

27930

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**

**FACULTAD DE CIENCIAS FISICAS**



\* 5 3 0 9 5 4 5 6 1 6 \*

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE

**PROCESOS DE IMANACION EN MATERIALES  
AMORFOS LOCALMENTE TRATADOS**

**CARLOS MORON FERNANDEZ**

**MADRID 1994**

**MEMORIA QUE PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR**

**EN CIENCIAS FISICAS, PRESENTA**

**CARLOS MORON FERNANDEZ**

**PROCESOS DE IMANACION EN MATERIALES  
AMORFOS LOCALMENTE TRATADOS**

**DIRECTOR: Dr. CLAUDIO AROCA HERNANDEZ-ROS**

**CODIRECTORA: Dra. M<sup>a</sup> CARMEN SANCHEZ TRUJILLO**

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID  
FACULTAD DE CIENCIAS FISICAS  
MADRID 1994**

## **AGRADECIMIENTOS**

En estas líneas deseo expresar mi gratitud a todas aquellas personas que con su apoyo, tanto humano como científico, han contribuido a la realización de la presente memoria:

Al Dr. D. Claudio Aroca, director de esta tesis, por su ayuda y dedicación, ya que ha supuesto para mí una fuente de saber tanto teórica como experimental. La confianza depositada en mí y su comprensión, que siempre encontré, han hecho posible la realización de esta memoria.

A la Dra. Dña. M<sup>a</sup> Carmen Sánchez, codirectora de esta tesis, que con sus sugerencias y discusiones inestimables ha sido un punto de apoyo esencial en este trabajo.

A D. Alfonso García y D. Manuel Alcalá su apoyo, que en algunos momentos tanto he necesitado para seguir adelante.

A mi mujer, Cristina, porque sin su ayuda y aliento continuo no podría haber terminado este trabajo.

## INDICE

Página

### CAPITULO I. INTRODUCCION

I.1 - Introducción . . . . .	3
I.2 - Planteamiento del trabajo . . . . .	5
I.3 - Bibliografía . . . . .	11

### CAPITULO II. TECNICAS EXPERIMENTALES

II.1 - Introducción . . . . .	15
II.2 - Preparación de muestras. Cortadora . . . . .	15
II.3 - Tratamientos térmicos. Flah-annealing . . . . .	19
II.4 - Medidas magnéticas . . . . .	22
II.4.1 - Ciclos de histéresis . . . . .	22
II.4.1.1 - Convencional . . . . .	23
II.4.1.2 - Armónicos . . . . .	24
II.4.1.3 - Kerr transversal . . . . .	32
II.4.2 - Visualización de dominios . . . . .	34
II.4.2.1 - Efecto Kerr . . . . .	34
II.4.2.2 - Técnica Bitter . . . . .	39
II.5 - Medidas térmicas . . . . .	39
II.5.1 - Temperatura . . . . .	39
II.5.2 - Emisividad . . . . .	41
II.6 - Bibliografía . . . . .	42

### CAPITULO III. RECOCIDOS CON PULSOS DE CORRIENTE

III.1 - Introducción . . . . .	45
III.2 - Método experimental . . . . .	46
III.3 - Cinética del proceso térmico . . . . .	48
III.3.1 - Cálculo teórico . . . . .	49
III.3.2 - Proceso estático . . . . .	51
III.3.2.1 - Curva M - T . . . . .	51

III.3.2.2 - Curva M - I . . . . .	52
III.3.3 - Proceso dinámico . . . . .	55
III.3.3.1 - Medidas experimentales . . . . .	55
III.3.3.2 - Ajuste teórico . . . . .	60
III.4 - Resultados . . . . .	62
III.4.1 - Medidas magnéticas . . . . .	62
III.4.2 - Dominios magnéticos . . . . .	79
III.5 - Conclusiones . . . . .	90
III.6 - Bibliografía . . . . .	92

## **CAPITULO IV. EMISIVIDAD**

IV.1 - Introducción . . . . .	97
IV.2 - Método experimental . . . . .	98
IV.3 - Calibrado del sistema . . . . .	100
IV.4 - Resultados . . . . .	104
IV.4.1 - Emisividad infrarroja . . . . .	104
IV.4.2 - Resistividad. Ciclos de histéresis . . . . .	113
IV.5 - Modelo teórico . . . . .	117
IV.6 - Conclusiones . . . . .	133
IV.7 - Bibliografía . . . . .	134

## **CAPITULO V. RECOCIDOS LOCALES CON CORRIENTE**

V.1 - Introducción . . . . .	137
V.2 - Método experimental . . . . .	138
V.3 - Distribución de temperaturas . . . . .	139
V.4 - Resultados . . . . .	145
V.4.1 - Muestras con constante de magnetostricción positiva . . . . .	149
V.4.2 - Muestras con constante de magnetostricción negativa . . . . .	158
V.5 - Modelo elástico . . . . .	162
V.6 - Modelo térmico . . . . .	167
V.7 - Conclusiones . . . . .	172
V.8 - Bibliografía . . . . .	173

**CAPITULO VI. CONCLUSIONES . . . . . 179**

**APENDICE A. APLICACION DE CINTAS AMORFAS RECOCIDAS CON PULSOS  
DE CORRIENTE EN SISTEMAS DE SEGURIDAD . . . . . 181**

    1 - Introducción . . . . . 181

    2 - Método experimental . . . . . 182

    3 - Resultados . . . . . 182

    4 - Bibliografía . . . . . 188

**APENDICE B. LISTADO DEL PROGRAMA DESARROLLADO PARA EL  
TRATAMIENTO DE LAS IMAGENES DIGITALES . . . . . 189**

**APENDICE C. MODELO DE INCREMENTOS FINITOS . . . . . 205**

**APENDICE D. DEFORMACION . . . . . 209**

# **CAPITULO I**

## **INTRODUCCION**

**I.1 - Introducción**

**I.2 - Planteamiento del trabajo**

**I.3 - Bibliografía**



## I.1 - INTRODUCCION

Desde la aparición en 1960 del primer amorfo metálico [1], el estudio y desarrollo de los materiales amorfos ha supuesto un campo de gran interés debido a sus características básicas, como son la falta de periodicidad traslacional y la naturaleza no direccional de su enlace. Ello supuso una gran ruptura frente a los materiales conocidos hasta entonces.

Junto a este aspecto, de interés fundamental, los materiales amorfos presentan unas grandes posibilidades desde el punto de vista de sus aplicaciones tecnológicas; como es bien sabido [2-7] algunos de estos materiales exhiben notables propiedades mecánicas (elevada tenacidad, con límites de fractura por tracción en cintas de Fe-Ni del orden de 2000 MPa), químicas (la resistencia a la corrosión de las aleaciones amorfas Co-W y Fe-W es varios órdenes de magnitud superior a las correspondientes aleaciones cristalinas [8]), etc.

Sin embargo, el aspecto que más nos interesa desde el punto de vista de nuestro trabajo son las propiedades magnéticas de estos materiales para sus posibles aplicaciones tecnológicas. Una de las características fundamentales de los amorfos, desde este punto de vista, es su carácter de materiales blandos. Carecen de anisotropía magnetocristalina, por lo que la principal fuente de anisotropía es la introducida mediante tensiones en el proceso de fabricación, siendo gran parte de estas tensiones eliminables mediante tratamientos térmicos. Como consecuencia presentan altas susceptibilidades (del orden de  $10^5$ ) y bajos campos coercitivos (hasta milésimas de Oe); además con una resistividad, aproximadamente un orden de magnitud mayor que la del correspondiente estado cristalino, hace que disminuyan las pérdidas por corrientes inducidas.

Por otro lado, la gran cantidad de composiciones existentes y la posibilidad de variar sus propiedades mediante diversos tratamientos, hace posible diseñar, dentro de unos ciertos límites, el material más adecuado para una determinada aplicación. De hecho, los materiales amorfos ferromagnéticos han desplazado prácticamente a otros más convencionales como los ferromagnéticos cristalinos, semiconductores,

ferroeléctricos, etc. [4], en el desarrollo de nuevos sensores de gran robustez necesarios para la automoción, robótica, medidas industriales, etc. donde los requerimientos son sumamente severos.

Las anisotropías inducidas por tratamientos térmicos tienen una gran importancia en los materiales amorfos ya que, al no tener anisotropía cristalina, las únicas que se presentan son las de origen magnetoelástico y las anisotropías inducidas. Las primeras son modificables mediante recocidos que relajen las tensiones internas, y las segundas pueden ser controladas fácilmente por el experimentador. En el caso de los materiales amorfos, al ser compuestos de dos o más elementos metálicos, las anisotropías inducidas pueden llegar a ser muy fuertes (en compuestos de Fe, Co, B y Si se han reportado anisotropías inducidas por recocidos bajo campo magnético de hasta  $800 \text{ J/m}^3$  [9]), esto hace que se pueda dedicar un material con la misma composición a diversos usos. Los tratamientos normalmente utilizados para inducir anisotropías son:

- 1 - *Recocidos bajo campos magnéticos.* Se inducen anisotropías en aleaciones, debidas a un mecanismo de orden direccional [10].
- 2 - *Recocido bajo tensión.* Si las tensiones no producen deformaciones plásticas, el mecanismo es el mismo que el anterior, si bien permite bajo ciertas condiciones inducir anisotropías no homogéneas [11].
- 3 - *Recocidos con deformaciones plásticas.* En algunos materiales amorfos se inducen anisotropías en la dirección transversal a la tensión aplicada [11-12], siendo el origen de dichas anisotropías las tensiones internas inducidas por la deformación del material [2].
- 4 - *Recocidos locales por irradiación láser.* Recientemente se ha demostrado que tratamientos locales con láser son capaces de inducir anisotropías en materiales amorfos. El mecanismo de inducción de estas anisotropías puede ser el origen magnetostático en muestras de baja  $\lambda_c$ , o de origen magnetoelástico por la interacción entre áreas cristalizadas y áreas amorfas en los materiales de alta  $\lambda_c$ , [13-17].

Estos tratamientos se suelen utilizar para homogeneizar el material reduciendo

sus tensiones residuales [16], inducir anisotropías en la dirección más adecuada [26], inducir anisotropías que anulen las preexistentes, inducir centros de bloqueo de paredes [27], mejorar las cifras de pérdidas con la frecuencia variando la estructura de dominios magnéticos [28], modificar la coercitividad y permeabilidad [18-20] o conseguir pequeñas variaciones en las magnitudes magnéticas fundamentales [21].

Son muchos los trabajos existentes sobre la influencia de tratamientos térmicos en las propiedades de los amorfos [18-22]; sin embargo, son relativamente pocos los que se encuentran sobre la utilización local de dichos tratamientos térmicos y su posible aplicación tecnológica. En este trabajo nos proponemos abordar el tema de los recocidos locales de muestras amorfas ferromagnéticas con el fin de poder variar localmente sus propiedades y conseguir en una muestra el tipo de material más adecuado para su utilización en el campo de los sensores y de las etiquetas magnéticas.

## I.2 - PLANTEAMIENTO DEL TRABAJO

Como ya se ha mencionado, las excelentes propiedades magnéticas de los materiales amorfos han suscitado un interés creciente, desde el punto de vista tecnológico, por su potencial como sustituto de los núcleos de hierro - silicio de los transformadores y por su aplicación en el campo de los sensores y dispositivos de seguridad. Los materiales amorfos poseen pocas pérdidas y una permeabilidad magnética mayor que la presentada por el acero al silicio. Sin embargo, los amorfos ricos en hierro con constante de magnetostricción positiva utilizados en los transformadores, son muy sensibles a las tensiones externas aplicadas en el proceso de manipulación y sus propiedades blandas se deterioran rápidamente cuando se producen este tipo de tensiones. Como los materiales amorfos son un estado metaestable, un tratamiento térmico producirá grandes variaciones en sus características. Después de la cristalización no presentan interesantes propiedades mecánicas ni magnéticas, pero calentando por debajo de la temperatura de cristalización se relajan las tensiones internas presentes en el material, produciendo un reordenamiento de corto alcance, aumentando la calidad de las propiedades magnéticas del mismo.

Se han venido realizando diversos estudios acerca de la influencia que pueden tener los tratamientos térmicos sobre los materiales amorfos, y se ha demostrado que el recocido hace disminuir las tensiones internas de estos materiales y que dicho tratamiento puede emplearse para producir una anisotropía magnética uniaxial en las muestras. Hasegawa et al. [14] ya en 1981, utilizando un horno convencional para el tratamiento térmico de núcleos de  $\text{Fe}_{75}\text{Ni}_4\text{Mo}_3\text{B}_{16}\text{Si}_2$ , demostraron que no se podía obtener una minimización simultáneamente del campo coercitivo y las pérdidas por histéresis.

Sin embargo, mediante otros tratamientos térmicos si es posible minimizar el campo coercitivo y las pérdidas. Taub [15] en 1984 señaló, que el tratamiento calorífico uniforme de los materiales amorfos, para su aplicación como núcleos de transformadores, es difícil realizarlo debido a la pobre conducción térmica del núcleo, y creó un modelo para explicar y predecir el flujo y los cambios estructurales que tienen lugar en los materiales amorfos a elevadas temperaturas [15-16]. De esta forma, argumentó que el tratamiento término óptimo de materiales amorfos, consiste en la aplicación de una temperatura muy alta en un corto espacio de tiempo, es decir, a través de un calentamiento y enfriamiento rápido. Para dicho tratamiento, Taub usó el material amorfo  $\text{Fe}_{81.5}\text{B}_{14.5}\text{Si}_4$  poniéndolo en contacto térmico con un calentador de cuarzo [16] a una temperatura de 500 °C durante 45 s, consiguiendo reducir el campo coercitivo y las pérdidas del material.

Paralelamente, Lanotte y Luponio [17] en 1983 realizaron el recocido de cintas de  $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{B}_6$  mediante un láser continuo con un diámetro seis veces mayor que la anchura de la cinta, introduciendo todo el sistema en atmósfera de Ar para evitar la oxidación. La temperatura de la muestra la calculan mediante un termopar de Pt-Rh puesto en contacto con la cara no irradiada de la muestra, asegurando un error en la medida del orden del 1%. El recocido con láser lo realizan con tiempos de 1 s, comparando los resultados con los obtenidos del recocido en un horno convencional durante 2 h. Así obtienen que a temperaturas por debajo de 500 °C, el recocido con láser produce una relajación de las tensiones internas del orden del 30% mayor que con el recocido en horno convencional. A la vez realizan un modelo térmico, en el cual

calculan el comportamiento de la temperatura mediante un método de integración numérica doble, y obtienen experimentalmente la variación de la permeabilidad del metglas 2826 en función de la tensión externa aplicada.

Jagielinski [23-24], a su vez, hace el recocido de materiales amorfos haciendo pasar una corriente eléctrica a través de ellos durante un breve espacio de tiempo (Flash-annealing). Aplicó este método en la aleación amorfa de constante de magnetostricción cero  $\text{Fe}_{4.7}\text{Co}_{70.3}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ , haciendo pasar sobre muestras de 5 cm de longitud, una corriente eléctrica máxima de 5 A durante tiempos que van de 0.1 s a 20 s, consiguiendo una temperatura máxima de 800 °C sin llegar a cristalizar la muestra. De esta forma obtuvo un valor máximo de la permeabilidad, mayor que el obtenido mediante el recocido convencional, reduciendo a su vez la anisotropía inducida durante el proceso de enfriamiento y evitando la oxidación de la superficie, con lo que no se deterioran las propiedades eléctricas del material. El problema principal que se encuentra en este trabajo es la determinación de la temperatura de la muestra. Al no poder medirla directamente, Jagielinski recurre a estimarla mediante el tiempo que tarda en alcanzar la temperatura de Curie. El tratamiento lo realiza con la muestra inmersa en nitrógeno líquido, con lo que se tiene que calentar primero el nitrógeno próximo a la muestra y empezar a gasificarse antes de que suba la temperatura en el material.

Continuando los trabajos de Jagielinski, Gibbs et al. [25] aplicaron el flash-annealing al  $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{B}_{20}$  (VAC 0040) y al  $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{14}\text{B}_6$  (METGLAS 2826) para estudiar la variación del campo coercitivo en función del número de pulsos. Usaron muestras de 10 cm de longitud, por las que hicieron pasar corrientes de hasta 10 A durante tiempos que van de 0.1 ms a 112 ms, consiguiendo una temperatura máxima de 500 °C. Mediante dicho tratamiento, obtuvieron un campo coercitivo para el Metglas 2826 de 0.55 A/m y para el VAC 0040 de 0.65 A/m, a diferencia del resultado obtenido mediante el recocido con horno convencional de 0.9 A/m y 0.75 A/m para ambas muestras respectivamente. Mediante pulsos de 10 ms de duración consiguen una temperatura de 500 °C, estimando la formación de  $10^{16}$  núcleos/m<sup>3</sup> de cristalización, creciendo posteriormente cada núcleo en un cristal de 0.1 μm de diámetro medio. Sin embargo, recociendo en un horno convencional a 375 °C durante 300 s se producen  $10^{17}$

núcleos/m<sup>3</sup>, creciendo cada uno con un diámetro medio de 0.3  $\mu\text{m}$ .

El efecto de los cristales en las propiedades magnéticas depende del tamaño del cristal en relación con la anchura de la pared, y en la dispersión de los cristales en relación con la geometría del dominio. En un amorfo rico en Fe, eliminando las tensiones internas con un recocido la anisotropía uniaxial promedio es del orden de 100 J/m<sup>3</sup> y la constante de canje de  $3 \cdot 10^{12}$  J/m, dando una anchura de pared del orden de 0.7  $\mu\text{m}$ . Como se puede observar, esto es comparable al tamaño de los cristales producidos en el recocido con el horno, produciendo un aumento de los centros de nucleación y un aumento del campo coercitivo del material. Como se puede observar, mediante el flash-annealing se consigue una gran reducción del campo coercitivo frente al tratamiento térmico convencional, y además se evita la nucleación y crecimiento de cristales, y se reduce el grado de oxidación de las muestras.

Sea cual sea el tratamiento térmico a aplicar sobre un material amorfo, van a haber una serie de condiciones que nos van a limitar la aplicabilidad de dicho tratamiento. Por una parte la temperatura de recocido no puede ser demasiado alta, con el fin de evitar la cristalización, y por otra el tiempo de enfriamiento debe ser lo más corto posible, de manera que se minimice la anisotropía inducida durante el proceso de enfriamiento, el cual deteriora las propiedades magnéticas del material [24].

El objetivo principal del presente trabajo es la inducción de distintas anisotropías locales en cintas de aleaciones amorfas. Por ello, y dadas las ventajas expuestas anteriormente como son el aumento de la permeabilidad, la disminución del campo coercitivo y del grado de oxidación de los materiales, se ha optado por la aplicación del flash-annealing sobre cintas de materiales amorfos como tratamiento térmico.

La caracterización de las anisotropías locales se llevará a cabo estudiando separadamente el comportamiento magnético de las muestras en la superficie mediante el efecto Kerr magneto-óptico transversal y el comportamiento magnético en el volumen mediante un método de inducción.

Por último se utilizará la técnica de Bitter para observar la estructura de dominios de las muestras y obtener así una primera aproximación de la estructura de anisotropías locales.

Para poder realizar el tratamiento térmico a las muestras y la caracterización de las mismas se han desarrollado una serie de dispositivos que vienen explicados en el segundo capítulo.

El objetivo inicial que nos marcamos fué el de conseguir cristalizar el núcleo de las muestras manteniendo las superficies en estado amorfo. Durante el flash annealing recubrimos las superficies de las muestras con distintos materiales disipativos, tal y como se puede apreciar en el tercer capítulo, esperando conseguir así nuestro objetivo. De esta forma no conseguimos nuestro propósito, pero logramos poder inducir en las muestras distintas firmas magnéticas al obtener muestras parcialmente cristalizadas. Posteriormente, y con el fin de controlar a voluntad dichas firmas, pasamos a recubrir parcialmente las muestras con dichos materiales disipativos, consiguiendo de esta manera controlar el volumen de la muestra cristalizada y por tanto su firma magnética (Apéndice A).

Ante los resultados obtenidos llegamos a la conclusión de que, a diferencia de lo existente en la literatura, el recocido con pulsos de corriente es un proceso térmico inhomogéneo. Para constatar este hecho pasamos a estudiar la temperatura local de las muestras durante el tratamiento térmico. En el capítulo cuarto se muestra el nuevo procedimiento introducido por nosotros para la medida de la temperatura local y se demuestra que el recocido de las muestras mediante el flash-annealing es inhomogéneo.

Una vez controlada la temperatura que alcanzan las muestras durante el recocido, pasamos en el quinto capítulo a la realización de recocidos mucho más locales, del orden de los realizados con láser. Para ello se realizó un dispositivo que nos permitiera dar dichos tratamientos y obtuvimos los mismos resultados en muestras ricas en Fe que los obtenidos mediante el recocido local con láser. Además, en las muestras ricas en Co, al dar un pulso de corriente se conseguía un cambio en la constante de

magnetostricción de la muestra en la zona recocida, resultado bastante interesante por su posible aplicación tecnológica.

**I.3 - BIBLIOGRAFIA**

- [1] K. Clement, R.H. Willens and P. Duwez. *Nature* 187 (1960) 869.
- [2] F.E. Luborsky. "Amorphous metallic alloys", Butterworth & Co (1983).
- [3] A. Hernando. "Nuevos materiales: vidrios metálicos", Eudema Univ. (1987).
- [4] K. Mohri, *IEEE Trans. Magn.* MAG-20 (1985) 943.
- [5] F. Fiorillo, M.P. Sassi and G.P. Soardo, *J. Magn. Magn. Mat.* 19 (1980) 227.
- [6] H.T. Savage and M.L. Spano, *J. Appl. Phys.* 53 (1982) 8092.
- [7] P.T. Squire and M.R.J. Gibbs, *IEEE Trans. Magn.* MAG-24 (1988) 1555.
- [8] T. Watanabe and Y. Tanabe. *Proc. 5th Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals, Würzburg* (1984).
- [9] T. Miyazaki and M. Takahasi, *Jap. J. Appl. Phys.* 17 (1978) 1755.
- [10] S. Chikazumi. "Physics of Magnetism", John Wiley & Sons (1964).
- [11] B.D. Cullity. "Introduction to Magnetic Materials", Addison Wesley (1972).
- [12] O.V. Nielsen and H.J.V. Nielsen, *Solid St. Communs.* 35 (1980) 281.
- [13] C. Aroca, M.C. Sánchez, I. Tanarro, P. Sánchez, E. López and M. Vázquez, *Phys. Rev. B* 42 (1990) 8086.
- [14] R. Hasegawa, G.E. Fish and V.R.V. Ramanan, *Proc. 4th Int. Conf. Rapidly Quenched Metals (Sendai, 1981)*. Publ. Japan Institute of Metals, vol. II (1982) 929.
- [15] A.I. Taub, *J. Appl. Phys.* 55 (1984) 1775.
- [16] A.I. Taub, *IEEE Trans. Magn.* MAG-20 (1984) 564.
- [17] L. Lanotte and C. Luponio, *Lett. Al. Nuovo Cimento* 37 (1983) 375.
- [18] F.E. Luborsky, J.J. Becker and R.O. McCary. *IEEE Trans. Magn.* MAG-11 (1975) 1644.
- [19] Z.Y. Lee, H. Okuno, T. Numata and Y. Sakurai. *IEEE Trans. Magn.* MAG-19 (1983) 1955.
- [20] H. Ratajczak and I. Goscianska. *Phys. Stat. Sol. (a)* 96 (1986) 563.
- [21] C.S. Tsai, B.J. Li, K.L. Jean and C.S. Lin. *J. Appl. Phys.* 67 (1990) 5586.
- [22] A. Mitra, K. Mandal and S.K. Ghatak. *J. Magn. Magn. Mat.* 110 (1992) 135.
- [23] T. Jagielinski, *IEEE Trans. Magn.* MAG-19 (1983) 1925.
- [24] T. Jagielinski, *J. Appl. Phys.* 53 (1982) 2282.

- [25] M.R.J. Gibbs, D.H. Lee and J.E. Evetts, IEEE Trans. Magn. MAG-20 (1984) 1373.
- [26] M. García and M.C. Sánchez. Revue Phys. Appl. 21 (1986) 207.
- [27] T. Jagielinski, J. Appl. Phys. 53 (1982) 7852.
- [28] I.A.M.A. Aboalkaz, J. Rabias and K.J. Overshott. IEEE Trans. Magn. MAG-19 (1983) 1928.

## **CAPITULO II**

### **TECNICAS EXPERIMENTALES**

#### **II.1 - Introducción**

#### **II.2 - Preparación de muestras. Cortadora**

#### **II.3 - Tratamientos térmicos. Flash-annealing**

#### **II.4 - Medidas magnéticas**

##### **II.4.1 - Ciclos de histéresis**

###### **II.4.1.1 - Convencional**

###### **II.4.1.2 - Armónicos**

###### **II.4.1.3 - Kerr transversal**

##### **II.4.2 - Visualización de dominios**

###### **II.4.2.1 - Efecto Kerr**

###### **II.4.2.2 - Técnica Bitter**

#### **II.5 - Medidas térmicas**

##### **II.5.1 - Temperatura**

##### **II.5.2 - Emisividad**

#### **II.6 - Bibliografía**



## **II.1 - INTRODUCCION**

En este capítulo se van a exponer los procedimientos, técnicas y aparatos utilizados en los diferentes tipos de estudios que se han llevado a cabo.

Las muestras utilizadas en este trabajo son muestras comerciales que han necesitado una preparación (corte sin inducir tensiones, tratamientos térmicos, etc.) para su estudio. A continuación se verán los métodos de medida usados a fin de poder estudiar adecuadamente las diferentes propiedades de las muestras tratadas.

## **II.2 - PREPARACION DE MUESTRAS. CORTADORA**

Para la realización de un estudio riguroso y fiable de las propiedades magnéticas de un material amorfo, es necesario poder conseguir muestras con dimensiones adecuadas, pero de manera que el corte afecte lo menos posible a las características magnéticas del material. Con este fin, y para poder obtener todas las muestras con las mismas dimensiones, hemos desarrollado una cortadora eléctrica [1] adecuada al tipo de material utilizado.

Las máquinas que se suelen usar para cortar, mediante electro-erosión, muestras conductoras son caras debido a que tienen que ser diseñadas para aplicación industrial, donde es necesario tener una gran versatilidad y alta potencia para poder cortar piezas masivas.

En los laboratorios no industriales, las muestras que normalmente se necesitan cortar son generalmente pocas, de pequeñas dimensiones y de formas determinadas (por ejemplo en forma de disco para microscopía electrónica o largas y estrechas para disminuir el campo desimanador). Por lo tanto, por regla general no es muy importante que el tiempo necesario para poder cortar una sola muestra sea largo (del orden de unas horas), y lo que sí resulta verdaderamente importante es que el corte afecte lo mínimo

posible a las muestras.

Por ello hemos desarrollado dos pequeñas cortadoras: una para cortar muestras en forma de disco y otra para hacer cortes rectos. El costo de estas máquinas es muy reducido y mucho menor que el de las máquinas comerciales de electroerosión.

El esquema de la electrónica del aparato se puede ver en la figura 1. El voltaje máximo del arco se controla mediante el transformador variable de entrada, su energía por medio del interruptor SW, seleccionando uno de los condensadores y su intensidad máxima mediante la resistencia variable R1 (no inductiva). La distancia entre la cuchilla y la muestra se regula con el potenciómetro R2, y conviene ajustar el máximo voltaje en unos pocos voltios por encima del voltaje del arco seleccionado.

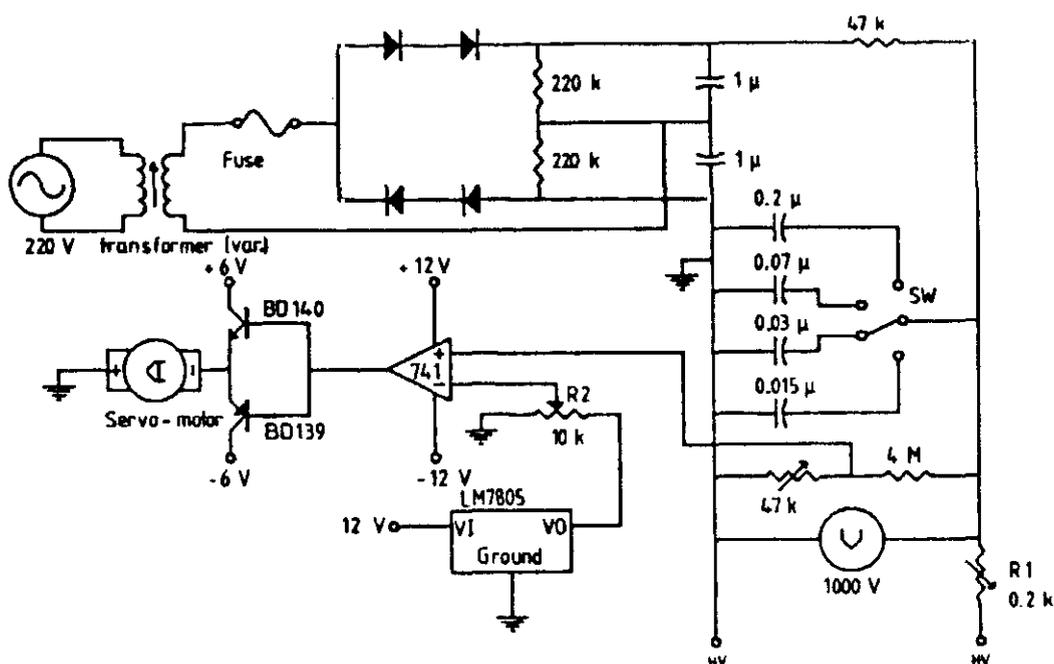


Figura 1. Diagrama del circuito electrónico de la cortadora.

El servomotor es un simple motor DC (6 V, 3 W) con la reducción de frenado necesaria para conseguir 10 RPM en el cabestrante, y está controlado por el amplificador operacional LM741 trabajando como un comparador. Las tomas de corriente de 6 V y 12 V están independientes para evitar problemas de ruido.

La figura 2 representa la sección transversal del sistema usado para cortar las muestras en forma de disco. La distancia entre la muestra y la pieza de hierro móvil D está controlada mediante el tornillo A. El tamaño del disco se controla variando las dimensiones de la hoja I (final de la pieza D). La misión del anillo de metacrilato H es impedir el pandeo hacia arriba del resto de la muestra.

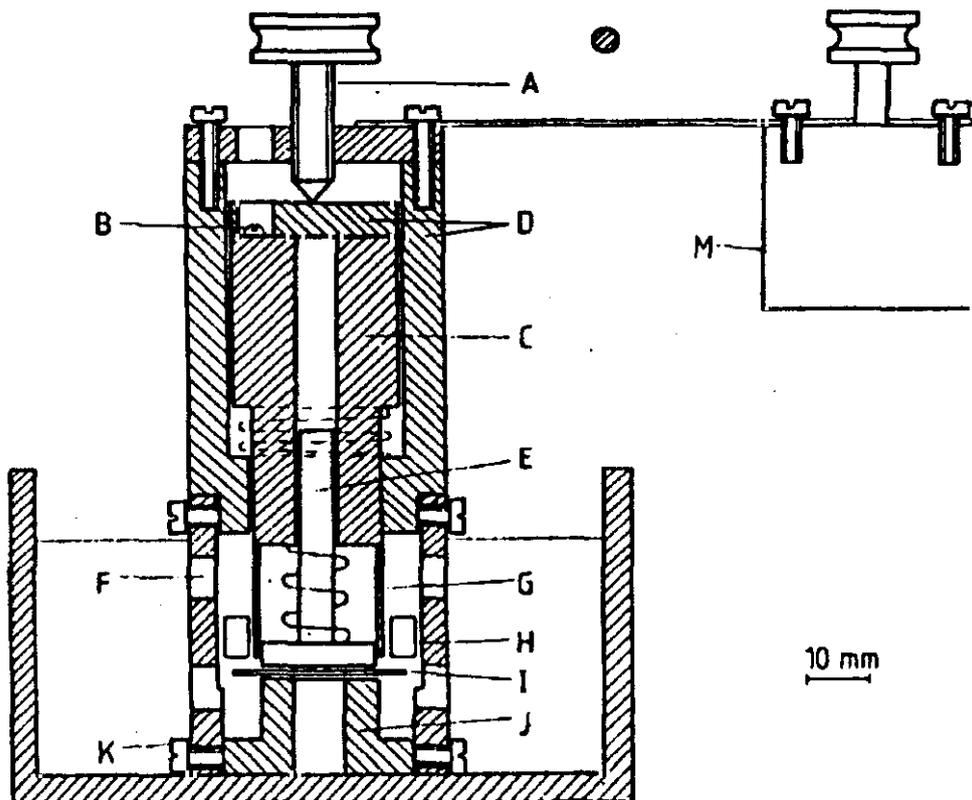
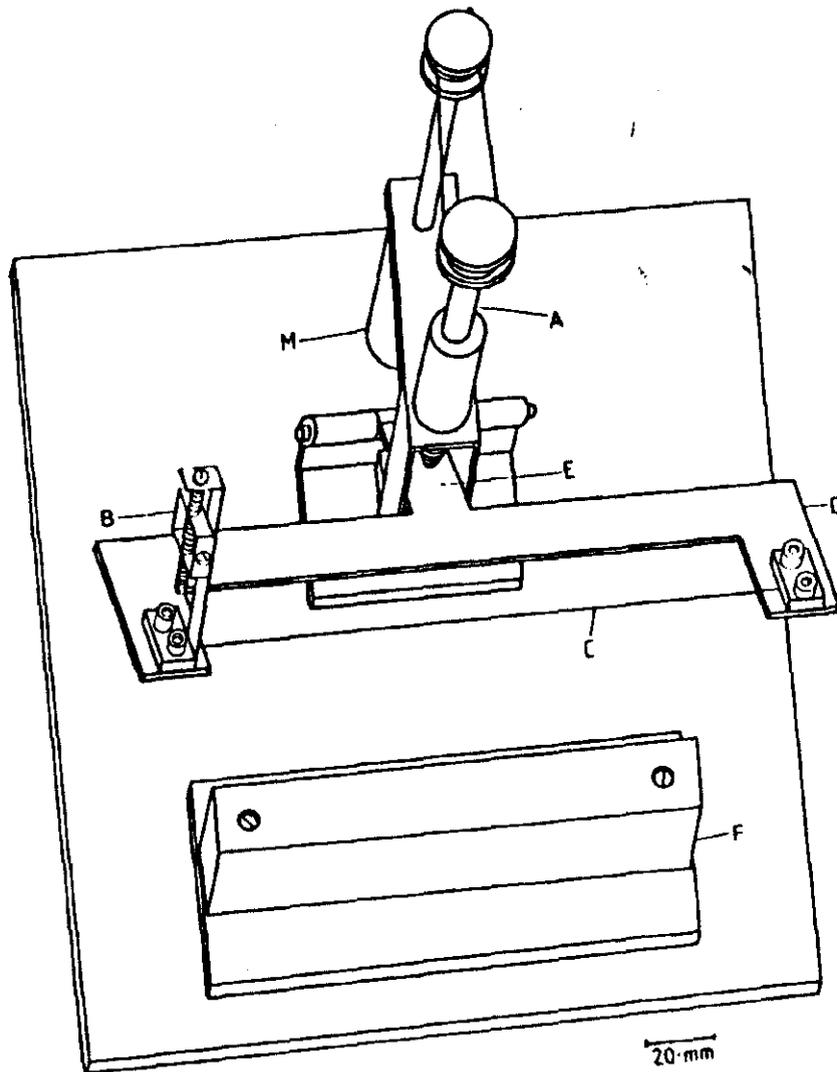


Figura 2. Sección transversal del dispositivo usado para cortar muestras de forma circular. A, tornillo; B, contacto positivo de alto voltaje; C, metacrilato; D, pieza de hierro móvil; E, fijador superior de la muestra (PVC); F, agujeros en el metacrilato; G, cuchilla; H, aro de metacrilato; I, muestra; J, fijador inferior de hierro de la muestra; K, contacto de tierra; M, servo-motor.

La figura 3 muestra una perspectiva del sistema usado para hacer cortes rectos. La cuchilla, en este caso un hilo tenso, también está controlada por un tornillo, y el

sistema electrónico es el mismo que en el sistema de corte en forma de disco. Como cuchilla se han usado hilos de cobre y hierro, no habiéndose notado ninguna diferencia apreciable en la calidad del corte.



**Figura 3.** Vista en perspectiva del dispositivo usado para cortes rectos. A, tornillo; B, tensor; C, cuchilla (hilo de cobre); D, pieza móvil de hierro conectada al polo positivo de la alta tensión; E, resorte entre la pieza móvil de hierro y la base; F, fijador de hierro conectado a tierra; M, servo-motor eléctricamente aislado del soporte. Todo el sistema, excepto el servo-motor, está inmerso en un baño de petróleo que actúa como dieléctrico.

La muestra está pegada al portamuestras por medio de unos pequeños imanes distribuidos adecuadamente a lo largo de la misma.

Ambos sistemas han estado operando frecuentemente sin ningún deterioro apreciable de los componentes. Además, el sistema mecánico puede ser modificado fácilmente para otras aplicaciones, ya que no contiene ninguna parte crítica.

El ajuste del sistema electrónico depende del material que se vaya a cortar y del máximo daño permitido en la muestra. Aumentando el voltaje del arco y la intensidad máxima, la velocidad del corte aumenta, ya que en el mismo tiempo produce mayor daño en la muestra. Por ejemplo, nosotros hemos usado el aparato para cortar una muestra de hierro, y usamos un voltaje de chispa de 500 V y una resistencia R2 de 100  $\Omega$ .

Se ha usado normalmente petróleo, en lugar de benceno como baño dieléctrico, con el fin de reducir el riesgo de producir fuego o una explosión, aunque el benceno muestra mejor constante dieléctrica. De todas formas, debe tenerse un cuidado especial con la alta tensión en los electrodos ya que, aunque la energía almacenada en los condensadores es pequeña (0.2 J), la descarga eléctrica es peligrosa.

### **II.3 - TRATAMIENTOS TÉRMICOS, FLASH-ANNEALING**

Las muestras objeto de nuestro estudio han sido sometidas a diversos tratamientos térmicos, bien en horno convencional o, al ser muestras conductoras, haciendo pasar una corriente eléctrica por ellas en un breve espacio de tiempo (flash-annealing). Este segundo procedimiento es mucho más rápido y se pueden conseguir temperaturas muy elevadas en tiempos muy cortos con intensidades de corriente del orden de 15 A.

Para ello fue necesario construir un artificio electrónico que diese corrientes estables y elevadas en tiempos cortos (pulsos de corriente), de forma que se pudiese

controlar el tiempo de duración de los pulsos entre  $14 \mu\text{s}$  y  $4 \text{ s}$ . Por ello hicimos inicialmente el montaje de la figura 4, donde la duración del pulso depende del integrado LM555, pero nos encontramos con el problema de la repetitividad y control del tiempo de los pulsos. Debido a esto y a que observamos también la aparición de pulsos de rebote producidos por el pulsador, hicimos un segundo montaje cuyo esquema se muestra en la figura 5.

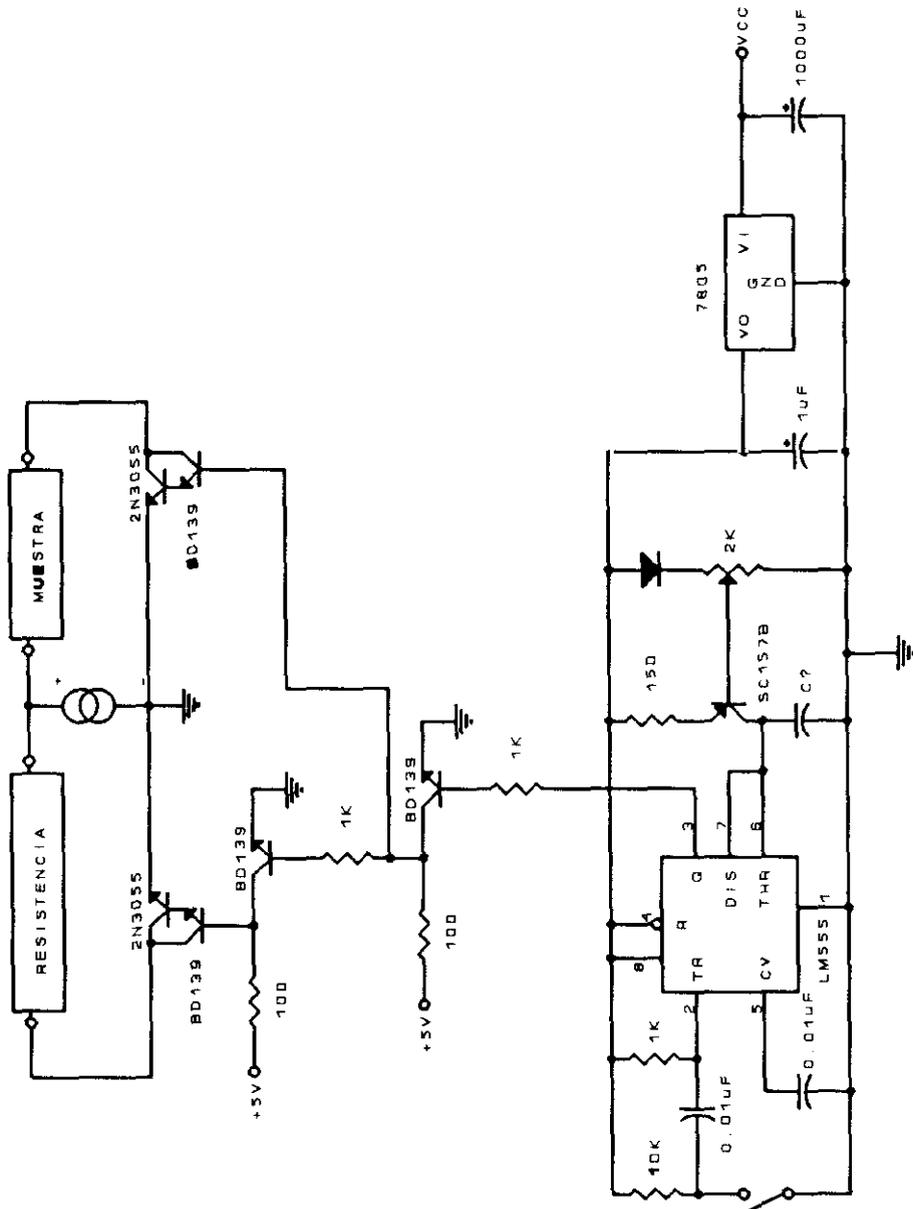


Figura 4. Primer esquema electrónico del sistema experimental.

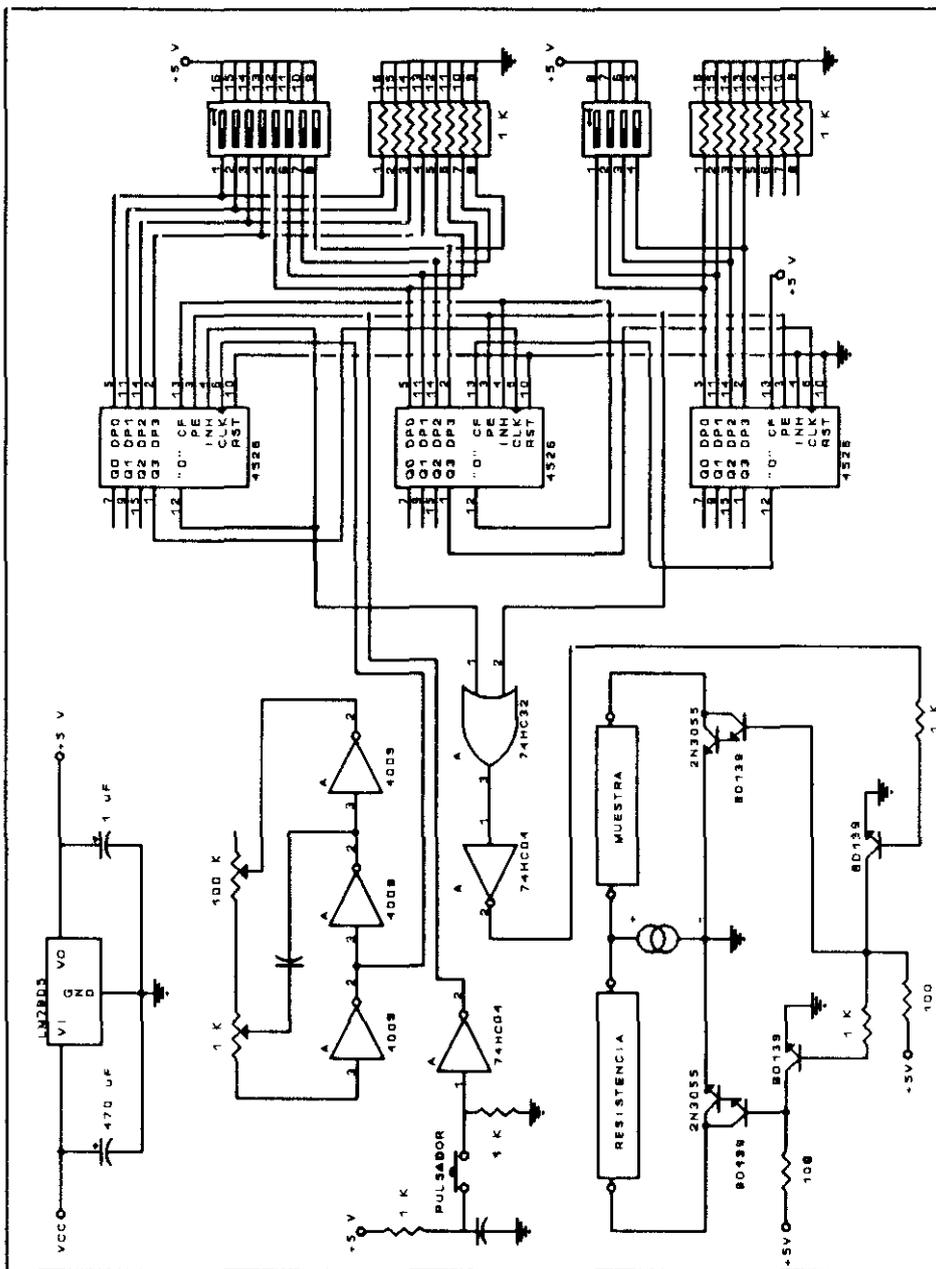


Figura 5. Esquema electrónico del montaje definitivo.

En dicha figura se puede observar que las tres puertas inversoras LM4009 se han usado para construir un oscilador, que es el que controla el reloj del generador de pulsos programable construido con los tres LM4526. Mediante los doce switches se selecciona, en forma binaria, el tiempo de duración, de modo que el switch menos significativo nos proporciona un pulso de  $2 \mu\text{s}$  de duración, mientras que el más significativo produce un pulso de 2048 ms.

El principio de funcionamiento es el siguiente: al cerrar el pulsador se produce un "0" en el Preset Enable de los tres LM4526. Así, la información que hay en sus entradas se carga, y el Inhibit del primer chip se pone a cero, con lo cual la puerta OR 74HC32 tiene dos ceros en la entrada y produce otro cero a la salida. Posteriormente, mediante una puerta inversora, ese cero se convierte en un "1", y este es el pulso que llega al sistema de transistores. El principio de funcionamiento del resto de la placa es el mismo que el que se describirá en el tercer capítulo.

Este artificio experimental permite la realización de tratamientos térmicos mediante flash-annealing para un amplio rango de tiempos,  $14 \mu\text{s} - 4 \text{s}$ , y con corrientes de hasta 15 A. A su vez, nos permite dar esos tratamientos en atmósfera controlada y/o con la muestra en contacto térmico parcial o total con diferentes medios térmicamente disipativos, y por lo tanto dar tratamientos térmicos locales.

## **II.4 - MEDIDAS MAGNETICAS**

En esta sección vamos a exponer las técnicas que se han usado para poder llevar a cabo la caracterización de los materiales ferromagnéticos objeto de nuestro estudio. Más concretamente, nos ceñiremos a la obtención de los ciclos de histéresis de las muestras, para la posterior determinación de los parámetros magnéticos de las mismas.

### **II.4.1 - Ciclos de histéresis**

En este apartado tenemos que hacer una distinción entre los ciclos de histéresis del volumen y de la superficie de las muestras. A su vez, para la obtención de los ciclos en el volumen vamos a usar dos métodos diferentes, uno es el que nosotros llamamos convencional, por ser el usado habitualmente y que está descrito en todos los libros, salvo modificaciones concretas para cada tipo de muestras estudiadas, y el otro es el que denominamos método de los armónicos, que es un sistema desarrollado enteramente por nosotros y que mide las componentes de Fourier de señales eléctricas de bajo nivel.

Aplicando este sistema para la medida de los armónicos del ciclo de histéresis dinámico de un material amorfo, somos capaces de reconstruir dicho ciclo a partir de estos armónicos.

#### II.4.1.1 - Convencional

Vamos a empezar viendo en este apartado, la obtención de los ciclos de histéresis en el volumen de la muestra.

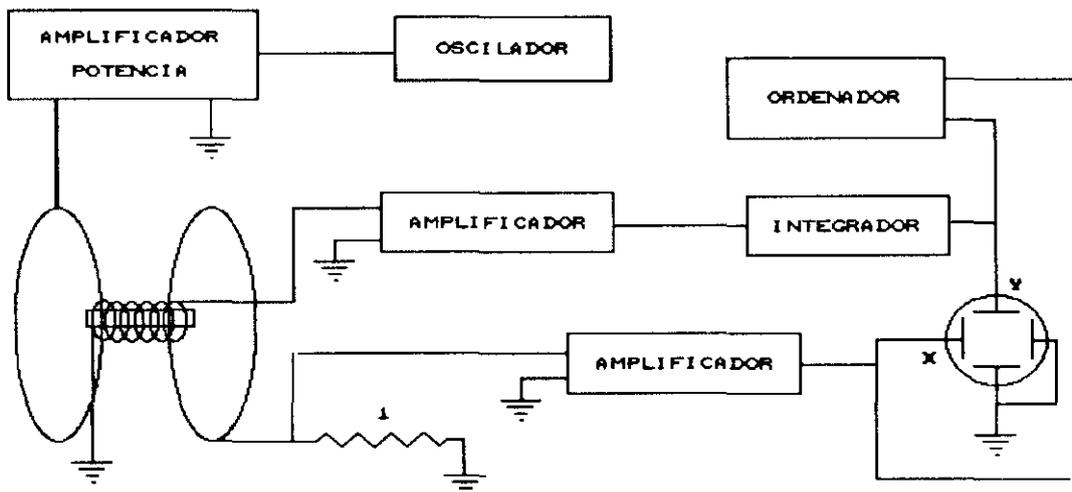


Figura 6. Esquema del método convencional utilizado para la obtención del ciclo de histéresis de las muestras.

La base del circuito se puede ver en la figura 6. Un amplificador proporciona una corriente alterna a una bobina, que genera un campo uniforme conocido en la posición en la cual se coloca la muestra, que es en el centro del carrete. En serie con éste se conecta un resistor conocido, con el que podemos obtener un voltaje proporcional al campo aplicado que, debidamente amplificado, es el que se lleva a las placas horizontales de un oscilógrafo de rayos catódicos. El cambio de flujo producido por la muestra, origina una f.e.m. en la bobina secundaria, debido a su autoinducción mútua con los carretes generadores del campo. Esto se compensa posteriormente, conectando en serie - oposición con el secundario una segunda bobina secundaria lo más parecida posible a éste, pero lo suficientemente lejos de él como para que la muestra

no le afecte. De esta manera, la mejor compensación se obtiene moviendo la segunda bobina, consiguiendo así que la señal llevada a la entrada del amplificador, sea únicamente la debida al cambio de flujo producido por la muestra. Después de la amplificación, la señal es integrada y llevada a las placas verticales del oscilógrafo y a un ordenador para la toma de datos.

Para obtener una representación adecuada de los ciclos de histéresis, es necesario que el cambio de flujo esté dentro del rango de  $5 \times 10^{-4}$  a 5 maxwells, por lo cual hay que tener especial cuidado con las diferentes fuentes de ruido que pueden afectar al sistema. Esto nos lleva a un punto importante en este montaje, y es el de la elección de la frecuencia de operación, ya que ésta nos va a determinar la electrónica que va a ser necesaria utilizar.

Por otro lado, no es conveniente hacer las medidas a 50 Hz, ya que dada la impedancia de entrada de los integradores electrónicos y el gran número de espiras de los secundarios, resulta muy difícil eliminar el ruido de esta frecuencia inducido en el circuito por la red. Dicho efecto se manifiesta, en el mejor de los casos, en un bucle en los extremos del ciclo de histéresis, aunque dependiendo de la constante L-R del circuito a veces puede pasar desapercibido, pero induce errores en las medidas de la imanación de saturación y del campo coercitivo del ciclo de histéresis. Debido a eso, trabajaremos, siempre que nos sea posible, a una frecuencia menor, en concreto a 30 Hz.

#### **II.4.1.2 - Armónicos**

Recientemente se ha dedicado gran atención a la caracterización de materiales magnéticos usando el análisis de Fourier del ciclo de histéresis [2-6]. Este análisis se realiza obteniendo numéricamente las componentes de Fourier del ciclo de histéresis medido mediante métodos convencionales (magnetómetro de muestra vibrante [2], flúxmetro integrador [3]...).

En este apartado vamos a ver un aparato que puede acoplarse con un amplificador lock-in de dos fases, para medir directamente las componentes de Fourier del ciclo de histéresis o la función de transferencia de un sistema eléctrico. De esta manera, el ciclo de histéresis puede ser reconstruido a partir de los armónicos medidos.

El sistema está controlado por un ordenador y es capaz de medir las 20 primeras componentes de Fourier del ciclo de histéresis, y cambiar automáticamente la amplitud y la frecuencia del campo magnético aplicado a la muestra [7]. La frecuencia se puede variar de 20 Hz a 1000 Hz en 256 pasos, y es posible tomar 256 amplitudes diferentes de la señal excitadora.

