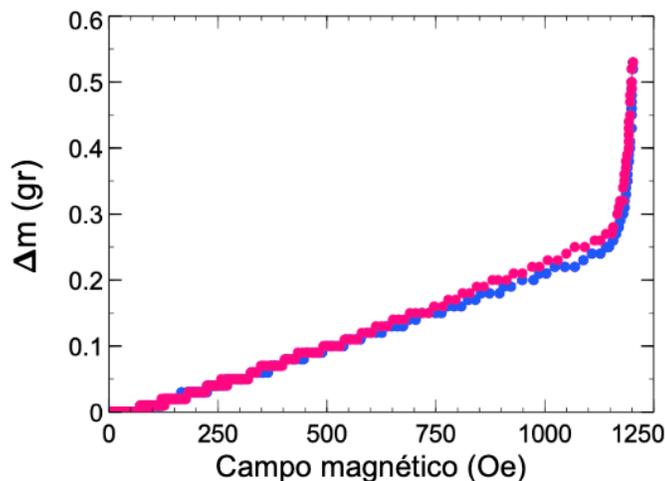


Figura 5.9: Curvas de cambio de masa en función del campo magnético aplicado para medida dos veces en una esfera de acero.

Los resultados anteriores muestran que la balanza digital que se ha construido si permite medir cambios de masa inducidos por un campo magnético aplicado sobre un material magnético. Como se mencionó, esta medición es únicamente cualitativa ya que a pesar de proporcionar valores correctos y precisos de la masa, no es posible con el montaje actual, de remontar hasta los valores de parámetros magnéticos como la susceptibilidad o magnetiza-

ción. De hecho con los valores de masa y cambio de masa que se obtienen, únicamente se puede hacer un estimado de la fuerza promedio responsable de dichos cambios ya que no se tiene conocimiento exacto del gradiente de campo que actúa sobre la muestra.

Capítulo 6

Resultados: Caracterización de materiales

A continuación presentamos los resultados de la caracterización de las partículas magnéticas que fueron empleadas en el presente trabajo. En total se han usado cinco materiales magnéticos en polvo. Tres magnéticamente suaves (magnetita mineral, hierro carbonilo y níquel) y uno magnéticamente duro (ferrita de bario). Estos materiales se han comprado y se ha preferido esto sobre la opción de hacer la síntesis por algún método químico ya que se necesita mucha masa de material y la síntesis química de manera general, tiene un rendimiento bajo, haciéndolo poco atractivo. En este sentido ha sido importante analizar las propiedades estructurales y magnéticas de estos materiales.

6.1. Magnetita mineral

La magnetita mineral corresponde a mineral extraído en la mina de Peña Colorada, ubicada en el estado de Colima. Este mineral fue procesado en la mina para remover impurezas no magnéticas. Sin embargo, el concentrado final que se nos proporcionó contiene 93 % de magnetita y 7 % de impurezas no magnéticas, principalmente aluminio-silicatos y el material se utilizó así. Este es un material con tamaño de partícula heterogéneo que por lo general se obtiene a la salida de la última etapa de separación magnética.

SEM: En la figura 6.1 (a) y (b) mostramos dos micrografías obtenidas a diferentes magnificaciones en SEM empleando el detector de electrones retrodispersados. En las imágenes

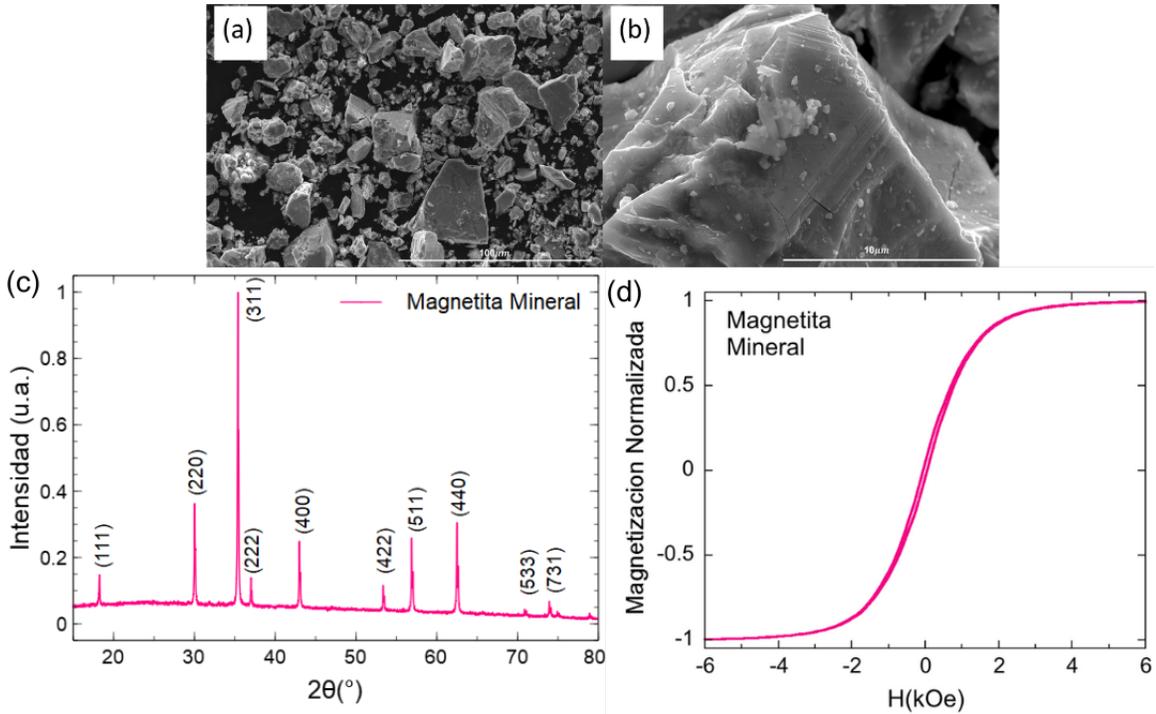


Figura 6.1: Caracterizaciones realizadas a la magnetita mineral. (a) y (b) micrografías SEM con diferente magnificación, (c) Difracción de rayos X, y (d) Ciclo de histéresis.

podemos observar diferentes tamaños de partícula inferiores $100 \mu\text{m}$. En las imágenes, la fase más brillante (ó blancas) es la magnetita y la fase oscura (gris) es la sílice (aluminosilcatos). También podemos ver que la forma de las partículas es muy irregular, lo cual se atribuye a que este polvo se obtiene mediante un proceso de molienda mecánica elemental.

Rayos X: La figura 6.1 (c) muestra la curva de difracción de rayos X de las partículas de magnetita mineral que fueron empleadas, en la cual observamos los planos cristalográficos característicos de la magnetita mineral. El difractograma experimental se indexó con la tarjeta cristalográfica PDF Card No. : 01-076-2948 con calidad: S. Se encontró que es Fe_2O_3 magnetita mineral con grupo espacial 227, sistema cristalino con parámetros de red $a=8.3950 \text{ \AA}$.

Magnetometría: En la figura 6.1 (d) se observa la curva de histéresis normalizada a la magnetización de saturación correspondiente al polvo de magnetita mineral. Como podemos observar, es un ciclo estrecho, con poca histéresis, baja remanencia así como un campo coercitivo bajo. Este comportamiento es característico de materiales suaves y este asimismo implica una pequeña cantidad de energía disipada al invertir repetidamente la magnetización.

6.2. Níquel metálico

Se han utilizado también partículas de níquel metálico. El interés por este material es que además de ser un material ferromagnético relativamente suave, es buen conductor eléctrico. Esto, con respecto a los óxidos de hierro, proporciona una propiedad adicional de conducción eléctrica. En este trabajo el material fue adquirido en Sigma-Aldrich, CAS 266981, que corresponde a níquel metálico con una pureza del 99.7% y un tamaño de partícula menor a $50\ \mu\text{m}$. El material tiene una densidad de $8.9\ \text{gr}/\text{cm}^3$ y una masa molar de $58.69\ \text{gr}/\text{mol}$. El material se usó como se recibió.

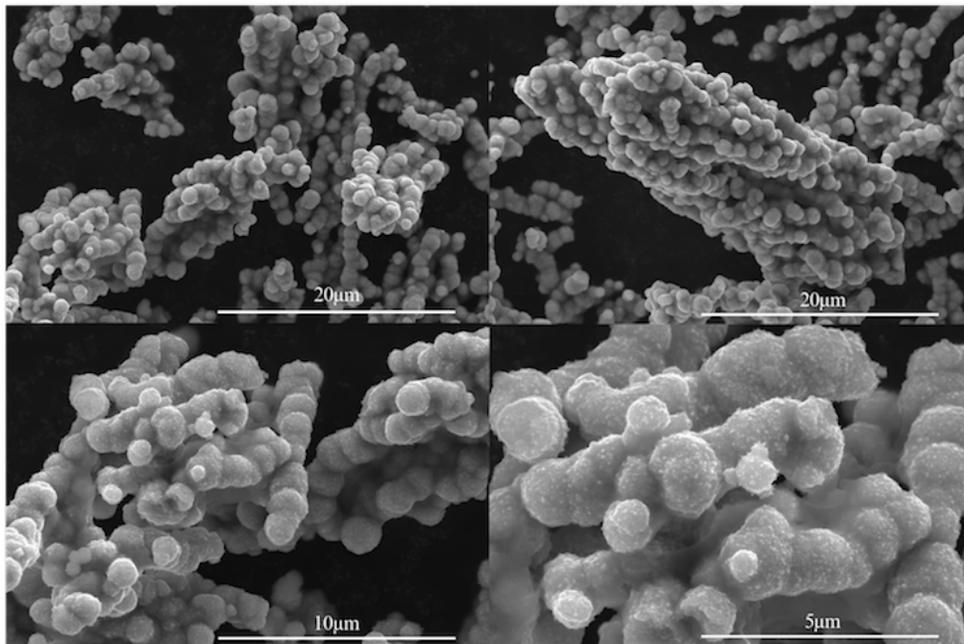


Figura 6.2: Micrografías SEM de los polvos de Níquel.

SEM: En la figura 6.2 podemos observar las micrografías del polvo de Níquel obtenidas en SEM con diferentes magnificaciones, las cuales fueron obtenidas con el detector de electrones secundarios las cuales observamos que el tamaño de partícula es inferior a $5\ \mu\text{m}$ lo cual concuerda con los datos de Sigma-Aldrich. Notamos que las partículas poseen geometría esférica y que estas partículas se encuentran agregadas unas con otras. Además, se empleó espectroscopía de rayos X de dispersión de energía (EDS) para analizar la composición elemental de la muestra. El espectro EDS obtenido de la muestra revela picos de rayos X característicos correspondientes al polvo de Níquel de Sigma-Aldrich el cual nos indica un porcentaje en peso de 64.25% Ni K, 28.29% C K, 7.26% O K y finalmente 0.2% de Al K como se observa en la figura 6.3 (a).

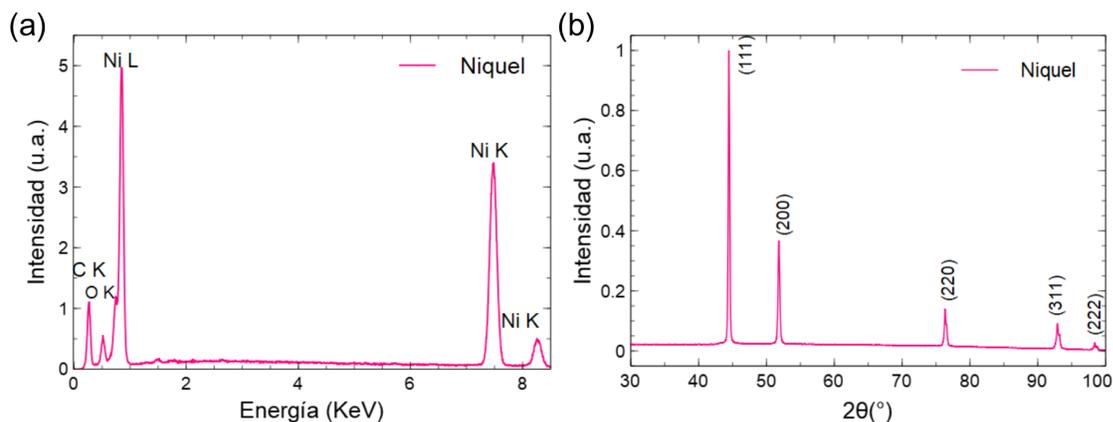


Figura 6.3: Caracterizaciones realizadas al polvo de Niquel (a) espectro EDX (b) Difracción de rayos X.

Rayos X: El difractograma de rayos X obtenido para el polvo de Níquel, se indexó con la tarjeta cristalográfica PDF Card No.: 03-065-2865 con calidad: I como se muestra en la figura 6.3 (b). Se encontró que es Níquel con grupo espacial 225, sistema cristalino cubico con parámetro de red $a=3.5240 \text{ \AA}$. El espectro registrado en el rango 2θ de 30° a 100° , exhibe picos prominentes en los valores de 2θ 44.29° , 51.85° , 76.38° , 92.93° y 98.44° correspondientes a los planos cristalográficos (111), (200), (220), (311) y (222) respectivamente.

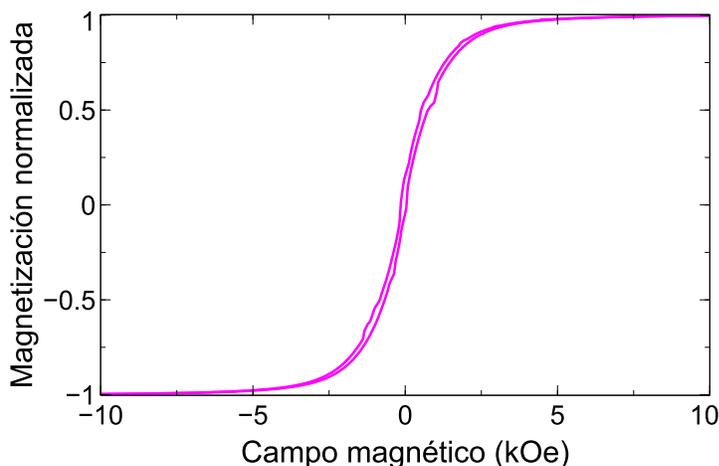


Figura 6.4: Ciclo de histéresis medido a temperatura ambiente de las partículas de Ni.

Finalmente, en la figura 6.4 se muestra el Ciclo de histéresis medido a temperatura ambiente de las partículas de Ni. Como se puede observar, el material muestra una histéresis pequeña con coercividad y remanencia bajas, indicativo de que el material es magnéticamente

te suave. Esto es lo esperado para el Ni metálico que tiene una estructura fcc y por lo tanto su anisotropía magnetocristalina es despreciable para fines prácticos.

6.3. Ferrita de Bario

Con el fin de tener la posibilidad de producir materiales compósitos con diferentes propiedades magnéticas, se ha considerado usar partículas de un material duro o permanente. Para este fin hemos utilizado hexaferrita de bario (CAS 87688 Alfa Aesar) $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ (Barium dodecairon nonadecaóxide), que es un referente de material magnético duro y que es muy empleado para la fabricación de imanes permanentes. Este material se obtiene como un polvo que además viene desmagnetizado.

SEM: En la figura 6.5 (a) y (b) podemos observar las micrografías de la hexaferrita de Bario obtenidas en SEM con dos magnificaciones, las cuales fueron obtenidas con el detector de electrones secundarios las cuales observamos que el tamaño de partícula inferior a $5\mu\text{m}$.

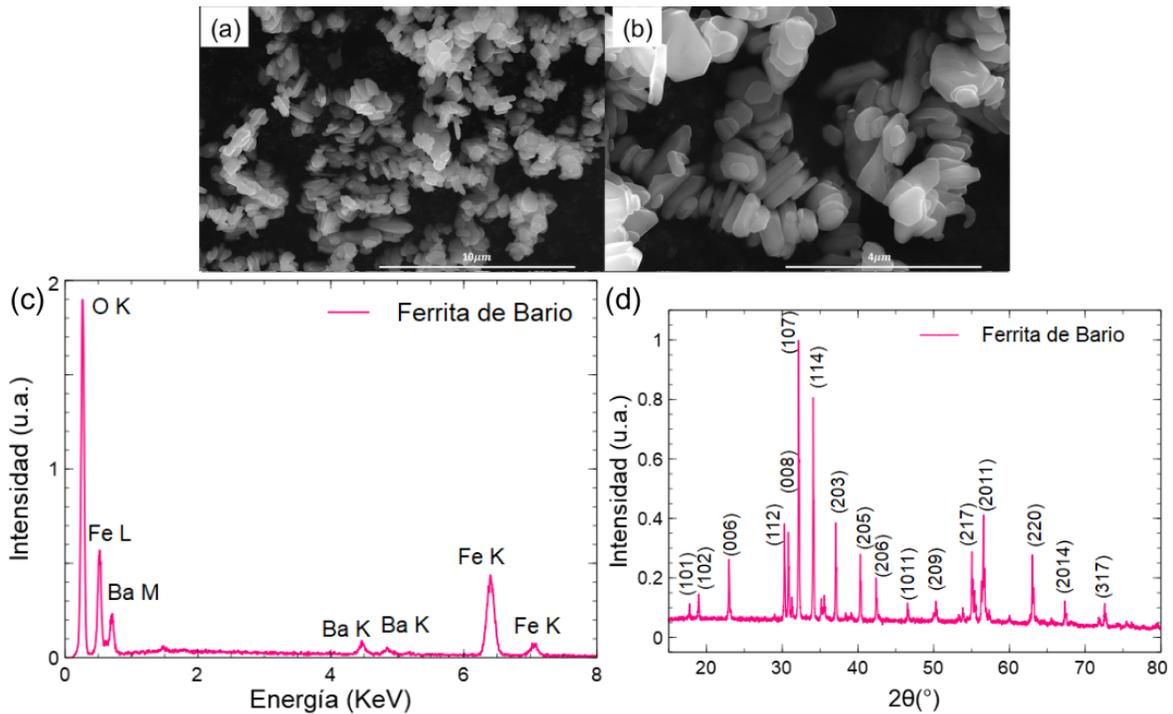


Figura 6.5: Caracterizaciones realizadas a la ferrita de bario, BaFeO . (a) y (b) micrografías SEM con diferente magnificación, (c) espectro EDX, y (d) Difracción de rayos X.

