



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

POSGRADO EN CIENCIAS APLICADAS

**Determinación de las distribuciones del campo de
interacción y campo de rotación en redes de
nanoalambres magnéticos a partir de ciclos menores de
magnetización**

Tesis que presenta

Kevin Hintze Maldonado

Para obtener el grado de

Maestro en Ciencias Aplicadas

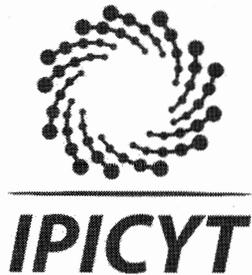
En la opción de

Tesis

Director de la Tesis:

Dr. Armando Encinas Oropesa

San Luis Potosí, S.L.P., Julio de 2017



Constancia de aprobación de la tesis

La tesis "***Determinación de las distribuciones del campo de interacción y campo de rotación en redes de nanoalambres magnéticos a partir de ciclos menores de magnetización***" presentada para obtener el Grado de Maestro en Nanociencias y Materiales fue elaborada por **Kevin Hintze Maldonado** y aprobada el **doce de julio de dos mil diecisiete** 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
Codirector de la tesis

Dr. Emilio Muñoz Sandoval
Miembro del Comité Tutorial

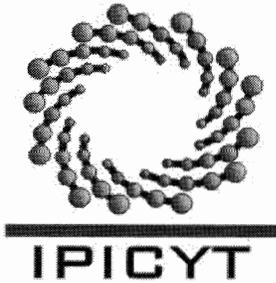
Dr. Sergio Díaz Castañón
Miembro del Comité Tutorial



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 421788 y del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A. C.



Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C.

Acta de Examen de Grado

El Secretario Académico del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C., certifica que en el Acta 024 del Libro Primero de Actas de Exámenes de Grado del Programa de Maestría en Nanociencias y Materiales está asentado lo siguiente:

En la ciudad de San Luis Potosí a los 12 días del mes de julio del año 2017, se reunió a las 09:30 horas en las instalaciones del Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C., el Jurado integrado por:

Dr. Sergio Díaz Castañón	Presidente	IPICYT
Dr. Emilio Muñoz Sandoval	Secretario	IPICYT
Dr. Armando Encinas Oropesa	Sinodal	IPICYT

a fin de efectuar el examen, que para obtener el Grado de:

MAESTRO EN NANOCIENCIAS Y MATERIALES

sustentó el C.

Kevin Hintze Maldonado

sobre la Tesis intitulada:

Determinación de las distribuciones del campo de interacción y campo de rotación en redes de nanolambres magnéticos a partir de ciclos menores de magnetización

que se desarrolló bajo la dirección de

Dr. Armando Encinas Oropesa

El Jurado, después de deliberar, determinó

APROBARLO

Dándose por terminado el acto a las 10:30 horas, procediendo a la firma del Acta los integrantes del Jurado. Dando fe el Secretario Académico del Instituto.

A petición del interesado y para los fines que al mismo convengan, se extiende el presente documento en la ciudad de San Luis Potosí, S.L.P., México, a los 12 días del mes de julio de 2017.


Mtra. Ivonne Lizette Cuevas Vélez
Jefa del Departamento del Posgrado


Dr. Horacio Flores Zúñiga
Secretario Académico



Dedicatoria

A todos.

Agradecimientos

Se agradece el apoyo financiero de la beca otorgada 421788 para realizar lo estudios de maestría.

A mis padres, por su apoyo incondicional.

Al Dr. Armando Encinas por abrirme las puertas en su grupo de trabajo, y guiarme en el transcurso del trabajo de investigación.

Resumen

En este trabajo se han propuesto y validado dos métodos para determinar el campo de interacción y la coercividad intrínseca en ensambles de partículas entre las cuales hay una interacción dipolar magnética empleando ciclos menores de magnetización. Experimentalmente se utilizaron redes de nanoalambres magnéticos de NiFe y CoFe con diámetros de 29, 35 y 50 nm de diámetro, alturas promedio de 18 micrómetros y con fracciones de volumen de 4.5, 5 y 11.4% a fin de variar la intensidad del campo de interacción. Las mediciones de magnetometría se hicieron utilizando un magnetómetro de gradiente alternante con el campo aplicado paralelo al eje de los alambres y todas las mediciones se realizaron a temperatura ambiente.

El primer método permite medir el campo de interacción y la coercividad intrínseca para el punto de retorno de un ciclo menor, a partir de las diferencias entre las remanencias de la parte descendente y ascendente del ciclo menor. De manera que midiendo un número mayor de ciclos menores permite obtener el campo de interacción y de coercividad intrínseca para el mismo número de puntos sobre el ciclo de histéresis. El segundo método permite determinar el campo de interacción y la coercividad intrínseca en cada punto (M, H) de un ciclo menor. Este se basa en la translación vertical de cada ciclo menor lo cual permite encontrar directamente los campos de rotación positivo y negativo asociados a cada cambio en la magnetización. Esto es análogo a los campos de rotación en un histerión asimétrico, a partir de los cuales se calculan los correspondientes campos de interacción y de coercividad intrínseca. Este método parece más robusto ya que para cada ciclo menor se obtienen curvas para el campo de interacción y la curva intrínseca de campos coercitivos.

Los resultados arrojados por ambos métodos son consistentes entre sí, así como también concuerdan razonablemente con el valor promedio del campo de interacción obtenido a partir de las curvas de remanencia IRM y DCD y con el valor que arroja el modelo de campo medio para redes de nanoalambres, por lo que ambos métodos se consideran correctos.

Abstract

In this work two methods have been proposed and validated to determine the field of interaction and intrinsic coercivity in particle assemblies between which there is a magnetic dipole interaction using minor loops of magnetization. Experimental magnetic networks of NiFe and CoFe were used with diameters of 29, 35 and 50 nm in diameter, average heights of 18 microns and with volume fractions of 4.5, 5 and 11.4% in order to vary the field strength of interaction. The magnetometry measurements were made using a gradient magnetometer alternating with the applied field parallel to the axis of the wires and all measurements were performed at room temperature.

The first method allows to measure the interaction field and the intrinsic coercivity for the return point of a minor loop, from the differences between the remanences of the descending and ascending part of the minor loop. Thus, by measuring a larger number of minor loops it is possible to obtain the field of interaction and intrinsic coercivity for the same number of points on the hysteresis cycle. The second method allows to determine the interaction field and the intrinsic coercivity at each point (M, H) of a minor loop. This is based on the vertical translation of each minor loop which allows to find directly the fields of positive and negative rotation associated with each change in magnetization. This is analogous to the fields of rotation in an asymmetric hysteresis, from which the corresponding fields of interaction and intrinsic coercivity are calculated. This method seems more robust since for each minor loop are obtained for the interaction field and the intrinsic curve of coercive fields.

The results from both methods are consistent with each other, as well as reasonably agree with the average value of the interaction field obtained from the IRM and DCD remanence curves and with the value given by the mean field model for nano-wire networks, So both methods are considered correct.

Índice general

Constancia de aprobación de la tesis	III
Créditos Institucionales	V
Acta de Examen	VII
Dedicatoria	IX
Agradecimientos	XI
Resumen	XIII
Abstract	XIV
Introducción	XX
1. Marco Teórico	1
1.1. Partícula Ferromagnética	1
1.2. Campo desmagnetizante y relaciones generales	3
1.3. Contribuciones a la energía-anisotropías	5
1.3.1. Anisotropía magnetocristalina	5
1.3.2. Anisotropía de forma	6
1.3.3. Anisotropía de esfuerzo	7
1.3.4. Anisotropía de Superficie	8
1.4. Modelo Stoner-Wohlfarth	9
1.5. Partícula magnética biestable	11
1.5.1. Campo medio	12
1.6. Interacción dipolar e histeriones asimétricos	13
1.7. Energía dipolar magnética	15
1.8. Magnetometría	16

1.8.1. Derivada de las curvas de magnetización	22
1.9. Métodos para la caracterización del campo de interacción	23
1.9.1. Relación de Wohlfarth	23
1.9.2. Curvas de Remanencia IRM-DCD	24
1.9.3. Curvas Henkel	24
1.9.4. Curvas Delta M	24
1.10. Modelo del campo desmagnetizante efectivo dependiente de la configura- ción en ensambles de partículas	25
2. Problema de Estudio	27
2.1. Hipótesis	36
2.2. Objetivo General	36
2.3. Objetivos Específicos	36
3. Materiales y métodos	37
3.1. Síntesis de nanoalambres	37
3.2. Magnetometría de gradiente alternante	39
3.2.1. Medición del campo de interacción	40
3.2.2. Simulación de Curvas de Histéresis	43
4. Método de Remanencia	45
4.1. Planteamiento del método	45
4.2. Implementación	48
4.3. Resultados	49
4.3.1. Distribución del campo de interacción	49
4.3.2. Distribución intrínseca de campos de rotación	51
4.4. Discusión y Conclusiones	52
5. Método de Corrimiento	53
5.1. Planteamiento del método	53

5.2. Implementación	56
5.3. Resultados	57
5.3.1. Distribución de campo de interacción	57
5.3.2. Distribución intrínseca de campos de rotación	58
5.4. Discusión y Conclusión	60
6. Conclusiones Generales	61
7. Perspectivas de Trabajo	63
Bibliografía	64

Introducción

Los materiales magnéticos ha sido históricamente de mucha importancia debido a la gran variedad de aplicaciones que poseen y son omnipresentes en nuestras vidas: tarjetas bancarias, audífonos, teléfonos celulares y computadoras son ejemplos de objetos muy cotidianos que contienen materiales magnéticos. Los materiales magnéticos están muy vinculados con la tecnología y la incesante búsqueda de nuevas y mejores tecnologías crea una necesidad constante de desarrollar nuevos y mejores materiales magnéticos.

En ese sentido las nanoestructuras magnéticas y ensamblados formados por un conjunto de partículas son una clase de materiales magnéticos que poseen muchas propiedades que onde gran interés científico y tecnológico. Este tipo de sistemas, incluyen ensamblados de partículas en la escala micro como nano[1, 2], películas granulares[3, 4], compositos con partículas magnéticas dispersadas en una matriz no magnética[5], compositos multiferroicos[6], películas delgadas texturadas y multicapas[7].

Las aplicaciones incluyen, sensores, dispositivos de microondas[8], nanomedicina[9], refrigeración magnética[10], grabado magnético de alta densidad[11, 12, 7, 13, 14], reversión de magnetización impulsada por campo eléctrico[15], transferencia de torque de espín[16], corriente espín en nano- oscilador[17] y barreras túnel magnéticas[18]. La aplicación en diversas ramas se debe a que las propiedades magnéticas de ensamblados de partículas son complejas y no es fácil su modelado y descripción ya que son sistemas relativamente complejos. Las propiedades del ensamble dependen de las propiedades magnéticas individuales de las partículas que forman el ensamble así como de los efectos de interacción entre partículas.

En este sentido existen dos problemas que son fundamentales y de gran importancia para el estudio y comprensión de las propiedades magnéticas en ensamblados. El primero es que al fabricar un ensamble de partículas nominalmente idénticas, la microestructura es por lo general variable de una partícula a otra, y su volumen puede también llegar a variar; de tal manera que las propiedades individuales varían y esto lleva a una distribución de propiedades magnéticas. El segundo problema es que los efectos de la interacción llevan a

un cambio en el ancho de la distribución de las propiedades individuales. Esto es, al medir la distribución de campos de rotación del ensamble vemos simultáneamente la distribución de las propiedades de las partículas y los efectos de la interacción. Esto imposibilita poder medir la distribución real. Adicionalmente la interacción entre partículas contribuye a la energía total del sistema, por lo que las propiedades magnéticas del ensamble tienden a ser diferentes de las propiedades individuales de las partículas.

La complicación e importancia que tienen estos efectos se traducen a que al pasar de una a muchas partículas, aun si éstas no interaccionan, existe una dispersión de sus propiedades y esto resulta que no todas responden de igual al campo aplicado. La dificultad radica en poder encontrar que tanto de esas diferencias se deben a la dispersión de propiedades magnéticas entre diferentes partículas y que tanto del campo de interacción.

Existen numerosos ejemplos que muestran que a cualquiera de estos problemas o bien los dos, son factores importantes en lo que determina la respuesta magnética del ensamble, como el ensanchamiento de la distribución intrínseca de campo de rotación[19], frustación magnética en nanomateriales artificial *spin ice*[20], comportamiento colectivo super ferromagnético[21, 22] y la eficiencia de calentamiento en estudios de cancer por hipertermia magnética[23, 24, 25, 26, 27], entre otros. En el presente trabajo nos hemos interesado en buscar, implementar y validar metodologías encaminadas a determinar los campos de interacción y de coercividad intrínseca para puntos arbitrarios en las curvas de magnetización. Para este fin hemos aprovechado la asimetría que resulta del campo de interacción entre mediciones de magnetización y de desmagnetización. Dos métodos han sido propuestos y validados utilizando redes de nanoalambres magnéticos. Los resultados obtenidos por estos métodos han sido comparados con los valores obtenidos por otro método independiente de magnetometría así como con el modelo de campo medio.

El presente trabajo está estructurada en siete capítulos. El primero contiene el marco teórico, mientras que en el segundo se describe el problema de estudio. En el tercer capítulo se presentan los materiales y métodos empleados. Los capítulos 4 y 5 contienen los resultados de este trabajo. El capítulo seis presenta las conclusiones generales, por último el capítulo siete presenta algunas de las perspectivas y trabajo futuro.

Capítulo 1

Marco Teórico

En este capítulo se definen algunos conceptos que se estarán utilizando a lo largo del trabajo, que ayudarán a tener una mejor idea del trabajo.

1.1. Partícula Ferromagnética

En el presente trabajo nos interesamos en las propiedades magnéticas, particularmente en los efectos de la interacción dipolar, en ensambles de partículas.

Una partícula ferromagnética presenta al menos dos características que justifican esta propiedad: la existencia de un momento magnético atómico y orden a largo alcance de éstos. La primera de ellas, la existencia de un momento magnético atómico, resulta del momento de espín y del momento angular orbital.

El momento magnético de un electrón se conoce como el magnetón de Bohr y tiene una magnitud de[28]

$$\mu_B = \frac{eh}{4\pi m} = 0,93 \times 10^{-20} emu, \quad (1.1)$$

donde e es la carga del electrón, h es la constante de Plank y m es la masa del electrón. En el sistema de unidades CGS el momento magnético en unidades electromagnéticas es el emu.

La magnetización de un material (M) es la suma de los momentos atómicos del material. Es costumbre expresar la magnetización como una densidad de magnetización por unidad de volumen. Definimos la magnetización de saturación M_s como la magnetización que resulta cuando todos los momentos magnéticos del material están alineados en la misma dirección. En la tabla 1.1 se dan los valores de la magnetización de saturación de los elementos ferromagnéticos. Las unidades de M_s en CGS se expresan en emu/cm³. En el caso en que todos los momentos magnéticos en un material con volumen V están

alineados en la misma dirección tenemos que la magnetización total es

$$M = M_s V m \quad (1.2)$$

Material	emu/cm ³
Hierro	1710
Níquel	485
Cobalto	1431
Gadolina	1090

Cuadro 1.1: Magnetización de saturación de los elementos ferromagnéticos a temperatura ambiente.[28]

La segunda característica de un material ferromagnético es la presencia de un orden de largo alcance de los momentos magnéticos atómicos. Para los materiales ferromagnéticos este orden es tal que los momentos magnéticos atómicos son paralelos.

Este tipo de orden a largo alcance resulta de la interacción entre momentos magnéticos atómicos conocida como interacción de intercambio.

Esta interacción tiene naturaleza cuántica y surge de las integrales de intercambio de los orbitales electrónicos y del principio de exclusión de Pauli. La teoría desarrollada por Heisenberg [29] describe la energía de intercambio para un sistema de n espines \vec{S}_n con la expresión

$$E_{ex} = -\frac{1}{2} \sum_{i,j}^n J_{ij} (\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j), \quad (1.3)$$

donde J_{ij} es la integral de intercambio, la cual es positiva para materiales ferromagnéticos, \vec{S}_i y \vec{S}_j representan los vectores de espín de los átomos i y j . Para los materiales de transición $3d$ como el Ni, Co y Fe, la constante de intercambio es del orden de $10^{-11} J/m$ definida como $A_{ex} = \frac{J|\vec{S}|^2}{2a}$ donde a es el parámetro de red del material.

Este tipo de interacción es de corto alcance y existe una distancia característica en la cual por debajo la interacción de intercambio domina, y requiere una descripción cuántica; de forma contraria si la interacción está por encima, la contribución de la energía es menor;

dicha distancia se conoce como la longitud de intercambio y se ve expresada por

$$l_{ex} = \sqrt{\frac{2A_{ex}}{\mu_0 M_s}} \quad (1.4)$$

Como referencia, la longitud de intercambio [30] en nm para el Fe, Co, Ni y NiFe es 2.4, 3.4, 5.1 y 3.4 respectivamente.

Para fines del presente trabajo esta interacción no se toma en cuenta ya que únicamente se van a considerar partículas monodominio ideales. Es decir, se asume que los momentos magnéticos atómicos son paralelos entre sí en todo momento. Esto es, el ángulo entre cualquier par de momentos magnéticos atómicos siempre es cero. Por lo que al considerar la energía del sistema y sus variaciones, la interacción de intercambio es una constante, la cual se puede despreciar.

1.2. Campo desmagnetizante y relaciones generales

El campo desmagnetizante es un concepto el cuál ha sido ampliamente estudiado. Cuando un material magnético está en presencia de un campo H_A se generan líneas de campo al exterior del material que por convención van desde el polo norte al polo sur. Siguiendo la convención donde el polo norte se representa como la carga positiva y el polo sur como la carga negativa, esto genera un campo interno H_D contrario en dirección de la magnetización.

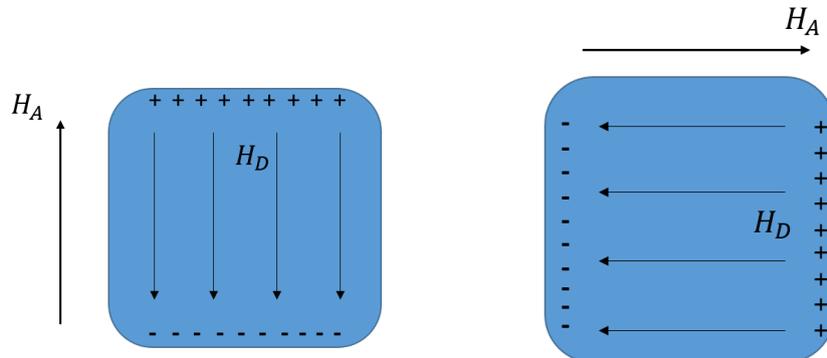


Figura 1.1: Campo desmagnetizante en una partícula sometida a un campo externo H_A

En la figura (1.1) el campo generado por la distribución de las cargas en la superficie

de la partícula genera un campo H_D que se le denomina campo desmagnetizante. El campo presente en el interior de una partícula se puede expresar como la suma del campo aplicado y el campo desmagnetizante

$$H_T = H_A + H_D. \quad (1.5)$$

El campo desmagnetizante está definido por la ecuación:

$$\mathbf{H}_D = -\overleftarrow{\mathbf{N}} \cdot \overrightarrow{\mathbf{M}}, \quad (1.6)$$

donde \mathbf{M} es el vector de magnetización y \mathbf{N} es el factor desmagnetizante definido como un tensor de segundo orden expresado por

$$N = \begin{pmatrix} N_{xx} & N_{xy} & N_{xz} \\ N_{yx} & N_{yy} & N_{yz} \\ N_{zx} & N_{zy} & N_{zz} \end{pmatrix}.$$

La energía magnetostática es:

$$E_D = \frac{1}{2} \overrightarrow{\mathbf{M}} \cdot \overleftarrow{\mathbf{N}} \cdot \overrightarrow{\mathbf{M}}. \quad (1.7)$$

El factor desmagnetizante se puede escribir en su forma diagonal como

$$N = \begin{pmatrix} N_x & 0 & 0 \\ 0 & N_y & 0 \\ 0 & 0 & N_z \end{pmatrix},$$

la cual debe cumplir que $Tr(N) = 4\pi$.