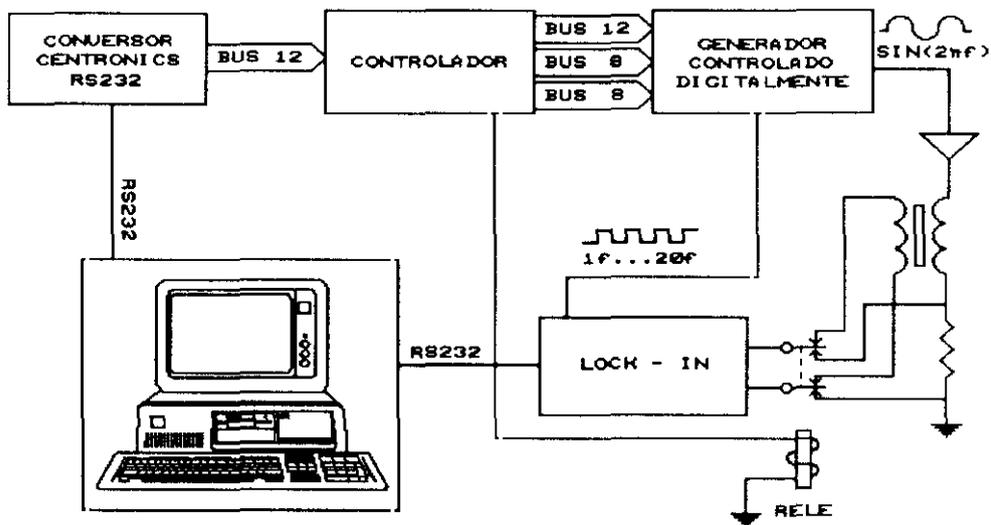


Figura 7. Diagrama de bloques del sistema experimental

Las componentes de Fourier se han obtenido midiendo, con el amplificador lock-in, los 20 primeros armónicos de la f.e.m. inducida en un carrete secundario arroyado alrededor de la muestra. Nosotros hemos preferido medir este voltaje, proporcional a  $dM(t)/dt$ , en lugar de la señal integrada,  $M(t)$ , debido a que en esta señal la amplitud de cada armónico es  $1/n$  veces (donde  $n$  es el número del armónico) más pequeña que en la señal  $dM(t)/dt$ .

La mayor ventaja de usar un amplificador lock-in, es la gran sensibilidad del método de medida ( $1 \text{ nWb}$  a  $20 \text{ Hz}$ ) y la inmunidad al ruido.

La figura 7 muestra el diagrama de bloques del sistema experimental para las medidas magnéticas. El generador controlado digitalmente produce una onda sinusoidal cuasiperfecta, de frecuencia  $f$  y en fase con una onda cuadrada, de frecuencia  $n*f$ , que es la que se toma para sintonizar el lock-in. La amplitud y la frecuencia de la onda sinusoidal están controladas por dos buses de 8 bits, mientras que el factor multiplicativo  $n$  puede variar de 1 a 20 y se selecciona mediante un bus de 12 bits.

La onda sinusoidal se usa para producir el campo magnético  $H$ , y la onda cuadrada para sincronizar el amplificador lock-in. La salida de éste, nos dará entonces la amplitud RMS (fase y cuadratura) de la señal de entrada compuesta con la señal de referencia de frecuencia  $n*f$ . Entonces, seleccionando el factor  $n$ , podemos obtener las amplitudes RMS de las 20 primeras componentes de Fourier de la f.e.m. inducida en el secundario.

El relé se usa para seleccionar una medida, con el amplificador lock-in, del campo generado  $H$  o de la f.e.m. inducida.

En la figura 8 se puede observar el diagrama del circuito del generador controlado digitalmente:

- En el bloque A se genera la onda sinusoidal, leyendo con el DAC 1007 la onda anteriormente grabada en las dos memorias EPROM 2716. Un período de la onda sinusoidal está construida con 10 bits de resolución en las EPROM (los 8 MSBs en la memoria 1 y los 2 LSBs en la memoria 2). El número total de palabras de 10 bits grabadas es de 1440, y cada palabra seleccionada se convierte en una señal analógica por medio del DAC 1007.

- El bloque C es un divisor de frecuencia, programable por medio de los switches o del bus B1 de 12 bits proveniente del controlador INTERFACE RS232. Los pulsos generados en este bloque, son usados por el contador 4040 para generar una onda cuadrada en fase con la onda sinusoidal, que tiene una frecuencia  $f = f_c/1440$ , donde  $f_c$  es la frecuencia del reloj, con lo que la frecuencia de la onda cuadrada es

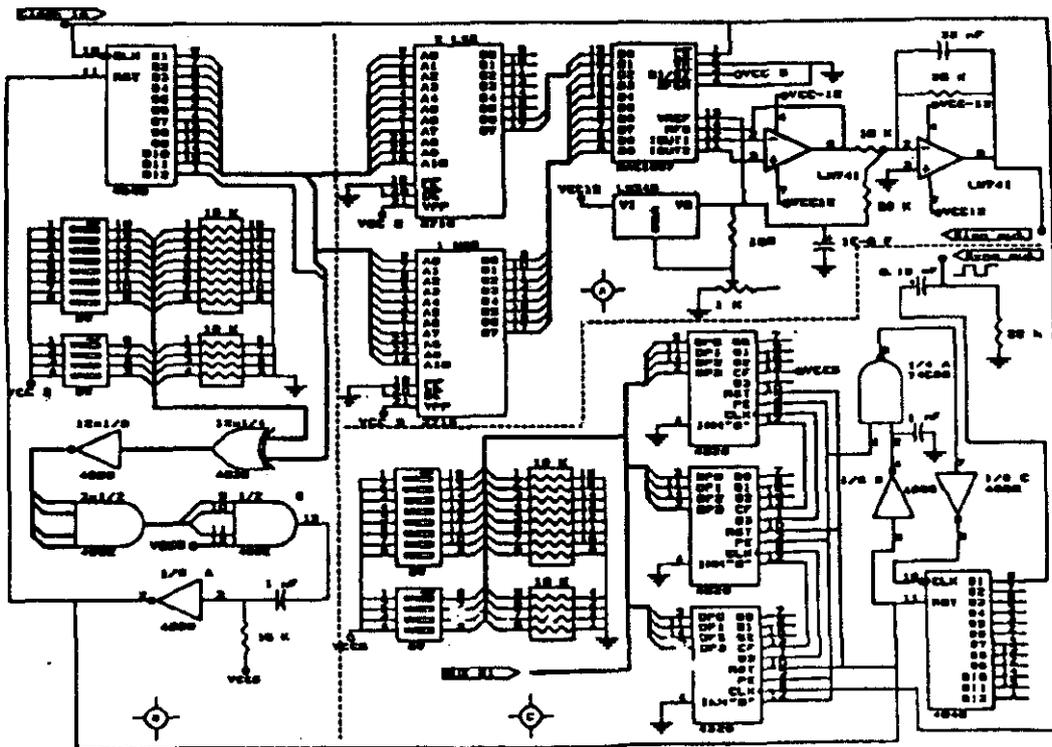


Figura 8. Circuito esquemático del generador controlado digitalmente.

$f_q = f \cdot 1440 / n$ , siendo  $n$  el número del bus B1. Hemos escogido 1440 posiciones de memoria para grabar la onda sinusoidal porque con este número se pueden obtener sin error ondas cuadradas de frecuencias  $1f$ ,  $2f$ ,  $3f$ ,  $4f$ ,  $5f$ ,  $6f$ ,  $8f$ ,  $9f$ ,  $10f$ ,  $12f$ ,  $15f$ ,  $16f$ ,  $18f$  y  $20f$ . Las frecuencias  $7f$ ,  $11f$ ,  $13f$ ,  $14f$ ,  $17f$  y  $19f$  tienen un error de  $0.13\%$ ,  $0.08\%$ ,  $0.2\%$ ,  $0.15\%$ ,  $0.4\%$  y  $0.3\%$  respectivamente.

El reloj de entrada es una señal cuadrada de  $1.5 \text{ MHz}$ , conectada al divisor de frecuencia programable de 8 bits. La amplitud de la sinusoidal de salida, está controlada por un amplificador de ganancia programable de 8 bits, y ambos circuitos se programan mediante dos buses de 8 bits del controlador (figura 9).

- En el bloque B se seleccionan los datos. Con cada pulso de reloj, el número de cuentas aumenta y un nuevo dato pasa por el DAC, de manera que cuando dicho número es igual al valor seleccionado por los switches, el período completo pasa por el DAC y el contador se resetea, volviendo a empezar el proceso con el siguiente pulso de reloj.

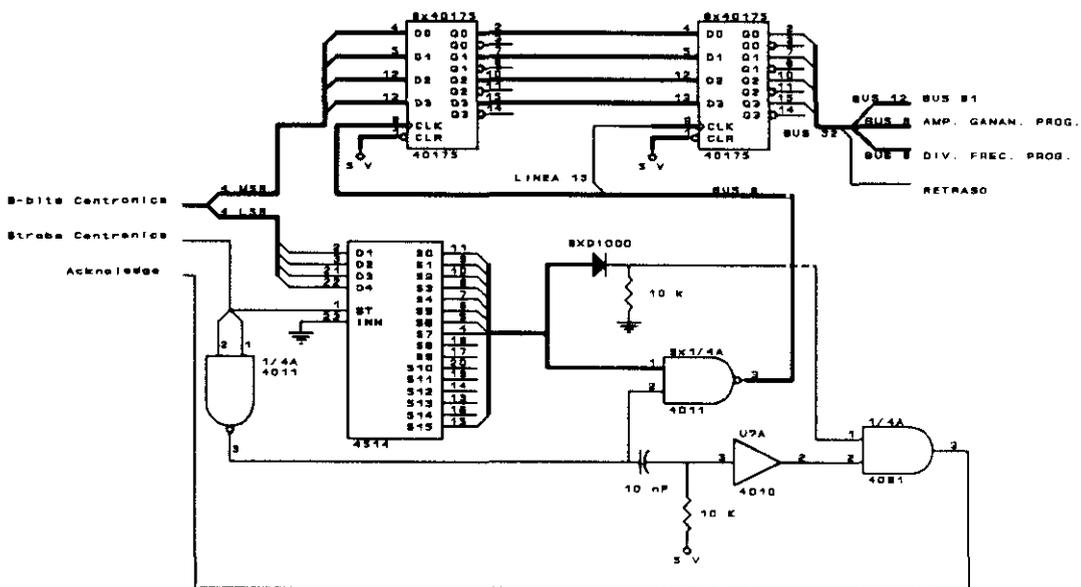


Figura 9. Diagrama del circuito del controlador.

Todo el sistema está controlado por medio de dos RS232 conectadas a un controlador desarrollado por nosotros, que es el que nos permite medir las componentes de Fourier del ciclo, y cambiar la frecuencia y la amplitud del campo aplicado. En la figura 9 se puede ver un esquema de dicho controlador. Los cuatro LSBs del bus de 8 bits de la salida de la RS232 se llevan al primer flip-flop 40175, donde se graban los 4 MSBs. Cuando la dirección 15 del 4514 se activa, la información grabada en el primer 40175 pasa al segundo 40175, y por lo tanto a los buses de salida y a las líneas de control. De esta manera, puede escribirse cualquier palabra en cualquier bus de salida o activar la línea de parada. Las otras puertas se usan para controlar las líneas de protocolo.

Hemos usado este sistema para medir las curvas de imanación en diversas muestras. Si nos fijamos por ejemplo en las del Metglas 2826 ( $50 \mu\text{m}$  de espesor,  $2 \text{ mm}$  de anchura,  $M_s = 0.75 \text{ T}$ ), realizadas con un secundario de una espira, se puede observar que el flujo máximo esperado es de  $150 \text{ nWb}$ , con lo cual sería imposible medir el ciclo de histéresis con un flúxmetro integrador convencional, ya que su sensibilidad máxima es de  $50 \mu\text{Wb/V}$  con un ruido de  $5 \text{ mV}$ , con lo que el cambio de flujo máximo que puede detectar es de  $250 \text{ nWb}$ . Sin embargo, el límite teórico de la

sensibilidad de nuestro aparato es de 0.2 nWb a 100 Hz, con lo que es posible medir muestras con una sección transversal 700 veces más pequeña que la del Metglas usada por nosotros.

Inicialmente, para la obtención del ciclo de histéresis mediante este sistema, usamos unos carretes Helmholtz de unos 7 cm de radio, con el fin de poder acceder fácilmente a la muestra y poder obtener la máxima compensación posible. No obstante, estos carretes no daban el suficiente campo para poder saturar las muestras, y por ello usamos finalmente un solenoide refrigerado por agua, capaz de proporcionar hasta 0.8T.

Con el fin de obtener un buen ajuste, construimos dos secundarios planos, enrollados en forma de espiral y conectados entre sí en serie-oposición, de forma que se anulasen todos los campos y que solo tuviéramos campo magnético en el plano de los secundarios. Como se puede ver en la figura 10, estos carretes los pegamos a una plancha y pusimos tres tornillos formando un triángulo, y con un paso de rosca muy pequeño, para poder hacer un ajuste lo más fino posible. A su vez, esta plancha se sitúa sobre una plataforma y todo el conjunto se introduce en el interior de los Helmholtz.

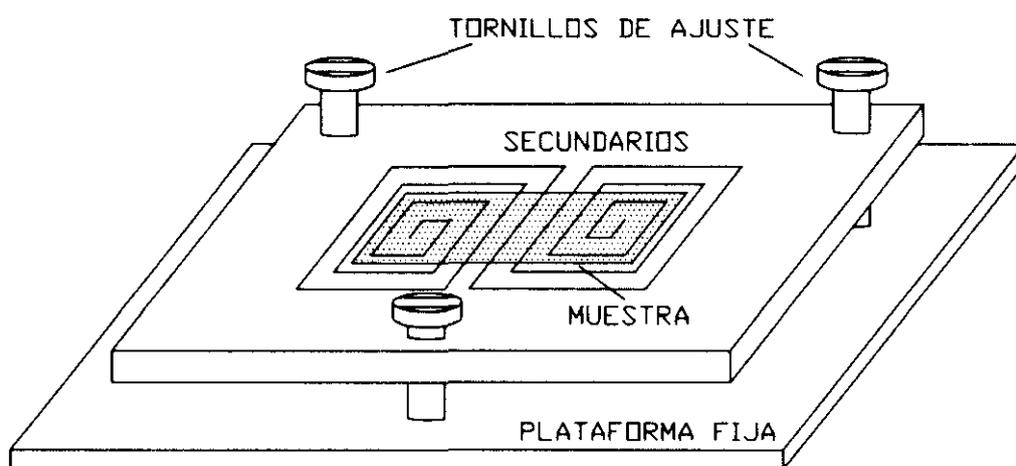


Figura 10. Sistema de carretes secundarios.

Las figuras 11a y 11b muestran respectivamente, las componentes de Fourier de la señal  $dB/dt$  obtenidas directamente con nuestro sistema y las del ciclo de histéresis obtenido después de una integración.

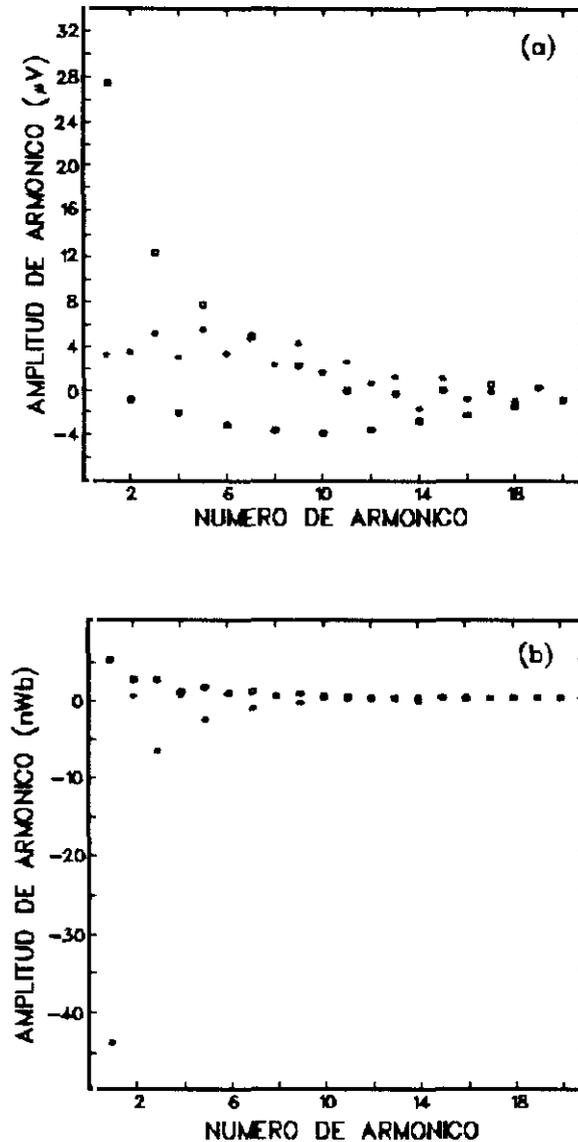


Figura 11. (a) Componentes de Fourier de la señal  $dB(t)/dt$ . (b) Componentes de Fourier de la señal  $B(t)$ . \*, coeficientes del seno; o, coeficientes del coseno.

En las figuras 12a, 12b y 12c se pueden observar las señales  $dB(t)/dt$  y  $B(t)$ , y el ciclo de histéresis reconstruidos; el ciclo no aparece centrado debido a que no se ha compensado el campo magnético terrestre. Estas medidas se han realizado a 100 Hz, y el ciclo de histéresis así obtenido se ajusta muy bien al medido con un carrete de 200 espiras usando un flúxmetro integrador convencional.

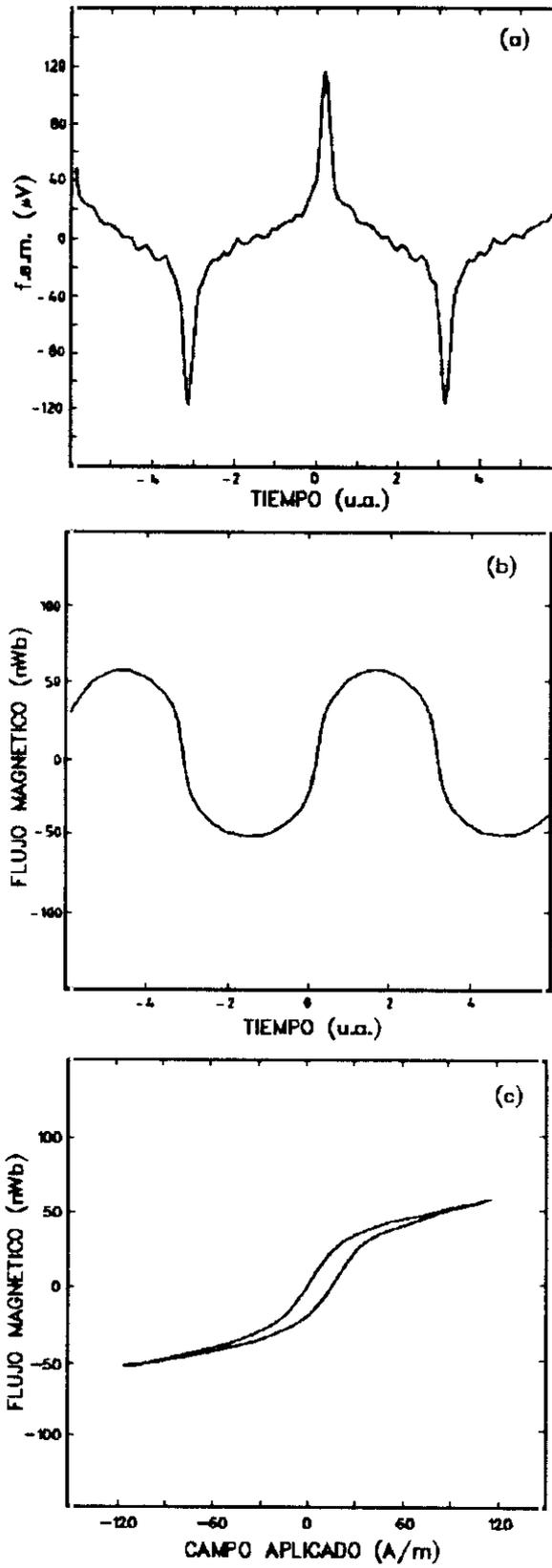


Figura 12. (a) Señal  $dB(t)/dt$  reconstruida. (b) Señal  $B(t)$  reconstruida. (c) Ciclo de histéresis reconstruido.

Mediante este sistema podemos entonces obtener el ciclo de histéresis de un material ferromagnético, siendo el límite teórico de la sensibilidad del sistema en la medida del flujo magnético, considerando que el ruido del secundario es lo suficientemente pequeño como para poder trabajar en la escala de máxima sensibilidad del amplificador lock-in, de 1 nWb a 20 Hz. También es posible evaluar directamente las pérdidas por histéresis a partir de las componentes de Fourier del ciclo de histéresis y el campo aplicado. Se puede demostrar fácilmente que las pérdidas vienen dadas por la expresión

$$W = \int H dM = 2 f \pi^2 (A_1 H_B + B_1 H_A)$$

donde  $A_1$  y  $B_1$  son las amplitudes en fase y cuadratura del primer armónico del ciclo de histéresis, y  $H_A$  y  $H_B$  son las amplitudes en fase y cuadratura del primer armónico del campo aplicado.

#### II.4.1.3 - Kerr transversal

Un efecto magneto-óptico que se suele usar frecuentemente en el estudio de las propiedades magnéticas de los materiales ferromagnéticos, es el efecto Kerr transversal. En dicho efecto, la imanación es paralela a la superficie de la muestra y perpendicular al plano de incidencia de la luz plano polarizada, y se nos presenta un cambio en la intensidad luminosa debido al cambio que se produce en el coeficiente de reflexión de la superficie de la muestra. Dicho cambio lo recogemos mediante un fotodiodo, y la salida de éste debidamente filtrada y amplificada es llevada a la componente Y de un oscilógrafo (figura 13).

Como portamuestras usamos una plataforma circular, en el centro de la cual se pega la muestra (figura 14). A su vez, este portamuestras se coloca sobre una base semicircular con el fin de que se pueda girar la muestra 360°. De esta manera, podemos girar la muestra para obtener ciclos de histéresis con distintas direcciones de imanación, determinar ejes fáciles en el plano de la muestra y en diferentes zonas de la superficie de las mismas, lo que hicimos recubriendo el resto de las mismas con una superficie

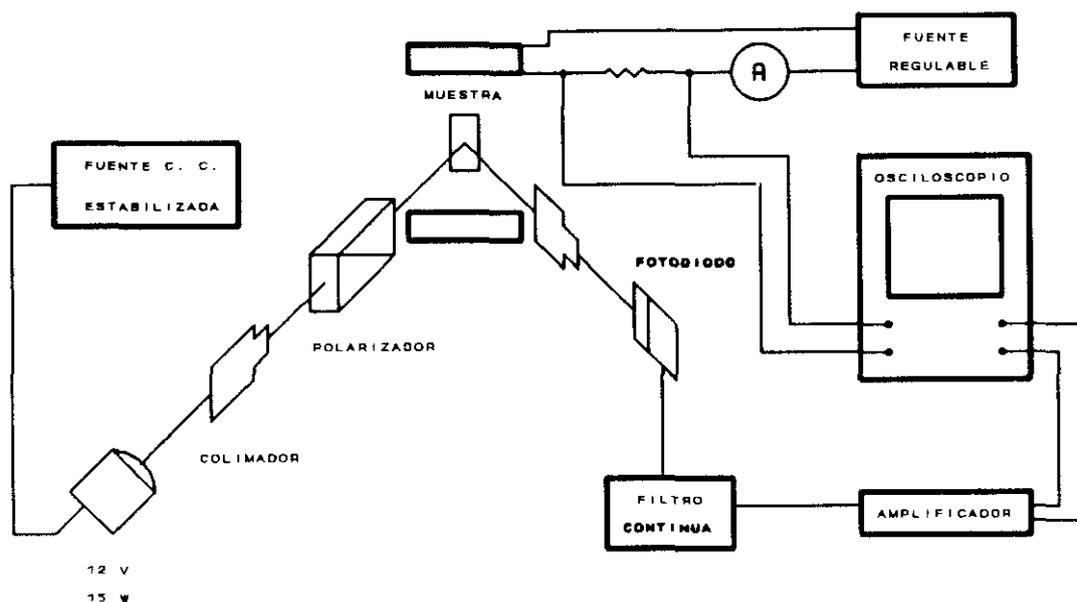


Figura 13. Montaje del efecto Kerr transversal utilizado para la obtención de ciclos de histéresis.

negra antireflectante.

En la visualización de los ciclos de histéresis mediante el oscilógrafo, nos encontramos con el problema añadido de la deriva, que nos impedía fijar la imagen en la pantalla del oscilógrafo. Debido a esto, construimos un filtro de continua, cuyo esquema se puede observar en la figura 15, y que a su vez nos amplificara la señal. De esta forma, la salida S0 nos filtra la continua, y las salidas S1 y S2 además, nos amplifican la señal por 5 y 25 respectivamente, y actúan como filtro paso bajo eliminando la alta frecuencia.

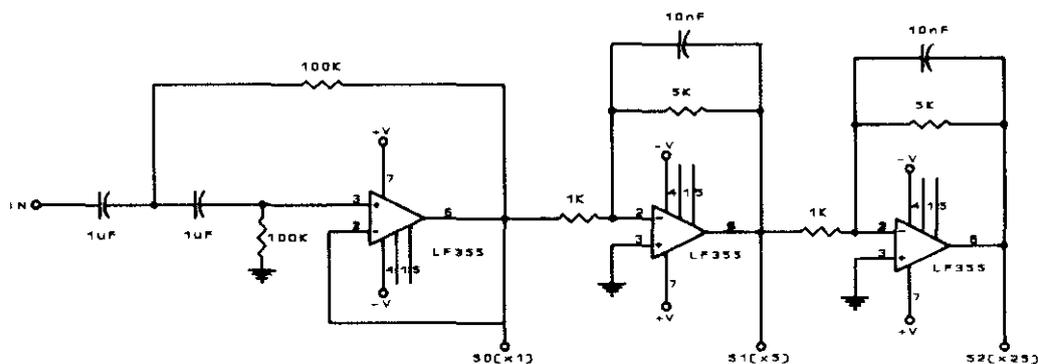


Figura 15. Filtro de continua.

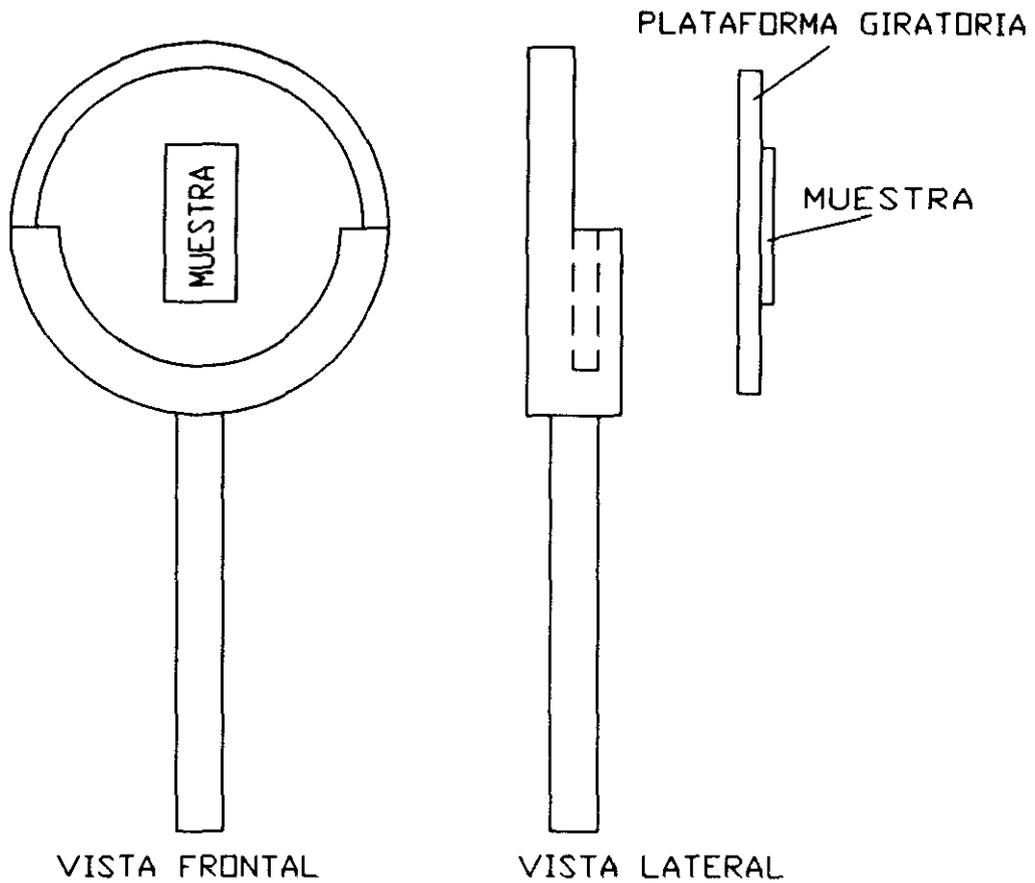


Figura 14. Portamuestras usado en el efecto Kerr.

## II.4.2 - Visualización de dominios

Otro estudio experimental que se ha realizado en este trabajo, es el de la observación e investigación de la estructura de dominios magnéticos. Para ello hemos recurrido a dos diferentes técnicas que desarrollaremos a continuación, los efectos magneto-ópticos Kerr longitudinal y transversal, y la técnica del coloide o técnica Bitter.

### II.4.2.1 - Efecto Kerr

La amplia utilización del efecto Kerr longitudinal y transversal para el estudio de la estructura de dominios y procesos de imanación en materiales ferromagnéticos es

un hecho conocido desde que, en 1876, Kerr descubriera el giro del plano de polarización y la acción que, sobre la amplitud del vector eléctrico de un haz luminoso planopolarizado, ejerce la componente de la imanación contenida en la superficie del material sobre el haz reflejado.

Sin embargo, este método tan simplemente descrito presenta diversos inconvenientes, sobre todo si se emplea como técnica para la observación de dominios en materiales ferromagnéticos. La pequeña magnitud de los efectos (diferencias de minutos de arco para imanaciones en sentido opuesto en el caso del efecto longitudinal, y una pequeñísima variación del coeficiente de reflexión para el transversal) hace que el contraste visual sea muy débil, y solo una cuidadosa técnica fotográfica o un análisis óptico esmerado de la señal hará posible la apreciación de los dominios ferromagnéticos.

Para la observación de los dominios magnéticos se ha utilizado un microscopio inverso Zeiss AXIOVERT 10 de luz reflejada polarizada [8], que puede adaptarse en circuito cerrado a un monitor en color. Lleva un porta reflectores deslizante HD y la iluminación se hace con una fuente de alimentación estabilizada de 12 V y 100 W. Asimismo está dotado de un filtro calorífico por reflexión, lo que garantiza una alta estabilidad térmica.

La estabilidad de la fuente de iluminación es un factor a tener en cuenta, ya que la variación máxima en la intensidad reflejada debida al efecto Kerr es del orden del 1%. Por tanto se ha construido una fuente estabilizada en voltaje (figura 16) con una estabilidad de 3 en 100.000 (0.003%). La figura 17 muestra como evoluciona la estabilidad de la fuente con el tiempo.

Las imágenes son tomadas mediante una cámara CCD montada sobre un criostato enfriado por nitrógeno líquido, que trabaja en barrido lento para conseguir largos períodos de integración y bajo nivel de ruido.

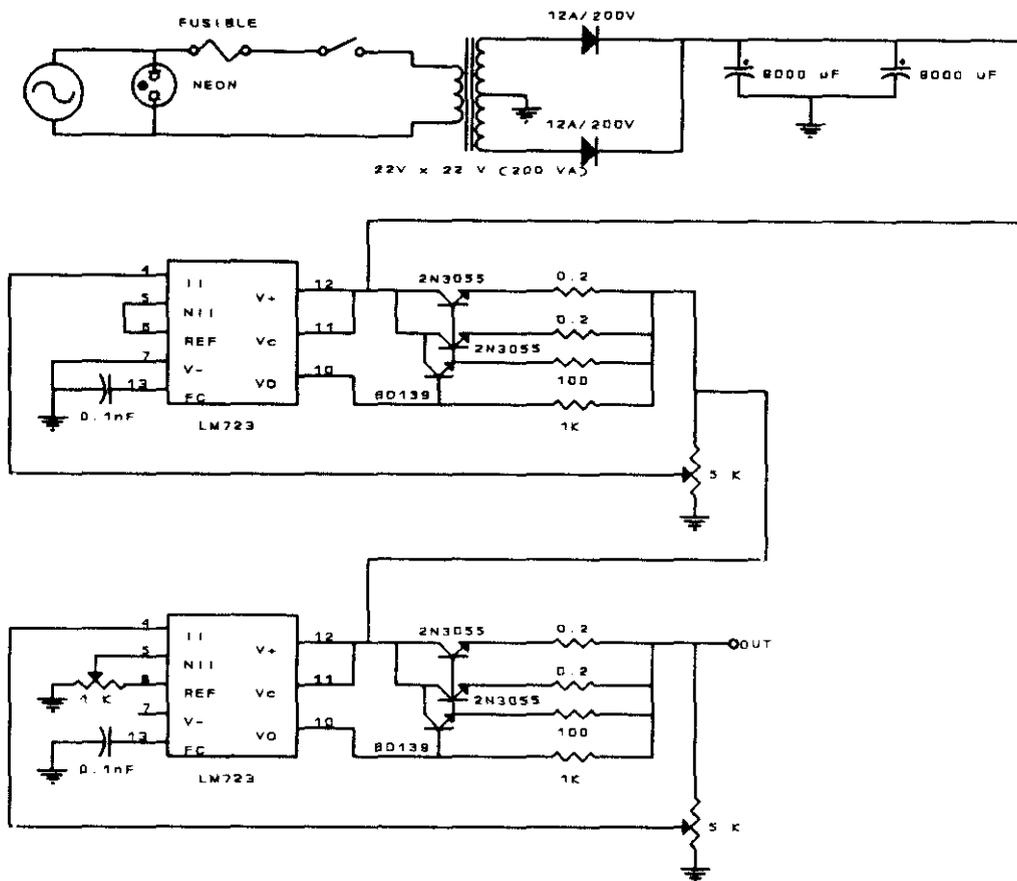
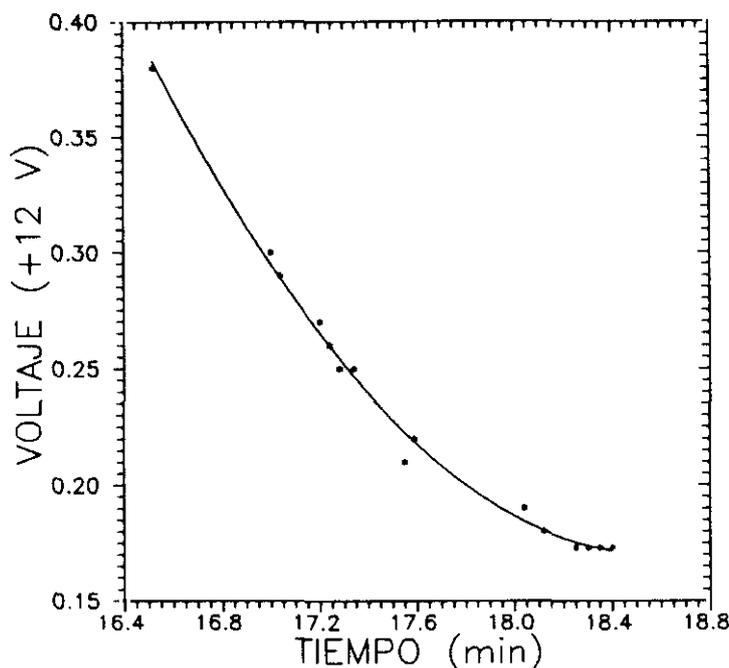


Figura 16. Esquema electrónico de la fuente estabilizada en voltaje (estabilidad de 3 en 100.000) construida para la realización del efecto Kerr.

El campo magnético es producido mediante un par de carretes Helmholtz colgados del techo, aislándolos así del sistema óptico y evitando que se introduzca vibración alguna. El campo máximo que se puede producir es del orden de 1000 A/m y se aplica en el plano de la muestra paralela y/o perpendicularmente al plano de incidencia de la luz.

El foco luminoso y los aparatos de medida van colocados sobre un banco óptico aislado del campo para evitar todo tipo de vibraciones. En un brazo del banco óptico está colocada la fuente luminosa y el polarizador, y en el otro se sitúan el analizador, una lámina cuarto de onda y la cámara CCD o el fotodiodo (figura 18). Todo el sistema óptico está cubierto de cartón negro mate, con el fin de evitar reflexiones parásitas que pudieran interferir con el haz reflejado y enmascarar los resultados.



**Figura 17.** Evolución de la salida de la fuente con el tiempo.

El montaje del efecto Kerr en el microscopio se realiza colocando la fuente luminosa en un lateral del mismo y haciendo incidir el haz directamente sobre la muestra. De esta manera, el haz reflejado pasa a través del ocular del microscopio, pudiendo aprovechar los aumentos del mismo para recoger la imagen con la cámara CCD.

La observación de los dominios ferromagnéticos mediante el efecto Kerr transversal, se realiza colimando el haz incidente y haciéndolo pasar a través de un polarizador, de manera que incida sobre la muestra con un ángulo de aproximadamente  $60^\circ$ . El haz reflejado se hace pasar a través de una lámina cuarto de onda, reduciéndose así la elipticidad que aparece en el rayo reflejado debido a la reflexión metálica, incidiendo después en un analizador. Como analizador y polarizador se han usado dos prismas Glan-Thompson, ya que proporcionan unos grandes factores de extinción. Tanto el polarizador como el analizador están colocados perpendicularmente entre sí y forman un ángulo de  $45^\circ$  con el plano de incidencia, de manera que la extinción sea máxima.

Para conseguir el efecto Kerr longitudinal, se quita la lámina cuarto de onda dejando fijo el polarizador, y girando el analizador hasta conseguir la máxima extinción luminosa.

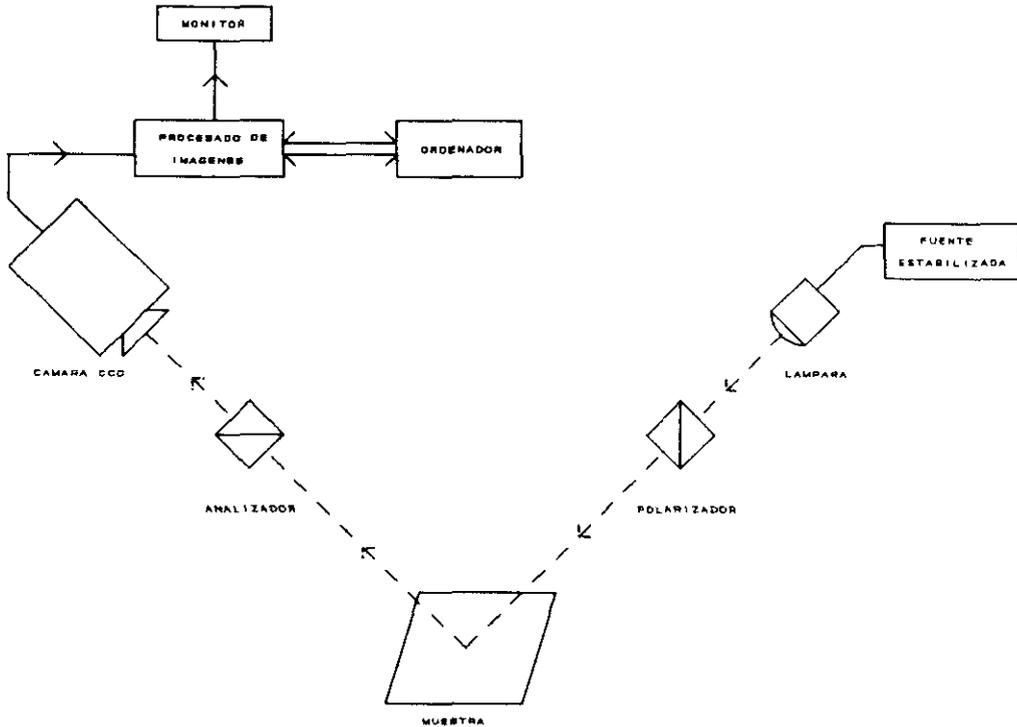


Figura 18. Diagrama esquemático del dispositivo utilizado para la observación de dominios por efecto Kerr.

Cuando se realiza el montaje del efecto Kerr en el microscopio, se utilizan dos polaroides, en lugar de los prismas Glan-Thompson, como polarizadores.

El procedimiento utilizado para la obtención de las imágenes de los dominios consiste en tomar dos imágenes de la muestra, una saturada y la otra sin campo aplicado, y restarlas digitalmente pixel a pixel. El sistema presenta así una mayor resolución que cualquier otro de los sistemas existentes. Las imágenes son obtenidas con 14 bits de resolución por pixel, lo que permite la observación de dominios sin necesidad de tomar un gran número de imágenes [9-10].

Analizando los tonos de grises de las imágenes obtenidas, es posible la obtención local de la imanación de las muestras, así como, mediante un detallado análisis de las imágenes, la obtención de ciclos de histéresis locales de la superficie de la muestra.

#### **II.4.2.2 - Técnica Bitter**

Esta técnica fue el primer medio que se tuvo para la observación directa de la estructura de dominios y, por lo tanto su desarrollo ha contribuido enormemente en el estudio del comportamiento de los dominios y de los procesos de imanación.

Esta técnica es sobradamente conocida, por lo que no nos vamos a extender en ella. Para la observación de los dominios usamos un microscopio Zeiss metalográfico, coloide comercial y dos pares de carretes Helmholtz que nos permitían la aplicación de campos magnéticos no solo en la dirección de la superficie de la muestra, sino también en la dirección normal a la misma.

### **II.5 - MEDIDAS TERMICAS**

Para la realización de las medidas térmicas, tuvimos que recurrir a varios montajes diferentes con el fin de poder relacionar la intensidad que recorre una muestra con su temperatura.

#### **II.5.1 - Temperatura**

La curva de imanación de las muestras en función de la temperatura, se obtuvo por medio de un horno existente en nuestro laboratorio. Dicho horno se compone de un tubo de cuarzo de 2.5 cm de diámetro interior y 1 m de longitud.

Dentro del horno se coloca la muestra entre dos láminas de mica alrededor de

las cuales se enrolla el secundario, espaciando lo más posible las espiras para que no se cortocircuiten en el caso de que el esmalte del hilo conductor se desprenda debido al calor. Con el fin de uniformizar la temperatura de la muestra, se introduce todo el sandwich anterior entre dos planchas de cobre, aislándolas eléctricamente del secundario con otras dos láminas de mica (figura 19). Mediante un par termoeléctrico de Cromo-Alumen colocado en el centro de la muestra, obtenemos una señal proporcional a la temperatura de la muestra. De esta manera, y midiendo la señal del secundario, podemos obtener la variación de la imanación con la temperatura, colocando todo el sistema en el centro de un par de carretes Helmholtz creadores del campo magnético.

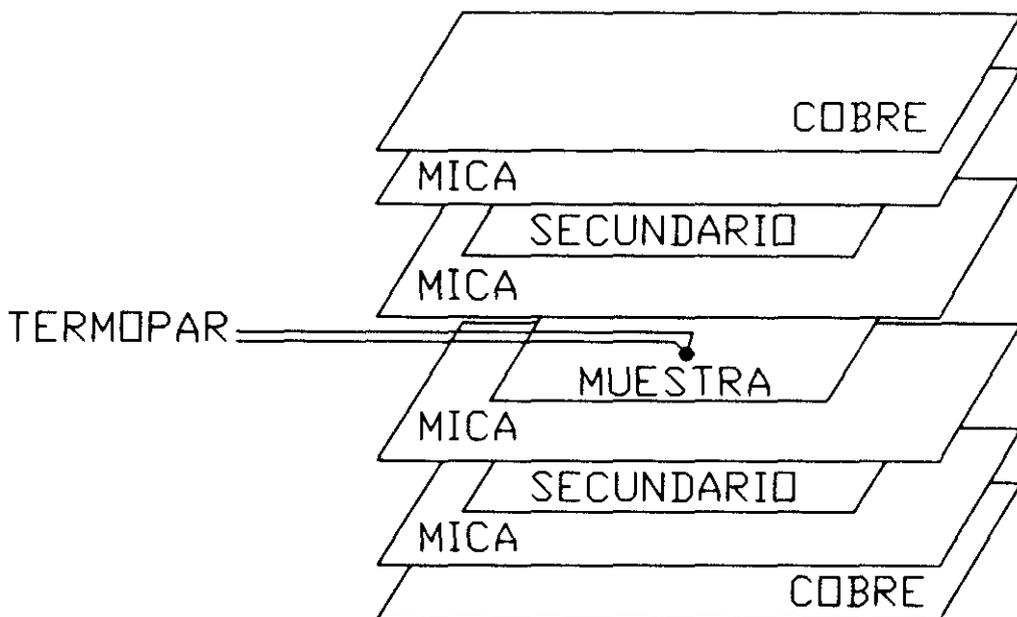


Figura 19. Esquema del método utilizado en la obtención de la curva (M, T).

La resistencia la medimos con el conocido método de las cuatro puntas (figura 20): se hacen cuatro contactos puntuales en la muestra con pintura de plata. Los dos contactos de los extremos se utilizan para hacer pasar una corriente eléctrica por la muestra, y los dos más interiores para poder obtener la diferencia de potencial al paso de dicha corriente. Aquí nos encontramos con el problema de la homogeneidad de la temperatura, ya que la temperatura del termopar no era la misma que la de la muestra. Entonces, introducimos la muestra en un sandwich formado por dos láminas de cobre, y separadas de éstas mediante dos láminas de mica. De esta forma, y poniendo en contacto estas láminas con la cabeza del termopar, aseguramos la homogeneidad de la

temperatura debido a la gran conductividad térmica del cobre.

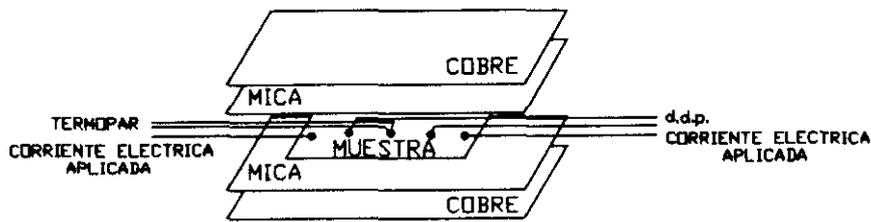


Figura 20. Esquema del método de las cuatro puntas.

## II.5.2 - Emisividad

La cámara CCD que usamos para la obtención de los dominios magnéticos mediante el efecto Kerr, la empleamos también para poder conocer la distribución de la temperatura a lo largo de toda la muestra, mientras que por ésta pasa una intensidad conocida.

Sujetamos la muestra mediante dos clemas por los extremos que a su vez, nos sirven para realizar los contactos para hacer pasar una corriente eléctrica por ella. De esta manera toda la muestra queda al aire, y enfocando la cámara CCD a la muestra dentro de una habitación a oscuras, tenemos que al hacer pasar una corriente por la muestra, ésta irradia y la cámara CCD recoge el espectro de emisión del infrarrojo. Entonces, mediante el software adecuado y estudiando pixel a pixel toda la muestra, podemos obtener la distribución de temperaturas de la muestra, la emisividad en función de la intensidad, el error cuadrático medio cometido para cada intensidad y la relación entre la temperatura de la muestra con la intensidad que la recorre. Este sistema de medida se estudiará mas detalladamente en el tema IV.

**II.6 - BIBLIOGRAFIA**

- [1] C. Aroca, C. Morón, E. López, M.C. Sánchez and P. Sánchez. *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 22 (1989) 780.
- [2] R.M. Josephs, D.S. Crompton and C.S. Krafft. *IEEE Trans. Magn. MAG-22* (1986) 653.
- [3] E. Martín, J.M. Zamorro and J. Rivas. *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 15 (1982) 539.
- [4] S. Prusty and M.V.S. Rao. *IEEE Trans. Magn. MAG-20* (1984) 607.
- [5] S.S. Upda and W. Lord. *IEEE Trans. Magn. MAG-21* (1985) 2370.
- [6] S.N.M. Willcock and B.K. Tanner. *IEEE Trans. Magn. MAG-19* (1983) 2265.
- [7] C. Aroca, C. Morón, E. López, M.C. Sánchez and P. Sánchez. *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 22 (1989) 185.
- [8] C. Morón, M. Rodríguez, C. Aroca, M.C. Sánchez and P. Sánchez. *An. Fisica* 88 (1992) 84.
- [9] W. Rave et al. *J. Magn. Magn. Mat.* 65 (1987) 7.
- [10] F. Schmidt et al. *IEEE Trans. Magn. MAG-21* (1985) 1596.

## **CAPITULO III**

### **RECOCIDOS CON PULSOS DE CORRIENTE**

#### **III.1 - Introducción**

#### **III.2 - Método experimental**

#### **III.3 - Cinética del Proceso Térmico**

##### **III.3.1 - Cálculo teórico**

##### **III.3.2 - Proceso estático**

###### **III.3.2.1 - Curva M - T**

###### **III.3.2.2 - Curva M - I**

##### **III.3.3 - Proceso dinámico**

###### **III.3.3.1 - Medidas experimentales**

###### **III.3.3.2 - Ajuste teórico**

#### **III.4 - Resultados**

##### **III.4.1 - Medidas magnéticas**

##### **III.4.2 - Dominios magnéticos**

#### **III.5 - Conclusiones**

#### **III.6 - Bibliografía**



### III.1 - INTRODUCCION

La utilización de los materiales amorfos como materiales magnéticamente blandos presenta, frente a las grandes ventajas de todos conocidas (alta permeabilidad, alta resistividad...), el inconveniente de las grandes microcorrientes de Foucault que elevan considerablemente las pérdidas magnéticas.

Este tipo de pérdidas son debidas al bajo número de paredes que intervienen en los procesos de imanación [1-3]. Un método lógico para reducirlas sería aumentar el número de paredes produciendo cristalizaciones locales mediante un recocido lo suficientemente rápido, que darían lugar a una distribución de centros de cristalización en la muestra que, al tener distinta  $M_c$  que la matriz amorfa, actuarían como centros de nucleación de paredes.

Mediante la utilización de estos recocidos rápidos, se pueden evitar los problemas encontrados por Hasegawa y colaboradores [4]. Estos recocían con un horno convencional y no lograban una minimización simultánea del campo coercitivo y las pérdidas por histéresis [5-6]. Ambas minimizaciones se pueden obtener si el recocido es rápido, ya que al ser el tiempo de enfriamiento muy corto, se reduce de una forma considerable la anisotropía inducida en ese proceso.

En esta línea, otros autores sugieren que el recocido mediante corriente eléctrica es más fácilmente controlable y produce distribuciones de temperatura más homogéneas en la muestra. Jagielinski [7-8] fue el primero en utilizar una corriente eléctrica durante un breve espacio de tiempo (flash annealing) para recocer materiales amorfos. De esta manera conseguía una mejora de las propiedades magnéticas de los materiales, pero no llegaba a la cristalización de los mismos ni al control de la temperatura que alcanzaban las muestras. Posteriormente, Gibbs y colaboradores [9] completaron y mejoraron dicho tratamiento mediante la aplicación de trenes de pulsos de corriente.

Aunque es estos trabajos descritos se han llegado a realizar estudios de cinéticas de cristalización con este tipo de tratamientos, en ellos se olvida la diferencia de

densidad entre el material cristalizado y el no cristalizado. Este efecto es importante ya que esto hace que necesariamente alrededor de los volúmenes cristalizados aparezcan tensiones mecánicas no homogéneas que pueden bloquear el desplazamiento de paredes endureciendo el material. Por otra parte, si las corrientes de calentamiento son suficientemente intensas y de corta duración, es esperable un gradiente térmico entre el volumen y la superficie de la muestra que produciría un reparto no homogéneo de los centros de cristalización. En este capítulo se intenta hacer un estudio de la cristalización con este tipo de corrientes (controlando la densidad y duración de las mismas) para observar el efecto de las tensiones mecánicas inducidas por el cambio de volumen de las zonas cristalizadas, y observar el posible efecto de los gradientes de temperaturas durante los recocidos por corriente.

### **III,2 - METODO EXPERIMENTAL**

Para la realización del tratamiento térmico de las muestras se ha diseñado un sistema que es capaz de aplicar grandes intensidades de corriente en tiempos muy cortos. Para ello se ha usado una única fuente estabilizada en intensidad que proporciona la corriente eléctrica a una resistencia o a la muestra a tratar de forma que todo el sistema trabaje siempre en las mismas condiciones. En la figura 1 se puede observar el diagrama de bloques del sistema experimental utilizado para el tratamiento de las muestras.

En el estado inicial el transistor T1 está al corte, y por lo tanto no pasa intensidad por la muestra, mientras que el transistor T2 está conduciendo, con lo que toda la intensidad pasa por la resistencia. El sistema está así dispuesto para que la intensidad esté siempre pasando por la resistencia o por la muestra, evitando el pico de corriente que se produciría en el momento inicial al hacer pasar la intensidad por la muestra si el sistema funcionara como un conmutador.