Adicionalmente, se realizó una confirmación adicional del contenido elemental de los polvos de Ferrita de Bario mediante análisis de rayos X de dispersión de energía (EDX)

como se muestra en la figura 6.5 (c) y en la cual se identifican el hierro y el bario, además del oxígeno.

Rayos X: El difractograma de rayos X obtenido para la Ferrita de Bario se muestra en la figura 6.5 (d), el cual se indexó con la tarjeta cristalográfica PDF Card No. : 01-074-1121 con calidad: I. Como se muestra en la figura 6.5 (d) se encontró que es Ferrita de Bario con grupo espacial 194, sistema cristalino hexagonal con parámetros de red $a=5.8930 \text{ \AA}$ y $c=23.1940 \text{ \AA}$.

Magnetometría: Se midió el ciclo de histéresis del polvo de Ferrita de Bario a temperatura ambiente. La curva obtenida se observa en la figura 6.6. En la figura se observa que la Ferrita de Bario posee un ciclo de histéresis característico de un material magnético duro. Su principal diferencia respecto a los ciclos de materiales suaves es un ensanchamiento en la curva, es decir, existe histéresis y por coincidencia el material tiene un valor de magnetización remanente diferente de cero al igual que el campo coercitivo que es diferente de cero. Se nota una curva bien comportada cerca del origen. Podemos notar que el material llega a su magnetización de saturación cerca de los 8 kOe. El ciclo de histéresis corresponde a los que existen en la literatura.

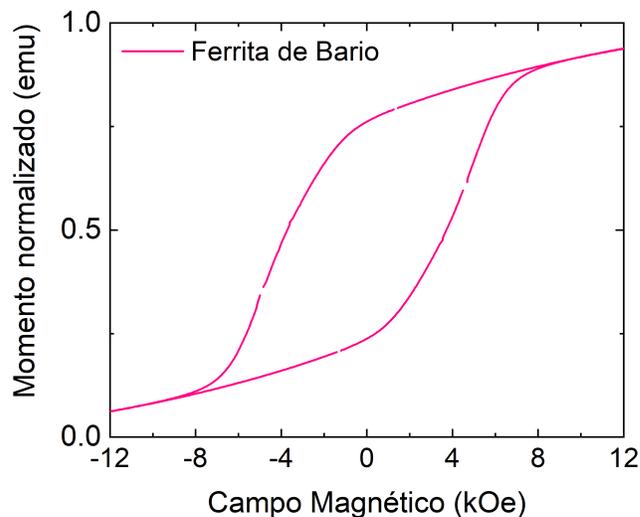


Figura 6.6: Ciclo de Histéresis medido a temperatura ambiente de las partículas de Ferrita de Bario.

Capítulo 7

Materiales compuestos magnéticos moldeables

En este capítulo se describe el estudio realizado referente a la fabricación de materiales compuestos magnéticos moldeables, el estudio de sus propiedades magnéticas y de resonancia ferromagnética así como de sus propiedades programables y reconfigurables obtenidas mediante estímulo externo de calor o bien campo magnético aplicado.

7.1. Propiedades magnéticas

Para medir las propiedades magnéticas de los compósitos plastilina/MagMin se tomó una muestra en polvo como referencia la cual se colocó en un porta muestras y muestras de plastilina con tres concentraciones de magnetita mineral, 25, 50 y 100%. De estas se tomó una muestra representativa para medirla en el magnetómetro.

En la figura 7.1 se muestran los ciclos de histéresis normalizados medidos en los compósitos de plastilina con magnetita mineral en concentraciones de (a) 25%, (b) 50%, (c) 100% y en (d) se comparan estos tres ciclos con el ciclo medido en la magnetita mineral en polvo y que es nuestra referencia.

Como se puede ver de estos resultados, el sistema tiene un ciclo de histéresis característico de un sistema magnéticamente suave con valores de remanencia y coercividad bajos [16]. En todos los casos se observa una pequeña histéresis. Al comparar con la muestra de referen-

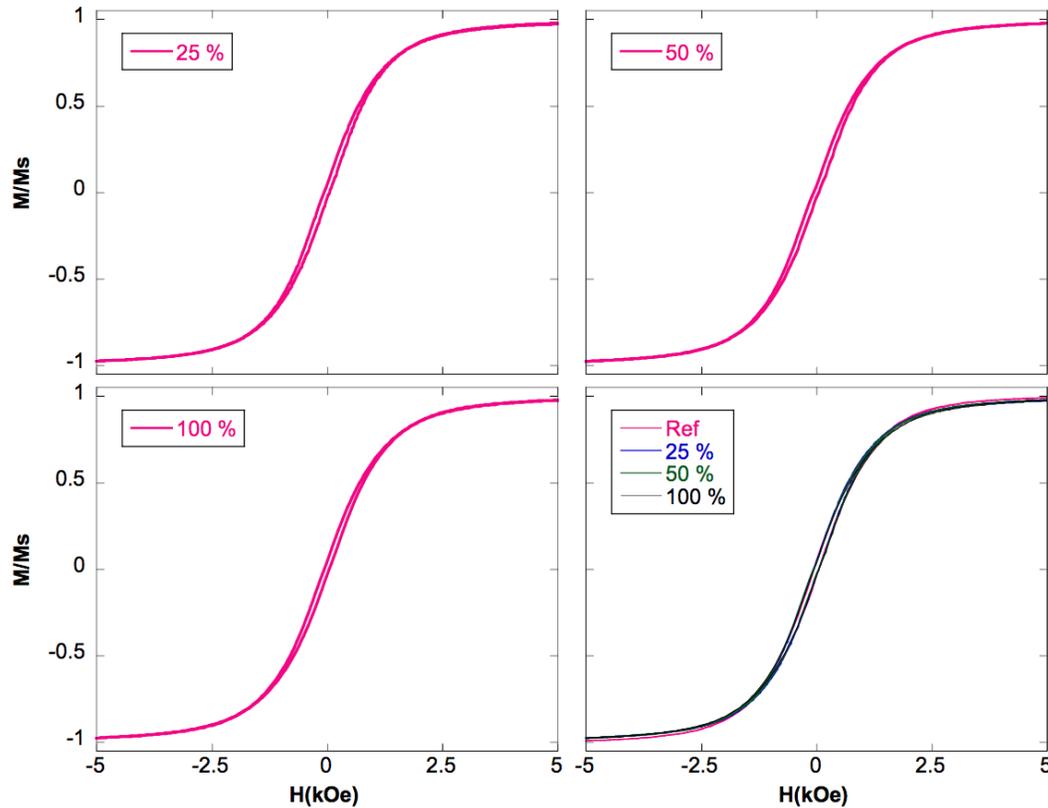


Figura 7.1: Ciclos de histéresis normalizados medidos a temperatura ambiente en compósitos de plastilina con magnetita mineral en concentraciones de (a) 25 %, (b) 50 %, (c) 100 % y (d) comparación de estos ciclos con la referencia de la magnetita mineral en polvo.

cia del material en polvo así como entre las muestras de compósitos con diferente contenido de mineral, vemos que no hay diferencias en su respuesta magnética. Esto se atribuye a la falta de ordenamiento de las partículas así como a la forma isotrópica de las muestras medidas.

Finalmente analizamos la susceptibilidad diferencial $\chi = dM/dH$ o también conocida como la distribución de campos de rotación (switching field distribution en inglés). A partir de esta función podemos ver si los campos de rotación del ensamble siguen un comportamiento consistente con una distribución homogénea o bien si hay alguna estructura que sugiera una distribución más compleja y por lo tanto variaciones en las propiedades magnéticas que sugieran la presencia de diversas fuentes de anisotropías o interacciones. En la figura 7.2 muestra Susceptibilidad diferencial $\chi = dM/dH$ del compósito de plastilina con magnetita mineral al 25 %, donde podemos constatar que la curva sigue un comportamiento continuo y homogéneo, característico de una distribución simple.

De esta gráfica también se obtiene información relevante para el resto del estudio. En efecto, como se puede ver la curva varía de manera casi lineal alrededor de $H=0$ y notamos una histéresis muy pequeña. Esto es importante ya que para las mediciones de cambio de

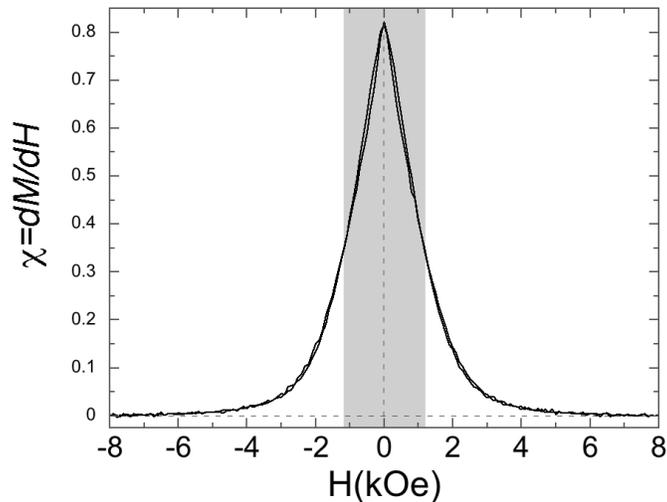


Figura 7.2: Susceptibilidad diferencial $\chi = dM/dH$ o distribución de campos de rotación compósitos del compósito de plastilina con magnetita mineral al 25 %.

masa inducidas por campo magnético que presentaremos más adelante. Para estas mediciones se van a aplicar campos en el rango de ± 1200 Oe y por lo tanto resulta muy relevante esta variación lineal cerca de cero, la cual se muestra contenida en el recuadro gris.

7.2. Resonancia ferromagnética

Para las mediciones de resonancia ferromagnética se midieron compositos a base de plastilina así como dos muestras de parafina. Para plastilina se midieron tres muestras con magnetita mineral y tres con partículas de níquel. Mientras que para parafina, se midieron una muestra con magnetita mineral y una con níquel.

Un problema que se enfrentó para realizar las mediciones de resonancia ferromagnética fue la implementación de la guía de onda. El diseño final que fue utilizado se basa en el propuesto por Mederos-Henry y colaboradores [74] que corresponde a una guía de onda coplanar modificada, como se muestra en la figura. La implementación llevada a cabo en el presente trabajo se fabricó con una placa fenólica que es una película gruesa de baquelita con un recubrimiento delgado a base de cobre.

Las muestras son montadas y medidas de manera que el campo aplicado es paralelo a la guía de onda y al mismo tiempo perpendicular al campo magnético AC. La medición consiste en grabar un espectro de transmisión en función de la frecuencia mientras el campo magnético aplicado se mantiene a un valor constante previamente seleccionado. Para cada

espectro la frecuencia es barrida entre 0 y 35 GHz y una vez obtenido el espectro éste es guardado. Posteriormente se repite la misma medición pero para diferentes valores del campo aplicado. Para el presente estudio, el campo magnético externo se varió entre 0 y 10 kOe. Todas las mediciones se realizaron a temperatura ambiente.

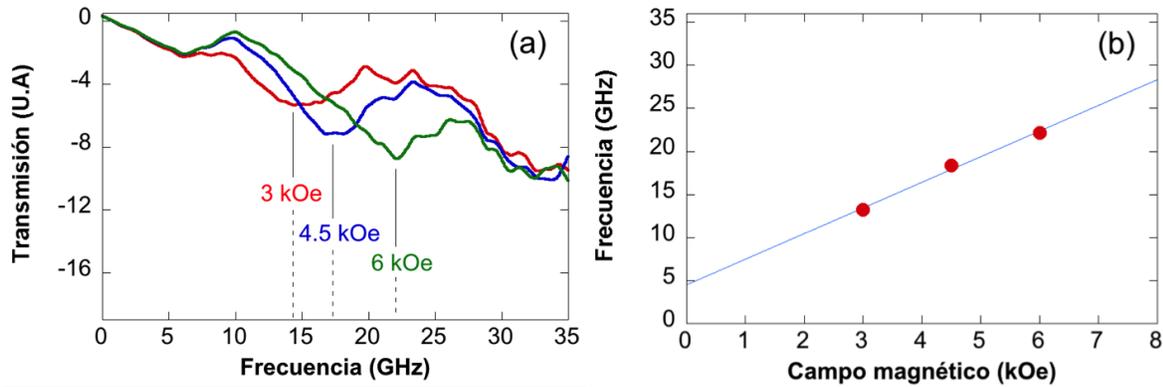


Figura 7.3: (a) Espectros de transmisión obtenidos bajo la acción de diferentes campos magnéticos aplicados en un compuesto de parafina y (b) relación de dispersión $f(H_A)$ a partir de los tres espectros mostrados en (a).

La figura 7.3 (a) muestra tres espectros típicos obtenidos en una muestra de parafina magnetita mineral para diferentes valores de campo magnético aplicado (H_A). En estos espectros notamos que hay una banda en la señal que se mueve cuando se varía el campo magnético aplicado. Esta es la banda de resonancia ferromagnética, por lo que la condición de resonancia queda especificada por la pareja frecuencia del mínimo de la banda, llamada frecuencia de resonancia f_R y el valor correspondiente de H_A . A partir de las parejas de coordenadas $(H_A, f_R)_i$ se obtiene la relación de dispersión que corresponde a la gráfica $f_R(H_A)$, como se muestra a manera de ejemplo en la figura 7.3 (b) para las tres coordenadas obtenidas a partir de los espectros mostrados en (a).

7.2.1. Resonancia ferromagnética en compósitos de plastilina

Empecemos por los resultados correspondientes a las muestras de plastilina con partículas de magnetita mineral. En total se midieron tres muestras, aquellas con concentraciones de 50, 75 y 100%. Recordando que para la muestra de 100% se tienen 72.83 gr de plastilina y 66.06 gr de magnetita mineral.

En la figura 7.4 se muestran los espectros de transmisión obtenidos bajo la acción de campos magnéticos aplicados de 0, 2, 4, 6, 8 y 10 kOe en compósitos de plastilina con concentraciones de magnetita mineral de (a) 50%, (b) 75% y (c) 100%.

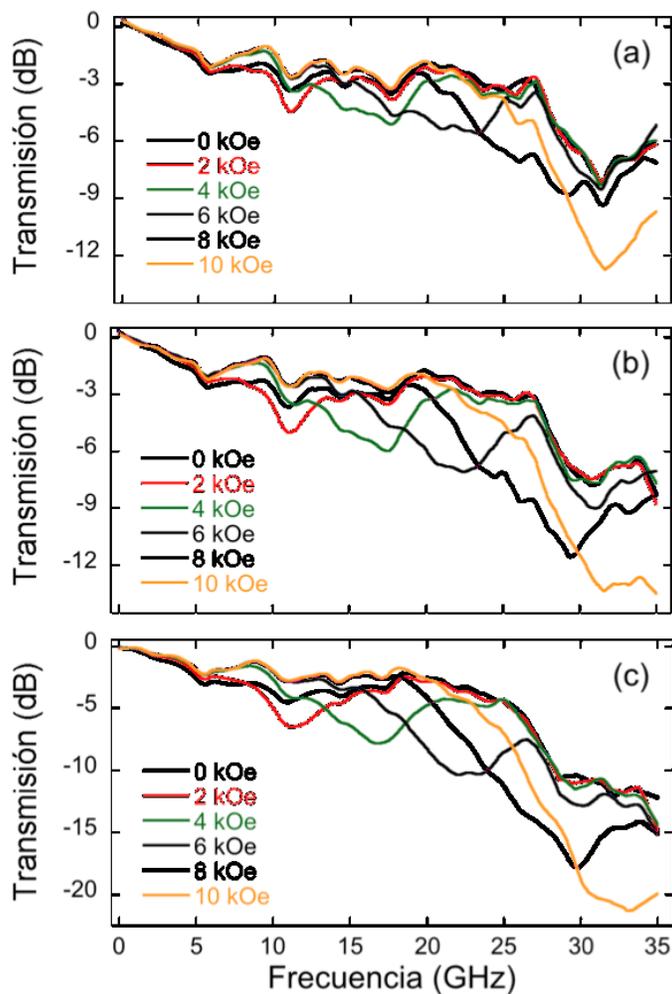


Figura 7.4: Espectros de transmisión obtenidos bajo la acción de diferentes campos magnéticos aplicados en compósitos de plastilina con concentraciones de magnetita mineral de (a) 50 %, (b) 75 % y (c) 100 %.