1.3. Contribuciones a la energía-anisotropías

La anisotropía magnética es el término que comúnmente se utiliza para describir como la energía interna tiene una dependencia en la dirección de magnetización espontánea, con lo cual se generan las direcciones denominadas: dirección fácil y dirección difícil de magnetización. La energía de magnetización total prefiere estar en la dirección fácil que en la difícil. La diferencia energética entre estas dos direcciones es consecuencia de dos interacciones a nivel microscópico: la interacción espín-órbita y el acoplamiento dipolar de largo alcance de momentos magnéticos.

El acoplamiento espín-órbita es el responsable de la anisotropía intrínseca del sistema (magnetocristalina), la anisotropía de superficie y la magnetostricción, mientras que la anisotropía de forma es originada por la contribución dipolar. El rango en las cuales se encuentran estas energías de anisotropía son de $10^2 - 10^7 \text{ Jm}^{-3}$. Dicha energía es mayor en redes de baja simetría, mientras que es menor para redes con alta simetría. Para materiales en bulto, las energías que predominan son la magnetocristalina y la magnetoelástica, mientras que para partículas finas, películas delgadas y nanoestructuras son las energías de forma y superficie las que son de mayor relevancia. La caracterización de cuatro diferentes contribuciones a la energía de anisotropía magnética se presentarán en las siguientes secciones: anisotropía magnetocristalina, de forma, de estrés y de superficie.

1.3.1. Anisotropía magnetocristalina

La forma más simple de anisotropía en un cristal es la anisotropía uniaxial en el caso de anisotropía hexagonal y cúbico para un cristal cúbico. Por ejemplo, el cobalto hexagonal muestra un comportamiento de anisotropía uniaxial, lo que hace que la dirección estable de la magnetización interna sea paralela al eje c del cristal a temperatura ambiente. Para simetría uniaxial la energía viene dada por

$$E_a^{uni} = K_1 V \sin^2 \theta + K_2 V \sin^4 \theta + \dots, \quad (1.8)$$

donde K_1 y K_2 son las constantes de anisotropía, V es el volumen de la partícula y θ el ángulo entre la magnetización y el eje de simetría. Tomando la convención para la ecuación 1.8 $K_1 > 0$ implica que éste es el eje fácil. Para el caso de materiales ferromagnéticos, K_2 y otros términos de orden superior pueden ser despreciados en comparación a K_1 . Por lo tanto, para una partícula monodominio con anisotropía uniaxial la mayoría de los cálculos se realizan despreciando K_2 por lo que la energía magnetocristalina se escribe

$$E_a^{uni} = KV \sin^2 \theta, \quad (1.9)$$

donde K corresponde a ser la constante de anisotropía uniaxial efectiva. Esta expresión tiene dos mínimos locales de energía en $\theta = 0$ y $\theta = \pi$. Para cristales con simetría cúbica, la energía de anisotropía se puede expresar en termino de los cosenos directores $(\beta_1, \beta_2, \beta_3)$ de la magnetización interna con respecto a los tres ejes:

$$E_a^{cubic} = K_1 V (\beta_1^2 \beta_2^2 + \beta_2^2 \beta_3^2 + \beta_3^2 \beta_1^2) + K_2 \beta_1^2 \beta_2^2 \beta_3^2 + \dots, \quad (1.10)$$

donde β_i está definido como $\beta_1 = \sin \theta \cos \phi$, $\beta_2 = \sin \theta \sin \phi$ y $\beta_3 = \cos \theta$, donde θ es el ángulo polar y ϕ es ángulo azimutal.

1.3.2. Anisotropía de forma

Otra fuente de anisotropía resulta de la forma que tiene el espécimen. Si consideramos una partícula monodominio esférica uniformemente magnetizada, ésta no presentará dicha anisotropía ya que los factores desmagnetizantes son isotropicos. Sin embargo para el caso no esférico, será más fácil magnetizar en la dirección más corta. Esto se debe a el campo desmagnetizante, el cuál es menor en la dirección más larga, por lo que los polos que se inducen en la superficie están lo suficientemente lejos. Los factores desmagnetizantes para el caso general de un elipsoide ha sido calculado por Osborn [31]. Por ejemplo, la energía de anisotropía de forma para un elipsoide uniformemente magnetizado se puede escribir como [32]

$$E_a^{shape} = V(N_x M_x^2 + N_y M_y^2 + N_z M_z^2), \quad (1.11)$$

donde M_x, M_y, M_z y N_x, N_y, N_z son las componentes de la magnetización y los factores desmagnetizantes relativos a los ejes x, y y z , respectivamente. Dichos factores cumplen la relación de normalización $N_x + N_y + N_z = 4\pi$.

La energía magnetostática para un elipsoide de revolución alrededor del eje z , es igual a

$$E_a^{shape} = VM_s^2(N_x \cos^2 \theta - N_z \sin^2 \theta), \quad (1.12)$$

donde M_s es la magnetización de saturación.

Tanto la energía magnetostática como la energía de anisotropía magnetocristalina uniaxial pueden ser unidas en primer orden como

$$E_a^{uni} = VM_s^2(N_x - N_z) \sin^2 \theta, \quad (1.13)$$

la ecuación 1.13 puede entonces reescribirse como

$$E_a^{uni} = \Delta E_b \sin^2 \theta, \quad (1.14)$$

donde $\Delta B = KV$ es la barrera de energía de anisotropía efectiva, donde $K = \frac{1}{2}\mu_0 M_s^2(N_x - N_z)$ en el caso de considerar solamente la anisotropía de forma. Para el caso de un elipsoide prolata, $K > 0$ y la anisotropía efectiva es del tipo eje fácil, debido a que existen dos mínimos en la energía de anisotropía a lo largo del eje polar $\pm z$. Para un elipsoide oblato, $K < 0$ y la energía de anisotropía tiene su mínimo en el plano xy .

1.3.3. Anisotropía de esfuerzo

Un efecto secundario debido a la superficie está relacionado con la tensión. Ése tipo de anisotropía es esencialmente un efecto magnetostrictivo. Debido a ésto, las tensiones son efectivas en la dirección de la magnetización. Éste tipo de anisotropías es ocasionalmente descrito por el término de la energía magnetostricción

$$E_a^{strain} = -\frac{3}{2}\lambda_s \sigma S \cos^2 \theta', \quad (1.15)$$

donde λ es la saturación de magnetostricción, σ corresponde al valor de la tensión por unidad de superficie, S la superficie de la partícula y θ' el ángulo entre la magnetización y el eje del tensor de tensión.

1.3.4. Anisotropía de Superficie

La anisotropía de superficie tiene origen en la fractura de la simetría y en la reducción del número de coordinación en la superficie. Éste tipo de anisotropía hace aumentar la anisotropía en partículas finas. Por ejemplo, la anisotropía por unidad de volumen aumenta por más de un orden de magnitud para una partícula de Co con caras centrada cúbicas con diámetro $d \approx 1,8nm$. Esto puede ser fácilmente entendido, porque la disminución en el tamaño de partícula, hace que la contribución magnética de la superficie se vuelve eventualmente más predominante que las que las del bulto, y por lo tanto, la anisotropía de superficie dominará sobre la anisotropía magnetocristalina y la energía magnetostática. En el caso de partículas esféricas pequeñas con diámetro d , la anisotropía magnética efectiva se puede expresar como

$$K_{eff} = K_v + \frac{S}{V}K_v = K_v + \frac{6}{a}K_s, \quad (1.16)$$

donde $S = \pi d^2$ y $V = \pi d^3/6$ son la superficie y el volumen de la partícula, respectivamente. De forma similar, el cambio en la simetría de los átomos en la superficie de una película delgada tiene un impacto en la anisotropía magnética y en la dirección de fácil magnetización. AL menor orden, la anisotropía de una capa ferromagnética se puede escribir como

$$E_{an} = K \sin^2 \theta, \quad (1.17)$$

donde θ corresponde ser el ángulo entre la magnetización y la normal de la superficie y K es la constante de anisotropía efectiva. Se puede describir como la suma de tres términos

$$K = \frac{2K_s}{t} + K_v - \mu_0 M^2, \quad (1.18)$$

donde t es el espesor de la película, K_s la contribución de la superficie y K_v la anisotropía del volumen consistente de la anisotropía magnetocristalina, magnetostricción y de forma.

1.4. Modelo Stoner-Wohlfarth

El modelo describe un sistema donde las partículas son monodominio con anisotropía magnética efectiva uniaxial. La restricción de que la partícula sea monodominio implica que en todo momento los momentos magnéticos son paralelos. De forma general, éste tipo de sistemas tienen contribuciones a su energía por efectos de forma, magnetocristalinos y magnetoelásticos. La densidad de energía de un sistema Stoner-Wohlfarth se puede describir considerando la anisotropía efectiva (K_{eff}) y el campo aplicado (H_A) como

$$E = K_{eff} \sin^2 \theta - HM_s \cos(\theta - \phi). \quad (1.19)$$

Para el caso de un ensamble sin interacción el modelo de Stoner-Wohlfarth nos predice el comportamiento de la curva de histéresis. Para fines del presente trabajo solo se determinará el caso donde el campo externo aplicado H_A es paralelo al eje fácil, por lo que $\phi = 0$, entonces la ecuación se reduce a:

$$E = K_{eff} \sin^2 \theta - HM \cos \theta. \quad (1.20)$$

Simplificando el análisis de los efectos del campo, se introduce la anisotropía efectiva K_{eff} como el campo de anisotropía efectiva $H_K = 2K_{eff}/M_s$, y aplicando la transformación $h = H/H_K$. Al derivar obtenemos la condición de equilibrio

$$\sin \theta (h + \cos \theta) = 0, \quad (1.21)$$

de donde las soluciones de esta condición son $\theta = 0$, $\theta = \pi$ y $\cos\theta = -h$. La condición de equilibrio está dada por la segunda derivada por lo que

$$\frac{\partial^2 E}{\partial \theta^2} = h \cos \theta + (2 \cos^2 \theta - 1), \quad (1.22)$$

donde se determina que los estados para los cuales son estables son $\theta = 0$ y $\theta = \pi$ si y sólo si $H > -H_k$ y $H < H_k$ respectivamente. Por lo que la curva de magnetización se ilustra en la figura 1.2 y se puede escribir como

$$M_{\parallel}(H) = \begin{cases} M_s & \text{si } H > -H_K \\ -M_s & \text{si } H < H_K \end{cases} \quad (1.23)$$

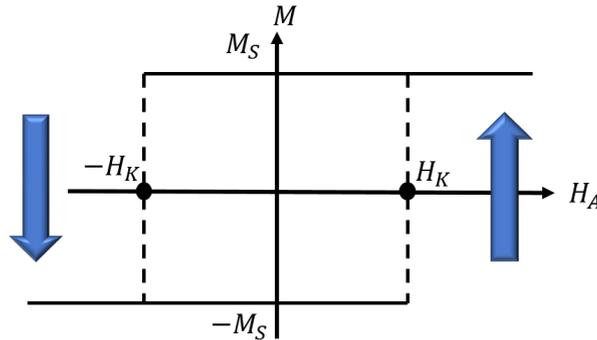


Figura 1.2: Curva de histéresis de una partícula ideal con el campo aplicado paralelo al eje fácil

En la figura 1.2 se muestra la curva de histéresis de una partícula ideal con el campo aplicado en dirección paralela al eje fácil, como se observa el estado de magnetización sufre un salto abrupto cuando el campo H pasa por H_K , lo cual se debe a que el nanoalambre rota de forma irreversible del estado magnético positivo a negativo, esto quiere decir que para volver a su estado magnético original tendrá que requerir de su campo coercitivo pero con signo opuesto para hacerlo.

1.5. Partícula magnética biestable

El caso ideal de un sistema biestable es cuando el material es monodominio, sin embargo este límite es difícil de alcanzar en la práctica debido principalmente a la presencia de inhomogeneidades y defectos en el material que impiden alcanzar completamente este límite. Sin embargo, existen muchos casos en que el material es biestable aún y cuando no son perfectamente monodominios.

La biestabilidad implica que solo hay dos estados estables aunque en dichos estados pueda haber inhomogeneidades de la magnetización y que la rotación de la magnetización ocurre de manera abrupta entre estos dos estados. En un sistema biestable, la magnetización presenta únicamente dos estados que minimizan la energía, en ambos casos el momento magnético se encuentra a lo largo de una dirección preferencial, llamada la dirección de fácil magnetización, y los estados estables corresponden a la orientación positiva y negativa de la magnetización como se ilustra esquemáticamente en la figura 1.2. En estos sistemas la curva de histéresis a lo largo de su dirección preferencial siempre muestra un salto abrupto desde la dirección inicial de magnetización hacia la dirección antiparalela. El sistema sufre una rotación irreversible, la cual nos indica que, como vemos en la figura, al remover el campo, la magnetización se queda en la dirección en la que está, hasta que el campo aplicado sea igual al campo coercitivo para volver a su estado original. El sistema posee una alta remanencia. Es decir, en el estado remanente, la magnetización siempre apunta en la dirección preferencial, a pesar incluso de que una fuerza externa (un campo) puede llevar a la magnetización a orientarse en cualquier dirección; al remover esta fuerza, la magnetización regresará siempre a cualquiera de las dos configuraciones remanentes estables. En este sentido, para un sistema magnéticamente biestable los valores binarios 1 y 0 puedan ser asignados a los dos estados magnéticos accesibles, el positivo y el negativo.

Los modos de inversión de nanoalambres individuales se han estudiado ampliamente en la literatura [48, 49, 50, 51, 52, 53]. Cálculos analíticos evidencian que dependiendo de la relación entre la longitud de intercambio (l_{ex}) y el diámetro, se encuentran dos

modos principales de inversión, la rotación coherente y *curling*, aunque análisis más avanzados han mostrado la posibilidad de inversión por nucleación de las paredes del dominio transversal [54, 55, 56]. Además, las simulaciones micromagnéticas han demostrado otros modos de inversión como la nucleación, propagación y aniquilación de estados de vórtice 3D [57, 58].

Es importante señalar que para una partícula Stoner-Wohlfarth el campo de rotación y el campo coercitivo son cantidades equivalentes. Para el caso en que la partícula no sea Stoner-Wohlfarth estas cantidades ya no coinciden. Ésta diferencia depende del modo de rotación de la magnetización como son el modo *curling, vortex, transverse domain* entre otros. Sin embargo, entre más se asemeja el ciclo de histéresis de la partícula al caso ideal Stoner-Wohlfarth, estos dos campos tienden a ser iguales. En el caso de los nanoalambres bi-estables, estos dos campos son casi iguales, por lo que se pueden usar indistintamente.

1.5.1. Campo medio

Muchos de los estudios que se han realizado para cuantificar la interacción utilizan la aproximación del campo promedio, en esta aproximación se supone que el campo de interacción que siente cada partícula es el mismo para cada nanoalambre del sistema y este corresponde al valor promedio del campo de interacción. Los métodos que determinan o cuantifican el campo de interacción proporcionan un solo valor, que se considera un valor promedio.

En mecánica cuántica se demuestra que la interacción entre momentos magnéticos atómicos se debe a la fuerza de intercambio. Sin embargo a mayor escala de partículas con un monodominio, Jiles y Atherton postularon un campo de interacción dipolar como función lineal de la magnetización para calcular curvas de histéresis, con la forma

$$H_{dip} = \alpha m. \tag{1.24}$$

De manera que el campo total que actúa sobre una partícula es el campo aplicado más el

campo producido por sus vecinos

$$H_T = H_A + H_{dip}. \quad (1.25)$$

Sustituyendo el campo dipolar por el postulado por Jiles y Atherton el campo total se expresa como

$$H_T = H_A + \alpha m. \quad (1.26)$$

1.6. Interacción dipolar e histeriones asimétricos

Para que haya interacción dipolar se necesitan al menos dos partículas. En este caso, definimos la interacción como el campo que siente una de las partículas debido al campo dipolar (líneas de campo) producido por la otra partícula.

La forma más sencilla de analizar el efecto del campo de interacción que siente una partícula (partícula A) debido al campo producido por otra partícula (partícula B) es considerando este campo como parte del campo aplicado total que siente la partícula A. Retomando la expresión de la energía para una partícula del modelo de Stoner Wohlfarth, tenemos que la energía de la partícula A es

$$\varepsilon = \vec{M}_A \cdot (\vec{H}_{Ap} + \vec{H}_B) + K_T \sin^2(\theta - \phi), \quad (1.27)$$

Analizando vemos que en el primer término correspondiente al campo total que siente la partícula A, se suman el campo aplicado y el campo de la partícula B. Claramente, cuando el campo aplicado es igual a cero, el campo total es diferente de cero. La consecuencia de esto es que al graficar el ciclo de histéresis de la partícula A en función del campo aplicado, el ciclo de la partícula estará recorrido a lo largo del eje del campo aplicado y será asimétrico con respecto a su campo coercitivo. Este razonamiento se puede extender al caso de ensambles de muchas partículas: el campo H_B corresponde al campo que siente la partícula A debido al resto de las partículas del ensamble.

Lo anterior nos lleva a que: en la presencia de un campo de interacción, el ciclo de histéresis de una partícula (histerión) será asimétrico con respecto al campo aplicado.

De la ecuación anterior tenemos que el campo total es

$$H_T = H_{Ap} + H_{int}. \quad (1.28)$$

El corrimiento del ciclo de histéresis es igual a H_{int} , donde el problema es conocer, medir y calcular ese campo. Pero si podemos ver que dependiendo del signo de este campo el corrimiento del histerión puede ser hacia la derecha, H_{int} positivo; o bien hacia la izquierda, H_{int} negativo; en el eje del campo aplicado.

El diagrama 1.3 muestra un histerión asimétrico donde el corrimiento es igual al campo de interacción. Como podemos ver, si el histerión es asimétrico vemos que sus campos coercitivos positivo y negativo son diferentes. Como el campo coercitivo de la partícula debe ser el mismo, solo son diferentes debido al campo de interacción. Por lo tanto: cuando no hay interacción, los campos coercitivos positivo y negativo son iguales en magnitud. Por el contrario, cuando hay interacción las magnitudes de los campos coercitivos positivo y negativo son diferentes.