Cuando llega un pulso a la entrada de la puerta inversora se pone a conducir el transistor T1 y a corte el T2, con lo que toda la intensidad pasa a través de la muestra

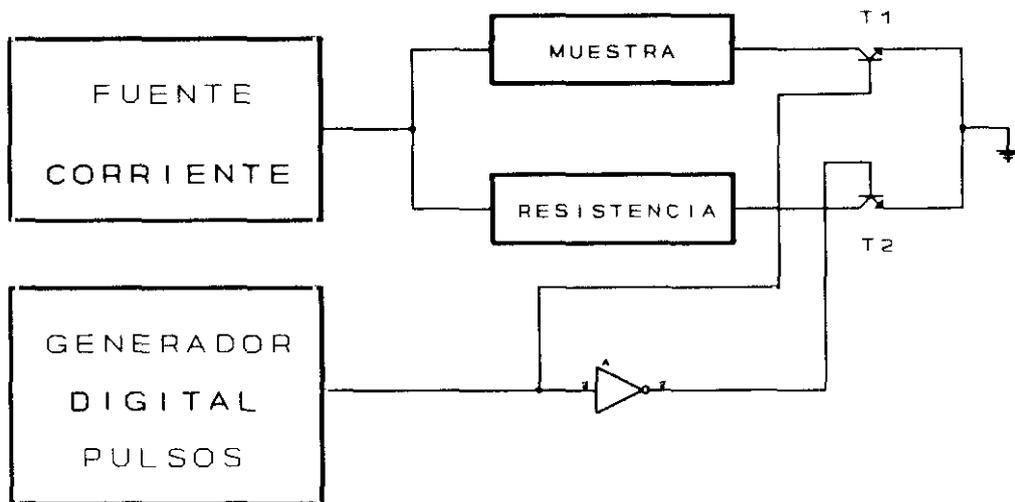


Figura 1. Diagrama de bloques del sistema experimental.

durante el tiempo de duración del pulso.

Para el buen funcionamiento del sistema hay que tener en cuenta diversos puntos. El primero es que la resistencia óhmica de la resistencia tiene que ser lo más parecida posible a la de la muestra (del orden de  $0.2 \Omega$ ). Esto debe ser así para que podamos estar seguros de que toda la intensidad, que pasaba por la "resistencia", atraviese la muestra en el intervalo de duración del pulso. A su vez, como por ella va a estar circulando durante mucho tiempo una gran cantidad de corriente, alrededor de 14 A (todo el tiempo de funcionamiento del sistema excepto durante el pulso seleccionado), es necesario que tenga un gran poder disipativo, y por ello se ha usado hilo de Kantal bobinado no inductivamente sobre un soporte cerámico disipativo para su fabricación.

El sistema permite asimismo dar los tratamientos térmicos en atmósfera controlada y/o con la muestra en contacto térmico parcial o total con diferentes medios térmicamente disipativos. La gran diferencia entre los trabajos existentes y el nuestro es que, mediante este sistema, podemos aplicar pulsos de hasta 15 A en tiempos que van de  $14 \mu\text{s}$  a 4 s, lo que permite alcanzar temperaturas muy altas en tiempos muy cortos (flash annealing) o bien recocidos más lentos (current annealing) y distintos tiempos de enfriamiento.

Uno de los problemas que nos va a aparecer a la hora de realizar el tratamiento térmico de los materiales con pulsos de corriente, va a ser la determinación de la temperatura de las muestras durante el recocido. Por esto, vamos a empezar por estudiar la cinética del proceso térmico en cintas de 8 cm de longitud del material amorfo Metglas 2705 M. Dicho estudio se ha dividido en dos fases: en la primera se obtiene, en régimen estático, la relación entre intensidad y temperatura de recocido, y en la segunda el tiempo de estabilización de la temperatura para cada intensidad.

### III.3 - CINETICA DEL PROCESO TERMICO

La temperatura de la muestra durante el tratamiento térmico puede determinarse mediante diversos métodos. Podría usarse un termopar en contacto directo con la superficie de la muestra. Este método, sin embargo, no es fiable, ya que la masa del termopar es comparable a la de la muestra en la zona de contacto y por lo tanto, la temperatura de esa zona será diferente del resto, con lo que la lectura del termopar irá acompañada de un gran error.

El método utilizado en el presente trabajo para la determinación de la temperatura de la muestra durante el tratamiento térmico es semejante al utilizado por J.M. Barandiarán y colaboradores [10] y se puede dividir en dos fases. En una primera, llevada a cabo en régimen estático, se compara la variación de la imanación de saturación con la corriente de recocido y la temperatura, cuando en este último caso el recocido se realiza en un horno convencional [10]. En ambos casos se aplica un campo magnético longitudinal que satura la muestra en esa dirección. Naturalmente, este método sólo es válido a temperaturas por debajo de la de Curie. Para temperaturas mayores se puede extrapolar basándonos en temperaturas anteriores, o se puede utilizar la emisión infrarroja de las muestras cuando por ellas circula la corriente, como se discutirá en el capítulo IV. La segunda fase, realizada en régimen dinámico, consiste en el estudio cinético del proceso térmico.

Para la determinación correcta de la temperatura de las muestras, es necesario

conocer los parámetros que van a controlar el proceso térmico. Veamos pues, cuáles son estos parámetros y los mecanismos de transferencia de energía térmica durante el recocido.

### III.3.1 - Cálculo teórico

Existen tres formas diferentes de transmisión de la energía térmica de un lugar a otro: conducción, convección y radiación. En la conducción, la energía térmica se transmite como consecuencia de las interacciones entre átomos o electrones, aunque no exista un transporte de las mismas. En la convección, el calor se transmite mediante un transporte directo de masa, y en la radiación, por último, la energía es emitida y absorbida por los cuerpos en forma de radiación electromagnética.

Consideremos una lámina de sección transversal  $A$  y longitud  $L$ . Experimentalmente se encuentra que la cantidad de calor que atraviesa la lámina por unidad de tiempo, en el estado estacionario, es proporcional a la superficie  $A$  y a la diferencia de temperaturas  $(T - T_0)$ , donde  $T_0$  es la temperatura inicial ( $20\text{ }^\circ\text{C}$ ), e inversamente proporcional a la longitud  $L$ . Representando por  $H$  la cantidad de calor que pasa a través de la lámina por unidad de tiempo, e introduciendo el coeficiente de conductividad térmica  $K$  de la sustancia tendremos:

$$H = \frac{K A (T - T_0)}{L}$$

El ritmo mediante el cual un cuerpo radia energía térmica es proporcional al área del cuerpo y a la cuarta potencia de su temperatura absoluta. Este resultado obtenido empíricamente por Josef Stefan en 1879 y deducido teóricamente por Ludwig Boltzmann unos cinco años después, denominada ley de Stefan-Boltzmann, se escribe en la forma

$$I = e \sigma S T^4$$

en donde  $I$  es la potencia radiada en vatios,  $S$  el área, e la emisividad del cuerpo que

varía de 0 a 1 y que depende de la superficie del material y  $\sigma$  la constante de Stefan Boltzmann, cuyo valor es

$$\sigma = 5.67 \times 10^{-8} \text{ W/m}^2 \text{K}^4$$

Si un cuerpo emite más radiación que la que absorbe, se enfría, mientras que el entorno se calienta al absorber la radiación procedente del mismo. Si el objeto absorbe más que emite, se calienta mientras el entorno se enfría. Cuando un cuerpo está en equilibrio con sus alrededores, emite y absorbe radiación al mismo ritmo. Podemos escribir entonces la potencia neta radiada por un cuerpo a la temperatura T hacia sus alrededores a la temperatura  $T_0$  como

$$I_n = e \sigma S (T^4 - T_0^4)$$

Cuando se suministra calor a un cuerpo, aumenta la temperatura del mismo de forma que la cantidad de energía térmica Q necesaria para elevar la temperatura del sistema será proporcional a la variación de la temperatura y a la masa de la sustancia:

$$Q = m c \frac{dT}{dt}$$

en donde c es el calor específico del material.

Si tenemos en cuenta todos los factores descritos hasta el momento, que van a representar la potencia radiada por el material, y consideramos ahora la potencia suministrada P al hacer pasar la corriente eléctrica a través de la muestra

$$P = I^2 R = I^2 \rho \frac{A}{L}$$

en donde  $\rho$  es la resistividad del material

$$\rho_{2705M} = 1.36 \times 10^{-6} \text{ } \Omega \text{m}$$

L es la longitud (0.1 m) y A la superficie de la muestra ( $2.8 \times 10^{-8} \text{ m}^2$ ), tendremos que la potencia suministrada será:

$$P = H + I_n + Q$$

$$\boxed{I^2 \rho \frac{L}{A} = K \frac{A}{L} (T - T_0) + \sigma S e (T^4 - T_0^4) + mc \frac{dT}{dt}}$$

Esta última va a ser la ecuación que va a regir el comportamiento de la cinética del proceso térmico del material. Para la resolución de la ecuación hay que tener en cuenta que existen dos parámetros en la misma que van a depender de la temperatura, ya que nos vamos a mover en un amplio intervalo de temperaturas incluyendo la de Curie. Esos parámetros van a ser la conductividad térmica y el calor específico, que determinaremos a continuación.

### III.3.2 - Proceso estático

Para calcular la conductividad térmica de las muestra, consideramos el régimen estacionario correspondiente a la temperatura máxima, en donde la expresión anterior se simplifica y se obtiene:

$$I^2 \rho \frac{L}{A} = K \frac{A}{L} (T - T_0) + \sigma S e (T^4 - T_0^4)$$

Como se puede observar, esta ecuación solamente se puede resolver, si se conoce la temperatura máxima  $T$  que alcanzan las muestras para cada intensidad de recocido  $I$ . Vamos a calcular entonces, dicha temperatura máxima.

#### III.3.2.1 - Curva M - T

Para el calentamiento de la muestra se utilizó un horno convencional. Dicho horno consta de un tubo de cuarzo con cierres de vacío en sus dos extremos, en los cuales se encuentran una entrada y salida de gases para poder realizar el recocido en atmósfera controlada, y la salida del termopar. Para asegurar que el calentamiento sea

homogéneo en la muestra, se coloca ésta en un sandwich de mica para aislarla de posibles contactos metálicos, y se recubre todo con dos láminas de cobre.

La salida del termopar de chromel - alumel se conecta a un multímetro, lo que nos da un voltaje proporcional a la temperatura que existe dentro del horno y por tanto, a la de la muestra. Así, se puede obtener la evolución de la imanación de saturación con la temperatura mediante un método de inducción clásico.

En la Figura 2 se puede observar como varía la imanación de saturación con la temperatura. Así se ha obtenido una temperatura de Curie de  $T_c = 355 \text{ }^\circ\text{C}$ , que se ajusta bastante bien a la tabulada para el Metglas 2705 M que es de  $T_c = 345 \text{ }^\circ\text{C}$ . Esta discrepancia de  $10 \text{ }^\circ\text{C}$  puede achacarse a que el valor tabulado se obtiene mediante la pendiente de aproximación al valor nulo de la imanación así como a la posible desviación de los  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  ambientales considerados.

### III.3.2.2 - Curva M - I

Cuando se realiza el recocido de los materiales haciendo pasar una corriente eléctrica a través de ellos (current annealing) [7-8-11-12-13], el aumento de temperatura se produce por efecto Joule. La Figura 3 refleja la variación de la imanación de una muestra cuando por la misma pasa una intensidad de corriente creciente. Comparando las Figuras 2 y 3, se puede obtener el comportamiento de la temperatura con la intensidad de recocido (Figura 4). A la vista de esta última figura, se deduce que la temperatura que alcanza una muestra, cuando se le somete a un recocido mediante el paso de una corriente eléctrica a través de ella, depende linealmente de la corriente. De esta forma se puede extrapolar la temperatura que alcanzaría una muestra por encima de la de Curie, y en concreto la intensidad para la cual se produce la cristalización. En el caso del Metglas 2705M la temperatura de cristalización tabulada corresponde a  $T_x = 520 \text{ }^\circ\text{C}$  con lo que la intensidad de cristalización es  $I_x = 1.5 \text{ A}$ .

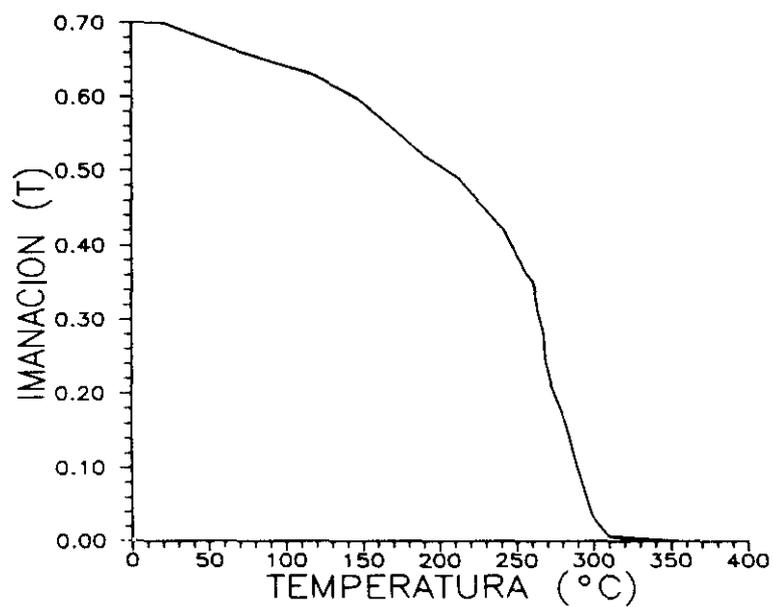


Figura 2. Variación de la imanación de saturación con la temperatura del Metglas 2705 M recocido en horno convencional.

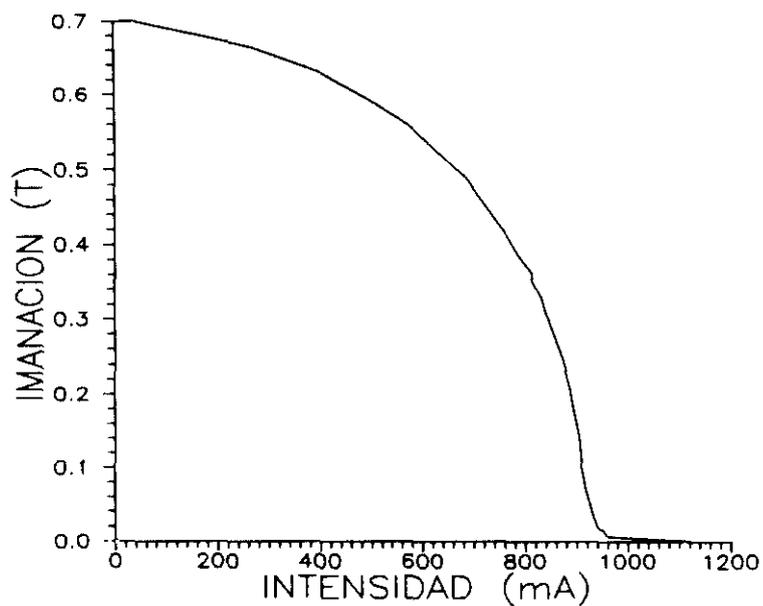


Figura 3. Variación de la imanación con la intensidad de corriente de una muestra recocida con corriente.

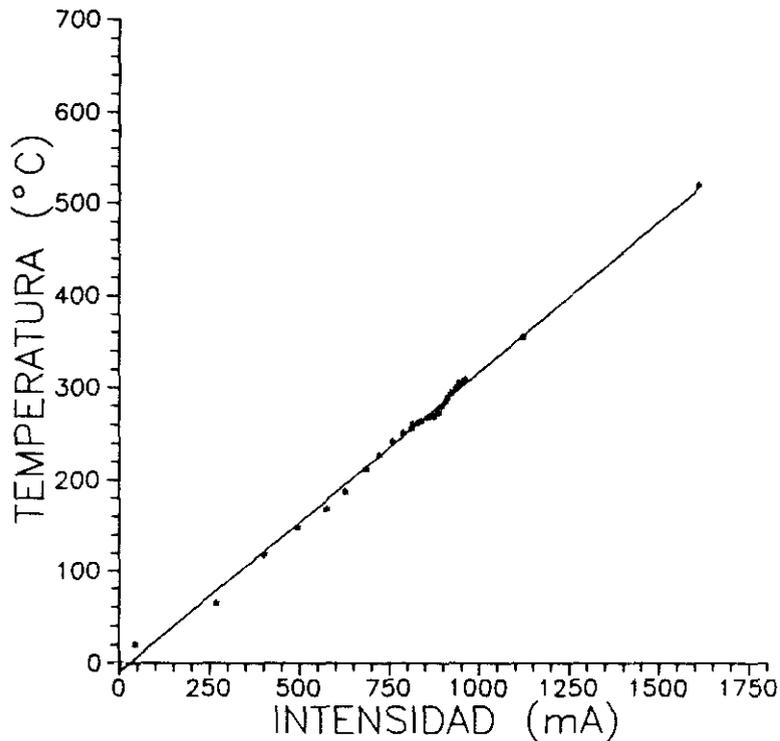


Figura 4. Temperatura de una muestra AS-CAST en función de la intensidad de recocido.

Una vez conocida la temperatura que alcanza la muestra para cada intensidad de recocido, y considerando las dimensiones de las muestras tratadas y los valores de los demás parámetros incluidos en la ecuación del proceso estático tendremos:

$$4.86 I^2 = \alpha (T - T_0) + 7.94 \times 10^{-4} \left[ \left( 2.73 + \frac{T}{100} \right)^4 - \left( 2.73 + \frac{T_0}{100} \right)^4 \right]$$

Sustituyendo simultáneamente la intensidad de recocido y la temperatura máxima se obtiene la Tabla 1, en la que se puede observar el valor del parámetro  $\alpha$  (proporcional a la conductividad térmica) correspondiente.

Volviendo a la ecuación general, únicamente nos queda como parámetro desconocido el calor específico. Pasemos pues, a su determinación, para lo cual debemos acudir al proceso dinámico.

INTENSIDAD (mA)	TEMPERATURA (°C)	K A/L (W/°C)
293	64	0.00848
400	97	0.00893
501	136	0.00910
595	174	0.00984
690	215	0.00986
789	255	0.01050
889	295	0.01117
995	343	0.01154
1085	353	0.01369
1205	355	0.01750

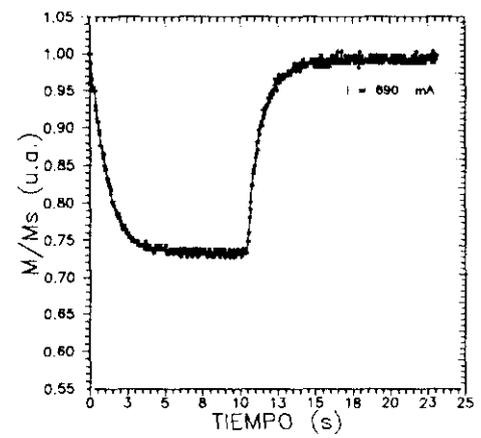
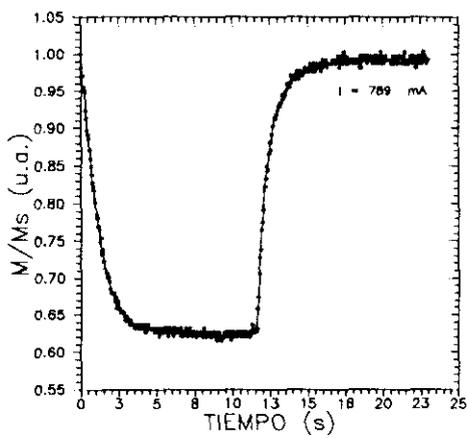
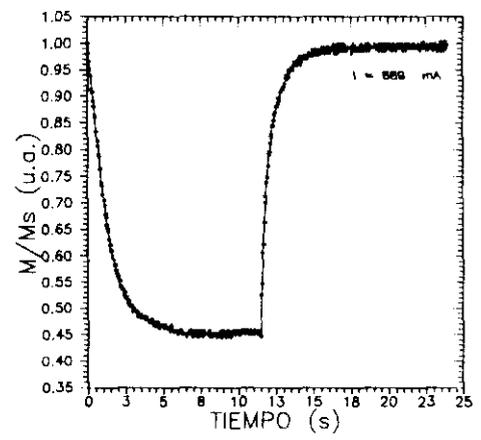
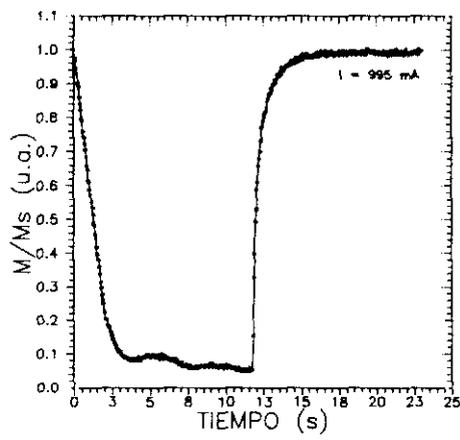
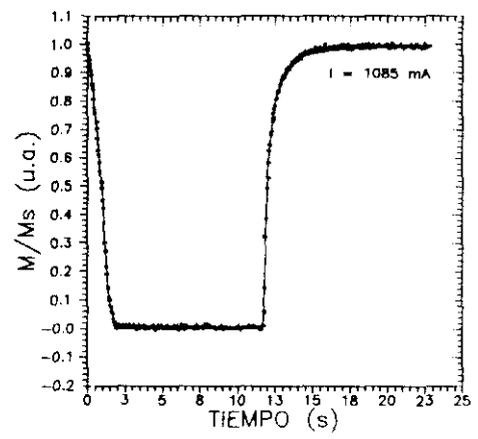
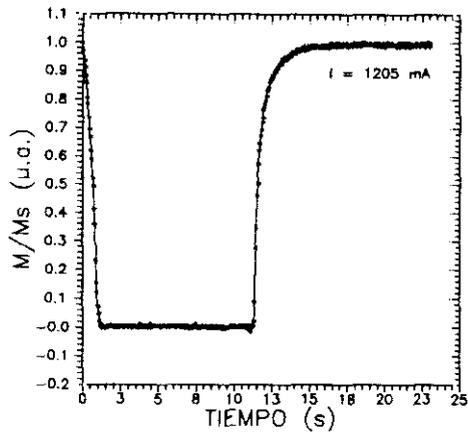
Tabla 1. Valores de la conductividad térmica para cada intensidad de recocido.

### III.3.3 - Proceso dinámico

#### III.3.3.1 - Medidas experimentales

En este apartado se va a realizar un estudio del comportamiento de la imanación con el tiempo para cada intensidad de recocido. El proceso seguido ha sido el siguiente: Se hace pasar una corriente por la muestra y se mide la variación de la imanación de saturación con el tiempo. Una vez que se estabiliza la  $M_s$  para esa corriente, se corta ésta y se mide el tiempo que tarda la  $M_s$  en alcanzar su valor inicial.

El sistema de medida está informatizado de manera que se realizan medidas de la corriente que pasa por muestras de 10 cm de longitud del Metglas 2705 M, frente a la imanación de saturación. El sistema de adquisición de datos se ha ajustado para que realice una medida cada 50 ms, con lo que mediante un tratamiento software posterior se han podido obtener las curvas temporales de la imanación.



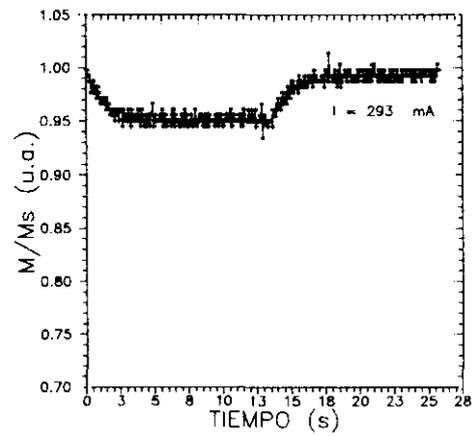
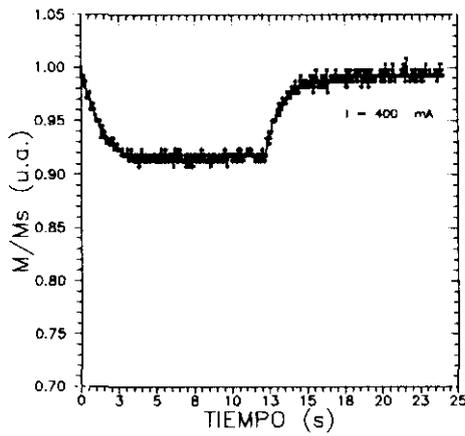
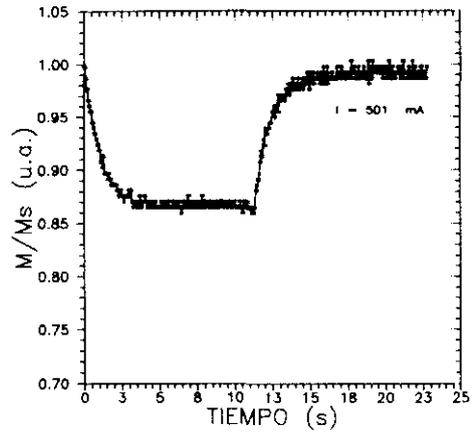
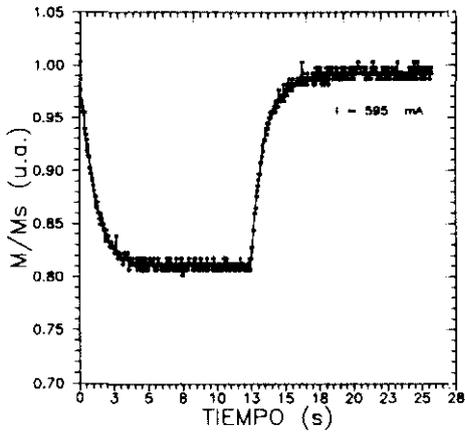
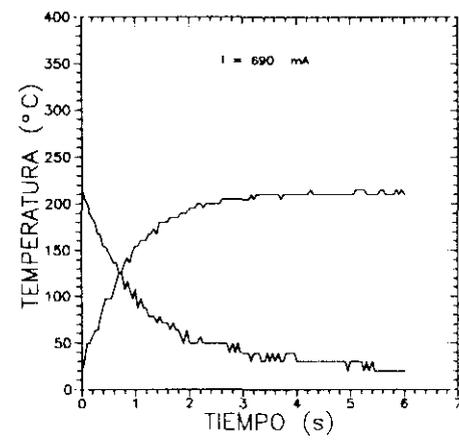
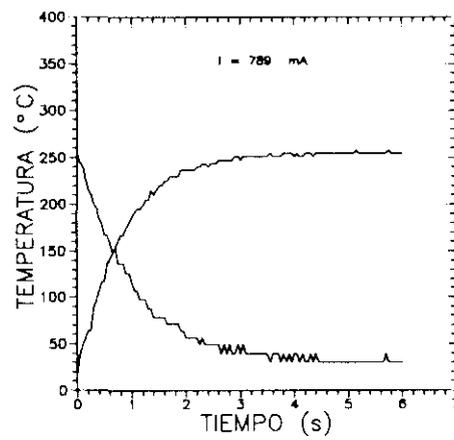
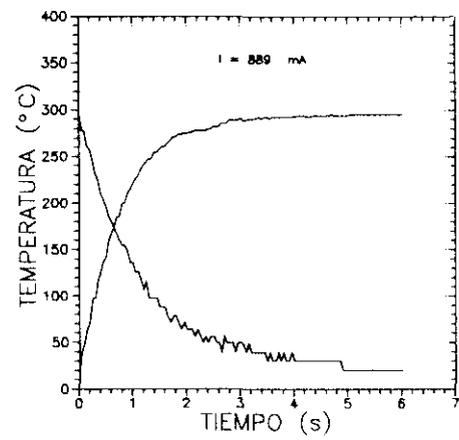
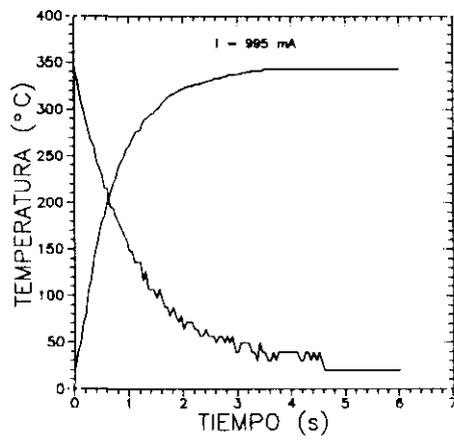
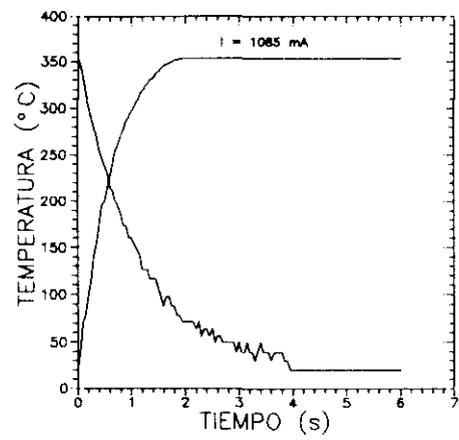
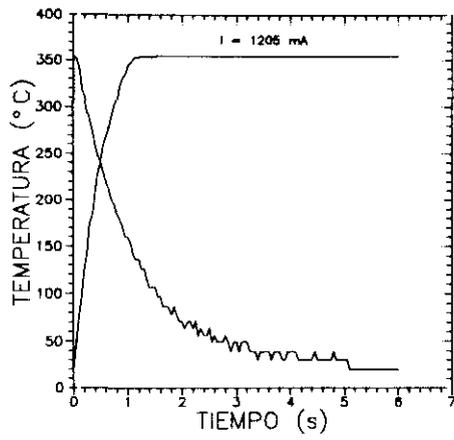
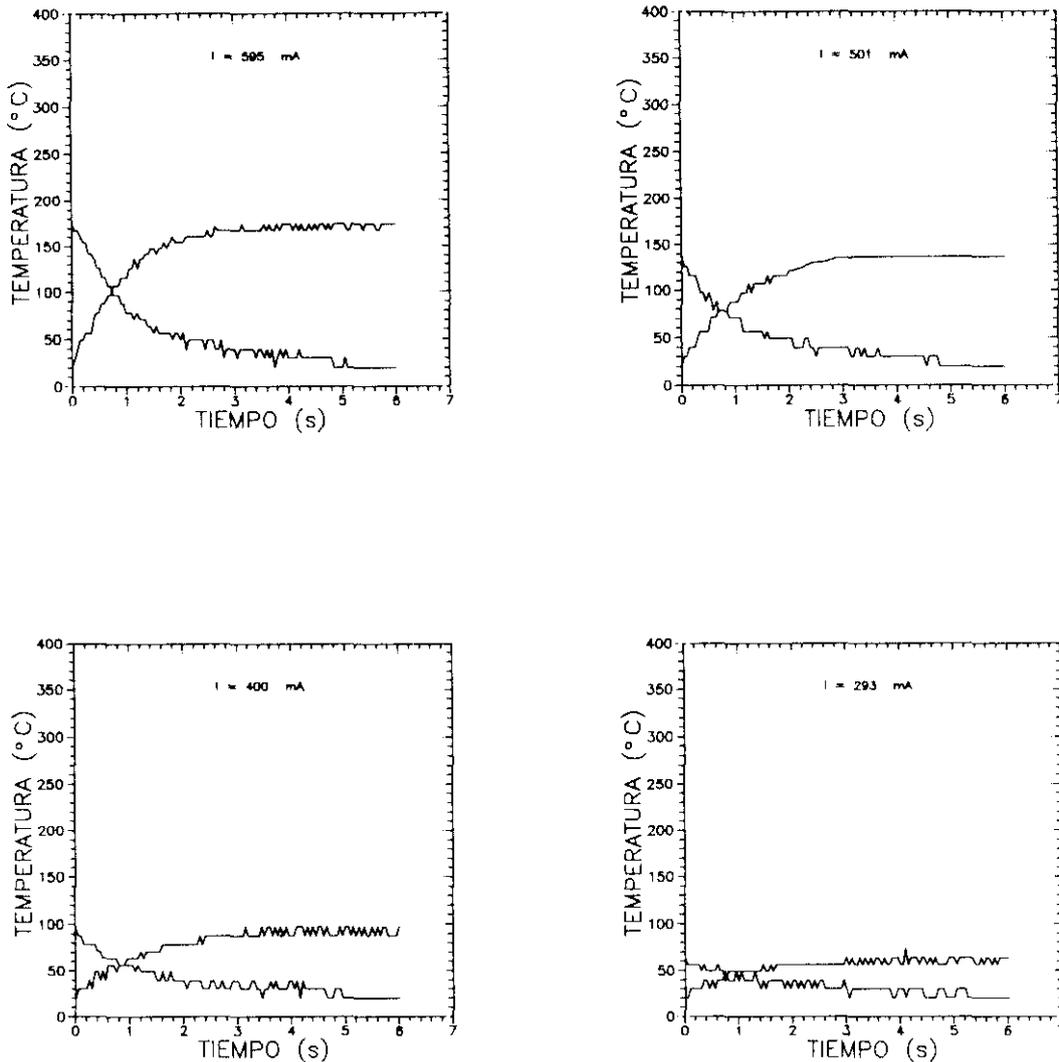


Figura 5. Comportamiento temporal de la imanación relativa para cada intensidad de recocido.





**Figura 6.** Curvas de calentamiento y enfriamiento para distintas intensidades de recocido.

Las gráficas así obtenidas se pueden observar en la figura 5 para distintas corrientes de recocido que van desde 293 mA hasta 1205 mA. Como se puede ver, para intensidades de recocido de 1085 mA y 1205 mA la imanación se hace cero, lo que indica que la muestra ha alcanzado la temperatura de Curie.

Si se comparan las gráficas de la figura 5 con la variación de la imanación de saturación frente a la temperatura (figura 2), se puede obtener el comportamiento temporal de la temperatura de la muestra para cada intensidad de recocido. En la Figura

6 se pueden observar las curvas de calentamiento y enfriamiento obtenidas mediante el método descrito.

Podemos deducir de dichas gráficas que la cinética del proceso térmico es más rápida para altas intensidades que para bajas; por ejemplo para una intensidad de recocido de 501 mA la temperatura máxima se alcanza en unos 3 s, mientras que para 1205 mA se tarda aproximadamente 1 s.

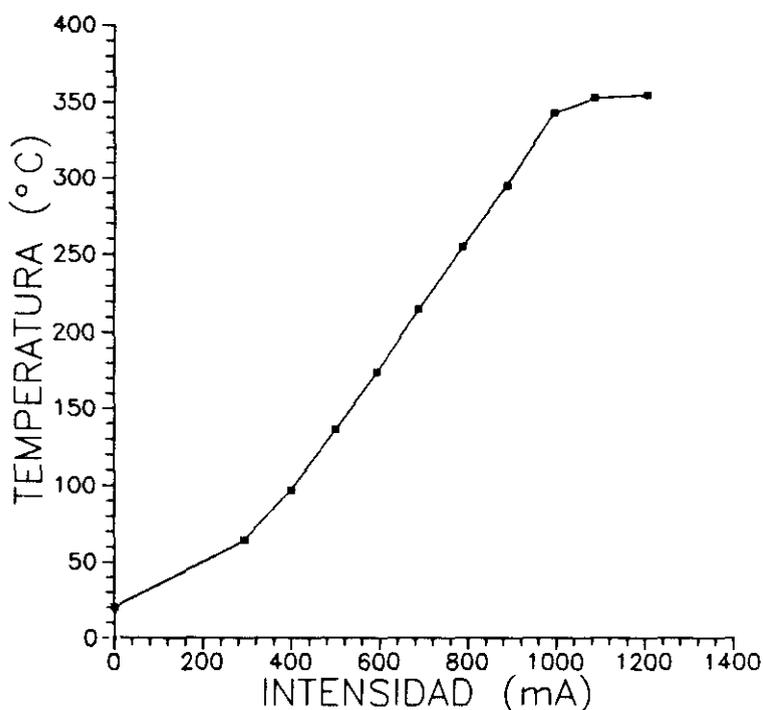


Figura 7. Temperatura máxima que alcanza la muestra para cada una de las intensidades de recocido.

A la vista de la figura 6, se puede obtener el comportamiento de la temperatura con la intensidad (Figura 7). Asimismo, podemos observar que los dos últimos puntos se apartan del comportamiento lineal. Esto es debido a que en ellos se ha alcanzado la temperatura de Curie, y por lo tanto no son fiables, puesto que no se puede saber de antemano, qué comportamiento seguirá la temperatura a partir de ese punto.

### III.3.3.2 - Ajuste teórico

Nos detendremos en la ecuación que rige el proceso térmico. Como es una

ecuación diferencial de primer orden, se puede recurrir al método de Runge-Kutta de cuarto orden, usando un método iterativo para calcular el valor del calor específico para cada intensidad de recocido. Para cada intensidad, se sustituye en la ecuación diferencial la temperatura máxima de la muestra y la conductividad térmica calculada en el proceso estático, y ajustando la curva teórica a la experimental, se puede extrapolar el valor de la capacidad calorífica en el proceso térmico (Tabla 2).

Los últimos puntos obtenidos para la capacidad calorífica, correspondientes a las intensidades de 1085 ms y 1205 ms, no son fiables, puesto que en ellos se ha alcanzado e incluso superado la temperatura de Curie, por lo que el error cometido en su cálculo es muy grande, como se ha mencionado anteriormente.

INTENSIDAD (mA)	CAPACIDAD CALORIFICA (J/Kg °C)	K A/L (W/°C)
293	450	0.00848
400	450	0.00893
501	450	0.00910
595	450	0.00984
690	450	0.00986
789	450	0.01050
889	450	0.01117
995	450	0.01154
1085	450	0.01369
1205	400	0.01750

**Tabla 2.** Valores de la capacidad calorífica para cada intensidad de recocido.

En la Figura 8 se pueden observar las curvas teóricas, representadas por trazos continuos, y los datos experimentales representados por asteriscos. Como se puede ver, las curvas teóricas se ajustan bastante bien a las experimentales para temperaturas inferiores a la de Curie, y se apartan ligeramente cuando se llega a ella, es decir, para las intensidades de 1085 mA y 1205 mA.

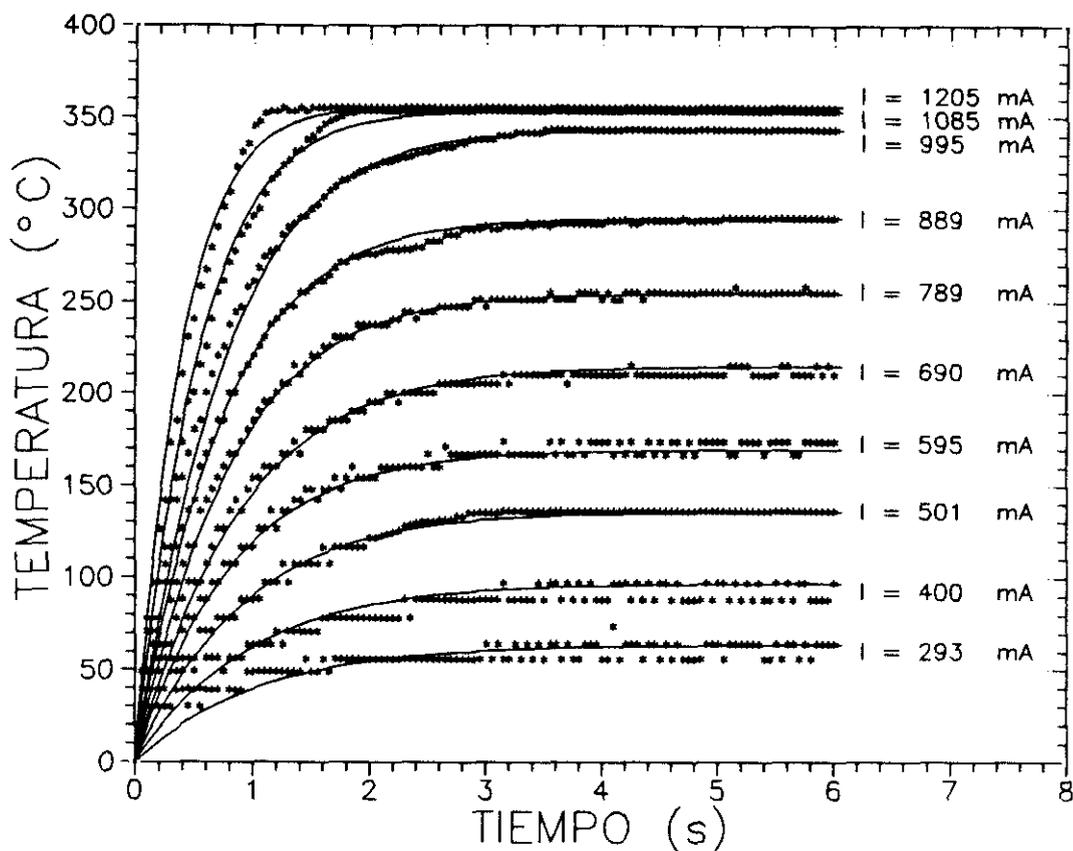


Figura 8. Ajuste teórico de las curvas de calentamiento.

## III.4 - RESULTADOS

### III.4.1 - Medidas magnéticas

La posibilidad de utilizar pulsos de corriente de alta intensidad y corta duración, nos permite calentar las muestras a temperaturas muy elevadas en tiempos cortos sin que se produzca la cristalización del material. Asimismo, se pueden cristalizar las muestras variando la duración del pulso de corriente.

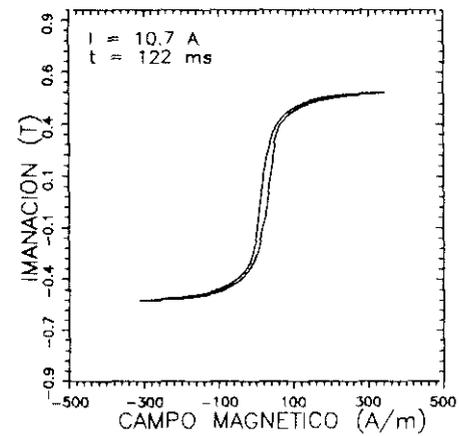
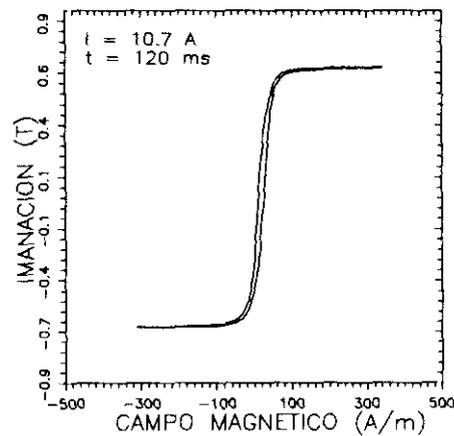
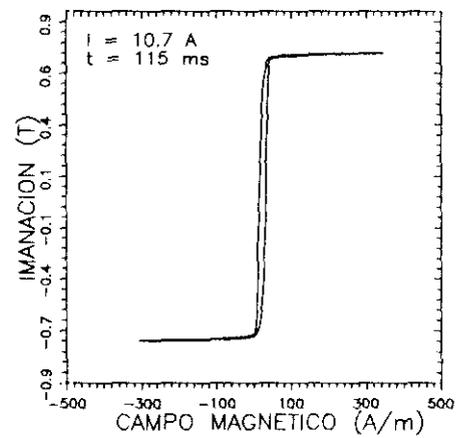
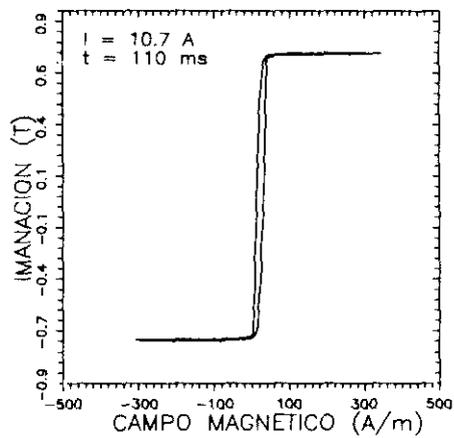
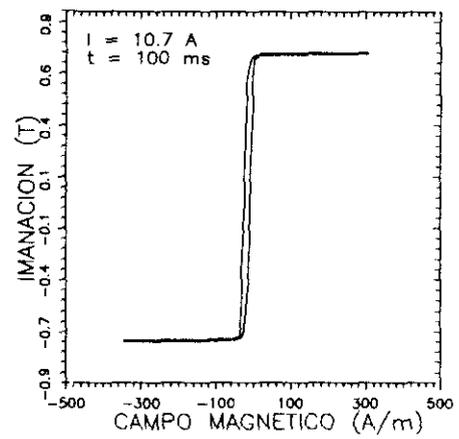
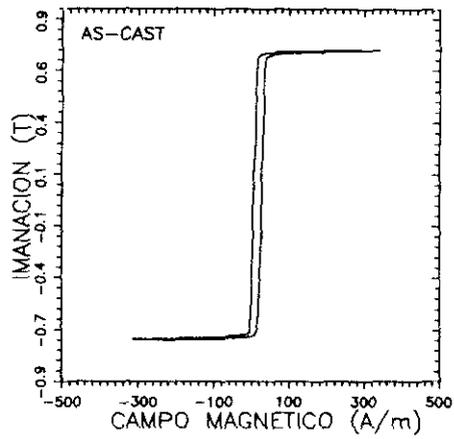
El objetivo que nos marcamos en la realización de este trabajo fue conseguir muestras con las superficies amorfas y el interior cristalizado, y para ello el primer tratamiento se realizó en atmósfera de Argón para evitar la posible oxidación de las muestras durante el recocido, aunque más tarde se ha comprobado que para tiempos de recocido tan pequeños no se produce tal oxidación. Se realizó un primer tratamiento con

una intensidad de corriente de 12.6 A y se encontró que la cristalización tiene lugar en tiempos muy pequeños, y además el rango en el que empieza y termina la cristalización es muy corto (del orden de 7 ms).

Por este motivo se decidió realizar el tratamiento con una intensidad menor, en este caso de 10.7 A. El estudio se llevó a cabo mediante la observación de los ciclos de histéresis de las muestras antes y después de los recocidos. Dichos ciclos se obtuvieron mediante la instalación descrita en el apartado II.4.1.2 del segundo capítulo. En la figura 10 se pueden observar los ciclos obtenidos después de aplicar pulsos de corriente con diferentes tiempos de duración y campo magnético relativamente bajo (del orden de 300 A/m). En estas gráficas se puede apreciar que para un tiempo de 100 ms el campo coercitivo disminuye, mientras que la imanación remanente lo hace para un tiempo de 120 ms. Este último hecho debe coincidir con el comienzo de la cristalización del material, ya que en este caso el campo coercitivo ha aumentado lo suficiente como para no poder saturar la muestra manteniendo el valor del campo anterior.

En efecto, si se obtiene el ciclo de histéresis de esa misma muestra con un campo magnético lo suficientemente alto como para saturarla (figura 11), se observa que aparece un doble ciclo con un campo coercitivo mucho más grande que corresponderá a que se ha producido, en parte, la cristalización y cómo va aumentando con el tiempo de duración del pulso, hasta llegar a 134 ms, tiempo para el cual ya ha cristalizado completamente la muestra.

Los trabajos existentes en la bibliografía sobre el recocido de materiales amorfos con corriente [5-8] afirman que el tratamiento es homogéneo, y por tanto que el recocido es totalmente uniforme. Sin embargo, si se realiza el estudio de los ciclos de histéresis durante el tratamiento se observará, que el campo coercitivo apenas varía mientras la muestra permanece en estado amorfo, y que aparece un doble ciclo cuando empieza la cristalización.



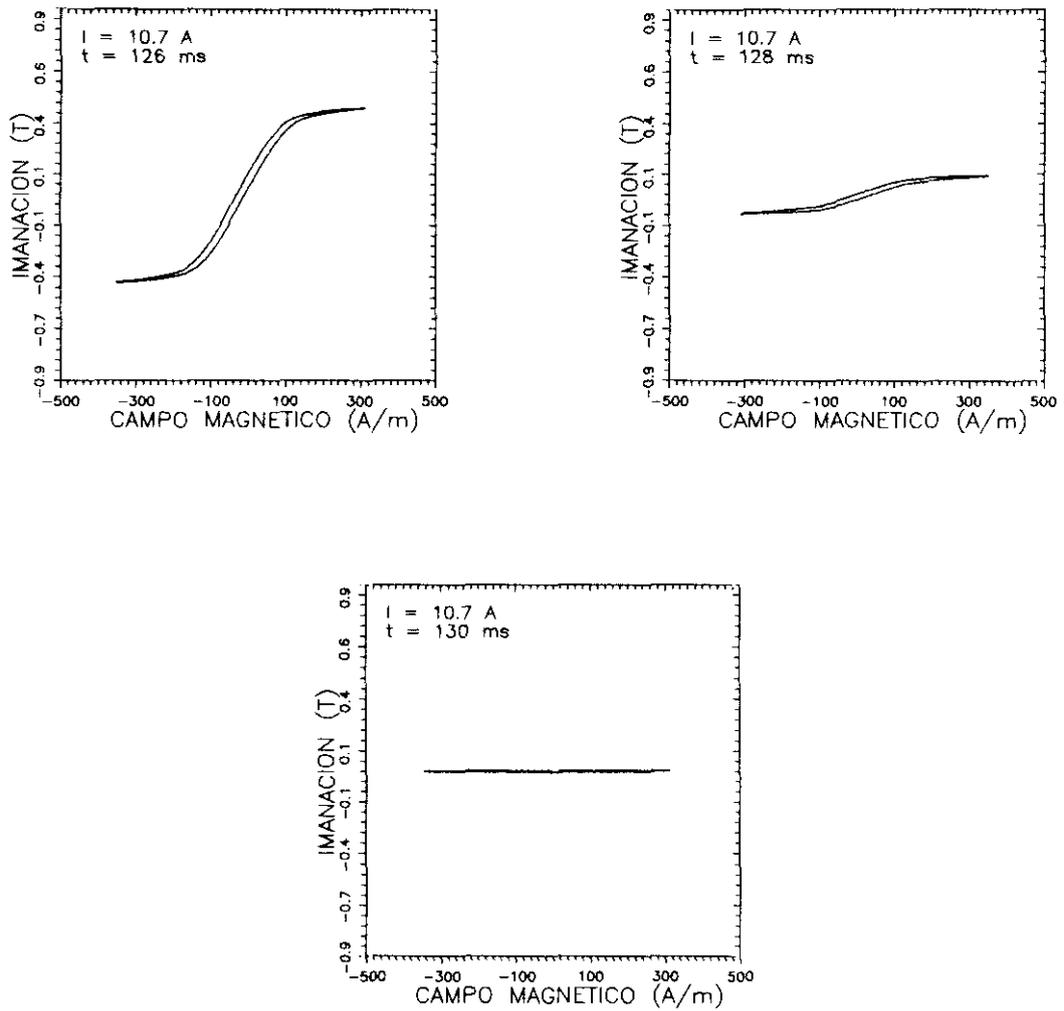
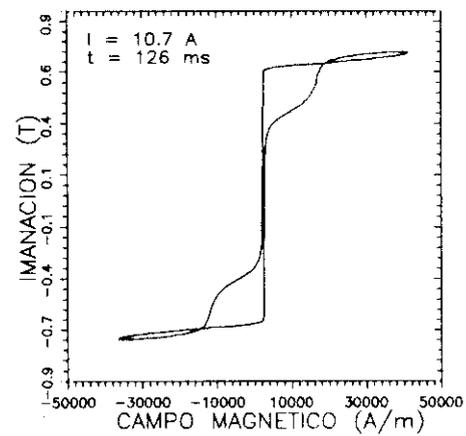
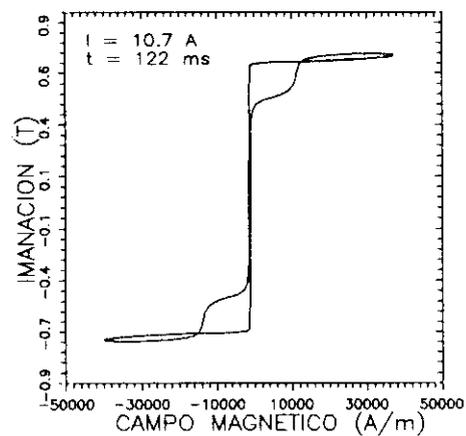
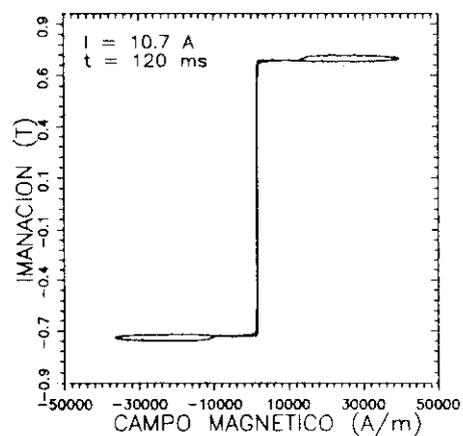
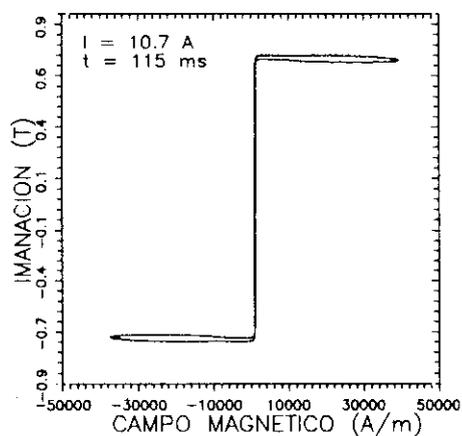
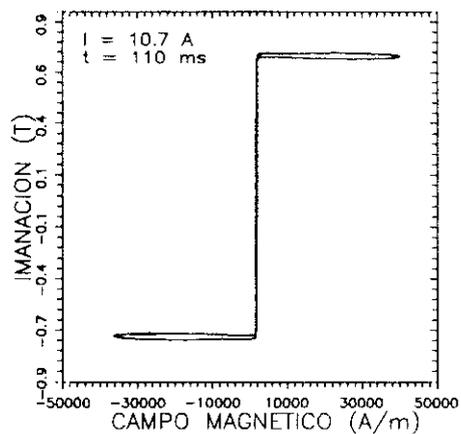
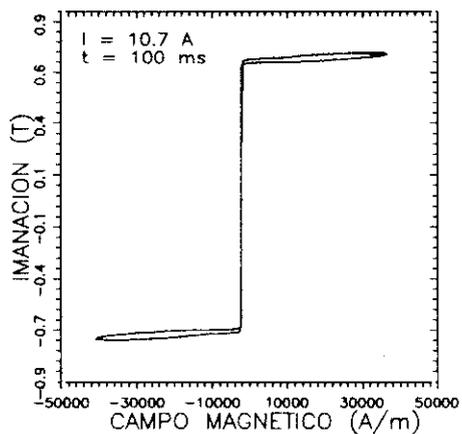


Figura 10. Ciclos de histéresis obtenidos a bajo campo con muestras recocidas en atmósfera de Argón.