El efecto de la concentración debe observarse en la magnetización total por unidad de masa o volumen del compósito. En este sentido, la figura 7.5 (a) muestra la comparación de los espectros de transmisión obtenidos bajo la acción de un campo aplicado de 6 kOe en las muestras de plastilina con magnetita mineral al 50, 75 y 100 %.

Como se puede ver, las bandas de resonancia ferromagnética tienen su mínimo aproximadamente en la misma frecuencia. Esto indica que los tres compósitos tienen anisotropías casi iguales. Sin embargo es muy claro el aumento en la amplitud de las bandas. Dicha amplitud es proporcional a la magnetización total del material. Por lo que estos resultados concuerdan bien con lo esperado al incrementar la concentración de partículas magnéticas en el compósito.

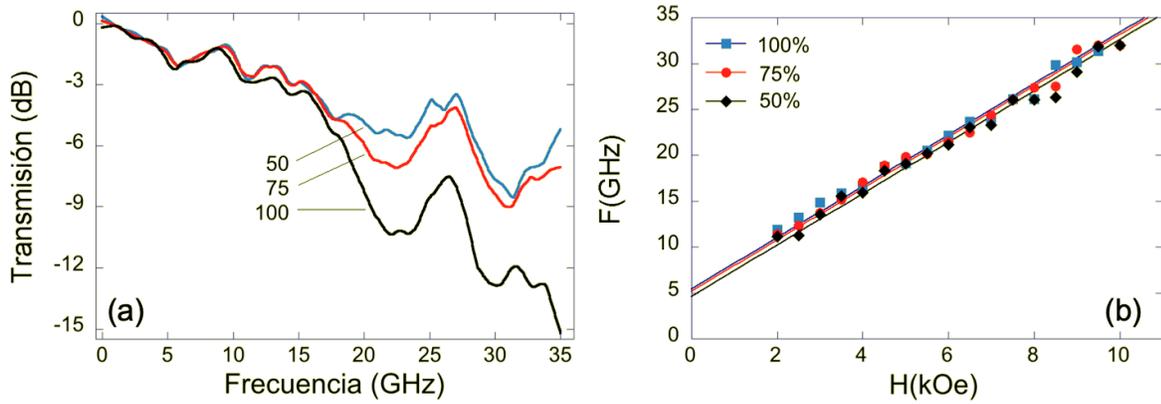


Figura 7.5: (a) espectros de transmisión obtenidos bajo la acción de un campo aplicado de 6 kOe en las muestras de plastilina con magnetita mineral al 50, 75 y 100%. (b) relación de dispersión para cada uno de estos compósitos.

Posteriormente se procedió a determinar las coordenadas de resonancia $(H_A, f_R)_i$ para cada muestra, con las cuales se construyeron las respectivas relaciones de dispersión. Estas se muestran en la figura 7.5 (b) para las muestras de plastilina con magnetita mineral al 50, 75 y 100%.

La relación de dispersión para esta configuración se escribe como,

$$f_R = \gamma(H_A + H_{ef}), \quad (7.1)$$

donde γ es el factor giromagnético el cual tiene un valor de 2.7979 GHz/kOe para la magnetita y H_{ef} es el campo efectivo. A partir del ajuste lineal de la relación de dispersión se obtiene γH_{ef} como la ordenada en el origen y de ahí, conociendo el valor de γ se obtiene el campo de anisotropía efectivo del material.

Por lo que se ha realizado el ajuste lineal para las relaciones de dispersión de cada uno de los compósitos, que corresponden a las líneas rectas mostradas en la figura 7.5 (b). De estos ajustes se han obtenido los valores de $\gamma H_{ef} = 4.6244, 5.1741$ y 5.4305 GHz para los compósitos con Magnetita mineral al 50, 75 y 100%, respectivamente. Usando el valor de γ indicado anteriormente, obtenemos los siguientes campos efectivos $H_{ef} = 1.6528, 1.8493, 1.9409$ kOe para los compósitos con magnetita mineral al 50, 75 y 100%, respectivamente. De estos valores notamos que la anisotropía tiende a aumentar al incrementar la concentración de material magnético, sin embargo, estos cambios son muy pequeños y podemos decir que la anisotropía efectiva es prácticamente la misma.

Compósitos de plastilina-níquel

De manera complementaria, también se prepararon y analizaron por absorción de microondas tres compósitos a base de plastilina con partículas de níquel. En la figura 7.6 se muestran los espectros de transmisión medidos con campos aplicados de 3, 5 7 y 9 kOe en compositos obtenidos mezclando 6 gr de plastilina con una masa de níquel de (a) 0.8 gr, (b) 1.5 gr y (c) 2.5 gr.

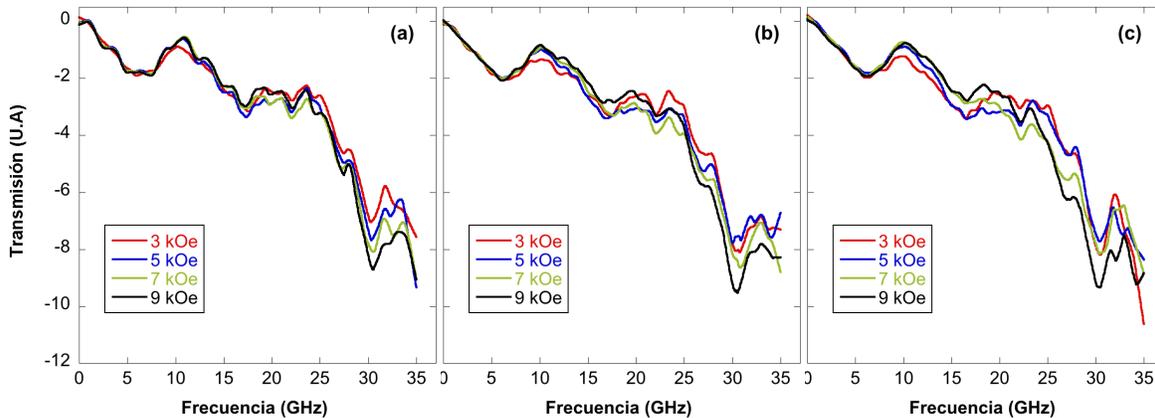


Figura 7.6: Espectros de transmisión medidos con campos aplicados de 3, 5 7 y 9 kOe en compositos obtenidos mezclando 6 gr. de plastilina con (a) 0.8 gr de Ni, (b) 1.5 gr de Ni y (c) 2.5 gr de Ni.

Comparando con los espectros obtenidos para el caso de los compositos de plastilina con magnetita mineral, vemos que para el caso del níquel no se observan las bandas de resonancia ferromagnética. En efecto, vemos que los espectros no muestran ninguna dependencia observable con la magnitud del campo magnético aplicado. Comparando las señales para las diferentes concentraciones de Ni, no se observa ninguna diferencia significativa. Se concluye que para estos compósitos no hay efectos de resonancia magnética.

La ausencia de la resonancia ferromagnética en estos compositos se atribuye a las pérdidas por conducción del sistema. En efecto, siendo el Ni un buen conductor eléctrico, la radiación electromagnética crea corrientes alternas de alta frecuencia en el conductor. Esto da pie al conocido efecto de piel que es la tendencia de una corriente eléctrica alterna a distribuirse de forma desigual en un conductor. Su densidad es mayor en la superficie y menor en el interior. Esto provoca un aumento de la resistencia eléctrica del conductor, sobre todo a altas frecuencias. Esta resistencia genera pérdidas en la potencia de la onda la cual es disipada en forma de calor. La amplitud de la onda electromagnética y su potencia, decrece conforme penetra o avanza hacia el interior del material. En este caso decimos que la onda es atenuada por las pérdidas en el medio. Este efecto se describe con una distancia característica conocida como la "profundidad de penetración" (skin depth en inglés) es la distancia que una señal puede penetrar en un material antes de que su intensidad se reduzca significativamente. Esta distancia se obtiene como:

| | δ (μm) | |
|----|----------------------------|--------|
| | 1 GHz | 10 GHz |
| Co | 0.16 | 0.052 |
| Fe | 0.23 | 0.072 |
| Ni | 0.30 | 0.093 |

Cuadro 7.1: Profundidad de penetración (δ) en μm a 1 y 10 GHz a temperatura ambiente para Co, Fe y Ni.

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\pi\mu\sigma f}} \quad (7.2)$$

donde δ es la profundidad de penetración en metros, μ es la permeabilidad del material (una constante), σ es la conductividad del material en siemens por metro (S/m) y f es la frecuencia de la onda electromagnética en hertz (Hz). En el cuadro 7.1 se muestran los valores de la profundidad de penetración (δ) en μm a 1 y 10 GHz a temperatura ambiente para Co, Fe y Ni.

Como podemos ver, para los metales magnéticos de transición 3d, la profundidad de penetración es del orden de 10^2 nm. Por lo que este efecto de piel es diferente a dimensiones nanométricas. En particular, el efecto de piel ocurre cuando la profundidad de penetración es menor que el tamaño del material. Por el contrario, si el tamaño del material es menor que la profundidad de penetración, el efecto de piel se vuelve menos significativo. Esto se debe a que las ondas electromagnéticas pueden penetrar eficazmente todo el material debido a su tamaño pequeño. Es decir, las ondas no tienen que recorrer una distancia significativa antes de llegar a la superficie opuesta. En el caso de los nanomateriales conductores, su pequeño tamaño significa que el efecto de piel no es tan prominente. Las ondas electromagnéticas pueden penetrar los nanomateriales con mayor facilidad debido a que la profundidad de penetración es mayor que su tamaño.

Por lo anterior y considerando que las partículas de níquel son de dimensiones cercanas a 10^3 nm, el efecto de piel es no despreciable por lo que la onda electromagnética es significativamente atenuada impidiendo así que se de la resonancia ferromagnética.

7.2.2. Resonancia ferromagnética en compósitos de parafina

Para el caso de compositos a base de parafina, solo se caracterizaron dos muestras una con magnetita mineral y otra con partículas de níquel. En ambos casos se usaron las mismas masas: 2 gr de material magnético en 5 gr de parafina.

En la figura 7.7 mostramos espectros de las muestras de (a) parafina/ magnetita y (b) parafina/ níquel. Como se puede ver, el compósito parafina/ magnetita muestra la banda de resonancia ferromagnética, mientras que para el material con níquel, no se observan efectos de resonancia ferromagnética, lo que es consistente con los resultados mostrados anteriormente para los compositos plastilina/níquel. Este comportamiento en el níquel es nuevamente atribuido al tamaño micrométrico de las partículas y a su naturaleza conductora que lleva a pérdidas por el efecto de piel y la atenuación de las ondas electromagnéticas.

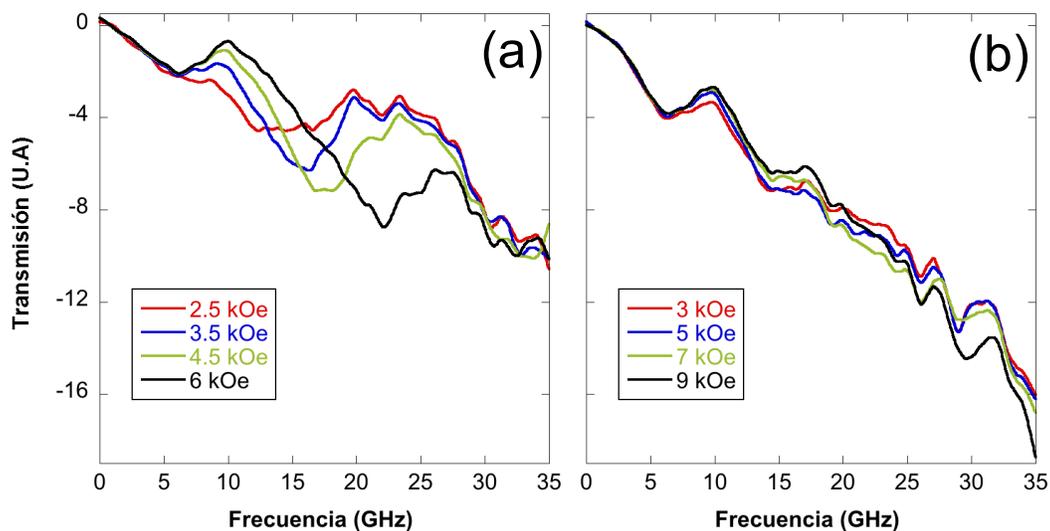


Figura 7.7: Espectros de transmisión para muestras de (a) parafina/ magnetita y (b) parafina/ níquel.

Por su parte, para el caso del compósito con magnetita mineral se realizó un análisis igual al que se hizo con los compósitos de plastilina y magnetita mineral. En decir, se obtuvieron las coordenadas de resonancia para cada espectro y de ahí se construyó la relación de dispersión. En la figura 7.8 se muestra la relación de dispersión para el compósito de parafina con magnetita mineral.

A partir del ajuste lineal obtenemos $\gamma H_{ef} = 5.4868$ GHz y al dividir por γ , obtenemos un campo efectivo de $H_{ef} = 1.961$ kOe que es muy parecido a los que se encontraron en los compósitos de magnetita mineral en plastilina. Por lo que los resultados para estos compósitos de parafina son coherentes con los obtenidos para el caso de la plastilina.

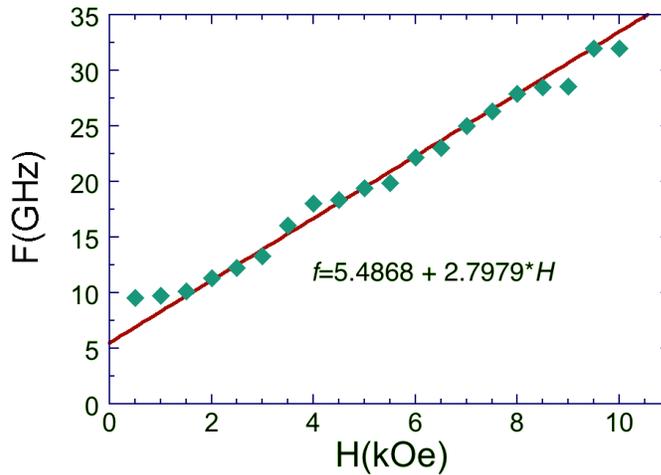


Figura 7.8: relación de dispersión para el compuesto de parafina con magnetita mineral.

7.3. Programación de propiedades magnéticas en compósitos reconfigurables

Una vez realizadas las caracterizaciones magnéticas y de resonancia ferromagnética en los compósitos, nos hemos enfocado en pruebas para validar la viabilidad de modular y programar las propiedades magnéticas de los compósitos.

El estudio ha considerado compósitos a base de plastilina así como de parafina. También se han utilizado diferentes materiales magnéticos. Sin embargo, el grueso del estudio se basó en compósitos de plastilina con magnetita mineral.

En cuanto a las mediciones de las propiedades magnéticas, estas se han realizado a nivel cualitativo utilizando la balanza digital que se fabricó para medir cambios de masa debido a la fuerza magnética.

Para variar las propiedades magnéticas se han realizado variaciones en la forma del compósito, el ordenamiento de las partículas en su interior mediante calentamiento y aplicando un campo magnético y finalmente se han introducido huecos o cavidades magnéticas que como veremos, también permiten variar la respuesta del material al campo magnético aplicado.

7.3.1. Anisotropías inducidas y programables

Dado que la plastilina así como la parafina son maleables o moldeables a temperaturas cercanas a la ambiental, es posible realizar modificaciones asistidas por temperatura o campo magnético que resultan en cambios en la anisotropía total del compuesto. Los mecanismos más directos y que son los que se han probado son los siguientes:

1. Cambio de la forma del compuesto manteniendo las partículas sin ordenamiento por campo, es decir las partículas están distribuidas de manera homogénea en la matriz. En este caso, se debería observar una anisotropía consistente con la anisotropía de forma del volumen del compuesto.
2. Ordenamiento de las partículas dentro de la matriz vía un campo aplicado asistido con temperatura. En este caso se debe observar una anisotropía que favorece un eje fácil en la dirección del eje de las cadenas de partículas inducidas por el campo aplicado. Para evidenciar este efecto, se mantiene un volumen isotrópico del compuesto para eliminar posibles contribuciones de la forma a la anisotropía total.
3. Usar un material magnético duro, el cual se dispersa de manera uniforme en la matriz y posteriormente puede ser magnetizado o polarizado en cualquier dirección aplicando un campo magnético externo lo suficientemente fuerte.
4. El último método que se probó fue el de introducir huecos magnéticos con formas bien controladas y los cuales se distribuyeron de forma ordenada en el volumen del compuesto.