Al medir un histerión asimétrico es posible determinar el valor del campo de interacción así como la coercividad intrínseca (caso sin interacción) a partir de las coercividades del histerión. Sean H_1 y H_2 estas coercividades, entonces:

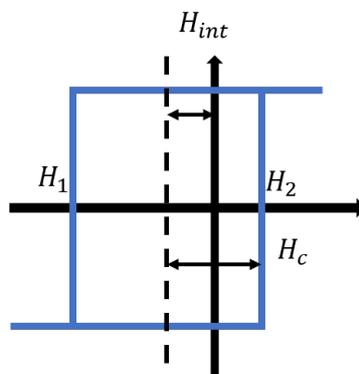


Figura 1.3: Asimetría debida al campo de interacción H_{int} , los parámetros de mayor relevancia se indican en la figura.

El campo de interacción, correspondiente al corrimiento del histerión es

$$H_{int} = \frac{H_1 + H_2}{2}, \tag{1.29}$$

mientras que el campo coercitivo intrínseco del histerión esta dado como

$$H_c = \frac{H_1 - H_2}{2}. \tag{1.30}$$

1.7. Energía dipolar magnética

Para el caso de la interacción dipolar, ésta puede ser positiva o negativa, la figura 1.4 resume el problema. Consideremos que cada flecha es un nanoalambre monodominio y para fines de la presente discusión son dipolos ideales. La energía asociada al campo de interacción entre dos dipolos incrementa de izquierda a derecha como indica la flecha para las diferentes configuraciones. La energía dipolar magnética entre dos dipolos magnéticos es [28]

$$E = -\frac{\mu_0}{4\pi} \frac{3(m_1 \cdot r)(m_2 \cdot r) - m_1 \cdot m_2}{r^3}. \tag{1.31}$$

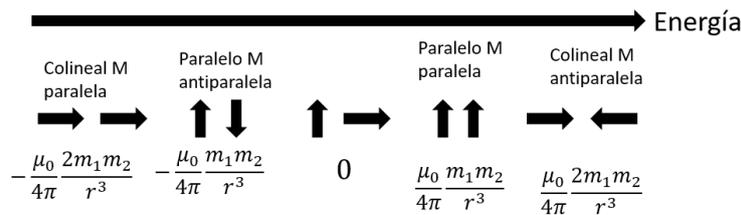


Figura 1.4: Representación de la configuración de momentos magnéticos, y energía asociada a cada uno de estos, donde se parte de la energía menor hasta la mayor.

Para el caso de dos imanes nos interesan dos casos, cuando estos se colocan en fila, es decir de manera colineal, como se indica en la figura. El otro caso de interés es cuando se colocan de manera paralela. Cuando los imanes están ordenados de manera colineal la energía es mínima cuando las magnetizaciones son paralelas y máxima cuando las magne-

tizaciones son anti-paralelas. Cuando la orientación paralela minimiza la energía, decimos que la interacción es de tipo ferromagnética. Por el contrario, en la configuración paralela podemos ver que la energía se minimiza cuando las magnetizaciones son anti-paralelas. Cuando la orientación anti paralela minimiza la energía, decimos que la interacción es de tipo anti-ferromagnética.

De lo anterior tenemos que para un ensamble de partículas ordenadas de manera que:

1. Sus ejes fáciles son colineales, la interacción es de tipo Ferromagnética y la orientación paralela de las magnetizaciones minimiza la energía de la interacción dipolar.
2. Sus ejes fáciles son paralelos y no colineales, la interacción es de tipo anti-ferromagnética y la orientación anti-paralela de las magnetizaciones minimiza la energía de la interacción dipolar.

Como ya se menciono, la energía está asociada a cada una de las interacciones, y esto tiene repercusiones en el sentido del corrimiento de nuestro histerión. Tomando el caso ferromagnético, la energía que se debe aplicar para pasar de el estado paralelo a antiparalelo es mayor que pasar se antiparalelo a paralelo, por lo que el corrimiento es hacia la izquierda. Ahora bien el caso cuando es antiferromagnético es lo contrario, la energía que se debe aplicar para pasar del estado paralelo a antiparalelo es menor que pasar de antiparalelo a paralelo, por lo que el corrimiento es hacia la derecha.

1.8. Magnetometría

En esta sección se presentan y definen las diferentes mediciones y curvas de magnetometría que son utilizadas en el presente trabajo. Las curvas $M(H)$ corresponden a la componente de la magnetización total de la muestra en la dirección del campo aplicado. En nuestro caso, solo se usaron nanoalambres y todas las mediciones fueron hechas con el campo aplicado a lo largo del eje largo de los cilindros, como se ilustra en la siguiente figura 1.5.

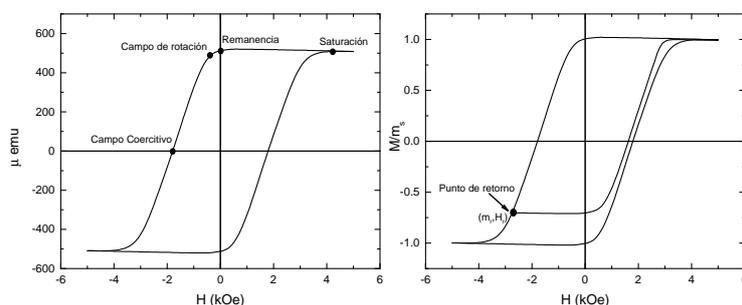


Figura 1.5: a) Los parámetros de mayor relevancia se identifican en la figura, como son el campo coercitivo, campo de rotación, remanencia y la saturación. b) El punto de retorno denotado por (m_r, H_r) es un parámetro de suma importancia para el presente trabajo, ya que los análisis utilizan reiteradamente dicho valor para determinar ciertas cantidades.

Ciclo Mayor de Histéresis

Este es el ciclo mayor normal y se mide aplicando inicialmente un campo positivo lo suficientemente grande para asegurar que el sistema se encuentra en el estado saturado (H_0). Posteriormente la magnitud del campo es reducida, pasando por cero y hasta un valor final negativo de igual magnitud al que se aplicó inicialmente ($-H_0$). La segunda parte del ciclo es igual, se parte del mismo valor negativo ($-H_0$) y ahora se incrementa la magnitud del campo, pasando por cero y hasta alcanzar el valor máximo positivo (H_0). El ciclo tiene dos ramas que se conocen como la parte descendente (de H_0 a $-H_0$) y ascendente (de $-H_0$ a H_0) del ciclo mayor.

Del ciclo mayor hay varias cantidades que son de interés:

El estado saturado

Es el estado que se alcanza al aplicar un campo cuya intensidad logra alinear todas los momentos magnéticos del sistema en la dirección paralela al campo. Para las redes de nanoalambres esto corresponde a que todos los nanoalambres estén magnetizados en la dirección del campo. El campo necesario para alcanzar este estado se conoce como el campo de saturación (H_S). En este estado el sistema alcanza su valor máximo, conocido como magnetización de saturación (M_{sat}) el cual corresponde al valor de la densidad de magnetización (M_S), volumétrica o másica, multiplicada por el volumen o bien la masa

de la muestra, respectivamente.

Curvas de magnetización normalizadas

En el presente trabajo usamos curvas de magnetización normalizadas al valor de la magnetización de saturación. Esto se hace dividiendo cada valor de magnetización medido $M(H)$ por la magnetización de saturación. Esto es

$$m(H) = \frac{M(H)}{M_{sat}}, \quad (1.32)$$

donde $m(H)$ es la magnetización normalizada. Por definición tenemos que

$$-1 \ll m \ll 1, \quad (1.33)$$

esto es, todas las curvas de magnetización quedan contenidas entre 1 y -1. En nuestro caso, para las redes de nanoalambres, es muy útil utilizar la magnetización normalizada como se verá a continuación.

Estados no saturados

Estos son estados donde no todos los momentos magnéticos están alineados paralelamente a la dirección del campo aplicado y son todos aquellos puntos donde $|M(H)| < M_{sat}$, o bien $|m| < 1$.

Para el caso de los nanoalambres monodominio con el campo aplicado a lo largo del eje de los alambres, como los que se consideran en este trabajo, cualquier estado no saturado corresponde a una configuración en la cual una fracción de alambres están magnetizados en la dirección positiva (m_+) y otra en la dirección negativa (m_-) a lo largo de su eje. De tal manera que el valor de la magnetización normalizada se puede expresar como:

$$m = m_+ - m_-, \quad (1.34)$$

de la cual se debe cumplir que $0 \leq m_{\pm} \leq 1$ y dado que el número de nanoalambres es

constante, también se debe cumplir que,

$$m_+ + m_- = 1. \quad (1.35)$$

Finalmente los valores de m_{\pm} se obtienen a partir de la magnetización normalizada combinando las dos expresiones anteriores,

$$m_{\pm} = \frac{1 \pm m}{2}. \quad (1.36)$$

Las ecuaciones anteriores son importantes como veremos para el tratamiento del campo de interacción dependiente de la magnetización. En el ciclo de histéresis mayor hay dos estados que son de gran importancia general: la remanencia y el campo coercitivo.

Remanencia

La remanencia de manera general se refiere al valor de la magnetización que posee el sistema en la ausencia de campo, es decir, $M(H = 0)$. Es importante emplear esta definición ya que como veremos a lo largo de este trabajo, emplearemos diferentes tipos de remanencias.

La remanencia más común es la definida como la remanencia del ciclo mayor. Esta corresponde a la fracción de la magnetización que retiene el sistema cuando éste, inicialmente en su estado saturado, es llevado al estado en el cual $H=0$. Si se emplea el ciclo NO normalizado, la remanencia del ciclo mayor corresponde a $M_r = \frac{M(H = 0)}{M_{sat}}$. Por el contrario, si se emplea el ciclo normalizado, entonces $m_r = m(H = 0)$.

Campo Coercitivo

El campo coercitivo del sistema esta definido como el campo inverso necesario en el ciclo mayor para que la magnetización total del sistema sea cero. Es importante enfatizar que aplica para el ciclo mayor, ya que el estado con magnetización total igual a cero puede obtenerse de muchas formas. Aquí es importante aclarar que en un ensamble de partículas se tiene el campo coercitivo del ensamble y también el correspondiente a las partículas. De manera general, que será argumentada más adelante, estos campos no son iguales.

Ciclos menores

Los ciclos menores se refieren a ciclos donde el campo es barrido de ida y vuelta entre dos valores de campo, donde el campo inicial es igual o mayor al campo de saturación del sistema. De manera general el ciclo menor se divide en dos etapas. La primera que inicia en el estado saturado positivo a partir de donde la magnitud del campo es reducida hasta un valor arbitrario, que llamamos el campo de retorno y la magnetización del sistema en este valor de campo se le llama magnetización de retorno. A partir de este valor de campo, inicia la segunda etapa que consiste en incrementar el campo hasta regresar al estado saturado positivo. La primera y segunda etapa se conocen como las partes descendientes y ascendentes del ciclo menor. A la parte ascendente del ciclo menor también se les conoce como curvas de retorno de primer orden o FORC (del inglés First Order Reversal Curve), sobre las cuales se basa el método de los diagramas FORC.

En el presente trabajo se proponen dos métodos para medir el campo de interacción y ambos están basados en el uso de ciclos menores. Por lo que es importante explicar su interpretación para el caso de las redes de nanoalambres. Al realizar un ciclo menor en una red de nanoalambres partimos del estado saturado positivo. Como se indicó anteriormente, en este estado la magnetización de todos los alambres apuntan en la dirección positiva. Al reducir la magnitud del campo los nanoalambres empiezan a rotar de positivo a negativo hasta alcanzar el campo de retorno. La magnetización de retorno dependerá de la cantidad de alambres que rotaron de positivo a negativo. Al hacer el retorno al estado saturado positivo, esos mismos alambres que habían rotado de positivo a negativo, rotarán ahora de negativo a positivo. Entonces el ciclo menor corresponde a la inversión de positivo a negativo y posteriormente de negativo a positivo de un subconjunto de nanoalambres.

Curvas de remanencia isotérmica y de desmagnetización DC

Las curvas de remanencia isotérmica (IRM) y de desmagnetización DC (DCD) corresponden a protocolos de medición de secuencias de magnetizaciones remanentes (en $H = 0$) a partir de estados iniciales bien definidos donde el sistema es posteriormente magnetizado (o desmagnetizado) aplicando incrementos sucesivos de campo y cortando

el campo ($H = 0$) entre incrementos para medir la magnetización remanente entre cada incremento, hasta alcanzar el estado donde se alcanza el valor máximo de remanencia.

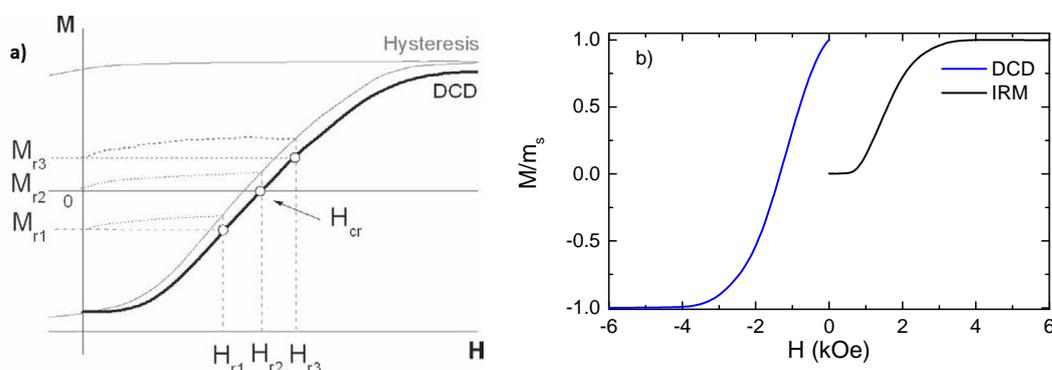


Figura 1.6: a) La representación esquemática del protocolo usado para medir las curvas de remanencia DCD. Los parámetros más importantes se indican en la figura[47] b) curvas IRM y DCD.

Los protocolos que se siguen para realizar estas mediciones se explican a continuación:

Curvas IRM

- Se tiene una muestra con magnetización cero luego de haber seguido un proceso de desmagnetización con un campo alternante de magnitud decreciente.
- Se aplica un campo magnético positivo de baja intensidad, después de aplicar el campo se mide la magnetización remanente.
- Se aplica un campo mayor que el anterior, y se vuelve a medir el estado de remanencia.
- El proceso se repite hasta llegar al estado de magnetización saturado, tomando registro de cada uno de los pasos anteriores.
- La curva IRM, se obtiene de graficar los valores de la remanencia contra el campo aplicado en cada paso.

Curvas DCD

- La muestra es llevada al estado de saturación aplicando un campo magnético, el cual es removido al llegar a la saturación, por lo que el punto inicial de la medición corresponde a la magnetización remanente del estado saturado.
- Se vuelve a medir la magnetización remanente luego de haber aplicado un campo magnético con signo contrario y baja magnitud, que será removido posteriormente.
- El paso anterior se repite, aplicando un campo mayor en magnitud pero signo negativo y se mide la magnetización remanente.
- Se repite el proceso anterior hasta llegar al estado de saturación negativo, midiendo en cada paso el estado de magnetización remanente.
- La curva DCD, se obtiene de graficar la magnetización remanente con su campo utilizado para generar dicho estado.

1.8.1. Derivada de las curvas de magnetización

Las curvas de magnetización permiten también obtener información complementaria del sistema al considerar sus derivadas dm/dH .

Como primer punto, notemos que la derivada de la magnetización con respecto al campo corresponde a la definición de la susceptibilidad magnética:

$$\chi = \frac{dm}{dH}. \quad (1.37)$$

La curva que se obtiene al derivar la parte descendiente (o bien la ascendente) se conoce como curva de susceptibilidad diferencial. Sin embargo el uso más común de la derivada de estas curvas es cuando se interpretan como distribuciones de campo de rotación. En efecto, la curva que se obtiene al derivar la parte descendiente o ascendente del ciclo mayor es una distribución que nos da información sobre el número de partículas cuya magnetización rota (dm) cuando el campo varía (dH).

Finalmente, a esta distribución se le conoce como la distribución de campos de rotación o SFD, del inglés Switching Field Distribution. Por lo general la SFD se cuantifica indicando su valor medio y la desviación estándar. Es frecuente encontrar que la SFD también se emplea utilizando la derivada de la curva de remanencia DCD. La diferencia radica en que la derivada del ciclo mayor contiene ambas rotaciones reversibles e irreversibles, mientras que la DCD solo muestra las rotaciones irreversibles.

1.9. Métodos para la caracterización del campo de interacción

1.9.1. Relación de Wohlfarth

Una de las relaciones más utilizadas para ensambles de partículas no interactuantes son las relaciones de Wohlfarth. Suponen que una fracción de partículas se invertirá de acuerdo a aquellas cuyo valor de campo coercitivo están en el rango de campo igual al de un campo externo aplicado. Para esto se necesita un protocolo de estados magnéticos reproducibles partiendo de la saturación magnética o un estado desmagnetizado. Dos de estos estados son la curva de remanencia m_d y la curva de remanencia m_r . La curva m_d se obtiene de aplicar y remover un campo h_0 , luego aplicar un campo menor al anterior. Por su parte la curva m_r se obtiene iniciando desde un estado de magnetización cero, y se aplica y remueve el mismo campo h . La relación de Wohlfarth nos dice que para ambas curvas se cumple que

$$m_d(h) = \begin{cases} m_r(h_0) - 2m_r(h) & \text{si } h < h_0 \\ -m_r(h) & \text{si } h \geq h_0 \end{cases} \quad (1.38)$$

1.9.2. Curvas de Remanencia IRM-DCD

Para obtener el valor del campo de interacción se utilizan diversos métodos, en el presente trabajo se utiliza el protocolo de curvas de remanencia como punto de referencia para los análisis realizados. En general, la remanencia de un material varía según el campo al que se ha sometido. Uno de los protocolos de medición de curvas de remanencia es la magnetización remanente isotérmica o curva DCD (por sus siglas en inglés Isothermal Remanence Curve), otra curva de remanencia es la curva de desmagnetización DC o curva DCD (por sus siglas en inglés DC Desmagnetization).

1.9.3. Curvas Henkel

Uno de los métodos para determinar la interacción son las curvas Henkel. Estas curvas utilizan las curvas de remanencia IRM y DCD y se basan en la relación de Wohlfarth descrita en secciones anteriores. La curva m_d se grafica como función de m_r , para un sistema de partículas no interactuantes, ésta representación corresponde a ser una línea recta dada por

$$m_d = 1 - 2m_r. \quad (1.39)$$

La interacción entre partículas se puede identificar cuando las curvas de Henkel muestran desviaciones de la línea ideal de Henkel. Si las desviaciones caen por debajo de la línea, la interacción corresponde a ser del tipo antiferromagnética. De forma contraria, si la desviación está por encima de dicha línea la interacción corresponde a ser ferromagnética.

1.9.4. Curvas Delta M

Las curvas delta M se utilizan de forma común para la caracterización de interacción en un sistema. La curva delta M se define como

$$\Delta M = m_d - [1 - 2m_r], \quad (1.40)$$

$\Delta M = 0$ corresponde a un sistema de partículas no interactuantes para todo valor del campo, por lo que si hay desviaciones del cero este sistema presentaría interacción del tipo

antiferromagnética si la diferencia es negativa y del tipo ferromagnética si la diferencia es positiva.

En el siguiente capítulo se discute con más detalle la distribución y los factores que le dan origen.