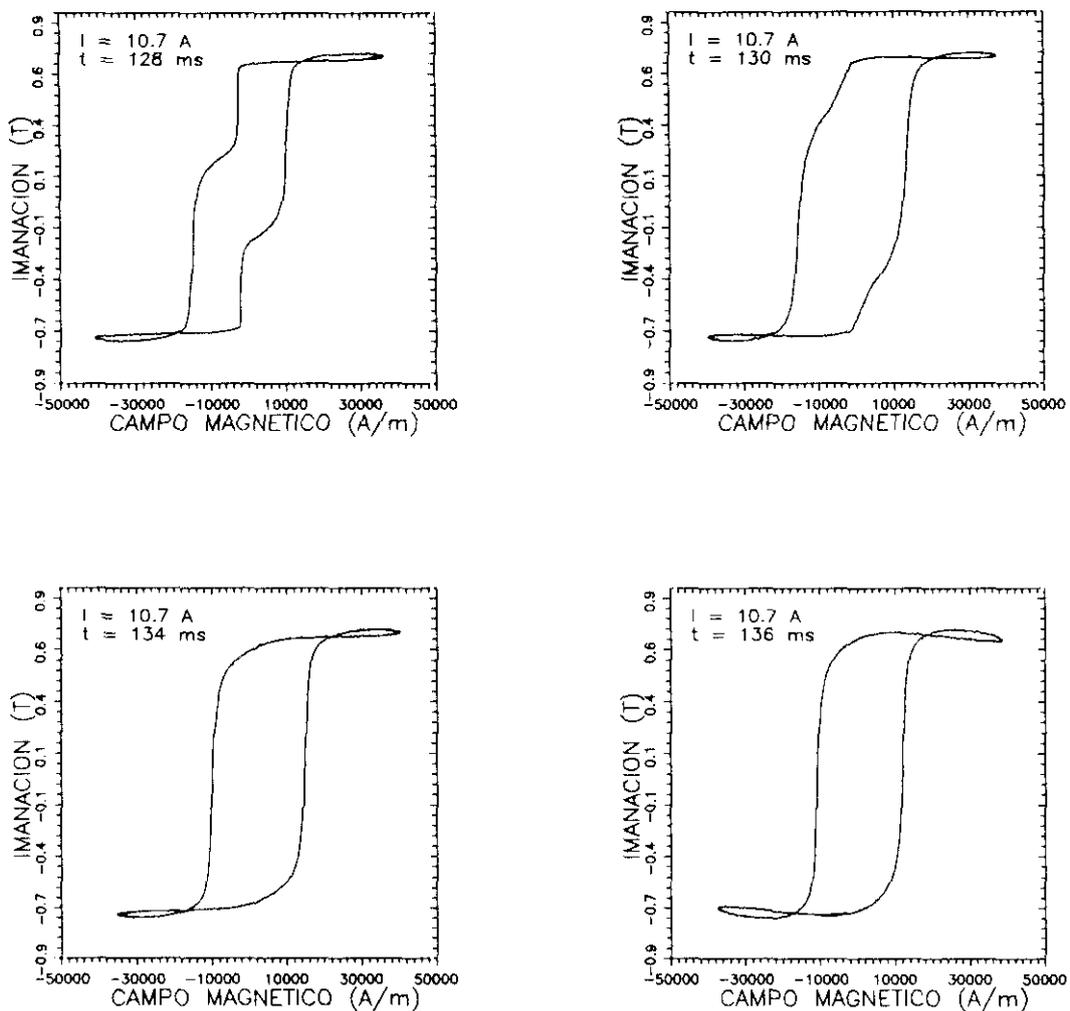


Figura 11. Ciclos de histéresis a campo alto de muestras recocidas en atmósfera de Argón.

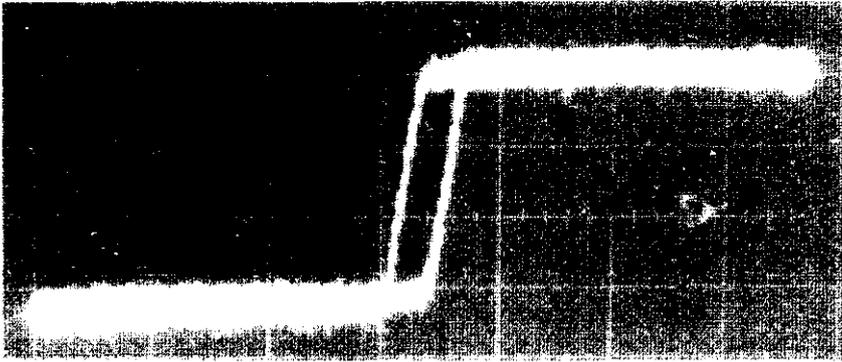
A la vista de los resultados obtenidos, se puede asegurar que el recocido no es homogéneo, ya que han aparecido ciclos de histéresis dobles en los que las partes ancha y estrecha se corresponden con la cantidad de material que permanece en estado cristalizado y amorfo respectivamente, tal y como se puede observar en la figura 11 para tiempos de pulso de recocido entre 122 ms y 130 ms. Estas figuras nos pueden inducir a pensar que se ha conseguido el objetivo trazado, es decir, conseguir muestras con el centro cristalizado y las superficies amorfas, ya que las superficies estarán más frías al estar en contacto con el Argón y por lo tanto el ciclo de histéresis de estas muestras será doble. Sin embargo, estudios realizados mediante efecto Kerr revelaron que la cristalización también tuvo lugar en la superficie.

En las figuras 12a, 12b y 12c se pueden observar los ciclos de histéresis de tres zonas distintas de la superficie de una misma muestra recocida durante 126 ms en atmósfera de Argón. Estas figuras junto con la figura 11 demuestran claramente que el recocido mediante pulsos de corriente es inhomogéneo tanto en el volumen como en la superficie, ya que coexisten zonas amorfas y cristalizadas en toda la muestra.

Una vez comprobado que no se consiguió el objetivo, se procedió a recubrir las muestras con distintos materiales disipativos de manera que, al disipar más calor las superficies, se calentase más el centro, pudiéndose llegar a cristalizar éste. La primera sustancia que se eligió como material disipativo fue el aceite de silicona.

El problema que nos encontramos a la hora de realizar el tratamiento fue que al hacer pasar la corriente por las muestras, éstas se dilataban y se pandeaban, llegándose a romper la mayoría de ellas en el subsiguiente enfriamiento. Para evitar este hecho se diseñó un mecanismo de metacrilato que mantuviera la muestra tirante tanto durante el proceso de dilatación como en el de relajación (Figura 13).

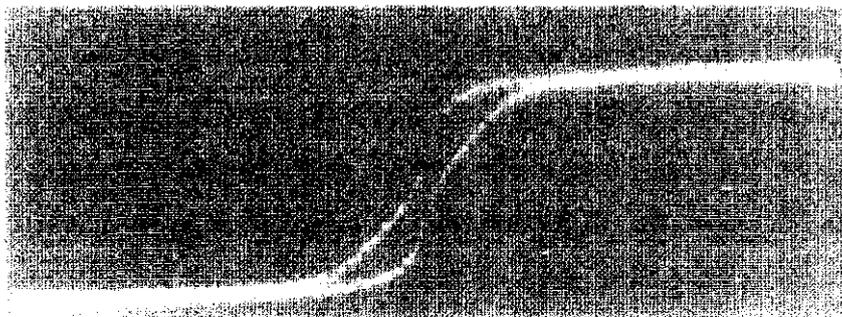
En la figura 13a se muestra el dispositivo dentro de un recipiente lleno de aceite, de forma que la muestra queda totalmente inmersa en él. La figura 13b constituye una ampliación de dicho dispositivo en el que se observa cómo un extremo de la muestra permanece fijo, mientras que el otro puede moverse, ya que el soporte puede girar



(a)



(b)



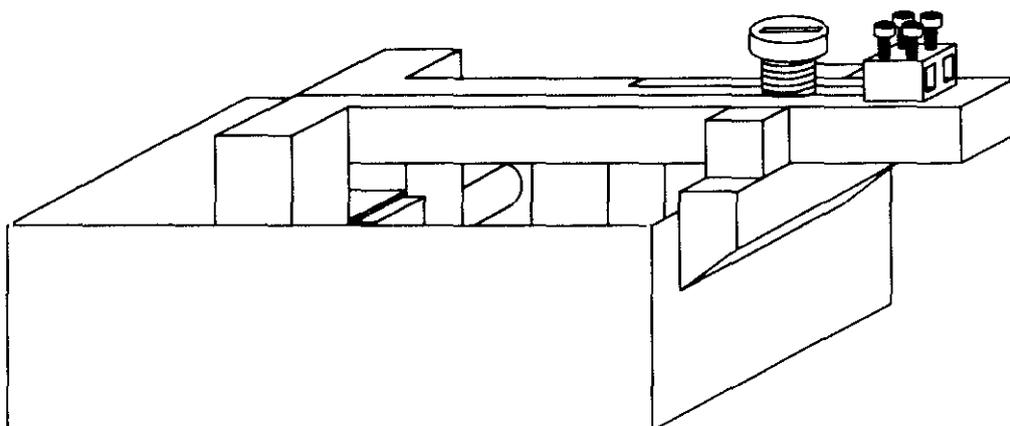
(c)

Figura 12. Ciclos de tres zonas distintas de la superficie de una muestra recocida en atmósfera de Argón.

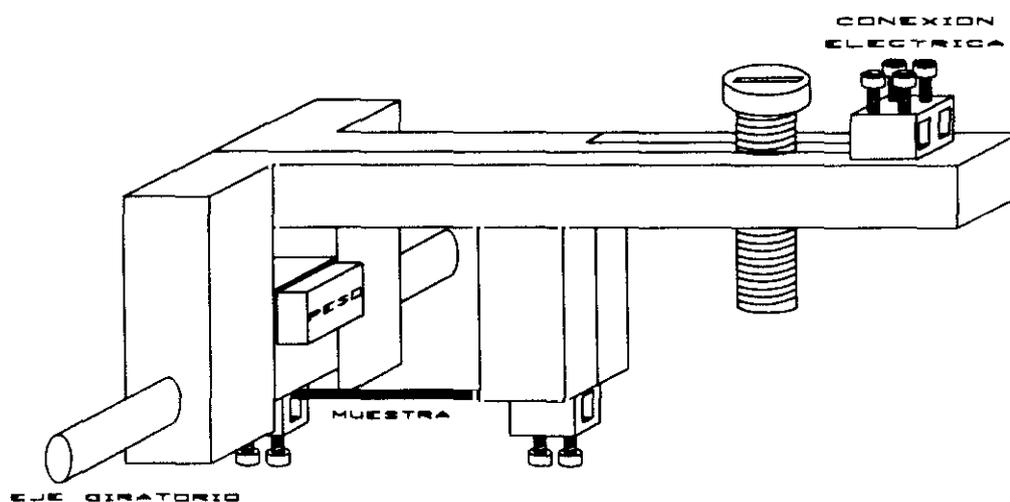
alrededor de un eje. Este último soporte tiene un peso en la parte interior de manera que, al calentarse la muestra y querer pandearse, el peso empuja el soporte en dirección contraria, con lo que la muestra siempre permanece tirante.

El tratamiento se ha realizado aplicando pulsos de corriente de 12.6 A a distintas muestras en varios tiempos. Los ciclos de histéresis se pueden observar en la figura 14, los cuales se han obtenido aplicando un campo magnético relativamente bajo, en concreto del orden de 300 A/m. En dichos ciclos se puede ver que a medida que aumenta el tiempo de duración del pulso de corriente, el ciclo se va tumbando, y la imanación de saturación aparentemente disminuye a partir de 3072 ms, lo que indica que la muestra ha empezado a cristalizarse. Para confirmar este último punto, se ha aplicado un campo magnético mayor (del orden de 40000 A/m) para asegurarnos la saturación del material. En la figura 15 se pueden observar dichos ciclos, que confirman el hecho de que para un tiempo de 3072 ms el material se empieza a cristalizar, ya que aparece un doble ciclo, correspondiendo la parte estrecha a la zona amorfa del material, y la ancha a la zona cristalizada, como ya habíamos observado anteriormente. El lazo de la zona saturada de los ciclos se debe a ruido de 50 Hz.

El tiempo máximo empleado en el recocido con pulsos de corriente a todas las muestras fué 4096 ms, y como se puede observar en la figura 15, para ese tiempo la muestra no se ha cristalizado totalmente. Se ha observado que en este tratamiento es necesario que se caliente primero el aceite que hay alrededor de la muestra, para conseguir que ésta empiece a calentarse. Puede comprobarse este fenómeno por la aparición de burbujas alrededor de la misma. Por este último motivo se decidió usar materiales disipativos distintos, y se eligieron la cerámica y el vidrio. En las figuras 16, 17 y 18 se muestran los ciclos obtenidos usando la cerámica y el vidrio como material disipativo. En dichas figuras se puede apreciar en el caso de la cerámica (figuras 16 y 17) que para un pulso de 70 ms empieza la cristalización, ya que la imanación de saturación a bajo campo disminuye (el campo aplicado no es lo suficientemente grande como para saturar el ciclo) y aparece un doble ciclo a campo alto, y para un pulso de 100 ms la muestra está totalmente cristalizada, ya que la imanación de saturación a bajo campo se hace cero.



(a)



(b)

Figura 13. Dispositivo usado en el recocido de muestras sumergidas en aceite de silicona.

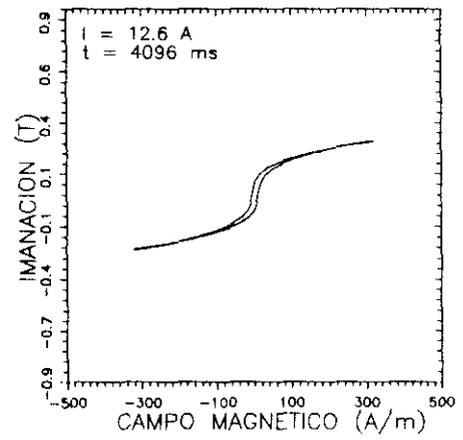
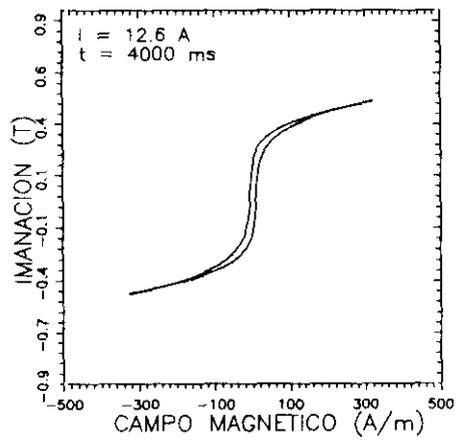
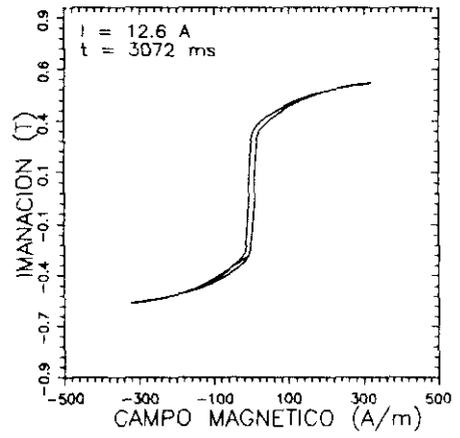
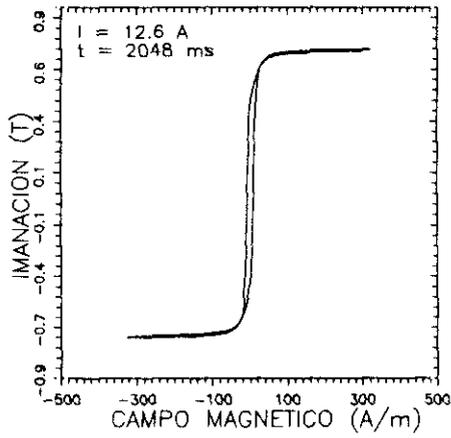
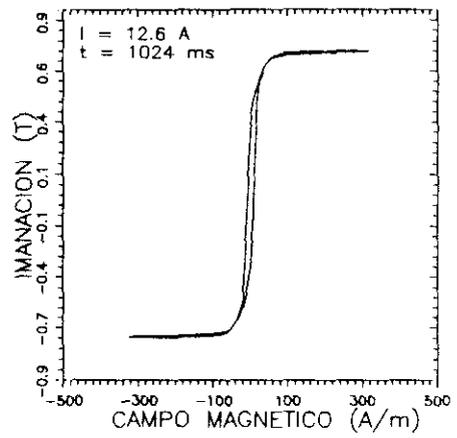
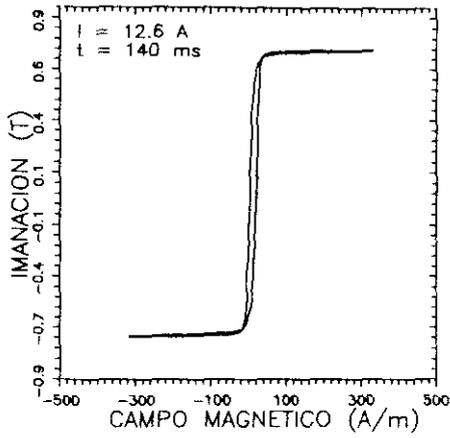


Figura 14. Ciclos a bajo campo de muestras disipadas con aceite.

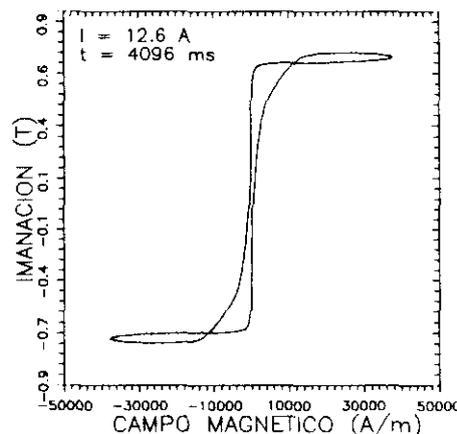
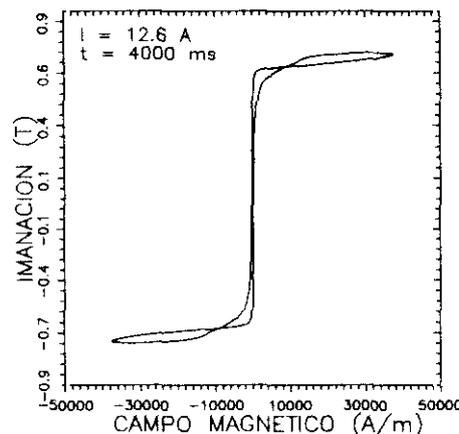
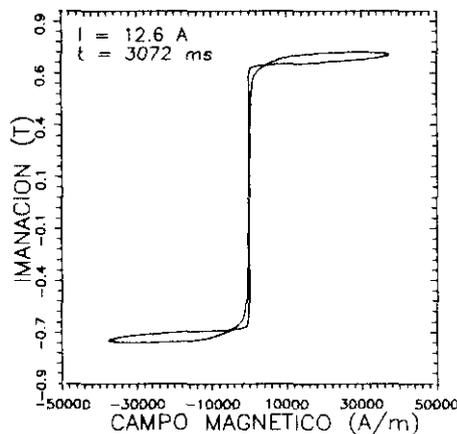
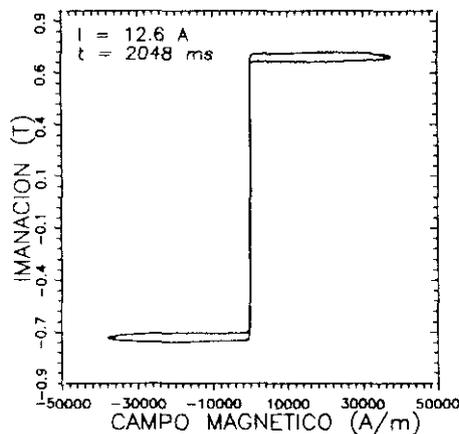
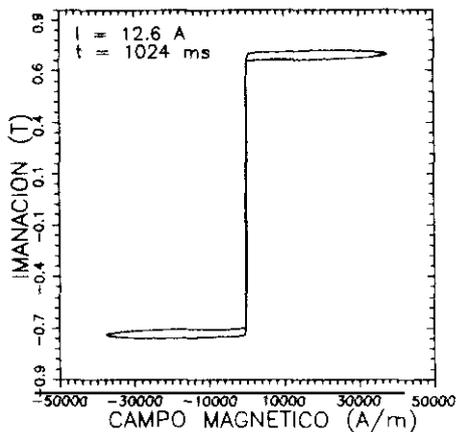
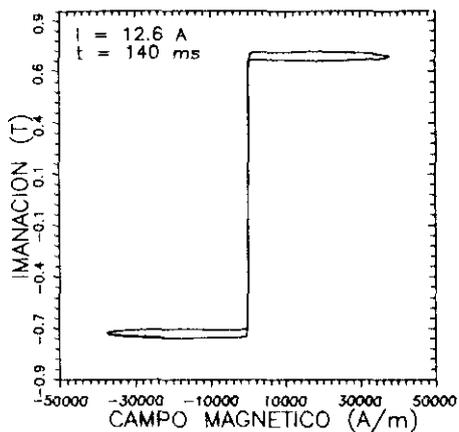


Figura 15. Ciclos a campo alto de muestras disipadas con aceite.

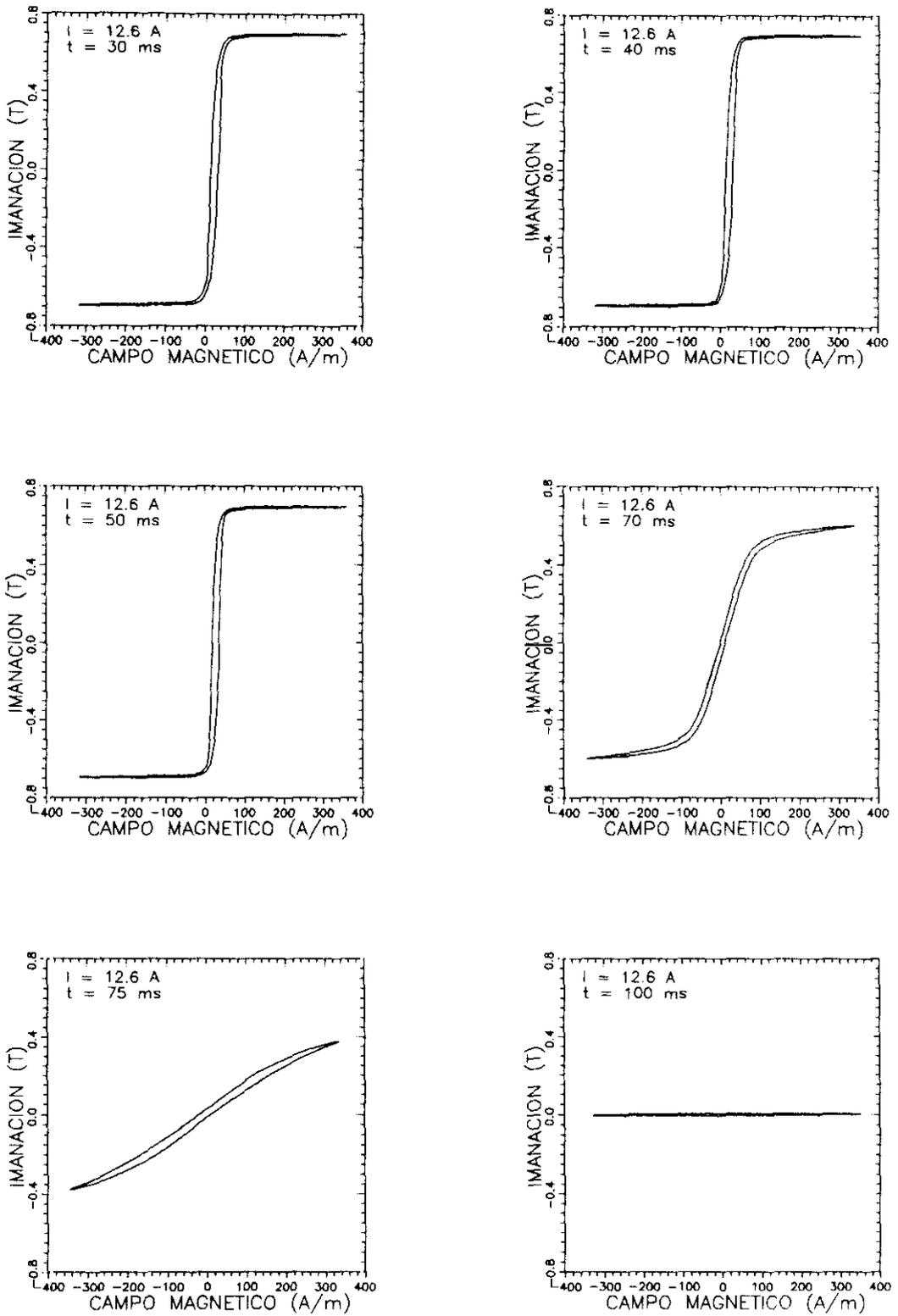


Figura 16. Ciclos a bajo campo usando cerámica como material disipativo.

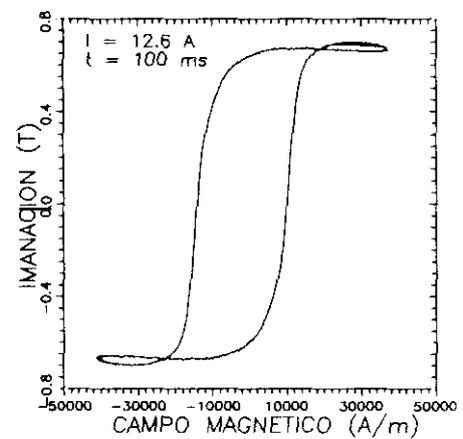
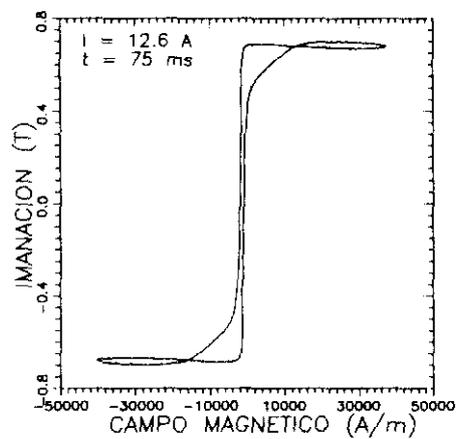
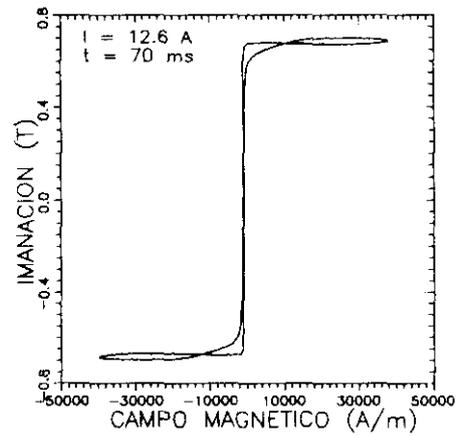
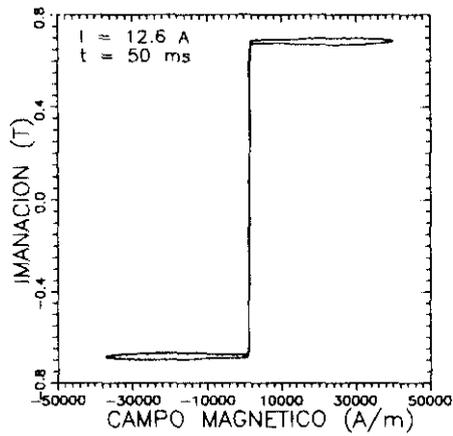
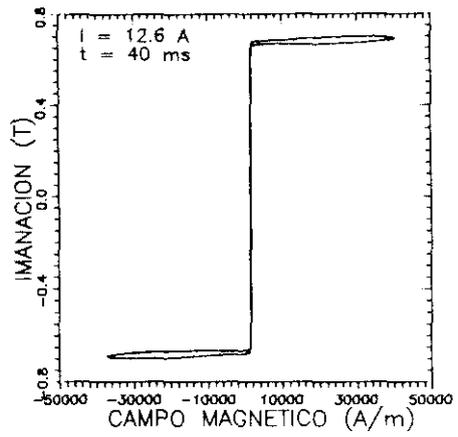
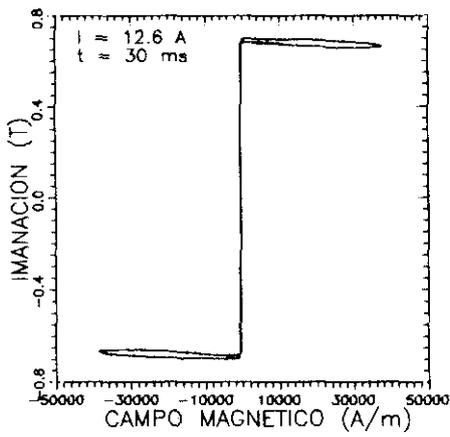
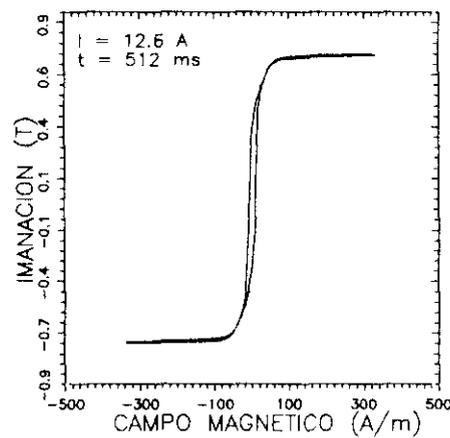
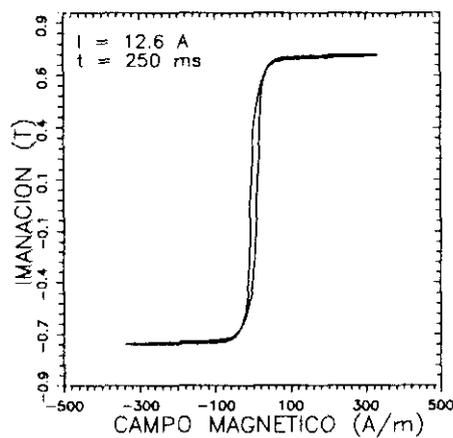
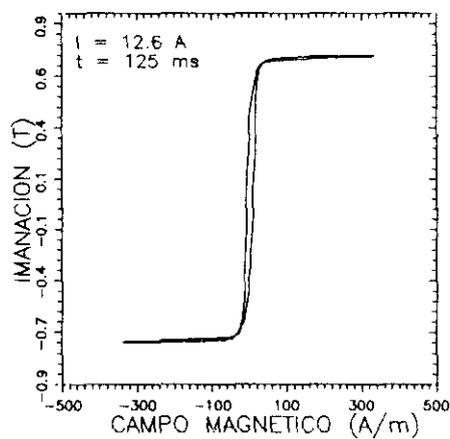
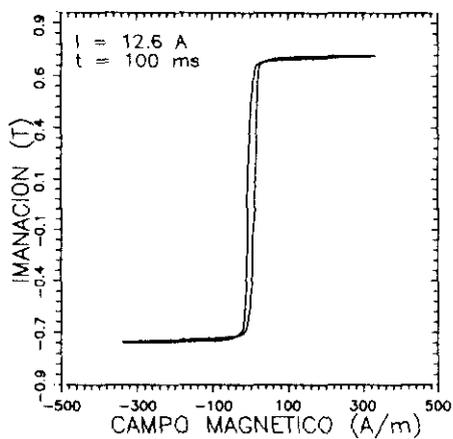
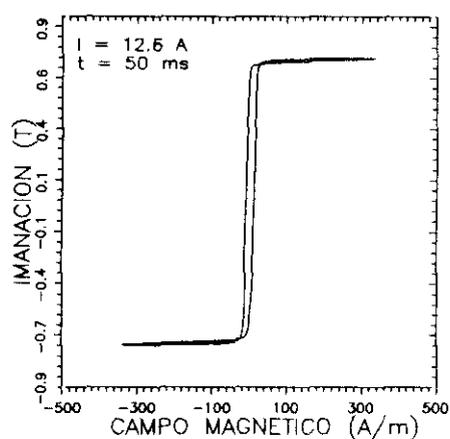
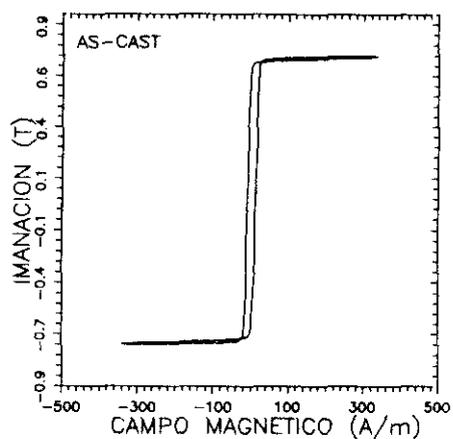


Figura 17. Ciclos a campo alto usando cerámica como material disipativo.



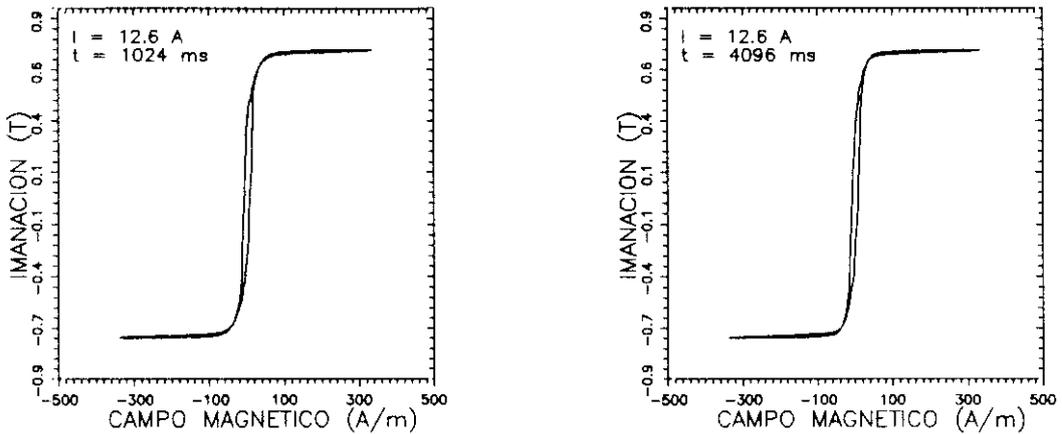


Figura 18. Ciclos obtenidos usando vidrio como material disipativo.

Sin embargo, en el caso del vidrio (figura 18) se puede observar como no se ha llegado ni al comienzo de la cristalización, ya que para el pulso de máxima duración (4096 ms) la imanación de saturación permanece constante.

Si comparamos los resultados obtenidos con los distintos materiales disipativos se puede comprobar que el material cristaliza con distintos tiempos de pulso. En la tabla 3 se presentan los tiempos de cristalización de muestras de 12 cm de longitud, 1.2 mm de anchura y 20  $\mu\text{m}$  de espesor, para pulsos de corriente de 13 A.

MATERIALES	Cerámica	Aceite	Argón	Pyrex
TIEMPOS(ms)	100	3072	70	4200

Tabla 3. Tiempos de cristalización de cintas amorfas 2705 M en contacto térmico total con distintos materiales disipativos, para una corriente de recocido de 13 A.

A la vista de los resultados obtenidos, se puede sacar la conclusión de que se ha conseguido el propósito inicial (muestras con superficies amorfas y núcleo cristalizado, pero posteriores estudios mediante efecto Kerr volvieron a darnos el mismo resultado que con las muestras tratadas en atmósfera de Argón, es decir, que mediante este

método no hemos logrado conseguir nuestro objetivo. La conclusión que se puede sacar es que debe haber tenido lugar un recocido inhomogéneo de las muestras. Esto se comprobó inicialmente, mediante la observación de ciclos de histéresis en distintos puntos de una misma muestra.

En la figura 19 se pueden observar los ciclos de histéresis de diferentes partes de una muestra del Metglas 2605 SC. El recocido se realizó mediante la aplicación de un pulso de 14.25 A de intensidad durante 1792 ms, siendo el material disipativo utilizado el vidrio. Como se puede apreciar, el recocido producido en el volumen es bastante inhomogéneo: hay zonas totalmente cristalizadas (ciclo ancho), otras amorfas (ciclo estrecho) y la mayoría presenta ciclo doble, es decir, parte amorfa y parte cristalizada.

Una forma alternativa de estudiar el proceso de la cristalización del material, es a partir del análisis del contenido de armónicos correspondientes a los ciclos de histéresis vistos anteriormente, tal y como se puede observar en el apéndice A.

#### III.4.2 - Dominios magnéticos

Con el fin de observar la distribución de los dominios en la superficie de las muestras una vez tratadas, se ha utilizado la técnica Bitter. Observaciones de la configuración de dominios de materiales amorfos ricos en Fe y en Co han sido realizadas por diversos autores [14 - 21]. Más concretamente, en estudios realizados sobre el Metglas 2605 SC, J.M. González y colaboradores [22] encontraron unas estructuras de dominios en forma de islas, muy parecidas a las observadas en algunos materiales policristalinos uniáxicos con imanación normal a la superficie. Estas estructuras ya habían sido observadas en diversos materiales amorfos obtenidos por enfriamiento rápido [23-24] o electrolíticamente [25-26]. Las zonas de imanación perpendicular ("islas"), son aproximadamente regiones de forma circular o elipsoidal. Sus dimensiones van de las 100  $\mu\text{m}$  a las 300  $\mu\text{m}$ , y no se han observado en estas muestras una disposición regular de esas zonas de imanación perpendicular.

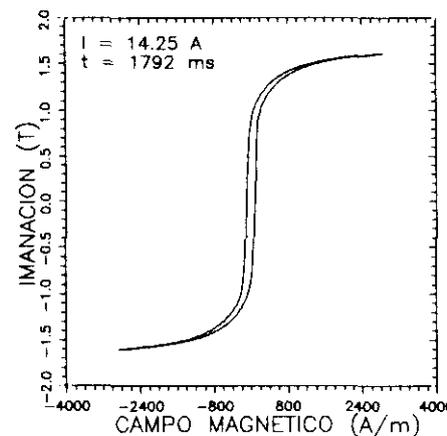
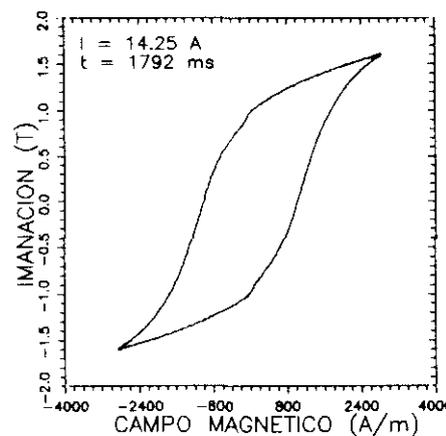
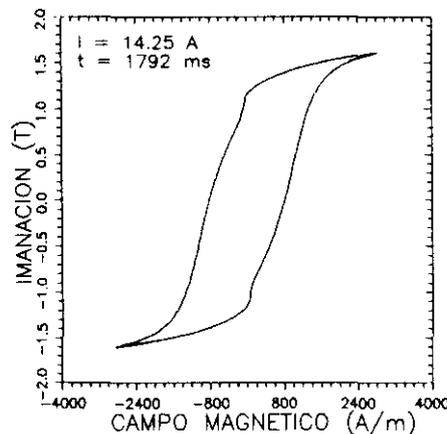
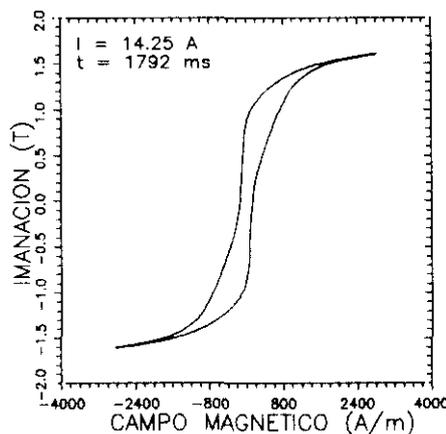
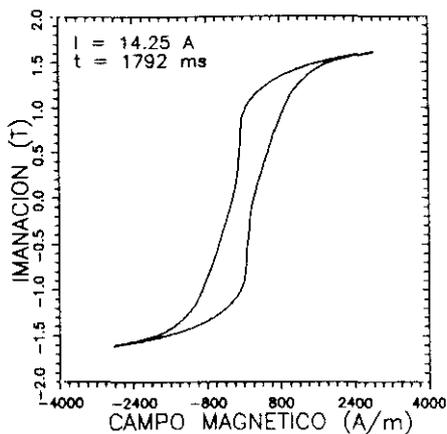
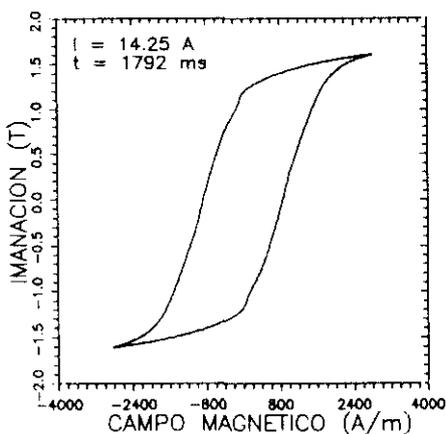


Figura 19. Ciclos de una muestra 2605 SC usando vidrio como disipador.

En el interior de estas islas la imanación se dispone en bandas ("stripes") en las que se alterna el sentido entrante con el saliente de la superficie. Los stripes forman una estructura usualmente laberíntica y en algunas zonas se puede apreciar la aparición de estructuras de cierre.

Estas zonas de imanación perpendicular se alternan a lo largo de toda la muestra con zonas de imanación paralela a la superficie, en las que existen dominios separados por paredes de  $180^\circ$ . Las paredes son rectilíneas si se encuentran alejadas de las islas, pero se curvan en las proximidades de estas zonas de imanación perpendicular llegando a rodearlas.

La estructura de dominios observada en este material [22-24] nos lleva a considerar la existencia en las muestras de dos regiones con diferente eje fácil local. Una zona cuyo eje fácil es paralelo a la superficie de las muestras, y otra zona donde el eje fácil es perpendicular a la superficie.

Por el contrario, el Metglas 2705 M presenta una estructura de dominios bastante diferente y muy simple [27]: aparecen paredes de Bloch de  $180^\circ$ , rectas, paralelas y equiespaciadas (distancia media entre paredes  $\approx 0.3$  mm). Este tipo de dominios en muestras as-cast no han sido observados [28], ya que éstas presentan una anisotropía dirigida según el eje fácil longitudinal. La dirección de estas paredes forma un pequeño ángulo ( $\approx 20^\circ$ ) con la dirección del eje de la cinta, y no se aprecian zonas con imanación perpendicular a la superficie de la muestra. Si se calcula, siguiendo a Bozorth [29], el factor desimanador de nuestras muestras en la dirección perpendicular a su superficie, se obtiene un valor de 0.998. La imanación encuentra pues, mucha dificultad para disponerse en esta dirección, ya que el campo desimanador es muy elevado. Como la constante de anisotropía es pequeña ( $K = 15 \text{ Jm}^{-3}$ ), en el estado desimanado será más favorable para la imanación disponerse paralelamente a la superficie de la muestra.

Esas configuraciones se han obtenido en muestras que no han sido sometidas a ningún tipo de tratamiento o que han sido calentadas previamente para relajar las

tensiones internas producidas en el proceso de fabricación de los materiales. En nuestro caso, las muestras han sido sometidas a procesos térmicos elevados, que naturalmente van a modificar la estructura de dominios en las mismas. Para poder llegar a entender la anisotropía inducida y la configuración de dominios de las muestras tratadas, es necesario detenemos brevemente en el papel que van a jugar las distintas tensiones que se van a inducir durante el recocido.

Si consideramos una muestra con anisotropía en el plano, cuando aplicamos una tensión se incrementa dicha anisotropía en  $K = K_0 + 3\lambda\sigma/2$ , donde  $K_0$  es la anisotropía inicial en el plano. Esto produce una disminución del campo coercitivo debida a la homogeneización de la muestra producida por las tensiones externas. En efecto, teniendo en cuenta el cálculo realizado por S. Chicazumi [30]

$$H_c = \frac{\pi\lambda\sigma_i\mu_0}{2M_s\cos\theta} \sqrt{\frac{A}{\frac{3}{2}\lambda\sigma_{ext}l^2}}$$

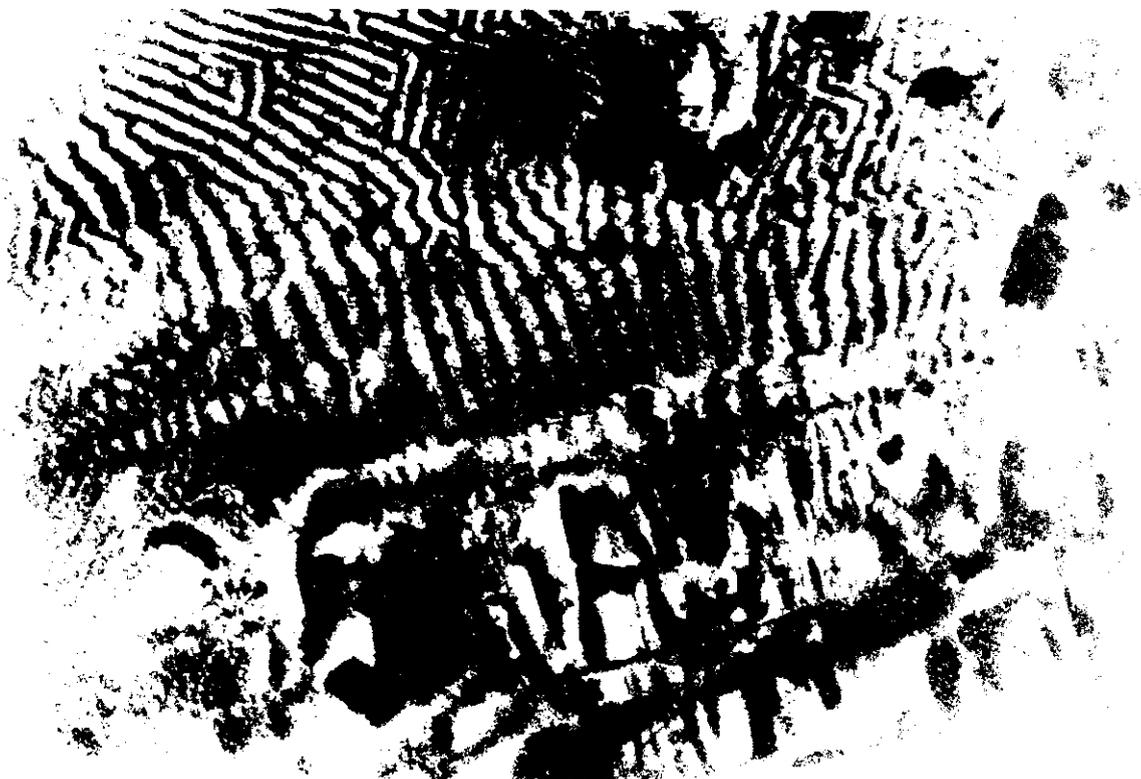
tendremos que al incrementarse  $\sigma_{ext}$  el campo coercitivo  $H_c$  disminuye.

Veamos ahora como afecta la acción de las tensiones sobre muestras con anisotropía normal a la superficie. El valor de la energía de anisotropía cuando aplicamos una tensión perpendicular al eje inicial de la muestra es de  $K_0 = 3\lambda\sigma/2$ ; luego la anisotropía resultante será perpendicular a la superficie de la muestra si  $K_0 > 3\lambda\sigma/2$ , estará en el plano si  $K_0 < 3\lambda\sigma/2$  o el material será isótropo cuando  $K_0 = 3\lambda\sigma/2$  [24].

En la figura 20 se puede observar la configuración de dominios de una muestra de 12 cm de longitud del Metglas 2605 SC, después de haberla recocido durante 896 ms con una intensidad de 14,25 A. El tratamiento se realizó disipando el calor con vidrio, y se pueden ver en dicha figura dos zonas claramente separadas, una con anisotropía inducida en el plano de la muestra en la zona del borde de la misma, que se corresponde con la parte baja de la imagen, y otra que es donde aparecen los dominios stripes en donde se ha inducido una anisotropía perpendicular a la superficie. Como se puede deducir de la imagen, y esto corrobora nuestras aseveraciones anteriores, el proceso térmico ha sido bastante inhomogéneo, de manera que se han

inducido anisotropías locales en las muestras al comprimirse o dilatarse distintas zonas de las mismas.

Esta anisotropía local inducida se distribuye irregularmente a lo largo de la muestra, con lo que nos propusimos el poder controlar este proceso, y conseguir inducir anisotropías locales a voluntad, entre otras razones por el posible interés tecnológico que pueden tener los materiales así obtenidos.



**Figura 20.** Configuración de dominios del Metglas 2605 SC recocido durante 896 ms con una intensidad de 14.25 A y usando vidrio como material disipativo.

Para ello hicimos diferentes recocidos locales recubriendo distintas zonas de las muestras con material disipativo. En concreto, los dos tipos de recocidos locales que se han realizado se pueden observar en la figura 21.

Las muestras de tipo A se obtienen colocando el material disipativo en los bordes; en particular, para facilitar el tratamiento se usaron muestras de 2.4 mm de ancho de manera que la zona central en la que no hay material disipativo, es una franja de 0.6 mm de ancho. Al hacer pasar una corriente se va a calentar más el centro que

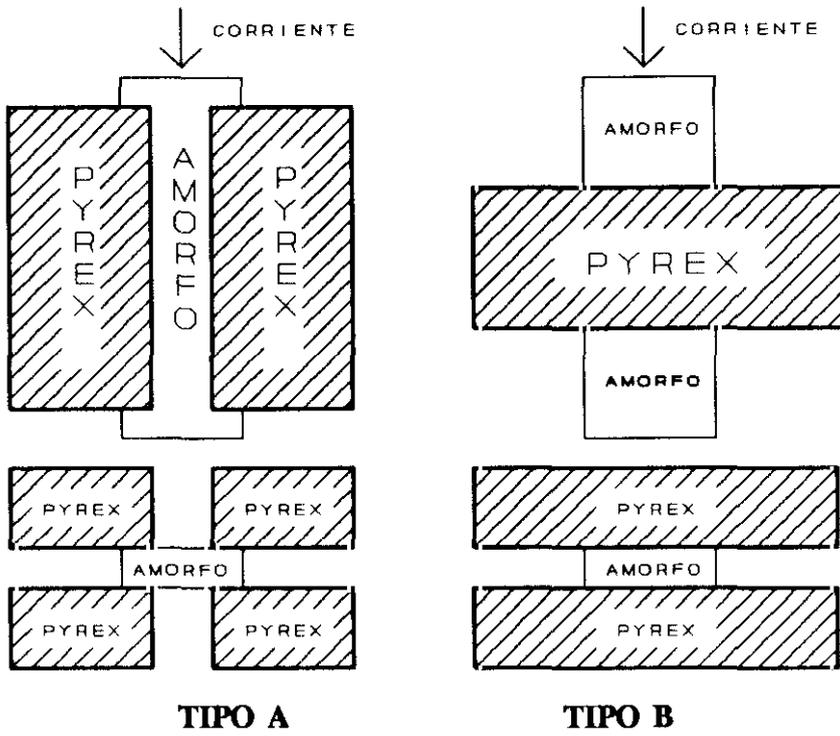


Figura 21. Disposición del material disipativo en el recocido.

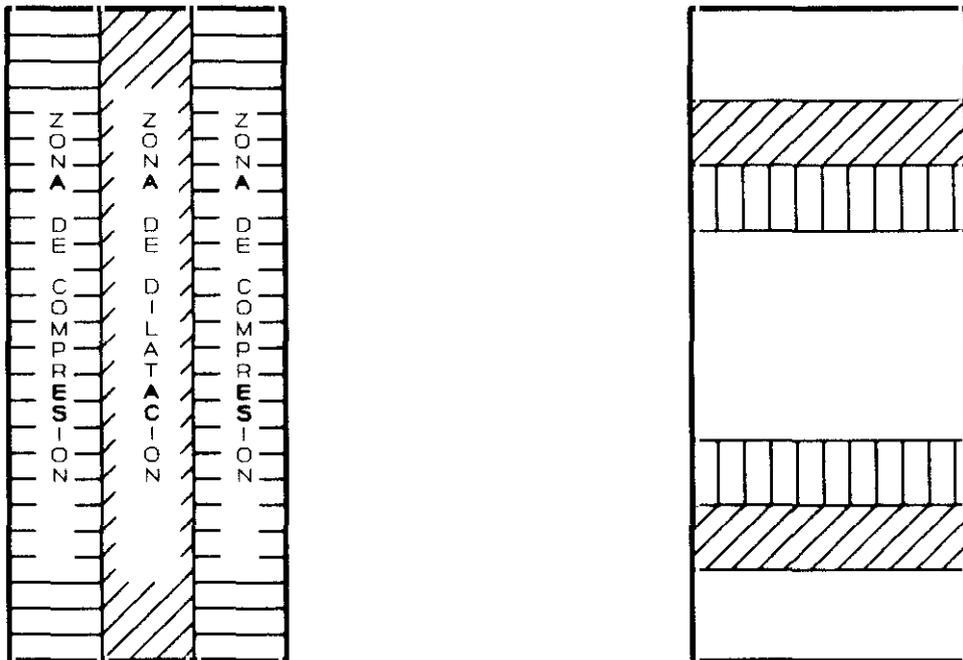


Figura 22. Distribución de tensiones en las muestras tipo A y B.

los bordes, con lo que el centro se dilatará. Al terminar el pulso de corriente, la muestra se va a enfriar de manera que el centro va a permanecer tensado, mientras que los bordes van a sufrir una compresión.