7.3.2. Anisotropía magnética de forma en compósitos

La fuente de anisotropía magnética más evidente que se puede tener es la anisotropía de forma clásica de un material magnético. Retomando lo que se incluyó en el marco teórico, esta anisotropía resulta de la simetría de la geometría del material. Siendo la esfera el caso más simétrico e isotrópico. La anisotropía de forma aparece cuando las dimensiones del material son diferentes a lo largo de las direcciones de interés.

Para describir la anisotropía de forma, introducimos las componentes del campo desmagnetizante $H_{Di} = M_T i N_{Di}$, donde $i = x, y, z$, $M_T = M_s V$ es la magnetización total del material que depende de la magnetización de saturación por unidad de volumen del material (M_s) y el volumen V del sistema. La geometría del material queda descrita por el factor desmagnetizante $N = \{N_x, N_y, N_z\}$. Al aplicar un campo externo (H_A) a lo largo de una de las direcciones principales lo que se observa es la respuesta dada por el campo desmagnetizante:

$H_{Di} = M_{Ti}(H_A) \cdot N_{Di}$. Un material tiene anisotropía de forma cuando los factores desmagnetizantes y por ende los campos desmagnetizantes son diferentes en las diferentes direcciones principales, es decir: $H_{Di} \neq H_{Dj}$.

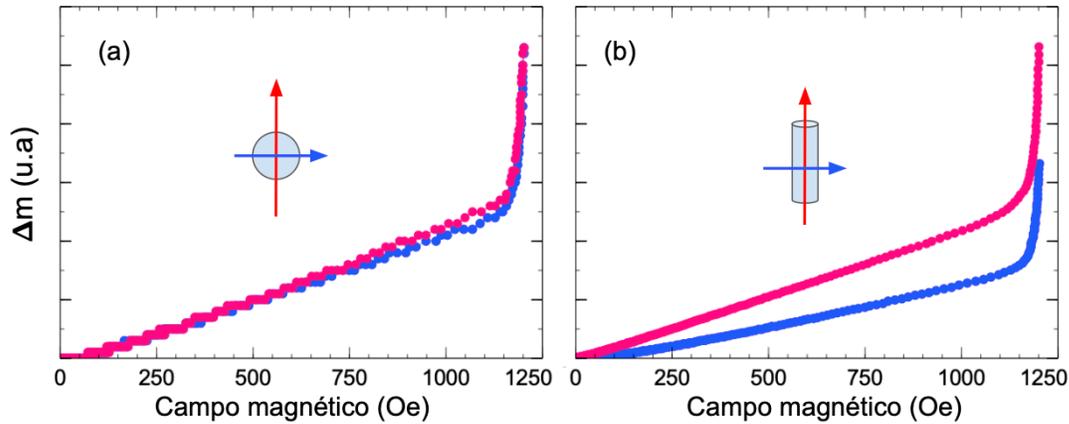


Figura 7.9: Gráficas del cambio de masa en función del campo magnético aplicado medido en dos direcciones para el caso de (a) una esfera de acero y (b) un cilindro de ferrita suave. Las flechas indican la dirección del campo aplicado.

A manera de ejemplo, se han medido dos materiales sólidos: una esfera de acero (1cm de diámetro) y un cilindro de ferrita suave (altura 4.1 cm y diámetro de 0.9 cm). La figura 7.9 muestra las mediciones de cambio de masa en función del campo magnético aplicado medido en dos direcciones para el caso de (a) esfera de acero y (b) cilindro de ferrita suave. En cada caso se aplicó el campo en dos direcciones ortogonales.

Como podemos ver, para el caso de la esfera las dos mediciones son prácticamente iguales, lo que indica que los campos desmagnetizantes en estas dos direcciones son iguales. De hecho, para la esfera, en principio cualquier dirección debe dar la misma curva, indicativo de que el campo (y factor) desmagnetizante son iguales en cualquier dirección y entonces no hay anisotropía de forma y el sistema es isotrópico. Para el caso del cilindro, figura 7.9 (b), vemos que las curvas a lo largo de los ejes principales difieren de manera muy clara. Esto nos dice que los campos (y factores) desmagnetizantes son diferentes y el sistema presenta una anisotropía de forma. Para interpretar las curvas de cambio de masa, recordemos que este cambio de masa es proporcional a la fuerza que ejerce el campo aplicado sobre el material y esta fuerza es proporcional a la magnetización del material. La curva que queda más arriba (mayor cambio de masa) indica que es más fácil magnetizar en esa dirección comparada a la otra. Es decir, para el cilindro la dirección de fácil magnetización es paralela al eje del cilindro y la dirección difícil es perpendicular al eje del cilindro. Finalmente, en el plano ortogonal al eje del cilindro no hay anisotropía de forma por que la sección transversal circular es isotrópica.

Para el caso de los compósitos, los argumentos son iguales: la simetría de los factores desmagnetizantes del volumen del compósito definen la anisotropía de forma. Solo se debe

considerar que: (a) las partículas son isotrópicas, (b) que las partículas están distribuidas de manera homogénea en la matriz y (c) que la magnetización total esta dada como $M_T = M_sVP$ donde P es la fracción de volumen de las partículas en el compuesto. Esta dependencia en la fracción de volumen introduce la dependencia de la propiedades magnéticas del compuesto en la concentración de partículas. También podemos ver que cuando $P = 1$ obtenemos el límite ya mencionado del material homogéneo.

En base a estos argumentos, es de esperar que al cambiar la geometría del compuesto se puede variar su anisotropía de forma. En este sentido se han hecho muestras moldeando la plastilina con magnetita mineral a la forma de un cubo con lados de 2 cm y de un prisma cuadrado de 1.8x1.8x4 cm. En la figura 7.10 se muestran las gráficas del cambio de masa en función del campo magnético aplicado medido en dos direcciones para el caso del compuesto con forma de (a) un cubo y (b) un prisma cuadrado. En estas muestras, las partículas no están ordenadas y se encuentran distribuidas de manera homogénea.

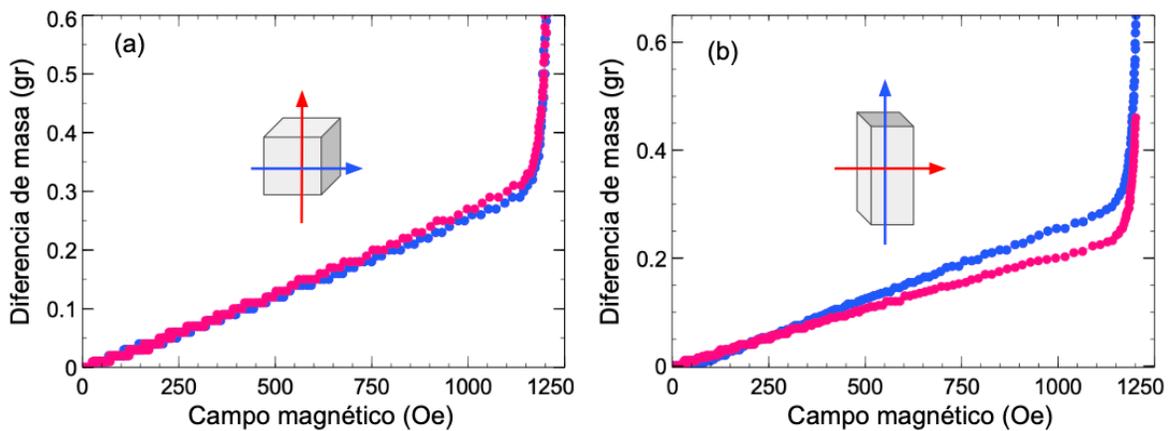


Figura 7.10: Gráficas del cambio de masa en función del campo magnético aplicado medido en dos direcciones para el caso del compuesto de plastilina con magnetita mineral con forma de (a) un cubo y (b) un prisma cuadrado. Las flechas indican la dirección del campo aplicado.

Para el caso del cubo, podemos ver que las mediciones realizadas al aplicar el campo externo a lo largo de dos de las aristas da una respuesta prácticamente igual, lo que es consistente con un sistema isotrópico o con una anisotropía de forma nula. En este caso, alineando los ejes de coordenadas con las aristas del cubo tenemos que $N_x = N_y = N_z$. En el caso del prisma cuadrado, vemos que las curvas de cambio de masa difieren de manera muy clara. Esto como ya se ha mencionado, es indicativo de una anisotropía magnética entre las dos direcciones medidas. En particular, vemos que la dirección fácil está en la misma dirección que el eje largo del prisma, eje z , y la dirección difícil está en el plano que es perpendicular a este eje, plano xy el cual es isotrópico (sección transversal cuadrada). De tal manera que $N_x = N_y > N_z$.

Para interpretar estos efectos de anisotropía inducidos por la forma macroscópica del compuesto retomamos el modelo del campo desmagnetizante efectivo para ensambles de

partículas que se presento en la sección 1.7.

Consideremos las componentes x y z del factor desmagnetizante efectivo:

$$N_{Tx} = \frac{1}{3} + \left(N_x^+ - \frac{1}{3} \right) P \quad (7.3)$$

$$N_{Tz} = \frac{1}{3} + \left(N_z^+ - \frac{1}{3} \right) P \quad (7.4)$$

donde se ha tomado que las partículas se pueden aproximar como esferas por lo que todos sus factores desmagnetizantes valen $1/3$. El volumen macroscópico, N^+ , solo se ha dejado indicado.

La anisotropía efectiva se obtiene utilizando la ecuación (1.35). Sustituyendo las componentes N_{Tx} y N_{Tz} y tomando $\Delta N_T = N_{Tx} - N_{Tz}$,

$$\Delta N_T = (N_x^+ - N_z^+)P \quad (7.5)$$

De esta expresión vemos que si bien las partículas magnéticas son isotrópicas, el compuesto si puede presentar una anisotropía siempre que el volumen macroscópico sea anisotrópico. Por el contrario, si el volumen macroscópico es isotrópico, la anisotropía total es nula. Esto es justamente lo que hemos visto a partir de las mediciones mostradas en la figura 7.10: para el cubo vimos que el sistema es isotrópico, la anisotropía es nula y esto corresponde a la predicción de la ec. (7.5) cuando $N_x^+ = N_z^+$. En contraste, para el prisma cuadrado tenemos que $N_x^+ > N_z^+$ y la ec. (7.5) predice una anisotropía finita, que es consistente con las mediciones.

Dado que se puede inducir la anisotropía variando únicamente el volumen macroscópico del compuesto, aprovechamos la facilidad de poder moldear la plastilina para generar otras geometrías con anisotropía como es el cilindro circular. La figura 7.11 muestra las curvas del cambio de masa en función del campo magnético aplicado obtenidas en las direcciones paralela y perpendicular al eje largo, para el caso del compuesto de plastilina con magnetita mineral con forma de cilindro.

Como se puede ver en la figura, nuevamente se obtiene una respuesta magnética anisotrópica. En este caso y como se esperaba, la dirección de fácil magnetización es a lo largo del eje largo del cilindro, mientras que la dirección difícil es ortogonal a este eje.

Como siguiente caso, se consideró analizar los cambios en las propiedades magnéticas de prismas rectangulares con diferente altura y mismos valores de largo y ancho. Nuevamente la idea es mostrar que el compuesto de plastilina puede ser fácilmente moldeado y que variando su forma es posible variar de manera controlada su respuesta magnética.

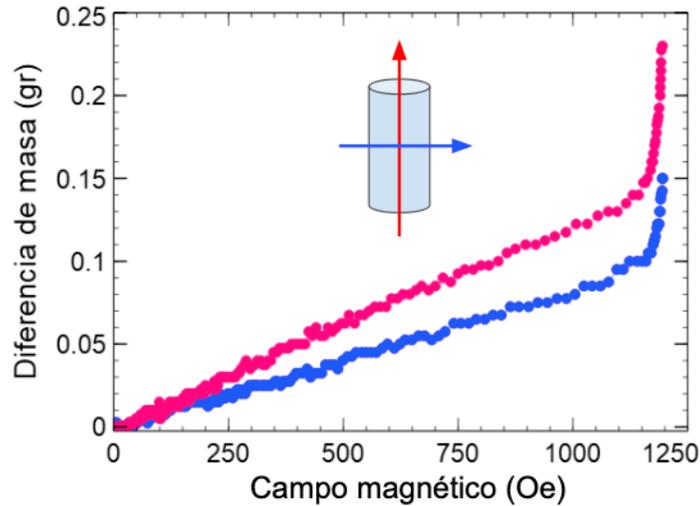


Figura 7.11: Gráficas del cambio de masa en función del campo magnético aplicado medido en dos direcciones para el caso del compuesto de plastilina con magnetita mineral con forma de cilindro.

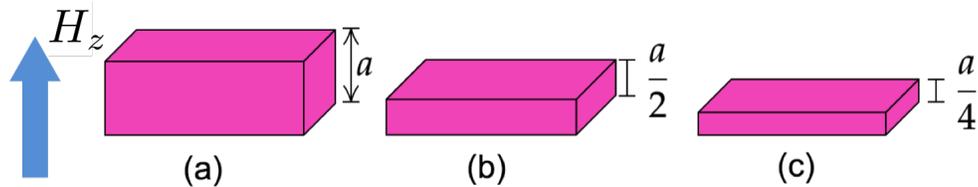


Figura 7.12: Esquema de prismas con largo y ancho constantes y alturas (a) a , (b) $a/2$ y (c) $a/4$, el campo se aplicó en la dirección de la altura, como se muestra en la figura.

Se consideraron tres prismas rectangulares, los cuales se muestran esquemáticamente en la figura 7.12. Se utilizó un mismo molde para asegurar que todas las muestras tengan las mismas dimensiones de largo y ancho, en este caso el largo es de 4 cm y el ancho de 1.8 cm. El primer caso es el prisma cuadrado, inciso (a), con una altura $a=1.8$ cm y dos prismas con alturas de (b) $\approx a/2$ y (c) $\approx a/4$. Para las tres muestras las mediciones del cambio de masa se realizaron aplicando el campo en la dirección z como se muestra en la figura.

En la figura 7.13 se muestran las gráficas del cambio de masa en función del campo magnético aplicado para tres prismas rectangulares que tienen la misma base de 4×1.8 cm y alturas de $a, a/2, a/4$ y $a=1.8$ cm, etiquetadas como 1, 1/2 y 1/4 respectivamente.

Como se puede ver, las tres curvas difieren de manera muy clara. En particular vemos que las las pendientes de las curvas disminuyen conforme se reduce la altura del prisma. Vemos que la pendiente más alta es para el prisma cuadrado que tiene la mayor altura, seguido del prisma con la altura intermedia $a/2$ y finalmente la menor pendiente se midió en el prisma con menor altura. De acuerdo a lo visto anteriormente, mayor pendiente indica que

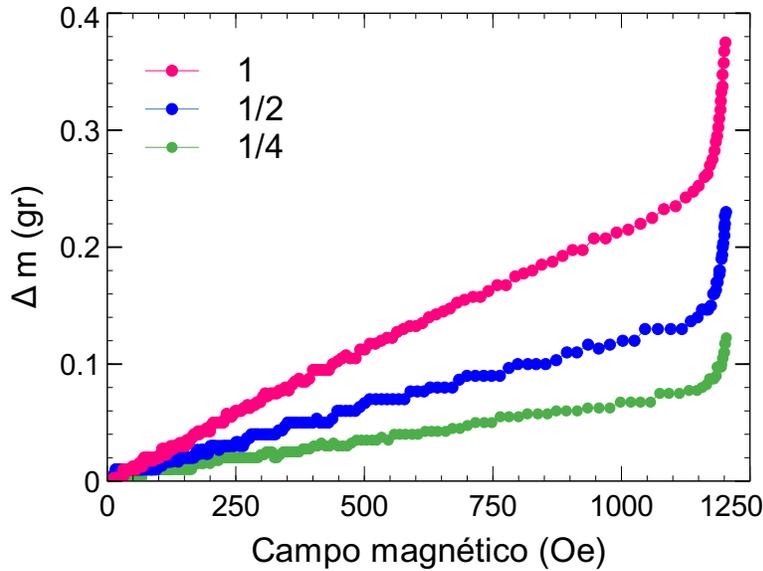


Figura 7.13: Gráficas del cambio de masa en función del campo magnético aplicado medido en dos direcciones para el caso del compuesto de plastilina con magnetita mineral.

es más fácil magnetizar y al contrario, menor pendiente es indicativo de que es más difícil magnetizar.

El comportamiento observado en las curvas nos indica que al disminuir la altura, manteniendo fijos el largo y ancho, del prisma se obtiene un aumento en el campo desmagnetizante en la dirección perpendicular al plano (eje z). En efecto, al reducir la altura el campo desmagnetizante en la dirección medida, el factor desmagnetizante crece tendiendo hacia el valor máximo para el cual $N_z = 1$. En efecto, recordando que en general el factor desmagnetizante es tal que cualquier componente tiene valores restringidos entre $0 \leq N \leq 1$. El factor desmagnetizante tiende a cero cuando la dimensión a lo largo de la componente es muy grande con respecto a las otras y tiende a la unidad en la dimensión más chica. Aquí seguramente no se alcanza ese límite, pero los resultados obtenidos son consistentes con un aumento en el factor (y campo) desmagnetizante conforme se reduce la altura.