1.10. Modelo del campo desmagnetizante efectivo dependiente de la configuración en ensambles de partículas

El modelo de campo medio para el campo efectivo desmagnetizante en arreglos de nanoalambres ha sido descrita, y en el trabajo presente solo se presenta la expresión principal ó central. El modelo considera explícitamente las componentes de campo efectivo paralelo desmagnetizante (H_{Dz}) y perpendicular (H_{Dx}) al eje del alambre. En particular, para nanoalambres saturados e infinitamente largos, estas componentes y el campo de anisotropía efectivo, $H_{eff} = H_{Dx} - H_{Dz}$ son:

$$H_{Dz} = 4\pi M_s P \quad (1.41)$$

$$H_{Dx} = 2\pi M_s - 2\pi M_s P \quad (1.42)$$

$$H_{eff} = 2\pi M_s - 6\pi M_s P \quad (1.43)$$

El campo de anisotropía efectivo es proporcional a la densidad de energía ($H_{eff} = 2E/M_s$). Los términos que contienen la fracción de empaquetamiento P son aquellos asociados al campo de interacción dipolar, la componente axial del campo de interacción, H_{int}^z , y el campo de interacción efectivo o total H_{int}^T en el estado saturado son:

$$H_{int}^z = 4\pi M_s P \quad (1.44)$$

$$H_{int}^T = 6\pi M_s P \quad (1.45)$$

La forma usual del campo medio del campo de interacción para estados no saturados es $H = \alpha m$, donde α es el coeficiente de campo de interacción y m es el estado magnético del sistema que varía de -1 a 1. Para expandir las ecuaciones pasadas al caso no saturado, cada una de las expresiones necesita ser multiplicada por un factor $(1 + m)/2$ en orden para introducir la dependencia del estado magnético m . Los coeficientes de campo de interacción dependientes de la magnetización tienen la forma αm , para la componente a través del eje del alambre, α_z , y para el campo de interacción total, α_t son:

$$\alpha_z = 2\pi M_s P \quad (1.46)$$

$$\alpha_t = 3\pi M_s P \quad (1.47)$$

Finalmente, el campo de interacción se determina utilizando las curvas de remanencia IRM y DCD. La ecuación de α_z^E corresponde a la componente axial del campo de interacción dependiente de la magnetización relacionado con

$$\varepsilon = -MH \cos \theta + K_F \sin^2 \theta + K_{dip} \sin^2 \theta. \quad (1.48)$$

Capítulo 2

Problema de Estudio

Los sistemas que se analizan en el presente trabajo, cumplen 3 condiciones importantes que se describen a continuación:

Empezamos por considerar una partícula del tipo bi-estable. En este caso bi-estables se refiere a que la partícula posee una anisotropía magnética total uniaxial y por lo tanto tiene dos posiciones estables en las que puede estar orientada la magnetización: en la dirección positiva y negativa del eje fácil de magnetización.

En el contexto del modelo de Preisach, un ciclo de partículas biestables se aproximan por un ciclo ideal conocido como histerión que tiene la forma característica que se muestra en la figura 1.2. En lo siguiente, se usará indistintamente histerión y partícula bi-estable.

Si se fabrican N -alambres biestables, no todos los nanoalambres son iguales. Existen diferencias intrínsecas debido a la microestructura así como otras debidas a variaciones en parámetros geométricos como pueden ser el diámetro, la altura y su orientación entre ellos y por lo tanto con respecto al campo aplicado como se ilustra en la figura 2.1. De tal manera que los ciclos de histéresis individuales ya no son iguales llevando a una dispersión del valor de campo coercitivo (o de rotación). De tal manera que para un conjunto finito de partículas, cada una de tipo histerión, veríamos que sus ciclos individuales no son idénticos. Los cambios se verán reflejados en sus valores de campo coercitivo y pudiendo también variar su magnetización de saturación si el volumen de las partículas presenta dispersión.

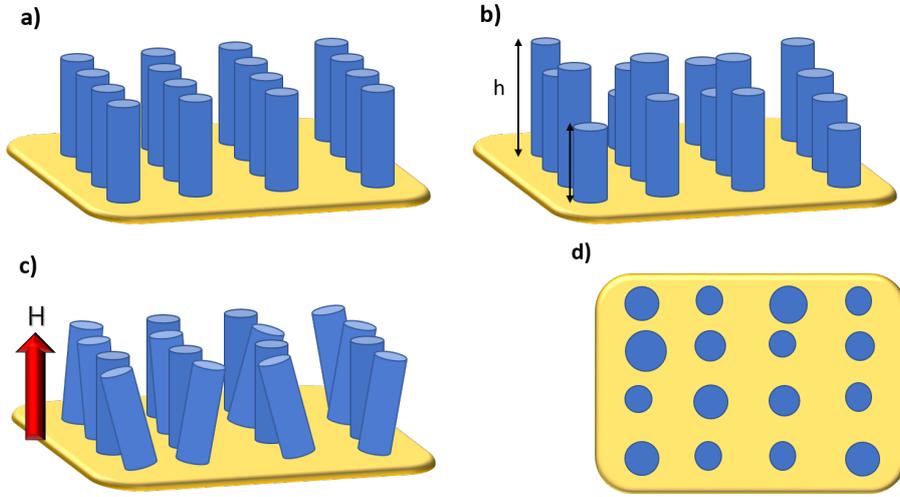


Figura 2.1: a) Sistema ideal de nanoalambres, b) nanoalambres con alturas diferentes, c) nanoalambres con una pequeña variación en la orientación y d) nanoalambres con diferentes diámetros, estos tres parámetros geométricos son los que influyen en el ensanchamiento de la SFD

Para un conjunto grande de partículas, esto resulta en una distribución de campo de rotación, que en lo siguiente llamaremos SFD (del inglés Switching Field Distribution).

Para encontrar la distribución es necesario realizar una medición que permita determinar el número de partículas que rotan cuando el campo cambia en dH , a lo largo de todos los valores de campo entre los estados de saturación positiva y negativa. Al medir una de las ramas del ciclo de histéresis se obtiene esta información. En efecto las mediciones $M(H)$ corresponden a la función conmutativa de la distribución SFD. Por lo tanto:

$$SFD = \frac{dM}{dH} \quad (2.1)$$

Algunas propiedades generales de la SFD y el ciclo de histéresis en ensambles de partículas bi-estables libres de efectos colectivos son:

- Inversión secuencial partiendo del estado saturado (positivo o negativo). Las partículas rotarán en dependencia de su campo coercitivo, aquellas con el campo coercitivo menor serán las primeras en sufrir la rotación, mientras que aquellas que su campo coercitivo sean las mayores, dichas serán las últimas en rotar.

- Remanencia 100 %. Ninguna partícula puede rotar antes de que el campo aplicado cambie de signo. Esto es válido si no hay interacción. Sigue del hecho de que dado un conjunto de histeriones, todos y cada uno, por definición requieren un campo inverso para que su magnetización pueda rotar. Por lo tanto, la remanencia de un ensamble de partículas tipo histerión, sin interacción debe tener remanencia 1.
- La pendiente del ciclo de histéresis del ensamble alrededor del campo coercitivo es una susceptibilidad. Esta susceptibilidad aumenta cuando el ancho de la SFD incrementa. Al contrario, la susceptibilidad disminuye cuando el ancho de la SFD se reduce.

En redes de nanoalambres, así como en cualquier red o ensamble de partículas que no existe contacto entre sí y por lo tanto están separadas por una distancia D , existe una interacción dipolar magnética entre ellas. Para fines de lo que deseamos estudiar, es necesario definir claramente como es esta interacción: ferromagnética y antiferromagnética. La primera favorece la configuración paralela de la magnetización entre dos partículas cualesquiera. La segunda, por el contrario, favorece la configuración antiparalela.

Por lo anterior, vemos que al introducir un campo de interacción, cuyo valor sea constante o bien permitiendo que sea diferente para cada partícula, este induce el cizallamiento de la curva de histéresis lo cual lleva a un ensanchamiento de la SFD.

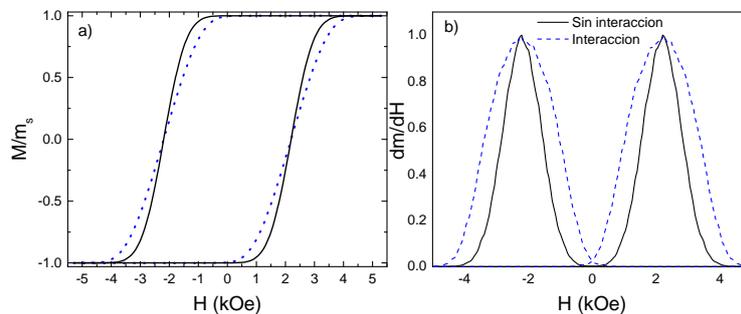


Figura 2.2: a) La curva punteada representa la curva con el cizallamiento, la curva continua ilustra como sería la curva sin interacción. b) SFD de las curvas correspondientes a a) donde se ve de forma más explícita el ensanchamiento de la curva debido a la interacción.

La SFD medida contiene por lo tanto un ensanchamiento propio (observado en el caso sin interacción) y otro debido al campo de interacción. Esta interpretación está limitada a situaciones/sistemas en los que no hay efectos colectivos.

Se ha visto que en un ensamble de partículas bi-estables con interacción, el ciclo de histéresis contiene toda la estadística del sistema así como los efectos de la interacción. Por esta razón es natural que el ciclo de histéresis de una partícula del ensamble sea tan diferente del ciclo medido en todo el ensamble. Como se ilustra en la siguiente figura

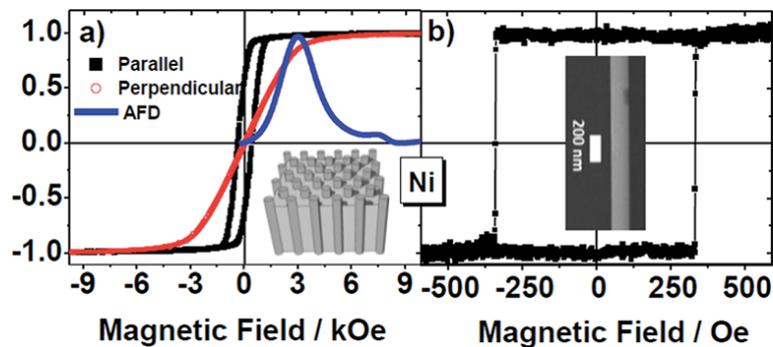


Figura 2.3: a) Ciclo de histéresis con el campo magnético paralelo y perpendicular al eje de la muestra, b) Ciclo de histéresis de un solo nanoalambre que se observa el comportamiento típico de un histerión.[59]

Es claro que existe un problema en tanto que las mediciones no permiten obtener la iSFD que en todo caso, es la distribución que es importante ya que describe la estadística real del sistema. Esta distribución es, por ejemplo, un indicador de la calidad del medio de grabado magnético.

Para determinar la iSFD del sistema es necesario obtenerla a partir de la SFD medida haciendo la corrección del ensanchamiento debido al campo de interacción. Esto implica que debemos conocer el valor del campo de interacción.

La forma más sencilla de hacer esto es usar el valor promedio del campo de interacción que puede ser medido por diferentes métodos y luego hacer la corrección sobre las curvas medidas para obtener el ciclo de histéresis intrínseca, la cual posteriormente se derivara para obtener la iSFD. Esto es lo que se propuso en el trabajo publicado por Dr. Juan Manuel.[39]

Sin embargo, esta no deja de ser solamente una solución aproximada del problema ya que, como se explicó anteriormente, el campo de interacción no puede suponerse constante e igual para todas las partículas del ensamble. Existe pues otro problema que es el de medir o determinar el campo de interacción de cada partícula, lo que es equivalente a determinar la distribución del campo de interacción.

A presente, y hasta donde sabemos, no existen métodos experimentales para encontrar la distribución del campo de interacción. El problema ha sido abordado de manera teórica y existen por otra parte, una gran cantidad de estudios que muestran la importancia que tiene el desorden en la interacción dipolar y en las propiedades magnéticas de sistemas discretos de partículas idénticas.[42, 43, 44, 45]

En base a lo anterior, la motivación principal de este trabajo se centra en desarrollar métodos experimentales que permitan cuantificar el campo de interacción para cada partícula del ensamble o punto en las curvas de magnetización y de ahí determinar la distribución del campo de interacción. Posteriormente nos interesamos en complementar estos métodos para remover los efectos del campo de interacción y determinar la distribución intrínseca de campos de rotación, la iSFD, en ensambles de partículas.

Para este estudio se utilizarán redes de nanoalambres magnéticos ya que son un sistema modelo de un ensamble de partículas bi-estables con interacción dipolar moderada y que son descritos por un número reducido de parámetros. Así mismo, existen modelos para estos sistemas que permiten complementar el estudio.

Parámetros del sistema

Cada nanoalambre está caracterizado geoméricamente por su diámetro y altura. Para fines de sus propiedades magnéticas, la anisotropía magnética de forma depende únicamente del cociente de la altura entre el diámetro: el cociente de aspecto. Microestructuralmente, se sabe gracias a una gran cantidad de trabajos reportados, que los alambres de metales con estructura cristalográfica cúbicas crecen con una estructura policristalina no-texturada, por lo que se puede desprestigiar la anisotropía magnetocristalina.

El diámetro de los nanoalambres lo determina la membrana empleada, mientras que

su altura puede ser variada desde cero hasta un valor máximo dado por el espesor de la membrana. La altura la determina el tiempo de deposición.

El otro parámetro importante del sistema es la distancia entre alambres ya que la intensidad del campo de interacción dipolar depende directamente de esta cantidad. Para la distancia entre alambres depende de la membrana y en particular de la densidad de poros. Esta densidad típicamente se expresa como *poros/cm²*. Normalmente hay dos tipos de membranas: las de policarbonato y las de aluminio anodizado. Las primeras se caracterizan por tener una distribución aleatoria de poros que son paralelos entre si. Las de AAO al contrario, presentan una red 2D hexagonal de poros.

En ambos casos, la porosidad (P) de las membranas corresponde a la fracción de volumen para la red de nanoalambres, que si los suponemos todos de la misma altura, P está dada por la fracción superficial de los poros, la cual se obtiene de multiplicar el área de un poro por al densidad de poros. Para analizar las propiedades magnéticas de nanoalambres y en particular el campo de interacción se utiliza casi exclusivamente la fracción de volumen P en lugar de la distancia. Sin embargo, para cuando se emplean membranas de aluminio anodizado, se puede introducir explícitamente la distancia utilizando la formula para la fracción de llenado de una red hexagonal 2D. De la misma manera que usando esta formula y la correspondiente a una red cuadrada, se puede hacer una estimación para la distancia promedio entre poros/alambres para el caso de la distribución aleatoria. Simplemente se saca la distancia para cada red dado que se conoce P y se calcula su promedio. Sin embargo, es fácil mostrar que en redes diluidas (baja densidad) la fracción de llenado hexagonal y cuadrada son iguales.

In-homogeneidades en redes de nanoalambres:

Como se ha mencionado, las in-homogeneidades en el sistema hacen que las propiedades de los alambres que suponemos idénticos difieran de unos a otros. Esto da pie a la distribución intrínseca de campos de interacción así como a la distribución del campo de interacción. Por lo que es importante describir cuales son las principales fuentes de in-homogeneidades en el sistema.

La primera fuente de in-homogeneidad es la microestructura de los alambres, dado que son policristalinos no texturados, es de esperar que no existan dos alambres con exactamente la misma microestructura. Esta la clasificamos como una in-homogeneidad intrínseca y contribuye a la dispersión de los campos de rotación.

Posteriormente hay otras fuentes de in-homogeneidades que son geométricas, la dispersión del diámetro, la altura y orientación del eje de los alambres. Estas in-homogeneidades contribuyen tanto a la iSFD como a la distribución de campos de interacción (IFD por sus siglas en inglés, Interaction Field Distribution).

Finalmente, las variaciones o dispersión de la distancia entre los alambres es otra fuente de in-homogeneidades que jugará sobre la IFD. Es claro que esta variable no influye en la iSFD. En otro punto la rotación de cada partícula en orden secuencial, esto es que la partícula que tenga menor campo coercitivo será la primera en rotar y así sucesivamente hasta llegar a la partícula que tiene mayor campo coercitivo que será la última en rotar. En la figura 2.4 se muestra el estado saturado de un grabado magnético donde se observa que todos los dots están de color negro, en el proceso de magnetización se observa una imagen de AFM donde se observa el cambio de coloración en los dots lo que indica que estos están rotando. En la misma figura, del lado derecho se ilustran algunos de los puntos en la curva de histéresis en la forma SFD para esquematizar el orden en que van rotando los dots.

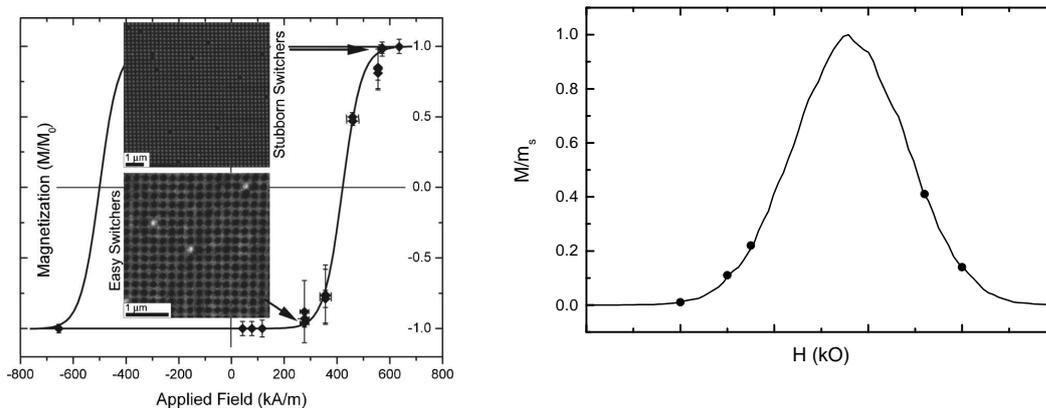


Figura 2.4: Curva de histéresis basada en datos de MFM. Cuando el sistema está saturado, cada dot en el arreglo parece como negro. Cuando se aplica un campo contrario, los dots empiezan a rotar y su coloración ahora es blanca. Las flechas indican la parte del ciclo donde se tomaron las imágenes MFM[46]. Representación esquemática de la rotación de dot.

La interacción tiene efectos importantes en las propiedades magnéticas de ensambles, esto es importante a nivel de ciencia básica así como en aplicaciones tecnológicas. Su medición sigue siendo un problema abierto. Existen métodos que permiten cuantificar el valor promedio del campo de interacción, pero por definición es un valor representativo por lo que no permite realizar análisis más profundos o detallados del sistema. Por otra parte, se sabe que hay limitaciones importantes al usar aproximaciones de campo medio para interpretar los efectos de la interacción dado que en un sistema real, los mismos efectos que contribuyen a la SFD deben resultar en una distribución de campos de interacción. Esto es: campo medio supone que cada partícula siente el mismo campo de interacción, cuando lo razonable es que cada una siente un campo de interacción que es diferente. Por lo que es importante buscar métodos que permitan determinar esos valores individuales y diferentes del campo de interacción.