Las muestras de tipo B se obtienen colocando los disipadores transversalmente en el centro, de forma que se calentarán más los extremos, con lo cual éstos se dilatarán, y al enfriarse comprimirán el centro. En la figura 22 se puede observar la distribución de las tensiones en los dos tipos de muestras.

Dicha distribución de tensiones dará lugar a determinadas configuraciones de dominios, dependiendo del signo de la constante de magnetostricción. Veamos como se distribuyen los dominios en los dos tipos de muestras.

### **Muestras de tipo A**

Con objeto de minimizar la energía de anisotropía almacenada por la muestra, la imanación tiende a disponerse según la dirección fácil local. Por lo tanto, en el Metglas 2605 SC, como su constante de magnetostricción es positiva, en la zona tensada aparecerán dominios de imanación paralela a la superficie, separados por paredes de  $180^\circ$  dispuestas paralelamente a la dirección de la tensión.

En efecto, en el ángulo inferior derecho de la figura 23 se puede observar la parte central de una muestra recocida con una intensidad de corriente de 13 A durante 128 ms, mientras que el borde se encuentra en el ángulo superior izquierdo. Como se puede ver, en la parte central la imanación se encuentra en la dirección de la tensión, que coincide con la dirección longitudinal de la muestra, mientras que en el borde aparecen dominios stripes, en los que la imanación se dispone perpendicularmente a la superficie del material. La figura 24 es una ampliación de la zona central, donde se aprecia más claramente la aparición de las paredes longitudinales, y la figura 25 muestra una ampliación de los dominios stripes aparecidos en el borde.

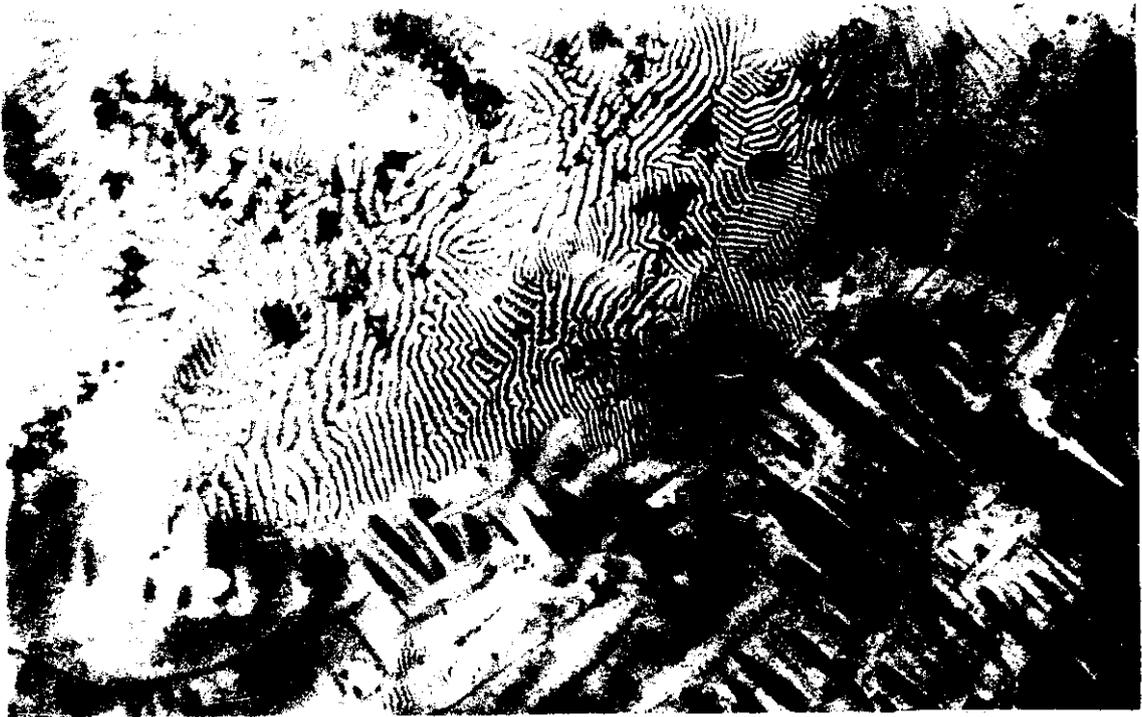


Figura 23. Configuración de dominios del Metglas 2605 SC. La esquina inferior derecha corresponde a la parte central de la muestra.



Figura 24. Detalle de la parte central de la muestra 2605 SC.

Como se ha mencionado anteriormente, en los bordes aparecerá una compresión en la dirección longitudinal, con lo que la imanación se dispondrá perpendicularmente

a ella. Que la imanación se ponga perpendicular a la compresión significa, que puede ponerse perpendicularmente a la superficie de la muestra o a la dirección longitudinal en el plano de la misma. En las figuras 26 y 27 se puede observar la configuración de dominios de los bordes de la muestra, en donde aparecen dominios transversales a la dirección longitudinal. Asimismo, en la figura 26 se aprecia que aparecen simultáneamente dominios stripes, y en la figura 28 coexisten claramente dominios stripes, con imanación perpendicular a la superficie, y dominios transversales con imanación en el plano de la superficie.

Esto viene a confirmar la posible disposición de la imanación en dos direcciones perpendiculares a la compresión. Un detallado estudio de la configuración de dominios en función de las tensiones y compresiones aplicadas en este tipo de materiales ricos en Fe se puede encontrar en [24] y [27].



Figura 25. Detalle de los dominios stripes que aparecen en el borde de la muestra.



Figura 26. Borde izquierdo de la muestra 2605 SC.



Figura 27. Borde derecho de la muestra 2605 SC.



**Figura 28.** Borde de la muestra en la que aparecen dominios perpendiculares y paralelos a la superficie de la muestra 2605 SC.



**Figura 29.** Configuración de dominios de una muestra 2705 M. Se pueden apreciar dominios stripes en la parte central de la muestra.

El mismo tratamiento se ha realizado en el Metglas 2705 M. Como la constante de magnetostricción de este material es negativa, la imanación se dispondrá en la

dirección perpendicular a la tensión. En la figura 29 se puede observar la configuración de dominios de una muestra recocida con una intensidad de 13 A durante 128 ms. En ella aparecen dominios stripes en la zona central, con lo que, al disponerse la imanación perpendicularmente a la tensión, tendremos que la zona central está tensada. De la misma forma, se han observado paredes longitudinales en los bordes, lo que confirma completamente la distribución de tensiones propuesta.

### Muestras de tipo B

Estas muestras van a sufrir compresiones en la zona central recubierta con el material disipativo, mientras que las zonas sin recubrir estarán tensadas. Debido a esto en las muestras de magnetostricción negativa la imanación se dispondrá en la dirección perpendicular a la tensión, como se puede observar en las figuras 30 y 31. En ellas se ve como en la zona sin recubrir (ángulo superior derecho de las imágenes) aparecen dominios stripes, que indican la disposición perpendicular de la imanación a la superficie.



**Figura 30.** Estructura de dominios de una muestra tipo B ( $\lambda_s < 0$ ). El ángulo superior derecho es la zona sin recubrir.

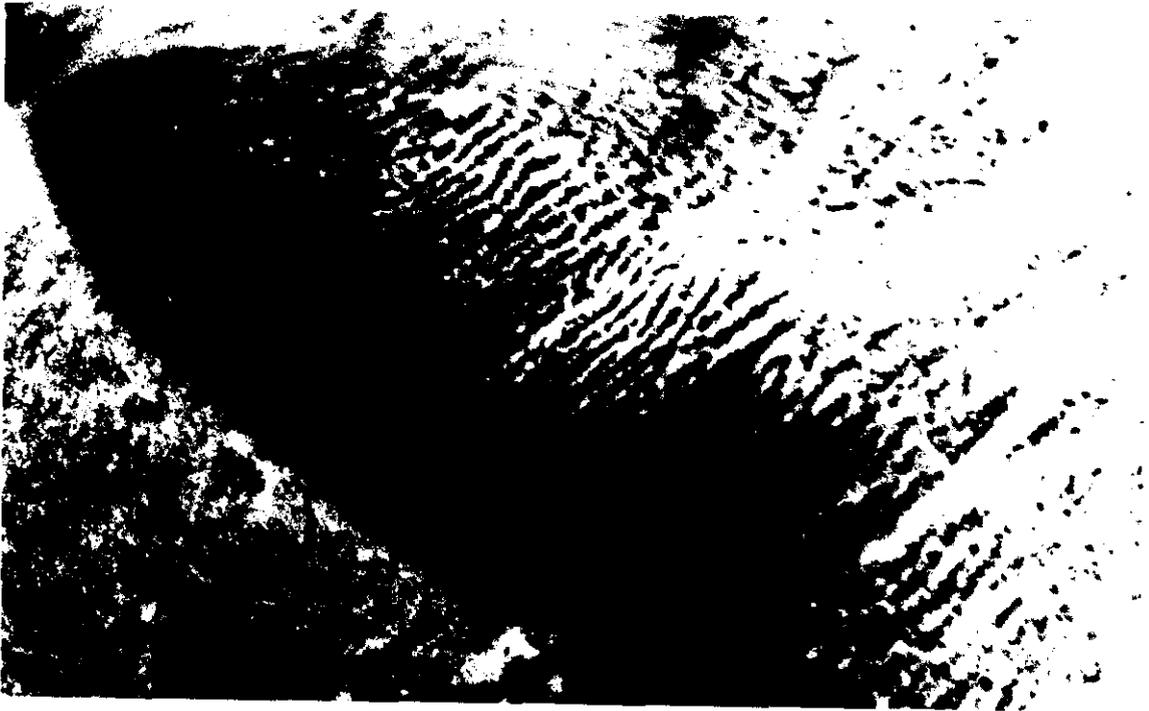


Figura 31. Detalle ampliado de la figura 30.



Figura 32. Estructura de dominios de una muestra tipo B ( $\lambda_s > 0$ ). El ángulo superior derecho es la zona sin recubrir.

De igual forma, en el material de magnetostricción positiva, tendremos que en la zona sin recubrir la imanación se dispondrá en la dirección longitudinal de la muestra, es decir, en la misma dirección que la tensión, mientras que en la zona

recubierta, al estar comprimida, se dispondrá perpendicularmente a la superficie. Si se estudia la configuración de dominios (figura 32), se ve que aparecen dominios stripes en la zona recubierta (ángulo inferior izquierdo), lo que indica la aparición de una anisotropía perpendicular a la superficie.

### **III.5 - CONCLUSIONES**

- El recocido con pulsos de corriente parece ser inhomogéneo, en contra de los existente en la literatura.
- Mediante el recocido con pulsos de corriente no se pueden conseguir muestras con núcleo cristalizado y superficies amorfas, pero sí se puede controlar la cristalización e inducir anisotropías locales mediante el recubrimiento de diversas zonas de las muestras y por tanto, inducir zonas con distintos comportamientos magnéticos.
- El estudio de los armónicos, y más concretamente del primer y tercer armónico constituye un buen método para detectar la cristalización y preparar muestras para su aplicación en la protección de documentos.
- A esta conclusión preliminar se le puede hacer la siguiente crítica: ¿Hasta qué punto conocemos el proceso de la cristalización?, ¿Cómo son esas cristalizaciones parciales?. Todo ello será objeto de estudio en el siguiente capítulo.

**III.6 - BIBLIOGRAFIA**

- [1] F.E. Luborsky and J.D. Livingston. IEEE Trans. Magn. MAG-18 (1982) 908.
- [2] C.D. Grahman Jr. J. Appl. Phys. 53 (1982) 8276.
- [3] S.D. Washko, M.L. Osborn and V.G. Veeraraghaven. J. Appl. Phys. 52 (1981) 1820.
- [4] R. Hasegawa, G.E. Fish and V.R.V. Ramanan. Proc. 4th Int. Conf. Rapidly Quenched Metals (Sendai, 1981). Publ. Japan Institute of Metals, vol. II, (1982) 929.
- [5] A.I. Taub. J. Appl. Phys. 55 (1984) 1775.
- [6] A.I. Taub. IEEE Trans. Magn. MAG-20 (1984) 564.
- [7] T. Jagielinski. IEEE Trans. Magn. MAG-19 (1983) 1925.
- [8] T. Jagielinski. J. Appl. Phys. 53 (1982) 2282.
- [9] M.R.J. Gibbs, D.H. Lee and J.E. Evetts. IEEE Trans. Magn. MAG-20 (1984) 1373.
- [10] J.M. Barandiarán, A. Hernando and O.V. Nielsen. IEEE Trans. Magn. MAG-22 (1986) 1864.
- [11] M. Vázquez, J. González y A. Hernando. J. Magn. Magn. Mat. 53 (1986) 323.
- [12] A. Mitra, M. Vázquez, A. Hernando y C. Gómez-Polo. IEEE Trans. Magn. MAG-26 (1990) 1415.
- [13] C. Morón, M.C. Sánchez, E. López, P. Sánchez and C. Aroca. J. Magn. Magn. Mat. 101 (1991) 59.
- [14] H. Kronmüller, M. Fähnle, m. Domann, H. Grimm and B. Gröger. J. Magn. Magn. Mat. 13 (1979) 53.
- [15] Y. Obi. J. Appl. Phys. 18 (1979) 119.
- [16] S.D. Washko, M.L. Osborn and G. Veeraraghaven. J. Appl. Phys. 52 (1981) 1899.
- [17] J.D. Livingston and W.G. Morris. IEEE Trans. Magn. MAG-17 (1981) 2624.
- [18] J.D. Livingston, W.G. Morris and F.E. Luborsky. J. Appl. Phys. 53 (1982) 7837.
- [19] J.D. Livingston, W.G. Morris and T. Jagielinski. J. Appl. Phys. 54 (1983) 1.
- [20] H. Fujimori, H. Yoshimoto and H. Morita. IEEE Trans. Magn. MAG-16

(1980) 1227.

- [21] A. Hubert. *J. Magn. Magn. Mat.* 6 (1977) 38.
- [22] J.M. Gonzalez and J.L. Vicent. *J. Appl. Phys.* 57 (1985) 5400.
- [23] H. Fujimori, Y. Obi, T. Masumoto and H. Saito. *Mat. Sci. Eng.* 23 (1976) 281.
- [24] C. Aroca. Tesis (1980).
- [25] I.B. Puchalsca, J.F. Sadoc. *J. Appl. Phys.* (1976) 47.
- [26] C. Aroca, J.M. Riveiro and M.C. Sánchez. Homenaje al Prof. S. Velayos, *Fac. Cc. Físicas, Ed. Lab. Mag.*, p. 64 (1978).
- [27] J.M. Gonzalez. Tesis (1986).
- [28] J.M. Gonzalez, M. Vazquez and J.L. Vicent. *J. Magn. Magn. Mat.* 54-57 (1986) 261.
- [29] Bozorth. *Ferromagnetism*, Van Nostrand (1968).
- [30] S. Chicazumi. *Physics of Magnetism*, p. 285 (1964).



## **CAPITULO IV**

### **EMISIVIDAD**

**IV.1 - Introducción**

**IV.2 - Método experimental**

**IV.3 - Calibrado del sistema**

**IV.4 - Resultados**

**IV.4.1 - Emisividad infrarroja**

**IV.4.2 - Resistividad. Ciclos de histéresis.**

**IV.5 - Modelo teórico**

**IV.6 - Conclusiones**

**IV.7 - Bibliografía**



#### **IV.1 - INTRODUCCION**

El tratamiento térmico de muestras mediante la aplicación de una corriente eléctrica a través de ellas ha sido ampliamente utilizado en la inducción de anisotropías en cintas amorfas [1-4], tanto para su posible aplicación en diversos dispositivos magnéticos como para el estudio de las cinéticas de diferentes procesos térmicos [5-6]. Estos tratamientos térmicos pueden producir, de una forma sencilla, rápidos cambios uniformes de temperaturas en las muestras [1-2].

Como se recordará del capítulo anterior, se obtuvieron ciclos de histéresis dobles en muestras recocidas con corriente con y sin disipadores térmicos en contacto con ellas, lo que nos llevó a pensar que dicho tratamiento no era uniforme. Para poder entender los procesos que están teniendo lugar en las muestras durante los recocidos y poder aclarar de una manera definitiva si el tratamiento con corriente es o no uniforme, es necesario recurrir al estudio de la distribución de temperaturas. Asumiendo una temperatura uniforme en la muestra sometida a este tratamiento térmico, es esperable que aparezca una distribución uniforme de microcristales en toda la muestra si se aplica un pulso de alta corriente y corta duración. Sin embargo, nuestros estudios magnéticos en muestras recocidas con corrientes [7], sugieren una distribución macroscópica de zonas cristalizadas, como se puede apreciar en el capítulo anterior, que podría deberse a distribuciones no uniformes de la temperatura. Un efecto similar, para menores intensidades de recocido, ha sido también encontrado por otros autores [2].

Por lo tanto, en este capítulo se va a realizar el estudio de la distribución de temperatura en la muestra. Esto no se pudo hacer con termopar debido a que la masa del mismo es comparable a la de la muestra, por lo que al poner en contacto ambos la lectura vendrá acompañada de un gran error. Decidimos entonces usar la termografía infrarroja que nos permite realizar el estudio mencionado en muestras de poco espesor (del orden de 20  $\mu\text{m}$ ) sin modificar la distribución de temperatura de las mismas, y para ello utilizamos una cámara CCD sensible al infrarrojo.

La termografía infrarroja, debido a su fácil realización sin la necesidad del uso de contactos con el material, ha suscitado un gran interés en los últimos años por su posible aplicación en la obtención de perfiles termográficos e inspección de defectos en dispositivos electrónicos, circuitos y otros reconocimientos a escala microscópica, así como para la vigilancia y detección en sistemas de seguridad [8-11].

Una imagen térmica producida mediante un sistema de imagen infrarroja convencional proporciona un perfil de la intensidad de radiación térmica que depende en gran medida de la emisividad local de la superficie y de la temperatura de cada elemento de área de dicha superficie. En el caso de su aplicación en nuestras muestras amorfas, los valores de la emisividad local variarán debido a las rugosidades de la superficie, pero en promedio la emisividad total de la muestra no se verá afectada por las imperfecciones de su superficie. Por ello se va a realizar el estudio de la emisión infrarroja local durante el tratamiento térmico, lo que nos va a permitir obtener la distribución real de temperaturas, cuando por la muestra pasa una corriente eléctrica, y observar la cristalización o los cambios estructurales durante el recocido.

## **IV.2 - METODO EXPERIMENTAL**

El estudio de la emisión infrarroja se ha realizado con un microscopio invertido Axiovert 10 de Zeiss de luz reflejada que puede adaptarse en circuito cerrado a un monitor en color (Figura 1). Lleva un porta reflectores deslizante HD y la iluminación se hace normalmente con una fuente de alimentación estabilizada de 12 V y 100 W.

En nuestro caso particular, la única fuente de luz será la muestra por la que hacemos pasar la corriente. La muestra utilizada es el metglas 2705 M de 1.4 mm de anchura y 20  $\mu\text{m}$  de espesor. La resolución del microscopio con el objetivo utilizado es de una micra [12].

Las imágenes son tomadas mediante una cámara CCD montada sobre un

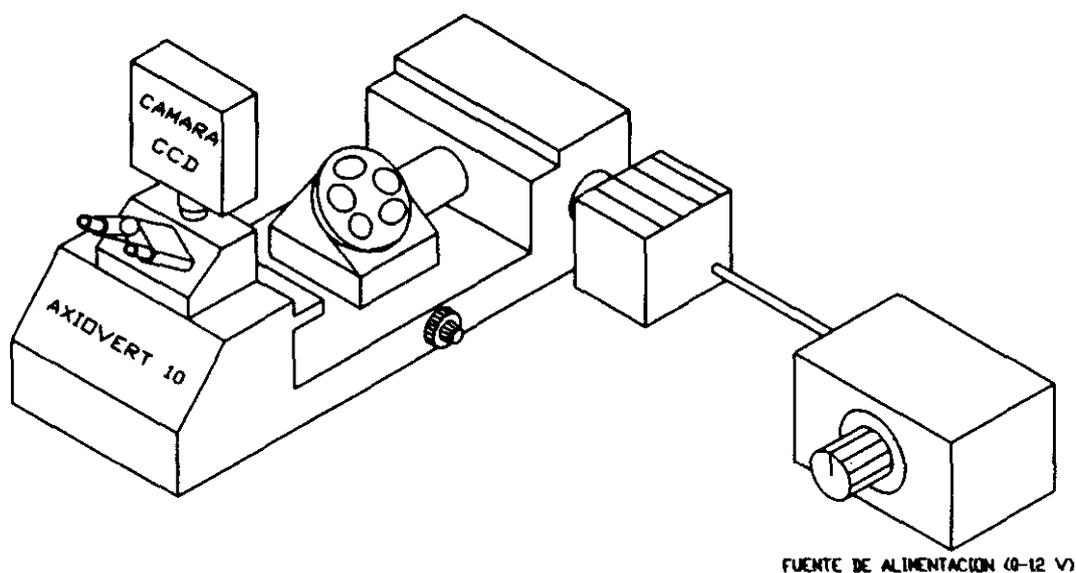


Figura 1. Dibujo esquemático del microscopio empleado para la medida de la emisividad.

criostato enfriado por nitrógeno líquido, que trabaja en barrido lento para conseguir largos períodos de integración y bajo nivel de ruido. El sistema es capaz de trabajar con muy bajos niveles de ruido y con un rango dinámico mejor que cualquier otro de los sistemas existentes actualmente. Las imágenes son obtenidas con 14 bits de resolución por pixel a una velocidad de  $50 \mu\text{s}/\text{pixel}$ . La resolución de la cámara es de  $385 \times 576$  pixels que ocupan un área total de  $8.5 \times 12.7 \text{ mm}^2$ . El ruido es equivalente a 7 electrones RMS y la eficiencia cuántica del detector CCD ha sido mejorada mediante la deposición de una película fluorescente, lo que permite extender el rango espectral desde el infrarrojo hasta el ultravioleta.

Para nuestro estudio se ha utilizado el microscopio sin ningún tipo de polarizadores, ya que como la cámara es sensible al infrarrojo y al ser la muestra la única fuente de luz, al pasar la corriente por ella la cámara detectará la emisión infrarroja de la misma.

El módulo electrónico de la cámara controla el CCD y procesa las señales generadas por éste. La cámara está unida a un ordenador mediante un cable coaxial bidireccional. El ordenador envía a través de este cable comandos digitales y la cámara

devuelve los datos de la imagen digitalizada. El sistema utilizado combina la cámara CCD con un ordenador AT compatible, y la tarjeta gráfica Wright Instruments (contiene 1 MByte de memoria organizada en 512 Kpixel\*16 bits/pixel) y un paquete de control del sistema, consiguiéndose así poder controlar la cámara y adquirir, tratar, almacenar, mostrar y procesar la imagen. Todo el sistema está conectado mediante una red local a una estación SUN que permite procesar un mayor número de imágenes en menos tiempo.

Para el tratamiento de las imágenes nos encontramos con el problema de que el paquete software suministrado por Wright Instruments es poco interactivo, y no permite el estudio y procesamiento de zonas locales de las imágenes, además limita la observación de las mismas a la tarjeta gráfica suministrada por la misma casa. Debido a esto se ha realizado un programa en Pascal que permite la observación de las imágenes en blanco y negro o en color en cualquier monitor con tarjeta gráfica SVGA. Asimismo, permite el estudio y tratamiento pixel a pixel o por zonas de las imágenes (anexo B).

### **IV.3 - CALIBRADO DEL SISTEMA**

En la calibración del sistema de medida es necesario calentar la muestra uniformemente sin interponer ningún objeto entre el camino óptico del objetivo del microscopio y la muestra. Por este último motivo se decidió construir un horno en forma de dedo caliente (heat finger) [13]. Este horno trabaja invertido para poder enfocar el microscopio sobre la muestra durante el recocido, por lo que no habrá convección, asegurando de esta forma que la temperatura de la muestra sea la del horno. En la figura 2 se puede observar el horno utilizado que consta de un cilindro macizo de cobre con capas sucesivas de amianto y kantál. El kantál está arrollado de forma no inductiva y por él se hace pasar la corriente eléctrica que calienta todo el horno. El cilindro está tapado por uno de sus extremos por amianto para mantener el calor, y en el otro extremo se coloca la muestra en contacto térmico con la superficie

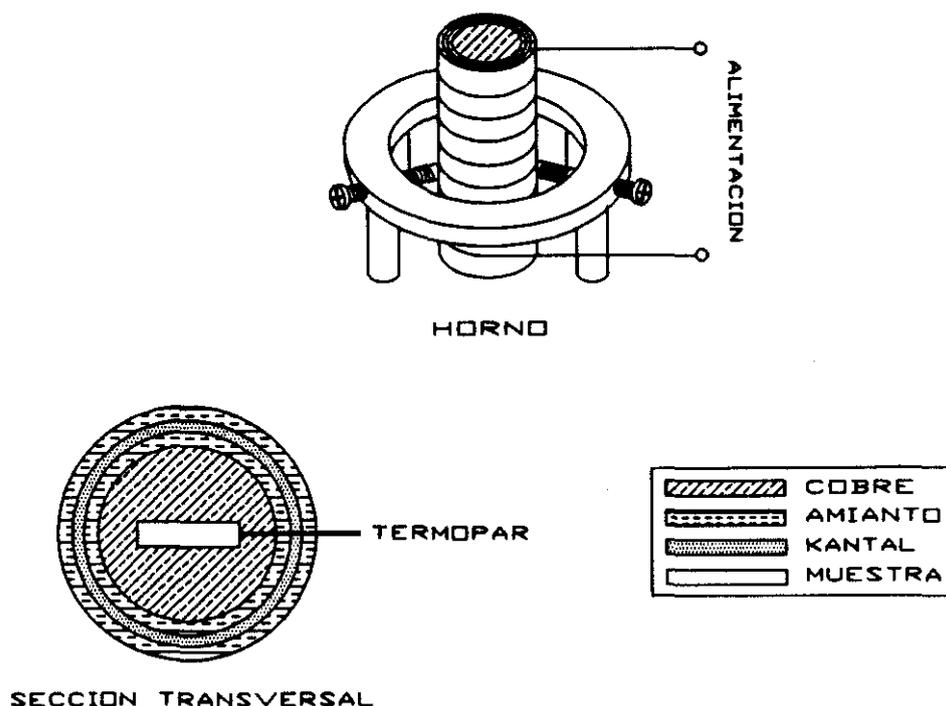


Figura 2. Dispositivo usado para el calibrado del sistema.

del cilindro anteriormente pulida. En el centro de esa superficie hay un orificio a modo de canal radial, en el cual se coloca un termopar de cromel-alumen. Para poder colocar el horno en la platina del microscopio se recurrió a una base circular tal y como se puede observar en la figura 2. De esta forma, calentado la muestra con este horno y enfocando el microscopio sobre la misma, se puede obtener la emisividad media de la muestra. Para ello se deja el obturador de la cámara abierto durante el tiempo suficiente como para recoger la imagen, por lo cual la emisividad media verdadera será la medida dividida por el tiempo de exposición.

La tabla 1 muestra los valores de la intensidad media de emisión infrarroja correspondientes a distintos valores de temperatura de la muestra. Con el dispositivo de medida se obtiene el valor de la intensidad de emisión de cada pixel, de manera que el resultado final es el valor medio de todos los pixels. De la misma forma, el error cometido en la emisividad nos lo proporciona la dispersión cuadrática media de los pixels  $\Delta E$ , con lo que para poder calcular el error cometido en la medida de la temperatura se ha recurrido a aproximar por una recta la distancia entre dos puntos

T(°C)	<E> (u.a.)	ΔE (u.a.)	t <sub>exp</sub> (s)
300	25.14	1.2	220
310	33.28	1.3	220
335	93.00	3.2	220
355	65.00	2.2	60
380	107.5	3.6	50
420	121.6	4.0	10
455	249.6	8.0	10
465	421.6	14.8	10
485	98.50	4.2	1
505	157.8	9.06	1
535	292.5	26.5	1
540	549.4	74.3	1
550	745.8	131.3	1
560	123.7	19.4	0.1
595	195.0	29.1	0.1

Tabla 1. Emisividad media y dispersión de la emisividad para cada temperatura de recocido.

consecutivos, de manera que tendremos

$$E = \alpha' T \quad (1)$$

$$\Delta T = \alpha \Delta E \quad (2)$$

donde, interpolando entre dos puntos sucesivos se obtiene

$$\alpha'_i = \frac{T_{i+1} - T_i}{E_{i+1} - E_i} \quad (3)$$

$$\alpha_i = \frac{\alpha'_{i-1} + \alpha'_i}{2} \quad (4)$$

La figura 3 muestra las curvas experimentales de la intensidad media de emisión infrarroja <E> y la dispersión de la temperatura frente a la temperatura T de la

muestra.

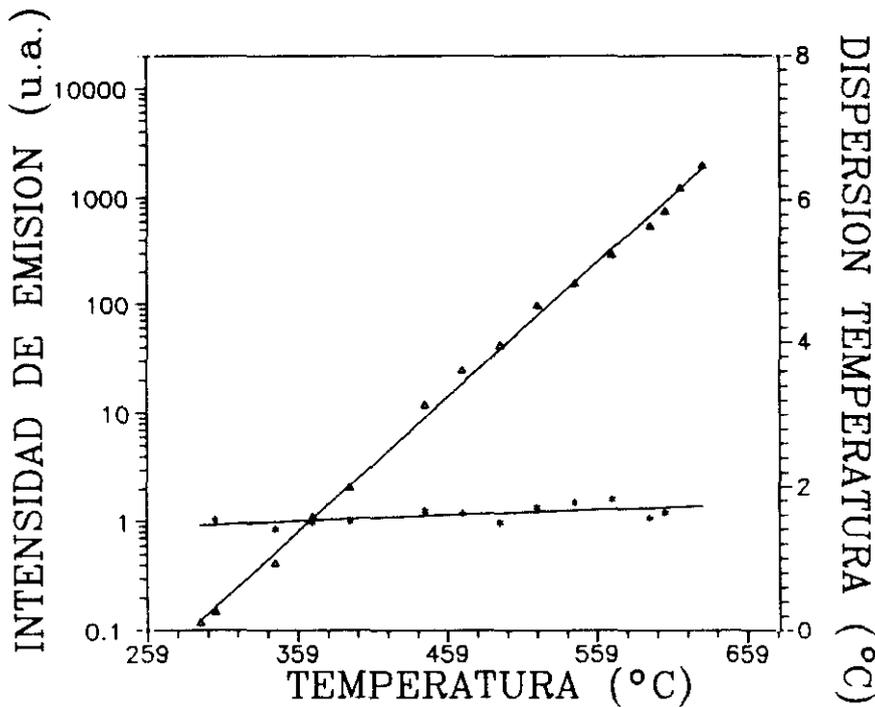


Figura 3. Intensidad media de emisión infrarroja (Δ) y valor r.m.s. de la dispersión de la temperatura (\*) frente a la temperatura de la muestra.

Estos datos se pueden aproximar a una función exponencial  $\langle E \rangle = K e^{\alpha T}$ , donde  $K = 5.16 \times 10^{-6}$  y  $\alpha = 0.034 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Así, usando este calibrado, puede calcularse la temperatura media durante el recocido con corriente del valor de  $\langle E \rangle$  correspondiente. Para cada intensidad de recocido  $I$ , la temperatura media  $\langle T \rangle$  calculada de esa forma está en buena concordancia con la relación empírica  $\langle T \rangle = \beta * I$  ( $\beta = 324 \text{ } ^\circ\text{C/A}$ ), obtenida ésta comparando las curvas de la imanación de saturación y la resistividad frente a la temperatura con las curvas de la imanación de saturación y resistividad frente a la intensidad de corriente. Dicha relación es correcta hasta la temperatura próxima a la de cristalización.

Para poder realizar el recocido con corriente y a la vez poder obtener la emisión infrarroja de la muestra con el microscopio se ha utilizado el dispositivo esquematizado en la figura 4. En ella se puede observar la colocación de una cinta elástica cuya misión es la de evitar la ondulación de las muestras al calentarse. Además, mediante un test

previo se comprobó que la temperatura de la muestra era prácticamente uniforme a 1 cm de los contactos eléctricos, por lo que se han utilizado muestras de 12 cm de longitud y las medidas se han realizado en la región central de las muestras.

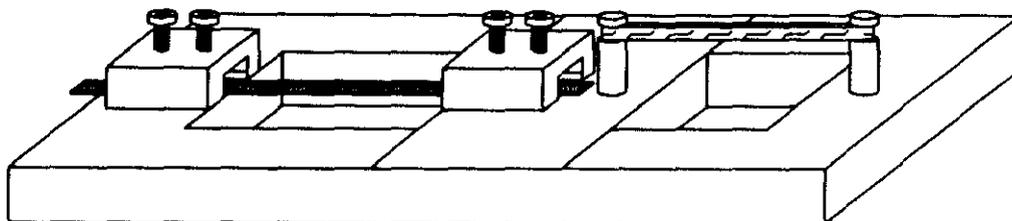
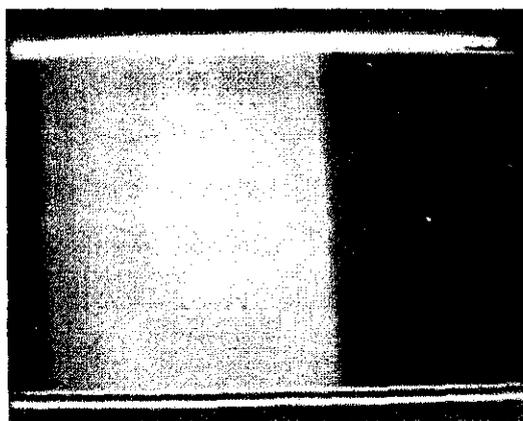


Figura 4. Dispositivo utilizado para el recocido con corriente sobre la pletina del microscopio.

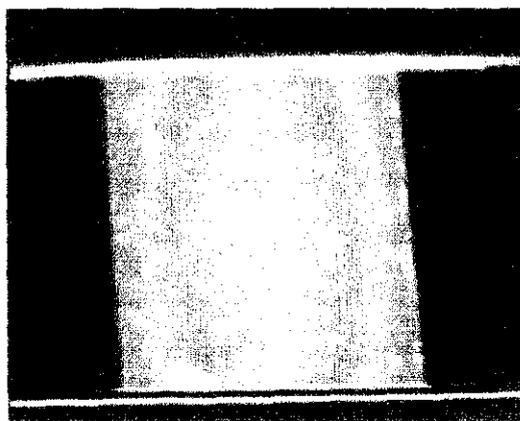
## IV.4 - RESULTADOS

### IV.4.1 - Emisividad infrarroja

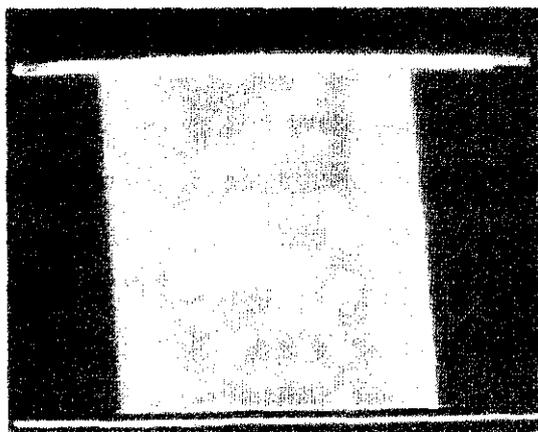
De la forma anteriormente expuesta se han conseguido distintas imágenes de la emisión infrarroja local de una muestra para distintas intensidades de recocido, como se ve en la figura 5, en donde se aprecia una distribución macroscópica no uniforme de temperaturas.



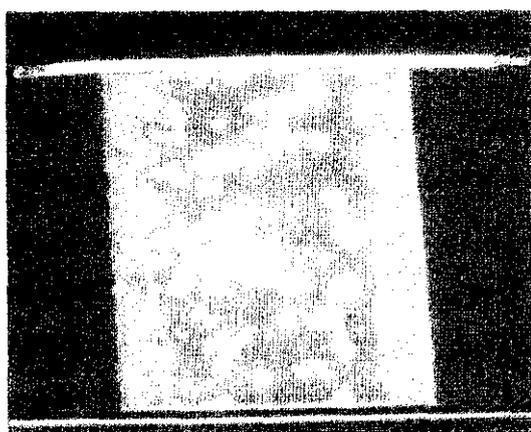
(a)



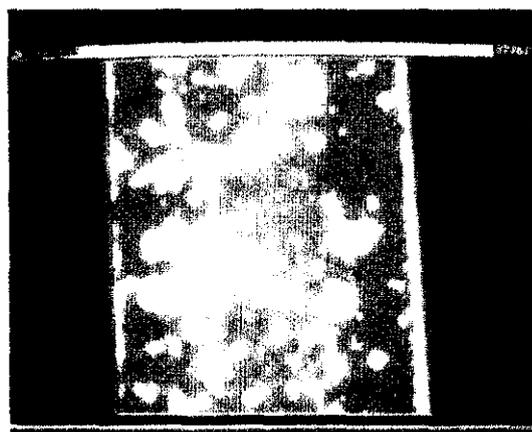
(b)



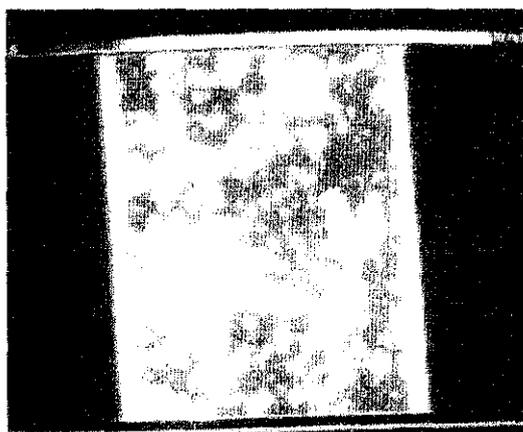
(c)



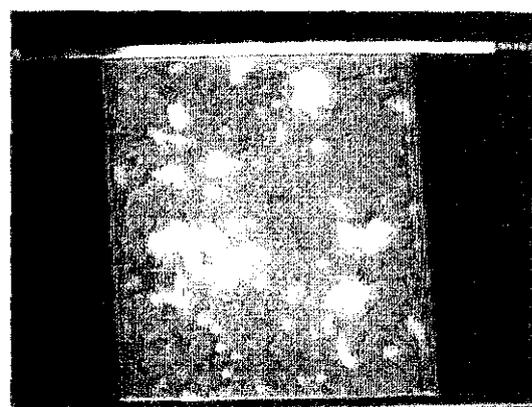
(d)



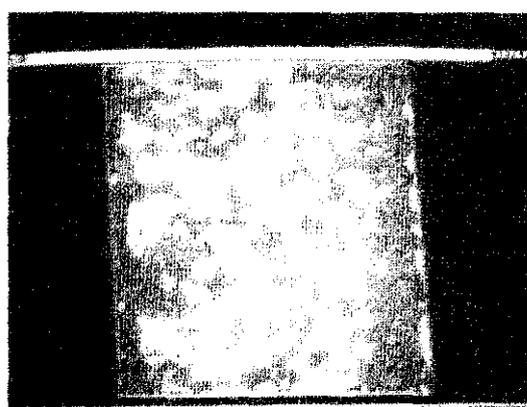
(e)



(f)



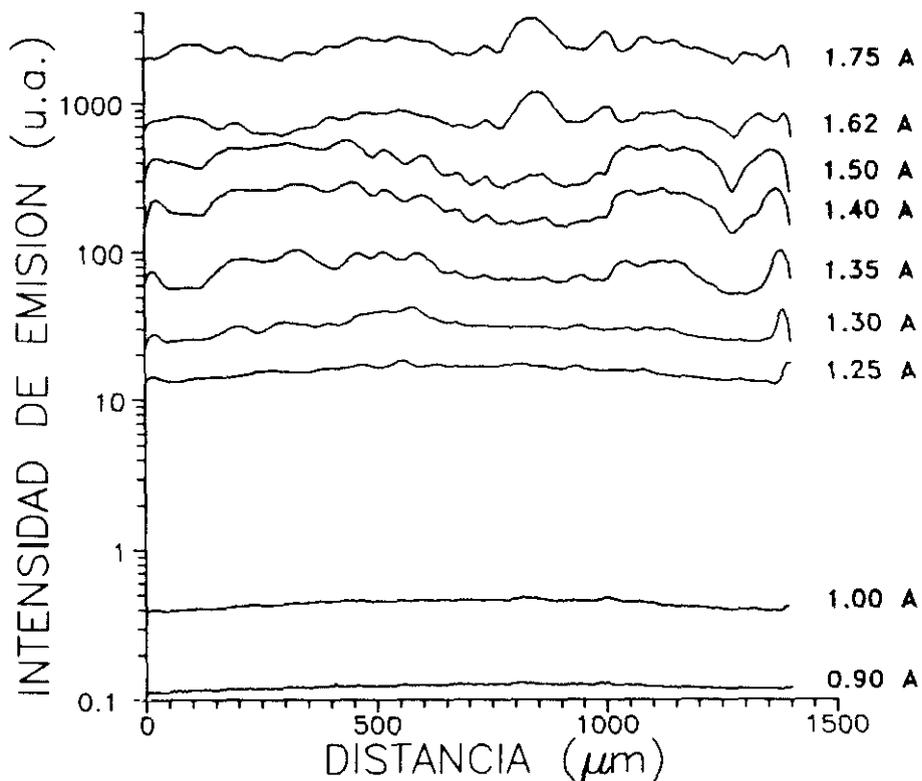
(g)



(h)

Figura 5. Emisión infrarroja local de una muestra para distintas intensidades: (a) 0.9 A, (b) 1 A, (c) 1.25 A, (d) 1.3 A, (e) 1.4 A, (f) 1.5 A, (g) 1.62 A y (h) 1.75 A.

Para intensidades de recocido bajas (la corriente atraviesa longitudinalmente la muestra), del orden de 0.9 A (fig. 5a), se puede observar que empieza a calentarse el centro de la muestra. Al aumentar la corriente, el calentamiento se va propagando hacia los bordes (figs. 5b y 5c). La zona central al estar más caliente, llega un momento en el que se empiezan a cristalizar distintas zonas de dicha región (figs. 5d y 5e) de manera que las zonas cristalizadas disiparán menos energía y disminuirá su emisión infrarroja (figs. 5f y 5g). A su vez, las zonas amorfas de los bordes de la muestra, al aumentar la corriente se calentarán más que la zona central cristalizada, como se puede observar en las dos figuras anteriores. Una vez cristalizados los bordes y el centro, al aumentar la intensidad se produce una homogeneización de la cristalización (fig. 5h).



**Figura 6.** Perfil de la intensidad de emisión infrarroja a lo largo de la anchura de la muestra para diferentes intensidades de recocido.

Para comprobar el fenómeno del calentamiento inicial de la zona central y la

inversión posterior que tiene lugar al calentarse más los bordes se recurrió al estudio de la intensidad de emisión infrarroja local de las imágenes anteriores (fig. 5). Para ello, con el programa expuesto en el Anexo B estudiamos una franja de borde a borde de la muestra de 50 pixels de ancha, lo que corresponde a una anchura de 215  $\mu\text{m}$ . En la figura 6 se puede observar el perfil de la intensidad de emisión infrarroja a lo largo de la anchura de la muestra para diferentes intensidades de recocido. En efecto, para intensidades de hasta 1.25 A hay un máximo en la zona central que puede ser debido a una mayor disipación en los bordes. Al ir aumentando la intensidad la dispersión de la temperatura crece y el perfil de la intensidad emitida cambia drásticamente alrededor de 1.4 A.

$I_{\text{rec}}$ (A)	$t_{\text{exp}}$ (s)	$\langle E \rangle$ (u.a.)	$\Delta E$ (u.a.)
0.90	400	48.63	2.98
1.00	120	53.30	3.28
1.25	75	1162	106
1.30	65	1985	266
1.35	60	4177	923
1.40	45	8417	2294
1.45	25	5233	1496
1.50	10	3588	1025
1.62	6	4699	826
1.75	0.5	1233	230
2.00	0.1	1205	214

Tabla 2. Valores de  $\langle E \rangle$  y  $\Delta E$  para distintas intensidades de recocido.

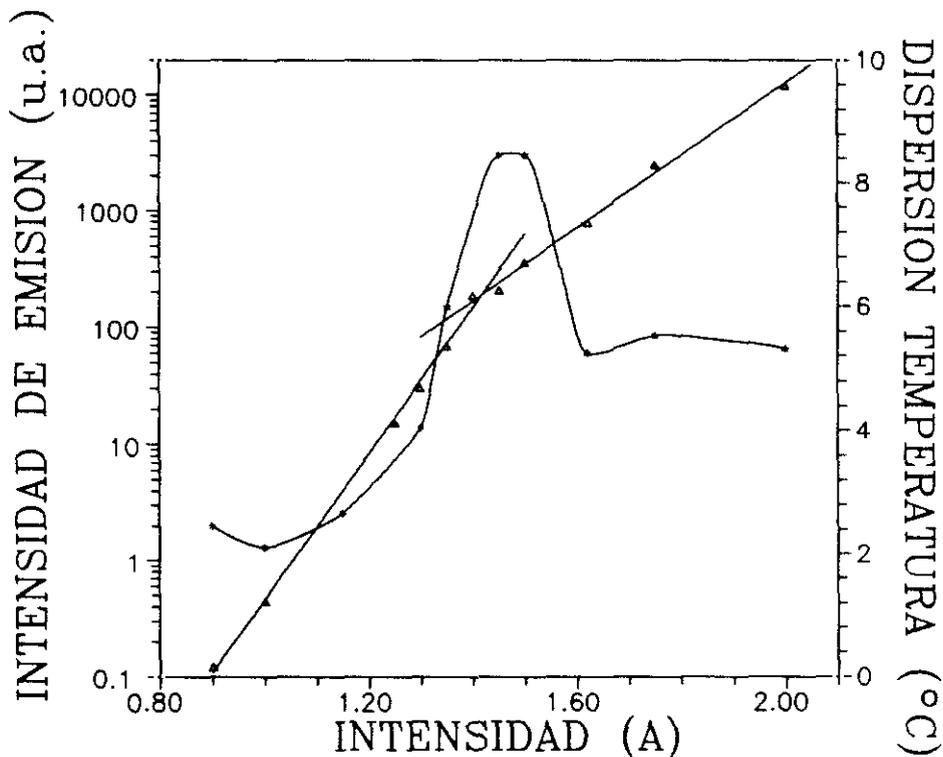
La intensidad de emisión media de toda la muestra se estudió para esas mismas intensidades de recocido, dejando enfriar la muestra después de cada imagen para evitar que el proceso de calentamiento sea acumulativo. En la tabla 2 se recogen los valores obtenidos de  $\langle E \rangle$ ,  $\Delta E$  y los tiempos de exposición de la cámara. Si se realiza la representación de estos datos se obtiene que la curva experimental de  $\langle E \rangle$  frente a

la intensidad de corriente (fig. 7) se puede aproximar por dos exponenciales con coeficientes  $\alpha_1 = 14.4 \text{ A}^{-1}$  y  $\alpha_2 = 7.2 \text{ A}^{-1}$ . Es importante recalcar el cambio que se produce en la pendiente, el cual es de un factor 2 cerca de 1.4 A. Este comportamiento puede ser debido al cambio producido en la emisividad y resistividad del material en la transición de la fase amorfa a cristalina.

En la figura 7 también se puede observar el valor r.m.s. de la dispersión de la temperatura,  $\Delta T$ , obtenido a partir de la expresión:

$$\Delta T = \frac{\Delta E}{E \alpha} \quad (5)$$

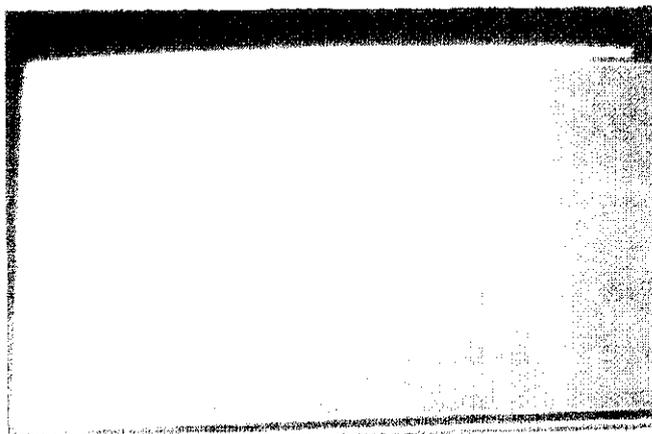
en función de la intensidad de corriente. Esta curva muestra un pico pronunciado para intensidades próximas a 1.4 A, punto alrededor del cual debe estar la temperatura de cristalización y donde la dispersión de la temperatura presenta un máximo.



**Figura 7.** Intensidad media de emisión infrarroja ( $\Delta$ ) y valor r.m.s. de la dispersión de temperatura (\*) en función de la intensidad de corriente.

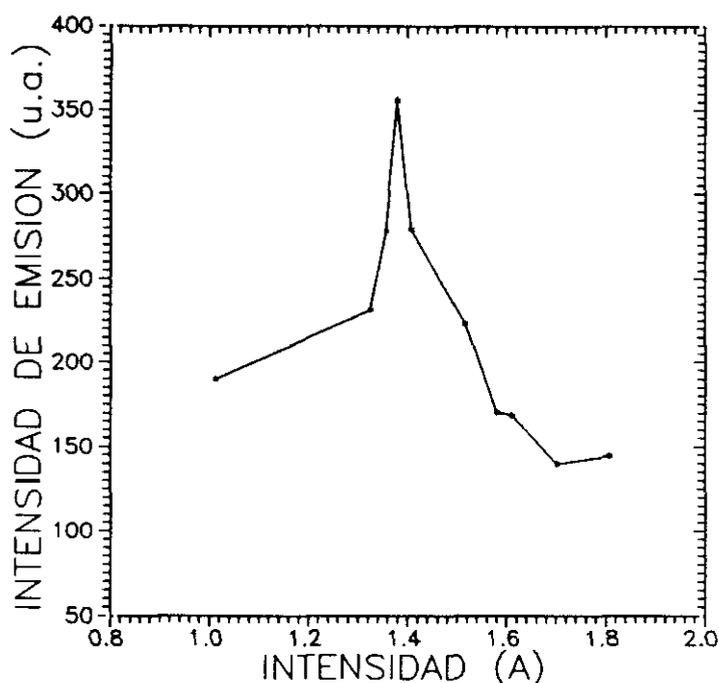
En muestras calentadas con una fuente de calor externa, no se han observado las

dos pendientes diferentes en la curva de  $\langle E \rangle$  frente a la temperatura (fig. 3), a pesar del cambio de la muestra de la fase amorfa a la cristalina. Por el contrario, la temperatura en toda la muestra permanece uniforme, como se puede observar en la figura 8, y no existe prácticamente dispersión en la temperatura (fig. 3) durante la cristalización, lo que demuestra que la emisividad permanece constante durante todo el proceso de recocido, es decir, el coeficiente de emisividad no cambia al cristalizarse la muestra, por lo que el cambio que se produce en el recocido con corriente se debe a la variación de la temperatura.



**Figura 8.** Emisión infrarroja local de una muestra calentada con un horno externo a 510 °C.

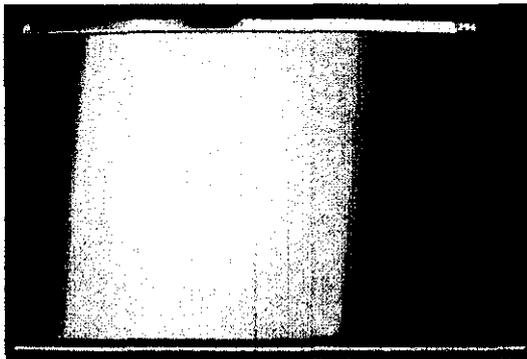
Por otro lado, durante el recocido con corriente, en las zonas que se van cristalizando la temperatura decrece, porque la energía disipada cambia de 710 W/g a 550 W/g, mientras que la energía liberada en el proceso exotérmico de la cristalización es solamente 80 J/g. Este comportamiento impide la propagación de la cristalización a las zonas más próximas, lo cual explica el amplio rango de temperatura necesario para la cristalización. Este efecto también se puede apreciar en la figura 9, donde  $\langle E \rangle$ , medida con una corriente de 1 A a través de la muestra, decrece después de la cristalización.



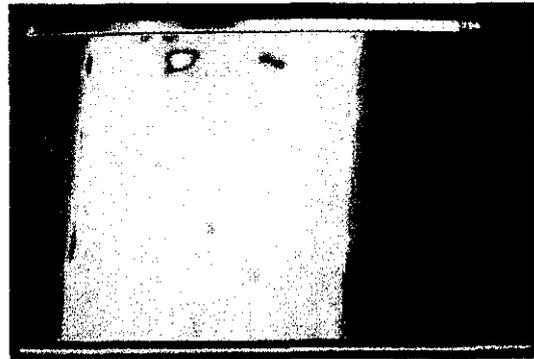
**Figura 9.**  $\langle E \rangle$  medida con una corriente constante de 1 A a través de la muestra después de recocer la misma con distintas intensidades de corriente.

El momento de la cristalización del material puede verificarse con más precisión mediante las imágenes de la emisión infrarroja de las muestras. La figura 10 muestra dicho estudio, donde las imágenes se han obtenido haciendo pasar una corriente constante de 1 A a través de la muestra después de recocerla con diferentes intensidades de corriente. Como se observa, la cristalización empieza en el centro de la muestra (fig. 10b), y para una intensidad de recocido mayor, la temperatura decrece en el centro de la muestra y crece en los bordes (fig. 10d). Después de la cristalización total, la temperatura en la muestra se hace uniforme. Este mismo efecto se ha observado en muestras recocidas con corriente constante durante diferentes tiempos de recocido, como se puede observar en la figura 11.