Estos resultados son coherentes con los mostrados anteriormente y vienen a complementar y validar nuestra idea de que gracias a la maleabilidad de la plastilina, es posible reconfigurar la respuesta del material compuesto variando su forma macroscópica.

7.3.3. Anisotropía magnética por ordenamiento de partículas asistida por campo

Este método consiste en calentar el compuesto a fin de permitir que las partículas tengan más libertad para moverse y aplicar un campo magnético homogéneo de magnitud constante para promover que las partículas se ordenen formando estructuras tipo cadenas a lo largo de la dirección del campo aplicado. Existen muchos resultados reportados en la literatura que muestran que estas estructuras en cadenas dan pie a una anisotropía magnética con la dirección de fácil magnetización a lo largo del eje de las cadenas [75, 76, 77, 78, 79].

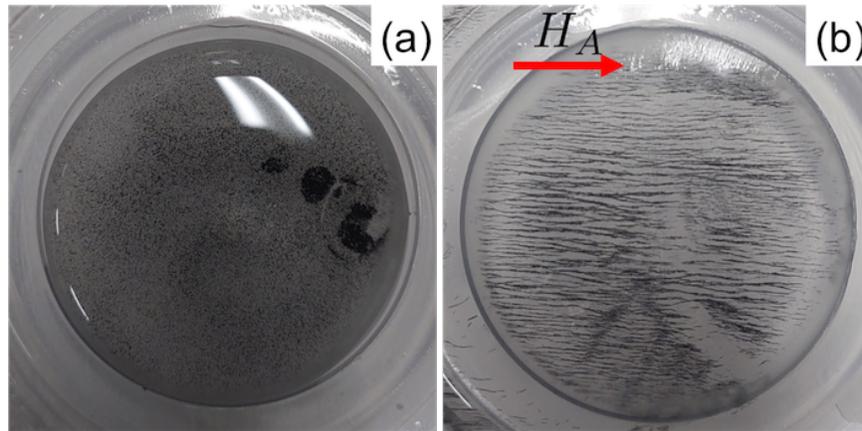


Figura 7.14: Parafina con partículas de magnetita mineral (a) no ordenadas y, (b) ordenadas con un campo magnético aplicado H_A luego de calentar.

Para este trabajo nos hemos interesado en utilizar este mecanismo de ordenamiento de partículas asistido por campo para programar una anisotropía magnética al compuesto. A manera de ejemplo, en la figura 7.14 se muestran las fotografías del compuesto parafina con magnetita mineral cuando las partículas están (a) desordenadas o distribuidas de manera homogénea en la parafina y (b) ordenadas formando estructuras en forma de cadenas a lo largo de la dirección del campo que se aplicó luego de calentar el sistema para facilitar su reacomodo o reconfiguración.

Cuadrado delgado

El primer sistema consistió en un cuadrado delgado de 2×0.4 cm de parafina (2.9 gr) y magnetita mineral (2.9 gr). En la figura 7.15 se muestra el diagrama del cuadrado plano con partículas (a) no ordenadas, (b) ordenadas con un campo H_0 tal que $H_0 \parallel x$ y, (c) $H_0 \parallel z$. En el experimento, el campo aplicado H_A es tal que esta dirigido a lo largo del eje z .

En la figura 7.16 se muestran las curvas de cambio de masa en función del campo aplica-

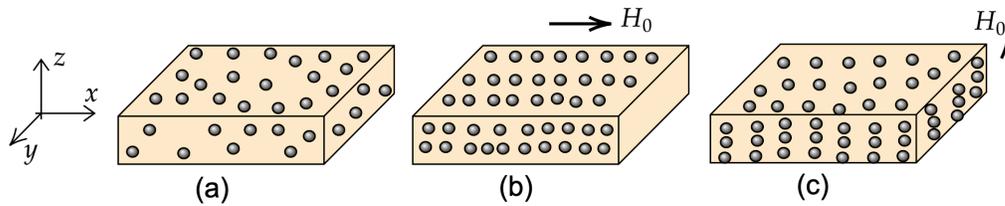


Figura 7.15: Esquema del cuadrado plano con partículas (a) no ordenadas, (b) ordenadas con $H_0 \parallel x$ y, (c) con $H_0 \parallel z$.

do cuando las partículas no estaban ordenadas [fig. 7.15 (a)], partículas ordenadas en x [fig. 7.15 (b)] y partículas ordenadas en z [fig. 7.15 (c)].

Las curvas tienen la forma esperada y que fue discutida anteriormente. Vemos un incremento casi lineal cuando el campo se incrementa desde cero y hacia campos superiores a los 1150 Oe la curva aumenta rápidamente hasta el punto de campo máximo que es de 1200 Oe. Las diferencias entre las curvas nos proporciona información cualitativa sobre las diferencias de la respuesta magnética del material. En este caso particular, se comparan partículas desordenadas, partículas ordenadas en cadenas que son perpendiculares al campo aplicado y partículas ordenadas en cadenas que son paralelas al campo aplicado. Como vemos en la figura, las tres curvas difieren, lo cual demuestra que en cada caso las propiedades magnéticas del compuesto son diferentes.

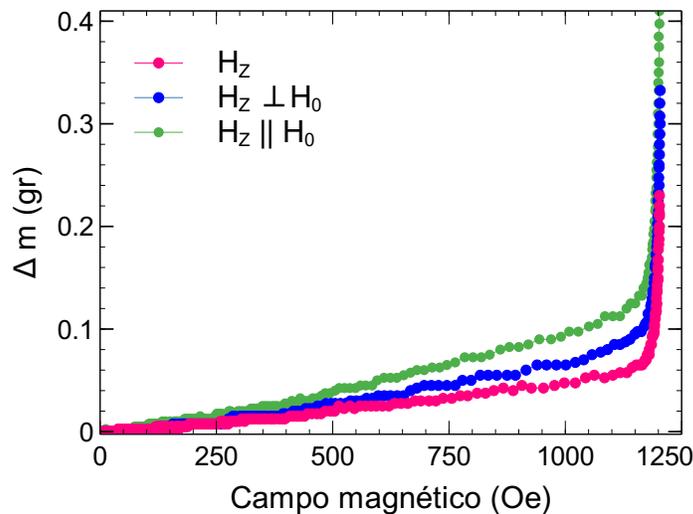


Figura 7.16: Curva de cambio de masa en función del campo magnético para el cuadrado de parafina con magnetita mineral con las partículas no ordenadas, ordenadas perpendicular y paralelamente al plano.

En particular notamos que a un valor dado de campo, el cambio de masa es mayor cuando el campo es paralelo a la dirección de ordenamiento, luego cuando es perpendicular a la dirección de ordenamiento y finalmente el valor mas bajo del cambio de masa se obtuvo para el caso de partículas no ordenadas.

Para interpretar las diferencias entre las curvas suponemos un caso simple e idealizado. Consideramos primeramente que al ordenar las partículas con campo, éstas tienden a formar estructuras tipo cadenas. Si suponemos el caso ideal de cadenas lineales distribuidas de manera homogénea en el compósito y paralelas entre sí, entonces cada cadena se puede aproximar como un cilindro. El cilindro posee una anisotropía de forma tal que la dirección fácil es a lo largo del eje de simetría y la dirección difícil es perpendicular a este eje. Un material tipo compósito en el cual hay una distribución homogénea de cadenas tipo cilindros paralelas entre sí, debe tener una anisotropía magnética tal que su dirección fácil es paralela a las cadenas y la dirección difícil es perpendicular a las cadenas.

En nuestro caso, vemos que la curva que se mide para el caso en que las partículas están alineadas en la misma dirección que el campo aplicado, es la curva que muestra los mayores cambios de masa. Recordando que el cambio de masa inducido por el campo magnético aplicado se debe al cambio de magnetización del material, entonces la curva que muestra mayor cambio de masa es la que se magnetiza más fácilmente. Por el contrario, el cambio de masa esperado cuando el campo se aplica perpendicular al eje de las cadenas debe ser menor, tal y como se observa en nuestra medición.

Por último queda interpretar por que el cambio de masa más bajo se obtuvo para el sistema no ordenado. Esto se puede explicar en términos del campo desmagnetizante efectivo. A primera aproximación, el sistema no ordenado puede suponerse como una película delgada con una magnetización neta de $M_T = PVM_s$, donde M_s es la magnetización de saturación por unidad de volumen, V es el volumen del compósito y P es la fracción de volumen que ocupan las partículas. El campo desmagnetizante sería $H_D = M_T N_z$, donde hemos tomado la componente en z del factor desmagnetizante (N_z) ya que es la dirección en la que se aplica el campo externo. El detalle es que para una película delgada ideal, $N_z = 1$ mientras que $N_x = N_y = 0$. Así mismo tenemos que el factor desmagnetizante cumple que $\text{Tr}(N) = N_x + N_y + N_z = 1$. Entonces cuando calentamos y ordenamos partículas con el campo externo, lo que se hace es variar N_z de la película, de manera que disminuye, pero por la propiedad de la traza constante, vemos que si N_z disminuye, la suma de los otros factores desmagnetizantes es $N_x + N_y > 0$. Esto quiere decir que el campo desmagnetizante perpendicular al plano (H_{Dz}) será máximo para el caso no ordenado y debe ser menor cuando las partículas se ordenan. Independientemente del orden, el campo desmagnetizante será máximo para el caso no ordenado. Esto es justamente lo que observamos en la figura 7.16.

En este experimento la orientación del cuadrado se mantuvo fija con respecto al campo aplicado y sus propiedades magnéticas fueron reprogramadas variando la orientación del campo de ordenamiento. Esta es una situación consistente con casos en los que la muestra no se puede mover (rotar) pero cuya respuesta magnética se puede reconfigurar.

Es importante notar que en lo referente a la posibilidad de reconfigurar o reprogramar las propiedades magnéticas, siempre es posible calentar la muestra y aplicarle un campo de ordenamiento cuya magnitud y dirección puede ser variada. Sin embargo, es importante

notar que la configuración de partículas desordenadas ya no puede ser obtenida una vez que éstas se ordenan.

Disco circular delgado

El siguiente sistema corresponde a un disco circular delgado de dimensiones 2×0.4 cm. Es el mismo concepto que el caso anterior pero con la geometría de un disco circular.

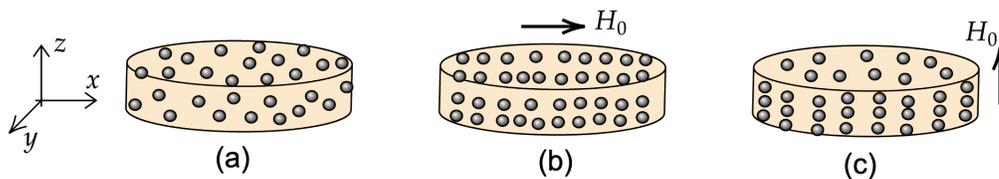


Figura 7.17: Esquema del disco circular plano con partículas (a) no ordenadas, (b) ordenadas con $H_0 \parallel x$ y, (c) con $H_0 \parallel z$.

En la figura 7.18 se muestran las curvas de cambio de masa en función del campo aplicado cuando las partículas no estaban ordenadas [fig. 7.17 (a)], partículas ordenadas en x [fig. 7.17 (b)] y partículas ordenadas en z [fig. 7.17 (c)].

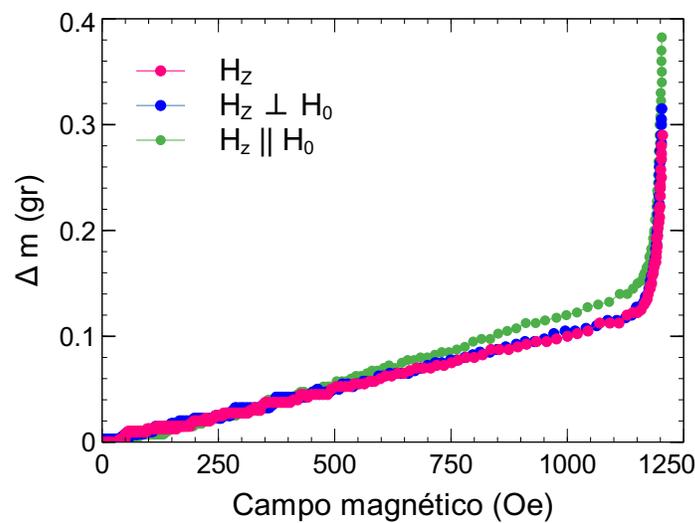


Figura 7.18: Curva de cambio de masa en función del campo magnético para el disco circular plano de parafina con magnetita mineral con las partículas no ordenadas, ordenadas perpendicular y paralelamente al plano.

Como se observa en la figura, las curvas correspondientes a las partículas no ordenadas y ordenadas en el plano del disco, curvas H_z y $H_z \perp H_0$, son prácticamente iguales. Esto indica que no hay un cambio notorio de las propiedades magnéticas entre el caso no ordenado y ordenado en el plano [fig. 7.17 (b)]. Sin embargo, notamos que la curva correspondiente a

las partículas ordenadas en z [fig. 7.17 (c)], curva $H_z || H_0$, se recorre hacia arriba, indicativo de que de las tres muestras, es la que se magnetiza más fácilmente en la dirección z perpendicular al plano del disco. Con respecto al caso discutido anteriormente para el cuadrado delgado, figura 7.16, vemos que en ambos casos el sistema se magnetiza más fácilmente cuando $H_A = H_z$ y las partículas están ordenadas paralelamente al eje z . Sin embargo, al comparar los casos de las partículas no ordenadas y ordenadas en el plano de la muestra, curvas H_z y $H_z \perp H_0$, vemos que mientras para el cuadrado estas curvas muestran diferencias, para el disco ya no hay una distinción notoria entre las curvas. Esto puede ser debido a diversos factores, uno de ellos siendo la posibilidad de que el proceso de acomodo de las partículas y enfriamiento del compuesto bajo campo hayan sido ligeramente diferentes. Esto puede llevar a diferencias como el ángulo exacto de orientación de las cadenas de partículas en la parafina o bien que se presenten diferencias debido a una posible sedimentación de partículas.

Para explicar estos efectos debido al ordenamiento de partículas inducido por campo aplicado vamos a utilizar nuevamente el modelo del campo desmagnetizante efectivo para ensambles de partículas [23]. Sin embargo es necesario hacer algunas consideraciones adicionales. La primera es referente a la anisotropía de forma de cadenas de partículas isotrópicas. Este es un caso muy conocido y ampliamente estudiado desde el trabajo pionero de Jacobs y Bean donde presentan el modelo de la cadena de esferas [80]. Entonces a primera aproximación y de manera puramente cualitativa podemos pensar en el caso de una cadena de partículas esféricas. Ya que tratamos con partículas isotrópicas de magnetita mineral, la anisotropía efectiva esta dada nuevamente por la ecuación (7.5) y de nuevo la anisotropía aparece gracias al volumen envolvente. Si consideramos una sola cadena y aproximamos la envolvente como un cilindro circular infinitamente alto, tenemos que $N_x^+ = 1/2$ y $N_z^+ = 0$ por lo que la anisotropía efectiva es $\Delta N_T = P/2$. Esta anisotropía solo depende de la densidad de las partículas en la cadena o bien de su fracción de llenado P .

La aparición de anisotropías magnéticas por el ordenamiento de partículas en estructuras tipo cadena es un efecto conocido sobre el cual hay diversos estudios [75, 76, 77, 78, 79].

7.3.4. Anisotropía magnética por magnetización de fase magnética de imán permanente

Otro mecanismo que se puede buscar implementar y validar que permite programar o reconfigurar las propiedades magnéticas del material es utilizando un polvo de material magnético duro disperso en la matriz no magnética de plastilina. Esto permite programar la magnetización global o total del compuesto aplicando un campo magnético externo lo suficientemente grande que nos asegure que logramos magnetizar el material en la dirección impuesta por dicho campo. La propiedad de reconfiguración viene del hecho que siempre

es posible remagnetizar el material en otras direcciones aplicando un campo externo con magnitudes y direcciones adecuadas.

En este sentido se han utilizado polvos de la ferrita Bario, que es una hexaferrita dura, como ya se mostró en los capítulos anteriores. Esta ferrita ha sido dispersa en la plastilina a una razón de 5 gr de plastilina y 3.4 gr de polvo de ferrita de Bario.

Para el presente trabajo se optó por analizar un compuesto con forma macroscópica de un cubo de $1.5 \times 1.5 \times 1.5$ cm, la cual es isotrópica y por lo tanto no contribuirá a las mediciones. Adicionalmente se ha cuidado que las partículas se distribuyan de manera homogénea y no ordenada para evitar posibles contribuciones de estructuras tipo cadena. Esto nos asegura que cualquier efecto medido debe venir del estado de magnetización colectiva del material magnético duro.