La interacción depende del estado magnético (m) o de la configuración ($\#$ de partículas positivas y negativas) y esto resulta en un cambio del ancho de la SFD el cual no se puede relacionar fácilmente con la iSFD. La iSFD es importante por que da la información que es intrínseca al sistema y esto es de importancia básica y tecnológica. El ejemplo más importante es en el medio de grabado magnético ya que la iSFD es una medida de la calidad del material en tanto que refleja la homogeneidad o in homogeneidad de los bits. Pero también a nivel básico es de gran importancia ya que en sistemas interactuantes el “desorden” juega un papel importante en las propiedades del ensamble. Por lo que es de gran importancia contar con métodos que permitan determinar de manera confiable la iSFD.

Para ensambles de partículas “idénticas” interactuantes pero que no presentan efectos colectivos y donde la interacción es solamente dipolar, podemos realizar las siguientes suposiciones:

1. Histeriones (partículas) – inversión irreversible tal que la magnetización en un instante dado solo puede estar apuntando en la dirección positiva o negativa. Esto implica que la magnetización total normalizada (m en $[-1,1]$) es un contador que

nos dice cuantas partículas están magnetizadas en la dirección positiva y negativa. Entonces, un histerión se refiere al ciclo de histéresis de una partícula ideal con ciclo SW en su dirección fácil.

2. El efecto del campo de interacción únicamente se traduce a la asimetría de los histeriones individuales. Es decir, si se conoce o se determina la asimetría se puede conocer el campo de interacción que actúa sobre ese histerión usando las ecuaciones conocidas.
3. La SFD de un sistema que presenta una interacción dipolar tiene asociada una distribución intrínseca, la iSFD. Esto solo supone que existe la iSFD y que esta difiere de la medida. La diferencia solo se atribuye al campo de interacción.
4. Inversión secuencial de la magnetización. Esto es, cuando el campo externo induce la inversión de la magnetización en el ensamble de partículas, las partículas rotan individualmente y de manera secuencial de acuerdo a la SFD. El primer elemento en rotar es aquel con el campo coercitivo más chico, seguido del que tiene el segundo campo coercitivo más bajo y así sucesivamente.
5. La asimetría de los histeriones se puede determinar a partir de comparaciones entre procesos de magnetización y desmagnetización, excluyendo la comparación entre la parte ascendente y descendente del ciclo mayor, usando las suposiciones anteriores.

El enfoque del trabajo consiste en cuantificar el campo de asimetría de los histeriones individuales y de usar este valor de campo para encontrar el campo de interacción que actúa sobre cada partícula, así como su coercividad intrínseca

Desde luego, todo lo que se obtenga esta limitado a sistemas que cumplen con las suposiciones anteriores y para realizar este trabajo se usaron redes de nanoalambres donde sabemos que se cumplen relativamente (no perfectamente) bien todas las suposiciones anteriores. Son por eso, un sistema modelo.

2.1. Hipótesis

En un ensamble de partículas biestables, tipo histerión, con interacción dipolar, el ciclo de histéresis de cada partícula es asimétrico y esto tendrá como consecuencia que procesos de magnetización y de desmagnetización no serán simétricos. Por lo que si encontramos como evidenciar esta asimetría en mediciones de curvas de magnetización debe ser posible encontrar el campo de interacción y la coercividad intrínseca en puntos específicos de las curvas.

2.2. Objetivo General

Mostrar que la coercividad intrínseca así como el campo de interacción para un punto en las curvas de magnetización pueden ser obtenidos a partir del análisis de asimetrías entre procesos de magnetización y desmagnetización.

2.3. Objetivos Específicos

1. Mostrar que el campo de interacción así como la coercividad intrínseca del punto de retorno de un ciclo menor pueden ser determinados a partir de los valores de las remanencias del ciclo mayor y la del retorno del ciclo menor.
2. Mostrar que a partir del ciclo mayor y un ciclo menor se pueden encontrar los valores del campo de interacción y la coercividad intrínseca para cada punto del ciclo menor.

Capítulo 3

Materiales y métodos

3.1. Síntesis de nanoalambres

Los nanoalambres de NiFe y CoFe se fabricaron por la técnica estándar de electrodeposición en membranas de policarbonato de espesor de $21\mu\text{m}$, en la cual los poros son paralelos uno a otro con una distribución aleatoria y se caracteriza por sus fracción de empaquetamiento promedio (P) o porosidad que está definida como el producto de la densidad de poros (ρ) y el área de poro ($A = \pi\phi^2/4$) donde ϕ es el diámetro del poro.

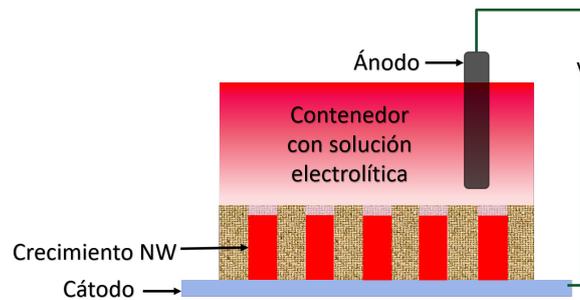


Figura 3.1: Esquema de electrodeposición de nanoalambres crecidos en poros paralelos

La deposición por la técnica de electroquímica tiene principio en la migración de iones metálicos en solución por el efecto de hacer fluir corriente eléctrica para que éstos sean cristalizados en la superficie colocada en la parte inferior de la solución utilizada. Para realizar la reducción se requiere aplicar una diferencia de potencial entre el ánodo y el cátodo lo suficiente para hacer que los iones en la solución se desplazan hacia el cátodo mediante una reacción del tipo[60]



donde M es la especie metálica en cuestión. La carga total depositada se expresa como [60]

$$Q = nmN_a e, \quad (3.2)$$

donde n es el número de moles que se reducen, m es la masa molar del elemento considerado a depositar, N_a es el número de Avogadro y e es la carga del electrón.

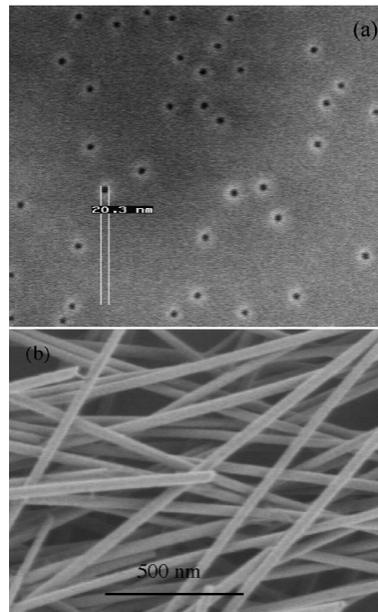


Figura 3.2: Micrografía SEM de a) la superficie de una membrana nanoporosa de polycarbonato donde se aprecia la distribución aleatoria de los poros y b) NAs obtenidos por electroquímica luego de remover la membrana[41]

La electrodeposición se llevo a cabo con los parámetros que se muestran en la tabla (3.1)[38]

Compuesto	Formula química	Potencial
NiFe	5.56 g/l FeSO_4 + 131.42 g/l NiSO_4 + 30 g/l H_3BO_3	-1.1 V
CoFe	40 g/l FeSO_4 + 80g/l CoSO_4 +30 g/l H_3BO_3	-0.9 V

Cuadro 3.1: Composición de los electrolitos para NiFe, CoFe Co y el potencial usado para depositarse.

En el presente trabajo se utilizaron 3 muestras:

- La muestra de NiFe de 50 nm de diámetro y P=4.5 %
- La muestra de NiFe de 35 nm de diámetro y P=11.3 %

- La muestra de CoFe de 29 nm de diámetro y P=5 %

3.2. Magnetometría de gradiente alternante



Figura 3.3: Fotografía del magnetómetro MicroMag Model 2900 AGM System, de Princeton Measurements Corporation.

La obtención de los análisis de magnetometría de las muestras estudiadas se realizó por la técnica de magnetometría de gradiente alternante. Los magnetómetros por gradiente alternante de campo (AGM por sus siglas en inglés, Alternating Gradient Magnetometry) son dispositivos los cuales cuentan con un funcionamiento sencillo, pero capaces de realizar mediciones con una pequeña porción de muestra, una precisión y rapidez grande. Es entonces una herramienta idónea para la caracterización magnética de nanopartículas, debido a sus características. Si bien existen otras técnicas para magnetometría, el fundamento de ésta técnica nos permite llegar a sensibilidades mayores, momentos magnéticos de $1-5 \times 10^{-6}$ emu pueden ser alcanzados.

La muestra a analizar se magnetiza por el campo magnético estático que es producido por el electroimán, la muestra se hace oscilar por la influencia de un campo magnético alternante adicional, éste se genera por un sistema de bobinas que producen un gradiente.

Las oscilaciones se detectan por un sensor de vibración que se acopla a un capilar de cuarzo. La componente de la fuerza es detectada a lo largo de la dirección del campo aplicado H_x y se expresa como

$$F_x = m_x \frac{H_x}{dx} = m_x - H_x \sin \omega t, \quad (3.3)$$

Si las bobinas que generan el gradiente producen un campo de forma sinusoidal, la forma que tiene la señal detectada es

$$V(t) = m_x S \omega V_0 \cos \omega t, \quad (3.4)$$

donde S es el factor de sensibilidad.

La frecuencia del campo alternante se selecciona tal que se ajuste a la frecuencia mecánica de vibración para obtener un factor de sensibilidad alto. Por lo que cada muestra que se quiera analizar debe ser previamente analizada para detectar ésta frecuencia óptima de excitación. Al variar el valor del campo externo aplicado H_x , el material será magnetizado progresivamente a lo largo de la dirección y el gráfico H contra m_x es la curva de magnetización.

3.2.1. Medición del campo de interacción

Las mediciones magnéticas que se realizaron en el presente trabajo fueron curvas de histéresis, ciclos menores, así como curvas de remanencia IRM y DCD, que en secciones pasadas se han explicado la forma en las que se obtienen. En la figura 3.4 se muestra de forma conjunta los análisis realizados, donde las figuras a), c) y d) representan las curvas de remanencia IRM y DCD con color rojo y azul respectivamente, de forma adicional también se muestra el ciclo mayor de la curva de histéresis; en el caso de las figuras b), d) y f) se ilustra los ciclos menores de las muestras analizadas respectivamente.

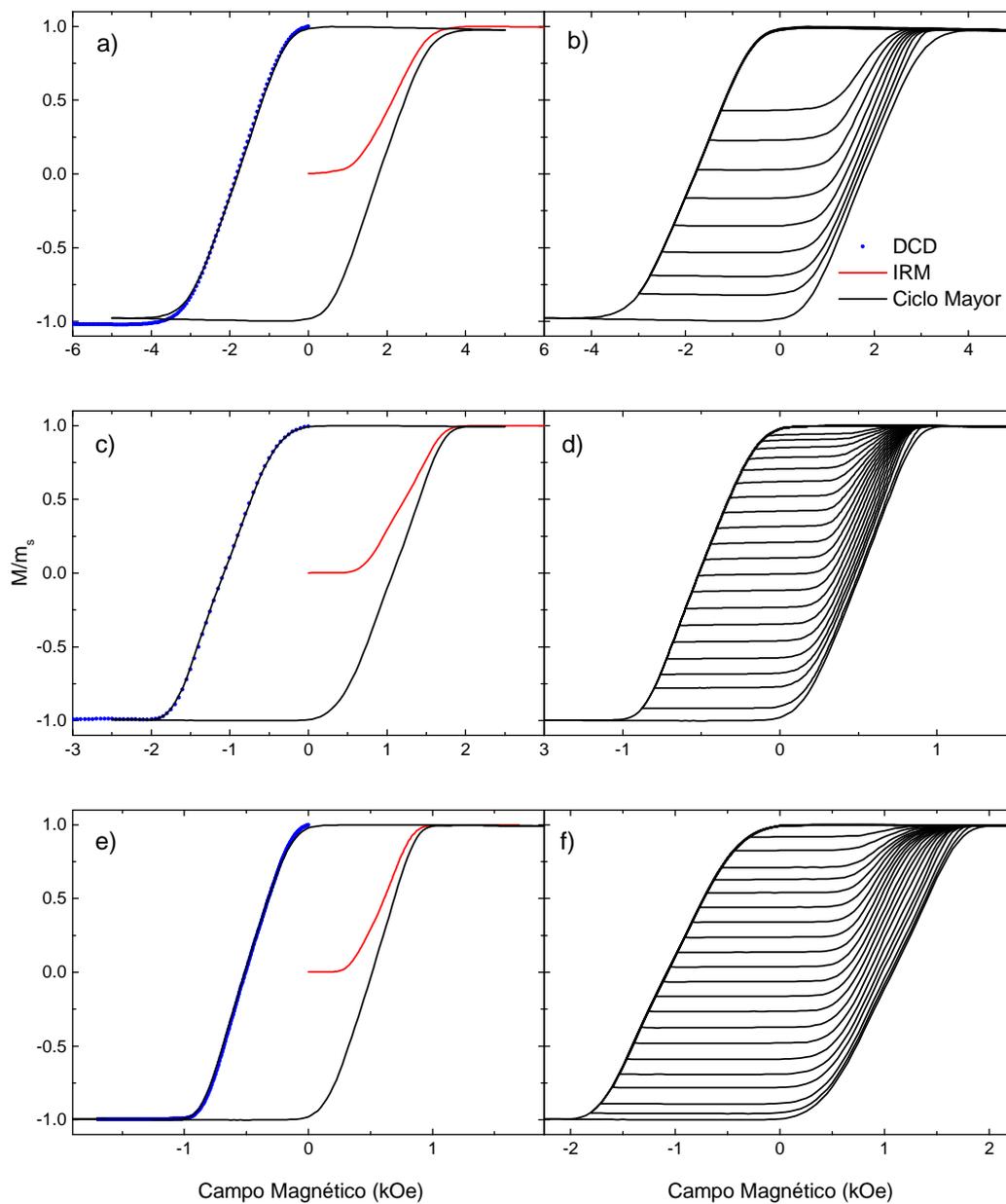


Figura 3.4: En la figura a),c) y e) la curva DCD, IRM y el ciclo mayor de la curva de histéresis para las muestras de CoFe, NiFe con diámetro de 50nm y NiFe con diámetro de 35nm respectivamente. b), d) y f) se muestran los ciclos menores correspondientes.

La figura (3.5) muestra el ciclo mayor y los ciclos menores medidos con el magnetómetro de gradiente alternante previamente explicado en la sección pasada , con el campo externo aplicado paralelo al eje de los nanoalambres.

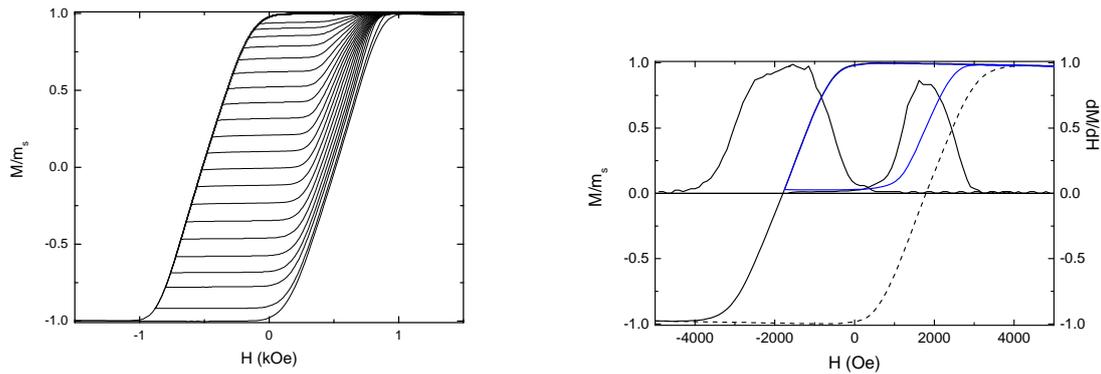


Figura 3.5: Ciclo de histéresis y ciclos menores normalizados, correspondientes a nanoalambres de NiFe de 50 nm de diámetro y $P=4.5\%$, del lado derecho se ilustra la SFD con sus ciclos de histéresis correspondientes.

Adicionalmente se analiza puntualmente las distribuciones SFD. Por definición las curvas medidas corresponden a la función acumulativa de probabilidad y su derivada corresponde a la función de probabilidad, es decir la distribución SFD se obtiene al derivar M como función de H

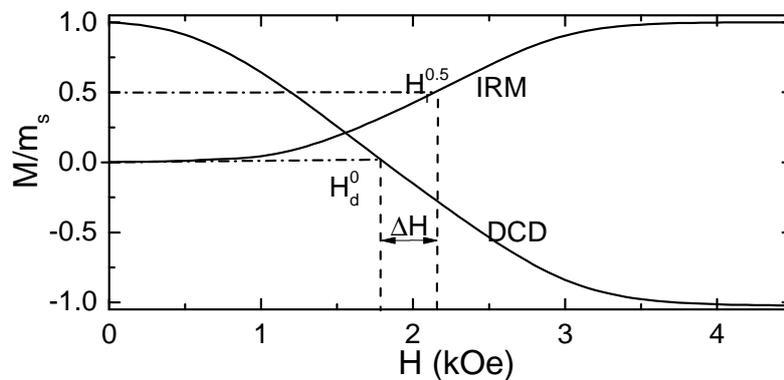


Figura 3.6: Curva IRM, m_r , y DCD, m_d .

La componente dependiente del campo de interacción α se ha medido directamente de las curvas de remanencia IRM y DCD, donde los protocolos han sido previamente explicados, usando la ecuación[39]:

$$\alpha = 2(H_r^{0,5} - H_d^0), \quad (3.5)$$

donde $H_r^{0,5}$ es el valor de campo al cual la curva IRM normalizada es igual a 0.5, mientras H_d^0 es el valor de campo al cual la curva DCD es cero como se muestra en la figura (3.6). En todos los casos, las curvas de remanencia fueron normalizadas al valor máximo de la curva de remanencia IRM.

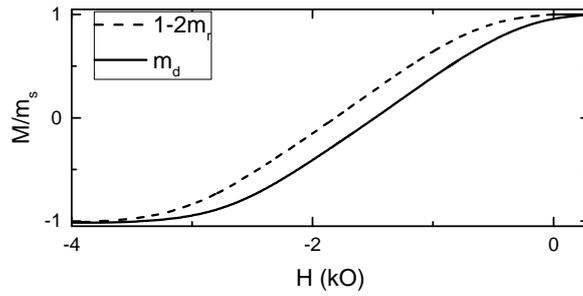


Figura 3.7: Curva m_r^*/m_d obtenidas de las curvas de remanencia IRM y DCD.

En la figura 3.7 se obtiene la curva m_r^* donde se utiliza la relación de Wohlfarth, se muestra una comparativa cualitativa de que el sistema presenta interacción. Si en el sistema no existiera el efecto de interacción, tanto la curva m_d como la curva m_r^* se superponen.

3.2.2. Simulación de Curvas de Histéresis

Se realizó las simulaciones de curvas de histéresis y ciclos menores siguiendo el modelo de Stoner-Wohlfarth, para sistemas no interactuantes, con interacción fija, y sistemas donde se introduce dispersión. En la figura 3.8 se presentan ciclos mayores de un sistema interactuante y otro en el cual éste efecto no está presente, así mismo como ciclos menores con punto de retorno m_r , las curvas están normalizadas al valor máximo de la curva.