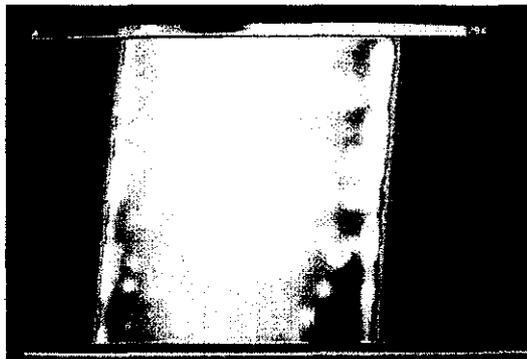
El proceso de cristalización convencional para una muestra amorfa uniforme, con una fuente de calor externa, debe ser casi un proceso en avalancha ya que es un proceso exotérmico. Debido a esto las zonas que se vayan cristalizando aumentan su temperatura y propagan la cristalización a las zonas vecinas. Este efecto ha sido observado en películas delgadas de amorfo de Si-Fe.



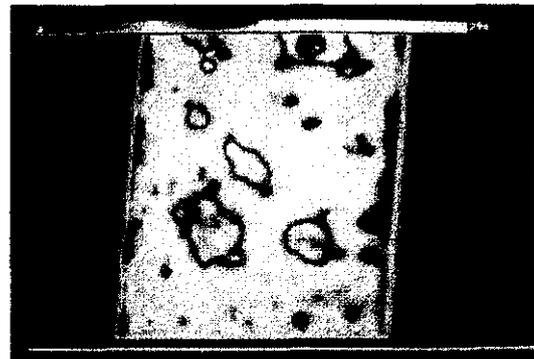
(a)



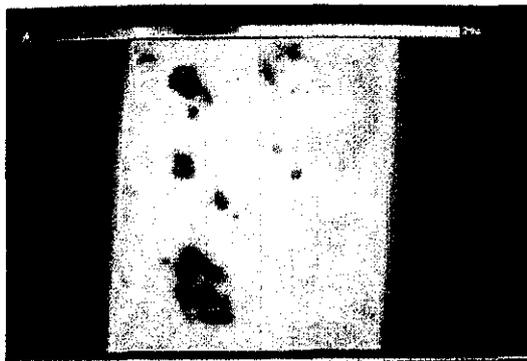
(b)



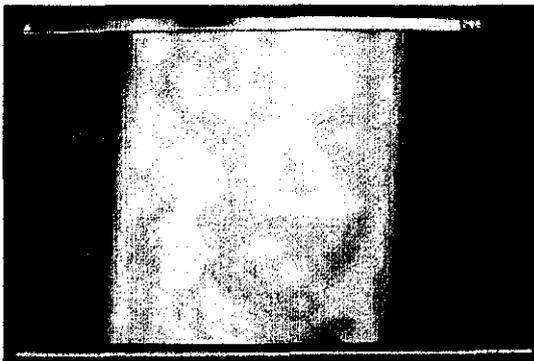
(c)



(d)

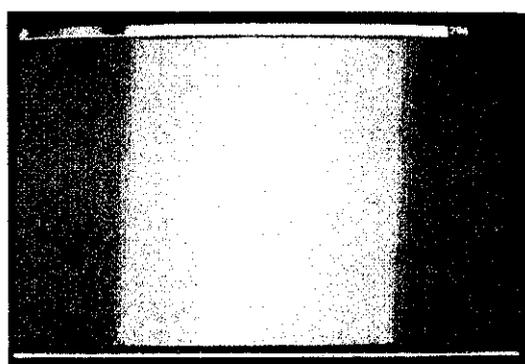


(e)

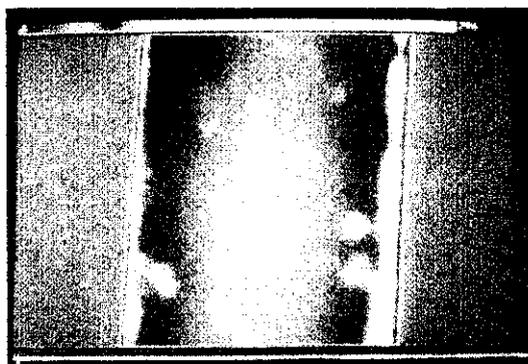


(f)

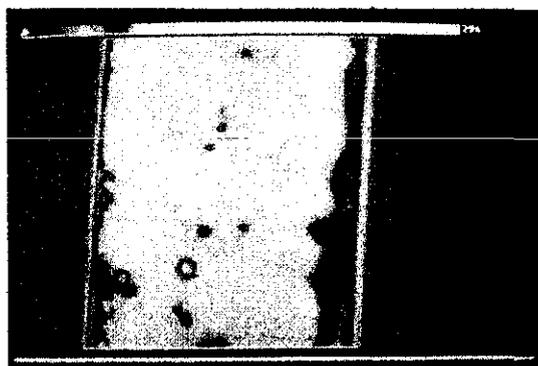
Figura 10. Imágenes de emisión infrarroja obtenidas con una corriente constante de 1 A a través de la muestra, después de recocerla con diferentes intensidades: (a) 1.30 A, (b) 1.35 A, (c) 1.40 A, (d) 1.55 A, (e) 1.65 A y (f) 1.80 A.



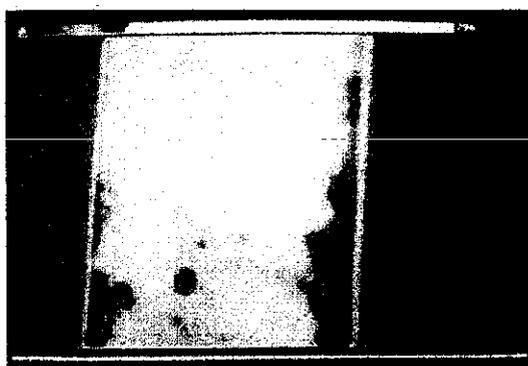
(a)



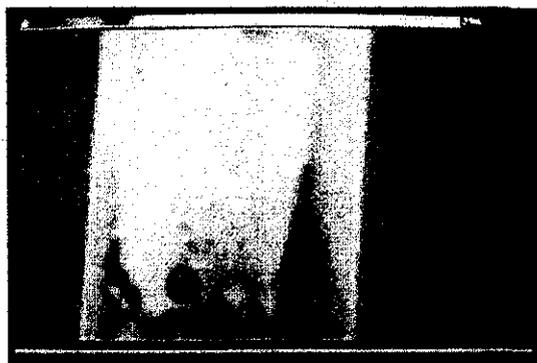
(b)



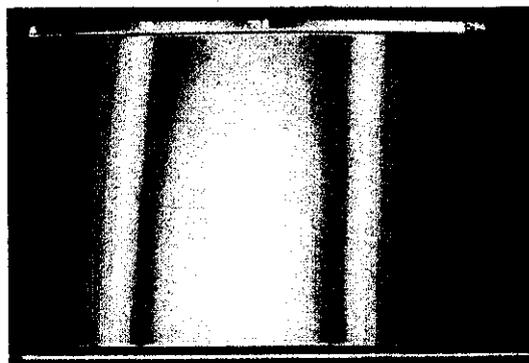
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 11. Imágenes de emisión infrarroja obtenidas con una corriente constante de 1 A a través de la muestra, después de recocerla con una intensidad constante de 1.35 A durante tiempos distintos: (a) 1 min., (b) 2 min., (c) 4 min., (d) 8 min., (e) 16 min. y (f) 32 min.

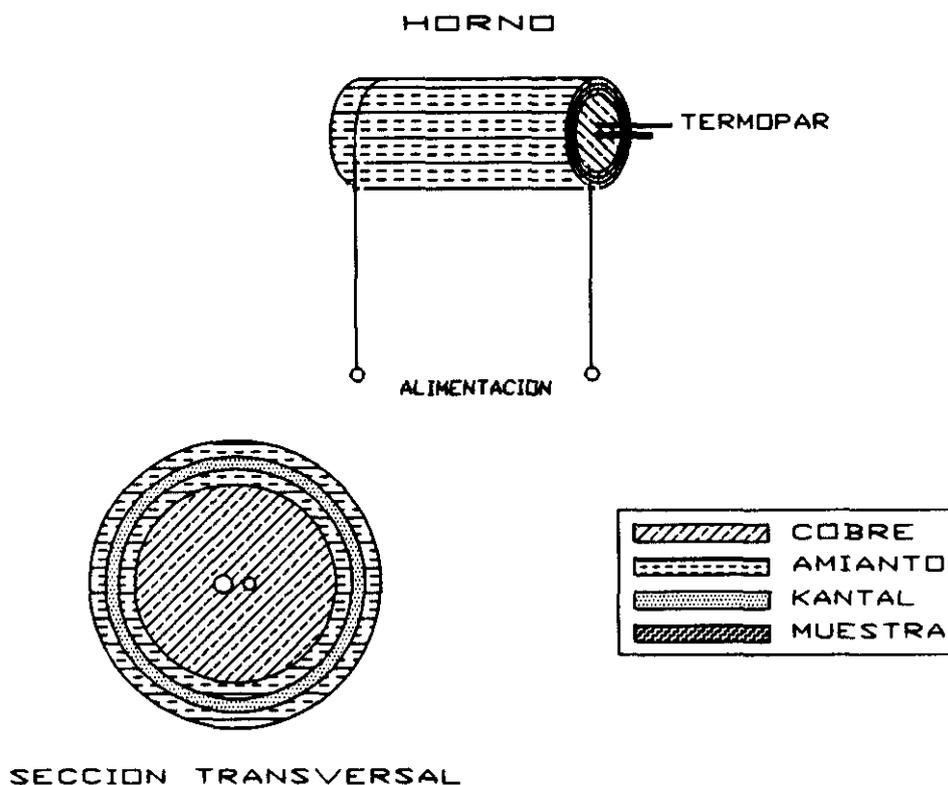


Figura 13. Horno convencional utilizado para el estudio de la temperatura de cristalización a partir de los ciclos de histéresis de las muestras recocidas.

Para nuestras muestras se construyó un horno como el mostrado en la figura 12. Consta de un núcleo de cobre macizo recubierto por capas sucesivas de amianto e hilo de kantal arrollado de forma no inductiva. En el centro del cilindro hay dos agujeros paralelos entre sí, uno para el termopar y otro para colocar la muestra. La ventaja de este horno es que la temperatura deseada en la muestra se alcanza mucho más rápidamente. Los recocidos se llevaron a cabo manteniendo las muestras durante tres minutos a una determinada temperatura y posteriormente se procedió al estudio magnético de las mismas a través de sus ciclos de histéresis. De esta forma se ha obtenido que calentando con un horno convencional la cristalización tiene lugar en un estrecho rango de temperaturas: 547 °C - 555 °C (fig. 13).

#### IV.4.2 - Resistividad. Ciclos de histéresis

Anteriormente se ha apuntado la posibilidad de que el fenómeno de la cristalización tenga lugar alrededor de una corriente de recocido de 1.4 A, debido al

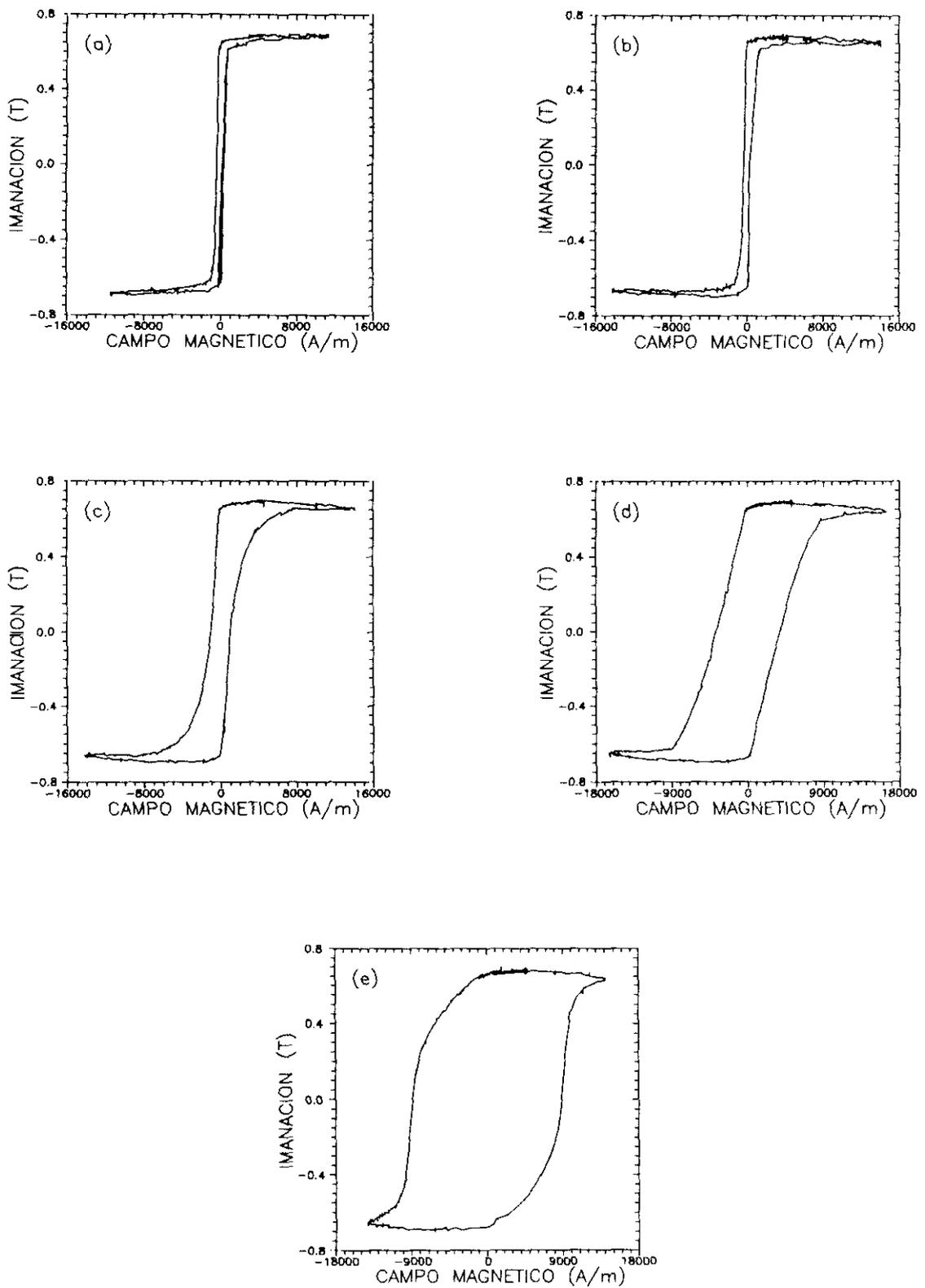
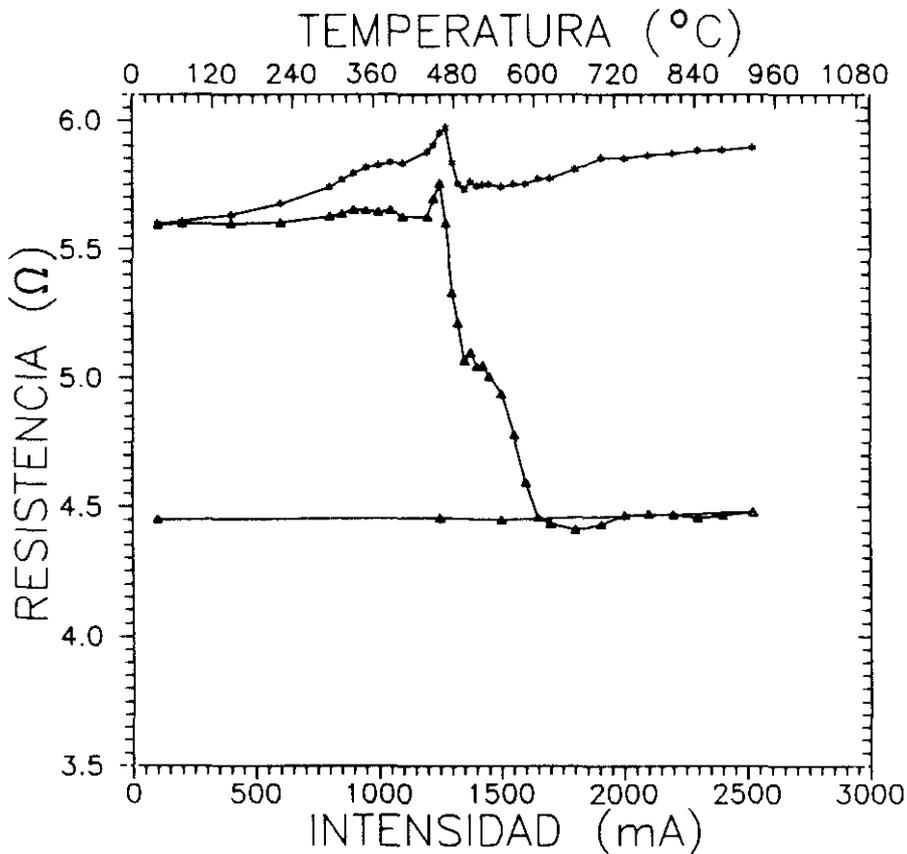


Figura 13. Ciclos de histéresis de muestras recocidas con un horno convencional a distintas temperaturas: (a) 545 °C, (b) 546 °C, (c) 548 °C, (d) 553 °C y (e) 555 °C.

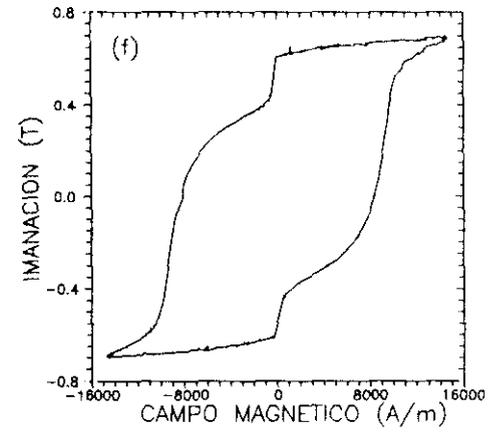
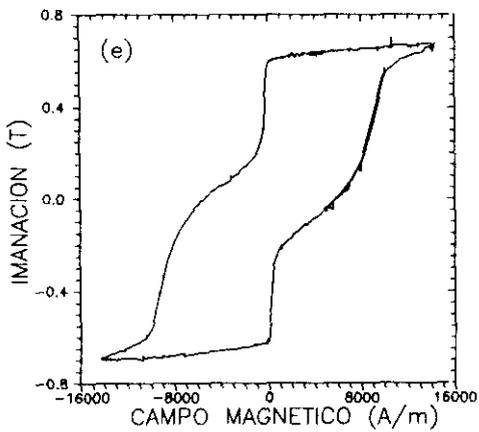
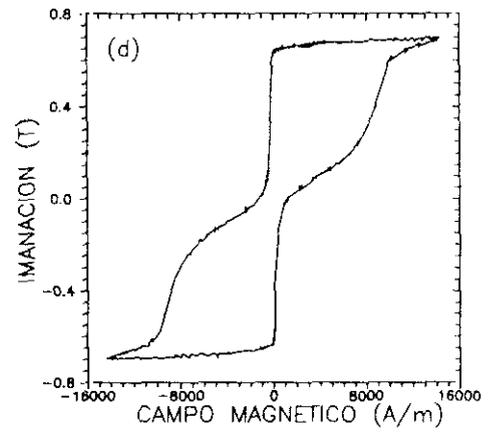
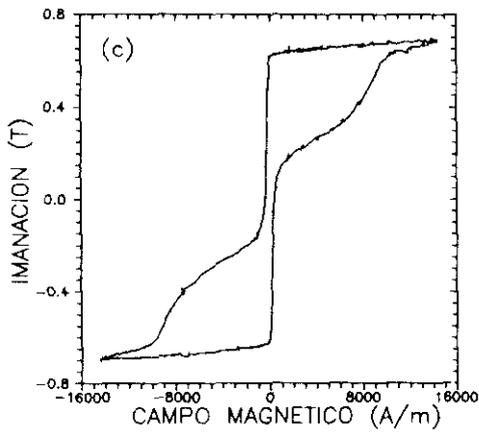
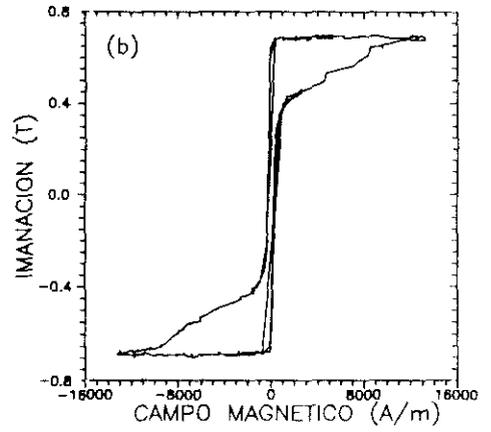
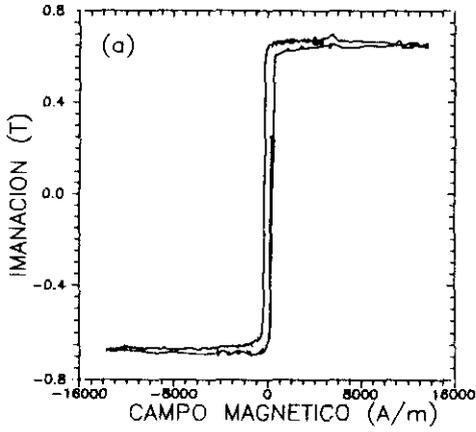
cambio producido en la pendiente de la emisividad media (fig. 7). Con el fin de confirmar este hecho y localizar más rigurosamente la intensidad de recocido necesaria para producir la cristalización, se han estudiado parámetros sensibles a la misma, como son la resistividad y el ciclo de histéresis del material.

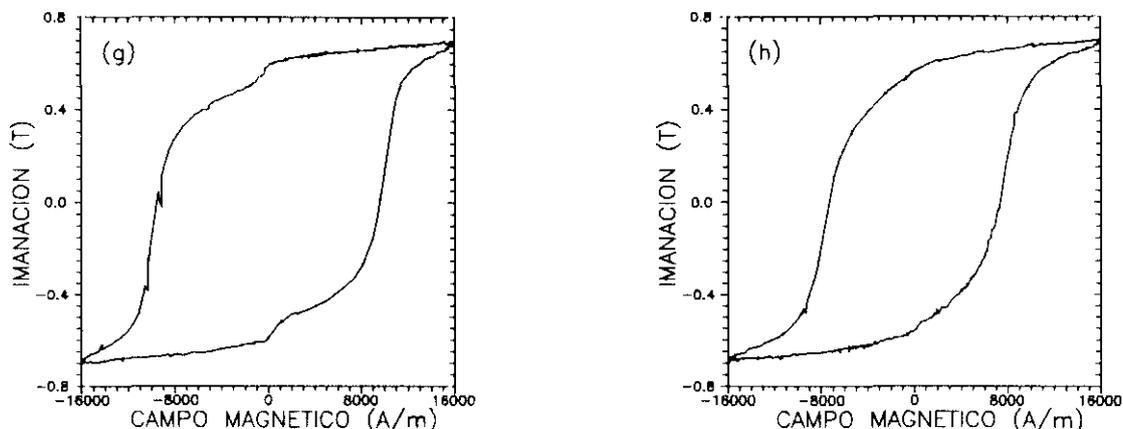
La resistividad se midió por el método de las cuatro puntas descrito en II.5.2. Para disminuir al máximo el error de los contactos, se ha utilizado hilo de cobre de 0.01 mm y cintas muy largas. Las muestras utilizadas tenían 7 cm de longitud, de manera que se ha elegido una distancia de 5 cm entre los contactos usados para la medida de la resistencia. La figura 14 muestra las curvas obtenidas de la resistencia



**Figura 14.** Resistencia eléctrica frente a temperatura e intensidad de recocido usando: ( $\Delta$ ) una corriente de 100 mA después de 3 min. de recocido, ( $*$ ) la corriente de recocido.

medida de dos formas diferentes: ( $\Delta$ ) aplicando una intensidad de recocido y midiendo durante el enfriamiento con una corriente de 100 mA, ( $*$ ) usando la corriente de recocido para la medida de la resistencia. En esta figura se puede observar la gradual





**Figura 15.** Ciclos de histéresis de muestras recocidas con diferentes corrientes: (a) 1.100 A, (b) 1.285 A, (c) 1.302 A, (d) 1.317 A, (e) 1.336 A, (f) 1.366 A, (g) 1.502 A y (h) 1.802 A.

cristalización de la muestra alrededor de 1.4 A, lo cual confirma los resultados anteriores. De la misma manera, los ciclos de histéresis de muestras recocidas con diferentes corrientes, figura 15, sugieren una cristalización parcial para corrientes de recocido entre 1.25 A y 1.4 A (450 °C - 560 °C). Esto indica que durante el recocido con corriente, la cristalización se produce en un amplio rango de temperaturas, lo que sugiere una gran dispersión de temperaturas en la muestra durante la cristalización, como se puede ver en la figura 7.

#### IV.5 - MODELO TEORICO

Hasta el momento se ha comprobado que las muestras calentadas con horno externo no presentan ningún cambio en la pendiente de la curva de  $\langle E \rangle$  frente a la temperatura (fig. 3), que la temperatura es uniforme en toda la muestra (fig. 8) y que no existe dispersión en la temperatura durante el proceso de cristalización (fig. 3). Todo esto nos lleva a pensar que el cambio en la pendiente de  $\langle E \rangle$  frente a T, cuando se calienta con corriente es debido a los cambios que tienen lugar en la resistividad del material. Todos estos efectos se deben a que la cristalización empieza antes en las regiones de la muestra que están a mayor temperatura. Estas regiones, al cristalizar,

cambian su resistividad y por lo tanto cambia también la densidad de energía disipada por efecto Joule en cada punto de la muestra. Teniendo en cuenta que la energía disipada por unidad de longitud por efecto Joule es

$$W = \frac{J^2}{\sigma} \quad (6)$$

donde  $J$  es la densidad de corriente y  $\sigma$  la conductividad del material, y que la intensidad  $I$  que atraviesa la muestra y las densidades de corriente de las zonas amorfas  $J_a$  y cristalinas  $J_c$  son

$$\begin{aligned} I &= J_a S_a + J_c S_c \\ J_a &= \sigma_a E \\ J_c &= \sigma_c E \end{aligned} \quad (7)$$

la relación resultante entre  $J_a$  y  $J_c$  será

$$J_a = J_c \frac{\sigma_a}{\sigma_c} \quad (8)$$

Sustituyendo la ecuación (8) en la (7) se pueden obtener independientemente dichas densidades de corriente:

$$J_a = \frac{\sigma_a I}{\sigma_a S_a + \sigma_c S_c} \quad (9)$$

$$J_c = \frac{\sigma_c I}{\sigma_a S_a + \sigma_c S_c} \quad (10)$$

con lo que la densidad de energía disipada en la zona amorfa y cristalina serán:

$$W_a = \frac{J_a^2}{\sigma_a} = \frac{\sigma_a I^2}{(\sigma_a S_a + \sigma_c S_c)^2} \quad (11)$$

$$W_c = \frac{J_c^2}{\sigma_c} = \frac{\sigma_c I^2}{(\sigma_a S_a + \sigma_c S_c)^2} \quad (12)$$

y la energía total disipada por efecto Joule será

$$W = W_a S_a + W_c S_c = \frac{I^2}{\sigma_a S_a + \sigma_c S_c} \quad (13)$$

Por lo tanto, si  $V_a$  y  $V_c$  son el volumen de las zonas amorfas y cristalinas respectivamente, la energía disipada en toda la muestra es

$$W = \frac{I^2}{\sigma_a V_a + \sigma_c V_c} \quad (14)$$

### Modelo alternativo

El modelo teórico anteriormente expuesto no deja de ser una primera aproximación, y a nuestro modo de ver algo inconsistente debido a que al tratar con una

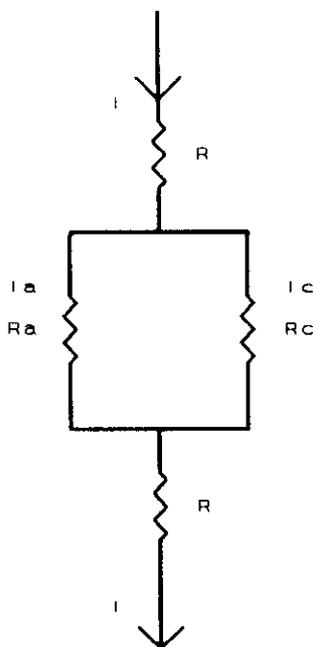


Figura 16. Disposición de una zona amorfa paralela a otra cristalizada.

fente estabilizada en corriente, al irse cristalizando diversas zonas de la muestra la resistencia de dichas zonas disminuye, y consecuentemente aumentará la cantidad de corriente que pase por ellas, disminuyendo la que pasa por las zonas amorfas de alrededor. Debido a esto, y dependiendo del tamaño y distribución de las zonas cristalizadas tiene que haber un compromiso entre la disminución de la resistencia y el aumento de la intensidad, ya que la energía disipada por efecto Joule es  $RI^2$ .

Para comprobar esto podemos acudir a una primera aproximación consistente en considerar la muestra dividida en dos zonas longitudinales paralelas, una amorfa con una resistencia  $R_a$  y otra cristalizada de resistencia  $R_c$ . En otras palabras, vamos a tener dos resistencias en paralelo por las que pasarán distintas intensidades  $I_a$  e  $I_c$  (ver figura 16). Si aplicamos las leyes de Kirchhoff

a la malla de la figura 16, las intensidades que van por cada rama en función de la intensidad total aplicada  $I$  y las resistencias respectivas son:

$$I_a R_a = I_c R_c$$

$$I = I_a + I_c$$

$$I_a = \frac{I R_c}{R_a + R_c}$$

$$I_c = \frac{I R_a}{R_a + R_c}$$

con lo que la potencia disipada en ambas zonas será

$$P_a = R_a I_a^2 = R_a \frac{I^2 R_c^2}{(R_a + R_c)^2} \quad (15)$$

$$P_c = R_c I_c^2 = R_c \frac{I^2 R_a^2}{(R_a + R_c)^2} \quad (16)$$

Si dividimos ahora las ecuaciones (14) y (15) obtendremos la relación entre las potencias disipadas en las zonas amorfa y cristalizada

$$P_a = \frac{R_c}{R_a} P_c \quad (17)$$

donde se puede apreciar que la potencia disipada en la zona amorfa ( $P_a$ ) es menor que la disipada en la cristalizada ( $P_c$ ), ya que la resistencia en esta última zona es menor (figura 9).

Vista la discrepancia entre los dos modelos precedentes, se optó por implementar un nuevo modelo basado en la aplicación de la ecuación

$$\nabla \cdot \vec{J} = 0 \quad (18)$$

donde el término correspondiente a la variación del desplazamiento eléctrico con el

tiempo ha sido despreciado, habida cuenta de que la densidad de corriente aplicada es constante. Si tenemos en cuenta que la densidad de corriente es el producto de la conductividad por el campo eléctrico, la ecuación 18 nos queda:

$$\nabla(\sigma \vec{E}) = (\nabla\sigma) \vec{E} + \sigma(\nabla\vec{E}) = 0$$

$$\boxed{(\nabla\sigma)(\nabla V) + \sigma \nabla^2 V = 0} \quad (19)$$

Esta última ecuación diferencial nos va a proporcionar la distribución de potencial en toda la muestra. Para su resolución se ha simulado la muestra como un mallado en el cual cada nudo corresponde a un punto de la muestra. De esta forma, se ha aplicado la aproximación de diferencias finitas para su resolución. En la figura 17 se puede observar una muestra de la malla de puntos considerada. Cada uno de los puntos se ve sometido a la interacción con los cuatro vecinos más próximos, de manera que los gradientes en las dos direcciones vienen dados por

$$\frac{\partial V_{ij}}{\partial x} = \frac{1}{2a}(V_{i,j+1} - V_{i,j-1})$$

$$\frac{\partial V_{ij}}{\partial y} = \frac{1}{2a}(V_{i+1,j} - V_{i-1,j})$$

$$\frac{\partial^2 V_{ij}}{\partial x^2} = \frac{1}{a^2}(V_{i,j+1} + V_{i,j-1} - 2V_{ij})$$

$$\frac{\partial^2 V_{ij}}{\partial y^2} = \frac{1}{a^2}(V_{i+1,j} + V_{i-1,j} - 2V_{ij})$$

con lo que la ecuación (19) pasa a ser

$$\nabla\sigma \frac{1}{2a} [V_{i,j+1} - V_{i,j-1} + V_{i+1,j} - V_{i-1,j}] + \sigma \frac{1}{a^2} [V_{i,j+1} + V_{i,j-1} + V_{i+1,j} + V_{i-1,j} - 4V_{ij}] = 0$$

donde hay que tener en cuenta que la conductividad de las zonas amorfas es distinta de las cristalizadas y que  $a$  representa el incremento entre dos puntos sucesivos.

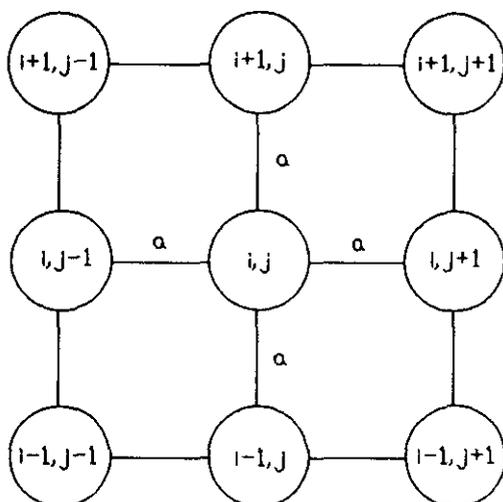


Figura 17. Malla de la que está compuesta la muestra.

Si tenemos en cuenta la siguiente notación

$$T = \frac{\sigma_{i,j+1} - \sigma_{i,j-1}}{4a^2}$$

$$W = \frac{\sigma_{i+1,j} - \sigma_{i-1,j}}{4a^2}$$

$$S = \frac{\sigma_{i,j}}{a^2}$$

el potencial en un punto viene dado por

$$V_{i,j} = \frac{V_{i,j+1}(T+W+S) + V_{i,j-1}(S-T-W) + V_{i+1,j}(T+W+S) + V_{i-1,j}(S-T-W)}{4S} \quad (20)$$

Para la resolución del modelo se puede aplicar el método de Gauss-Jordan o el método iterativo. En el primer método es necesario conocer toda la matriz de coeficientes, lo cual complica el problema, por lo que se ha elegido el iterativo una vez que se conoce la expresión general del potencial en un punto  $i, j$  (ecuación 20).

El mallado elegido tiene unas dimensiones de  $40 \times 80$  ( $\equiv i \times j$ ), de manera que las condiciones de contorno consideradas son que el potencial en los dos extremos del mallado es cero y el potencial máximo aplicado respectivamente, es decir  $V_{i,1} = 0$  y  $V_{i,80} = V_{\max}$ . Para salvar la discontinuidad que tiene lugar en los laterales extremos se ha

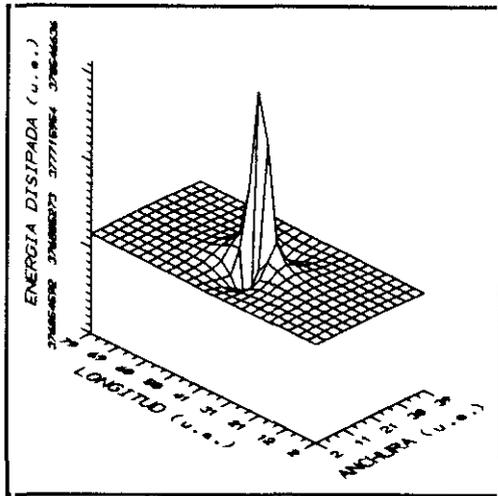
impuesto una variación lineal del potencial con la distancia para  $V_{1,j}$  y  $V_{40,j}$

$$V_{1,j} = V_{40,j} = \frac{V_{\max}}{J_{\max} - 1} (j-1)$$

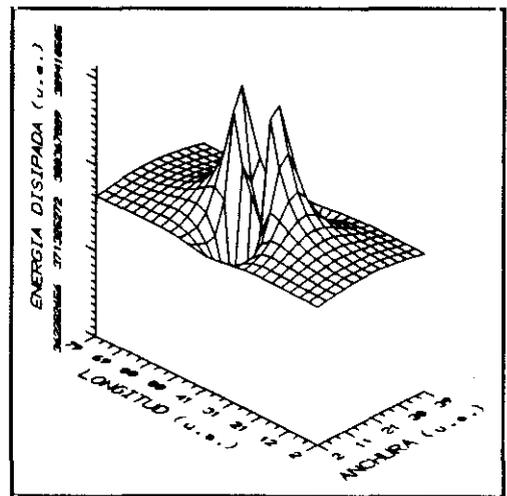
y un valor próximo a cero para la conductividad en esos puntos ( $\approx 10^{-11}$ ). Para los valores de la conductividad se ha usado la figura 9 obtenida previamente, donde se puede apreciar que cuando se produce la cristalización a 500 °C tiene lugar una disminución del 4% en el valor de la resistencia, con lo que se ha tomado la conductividad amorfa como  $\sigma_a = 2000/136 \Omega^{-1}\text{m}^{-1}$  y la cristalizada como  $\sigma_c = \sigma_a - 0.04\sigma_a$ . El número de iteraciones empleado en el cálculo ha sido 10000, con una precisión de 0.0001, y la distancia entre dos puntos consecutivos es  $a = 0.001/80$  (el programa desarrollado para la simulación viene expuesto en el apéndice C).

La primera simulación realizada corresponde a una cinta amorfa con una zona central cristalizada. Si se considera un solo punto cristalizado se puede ver (figura 18a) que la energía disipada de éste aumenta con respecto al resto. Si se toma ahora una superficie cuadrada de 4x4, la energía disipada aumenta en la zona frontera entre el material amorfo y el cristalizado, disminuyendo en la zona cristalina (figura 18b), como se puede también observar en las curvas de nivel correspondiente a esta situación (figura 19b). De esta forma, aumentando la superficie cristalizada (figuras 18c y 18d) se comprueba lo anteriormente expuesto además de comprobar mediante sus correspondientes curvas de nivel (figuras 19c y 19d) que la energía disipada aumenta longitudinalmente.

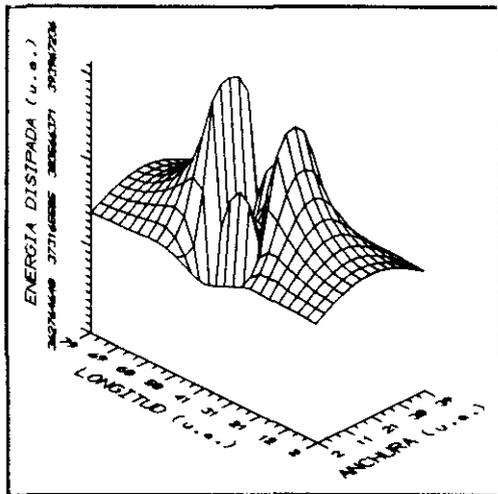
Si la zona cristalizada pasa a ser una franja transversal de 40x40, como la intensidad que pase por ella va a ser la misma que pasa por la zona amorfa, la energía disipada debe ser mayor en esta última, como se puede observar en la figura 18e. Si por el contrario se elige una zona longitudinal cristalizada, la energía disipada en ella tiene que ser superior, como se puede comprobar en la figura 18f. Esto corrobora el resultado obtenido con el modelo de resistencias y nos induce a pensar que lo que realmente se observa con las imágenes de emisión infrarroja es la energía disipada de las fronteras entre el material amorfo y el cristalizado.



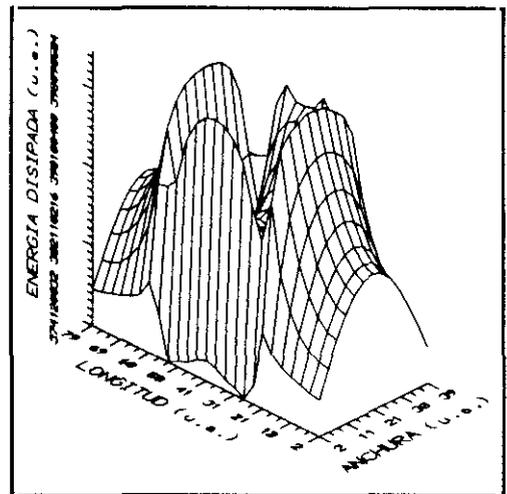
(a)



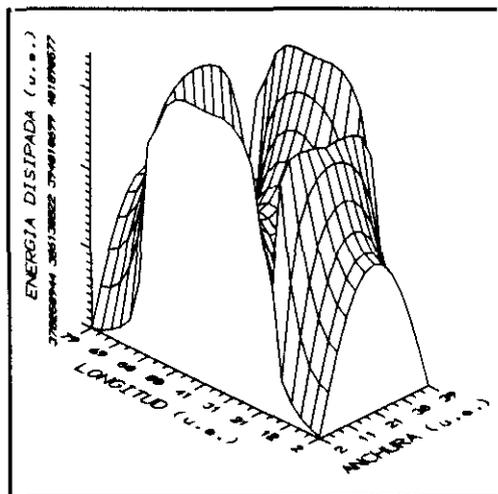
(b)



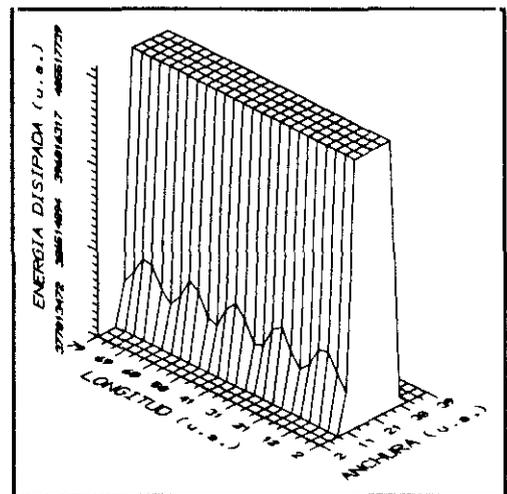
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 18. Modelo realizado del material amorfo con una zona central cristalizada de distintas dimensiones: (a) 1x1, (b) 8x8, (c) 16x16, (d) 32x32, (e) 40x40, (f) 20x80.

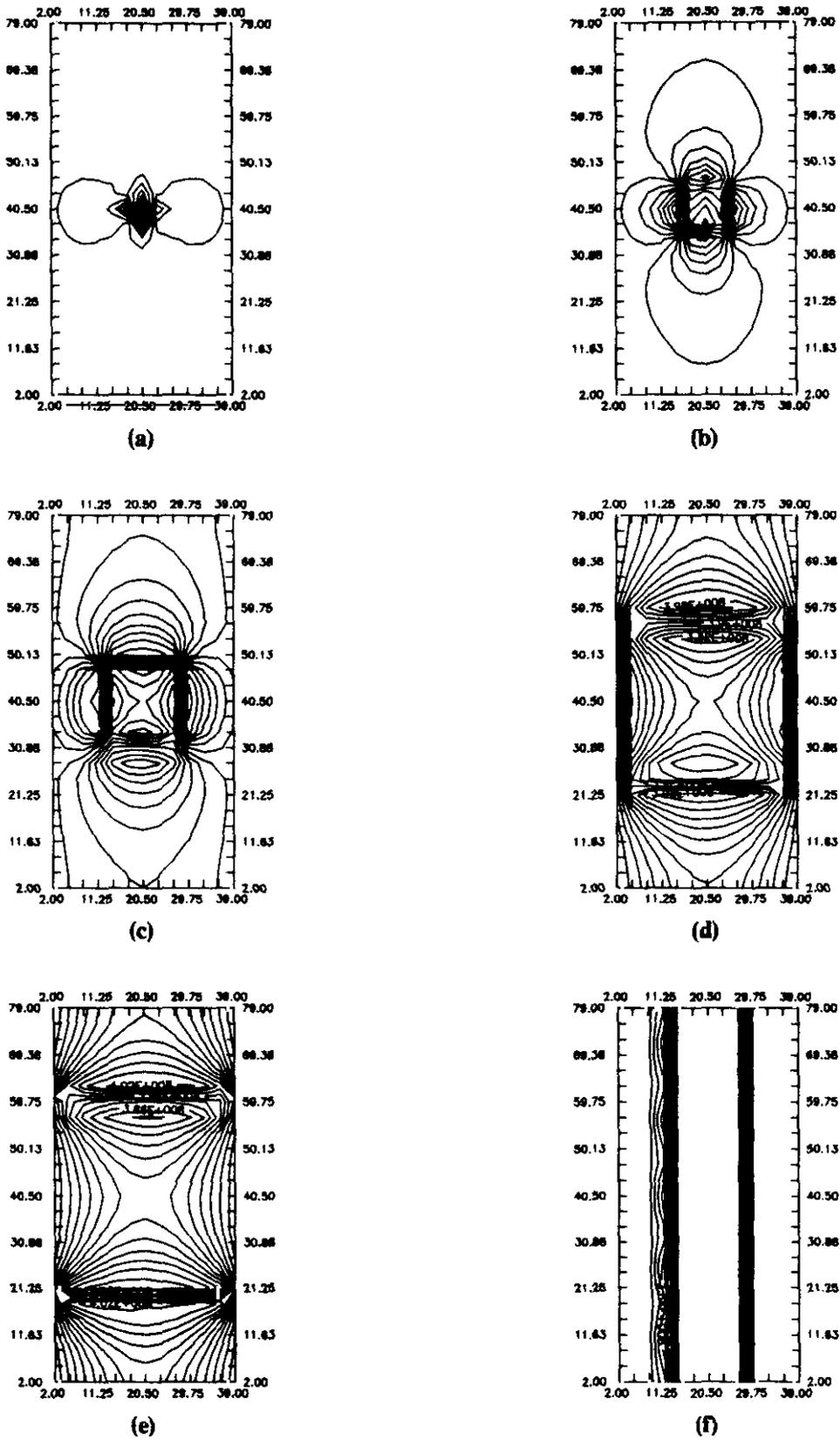
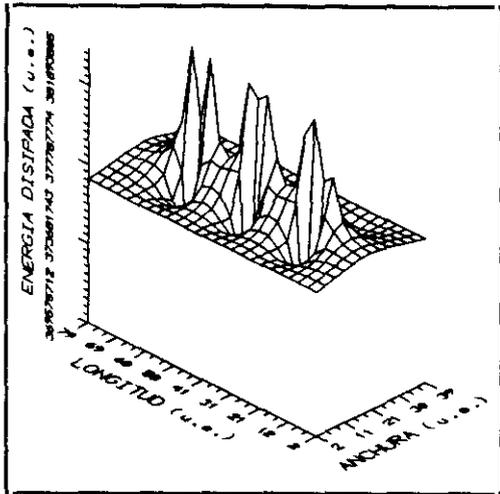
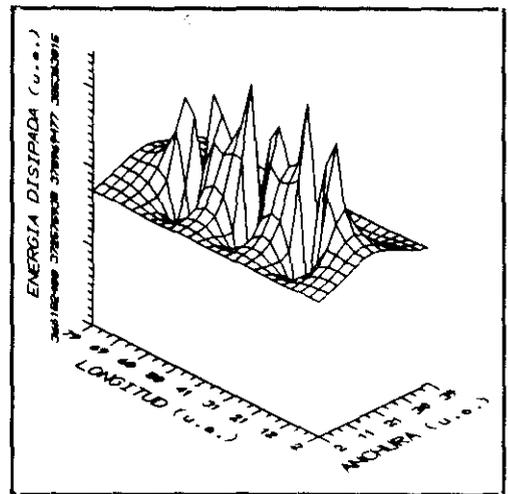


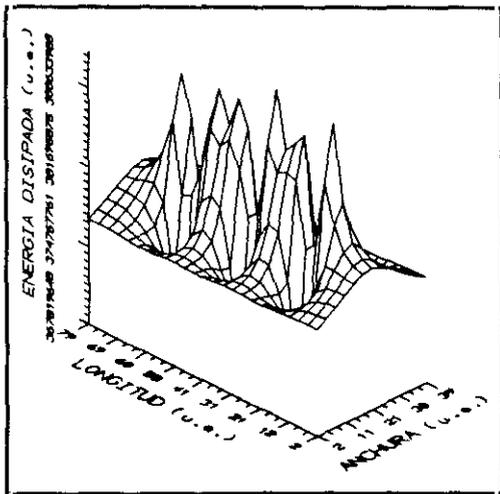
Figura 19. Curvas de nivel del modelo de superficie cuadrada cristalizada correspondientes a la figura 18.



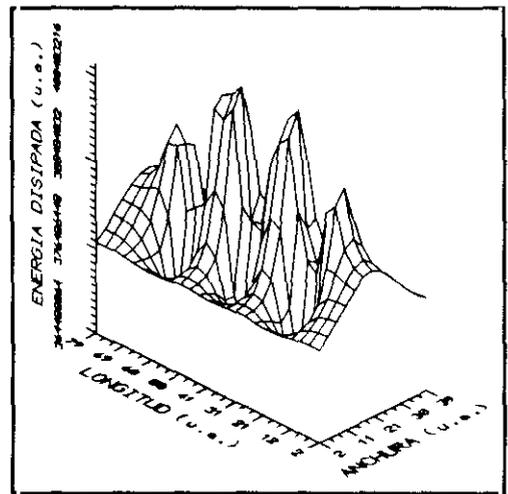
(a)



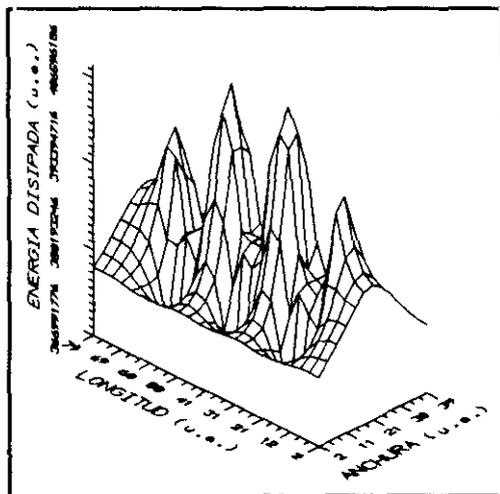
(b)



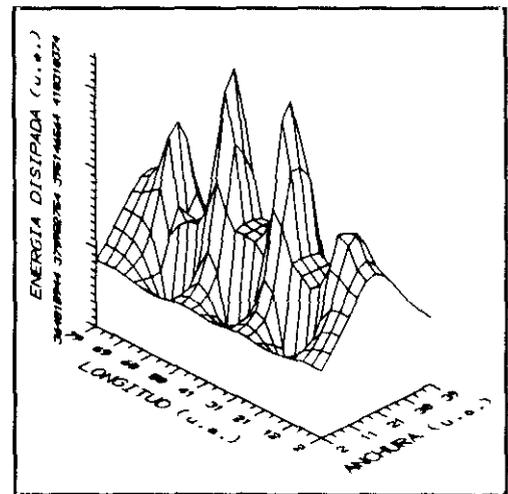
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 22. Modelo de tres zonas circulares cristalizadas en la zona central y a lo largo de la muestra.

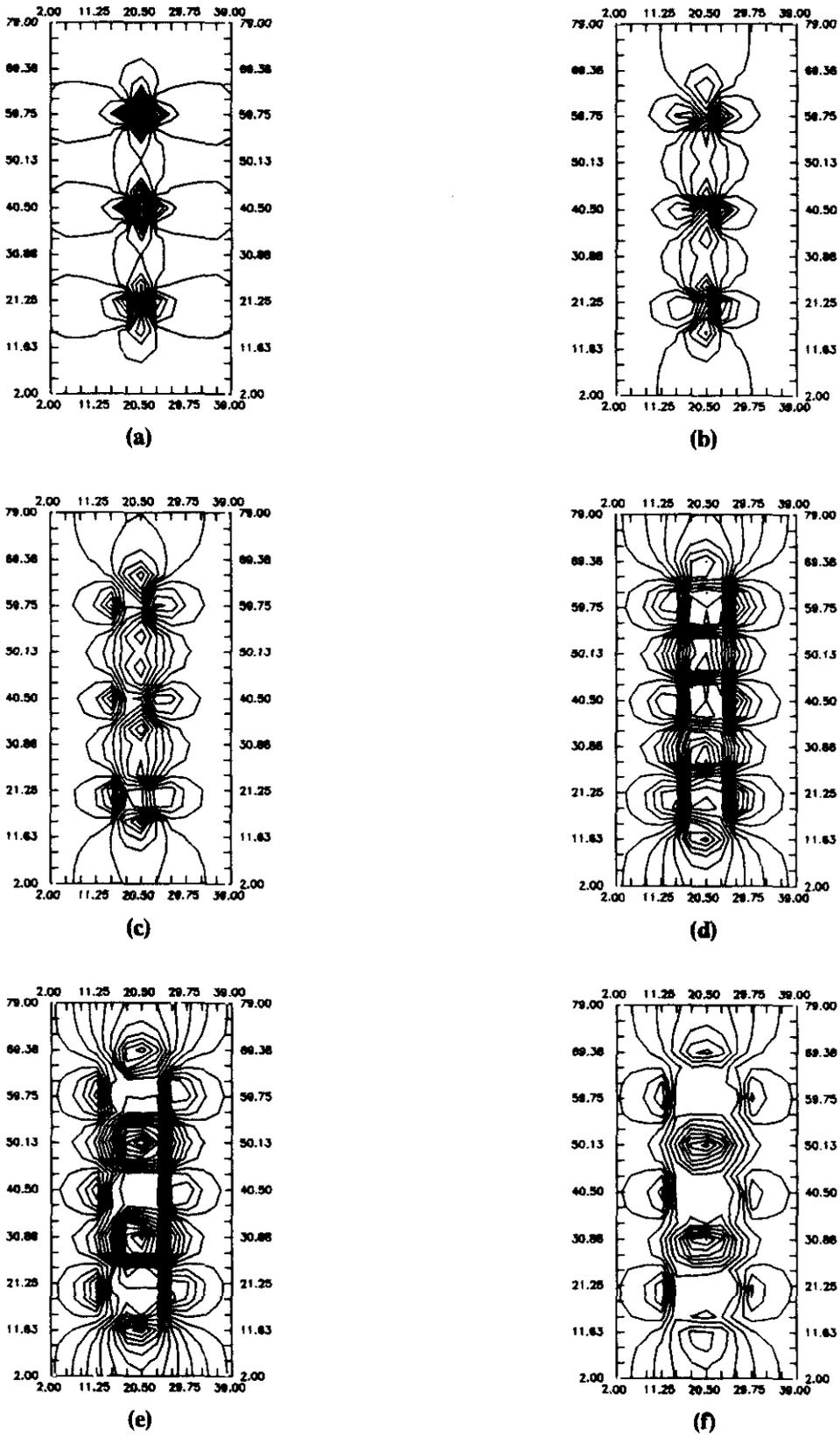
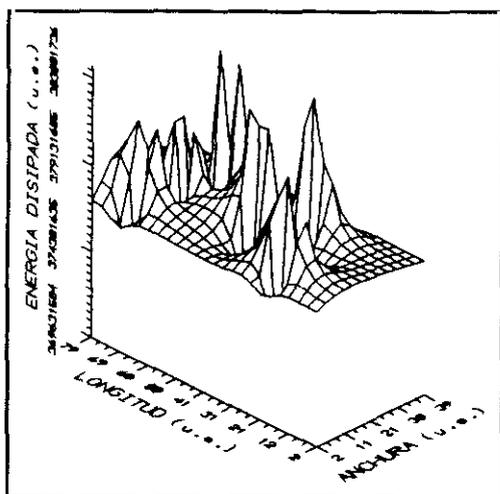
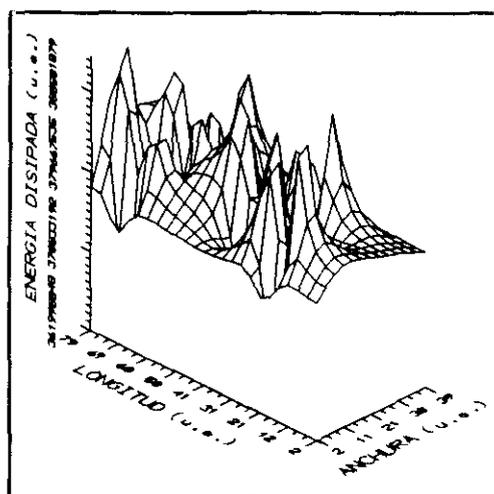


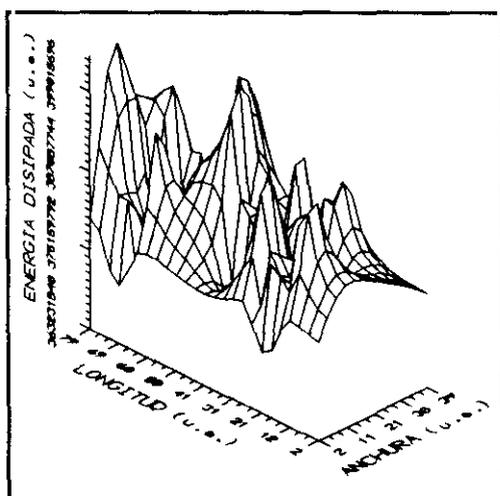
Figura 23. Curvas de nivel correspondientes a las figuras de la gráfica 22.