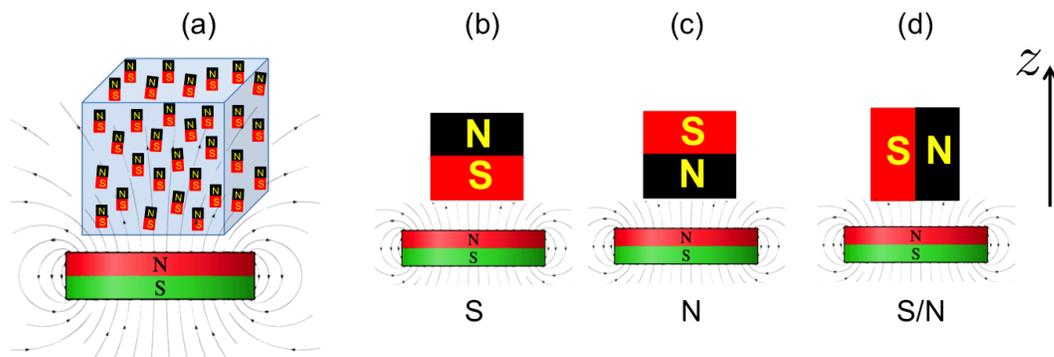


Figura 7.19: Esquema mostrando (a) cómo se magnetizó el compuesto y cómo se colocó en la balanza para realizar mediciones de manera que la fuerza sobre el material fuera (b) atractiva (S), (c) repulsiva (N) y (d) combinada al colocar el material con los polos perpendiculares al campo aplicado (S/N).

En la figura 7.19 se muestra de manera esquemática como se magnetizó el compuesto y como se colocó en la balanza para realizar mediciones de manera que la fuerza sobre el material fuera atractiva (S), repulsiva (N) y combinada al colocar el material con los polos perpendiculares al campo aplicado (S/N).

Aquí es de notar que a diferencia de los materiales suaves que se han empleado hasta ahora, el contar con un material duro que se polariza, nos da la posibilidad de contar con materiales que sean sujetos a fuerzas atractivas y repulsivas. Esto abre una variante que no existe para los materiales suaves, los cuales solo sienten fuerzas atractivas.

En la figura 7.20 se muestran las curvas de cambio de masa en función del campo magnético para el cubo de plastilina con ferrita de Bario aplicando el campo paralelo (S) y antiparalelo (N) a la dirección de magnetización del material y transversal (S/N). Como se observa, las curvas medidas muestran diferencias muy claras y en particular, notamos el

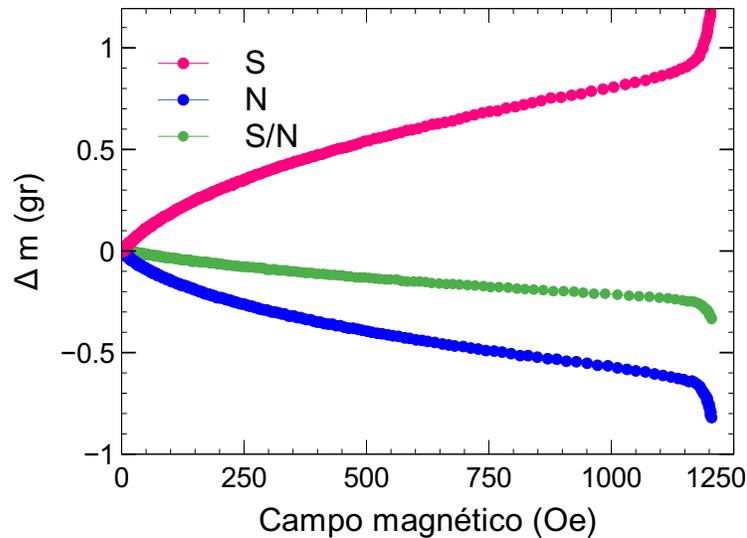


Figura 7.20: Curvas de cambio de masa en función del campo magnético para el cubo de plastilina con ferrita de Bario aplicando el campo paralelo (S) y antiparalelo (N) a la dirección de magnetización del material y transversal (S/N).

comportamiento de cambio de masa negativo que resulta cuando la fuerza es repulsiva. En este caso, dicho comportamiento se observa para la configuración (N), ver figura 7.19 (c). Vemos que para la configuración (S/N), figura 7.19 (d), también se registró un cambio de masa negativo, aunque como es esperado, de menor magnitud que el caso (N). Por su parte, para la configuración (S) se observa un cambio importante de la masa que es consistente con una fuerza atractiva.

Estos resultados validan el enfoque propuesto de utilizar un material magnético duro y aprovechar esa propiedad para polarizar el material en diferentes direcciones. Aquí nos hemos limitado a un ejemplo, pero es de esperar que este mecanismo se pueda combinar con alguno de los diferentes mecanismos probados para los polvos de material magnético suave.

7.3.5. Anisotropía magnética por huecos no magnéticos

Otro enfoque que se ha probado para introducir propiedades reconfigurables de anisotropía magnética en estos compósitos, es mediante la creación de huecos no magnéticos en la estructura del compósito.

Como primer caso, se ha analizado un cubo de compósito de plastilina con magnetita mineral. El cubo homogéneo a lo largo de sus aristas es isotrópico, al introducir huecos cilíndricos no magnéticos paralelos entre sí, aparecerán efectos desmagnetizantes que tienen

la simetría de la red de huecos. Esto debe resultar en que los campos desmagnetizantes efectivos del sistema con huecos dejen de ser isotrópicos y que por el contrario, den lugar a una anisotropía magnética.

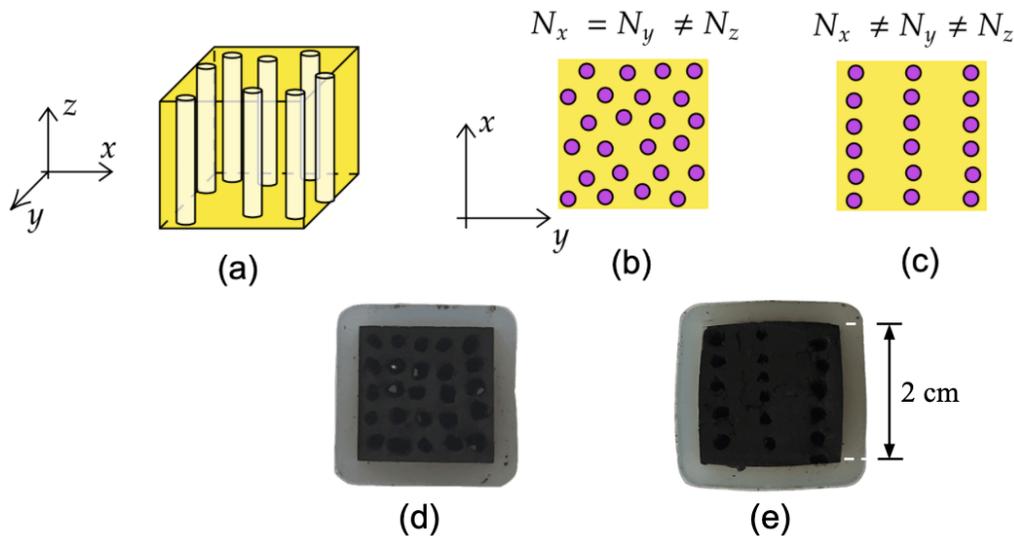


Figura 7.21: Esquema del cubo de plastilina con magnetita mineral (a) red de huecos cilíndricos paralelos. Sección transversal con (b) red isotrópica de huecos y, (c) red anisotrópica de huecos. (d) y (e) fotografías de las muestras.

A partir de un mismo volumen de material compuesto plastilina con magnetita mineral se hicieron cubos de 2×2 cm en los cuales se hicieron huecos cilíndricos paralelos que atravesaron el cubo de lado a lado, en este caso, los huecos tienen un diámetro de aproximadamente 1 mm. Se usaron dos distribuciones de huecos, como se ilustra en la figura 7.21: una distribución aleatoria donde se introdujeron el mayor número de huecos que fue posible [fig. 7.21 (b) y (d)] y, un arreglo con una distribución no homogénea de huecos [fig. 7.21 (c) y (e)] con la cual se buscó introducir una asimetría en el plano perpendicular a los huecos.

En la figura 7.22 se presentan las curvas de cambio de masa en función del campo magnético para el cubo (a) homogéneo (sin huecos), (b) con un arreglo denso e isotrópico de huecos circulares paralelos entre sí y, (c) para un arreglo con una distribución no homogénea y anisotrópica de huecos circulares paralelos entre sí.

Como podemos ver, para el cubo homogéneo y sin huecos, que corresponde a los mismos datos mostrados en la figura 7.10 (a), vemos que el sistema es isotrópico ya que las curvas mostradas son prácticamente iguales. Sin embargo, se puede ver en el inciso (b) que al introducir la red isotrópica de huecos la respuesta magnética del material en las direcciones paralela y perpendicular a los huecos es diferente. En particular vemos que en este caso es más fácil magnetizar el material en la dirección paralela a los huecos. Este resultado muestra que se puede inducir o programar una anisotropía magnética de *forma* introduciendo huecos en el material.

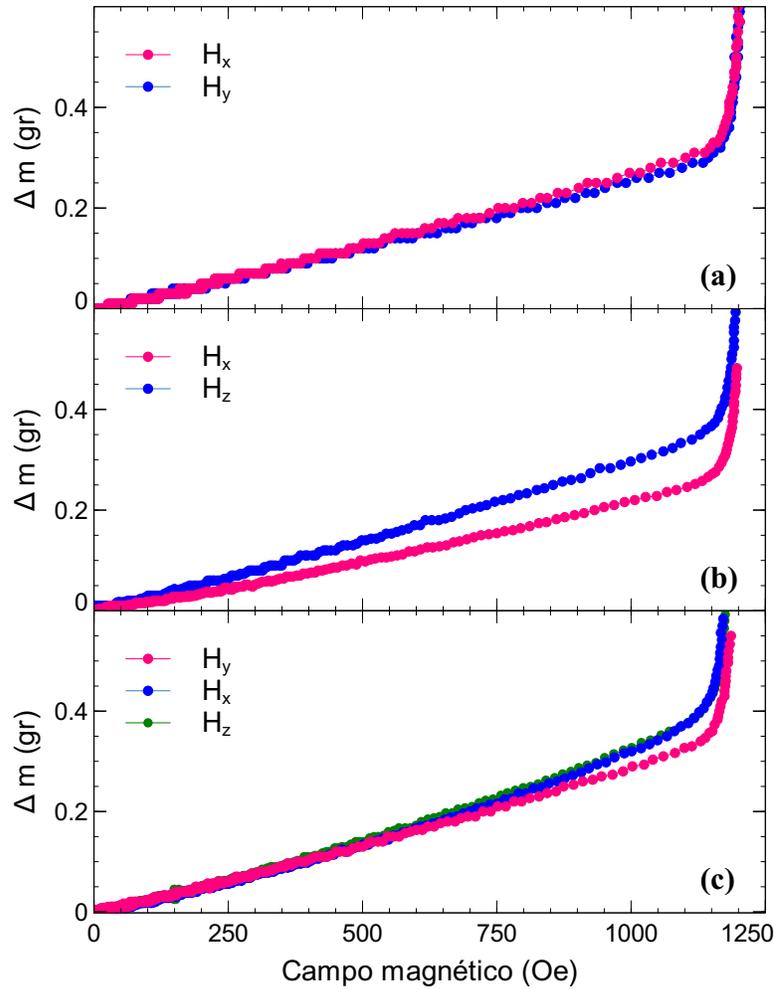


Figura 7.22: Curvas de cambio de masa en función del campo magnético para el cubo (a) homogéneo (sin huecos), (b) con un arreglo denso de huecos circulares paralelos entre sí y, (c) para un arreglo con una distribución no homogénea de huecos circulares paralelos entre sí.

Para la red isotrópica de huecos vimos que las direcciones paralela y perpendicular al eje de los huecos son no-equivalentes y por lo tanto aparece una anisotropía. Sin embargo el sistema es isotrópico en el plano perpendicular a la dirección de los huecos debido a que la distribución de huecos es homogénea. Una forma de buscar introducir una variante a las propiedades de anisotropía es modificando el ordenamiento de los huecos para que la distribución sea no homogénea o bien anisotrópica, tal y como se ilustra en la figura 7.21 (c). Los resultados de las mediciones de cambio de masa, 7.22 (c), muestran que si se pasa del caso isotrópico al anisotrópico en el plano ya que como vemos las curvas medidas en el plano perpendicular a los huecos, H_x y H_y , son diferentes. Sin embargo, vemos que de manera inesperada las curvas H_x y H_z con prácticamente iguales. En este caso, estas dos direcciones se magnetizan más fácilmente que la dirección H_y . Si comparamos las diferencias observadas entre las curvas H_x y H_z

Otra variante de este tipo de sistemas se obtiene reemplazando el cubo por un prisma cuadrado en el cual se hacen la red isotrópica y anisotrópica de huecos y se mide la respuesta del material a lo largo de los tres ejes principales, como se ilustra esquemáticamente en la figura 7.23.

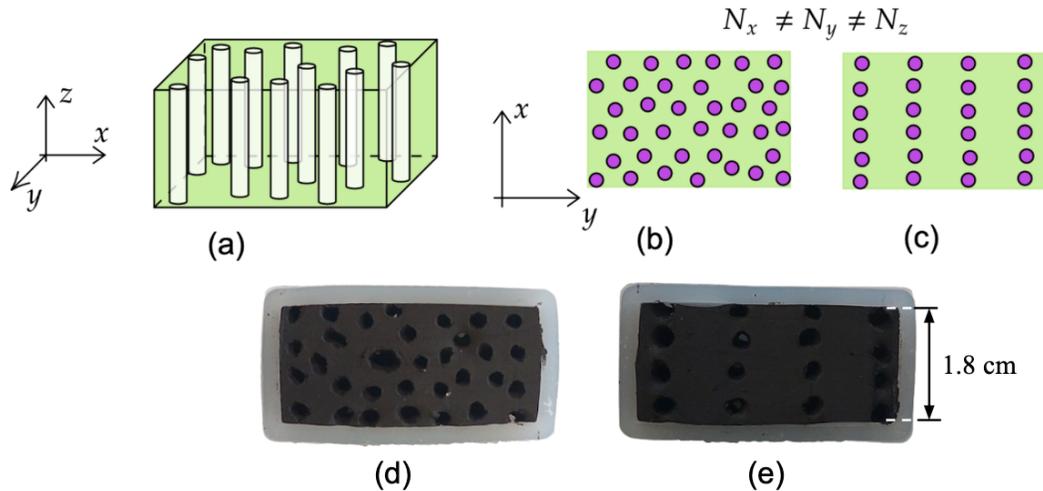


Figura 7.23: Esquema del prisma cuadrado de plastilina con magnetita mineral (a) red de huecos cilíndricos paralelos. Sección transversal con (b) red isotrópica de huecos y, (c) red anisotrópica de huecos. (d) y (e) fotografías de las muestras.

Este diseño permite introducir un grado de libertad adicional en los parámetros que determinan la anisotropía efectiva del compuesto. Específicamente, al variar la geometría del cubo al prisma cuadrado, se cambian los factores desmagnetizantes del volumen macroscópico. Por lo tanto la combinación de la anisotropía de forma macroscópica con la anisotropía introducida por los huecos dará propiedades diferentes. Esto lo vemos si comparamos el caso de la red isotrópica de huecos para el cubo [fig. 7.21 (b) y (d)] y el prisma rectangular [fig. 7.23 (b)]. En el caso del cubo, el volumen macro y la simetría de los huecos de sección circular hacen que se cumpla $N_x = N_y$ para los factores desmagnetizantes efectivos. Sin embargo, para el prisma cuadrado, esto ya no se cumple debido a que el volumen macro ya no es isotrópico (como el cubo), entonces a pesar de tener una distribución isotrópica de huecos, los factores desmagnetizantes efectivos son tales que $N_x \neq N_y$.

La figura 7.24 muestra las curvas de cambio de masa en función del campo magnético para el prisma cuadrado (a) homogéneo (sin huecos), (b) con un arreglo denso e isotrópico de huecos circulares paralelos entre sí y, (c) para un arreglo con una distribución no homogénea y anisotrópica de huecos circulares paralelos entre sí.