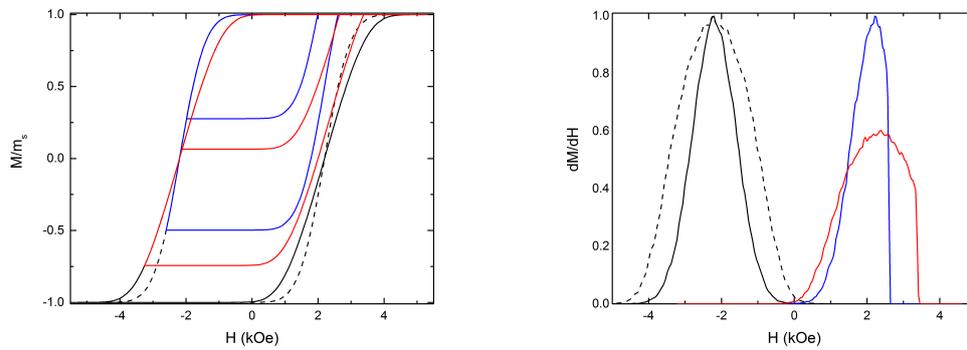


Figura 3.8: Simulación de ciclo mayor y ciclo menor para un sistema interactuante que se muestra de color negro y rojo respectivamente; por otra parte el sistema no interactuante se representa por líneas punteadas y color azul para el ciclo menor. Del lado derecho se muestran la SFD para las curvas del lado izquierdo.

De igual manera se realiza la derivada de la magnetización contra el campo, obteniendo así la distribución de campo de rotación, donde se ilustra el comportamiento de la SFD para un sistema interactuante y otro sin la interacción.

Capítulo 4

Método de Remanencia

Se ha desarrollado y validado un método para determinar los campo de interacción y de coercividad intrínseca del punto de retorno de ciclos menores. Para lo cual se considera un proceso de desmagnetización: La parte descendiente del ciclo menor, y uno de de magnetización: la parte ascendente del ciclo menor.

El método se basa en que la cantidad de nanoalambres que invierten su magnetización a partir del inicio del proceso y hasta que el campo se reduce a cero (estado remanente) es diferente. Primeramente se hará el planteamiento del método y de las expresiones obtenidas para cuantificar los campo de interacción y de coercividad intrínseca. Después, el método es probado utilizando datos simulados. Estos datos nos han permitido validar el método par el caso ideal y posteriormente entender las variaciones de los resultados al considerar un caso mas realista. Finalmente, se ha probado el método utilizando los ciclo menores medidos en redes de nanoalambres. Los resultados obtenidos se compararon con los obtenidos usando las curva de remanencia y el modelo, proporcionando resultados que concuerdan bien.

4.1. Planteamiento del método

La hipótesis del presente trabajo es que en un ensamble de partículas biestables con interacción dipolar, el ciclo de histéresis de cada partícula s asimétrico y esto tendrá como consecuencia que procesos de magnetización y de desmagnetización no serán simétricos. Por lo que si encontramos como evidenciar esta asimetría en mediciones de curvas de magnetización debe ser posible encontrar el campo de interacción y la coercividad intrínseca en puntos específicos de las curvas.

En base a esto, hemos considerado ciclos menores cuya parte descendente corresponde a un proceso de desmagnetización y su retorno es un proceso de magnetización.

Con el fin de encontrar como evidenciar asimetrías entre estos procesos se ha considerado analizar las remanencias es decir el valor de la magnetización cuando el campo aplicado es cero en ambos procesos o partes del ciclo menor.

El método se basa en que la cantidad de nanoalambres que invierten su magnetización a partir del inicio del proceso y hasta que el campo se reduce a cero es diferente. En particular, en el proceso de desmagnetización se invierten más nanoalambres que en el proceso de magnetización. Esta es una asimetría que está relacionada con el campo de interacción. Esta diferencia depende del calor de la magnetización del sistema al inicio de cada proceso. En particular, la parte descendente del ciclo menor inicia en el estado saturado, $m = 1$. Mientras que la parte ascendente inicia en el punto de retorno, $m = m_r$. Donde, por definición $m > m_r$. Por lo que el campo de interacción al inicio del proceso es menor en la parte ascendente. Lo que resulta en que un menor número de partículas rotan su magnetización al llegar al estado remanente.

La diferencia de remanencias entre un ensamble interactuante y otro sin interacción se ilustra en la figura 4.1 donde a) muestra los ciclos de histéresis y b) una amplificación para poder ver que la remanencia del sistema no interactuante es 1 y el que presenta una interacción es menor a dicho valor. Para poder observar mejor esta diferencia se obtiene la derivada (SFD) que se muestra en c) donde la diferencia es mas visible. Podemos entonces concluir a partir de la figura 4.1 que hay una cierta cantidad de partículas que invierten su magnetización debido a la interacción dipolar.

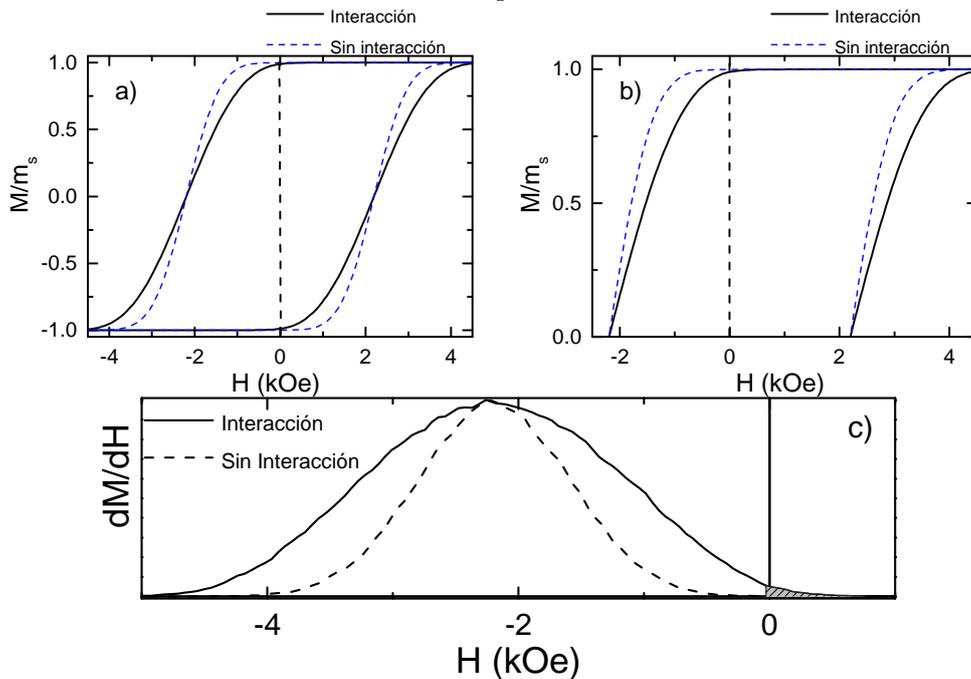


Figura 4.1: a) Ciclo mayor con y sin interacción, b) Amplificación del ciclo mayor para poder observar que la remanencia del sistema interactuante es menor que uno c) SFD de ciclos mayores donde se observa la diferencia entre un sistema interactuante y otro que no tiene efecto de interacción

Al tomar ciclos menores, una parte del estado de magnetización m_r , que nos dice que tenemos una cierta cantidad de partículas que se invirtieron, es de esperar entonces que para cada ciclo menor el número de partículas que se inviertan sea diferente, esto se debe a que cada ciclo menor parte de un estado de magnetización diferente por lo que la interacción entre las partículas será diferente. En la figura 4.2 se muestra la distribución de campo de rotación de un ciclo menor con un estado de magnetización inicial m_r y la distribución de campo de rotación del ciclo mayor, en dicha figura se puede concluir que la cantidad de partículas que se invierten en el ciclo mayor y en el ciclo menor son diferentes.

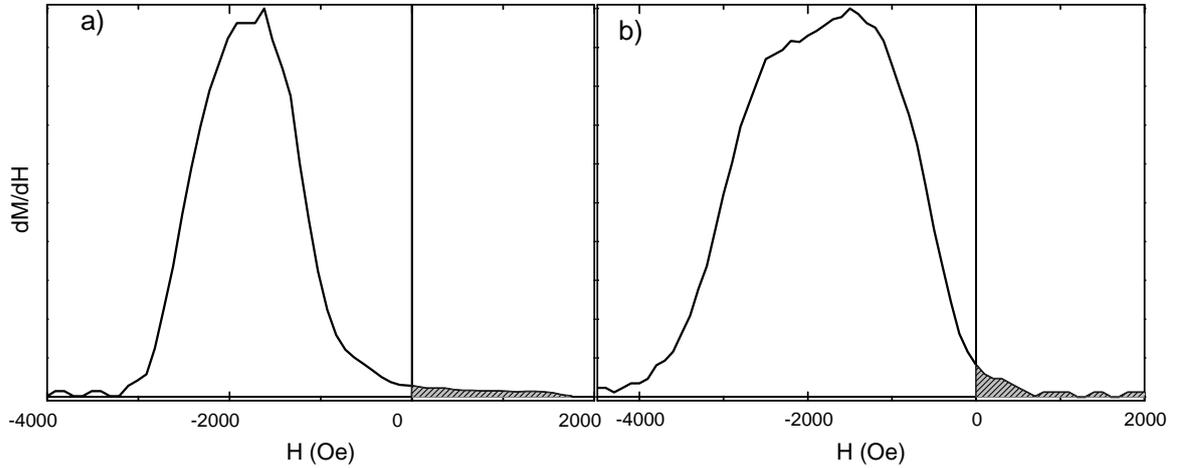


Figura 4.2: Se puede observar la a) SFD del ciclo menor con punto de retorno m_r , b) SFD del ciclo mayor correspondiente a la misma muestra analizada; el área sombreada representa de forma figurativa la cantidad de partículas que rotaron por la interacción dipolar.

Con las dos ideas planteadas anteriormente, podemos entonces decir que el método de remanencia se basa en determinar las diferencias que hay entre la remanencia del ciclo mayor y la remanencia de los ciclos de magnetización menores. Si tenemos éstas diferencias, podemos entonces cuantificarlas. La cantidad de partículas que se auto-invirtieron se puede expresar como:

$$n = \alpha m_{R_1}^{\downarrow} \quad (4.1)$$

$$m = \alpha m_{R_i}^{\uparrow}, \quad (4.2)$$

Donde n representa la cantidad de partículas para el ciclo mayor y m la cantidad de partículas para el ciclo menor. Para poder determinar el campo de interacción α , se requiere poder relacionar el campo de interacción del ciclo mayor con el menor. Si se aplica un campo h tal que la cantidad de partículas del ciclo mayor iguale a la cantidad de partículas del ciclo menor, entonces:

$$m = \alpha m_{R_i}^{\uparrow} + h. \quad (4.3)$$

Como la cantidad de partículas son iguales podemos igualar la ecuación 4.2 y 4.3, obteniendo:

$$\alpha m_{R_1}^{\downarrow} = \alpha m_{R_i}^{\uparrow} + h, \quad (4.4)$$

Despejando α tenemos que:

$$\alpha = \frac{h}{m_{R_1}^{\downarrow} - m_{R_i}^{\uparrow}}. \quad (4.5)$$

Si la distribución del campo de interacción se puede determinar, entonces la distribución intrínseca de campos de rotación se puede calcular mediante:

$$h_{c_i} = H_A - \alpha m. \quad (4.6)$$

4.2. Implementación

El método consta de determinar los siguientes parámetros:

- Calcular la diferencia δ entre la remanencia ideal 1 con la del ciclo mayor.
- Determinar la remanencia de cada ciclo menor en el proceso de magnetización.
- Sumar la diferencia δ a la magnetización m_r .
- Obtener el valor de campo magnético h asociado al estado de magnetización resultante en el paso anterior.

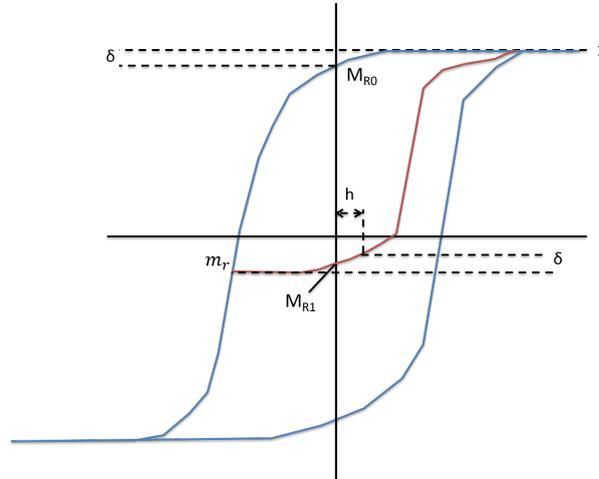


Figura 4.3: Se muestra el esquema de como se obtiene el campo de interacción con la remanencia del ciclo mayor y un ciclo menor.

La distribución del campo de interacción α se determina usando el ciclo mayor y un ciclo menor arbitrario como se muestra de forma general en la figura (4.3). Donde δ representa la diferencia de remanencia entre la remanencia ideal y la del ciclo mayor representado por M_{R1} , ésta misma diferencia se busca en las curvas de magnetización de los ciclos menores, por lo que se busca el campo magnético h necesario para hacer rotar el mismo número de histeriones que en el proceso de desmagnetización desde el punto de retorno M_{r_i} donde el índice i indica en qué ciclo menor estamos.

4.3. Resultados

4.3.1. Distribución del campo de interacción

Para validar la metodología propuesta en la sección anterior se requiere analizar el caso ideal, por lo que se han utilizado datos simulados que incluyen ciclos de histéresis así como ciclos menores. Las curvas de histéresis y ciclos menores han sido obtenidos a partir de una distribución de campos de rotación, en la cual no hay interacción. Posteriormente se introduce un campo de interacción sobre esta misma distribución, suponiendo el caso simple de campo medio. El tercer caso simulado se basa en la misma distribución

intrínseca y se agrega la interacción pero permitiendo ahora que la magnitud del campo de interacción fluctúe alrededor de su valor promedio; esto con el fin de tomar en cuenta la dispersión del campo de interacción.

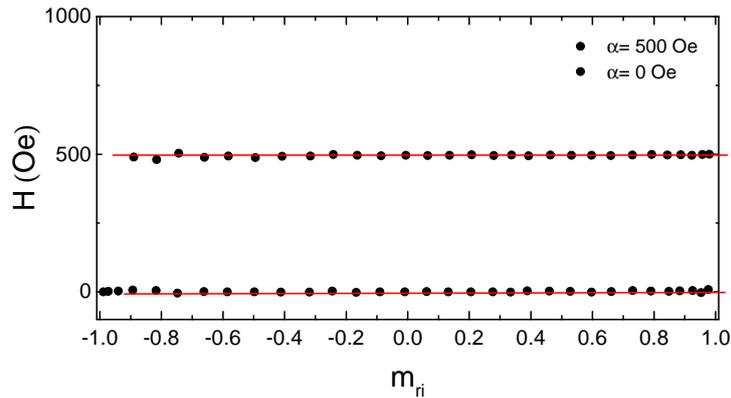


Figura 4.4: En la gráfica se muestra la comparación del a) Campo de interacción $\alpha = 500$ Oe, b) Campo de interacción $\alpha = 0$; con el valor introducido a la simulación la cual viene representada por la línea color rojo.

Los resultados para el caso no interactuante y con interacción fija se ilustran en la figura (4.4), donde para ambos casos el valor del campo de interacción asociado a cada ciclo menor corresponde a los valores del campo de interacción propuesto en la simulación. Teniendo en cuenta que el método funciona para el caso ideal se realizaron los análisis de las tres muestras experimentales, donde el objetivo es observar la semejanza al caso ideal, los resultados obtenidos se muestra en la figura (4.5).

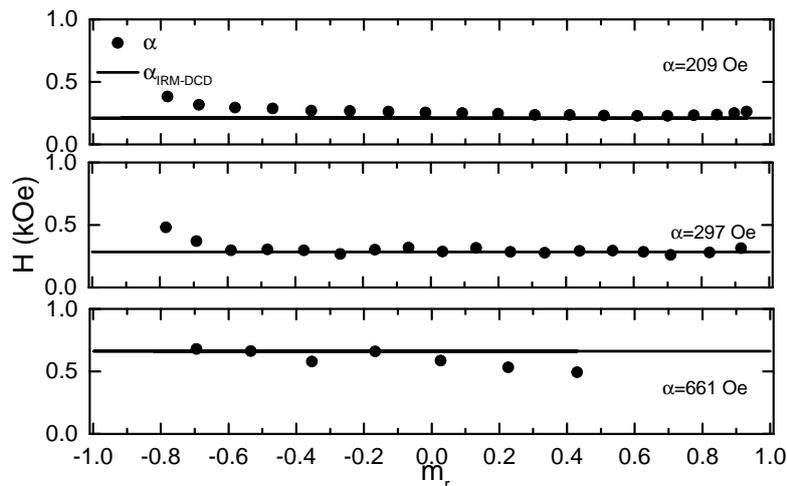


Figura 4.5: Distribución del campo de interacción α de la muestra de NiFe de 50 nm de diámetro y $P=4.5\%$, la muestra de NiFe de 35 nm de diámetro y $P=11.3\%$, la muestra de CoFe de 29 nm de diámetro y $P=5\%$ respectivamente, la línea color negro indica el valor del campo de interacción obtenido con las curvas de remanencia IRM-DCD.

Los valores del campo de interacción obtenidos por el método propuesto fluctúan alrededor del valor promedio que se obtiene por las curvas de remanencia IRM-DCD. Si bien los resultados no se sobrepone con el valor promedio, esto nos sugiere que el campo de interacción que siente cada partícula no es constante.

4.3.2. Distribución intrínseca de campos de rotación

En la sección pasada se obtuvieron las distribuciones del campo de interacción para el caso simulado sin interacción y el caso con interacción, a partir de estos resultados se obtiene la distribución intrínseca de campo de rotación para cada caso, con la ecuación (4.6). Es importante remarcar que en el caso sin interacción la SFD corresponde a ser la iSFD.