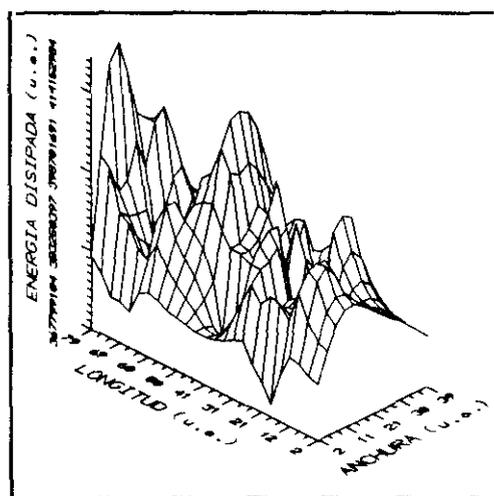
(a)



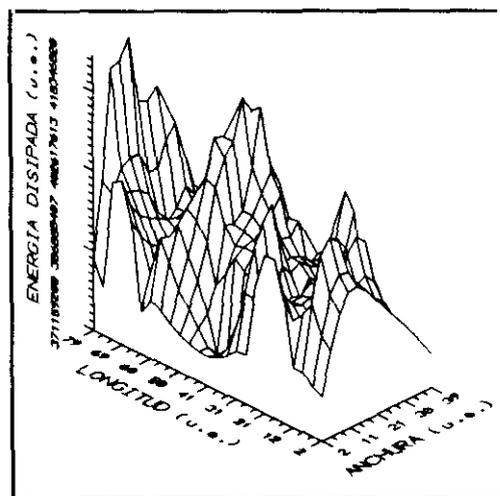
(b)



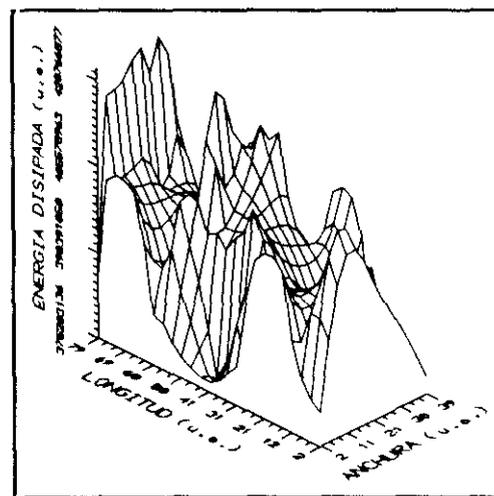
(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 24. Modelo con zonas cristalizadas circulares distribuidas de forma irregular a lo largo de la muestra.

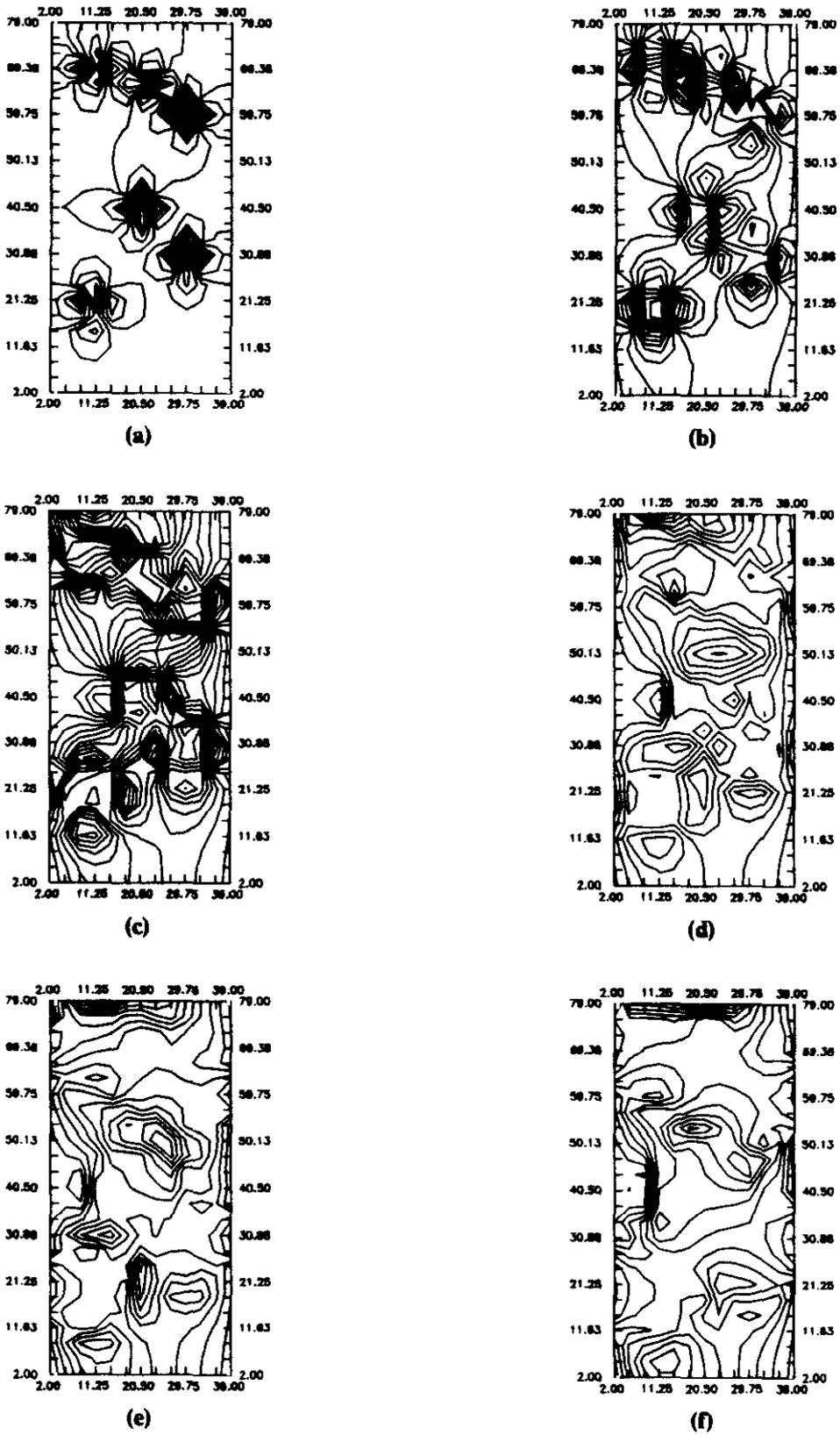
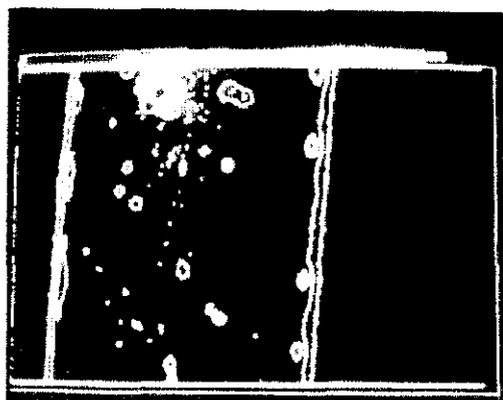
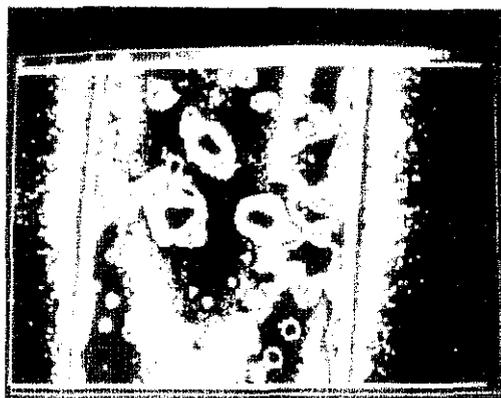


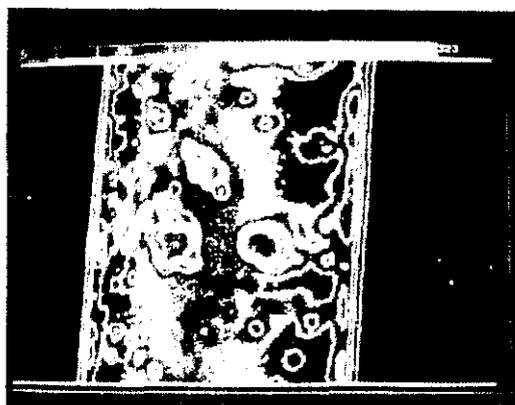
Figura 25. Curvas de nivel correspondientes a las gráficas de la figura 24.



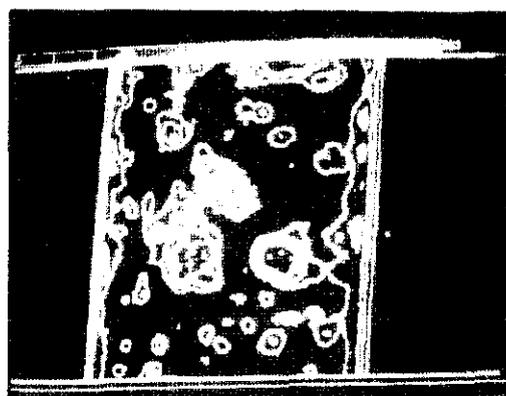
(a)



(b)



(c)



(d)

**Figura 26.** Curvas de nivel experimentales correspondientes a una muestra recocida con distintas intensidades: (a) 1 A, (b) 1.3 A, (c) 1.4 A y (d) 1.5 A.

En la figura 26 se recogen las curvas de nivel experimentales de las figuras 5b, 5d, 5e y 5f. Se puede observar que efectivamente, la densidad de curvas va aumentando (figuras 26a y 26b) conforme aumenta la corriente de recocido (1A y 1.3A respectivamente) hasta llegar a una intensidad (1.4A) a partir de la cual disminuye el número de curvas de nivel (figuras 26c y 26d).

#### **IV.6 - CONCLUSIONES**

- **Mediante la medida de la emisión infrarroja local se ha obtenido la temperatura local de la muestra durante el recocido con corriente.**
- **Los resultados indican que la temperatura en la muestra durante esos tratamientos no es uniforme. Por ello esta clase de tratamientos térmicos no constituye el mejor método para el estudio de la cinética del fenómeno de la relajación.**
- **La dispersión de la temperatura puede producir una superposición de diferentes procesos.**
- **De la misma forma, el recocido con corriente puede crear una dispersión de la anisotropía en las muestras durante su tratamiento, aumentando el ruido en algunos dispositivos.**
- **También, se ha mostrado que los procesos de cristalización pueden ser detectados in situ por medio de este efecto.**
- **Se ha obtenido de una forma teórica que las zonas frontera entre la parte amorfa y cristalina es la que más energía disipa, permaneciendo más fría la zona cristalizada que la amorfa.**
- **El estudio teórico realizado sobre la disipación de energía puede ser útil en un futuro próximo para el estudio de crecimiento de monocristales y de recristalización de granos.**

**IV.7 - BIBLIOGRAFIA**

- [1] J. Jagielinski. *IEEE Trans. Magn.* MAG-19 (1983) 1925.
  - [2] M.R.J. Gibbs, D.H. Lee and J.E. Evetts. *IEEE Trans. Magn.* MAG-20 (1984) 1373.
  - [3] J. González, M. Vázquez, J.M. Barandiarán, M.A. Illarramendi, A. Salazar and A. Hernando. *Phys. Stat. Sol. (a)* 113 (1989) 187.
  - [4] M. Vázquez, J. González and A. Hernando. *J. Magn. Magn. Mat.* (1986) 87.
  - [5] J.M. Barandiarán, A. Hernando and O.V. Nielsen. *IEEE Trans. Magn.* MAG-22 (1986) 1864.
  - [6] A.I. Taub. *IEEE Trans. Magn.* MAG-20 (1984) 564.
  - [7] C. Morón, M.C. Sánchez, E. López, P. Sánchez and C. Aroca. *J. Magn. Magn. Mat.* 101 (1991) 59.
  - [8] E.B. Singleton. *Appl. Opt.* 21 (1982) 782.
  - [9] Z-H. Chen, T. Uchida and S. Minami. *Meas. Sci. Technol.* 4 (1993) 288.
  - [10] D.S. Betts, L. Couturier, A.H. Khayrat, B.J. Luff and P.D. Townsend. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 26 (1993) 843.
  - [11] D.S. Betts and P.D. Townsend. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 26 (1993) 849.
  - [12] C. Morón, M. Rodriguez, C. Aroca, M.C. Sánchez and P. Sánchez. *Anales de Física* 88 (1992) 84.
  - [13] C. Morón, C. Aroca, M.C. Sánchez, E. López and P. Sánchez. *IEEE Trans. Magn.* MAG-30 (1994) 53.
-

## **CAPITULO V**

### **RECOCIDOS LOCALES CON CORRIENTE**

**V.1 - Introducción**

**V.2 - Método experimental**

**V.3 - Distribución de temperaturas**

**V.4 - Resultados**

**V.4.1 - Recocidos con corriente**

**V.4.2 - Recocidos con pulsos de corriente**

**V.5 - Modelo elástico**

**V.6 - Modelo con temperatura**

**V.7 - Conclusiones**

**V.8 - Bibliografía**



**V.1 - INTRODUCCION**

Como se recordará, en esta tesis se pretenden inducir anisotropías mediante la cristalización local de materiales amorfos. En el capítulo anterior se lograron inducir anisotropías locales a través de recocidos con corriente y controlando las superficies cristalizadas colocando distintos materiales disipativos en contacto térmico con diversas zonas del material.

Una vez estudiado el proceso cinético, y controlado la temperatura que alcanzan las muestras durante el tratamiento, nos propusimos la posibilidad de inducir localmente anisotropías en zonas mucho más pequeñas y localizadas sin la necesidad de utilizar materiales disipativos.

Recientemente se ha demostrado que es posible modificar la distribución de anisotropía y los procesos de imanación de cintas amorfas recociéndolas localmente con un láser [16-17], siendo el origen de la misma las tensiones internas producidas por la reducción de volumen de las zonas recocidas [18]. En la figura 1 se muestran los dominios magnéticos obtenidos por técnica Bitter de un impacto láser en una muestra de alta magnetostricción (Metglas 2605 SC). Como se puede observar, los dominios y la imanación se disponen alrededor de la zona recocida radialmente, debido a la aparición de tensiones en esas direcciones.

En este capítulo se va a estudiar la inducción de esas anisotropías mediante el uso del recocido con corriente y con pulsos de corriente, ya que estos métodos son más baratos y fáciles de realizar que el recocido local con láser, y se analizará el origen de dichas anisotropías con un modelo teórico desarrollado a tal efecto. Por otra parte, para tener información a cerca de la temperatura de la muestra durante el recocido con corriente eléctrica y con pulsos de corriente, se ha realizado un estudio de la dispersión de la temperatura. La variación local en la temperatura se ha obtenido midiendo la intensidad local de emisión infrarroja de la muestra por el procedimiento descrito en el capítulo anterior.

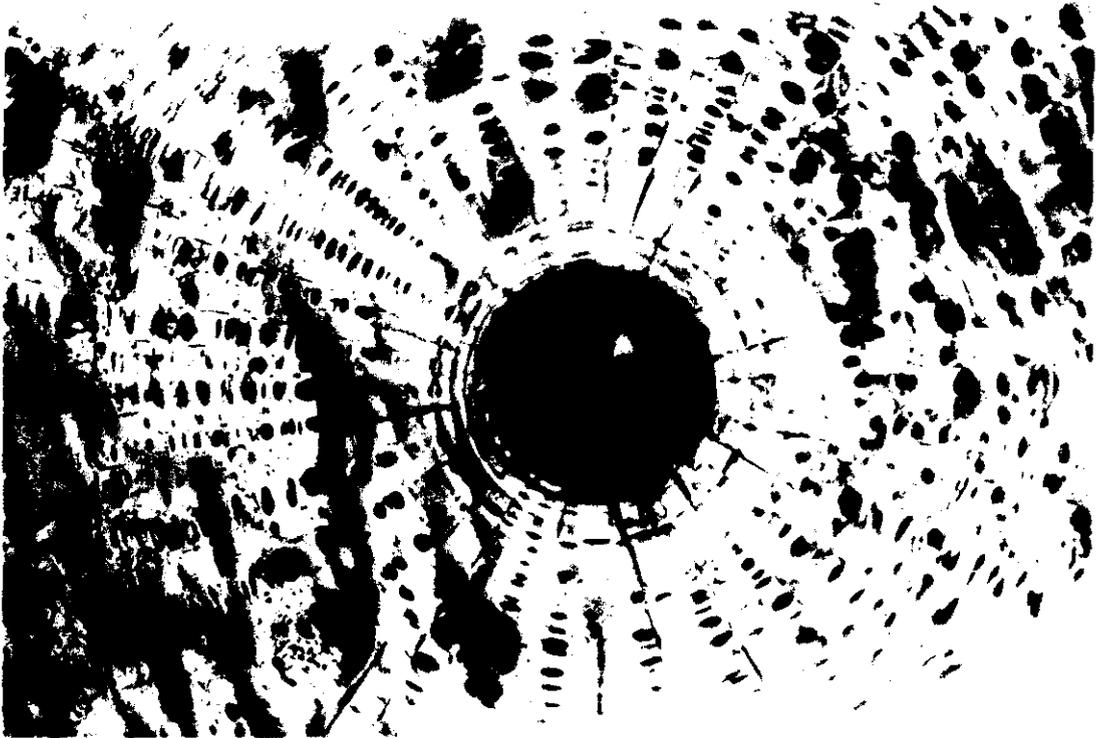


Figura 1. Dominios magnéticos en una muestra de magnetostricción positiva con un impacto láser. Los dominios aparecen en las direcciones radiales.

## V.2 - METODO EXPERIMENTAL

Las muestras (Metglas 2605 SC,  $\lambda_s = 30 \times 10^{-6}$  y Metglas 2705 M,  $\lambda_s = -0.31 \times 10^{-6}$ ) han sido localmente recocidas con una corriente eléctrica radial constante obtenida aplicando una diferencia de potencial entre una punta metálica de  $20 \mu\text{m}$  de diámetro, en contacto eléctrico con una de las superficies de la muestra, y dos aros de cobre (2 cm de diámetro interior, 2.5 cm de diámetro exterior y 0.5 cm de altura) que presionan la muestra entre ellos. Una vista esquemática del sistema utilizado para dicho tratamiento puede observarse en la figura 2.

Para dar una idea cuantitativa de las corrientes involucradas, por ejemplo para una corriente de 0.8 A, como el diámetro de la punta es de  $20 \mu\text{m}$ , la densidad de corriente en la zona de contacto con la muestra es del orden de  $10^9 \text{ A/m}^2$ , y

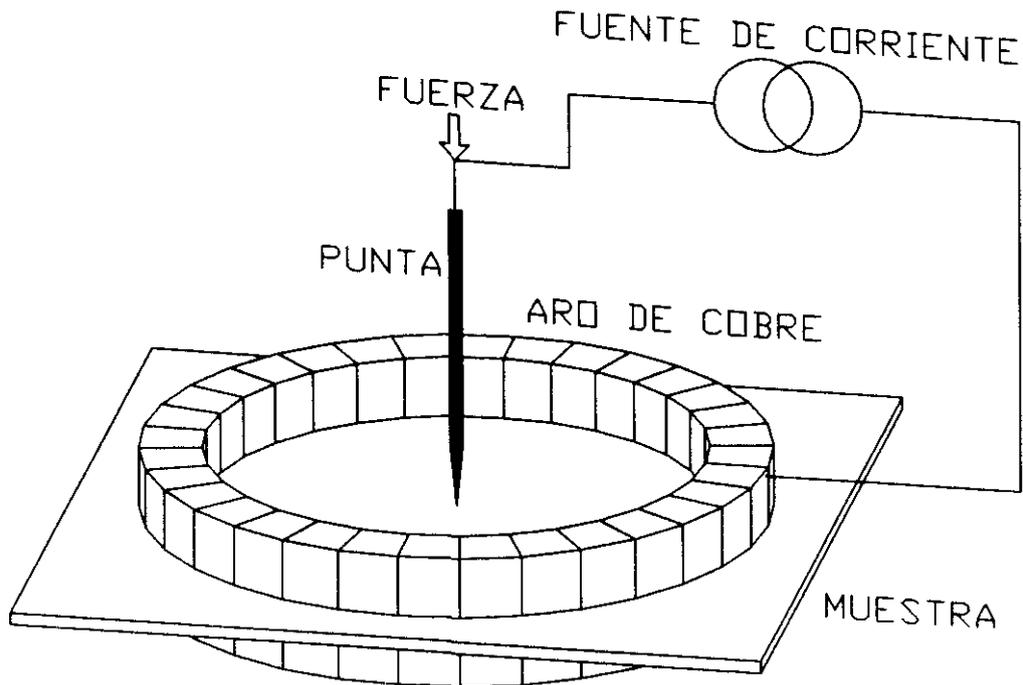


Figura 2. Sistema utilizado para el recocido con corriente y pulsos de corriente de las muestras cuando se aplica simultáneamente una fuerza.

comparando con las intensidades aplicadas en el capítulo anterior, una muestra de 8 cm de longitud por la que circula una corriente de 8 A da lugar a una densidad de corriente aplicada del orden de  $10^8$  A/m<sup>2</sup>. Si aplicamos a la punta una intensidad de 8 A, la densidad de corriente en este caso sería de  $10^{10}$  A/m<sup>2</sup>, con lo que la temperatura de la zona de contacto será mayor que la del resto de la muestra. Mediante estos tratamientos se ha encontrado que una muestra de 20  $\mu$ m de espesor y 1.4 mm de anchura se cristaliza con una densidad de corriente de unos  $4 \times 10^7$  Am<sup>2</sup>. Entonces, como la densidad de corriente que aplicamos en la zona de contacto es mucho mayor, podemos asegurar que dicha zona se cristalizará.

Para asegurar un buen contacto eléctrico entre la punta y la muestra, se ha aplicado una fuerza ajustable sobre la punta, tal y como se puede observar en la figura 2 [26].

### V.3 - DISTRIBUCION DE TEMPERATURAS

El estudio de la temperatura local en la muestra durante el recocido se puede

dividir en dos partes, dependiendo del tipo de recocido realizado:

### ***1 - Recocido con corriente***

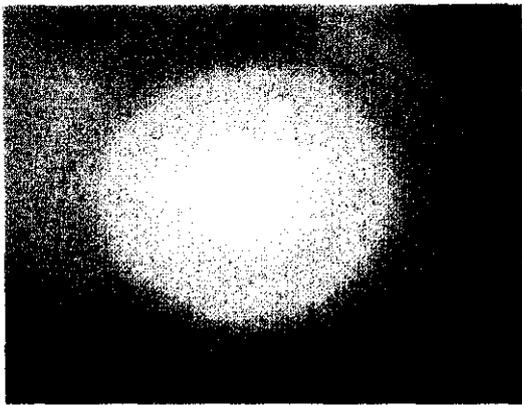
Con el fin de conocer cómo varía la temperatura local con el tiempo, se hizo pasar una corriente eléctrica radial y constante de 2 A con el sistema de la figura 2. El procedimiento utilizado es el siguiente: una vez aplicada la corriente, cada 5 s se obtiene una imagen con la cámara CCD usando siempre 1 s de exposición. De esta forma se puede observar la distribución de la temperatura para diferentes tiempos de recocido (fig. 3). Como se puede ver en las imágenes 3a, 3b, 3c y 3d la temperatura en la zona recocida crece con el tiempo. Sin embargo, en la figura 3d el tiempo de recocido es lo suficientemente alto como para cristalizar la zona recocida, con lo cual la resistencia disminuye, y como la fuente de potencia está estabilizada en intensidad, la emisión infrarroja disminuye para tiempos mayores de recocido (figuras 3e y 3f).

En la figura 3 también se puede observar que el área calentada crece con el tiempo de recocido hasta que se produce la cristalización. Por encima de este tiempo, el área calentada disminuye debido a que la potencia disipada por efecto Joule es menor [27]. Una medida cuantitativa de esta evolución se muestra en la figura 4.

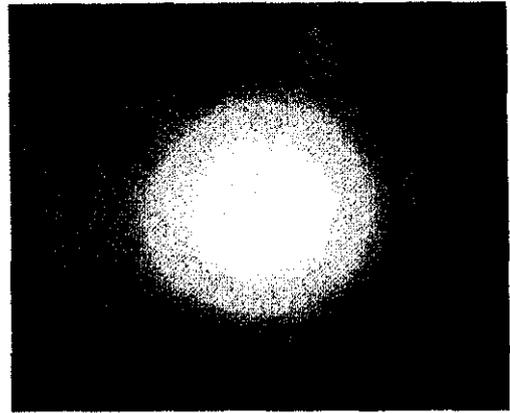
### ***2 - Recocido con pulsos de corriente***

Cuando se aplican pulsos de corriente, los tiempos de adquisición de datos no permiten obtener la emisividad. Entonces recurrimos a medir la energía emitida por la muestra en dos situaciones diferentes: (a) dar pulsos de corriente en un mismo punto de la muestra manteniendo fija la intensidad y variando el tiempo de duración del pulso, dejando enfriar la muestra entre pulso y pulso; (b) dar los pulsos de corriente en distintos puntos de la muestra.

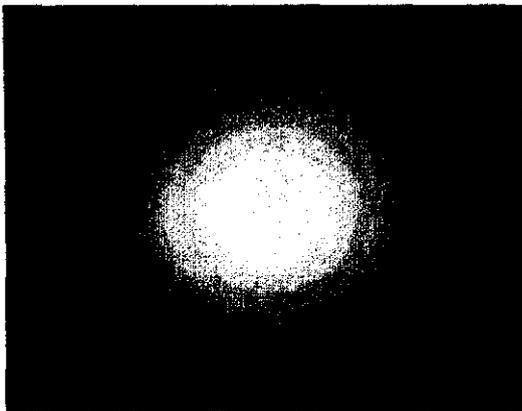
Como se puede apreciar en la figura 5, cuando los pulsos se dan sucesivamente en el mismo punto, la intensidad de emisión infrarroja crece con el tiempo de duración del pulso hasta la cristalización de la zona recocida. A partir de ese pulso y para los pulsos posteriores la intensidad de emisión, y por lo tanto la temperatura, disminuye (imágenes de la figura 5). Este efecto es fácilmente explicable, ya que al utilizar una



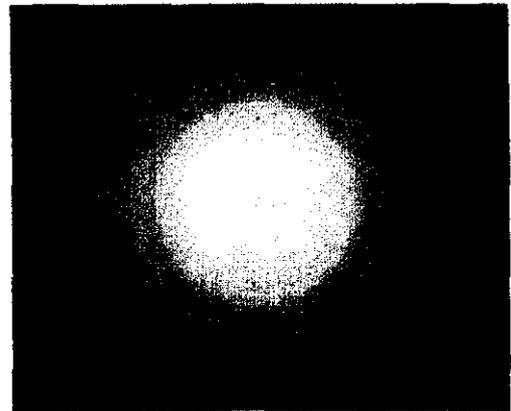
(a)



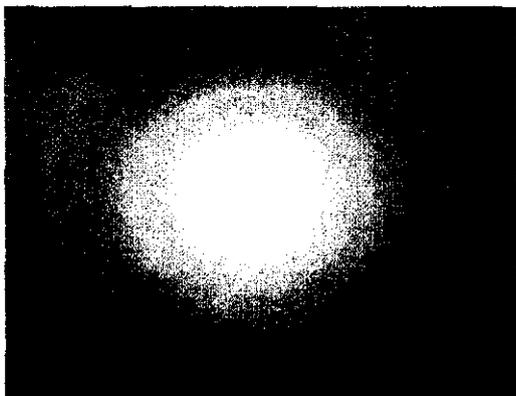
(b)



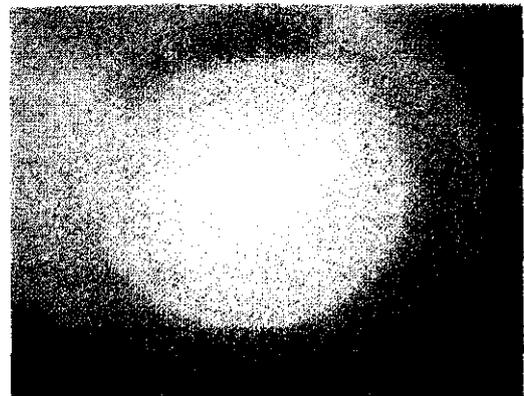
(c)



(d)

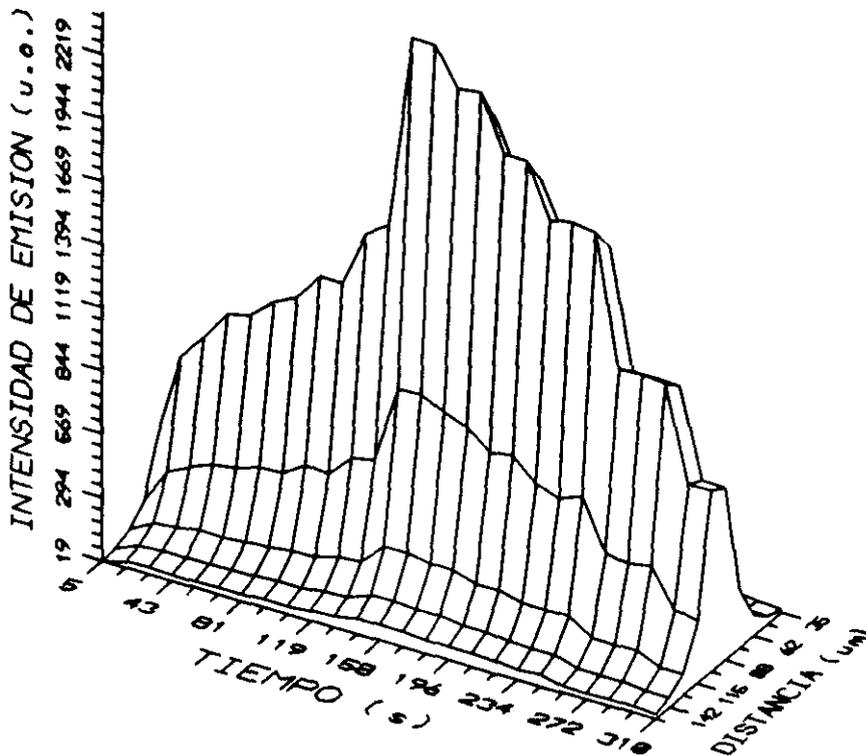


(e)



(f)

**Figura 3.** Distribución de temperatura en la muestra durante el recocido con una intensidad radial.

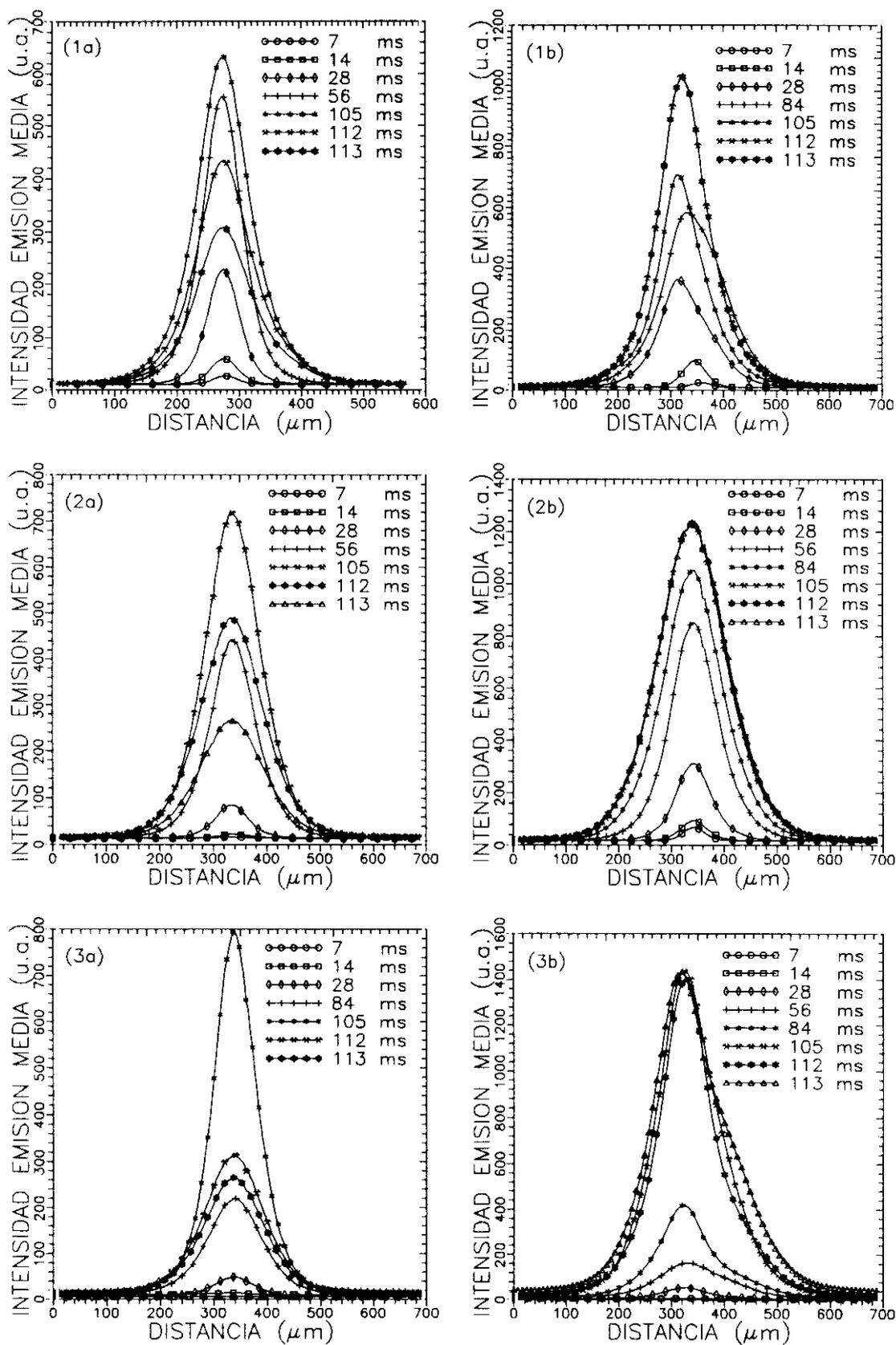


**Figura 4.** Evolución temporal de la emisión infrarroja y la zona calentada de una muestra (Metglas 2705 M) recocida con una corriente radial de 2 A.

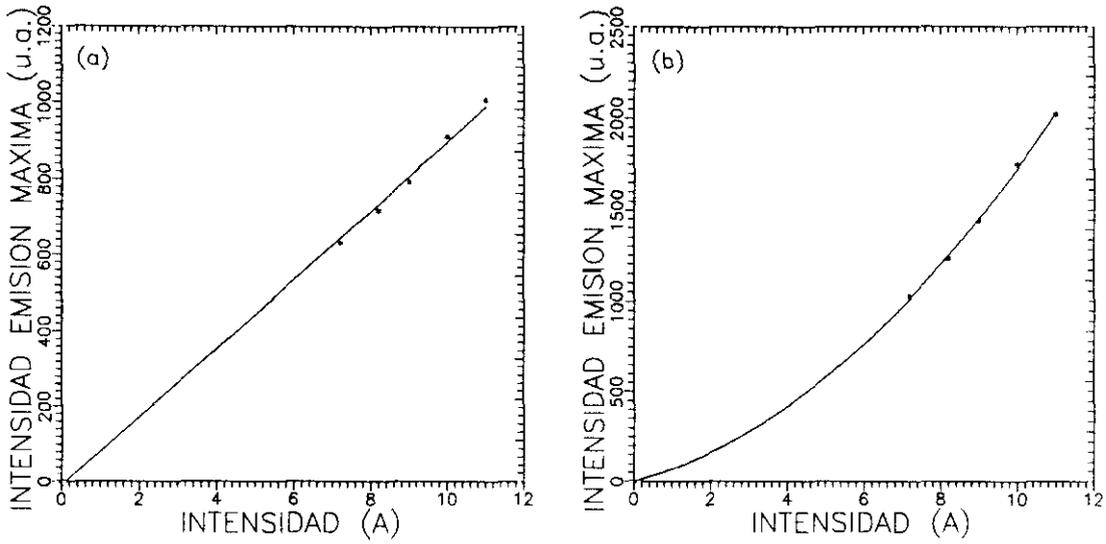
fuelle estabilizada en corriente, cuando la muestra se cristaliza la resistencia disminuye y por lo tanto, la intensidad de emisión también. De esta forma se obtiene que la intensidad de emisión máxima sigue un comportamiento lineal con la intensidad del pulso (figura 6a), ya que aunque la potencia disipada es  $RI^2$ , al disminuir la resistencia en la cristalización, disminuye la potencia disipada. Si los pulsos se dan en distintos puntos de la muestra, se observa que a partir de la cristalización, la intensidad de emisión media se mantiene más o menos constante, ya que la potencia máxima disipada va a ser en estos pulsos la misma al llegar a la cristalización (imágenes b de la figura 5), y por lo tanto, la intensidad de emisión máxima tendrá un comportamiento cuadrático con la intensidad del pulso (figura 6b).

### **3 - Visualización de zonas cristalizadas**

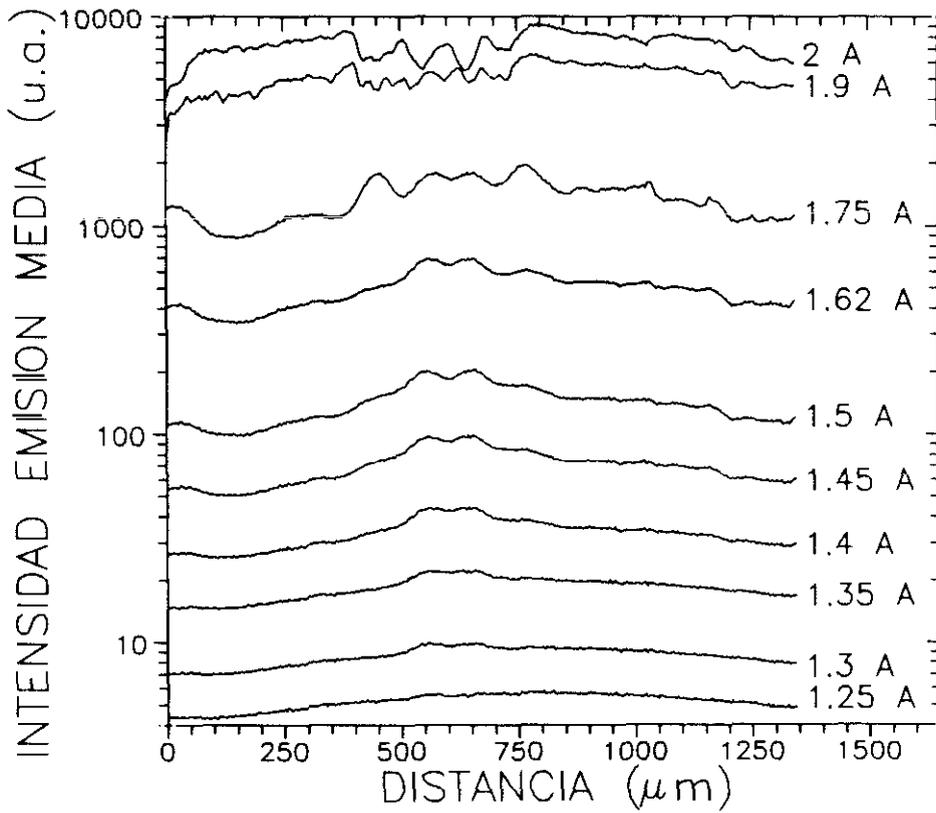
En el capítulo anterior se estudió, mediante el método de los incrementos finitos, la disipación de energía de una muestra con una zona cristalizada. Para ello se aplicaba



**Figura 5.** Recocidos con pulsos de corriente en el mismo punto de la muestra (a) y en distintos puntos (b) para distintas intensidades de corriente: (1) 7.2 A, (2) 8.2 A, (3) 9 A.



**Figura 6.** Intensidad de emisión máxima para pulsos de corriente de diversas intensidades aplicados: (a) en el mismo punto, (b) en distintos puntos.



**Figura 7.** Intensidad de emisión infrarroja de una muestra, con la zona central cristalizada, recocida con una corriente longitudinal creciente.

una diferencia de potencial constante entre los extremos de la muestra y se obtenían unos máximos en la energía disipada alrededor de la zona cristalizada. Con el fin de poder comprobar experimentalmente ese cálculo teórico, aplicamos a una muestra un pulso de corriente de 10.3 A durante 14 ms con el dispositivo de la figura 2 de forma que se cristalice la zona recocida. Posteriormente se hizo pasar una corriente longitudinal creciente a través de la muestra y se fue estudiando la intensidad de emisión de la muestra en una franja transversal en el centro de la cual (600  $\mu\text{m}$ ) se encuentra la zona cristalizada. Como se puede ver en los resultados obtenidos (figura 7), la emisividad de la zona cristalizada es mayor que la del resto de la muestra, y se puede apreciar que al aumentar la corriente aumenta la diferencia de emisión entre zona amorfa y cristalizada, aunque se observa una disminución en el punto de contacto de la punta con la muestra.

Estos resultados concuerdan con los obtenidos mediante el modelo teórico (figura 8). Esta figura se ha obtenido considerando una malla de 40x80 puntos con una zona central cristalizada de distintos radios y en ella se puede apreciar que en la zona de contacto de la punta con la muestra la disipación es menor, aumentando ésta en los bordes de la zona cristalizada y en total acuerdo con los resultados experimentales (figura 7), donde se ve que al aumentar la intensidad de recocido aumenta la zona cristalizada apareciendo diversos valles en dicha zona, aunque se mantiene mayor la emisividad media radiada de esa zona respecto de la amorfa.

#### **Y.4 - RESULTADOS**

Inicialmente esta parte del trabajo se empezó a realizar aplicando los recocidos en las muestras sin ninguna tensión aplicada sobre la punta. Así se observó que debido a las dilataciones que se producen durante el tratamiento la punta no hacía buen contacto con la muestra en determinadas ocasiones, llegando incluso a producirse pequeños arcos. Con el fin de evitar estos inconvenientes se procedió a aplicar una fuerza lo suficientemente grande como para evitar el movimiento de la punta. De esta manera, se construyó inicialmente un dispositivo que disponía de un tornillo que presionaba la punta y aseguraba el buen contacto eléctrico.

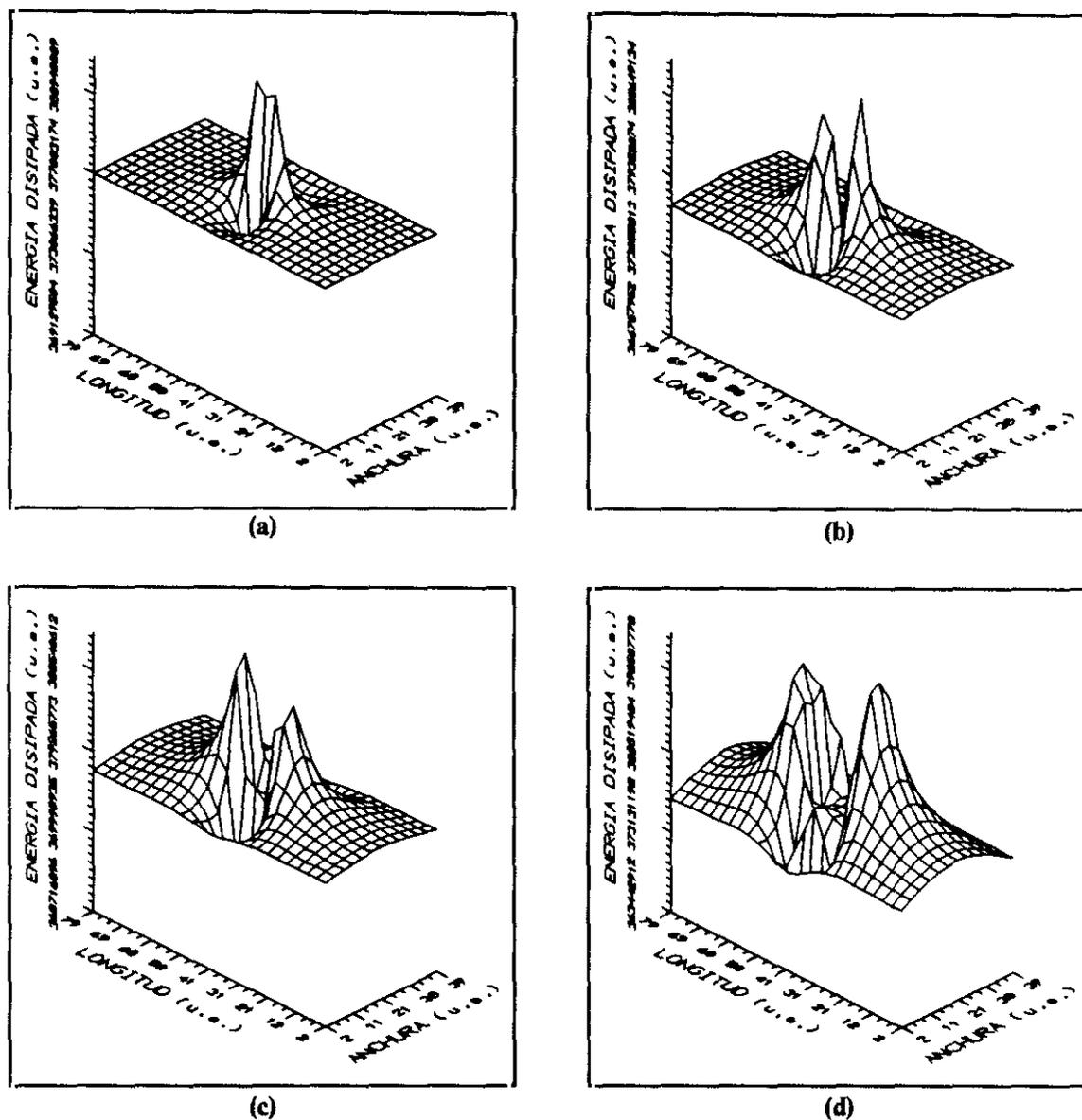
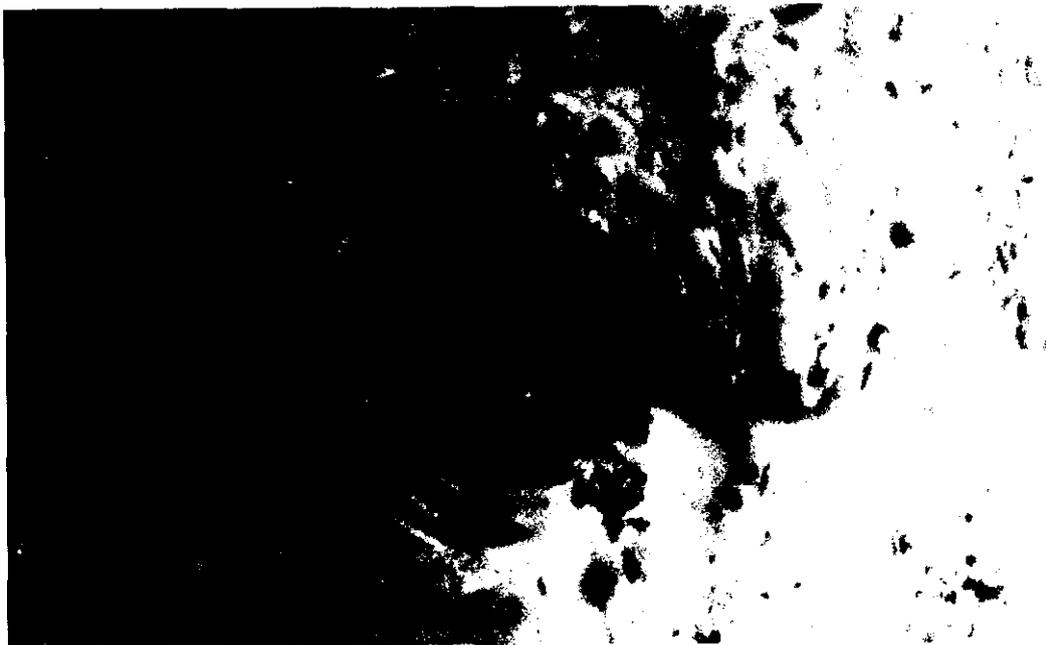


Figura 8. Modelo teórico de la muestra con una zona central circular cristalizada de radio: (a) 2, (b) 4, (c) 6 y (d) 10.

Mediante este método de recocido local se esperaban obtener resultados similares a los conseguidos por medio del recocido local con láser [14-18]. En la figura 9 se muestran los dominios magnéticos obtenidos de dos muestras de Metglas 2605 SC recocidas durante 200 s con una intensidad de 0.4 A (fig. 9a) y 0.6 A (fig. 9b). Como se puede ver, el resultado es sorprendente ya que aparece una distribución de dominios circular alrededor de la zona recocida, mientras el recocido con láser en este mismo material da como resultado una estructura de dominios radial (fig. 1). Con este resultado el siguiente paso es discernir el posible origen de la anisotropía inducida.



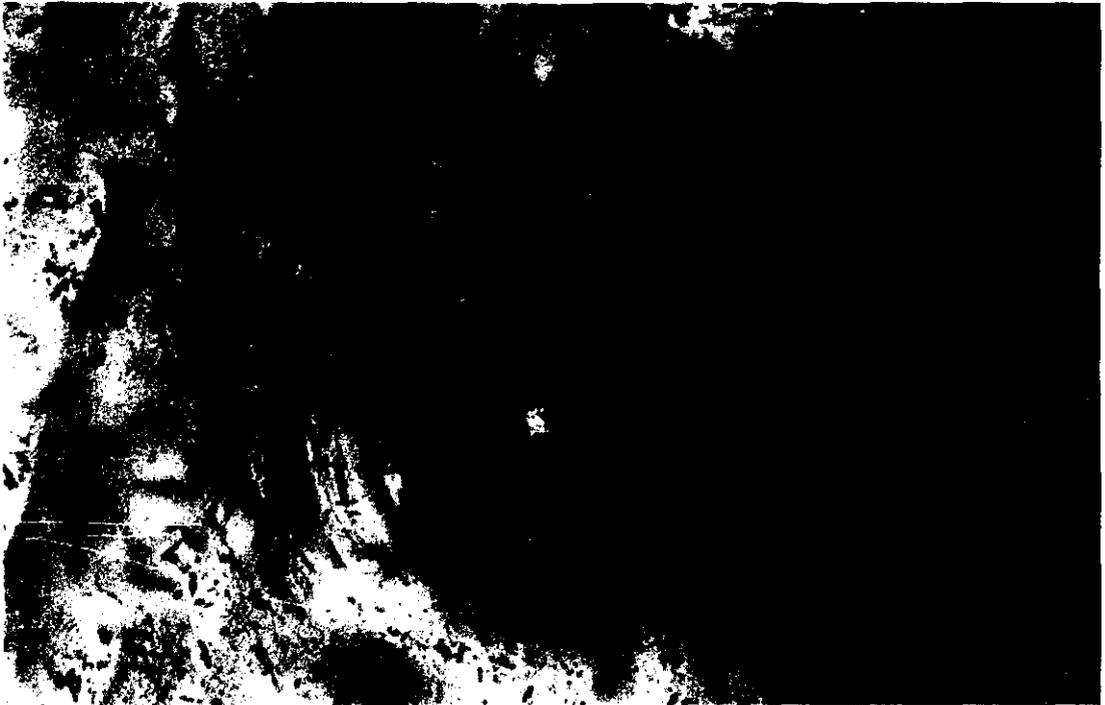
(a)



(b)

**Figura 9.** Dominios circulares alrededor de la zona recocida durante 200 s con una corriente de: (a) 0.4 A y (b) 0.6 A.