El último caso que consideramos consistió en hacer un cubo de plastilina con magnetita en cuyo interior se crearon redes de huecos esféricos no magnéticos. Se usaron esferas de sílice aproximadamente del mismo tamaño (≈ 3 mm). Las esferas se acomodaron formando cadenas lineales. El compuesto se fabricó por capas o niveles, donde en cada capa se colocaron tres cadenas de partículas paralelas entre sí, como se ilustra esquemáticamente en la

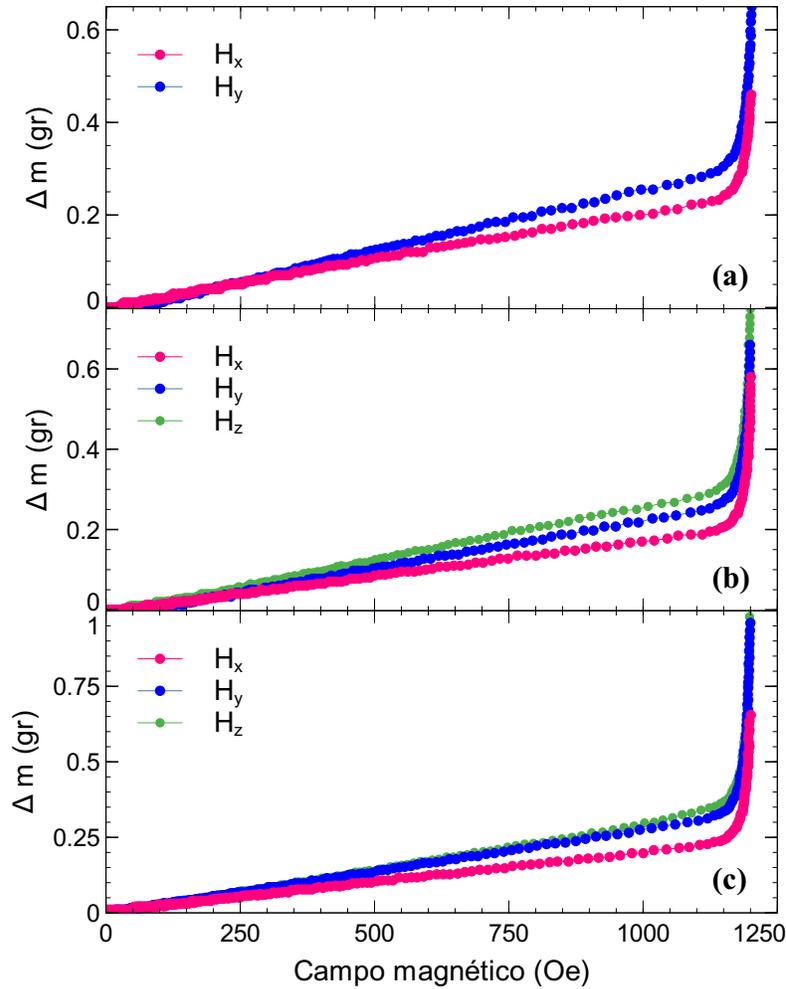


Figura 7.24: Curvas de cambio de masa en función del campo magnético para el prisma cuadrado (a) homogéneo (sin huecos), (b) con un arreglo denso e isotrópico de huecos circulares paralelos entre sí y, (c) para un arreglo con una distribución no homogénea y anisotrópica de huecos circulares paralelos entre sí.

figura 7.25 (a). En la figura 7.25 (b) vemos una fotografía de la muestra donde se ha dejado a la vista la capa superior que muestra las cadenas de esferas de sílice.

Las mediciones en la balanza magnética se realizaron aplicando el campo magnético a lo largo de las aristas es decir, en las direcciones x, y, z . Las respectivas curvas de cambio de masa en función del campo magnético aplicado se muestran en la figura 7.26 y están etiquetadas como H_x, H_y, H_z respectivamente.

De la figura podemos observar que las mediciones en H_x, H_y son iguales entre si y difieren de la curva H_z . Primeramente esto muestra que se ha inducido una anisotropía magnética en el material, siendo en este caso la dirección difícil a lo largo de z mientras que el sistema se magnetiza más fácilmente en el plano xy donde vemos que el sistema es isotrópico.

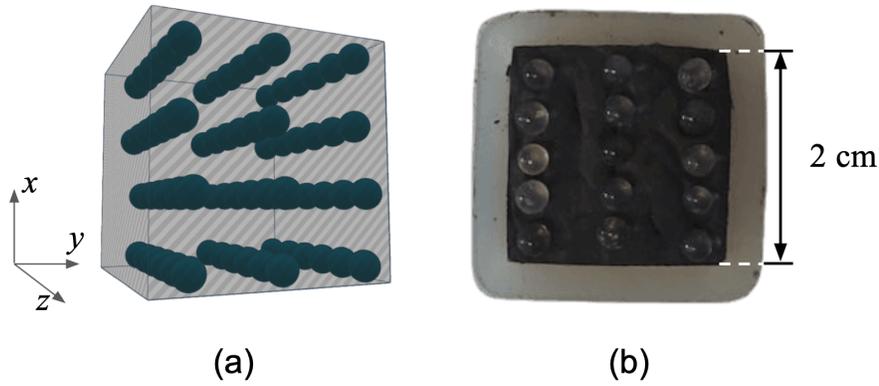


Figura 7.25: (a) Esquema del un cubo de compuesto de plastilina con magnetita mineral con cadenas de esferas de sílice acomodadas en capas y, (b) fotografía del compuesto.

Estas propiedades de anisotropía son inducidas por los huecos no magnéticos y su distribución al interior del compuesto. En efecto, como ya vimos para el caso del cubo homogéneo sin huecos, figuras 7.10 (a) y 7.22 (a), este es isotrópico. Por lo que la anisotropía observada en para el cubo con huecos esféricos es resultado de la geometría y distribución de los huecos.

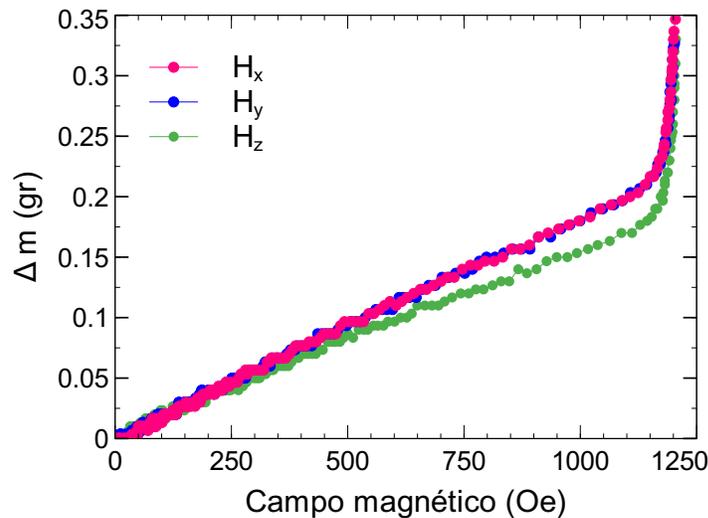


Figura 7.26: Curvas de cambio de masa en función del campo magnético para el cubo de compuesto de plastilina con magnetita mineral con cadenas de esferas de sílice acomodadas en capas.

En base al modelo del campo medio para un material magnético con huecos no magnéticos, vimos que la anisotropía esta dada por la ecuación (1.37), esto es:

$$\Delta N_{ef} = \Delta N^{\dagger} + (\Delta N_h - \Delta N^{\dagger})f. \quad (7.6)$$

donde N^{\dagger} es el factor desmagnetizante del volumen macroscópico del material, en este caso del compuesto, N_h es el factor desmagnetizante que corresponde a la geometría de los huecos y f es la porosidad o fracción de volumen ocupada por los huecos en el volumen del material.

De los tres casos medidos, consideremos primero los dos ejemplos donde el volumen macroscópico es un cubo. El cubo (homogéneo) es isotrópico por lo que $\Delta N^\dagger = 0$, en este caso tenemos que,

$$\Delta N_{ef} = \Delta N_h f. \quad (7.7)$$

De esta expresión vemos que la única fuente de anisotropía viene de la contribución de la anisotropía de forma asociada a la geometría del hueco. Para el caso de los huecos cilíndricos, tomamos $\Delta N_h = N_x - N_z \approx 1/2$ que corresponde a la anisotropía de forma de un cilindro muy alto. Es decir, cociente altura/diámetro ≥ 10 que es el caso de los huecos cilíndricos que se han usado. Entonces la anisotropía es proporcional a la porosidad f .

Para el otro caso, se han introducido cadenas de esferas para tener así huecos que induzcan direcciones preferenciales similares a las de un hueco cilíndrico. A primera aproximación usamos nuevamente la ecuación (7.7) dado que el volumen macroscópico es un cubo. El uso de huecos en forma de cadenas de esferas parte de la analogía con las cadenas de partículas magnéticas que se asemejan a un cilindro del mismo material magnético, así como los resultados obtenidos para los huecos cilíndricos. Dado que un hueco esférico es isotrópico, la anisotropía aparece en virtud de la densidad de partículas e lo largo de las diferentes direcciones que se midieron. En este caso, el hecho de que las mediciones H_x, H_y sean iguales, implica que la densidad de partículas en las cadenas y las capas de cadenas en esas dos direcciones resultaron ser equivalentes. Así mismo, para H_z concluimos que la densidad es diferente. En todo caso, al tener capas con cadenas paralelas de esferas, es claro que en cualquiera de las tres direcciones principales en la que se aplique el campo, lo que se observa aproximadamente son cadenas de esferas en x, y, z pero de manera que la densidad de esferas no es necesariamente igual.

Finalmente, el tercer caso que se exploró fue el del prisma rectangular con huecos cilíndricos. Para este volumen macroscópico tenemos que $N^\dagger = \{N_x^\dagger, N_z^\dagger, N_z^\dagger\}$, es decir (figura 7.23) $N_z^\dagger = N_z^\dagger \neq N_x^\dagger$. Esto introduce una anisotropía adicional debido al volumen macroscópico. Ahora, además de la anisotropía inducida por los huecos cilíndricos se suma también el efecto del volumen macroscópico y la anisotropía total queda dada por la ecuación (7.6).

Con esto se verifica que la introducción de huecos no magnéticos en el compuesto también es un mecanismo para inducir anisotropías magnéticas en el material. Como se mostró este efecto depende de la geometría (el factor desmagnetizante equivalente) del hueco, su distribución y densidad. Esto se suma a los otros dos métodos que también se validaron: la forma del volumen macroscópico y el ordenamiento de las partículas magnéticas en el compuesto en cadenas autoensambladas por campo magnético. De hecho, el caso del prisma rectangular con huecos cilíndricos, figuras 7.23 y 7.24, muestra como dos de estas anisotropías inducidas

se pueden combinar para introducir más variantes o mayor control sobre las propiedades de anisotropía que se pueden inducir de manera reconfigurable en este tipo de materiales.

Para concluir, es importante enfatizar de nuevo que se mostraron tres métodos diferentes para introducir anisotropías magnéticas en estos compósitos que contienen partículas magnéticas isotrópicas. Esto es, a pesar de usar partículas isotrópicas, es posible modular efectos magnetostáticos de tipo desmagnetizante o bien de interacción dipolar que resultan en anisotropías magnéticas del material.

Capítulo 8

Conclusiones generales

Se realizó exitosamente la fabricación de materiales compósitos magnéticos, así como la identificación de las concentraciones en las cuales el compuesto dejaba de ser maleable. Además, se construyó un montaje experimental que permite medir el cambio de masa de un material magnético debido a la fuerza ejercida por un gradiente de campo magnético, empleando la plataforma de Arduino, con el cual se pudieron realizar diversas mediciones de los diferentes materiales compósitos fabricados. Se realizó la caracterización de la microestructura de los materiales de magnetita mineral, hierro carbonilo, níquel y ferrita de bario mediante técnicas como los rayos X y la microscopía electrónica de barrido. Además, se llevaron a cabo mediciones complementarias de los ciclos de histéresis. Como parte del estudio de estas propiedades, se ha adaptó el material compuesto para fabricar una guía de onda tipo coplanar. A través de esta guía de onda, se ha logrado observar la absorción de microondas del compuesto, así como sus propiedades de resonancia ferromagnética. En cuanto al estudio de la capacidad de reconfiguración de las propiedades magnéticas de los compuestos, se han propuesto y validado cuatro esquemas controlados. Estos esquemas permiten introducir cambios en las propiedades magnéticas del compuesto de manera controlada y reconfigurable. Dichos esquemas incluyen: (1) moldear la forma macroscópica del compuesto, (2) alinear las partículas dentro de la matriz mediante la aplicación de calor y un campo magnético, (3) utilizar partículas de un material magnético duro y polarizar el compuesto en diferentes direcciones, y (4) introducir huecos no magnéticos con geometrías bien definidas y distribución controlada en el volumen del compuesto. Estos procesos de moldeo, alineación y introducción de huecos no magnéticos modifican la anisotropía a través de efectos desmagnetizantes o de interacción dipolo-dipolo entre partículas. En el caso de materiales con partículas de material magnético duro, la anisotropía se debe a la anisotropía magnetocristalina de las micro partículas. Es importante destacar que todos estos mecanismos son reversibles, lo que permite reprogramar o reconfigurar la anisotropía magnética de estos materiales.

Capítulo 9

Perspectivas

La balanza que se ha implementado y utilizado ha sido validada para su uso en el análisis cualitativo de la respuesta magnética de los compósitos mediante la determinación de cambios de masa. Como se ha mostrado, este método resultó ser una buena opción para resolver el problema de la limitante de tamaño de muestra que se puede medir en sistemas convencionales de magnetometría y poder así medir muestras de gran tamaño. Sin embargo, aun es posible hacer modificaciones que permitan mejorar este sistema de medición tanto para ampliar el rango de uso así como mejorar su precisión y fiabilidad. Por otra parte también se podrían incluir mejoras al montaje con el fin de tratar de hacer el sistema cuantitativo y no solo cualitativo.

De los resultados obtenidos en resonancia ferromagnética y absorción de microondas, se validó un diseño de guía de onda que permite caracterizar estos materiales moldeables. Esto abre opciones para el estudio de diversos problemas como son por ejemplo la absorción de microondas y el apantallamiento electromagnético, donde los compósitos fabricados pueden tener un impacto importante por su propiedad de ser reconfigurables.

Una perspectiva interesante que se deriva del presente trabajo es relativa al modelado de las propiedades de anisotropía de estos materiales. Se mostró que la anisotropía efectiva de estos materiales se puede variar cambiando la forma macroscópica del compósito, ordenando las partículas usando campo magnético así como incorporando huecos magnéticos en el volumen del compósito y combinaciones de éstos. Aunque se ha evocado un modelo para elaborar interpretaciones cualitativas, el modelado de las propiedades de anisotropía que tome en cuenta estos mecanismos es de gran importancia para poder explicar y predecir la anisotropía de estos sistemas.

Otro posible mecanismo para variar aún más las propiedades magnéticas del material

sería usando mezclas de materiales magnéticos. Por ejemplo combinando polvos de materiales suaves con duros, o bien materiales con diferentes valores de magnetización y/o susceptibilidad magnética intrínseca. O bien, materiales compuestos de múltiples capas con diferentes tipos de partículas magnéticas en cada capa. Esto permite combinar propiedades magnéticas de diferentes materiales y optimizar el comportamiento del compuesto.

Una perspectiva interesante surge del hecho de que la plastilina, como vimos, tiene las ventajas de ser barata, estable, maleable y moldeable. Aquí se utilizó como base para los materiales compósitos, sin embargo su uso puede tener mayor alcance. Una opción es la de aprovechar la plastilina magnética como herramienta para el prototipado rápido de piezas con respuesta magnética por diseño. En este caso, es directo visualizar que una vez que se ajusta la anisotropía del compuesto, es fácil empleando técnicas de fabricación aditivas, realizar piezas de otros materiales para su aplicación específica.

Hay otros temas de investigación donde estos materiales a base de plastilina o parafina pueden ser de interés y con potencial para aportar variantes nuevas. En particular, en 2021 se publicaron dos estudios, ambos basados en líquidos magnetoreológicos para los cuales es posible modular sus propiedades ópticas [81] las cuales funcionan como interruptores ópticos modulados con campo. De manera análoga, también se ha demostrado la viabilidad de modular con campo magnético la respuesta acústica [82]. Por lo que no es difícil suponer que los materiales compósitos magnéticos reconfigurables también puedan presentar efectos magnetoópticos o magnetoacústicos interesantes u originales.

Bibliografía

- [1] H. Wang, Z. Zhu, H. Jin, R. Wei, L. Bi, and W. Zhang, “Magnetic soft robots: Design, actuation, and function,” *Journal of Alloys and Compounds*, p. 166219, 2022.
- [2] Y. Kim and X. Zhao, “Magnetic soft materials and robots,” *Chemical reviews*, vol. 122, no. 5, pp. 5317–5364, 2022.
- [3] W. Hu, G. Z. Lum, M. Mastrangeli, and M. Sitti, “Small-scale soft-bodied robot with multimodal locomotion,” *Nature*, vol. 554, no. 7690, pp. 81–85, 2018.
- [4] M. Sun, C. Tian, L. Mao, X. Meng, X. Shen, B. Hao, X. Wang, H. Xie, and L. Zhang, “Reconfigurable magnetic slime robot: Deformation, adaptability, and multifunction,” *Advanced Functional Materials*, p. 2112508, 2022.
- [5] R. Brito-Pereira, C. Ribeiro, N. Peřinka, S. Lanceros-Mendez, and P. Martins, “Reconfigurable 3d-printable magnets with improved maximum energy product,” *Journal of Materials Chemistry C*, vol. 8, no. 3, pp. 952–958, 2020.
- [6] H. Deng, K. Sattari, Y. Xie, P. Liao, Z. Yan, and J. Lin, “Laser reprogramming magnetic anisotropy in soft composites for reconfigurable 3d shaping,” *Nature communications*, vol. 11, no. 1, pp. 1–10, 2020.
- [7] C. Willey, V. W. Chen, K. Scalzi, P. Buskohl, and A. T. Juhl, “Magneto-rheological elastomer panels with reconfigurable magnetic mass for acoustic wave absorption,” *The Journal of the Acoustical Society of America*, vol. 145, no. 3, pp. 1686–1686, 2019.
- [8] M. Cianchetti, C. Laschi, A. Menciassi, and P. Dario, “Biomedical applications of soft robotics,” *Nature Reviews Materials*, vol. 3, no. 6, pp. 143–153, 2018.
- [9] E. Bayramlı, Ö. Gölğeliođlu, and H. B. Ertan, “Powder metal development for electrical motor applications,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 161, no. 1-2, pp. 83–88, 2005.
- [10] A. Hamler, V. Goričan, B. Šuštaršič, and A. Sirc, “The use of soft magnetic composite materials in synchronous electric motor,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 304, no. 2, pp. e816–e819, 2006.