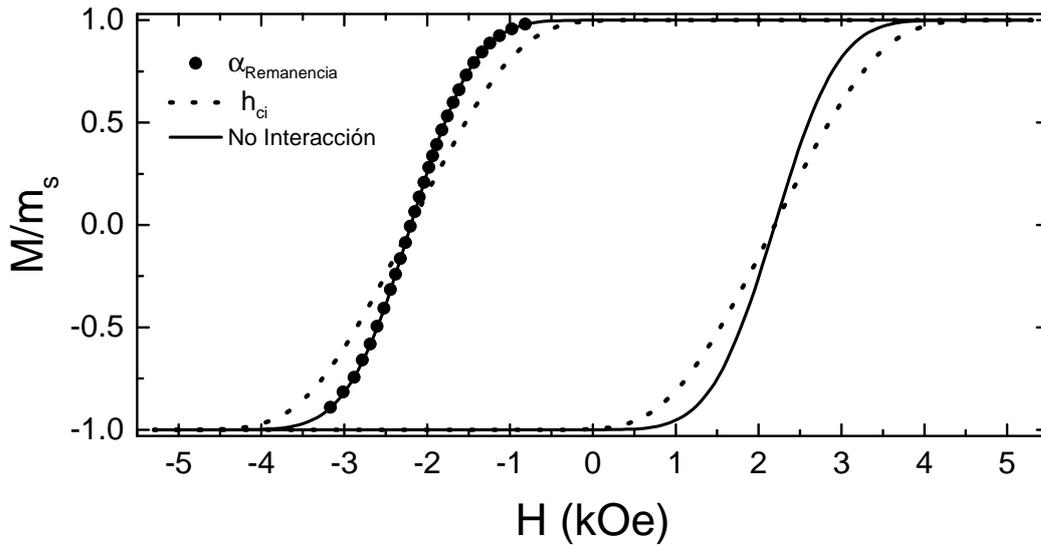


Figura 4.6: La curva con línea continua color negro representa la curva de histéresis sin interacción, la curva punteada representa la curva de histéresis con interacción, los puntos negros representan la curva intrínseca del campo de rotación.

Para ver si se puede determinar la distribución intrínseca de campos de rotación se utiliza la curva de histéresis del caso no interactuante, donde su distribución de campos de rotación corresponde a la iSFD, en la figura (4.6) se puede observar que los puntos de la SFD obtenida a partir del caso con interacción se sobrepone con la distribución intrínseca de campos de rotación por lo que de aquí se puede decir que es posible recuperar la curva intrínseca para el caso ideal. De manera complementaria se realizó el mismo análisis para

2 muestras experimentales para ver que tanto se ajusta al caso ideal. Se puede notar diferencias significativas al valor obtenido por las curvas de remanencia IRM-DCD cerca de la saturación como se ilustra en la figura (4.7)

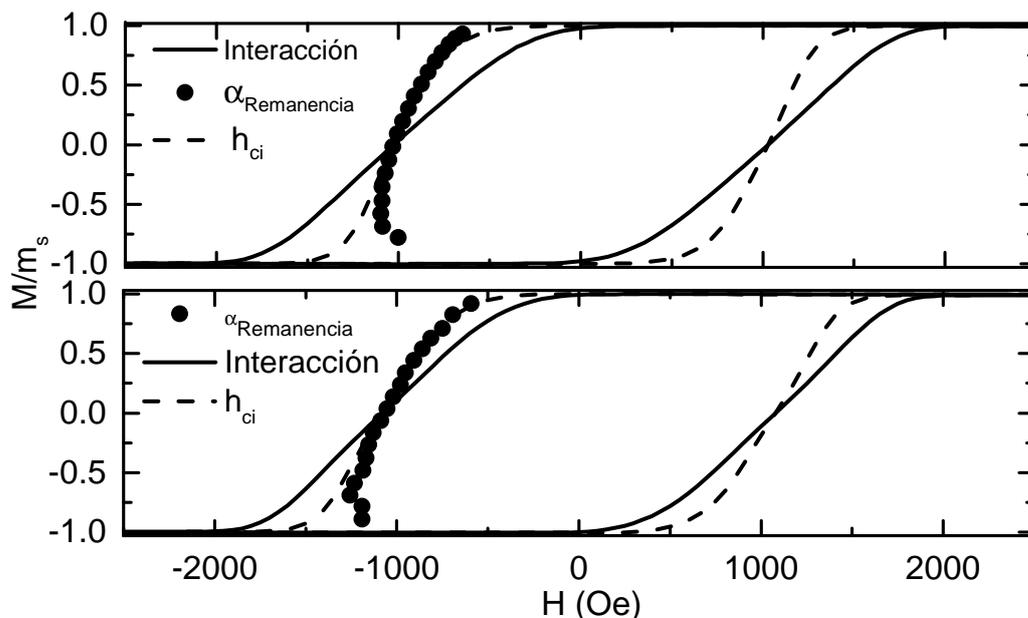


Figura 4.7: Comparativa de la distribución de campos de rotación para la muestra de NiFe con un diámetro de 50 nm y $P=4.5\%$ y la muestra de NiFe de 35 nm de diámetro y $P=11.3\%$ con la distribución intrínseca de campos de rotación obtenidos por las curvas de remanencia IRM-DCD

4.4. Discusión y Conclusiones

Las curvas de histéresis simuladas nos indican que el método propuesto funciona bien para el caso ideal; el caso de curvas con dispersión se requiere analizar para observar el comportamiento de la distribución del campo de interacción y la distribución intrínseca de campos de rotación como punto de partida para comparar con los resultados de muestras experimentales. Si bien los resultados de las muestras experimentales muestran una buena aproximación al valor del campo de interacción y la iSFD se debe realizar un estudio más amplio para poder concluir que la metodología planteada en éste trabajo es valida.

El método planteado tiene la limitante que solo funciona para sistemas que tengan remanencia menor a 1, de momento no se ha realizado el estudio completo para determinar si tiene una remanencia límite en la cuál por debajo de ésta el método no funcione.

Capítulo 5

Método de Corrimiento

5.1. Planteamiento del método

Cuando uno inicia el proceso de magnetización en un sistema de partículas, aquellas partículas con campo coercitivo menor serán las primeras en rotar, por su parte aquellas que tengan campos coercitivos mayores serán las últimas. En la figura (5.1) se ilustra la idea en que las partículas rotan de forma secuencial, de tal forma que la partícula 1 tiene el menor campo coercitivo y por ende es la primera en rotar, la partícula 2 es la segunda en rotar ya que es la segunda menor en campo coercitivo y así sucesivamente. Lo importante de esta idea es que el orden secuencial se cumple para el proceso de desmagnetización como el de magnetización.

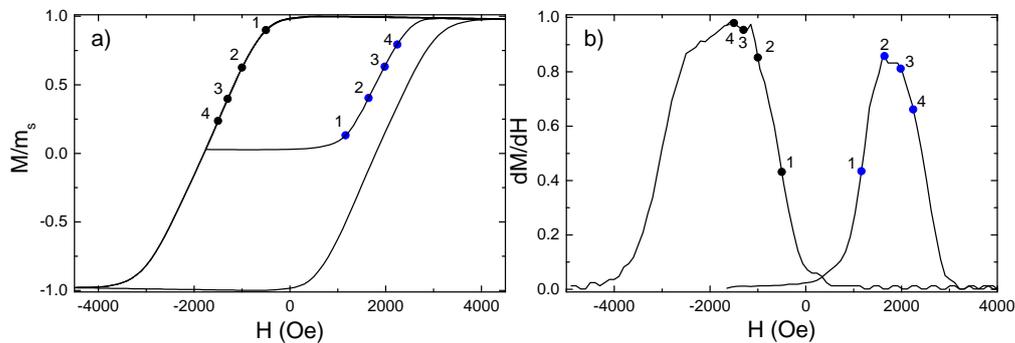


Figura 5.1: Orden secuencial en a) ciclo mayor y ciclo menor, b) SFD del ciclo mayor y ciclo menor

Si se cumple la condición de que las partículas rotan de forma secuencial, entonces podemos recorrer los ciclos menores al estado de saturación negativo, lo cual nos indica que a un valor de magnetización la misma partícula m rotará con diferencia en que se requerirá un campo h mayor para que ocurra ésta rotación. En la figura (5.2) se ilustran a) los ciclos menores recorridos al estado de saturación negativo, b) el modelo de histerión para cada una de estas partículas, las cuales el campo de rotación va siendo mayor, por

lo cual la asimetría de del sistema también.

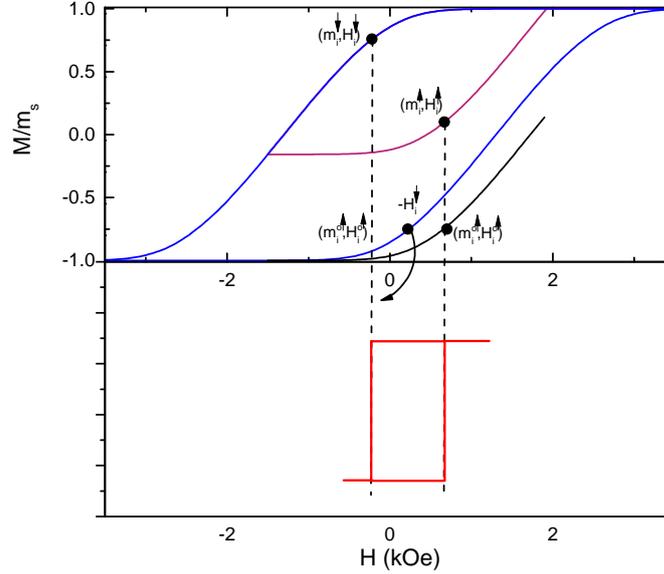


Figura 5.2: a) Ciclos menores recorridos al estado de saturación negativo, b) Campo coercitivo de la misma partícula para diferentes ciclos menores.

La distribución del campo de interacción y el campo coercitivo intrínseco se obtienen como se ilustra en la figura (5.3). Donde para cada punto de la curva se tiene el par de coordenadas (m, H) , para el proceso de desmagnetización éste par se identifica como $(m_i^\downarrow, H_i^\downarrow)$, por su parte para el proceso de magnetización será $(m_i^\uparrow, H_i^\uparrow)$.

Para la determinación del campo de interacción y campo de rotación se propone utilizar:

$$\alpha_i = \frac{H_i^\downarrow + H_i^\uparrow}{1 + m_r} \quad (5.1)$$

$$h_i = \frac{H_i^\uparrow - H_i^\downarrow}{2} + \alpha_i(m_i^\downarrow - m_i^\uparrow), \quad (5.2)$$

Con el fin de poder calcular estos dos parámetros se tienen que realizar algunas consideraciones que se enuncian a continuación:

- El campo asociado a un estado de magnetización H_i^0 dado en el proceso de magnetización corresponde a ser el negativo del proceso de desmagnetización por lo que

$$H_i^0 = -H_i^\downarrow. \quad (5.3)$$

- El campo en un ciclo menor H_i^1 corresponde a ser el campo en el proceso de magnetización por tanto

$$H_i^1 = H_i^\uparrow. \quad (5.4)$$

Tomando estas consideraciones la ecuación 5.2 se reescribe como

$$\alpha_i = \frac{H_i^1 - H_i^0}{1 + m_r}, \quad (5.5)$$

Al haber tomado las consideraciones en campo, se requiere introducir consideraciones en la magnetización:

- El estado de magnetización del proceso de magnetización corresponde a ser negativo en el proceso de desmagnetización

$$m_i^0 = -m_i^\downarrow. \quad (5.6)$$

- El estado de magnetización resultante de recorrer el ciclo menor al estado de saturación magnético corresponde a

$$m_0^1 = m_i^\uparrow - (1 + m_r). \quad (5.7)$$

Al tomar en cuenta estas consideraciones la ecuación 5.2 se reescribe como

$$h_i = \frac{H_i^1 + H_i^0}{2} - \alpha_i(2m_i + 1 + m_r). \quad (5.8)$$

5.2. Implementación

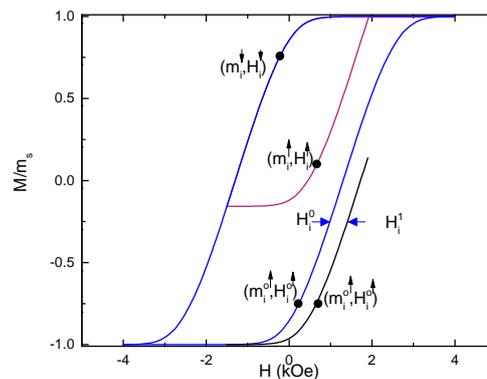


Figura 5.3: Esquema de método de corrimento. Los parámetros de mayor impacto se encuentran representados.

Para obtener el campo de interacción y el campo de rotación se requiere realizar los siguiente pasos:

- Si bien los datos que arroja el equipo son pocos y además son la magnetización en función del campo $M(H)$, se requiere entonces saber la función inversa para generar una cantidad mayor de puntos, pero de tal forma que ahora sea el campo en función de la magnetización $H(M)$. Por lo que se realiza una interpolación de tipo lineal.
- Los ciclos menores se recorren un factor de $1 + m_r$.
- Teniendo los ciclos menores iniciando en el estado de saturación negativo, se realiza la resta entre el ciclo menor y el ciclo mayor en el proceso de magnetización punto a punto.
- Se determina el punto donde la curva de magnetización inicia ó punto de retorno denotado por m_r .

- En el caso del campo de rotación, en cambio de realizar la resta se procede a realizar la suma entre el ciclo menor y el ciclo mayor punto a punto.

En la figura 5.3 se muestra esquemáticamente la forma del método donde se ilustran los parámetros a determinar para la obtención del campo de interacción como el campo de rotación.

5.3. Resultados

La sección de resultados se encuentra dividida para cada elemento que se desea calcular, el orden que sigue es primero observar los resultados de la distribución de campo de interacción, al cual es el precedente para los resultados del campo de rotación intrínseco.

5.3.1. Distribución de campo de interacción

Si bien ya se ha planteado una metodología para realizar éste método en secciones pasadas, se requiere comprobar si dicha metodología es acertada. Como primer paso se utilizaron curvas simuladas con una interacción fija sin dispersión y con dispersión, obteniendo los resultados que se ilustran en la figura (5.4).

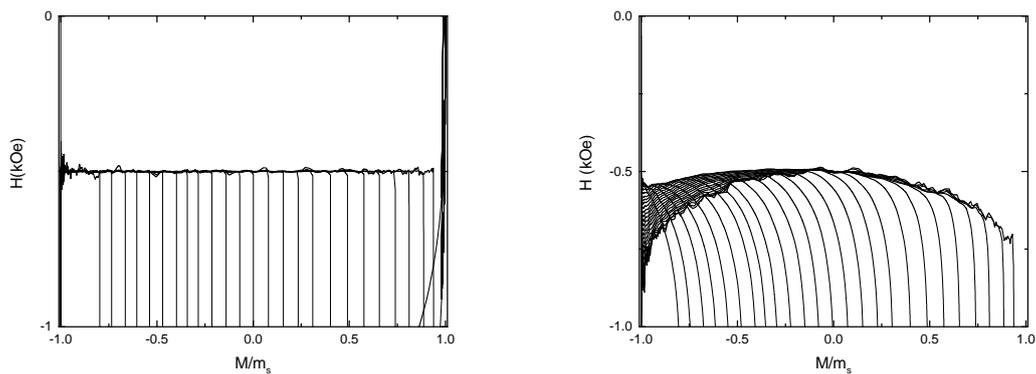


Figura 5.4: a) Coeficiente del campo de interacción de muestra simulada con $\alpha = 500$, b) Distribución del campo de interacción con $\alpha = 500$ con dispersión.

Es importante observar que la curva con dispersión tiene un sesgo negativo en el valor del campo de interacción, dicho sesgo producirá que el promedio del campo de interacción sea mayor al campo de interacción teórico.

Teniendo en cuenta que las curvas simuladas corresponden al caso ideal y validando para éstas que funciona el método, se realiza el análisis para muestras experimentales; obteniendo resultados cercanos al valor del campo de interacción determinado por las curvas de remanencia IRM-DCD y el método de remanencia que se presentó en el capítulo anterior. Los resultados se muestran en la figura(5.5)

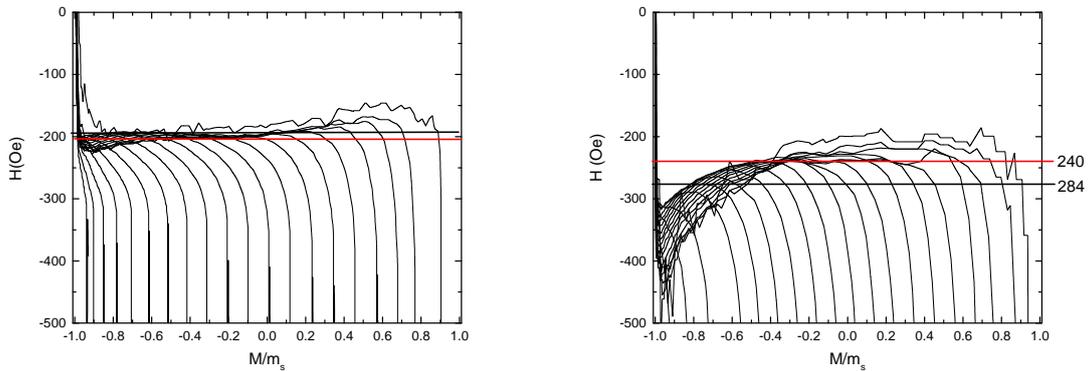


Figura 5.5: Distribución del campo de interacción de la muestra de NiFe de 50 nm de diámetro y $P=4.5\%$ y la muestra de NiFe de 35 nm de diámetro y $P=11.3\%$.

5.3.2. Distribución intrínseca de campos de rotación

Teniendo la distribución del campo de interacción determinada, se puede conocer la distribución intrínseca de campos de rotación a partir de la ecuación (5.8). Los resultados del cálculo de la iSFD se muestran en la figura (5.6).

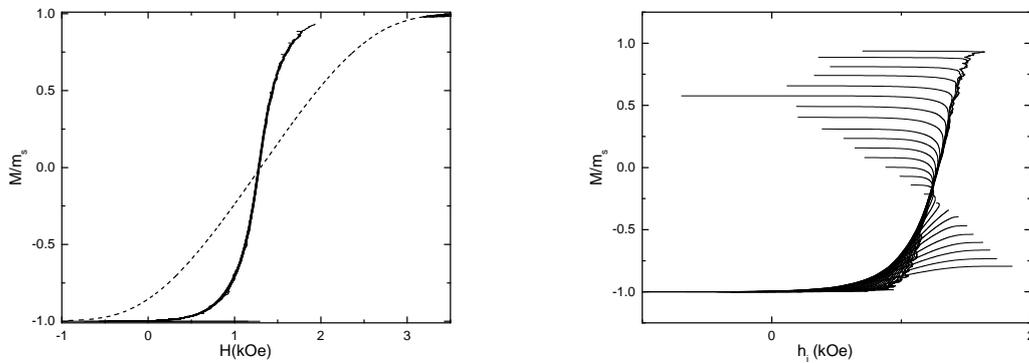


Figura 5.6: Distribución intrínseca de campos de rotación de muestra simulada con $\alpha = 500$ sin dispersión, distribución intrínseca de campos de rotación con $\alpha = 500$ y con dispersión.

Para la distribución del campo de interacción sin dispersión todos los ciclos colapsan sobre uno solo, mientras que para la distribución con dispersión se puede observar que hay un sesgo significativo cerca de la magnetización de saturación, pero de forma general se ve que también tiene una tendencia a colapsar.

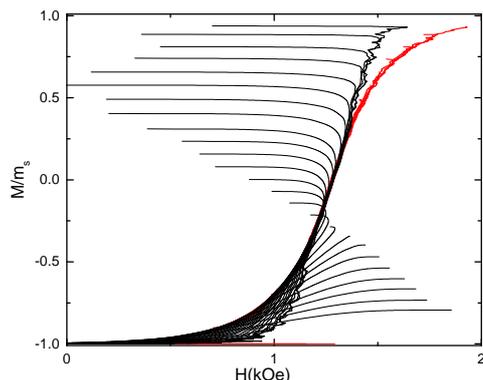


Figura 5.7: Comparativo de la iSFD de la curva con dispersión y sin dispersión

En la figura (5.7) se puede ver el comparativo de las iSFD para el caso dispersivo y el caso no dispersivo, en el cual podemos decir que el caso con dispersión tiene una muy buena aproximación al caso sin dispersión.