- [11] G. Sowter, “Soft magnetic materials for audio transformers: History, production, and applications,” *Journal of the Audio Engineering Society*, vol. 35, no. 10, pp. 760–777, 1987.
- [12] Y. Ju, R. Hu, Y. Xie, J. Yao, X. Li, Y. Lv, X. Han, Q. Cao, and L. Li, “Reconfigurable magnetic soft robots with multimodal locomotion,” *Nano Energy*, vol. 87, p. 106169, 2021.
- [13] X. Fan, M. Sun, L. Sun, and H. Xie, “Ferrofluid droplets as liquid microrobots with multiple deformabilities,” *Advanced Functional Materials*, vol. 30, no. 24, p. 2000138, 2020.
- [14] P. Zhang, Q. Wang, M. Kamezaki, Z. He, Y. Iwamoto, Y. Ido, H. Sakamoto, and S. Sugano, “Development of a ‘calf muscle pump’ inspired reconfigurable soft pump module using permanent magnetic elastomer,” in *2022 IEEE/ASME International Conference on Advanced Intelligent Mechatronics (AIM)*, pp. 1115–1120, IEEE, 2022.
- [15] E. Purcell, *Electricity and magnetism*, vol. 2. Berkeley physics course, 1963.
- [16] J. M. Coey, *Magnetism and magnetic materials*. Cambridge university press, 2010.
- [17] R. A. Serway and J. W. Jewett, *Electricidad y magnetismo*. McGraw-Hill, 2005.
- [18] K. M. Krishnan, *Fundamentals and applications of magnetic materials*. Oxford University Press, 2016.
- [19] J. C. Mallinson, *Magneto-resistive and spin valve heads: fundamentals and applications*. Elsevier, 2001.
- [20] R. Feynman, R. Leighton, and M. Sands, “Física. tomo ii: Electromagnetismo y materia,” *Ed. Addison-Wesley Iberoamericana*.
- [21] J. R. Reitz *et al.*, “Fundamentos de la teoría electromagnética,” 1996.
- [22] A. Aharoni *et al.*, *Introduction to the Theory of Ferromagnetism*, vol. 109. Clarendon Press, 2000.
- [23] J. M. Martínez-Huerta, J. D. L. T. Medina, L. Piraux, and A. Encinas, “Configuration dependent demagnetizing field in assemblies of interacting magnetic particles,” *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 25, no. 22, p. 226003, 2013.
- [24] U. Netzelmann, “Ferromagnetic resonance of particulate magnetic recording tapes,” *Journal of applied physics*, vol. 68, no. 4, pp. 1800–1807, 1990.
- [25] A. Encinas-Oropesa, M. Demand, L. Piraux, I. Huynen, and U. Ebels, “Dipolar interactions in arrays of nickel nanowires studied by ferromagnetic resonance,” *Physical Review B*, vol. 63, no. 10, p. 104415, 2001.
- [26] J. Dubowik, “Shape anisotropy of magnetic heterostructures,” *Physical Review B*, vol. 54, no. 2, p. 1088, 1996.

- [27] J. Dubowik, “Erratum: Shape anisotropy of magnetic heterostructures [phys. rev. b 54, 1088 (1996)],” *Physical Review B*, vol. 62, no. 1, p. 727, 2000.
- [28] V. Ignatchenko, I. Edelman, and D. Petrov, “Magnetostatic fields in planar assemblies of magnetic nanoparticles,” *Physical Review B*, vol. 81, no. 5, p. 054419, 2010.
- [29] G. Kakazei, A. Kravets, N. Lesnik, M. Pereira de Azevedo, Y. G. Pogorelov, and J. Sousa, “Ferromagnetic resonance in granular thin films,” *Journal of applied physics*, vol. 85, no. 8, pp. 5654–5656, 1999.
- [30] A. Butera, J. Zhou, and J. Barnard, “Ferromagnetic resonance in as-deposited and annealed fe- sio₂ heterogeneous thin films,” *Physical Review B*, vol. 60, no. 17, p. 12270, 1999.
- [31] Y. G. Pogorelov, G. Kakazei, J. Sousa, A. Kravets, N. Lesnik, M. P. de Azevedo, M. Malinowska, and P. Panissod, “Structural and magnetic study of heterogeneous co x ag_{1-x} films by resonance and magnetometric techniques,” *Physical Review B*, vol. 60, no. 17, p. 12200, 1999.
- [32] E. Oliva-Moreno, “Efectos desmagnetizantes en materiales magnéticos no continuos,” Master’s thesis, Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, 2018.
- [33] C. Kittel and P. McEuen, *Introduction to solid state physics*. John Wiley & Sons, 2018.
- [34] Y. Duan and H. Guan, *Microwave absorbing materials*. CRC Press, 2016.
- [35] X. Zeng, X. Cheng, R. Yu, and G. D. Stucky, “Electromagnetic microwave absorption theory and recent achievements in microwave absorbers,” *Carbon*, vol. 168, pp. 606–623, 2020.
- [36] S. Geetha, K. Satheesh Kumar, C. R. Rao, M. Vijayan, and D. Trivedi, “Emi shielding: Methods and materials—a review,” *Journal of applied polymer science*, vol. 112, no. 4, pp. 2073–2086, 2009.
- [37] D. Jiang, V. Murugadoss, Y. Wang, J. Lin, T. Ding, Z. Wang, Q. Shao, C. Wang, H. Liu, N. Lu, *et al.*, “Electromagnetic interference shielding polymers and nanocomposites-a review,” *Polymer Reviews*, vol. 59, no. 2, pp. 280–337, 2019.
- [38] D. Chung, “Materials for electromagnetic interference shielding,” *Materials Chemistry and Physics*, vol. 255, p. 123587, 2020.
- [39] S. Wu, W. Hu, Q. Ze, M. Sitti, and R. Zhao, “Multifunctional magnetic soft composites: A review,” *Multifunctional materials*, vol. 3, no. 4, p. 042003, 2020.
- [40] H. Shokrollahi and K. Janghorban, “Soft magnetic composite materials (smcs),” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 189, no. 1-3, pp. 1–12, 2007.
- [41] T. Xie, “Tunable polymer multi-shape memory effect,” *Nature*, vol. 464, no. 7286, pp. 267–270, 2010.

- [42] H. Jiang, S. Kelch, and A. Lendlein, “Polymers move in response to light,” *Advanced Materials*, vol. 18, no. 11, pp. 1471–1475, 2006.
- [43] J. De Vicente, D. J. Klingenberg, and R. Hidalgo-Alvarez, “Magnetorheological fluids: a review,” *Soft matter*, vol. 7, no. 8, pp. 3701–3710, 2011.
- [44] J. N. Lee, C. Park, and G. M. Whitesides, “Solvent compatibility of poly (dimethylsiloxane)-based microfluidic devices,” *Analytical chemistry*, vol. 75, no. 23, pp. 6544–6554, 2003.
- [45] J. C. McDonald and G. M. Whitesides, “Poly (dimethylsiloxane) as a material for fabricating microfluidic devices,” *Accounts of chemical research*, vol. 35, no. 7, pp. 491–499, 2002.
- [46] H.-I. Kim, M.-W. Han, W. Wang, S.-H. Song, H. Rodrigue, and S.-H. Ahn, “Design and development of bio-mimetic soft robotic hand with shape memory alloy,” in *2015 IEEE International Conference on Robotics and Biomimetics (ROBIO)*, pp. 2330–2334, IEEE, 2015.
- [47] D. R. Darby, Z. Cai, C. R. Mason, and J. T. Pham, “Modulus and adhesion of sylgard 184, solaris, and ecoflex 00-30 silicone elastomers with varied mixing ratios,” *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 139, no. 25, p. e52412, 2022.
- [48] D. Garcia-Gonzalez, M. Moreno, L. Valencia, A. Arias, and D. Velasco, “Influence of elastomeric matrix and particle volume fraction on the mechanical response of magneto-active polymers,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 215, p. 108796, 2021.
- [49] F. Magnussen, D. Svechkarenko, P. Thelin, and C. Sadarangani, “Analysis of a pm machine with soft magnetic composites core,” in *Proceedings of the IEEE Vehicular Power and Propulsion Symposium, VPP 04*, 2004.
- [50] L. Dobrzański and M. Drak, “Structure and properties of composite materials with polymer matrix reinforced nd–fe–b hard magnetic nanostructured particles,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 157, pp. 650–657, 2004.
- [51] R. Galea, K. K. Dudek, P.-S. Farrugia, L. Z. Mangion, J. N. Grima, and R. Gatt, “Reconfigurable magneto-mechanical metamaterials guided by magnetic fields,” *Composite Structures*, vol. 280, p. 114921, 2022.
- [52] K. Asaka and C. Ishihara, “Technical trends in soft magnetic parts and materials,” *Hitachi Powdered Metals Technical Report*, vol. 4, no. 3, p. 9, 2005.
- [53] P. I. Corke and O. Khatib, *Robotics, vision and control: fundamental algorithms in MATLAB*, vol. 73. Springer, 2011.
- [54] Y. Alapan, A. C. Karacakol, S. N. Guzelhan, I. Isik, and M. Sitti, “Reprogrammable shape morphing of magnetic soft machines,” *Science advances*, vol. 6, no. 38, p. eabc6414, 2020.

- [55] R. Davis, "Using small, rare-earth magnets to study the susceptibility of feebly magnetic metals," *American journal of physics*, vol. 60, no. 4, pp. 365–370, 1992.
- [56] A. A. O. Carneiro, A. T. Touso, and O. Baffa, "Avaliação da susceptibilidade magnética usando uma balança analítica," *Química Nova*, vol. 26, pp. 952–956, 2003.
- [57] M. Cano, T. Cordova-Fraga, M. Sosa, J. Bernal-Alvarado, and O. Baffa, "Understanding the magnetic susceptibility measurements by using an analytical scale," *European Journal of Physics*, vol. 29, no. 2, p. 345, 2008.
- [58] F. Souza Jr, A. Ferreira, A. Varela, G. Oliveira, F. Machado, E. Pereira, E. Fernandes, J. Pinto, and M. Nele, "Methodology for determination of magnetic force of polymeric nanocomposites," *Polymer Testing*, vol. 32, no. 8, pp. 1466–1471, 2013.
- [59] F. G. de Souza, J. A. Marins, J. C. Pinto, G. E. de Oliveira, C. M. Rodrigues, and L. M. T. Lima, "Magnetic field sensor based on a maghemite/polyaniline hybrid material," *Journal of Materials Science*, vol. 45, pp. 5012–5021, 2010.
- [60] E. Pereira, F. Souza Jr, C. Santana, D. Soares, A. Lemos, and L. Menezes, "Influence of magnetic field on the dissolution profile of cotrimoxazole inserted into poly (lactic acid-co-glycolic acid) and maghemite nanocomposites," *Polymer Engineering & Science*, vol. 53, no. 11, pp. 2308–2317, 2013.
- [61] A. Vargas and F. Souza Jr, "Nanocomposites of poly (l-lactic acid) and maghemite for drug delivery of caffeine," *Biomaterials Science-Processing, Properties, and Applications*, pp. 95–105, 2011.
- [62] F. G. Souza Jr, G. E. Oliveira, and M. C. Lopes, "Environmental recovery by magnetic nanocomposites based on castor oil," *Natural polymers, biopolymers, biomaterials, and their composites, blends, and IPNs. Volume*, vol. 2, pp. 247–262, 2012.
- [63] F. Gomes de Souza Jr, J. A. Marins, C. H. Rodrigues, and J. C. Pinto, "A magnetic composite for cleaning of oil spills on water," *Macromolecular Materials and Engineering*, vol. 295, no. 10, pp. 942–948, 2010.
- [64] M. C. Lopes, F. G. d. Souza Jr, and G. E. Oliveira, "Espumados magnetizáveis úteis em processos de recuperação ambiental," *Polímeros*, vol. 20, pp. 359–365, 2010.
- [65] J. S. Neves, F. G. de Souza Jr, P. A. Suarez, A. P. Umpierre, and F. Machado, "In situ production of polystyrene magnetic nanocomposites through a batch suspension polymerization process," *Macromolecular Materials and Engineering*, vol. 296, no. 12, pp. 1107–1118, 2011.
- [66] A. Varela, M. Lopes, T. Delazare, G. Oliveira, and F. G. Souza Jr, "Magnetic and green resins useful to oil spill cleanup," *Oil: Production, Consumption and Environmental Impact; Nova Science Publishers: New York, NY, USA*, p. 7, 2012.
- [67] R. V. Martin and E. A. Perigo, "A static measurement system for soft magnetic materials," *IEEE transactions on magnetics*, vol. 50, no. 4, pp. 1–4, 2014.

- [68] A. Riminucci, M. Uhlarz, R. De Santis, and T. Herrmannsdörfer, “Analytical balance-based faraday magnetometer,” *Journal of Applied Physics*, vol. 121, no. 9, p. 094701, 2017.
- [69] D. Laumann and S. Heusler, “Determining magnetic susceptibilities of everyday materials using an electronic balance,” *American Journal of Physics*, vol. 85, no. 5, pp. 327–332, 2017.
- [70] C. J. Bonin and F. J. Bonetto, “A low-cost and accurate method for measuring weak magnetic susceptibilities,” *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 71, pp. 1–10, 2022.
- [71] R. Engel-Herbert and T. Hesjedal, “Calculation of the magnetic stray field of a uniaxial magnetic domain,” *Journal of Applied Physics*, vol. 97, no. 7, p. 074504, 2005.
- [72] <https://naylampmechatronics.com>, “Tutorial transmisor de celda de carga hx711, balanza digital.” https://naylampmechatronics.com/blog/25_tutorial-trasmisor-de-celda-de-carga-hx711-balanza-digital.html, 2023.
- [73] “Ss39et/ss49e/ss59et series linear hall-effect sensor ics.” Data sheet, 2015. Honeywell International Inc.
- [74] F. Mederos-Henry, S. Hermans, and I. Huynen, “Coplanar waveguide method for microwave and ferromagnetic resonance characterization of nanocarbon powders decorated with magnetic nanoparticles,” *Microwave and Optical Technology Letters*, vol. 59, no. 9, pp. 2330–2335, 2017.
- [75] J. E. Martin, E. Venturini, J. Odinek, and R. A. Anderson, “Anisotropic magnetism in field-structured composites,” *Physical Review E*, vol. 61, no. 3, p. 2818, 2000.
- [76] Y. Zhang, L. Sun, Y. Fu, Z. Huang, X. Bai, Y. Zhai, J. Du, and H. Zhai, “The shape anisotropy in the magnetic field-assisted self-assembly chain-like structure of magnetite,” *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 113, no. 19, pp. 8152–8157, 2009.
- [77] D. Le Roy, D. Dhungana, L. Ourry, M. Faivre, R. Ferrigno, A. Tamion, V. Dupuis, V. Salles, and A.-L. Deman, “Anisotropic ferromagnetic polymer: A first step for their implementation in microfluidic systems,” *AIP Advances*, vol. 6, no. 5, p. 056604, 2016.
- [78] J. Berasategi, D. Salazar, A. Gomez, J. Gutierrez, M. S. Sebastián, M. Bou-Ali, and J. M. Barandiaran, “Anisotropic behaviour analysis of silicone/carbonyl iron particles magnetorheological elastomers,” *Rheologica Acta*, vol. 59, pp. 469–476, 2020.
- [79] B. Wang, Y. Li, Y. Gao, J. Zhang, Z. Xu, J. Li, J. Li, L. Kari, Y. Wang, and X. Gong, “The influence of particle chain-magnetic field spatial location, frequency, dynamic strain amplitude and the prestrain on the mechanical performance of anisotropic magneto-rheological elastomer,” *Polymer Testing*, vol. 104, p. 107411, 2021.
- [80] I. Jacobs and C. Bean, “An approach to elongated fine-particle magnets,” *Physical Review*, vol. 100, no. 4, p. 1060, 1955.

- [81] D. Kumar Mohapatra, A. Zubarev, A. Safronov, and J. Philip, "Reconfiguring nanostructures in magnetic fluids using pH and magnetic stimulus for tuning optical properties," *J. Magn. Mater.*, vol. 539, p. 168351, Dec. 2021.
- [82] C. Sun, Y. Gao, B. Wang, X. Cao, S. Xuan, and X. Gong, "Unconventional deformation and sound absorption properties of anisotropic magnetorheological elastomers," *Smart Mater. Struct.*, vol. 30, p. 105022, Sept. 2021.