Entendiendo que las distribuciones intrínsecas que se presentan en la figura (5.6) son un caso idealizado, se quiere observar que tanto se asemejan las distribuciones intrínsecas de campos de rotación de muestras reales con las simuladas. Los resultados obtenidos se ilustran en la figura (5.8).

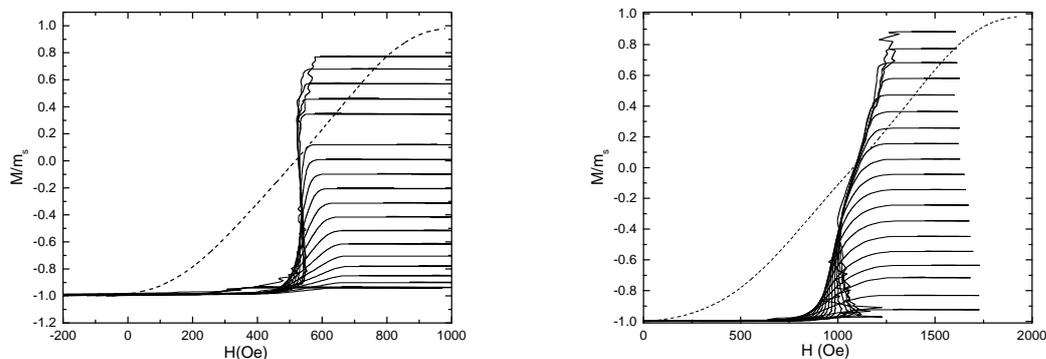


Figura 5.8: Distribución intrínseca de campos de rotación de la muestra NiFe de 50 nm de diámetro y $P=4.5\%$ y la muestra NiFe de 35 nm de diámetro y $P=11.3\%$ respectivamente.

5.4. Discusión y Conclusión

Las curvas simuladas nos sugieren que el método propuesto nos ofrece la distribución del campo de interacción y la distribución intrínseca de campos de rotación satisfactoriamente, las curvas con dispersión nos ofrece un panorama más real del comportamiento del valor del campo de interacción y la iSFD como una comparativa con muestras experimentales, el valor del campo de interacción cuando se introduce el término de dispersión se va sesgando de forma que el valor promedio α es mayor al esperado.

Capítulo 6

Conclusiones Generales

La problemática que motivo el presente trabajo se relaciona con la búsqueda de métodos experimentales basados en magnetometría que permitan obtener el campo de interacción y la coercividad intrínseca en ensambles de partículas pero proporcionando un conjunto de valores para la interacción y no solo el valor promedio que es por lo general lo que se obtiene con los métodos disponibles a presente.

En este trabajo nos enfocamos a analizar y aportar argumentos que muestran de manera clara que en un sistema con interacción se debe presentar una asimetría entre procesos de magnetización y de desmagnetización. Lo que se hizo fue establecer dos formas, que son los dos métodos propuestos, que permiten poner en evidencia esa asimetría utilizando ciclos menores de magnetización y en cada caso se obtuvieron expresiones para determinar el valor del campo de interacción y la coercividad intrínseca.

El primer método permite medir el campo de interacción y la coercividad intrínseca para el punto de retorno de un ciclo menor, a partir de las diferencias entre las remanencias de la parte descendente y ascendente del ciclo menor. De manera que midiendo un número mayor de ciclos menores permite obtener el campo de interacción y de coercividad intrínseca para el mismo número de puntos sobre el ciclo de histéresis

El segundo método permite determinar el campo de interacción y la coercividad intrínseca en cada punto (M,H) de un ciclo menor. Este se basa en la translación vertical de cada ciclo menor lo cual permite encontrar directamente los campos de rotación positivo y negativo asociados a cada cambio en la magnetización. Esto es análogo a los campos de rotación en un histerión asimétrico, a partir de los cuales se calculan los correspondientes campos de interacción y de coercividad intrínseca. Este método parece más robusto ya que para cada ciclo menor se obtienen curvas para el campo de interacción y la curva intrínseca de campos coercitivos.

Para validar los métodos se llevaron a cabo mediciones de ciclos menores en redes de

nanoalambres magnéticos y de manera complementaria utilizamos datos simulados por el Dr. Juan Manuel Martínez-Huerta. Se mostró que los resultados arrojados por ambos métodos son consistentes entre sí así como también concuerdan razonablemente con el valor promedio del campo de interacción obtenido a partir de las curvas de remanencia IRM y DCD y con el valor que arroja el modelo de campo medio para redes de nanoalambres. Por lo que ambos métodos se consideran correctos. Por su parte, las simulaciones fueron de gran ayuda para interpretar los resultados y mostrar que en un sistema real es necesario incluir los efectos de la dispersión del campo de interacción para entender las características de las curvas medidas.

Finalmente, es de notar que como se mencionó en varias partes del texto, ambos métodos proporcionan los valores del campo de interacción y coercividad intrínseca específicos a puntos en las curvas, es decir, no se limitan al valor promedio del campo de interacción y no se requiere de la aproximación de campo medio para obtener la distribución intrínseca del campo de rotación.

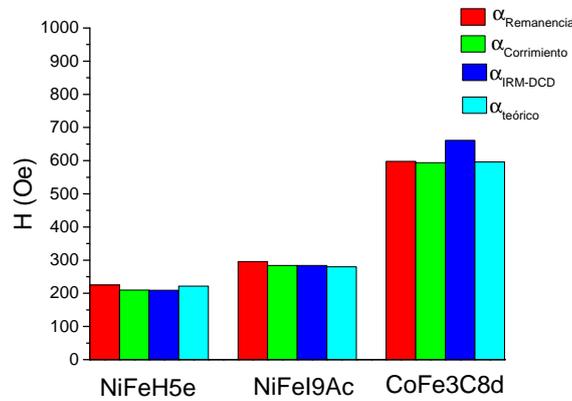


Figura 6.1: Comparativa de coeficiente de interacción de las muestras NiFe de 50 nm de diámetro y $P=4.5\%$, NiFe de 35 nm de diámetro y $P=11.3\%$ y CoFe de 29 nm de diámetro y $P=5\%$, con los métodos de remanencia, corrimiento, las curvas de remanencia IRM-DCD y el teórico $2\pi M_s P$,

Capítulo 7

Perspectivas de Trabajo

Para el primer método que requiere de los valores de la remanencia de la parte descendente y ascendente del ciclo menor, es necesario incluir un mayor número de ciclos menores para tener una reconstrucción más detallada de las curvas de campo de interacción y de coercividad intrínseca. Al mismo tiempo, es interesante fabricar muestras de nanoalambres biestables pero cuyo ciclo mayor de histéresis tenga remanencias más bajas de las que se han usado en este trabajo. Esto serviría para determinar si valores bajos de remanencia limitan la aplicabilidad del método.

Para el segundo método que permite determinar ambos campos de interacción y coercividad intrínseca para cada punto, también es necesario considerar más muestras a fin de entender en que casos se comporta mejor o se pierde resolución.

Otro problema que se debe considerar son los métodos empleados para realizar la interpolación de los datos y su confiabilidad. En el presente trabajo se utilizaron métodos ya disponibles y que se implementaron en el graficador, pero por los tiempos no se hizo una valoración de la eficiencia de los métodos y de su confiabilidad. Los resultados obtenidos por ambos métodos y gracias a la comparación con los resultados simulados muestran el papel importante que juega la distribución del campo de interacción. Por lo que ese es otro problema que podría ser abordado principalmente utilizando el segundo método el cual permite obtener curvas del campo de interacción en función de la magnetización para cada ciclo menor. Por último, ambos métodos obtenidos en este trabajo se basaron en una serie de suposiciones que imponen restricciones sobre su uso, las más fuertes son el que los ciclos individuales deben ser biestables y que la interacción es solamente dipolar. Sería interesante ver como funcionan estos métodos cuando los ciclos de histéresis de las partículas ya no son tan ideales. En cuanto al tipo de interacción, solo se ha probado para el caso de interacciones dipolares anti-ferromagnéticas, por lo que falta aun probar su validez para el caso en que la interacción sea ferromagnética. Así mismo deberá probarse el caso en que además de interacciones dipolares se presenten interacciones de intercambio.

Bibliografía

- [1] W. Shi, R. Liang, S. Xu, Y. Wang, C. Luo, M. Darwish and S.K. Smoukov, ,The Journal of Physical Chemistry C, 215, 119,13215-13223.
- [2] G.Klughertz, G. Manfredi, P.-A. Hervieux, B.P. Pichon and S. Gegin-Colin, ,The Journal of Physical Chemistry C, 2016, 120, 7381-7387.
- [3] S.Okamoto, N. Kikuchi, A. Hotta, M. Furata, O. Kitakami and T. Shimatsu, , Applied Physics Letters, 2013, 103, 202405.
- [4] D. Kumar, S. Chaudhary and D.K Pandya, , Journal of Applied Physics, 2013, 114, 023908.
- [5] J. Thevenot, H. Oliveira, O. Sandre and S. Lecommandoux, , Chem. Soc. Rev., 2013, 42, 7099-7116.
- [6] S. Ojha, W.C. Nunes, N.M. Aimon and C. A Ross, , ACS Nano, 2016, 10, 7657-7664.
- [7] T. R. Albrecht et al, , IEEE Transactions on Magnetics, 2015, 51, 1-42.
- [8] L. C. Carignan, A. Yelon, D. Menard and C. Caloz, , IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, 59, 2011, 2568-2586.
- [9] N.V. Long, Y. Yang, Y. Teranishi, C.M. Thi, Y. Cao and M. Nogami, , Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 15, 2015, 10091-10107.
- [10] R. Bjork and C.R. H. Bahl, , Applied Physics Letters, 103, 2013, 102403.
- [11] Plumer B., The physics of ultra-high-density magnetic recording. Berlin: Springer.
- [12] R.L. Stamps, et al, J. Phys. D: Appl. Phys. 47, , 2014, 333001.
- [13] E. Yang, Z. Liu, H. Arora, T.-W. Wu, V. Ayanoor-Vitikkate, D. Spoddig, D. Bedau, M. Grobis, B. A. Gurney, T.R. Albrecht, and B. Terris, , Nano Lett.,16, 2016, 4726.

-
- [14] Th. Speliotis, G. Giannopoulos, D. Niarcos, W.F. Li, G. Hadjipanayus, G. Barucca, E. Agostinelli, S. Laureti, D. Peddis, A.M. Testa, and G. varvaro, ,J. Appl. Phys., 119, 2016, 233904.
- [15] R.C. Peng, J.-M Hu, K. Momeni, J.-J Wang, L.-Q Chen, and C.-W Nan, , Sci. Rep., 106, 2016, 27561.
- [16] K. yamada, K. Oomaru, S. Nakamura, T. Sato, and Y. Nakatani, , Appl. Phys.Lett., 106, 2015, 042402.
- [17] R.H. Liu, W.L. Lim, and S. Urazhdin, , Phys. Rev. Lett., 114, 2015, 137201.
- [18] K. Z. Suzuki, R. Ranjbar, J. Okabayashi, Y. Miura, A. Sugihara, H. Tsuchiura, and S. Mizukami, , Sci. Rep., 6, 2016, 30249.
- [19] B. Pfau, C. M. Günther, E. Guehrs, T. Hauet, T. Hennen, S. Eisebitt and O. Hellwig, Applied Physics Letters, 105, 2014, 132407.
- [20] C. Nisoli, R Moessner and P. Schiffer, Rev. Mod. Phys., 85, 2013, 1473-1490.
- [21] S. Bedanta and W. Kleeman, Jouernal of Physics D: Applied Physics, 42, 2009, 013001.
- [22] A. Hillion, A. Tamion, F. Tournus, C. Albin and V, Dupuis, Physical Review B, 95, 2017, 134446.
- [23] G. T. Landi, Physical Review B, 89, 2014, 014403.
- [24] G. Salas, J. Camaririm D, Cabrera, H. Takacs, M. Varela, R. Ludwig, H. Dähring, I. Hilger, R. Miranda, M. d. P. Morales and F.J. Teran, The Journal of Physical Chemistry C, 118, 2014, 19985-19994.
- [25] S. Ruta, R. Chantrell and O. Hovorka, Scientific Reports, 5, 2015, 9090 EP.

-
- [26] D. F. Coral, P. Mendoza Zélis, M. Marciello, M. d. P. Morales, A. Craievich, F. H. Sánchez and M.B. Fernández van Raap, *Langmuir*, 32, 2016, 1201-1213.
- [27] J. M. Orozco-Henao, D. F. Coral, D. Muraca, O. Moscoso-Londoño, P. Mendoza Zélis, M. B. Fernandez van Raap, S.K. Sharma, K.R. Pirola and M. Knobel, *The Journal of Physical Chemistry C*, 120, 2016, 12796-12809.
- [28] B. D. Cullity y C. D. Graham, *Introduction to Magnetic Materials*, Second Edition, IEEE Press, Wiley (2009)
- [29] W. Heisenberg, *Zur Theorie des Ferromagnetismus*, *Z Phys.* 49,619 (1928)
- [30] J.M. D Coey, *Magnetism and Magnetic Materials*, Cambridge University Press, Cambridge (2010)
- [31] Osborn J.A, *Demagnetizing Factors of the General Ellipsoid*, *Phys. Rev.*, 1945, 67 351
- [32] Farle M, *Ferromagnetic resonance of ultrathin metallic layers*, *Rep. Prog. Phys.*, 1998, 61 755
- [33] L. Sun, Y. Hao, C.-L. Chien, P.C. Searson. *Tuning the properties of magnetic nanowires*. *IBM Journal of Research and Development*, 2005, 49, pp. 79-102
- [34] K. L. Livesey, R. E. Camley, Z. Celinski¹, and S. Maat. *Magnetic shielding of 3-phase current by a composite material at low frequencies*. *AIP Advances* 7, 056328 (2017)
- [35] B. M. Farid Rahman, Ralu Divan, Hanqiao Zhang, Daniel Rosenmann, Yujia Peng, Xuehe Wang, and Guoan Wang. *Direct current tunable noise suppressor using sub-micrometer patterned permalloy films*. *Journal of Applied Physics* 115, 17E515, (2014).

-
- [36] Stephen Y. Chou, Mark S. Wei, Peter R. Krauss, and Paul B. Fischer. Single-domain magnetic pillar array of 35 nm diameter and 65 Gbits/in.² density for ultrahigh density quantum magnetic storage. *Journal of Applied Physics* 76, 6673,(1994).
- [37] D. Chiba¹, M. Yamanouchi¹, F. Matsukura¹, H. Ohno. Electrical Manipulation of Magnetization Reversal in a Ferromagnetic Semiconductor. *Science*, 301, 5635, pp. 943-945, 2003.
- [38] Martínez-Huerta, J. M.; Medina, J.D.L.T.; Piraux, L.; Encinas, A. Configuration dependent demagnetizing field in assemblies of interacting magnetic particles. *J. Phys.: Condens. Matter* 2013, 25, 226003.
- [39] Martínez-Huerta, J. M.; Medina, J.D.L.T.; Piraux, L.; Encinas, A. Self consistent measurement and removal of the dipolar interaction field in magnetic particle assemblies and the determination of their intrinsic switching field distribution. *J. Appl. Phys.* 2012, 111, 083914.
- [40] A. Encinas-Oropesa, M. Demand, L. Piraux, I. Huynen, and U. Ebels, *Phys. Rev. B* 63, 104415 (2001).
- [41] A. Encinas-Oropesa, L. Vila, M. Darques, J. M. George, and L. Piraux. Configurable multiband microwave absorption states prepared by field cycling in arrays of magnetic nanowires. *Nanotec.* 2007, 18, 065705.
- [42] A. Stancu, E. Macsim. Interaction Field Distribution in Longitudinal and Perpendicular Structured Particulate Media. IEEE International Magnetism Conference (INTERMAG), 2006
- [43] A. Stancu, C. Pike, L. Stoleriu, P. Postolache, and D. Cimpoesu. Micromagnetic and Preisach analysis of the First Order Reversal Curves diagram. *J. Appl. Phys.* 93, 6620, 2003.

-
- [44] C. R. Pike, C. A. Ross, R. T. Scalettar, and G. Zimanyi. First-order reversal curve diagram analysis of a perpendicular nickel nanopillar array. *Phys. Rev. B* 71, 134407, 2005.
- [45] P. Postolache, M. Cerchez, L. Stoleriu, and A. Stancu. Experimental Evaluation of the Preisach Distribution for Magnetic Recording Media. *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, 39, 5, 2003.
- [46] J. W. Lau, R. D. McMichael, S. H. Chung, J. O. Rantschler, V. Parekh, and D. Litvinov. Microstructural origin of switching field distribution in patterned Co/Pd multilayer nanodots. *Appl. Phys. Lett.* 92, 012506 (2008).
- [47] G. Varvaro, and F. Casoli. *Ultrahigh-Density Magnetic Recording Storage Materials and Media Designs*, PAn Stanford Publishing, 2016.
- [48] Vazquez M and Vivas L G 2011 Magnetization reversal in Co-base nanowire arrays. *Phys. Status Solidi b* 248 2368–81
- [49] Aharoni A 1996 *Introduction to the Theory of Ferromagnetism*. (Oxford: Oxford University Press)
- [50] Brown W F 1963 Thermal fluctuations of a single-domain particle. *Phys. Rev.* 130 1677–86
- [51] Aharoni A 1997 Angular dependence of nucleation by curling in a prolate spheroid. *J. Appl. Phys.* 82 1281–7
- [52] Frei E H, Shtrikman S and Treves D 1957 Critical size and nucleation field of ideal ferromagnetic particles. *Phys. Rev.* 106 446–55
- [53] Kronmüller H and Fähnle M 2003 *Micromagnetism and the Microstructure of Ferromagnetic Solids*. (Cambridge: Cambridge University Press)

-
- [54] Lavín R, Denardin J C, Escrig J, Altbir D, Cortés A and Gómez H 2009 Angular dependence of magnetic properties in Ni nanowire arrays. *J. Appl. Phys.* 106 103903
- [55] Landeros P, Allende S, Escrig J, Salcedo E, Altbira D and Vogel E E 2007 Reversal modes in magnetic nanotubes. *Appl. Phys. Lett.* 90102501
- [56] Escrig J, Bachmann J, Jing J, Daub M, Altbir D and Nielsch K 2008 Crossover between two different magnetization reversal modes in arrays of iron oxide nanotubes. *Phys. Rev. B* 77 214421
- [57] Hertel R and Kirschner J 2004 Magnetization reversal dynamics in nickel nanowires. *Physica B* 343 206–10
- [58] Forster H, Schrefl T, Scholz W, Suess D, Tsiantos V and Fidler J 2002 Micromagnetic simulation of domain wall motion in magnetic nano-wires. *J. Magn. Magn. Mater.* 249 181–6
- [59] Vega, et al, 2012, *Nanotechnology*,23:465709
- [60] Skoog, Holler, and Nieman, *Pripio de análisis instrumental*, 5ta Edicion, Mc Gra Hill, pg.608-668