La densidad de corriente y la tensión aplicada durante los recocidos disminuye linealmente con la distancia al punto de contacto, mientras que la densidad de energía eléctrica disipada decrece con el cuadrado de la distancia. Por ello, el efecto del calor en la muestra es más local que el de la tensión aplicada o que el del campo magnético producido por la corriente. Así, en una muestra recocida con 1 A durante 200 s y con



(a)



(b)



(c)

**Figura 10.** Dominios circulares alrededor de la zona recocida ( $F = 1 \text{ N}$ ): (a)  $I = 0.8 \text{ A}$ , (b)  $I = 0.9 \text{ A}$  y (c)  $I = 1 \text{ A}$ .

una fuerza de  $1 \text{ N}$  sobre la punta, el diámetro de la zona cristalizada es solamente de  $140 \mu\text{m}$ , mientras que a una distancia de  $1 \text{ mm}$ , el campo magnético circular y la tensión aplicada durante el recocido son de  $150 \text{ A/m}$  y  $8 \text{ MPa}$  respectivamente. Como la constante de anisotropía de esta muestra es de  $15 \text{ J/m}^3$  [2], el efecto del campo magnético circular y de la tensión aplicada es lo suficientemente grande como para competir con la anisotropía del material y alinear la imanación en sus direcciones.

#### V.4.1 - Muestras con constante de magnetostricción positiva

Para estudiar el efecto de estas tensiones se modificó el dispositivo de recocido por otro que nos permitiera controlar la fuerza ejercida sobre la punta, el cual se puede ver en la figura 2. Se empezó el estudio aplicando una fuerza grande. En la figura 10 se pueden observar la estructura de dominios de tres muestras recocidas durante  $200 \text{ s}$  con una intensidad de  $0.8 \text{ A}$  (fig. 10a),  $0.9 \text{ A}$  (fig. 10b) y  $1 \text{ A}$  (fig. 10c), cuando se aplicaba simultáneamente una fuerza sobre la punta de  $F = 1 \text{ N}$ . La imanación rodea el punto de contacto con la punta, con lo cual la dirección fácil de anisotropía es perpendicular a la radial inducida mediante el recocido local con láser [17].

Este resultado es sorprendente debido a que:

(a) La reducción del volumen del área cristalizada en la zona de la muestra en contacto con la punta es esperable que induzca una anisotropía radial [18].

(b) La dirección de la imanación durante el recocido estará en la dirección radial o circular dependiendo del valor del cociente  $H_K/H_I$ , donde  $H_K$  es el campo de anisotropía debido a las tensiones elásticas inducidas en la muestra por la fuerza sobre la punta y  $H_I$  es el campo magnético producido por la corriente.

La distribución del campo de tensiones de una lámina delgada en el punto en el que se ejerce una presión es verdaderamente complejo. Existirán tensiones de compresión en la superficie en contacto con la punta y extensiones en la otra cara, siendo la posición del plano neutral dependiente de la magnitud de la fuerza aplicada [28].

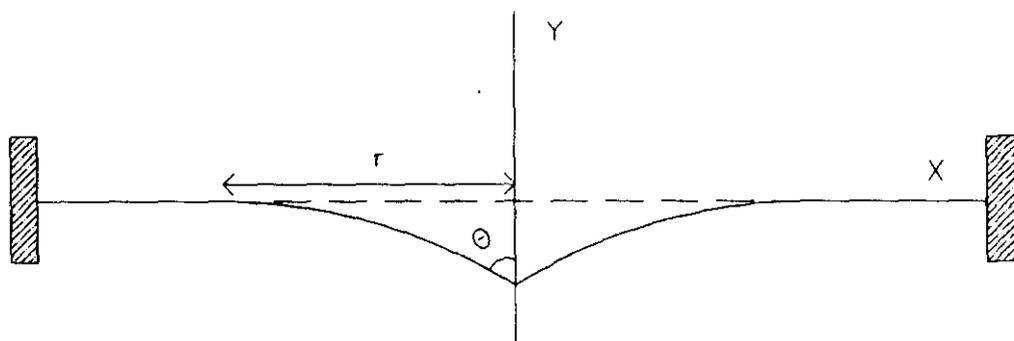


Figura 11. Deformación de una membrana al aplicarla una fuerza en el centro.

En primera aproximación y para zonas lejos del punto de contacto se puede considerar que la muestra se comporta como una membrana elástica (figura 11). Un cálculo aproximado nos proporciona las tensiones radial  $\sigma_r$  y transversal  $\sigma_\theta$  partiendo de las deformaciones que aparecen en ambas direcciones:

$$\epsilon_r = \frac{\Delta r}{r} = \frac{\sigma_r}{E} - \frac{\sigma_\theta}{E} \sigma^2 \quad (1)$$

$$\epsilon_\theta = \frac{\Delta \theta}{\theta} = 0 = \frac{\sigma_\theta}{E} - \frac{\sigma_r}{E} \sigma \rightarrow \sigma_\theta = \sigma \cdot \sigma_r \approx \frac{\sigma_r}{2} \quad (2)$$

Si nos fijamos en la figura 11 tendremos que la fuerza aplicada en un punto de

la muestra vendrá dada por la proyección sobre la dirección radial, es decir

$$F = \text{sen}\theta \sigma_r 2\pi r h = \frac{\text{tg}\theta}{\sqrt{\text{tg}^2\theta + 1}} \sigma_r 2\pi r h \quad (3)$$

Sustituyendo la ecuación [2] en la [1] nos queda la tensión radial de la forma

$$\epsilon_r = \frac{\sigma_r}{E} - \frac{\sigma_r}{E} \sigma^2 \rightarrow \sigma_r = \epsilon_r \frac{E}{(1 - \sigma^2)}$$

y teniendo en cuenta la relación

$$\text{tg}\theta = \frac{\partial u_y}{\partial u_x} = \frac{\partial u_y}{\partial u_r} \cdot \frac{\partial r}{\partial u_x} = \frac{\partial u_y}{\partial r}$$

la deformación y tensión radial quedan de la forma:

$$\epsilon_r = \frac{\sqrt{(\text{tg}\theta \Delta r)^2 + \Delta r^2} - \Delta r}{\Delta r} = \sqrt{\text{tg}^2\theta + 1} - 1$$

$$\sigma_r = (\sqrt{\text{tg}^2\theta + 1} - 1) \frac{E}{1 - \sigma^2} \quad (4)$$

Sustituyendo la ecuación [4] en la [3] tendremos

$$F = \frac{E 2\pi r h}{1 - \sigma^2} \text{tg}\theta \left[ 1 - \frac{1}{\sqrt{\text{tg}^2\theta + 1}} \right]$$

y teniendo en cuenta que

$$-1 < \text{tg}^2\theta < 1 \rightarrow (\text{tg}^2\theta + 1)^{-1/2} \sim 1 - \frac{1}{2} \text{tg}^2\theta$$

la fuerza y la tensión radial quedan de la siguiente manera:

$$F = \frac{E\pi r h}{1 - \sigma^2} \text{tg}^3\theta \rightarrow \text{tg}\theta = \sqrt[3]{\frac{F}{Kr}} \quad (5)$$

$$\sigma_r = \frac{E}{2(1-\sigma^2)} t g^2 \theta = \frac{E}{2(1-\sigma^2)} \left( \frac{F}{Kr} \right)^{2/3} \quad (6)$$

donde

$$K = \frac{E\pi h}{1-\sigma^2} \quad (7)$$

y la tensión radial queda de la siguiente forma:

$$\sigma_r = \frac{1}{2\pi h} \left( \frac{F^2 E \pi h}{r^2 (1-\sigma^2)} \right)^{1/3} \quad (8)$$

donde  $h$  es el espesor ( $20 \mu\text{m}$ ),  $F$  la fuerza aplicada sobre la punta,  $E$  el módulo de elasticidad,  $\sigma$  el coeficiente de Poisson,  $r$  la distancia del punto de contacto al punto considerado y  $\sigma_r$  la tensión radial.

Con el fin de simplificar los cálculos, se ha tomado como límite inferior del cociente entre los campos de anisotropía y magnético  $H_K/H_I$  el siguiente:

$$\begin{aligned} H_K &= \frac{3}{2} \lambda_s \frac{\sigma}{M_s} \\ H_I &= \frac{I}{2\pi r} \\ \frac{H_K}{H_I} &= \frac{3\lambda_s \sigma r \pi}{I M_s} \sim \frac{3\lambda_s F}{M_s h I} \end{aligned} \quad (9)$$

donde  $M_s$  es la imanación de saturación (1.6 T). En nuestro caso,  $H_K/H_I$  es mayor que 1, con lo que durante el recocido la dirección de la imanación es radial y la anisotropía inducida estará en la misma dirección. Por lo tanto, el resultado de la figura 10 no se puede explicar de esta manera.

Si la dirección de la anisotropía fuera debida únicamente a la acción del campo magnético aplicado, al recocer aplicando simultáneamente una fuerza pequeña se induciría una configuración de la imanación circular. En la figura 12 se muestra la

estructura de dominios de dos muestras recocidas con distintas intensidades con una débil fuerza aplicada sobre la punta de 0.05 N. La zona próxima a la punta se calentará más que el resto de la muestra llegando a la cristalización, con lo que tensará el resto del material y aparecerá una distribución de tensiones en el plano de la muestra que dan lugar a la formación de paredes radiales perpendiculares a la zona recocida. En dichas imágenes se puede ver cómo aumentan las paredes radiales al ir aumentando la intensidad de corriente del recocido, al contrario de lo que cabría esperar, ya que esto no se puede explicar por el efecto del campo aplicado puesto que en este caso  $H_K/H_I < 1$ . Entonces, estos resultados no pueden explicarse ni por el efecto de la tensión elástica aplicada ni por el campo magnético producido por la corriente.

Posteriores medidas realizadas para diferentes fuerzas aplicadas demuestran que la configuración de dominios depende de la tensión de la punta sobre la muestra, creciendo la anisotropía circular inducida cuando aumenta la presión.

Para tratamientos en los que se ha usado pulsos de corriente de 8 A de intensidad, los resultados obtenidos son similares a los conseguidos mediante el recocido con corriente. En la figura 13a se presenta la configuración de dominios de una muestra recocida con dos pulsos de corriente de 28 ms y 56 ms cuando la fuerza externa aplicada era  $F = 0.05$  N, y en la figura 13b la de otra muestra recocida durante 7 ms con una fuerza externa de  $F = 1$  N. Como se puede ver, los resultados son similares cuando la fuerza externa aplicada es muy pequeña o muy grande. Sin embargo, para valores intermedios (entre 1 N y 0.05 N), se inducen distintas anisotropías magnéticas recociendo localmente con pulsos o con corriente continua:

- (a) Recocido con pulso de corriente ( $I=8$  A,  $t=28$  ms,  $F=0.1$  N). La configuración magnética observada es radial en este caso (fig. 16a), como la observada en muestras recocidas con corriente con una fuerza aplicada menor (0.05 N).
- (b) Recocido local con corriente ( $I= 1.1$  A,  $t= 200$  s,  $F= 0.1$  N). En la figura 16b se pueden observar dominios magnéticos perpendiculares alrededor de la zona recocida y simultáneamente una anisotropía magnética circular rodeando esta zona.

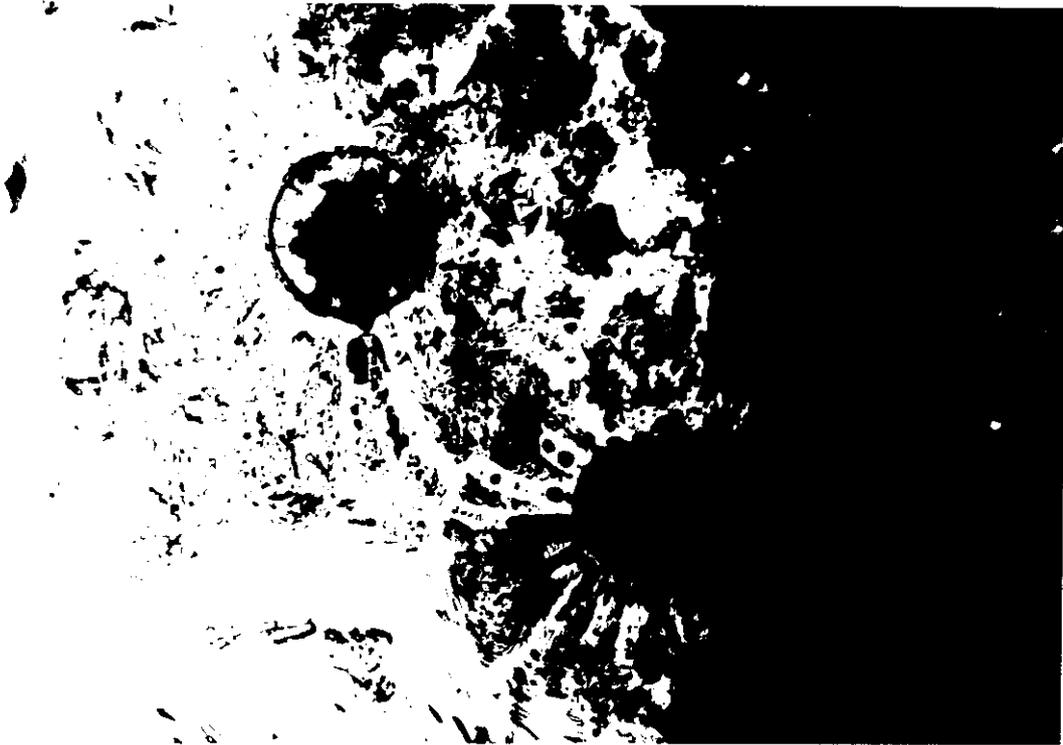


(a)



(b)

**Figura 12.** Dominios perpendiculares radiales a la zona recocida ( $F = 0.05 \text{ N}$ ):  
(a)  $I = 1.3 \text{ A}$  y (b)  $I = 1.4 \text{ A}$ .



(a)



(b)

Figura 13. Muestras recocidas con pulsos de corriente ( $I = 8 \text{ A}$ ): (a)  $t_1 = 28 \text{ ms}$ ,  $t_2 = 56 \text{ ms}$ ,  $F = 0.05 \text{ N}$ ; (b)  $t = 7 \text{ ms}$ ,  $F = 1 \text{ N}$ .

Como se puede ver, diferentes comportamientos se han encontrado para la misma fuerza aplicada ( $F = 0.1 \text{ N}$ ) en recocidos con pulsos y con corriente. Son necesarias tensiones mayores para inducir una anisotropía magnética circular en los recocidos con pulsos. Esto sugiere que la anisotropía inducida es debida al balance entre las tensiones internas producidas por la cristalización de la zona en contacto con la punta y las tensiones internas producidas por la deformación plástica inhomogénea de la muestra.

Diversos autores han realizado diferentes estudios para tratar de explicar el origen de esas anisotropías. Para algunos tipos de muestras amorfas se ha demostrado [19-20] que el comportamiento de la anisotropía magnética inducida mediante el recocido con tensión es similar al de la tensión viscoelástica (creep) cuando una tensión es aplicada a elevadas temperaturas. Es importante tener en cuenta que el creep viscoelástico tiene dos contribuciones [21-23], una deformación anelástica (reversible) y una deformación plástica (flujo viscoso homogéneo) que es irreversible.

Al disminuir la elevada temperatura, la muestra se contrae tanto elástica como anelásticamente debido a la disminución de la temperatura con el tiempo y la reorganización interna de los átomos [20]. Este comportamiento ha sido observado para diversas cintas amorfas [24], y se ha demostrado que la contribución anelástica de la tensión puede ser completamente recuperada después de un tiempo lo suficientemente largo. Según Nielsen y colaboradores [20] la parte anelástica de la anisotropía se asocia con un desplazamiento atómico reversible de corto alcance y cambios en el orden de corto alcance a bajas temperaturas, mientras que la parte plástica debe asociarse con los movimientos atómicos irreversibles de largo alcance y cambios en el orden de corto alcance a altas temperaturas.

En nuestro caso, la zona tensada por la presión de la punta se alarga durante el recocido y produce tensiones circulares en los alrededores cuando la muestra se enfría. Esto también puede observarse en la prominencia que aparece en la zona recocida. Para pequeñas fuerzas ( $0.05 \text{ N}$ ) las tensiones inducidas por el cambio del volumen de la zona cristalizada son mayores que las producidas por las débiles fuerzas externas sobre la

muestra. Al cristalizarse una pequeña zona aparecerán una tensión radial y una compresión circular (fig. 14), por lo que la imanación, al ser una muestra de magnetostricción positiva se dispondrá paralelamente a la tensión y perpendicularmente a la compresión, dando origen a las paredes radiales (fig. 12).

Para fuerzas aplicadas grandes (1 N), tendremos solapados los efectos de la anisotropía inducida por la deformación plástica y por la cristalización. La zona en la que se produzca el flujo plástico aumentará su superficie de tal forma que al enfriarse comprimirá radialmente al resto de la muestra y hará que aparezca una tensión circular rodeándola (fig. 15), apareciendo paredes circulares en ella (fig. 10). A su vez, la zona circundante comprimirá radial y circularmente la zona afectada por el flujo plástico, dando lugar a la aparición de dominios straipe con anisotropía perpendicular al plano de la muestra (fig. 10).

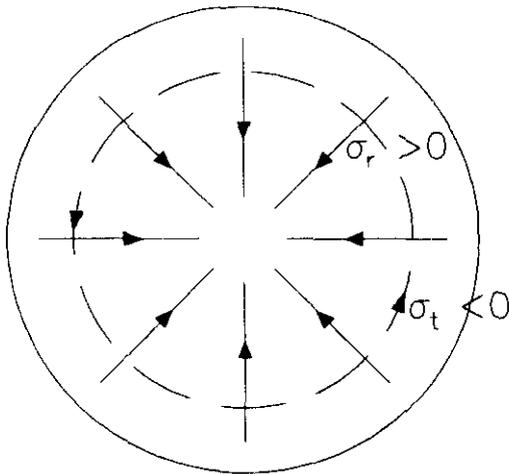


Figura 14. Distribución de tensiones después de haberse cristalizado la zona central ( $\sigma_r$  es la tensión radial y  $\sigma_t$  es la tensión circular).

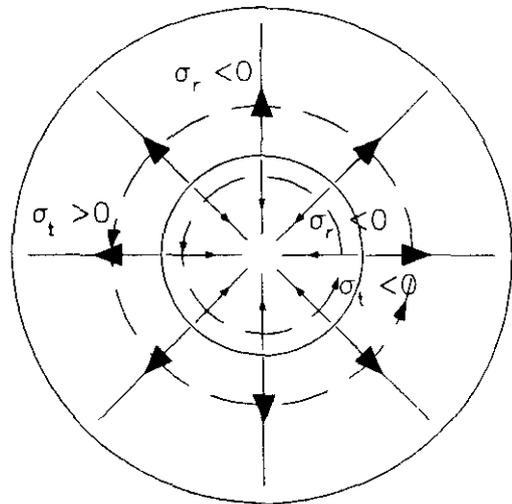


Figura 15. Distribución de tensiones después de haber tenido lugar el flujo plástico en la zona central de la muestra.

Si la fuerza aplicada tiene un valor intermedio tendremos la aparición de un pandeo en la muestra, manteniéndose fijo el plano neutro de la misma por lo que aparecerá una compresión en el plano de la muestra que está en contacto con la punta y una tensión radial saliente en el otro plano, que es el que se observa por técnica Bitter. La cristalización de la zona recocida dará lugar a una tensión radial hacia la

punta, compensando en cierto modo la debida al pandeo, y una compresión circular. Si además estamos cerca del límite plástico, se puede producir este efecto en una pequeña región, dando lugar a una compresión radial, que junto a la circular justifican la aparición de dominios stripes en toda la zona. A su vez ya se ha visto que se produce una tensión circular que origina la aparición simultánea de paredes circulares en ese área (fig. 16b), ya que la anisotropía inducida por el orden magnético es despreciable debido al corto tiempo de calentamiento.

#### V.4.2 - Muestras con constante de magnetostricción negativa

Con el fin de confirmar las afirmaciones expuestas anteriormente, se repitieron los tratamientos en cintas de Metglas 2705 M. Teniendo en cuenta el signo negativo de la constante de magnetostricción de este tipo de muestras, la distribución de la imanación esperable será radial para fuerzas aplicadas grandes y circular para pequeñas fuerzas.

Efectivamente, para una fuerza aplicada de 1 N durante el recocido local, aparece una configuración de dominios magnéticos radial (figura 17), como era de esperar. Sin embargo, si se aplica una fuerza sobre la punta de 0.05 N el resultado es sorprendente, ya que la muestra 2705 M se comporta como una de constante de magnetostricción positiva, como se puede ver en la figura 18, en la que aparece una distribución de la imanación radial. Un cambio en el signo de la magnetostricción ha sido encontrado por diversos autores en esta clase de muestras [29-32], con lo cual un efecto similar puede darse en las zonas recocidas de nuestras muestras.

Para comprobar que efectivamente se ha producido el cambio del signo de la magnetostricción se procedió a aplicar una tensión longitudinal a la muestra de la figura 18, y se observó que aparecían paredes perpendiculares a la tensión aplicada en las zonas no recocidas (figura 19a) y que desaparecían las paredes radiales perpendiculares a la tensión aplicada en las zonas recocidas (figura 19b), lo que demuestra claramente que la magnetostricción tiene signos distintos en cada zona.



(a)



(b)

**Figura 16.** Estructura magnética alrededor de la zona recocida ( $F=0.1$  A): (a)  $I=8$  A,  $t=28$  ms; (b)  $I=1.1$  A,  $t=200$  s.



Figura 17. Dominios radiales de una muestra recocida con corriente ( $F = 1$  N).

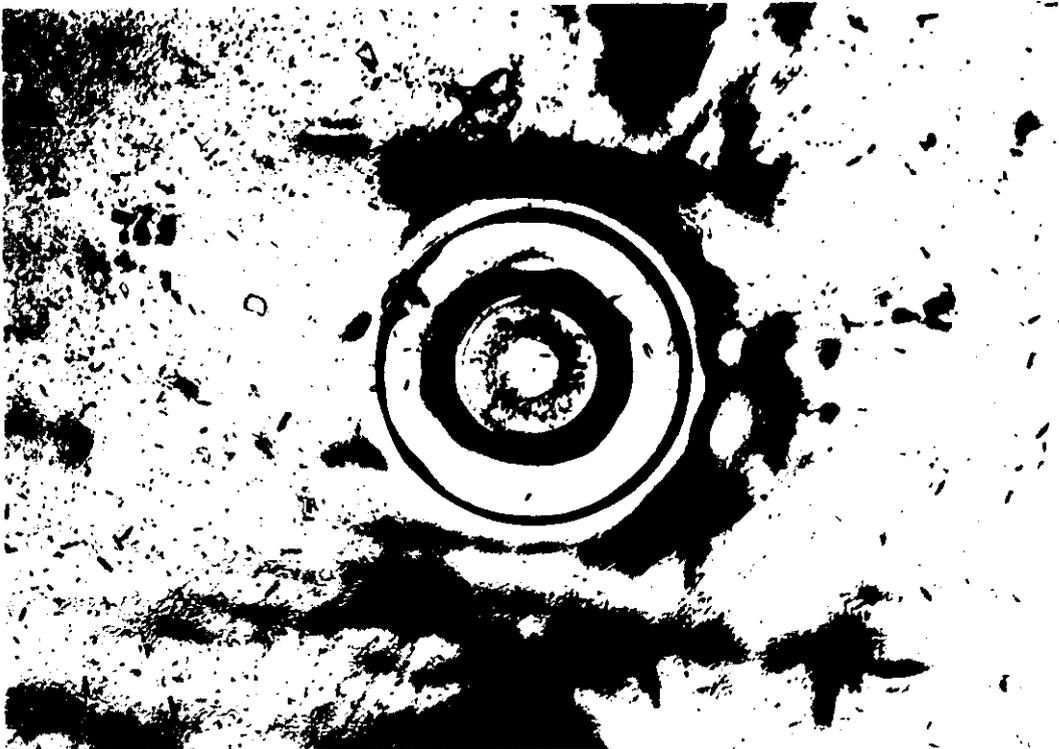


Figura 18. Estructura de dominios radial de una muestra recocida con corriente ( $F = 0.05$  N).



(a)



(b)

Figura 19. Estructura de dominios de una muestra de  $\lambda_s > 0$  tensada longitudinalmente: (a) zona recocida, (b) fuera de la zona recocida.

El resultado completa algunos estudios realizados sobre la dependencia con la temperatura de la constante de magnetostricción muy baja en materiales amorfos. La dependencia anómala de  $\lambda_s$  con la temperatura en aleaciones ricas en Co ha sido atribuida por O'Handley [29] a la combinación de un término positivo de dos iones más una contribución negativa del término de un ion. Entonces, la interacción de canje anisótropa es proporcional al cuadrado de la imanación de saturación y un cambio en el signo de  $\lambda_s$  es esperable por debajo del punto de Curie debido a las distintas dependencias con la temperatura de las contribuciones de un ion y de dos iones. De la misma forma A. Hernando y colab. [30-32] encontraron experimentalmente un cambio del signo de  $\lambda_s$  a temperaturas por debajo del punto de Curie en aleaciones amorfas ricas en Co, y mostraron que  $\lambda_s$  depende localmente de la densidad de pares de átomos que pueden modificar el peso relativo de las contribuciones de un ion y dos iones. Consecuentemente, los cambios estructurales originados durante el recocido modifica la magnetostricción e induce en algunos casos anisotropías homogéneas macroscópicas. De la misma forma, en este trabajo se ha demostrado que el recocido bajo una pequeña tensión, hace cambiar el signo de  $\lambda_s$  en las zonas próximas a la cristalizada.

Con el fin de poder entender los procesos que tienen lugar en los tratamientos y la distribución de tensiones en las muestras se procedió a realizar un modelo teórico que fuera capaz de explicar dicha distribución así como la deformación plástica que tienen lugar.

### V.5 - MODELO ELASTICO

La distribución de tensiones durante el recocido, para pequeñas fuerzas aplicadas sobre la punta de forma que el desplazamiento vertical máximo  $\delta_{\max}$  (fig. 20) sea menor que el espesor de la muestra  $h$  puede encontrarse en [33].

$$\delta_{\max} = \frac{q}{4D} \left[ -\frac{c^4}{4} \ln \frac{a}{c} - \frac{3}{16} c^4 + \frac{a^2 c^2}{4} \right] \quad (10)$$

$$\sigma_{r_{\max}} = \frac{3}{2} (1+\nu) \frac{P}{\pi h^2} \left[ \ln \frac{a}{c} + \frac{c^2}{4a^2} \right] \quad (11)$$

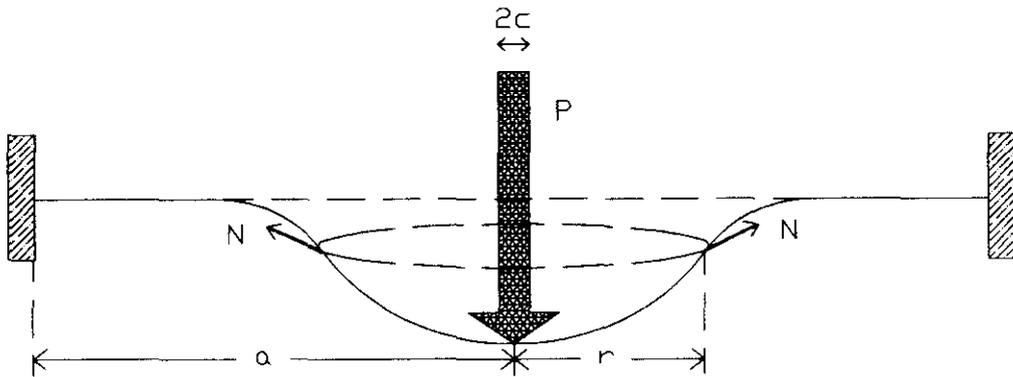


Figura 20. Membrana sometida a una presión en un punto de su superficie.

$$D = \frac{Eh^3}{12(1 - \nu^2)} \tag{12}$$

$$q = \frac{P}{\pi c^2} \tag{13}$$

En nuestro caso  $a = 1\text{cm}$ ,  $h = 20 \mu\text{m}$ ,  $c = 10 \mu\text{m}$ ,  $E = 63 \times 10^9 \text{ N/m}^2$  (módulo de elasticidad) y  $\nu = 0.39$  (coeficiente de Poisson) [34], y se puede considerar en primera aproximación

$$\delta_{\max} = \frac{Pa^2}{16\pi D} \tag{14}$$

En nuestras medidas, para la mínima fuerza aplicada sobre la punta, la  $\delta_{\max}$  medida fue de  $60 \mu\text{m}$ , y este resultado no se puede explicar con la solución anterior. En nuestro caso la muestra se comporta más como una membrana que como una lámina metálica.

En el punto de aplicación de la fuerza, teóricamente, la tensión es infinitamente grande, ya que se trata de una fuerza de valor finito que actúa en un área infinitamente pequeña. En la práctica se produce un fenómeno de flujo plástico de cierta magnitud en el entorno del punto de aplicación, de manera que la fuerza viene a repartirse en un área de extensión finita. Si imaginamos que la porción de material que experimenta la deformación plástica es separada de la placa mediante una pequeña perforación, las ecuaciones de la elasticidad podrán aplicarse a la porción restante de la muestra. En este

caso, la condición de equilibrio en la dirección vertical es [35]

$$P = 2\pi r N \frac{d\delta}{dr} \quad (15)$$

e integrando queda

$$\int_c^a d\delta = \int_c^a \frac{P}{2\pi N} \frac{dr}{r} \quad (16)$$

$$\delta_{\max} = \frac{P}{2\pi N} \ln \frac{a}{c} \quad (17)$$

Para calcular  $N$  se han tomado las deformaciones en el plano medio de la muestra. De esta manera, el incremento del radio debido a la deformación  $\delta$  es

$$\Delta a = \frac{1}{2} \int_c^a \left( \frac{d\delta}{dr} \right)^2 dr = \frac{P^2}{8\pi^2 N^2} \left[ \frac{1}{c} - \frac{1}{a} \right] \quad (18)$$

$$\epsilon = \frac{\Delta a}{a} = \frac{P^2}{8\pi^2 N^2 a} \left[ \frac{1}{c} - \frac{1}{a} \right] = \frac{N(1-\nu)}{Eh} \quad (19)$$

y la tensión inducida

$$N = \sqrt[3]{\frac{P^2 E h}{8\pi^2 a(1-\nu)} \left[ \frac{1}{c} - \frac{1}{a} \right]} \quad (20)$$

La deformación máxima calculada  $\delta_{\max}$  mediante este modelo es del mismo orden de magnitud que el medido experimentalmente. En la tabla 1 se pueden apreciar las deformaciones calculadas y la tensión que aparece sobre la muestra al aplicarla distintas fuerzas. Si se tiene en cuenta que el límite elástico tabulado para el Metglas 2705 M viene dado para una tensión de  $\sigma_{el} = 7 \times 10^8 \text{ N/m}^2$ , se obtiene que para ninguna de las fuerzas de la tabla se llega a dicho límite.

En este modelo las tensiones son uniformes a lo largo del espesor de la muestra, y se puede hacer una simple corrección al modelo para calcular las tensiones de tracción y de compresión producidas por el pandeo de la muestra. Para ello consideramos el momento flector en el punto central de la muestra

$$M_0 = \frac{P(1+\nu)}{4\pi} \left[ \ln \frac{a}{c} + \frac{c^2}{4a^2} \right]$$

por lo que en puntos que distan  $x$  del punto central tendremos

$$M = \frac{P}{4\pi} \left[ (1+\nu) \ln \frac{a}{x} - 1 \right]$$

y existirá un cambio de curvatura en el punto siguiente:

$$(1+\nu) \ln \frac{a}{x} - 1 = 0 \rightarrow x = 0.487a$$

FUERZA (N)	TENSION ( $\times 10^8$ N/m <sup>2</sup> )	DEFORMACION ( $\mu$ m)
0.05	0.43	63
0.1	0.69	80
1	3.2	170

Tabla 1. Valores teóricos calculados para el Metglas 2705 M.

A partir del momento flector se puede obtener la tensión que aparece en la muestra en función de la distancia al punto de contacto con la punta. En la tabla 2 se pueden observar los valores obtenidos cuando se aplica una fuerza de 0.05 N. En ella se ve que hay dos regiones distintas en la muestra: la zona próxima a la punta se ve comprimida y la lejana está sometida a una tracción que justifica la aparición de paredes radiales para esta fuerza aplicada.

En la tabla 3 se dan los valores de la tensión para una fuerza aplicada de 0.1 N. Los resultados son esencialmente los mismos a los anteriores; la única diferencia es que para la zona en contacto con la punta la tensión de deformación debida a la fuerza aplicada está cerca del régimen plástico. Esta diferencia se ve más acentuada cuando aumentamos la fuerza a 1 N. En la tabla 4 se ve que hay una zona de la muestra de 100  $\mu$ m de radio que está dentro del régimen plástico.

FUERZA (N)	POSICION	TENSION ( $\times 10^8$ N/m <sup>2</sup> )	TIPO DE TENSION
0.05	0	- 4.12	compresión
0.05	0.1 a	- 0.94	compresión
0.05	0.2 a	- 0.53	compresión
0.05	0.4 a	- 0.12	compresión
0.05	0.8 a	+ 0.30	tracción
0.05	a	+ 0.43	tracción

**Tabla 2.** Tensión en la muestra en función de la distancia al punto de contacto para una fuerza aplicada de 0.05 N.

Como se puede comprobar, la fuerza aplicada sobre la muestra pasa de ser despreciable (estando dentro del régimen elástico la muestra se ve tensada) a influir definitivamente sobre las propiedades mecánicas de la misma, permaneciendo una zona deformada y comprimida. Por otra parte, la compresión que aparece puede ser la causa de los dominios *straipes* que aparecen cerca de la zona de contacto con la punta.

FUERZA (N)	POSICION	TENSION ( $\times 10^8$ N/m <sup>2</sup> )	TIPO DE TENSION
0.1	0	- 6.8	compresión
0.1	0.1 a	- 1.51	compresión
0.1	0.2 a	- 0.84	compresión
0.1	0.4 a	- 0.19	compresión
0.1	0.8 a	+ 0.47	tracción
0.1	a	+ 0.69	tracción

**Tabla 3.** Tensión en la muestra en función de la distancia al punto de contacto para una fuerza aplicada de 0.1 N.

FUERZA (N)	POSICION	TENSION ( $\times 10^8$ N/m <sup>2</sup> )	TIPO DE TENSION
1	0	- 30.94	estado plástico
1	0.1 a	- 7.07	estado plástico
1	0.2 a	- 3.97	compresión
1	0.4 a	- 0.88	compresión
1	0.8 a	+ 2.22	tracción
1	a	+ 3.22	tracción

Tabla 4. Tensión en la muestra en función de la distancia al punto de contacto para una fuerza aplicada de 1 N.

**V.6 - MODELO TERMICO**

Además de las tensiones ocasionadas por la aplicación de la fuerza externa, tendremos las debidas al calentamiento de la muestra. Al elevar la temperatura, el cuerpo se dilata, y tal dilatación no puede, por lo general, desarrollarse libremente en un cuerpo continuo, por lo que el calor provoca en el mismo tensiones internas.

Al aplicar la fuerza en un punto de su superficie, se observa que la muestra sufre en dicho punto una deformación esférica cuyo radio depende de la fuerza aplicada. Consideremos pues una lámina circular delgada con un pequeño elemento esférico, de radio a, situado en el centro, que sufre una elevación de temperatura T. Puesto que este elemento no puede dilatarse libremente, en su superficie se producirá una presión p. Las tensiones radial y tangencial que esa presión produce en un punto cualquiera, distante  $r > a$  del centro, por razones de simetría puede considerarse que vienen dadas por

$$\sigma_r = - \frac{pa^3}{r^3}, \quad \sigma_t = \frac{pa^3}{2r^3} \tag{21}$$

A la distancia  $r = a$ , se tiene:

$$\sigma_r = -p, \quad \sigma_t = \frac{1}{2}p$$

y el aumento de ese radio, producido por la presión  $p$ , será:

$$\Delta r = (\epsilon_r)_{r=a} = \frac{a}{E}[\sigma_t - \nu(\sigma_r + \sigma_t)]_{r=a} = \frac{pa}{2E}(1+\nu)$$

aumento que deberá ser igual al producido por la elevación de la temperatura y la presión  $p$ . Entonces tenemos:

$$\alpha Ta - \frac{pa}{E}(1-2\nu) = \frac{pa}{2E}(1+\nu)$$

de donde ( $\alpha$  es el coeficiente de dilatación térmica):

$$p = \frac{2 \alpha TE}{3(1-\nu)} \tag{22}$$

Sustituyendo en (21), obtenemos las relaciones siguientes para las tensiones en el exterior del elemento calentado:

$$\sigma_r = -\frac{2 \alpha TEa^3}{3(1-\nu)r^3}, \quad \sigma_t = \frac{1 \alpha TEa^3}{3(1-\nu)r^3} \tag{23}$$

Las tensiones que se acaban de ver, debidas a la temperatura, son las producidas durante el proceso de recocido. Ahora podemos estudiar dos casos distintos según que la fuerza aplicada sea débil o fuerte.

### ***1 - Fuerza aplicada débil***

Si no se llega a la cristalización y la fuerza aplicada es lo suficientemente pequeña como para producir solamente el pandeo de la muestra tendremos que al enfriarse ésta desaparecerán todas las tensiones. Si llegamos a cristalizar una parte de la zona recocida, tendrá lugar una reducción del volumen en torno al 3% (Apéndice D), con lo que las tensiones resultantes serán debidas únicamente a la cristalización, al igual que ocurre si se recuece localmente con láser [18].

## 2 - Fuerza aplicada fuerte

Es bien conocido que, a temperaturas por debajo de la de cristalización, los materiales amorfos presentan una deformación plástica considerable. Diversos estudios sobre una gran variedad de materiales [38-41] han demostrado que la tasa de deformación plástica en función de la tensión aplicada tiene la forma

$$\dot{\epsilon} \propto \sigma^n \quad (24)$$

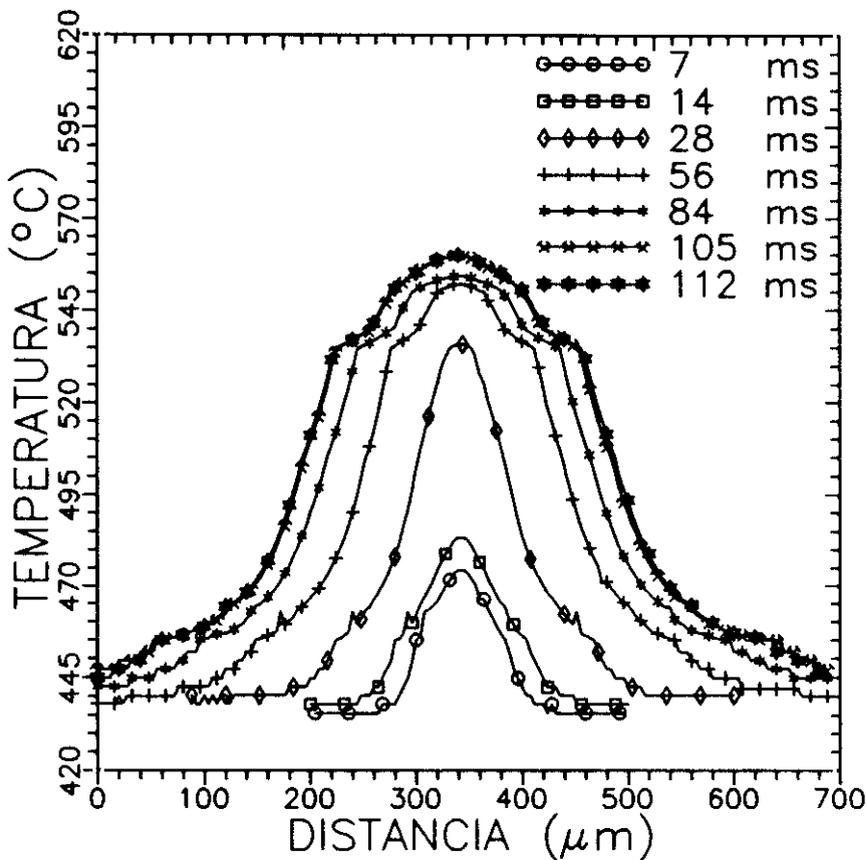
donde  $\dot{\epsilon}$  es la tasa de flujo plástico y  $\sigma$  es la tensión aplicada. El valor de  $n$  varía entre 1 (indicativo del flujo viscoso-Newtoniano) y 12, dependiendo del sistema estudiado. Este intervalo de valores ha sido explicado por Taub [42] basándose en la dependencia de  $n$  con  $\sigma$  predicha por la teoría de deformación plástica en vidrios de Argon [43]. Sin embargo, en los experimentos realizados para la obtención de esos grandes valores de  $n$  no se tuvieron en cuenta los efectos de los cambios estructurales que pueden ocurrir en un vidrio a temperaturas elevadas. Fueron Patterson y Jones [44] los que teniendo en cuenta estos cambios estructurales la tasa de la deformación plástica en los materiales amorfos (ellos realizaron sus experimentos sobre el Metglas 2826) es proporcional al cuadrado de la tensión aplicada.

De esta forma la expresión general que nos da la deformación plástica debido a la tensión aplicada y al recocido viene dada por [39, 44]:

$$\epsilon = t_r e^{\frac{-Q}{RT}} \sigma^2 \quad (25)$$

donde  $Q$  es la energía de activación para el proceso del flujo plástico ( $Q = 200$  KJ/mol [38]),  $t_r$  el tiempo de recocido y  $R$  la constante de los gases perfectos.

De la emisividad local de la muestra en función de la distancia al punto de contacto con la punta (fig. 5), y de la temperatura en función de la emisividad (Tabla 1 del tema 4), se puede obtener la distribución de temperaturas en función de la distancia (fig. 21).



**Figura 21.** Temperatura en función de la distancia al punto de contacto con la punta para distintos pulsos de recocido de 8.2 A de intensidad.

En esta última figura se puede ver tanto el pulso de recocido para el que empieza la cristalización ( $t_c = 56$  ms) como el tamaño de la zona cristalizada que crece conforme aumenta el tiempo de recocido. En este punto hay que hacer una salvedad. Cuando en el capítulo anterior se calibró el sistema midiendo con un horno la emisividad en función de la temperatura (Tabla IV-1) nos encontramos con que la cámara CCD tiene un umbral de detección, ya que para calcular la emisividad tenemos que dividir por el tiempo de exposición, por lo que para grandes longitudes de onda somos incapaces de apreciar variaciones. Debido a esto la temperatura límite por debajo de la cual no podemos obtener la variación térmica es 440 °C.

Una vez conocida la temperatura de la zona recocida nos queda averiguar la tensión elástica aplicada en esos mismos puntos de la muestra, lo cual se puede obtener mediante la ecuación [20] obtenida anteriormente. Una vez conseguida esta información

ya estamos en disposición de aplicar la ecuación [25] y calcular la deformación plástica en función de la distancia. No obstante, persiste un inconveniente todavía y es que la ecuación [25] sólo se puede aplicar hasta la temperatura de cristalización. Para solventar este problema recurrimos al estudio realizado por Einstein [44-45] sobre la tasa de creeping durante la cristalización según el cual la deformación plástica debido a una fracción de volumen  $V$  cristalizada viene dada por

$$e = \frac{\epsilon_0}{1+2.5V} \tag{26}$$

donde  $\epsilon_0$  es la deformación plástica inicial, es decir, la calculada mediante la ecuación (25) y se ha considerado que  $V=1$ . De esta forma se obtiene la figura 22, en la que se puede observar claramente la reducción de la deformación debido a la cristalización, ya que hay que tener en cuenta que el flujo plástico aumenta la deformación, mientras que la reducción de volumen debido a la cristalización disminuye esa deformación.

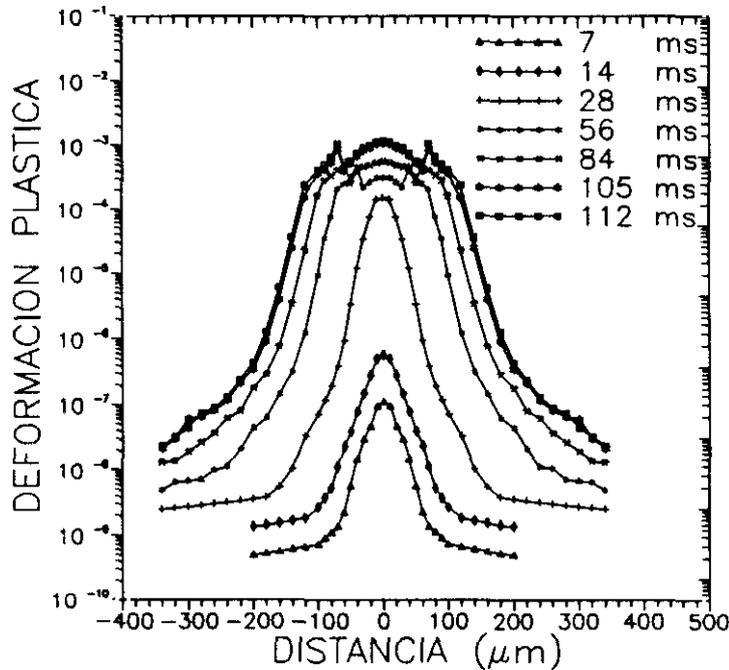


Figura 22. Deformación plástica obtenida teniendo en cuenta los efectos de la tensión elástica y la temperatura.

## V.7 - CONCLUSIONES

En este tema se ha realizado un estudio de las anisotropías inducidas mediante el recocido local con corriente y con pulsos de corriente bajo la aplicación simultánea de una fuerza externa. De esta forma se han logrado inducir diferentes anisotropías locales con diferentes direcciones en cintas ferromagnéticas amorfas, mostrando los resultados obtenidos lo siguiente:

- El origen de la anisotropía magnética observada es debida al balance entre las tensiones internas producidas por la cristalización de la zona en contacto con la punta y las tensiones internas producidas por la deformación plástica inhomogénea de la muestra.
- En cintas de alta magnetostricción, la dirección de la anisotropía inducida puede modificarse aplicando diferentes fuerzas sobre la punta, apareciendo una anisotropía radial y circular para fuerzas aplicadas pequeñas y grandes respectivamente.
- En muestras ricas en Co ( $\lambda_s < 0$ ), es posible cambiar localmente el módulo y signo de la constante de magnetostricción.
- Este tipo de tratamientos se puede aplicar para cristalizar localmente materiales amorfos y obtener muestras que presenten alternativamente zonas blandas y duras para su aplicación como etiquetas magnéticas en sistemas de seguridad [36-37].
- Si la tensión aplicada en las muestras es grande, se produce un flujo plástico que deforma permanentemente la muestra, pudiéndose medir tanto la deformación plástica debida a este efecto como la debida a la cristalización.

**V.8 - BIBLIOGRAFIA**

- [1] J.M. Riveiro, G. Rivero and M.C. Sánchez. *J. Magn. Magn. Mat.* 31-34 (1983) 1551.
- [2] F.E. Luborsky, J.J. Becker and R.O. McCary. *IEEE Trans. Magn.* MAG-11 (1975) 1644.
- [3] J.M. Riveiro, M.C. Sánchez and C. Aroca. *An. Física B* 80 (1984) 27.
- [4] L. Potocky, A. Zentko, L. Novak, V. Svidron and P. Duhaj. *J. Magn. Magn. Mat.* 26 (1982) 115.
- [5] C.C. Koch, D.M. Kroager, J.S. Lin, J.O. Scarbrough, W.L. Johnson and A.C. Anderson. *Phys. Rev. B* 27 (1983) 1586.
- [6] T. Egami. *J. Magn. Magn. Mat.* 31-34 (1983) 1571.
- [7] A. Hernando, M. Vázquez, V. Madurga and H. Kronmüller. *J. Magn. Magn. Mat.* 37 (1983) 161.
- [8] F.E. Luborsky. *Ferromagnetic Materials*. vol. 1, ed. E.P. Wohlfarth (North-Holland 1980), chap. 6.
- [9] A. Gangulle, J.A. Aboaf and R.J. Kobliska. *J. Appl. Phys.* 52 (1981) 2880.
- [10] D.G. Morris. *Acta Met.* 29 (1981) 1213.
- [11] M. Kopcewicz. *Appl. Phys.* 23 (1980) 1.
- [12] A. Ehrhart, R. Kern and U. Gonser. *Appl. Phys. A* 31 (1983) 93.
- [13] O.V. Nielsen, L.K. Hansen, A. Hernando and V. Madurga. *J. Magn. Magn. Mat.* 36 (1983) 73.
- [14] L. Lanotte. *J. Phys. Lett.* 44 (1983) 541.
- [15] L. Lanotte, P. Matteazzi and V. Tagliaferri. *J. Magn. Magn. Mat.* 42 (1984) 183.
- [16] P. Sánchez, M.C. Sánchez, E. López, M. García and C. Aroca. *J. de Phys.* 49 (1988) C8-1325.
- [17] C. Aroca, M.C. Sánchez, I. Tanarro, E. López and P. Sánchez. *J. Magn. Magn. Mat.* 83 (1990) 349.
- [18] C. Aroca, M.C. Sánchez, I. Tanarro, P. Sánchez, E. López and M. Vázquez. *Phys. Rev. B* 42 (1990) 8086.
- [19] O.V. Nielsen and H.J.V. Nielsen. *J. Magn. Magn. Mat.* 22 (1980) 21.

- [20] O.V. Nielsen, H.J.V. Nielsen, T. Masumoto and H.M. Kimura. *J. Magn. Magn. Mat.* 24 (1981) 88.
- [21] O.V. Nielsen, L.K. Hansen, A. Hernando and V. Madurga. *J. Magn. Magn. Mat.* 36 (1983) 73.
- [22] O.V. Nielsen. *J. Magn. Magn. Mat.* 36 (1983) 81.
- [23] O.V. Nielsen, A. Hernando, V. Madurga and J.M. González. *J. Magn. Magn. Mat.* 46 (1985) 341.
- [24] H. Kimura, T. Murata and T. Masumoto. *Sci. Rep. RITU* 26A (1977) 270.
- [25] C. Morón, M.C. Sánchez, E. López, P. Sánchez and C. Aroca. *J. Magn. Magn. Mat.* 101 (1991) 59.
- [26] C. Morón, C. Aroca, M.C. Sánchez, E. López and P. Sánchez. *J. Magn. Magn. Mat.* 131 (1994) 356.
- [27] D.R. Huang and J.C.M. Li. *Scripta Metallurgica et Materialia* 24 (1990) 1137.
- [28] Landau y Lifshitz. *Teoría de la elasticidad*, ed. Reverté (1969) 69.
- [29] R.C. O'Handley. *Phys. Rev. B* 18 (1978) 930.
- [30] A. Hernando, V. Madurga, C.N. Villavicencio and M. Vázquez. *Appl. Phys. Lett.* 45 (1984) 802.
- [31] M.Vázquez, J.González and A. Hernando. *J. Magn. Magn. Mat.* 53 (1986) 323.
- [32] J. González, J.M. Blanco, A. Hernando, J.M. Barandiarán, M. Vázquez and G. Rivero. *J. Magn. Magn. Mat.* 114 (1992) 75.
- [33] S. Timoshenko. "Teoría de la elasticidad", Ed: Urmo. 2º tomo, pag. 154 (1975).
- [34] C. Aroca, P. Sánchez and E. López. *IEEE Trans. Magn. MAG-17* (1981) 1462.
- [35] C. Morón, M.C. Sánchez, C. Aroca, M. Vázquez, E. López and P. Sánchez. (Pendiente aceptación).
- [36] C. Morón, C. Aroca, M.C. Sánchez, A. García, E. López and P. Sánchez. *IEEE Trans. Magn.* (aceptado).
- [37] M.C. Sánchez, C. Morón, C. Aroca, E. López y P. Sánchez. *Pat. nº P-9400279* (1994).
- [38] J. Logan and M.F. Ashby. *Acta Met.* 22 (1974) 1047.
- [39] J.C. Gibeling and W.D. Nix. *Sripta Met.* 12 (1978) 919.
- [40] F. Spaeden. *Acta Met.* 25 (1977) 407.

- [41] A.I. Taub and F. Spaeden. *Scripta Met.* 13 (1979) 195.
- [42] A.I. Taub. *Acta Met.* 28 (1980) 633.
- [43] A.S. Argon. *Acta Met.* 27 (1979) 47.
- [44] J.P. Patterson and D.R.H. Jones. *Acta Met.* 28 (1980) 675.
- [45] A. Einstein. *Ann. Phys.* 13 (1906) 289.



## **CAPITULO VI**

### **CONCLUSIONES**



- A través de un proceso de medida de la intensidad de emisión infrarroja, previamente calibrado con un método original, se ha demostrado que la temperatura de las muestras durante el recocido con corriente no es homogénea, en contra de los trabajos que existen hasta la fecha en la literatura.
  
- Mediante recocidos locales, recubriendo las superficies de las muestras con materiales disipativos, se pueden inducir anisotropías controlables. Esto se explica con los cambios que tienen lugar en el volumen de las zonas cristalizadas.
  
- Se ha visto que en muestras parcialmente cristalizadas la temperatura local es mayor en la frontera entre las zonas amorfas y las cristalinas, y se ha desarrollado un modelo teórico que justifica estos resultados.
  
- Haciendo pasar corrientes radiales se han producido cristalizaciones locales, siendo las anisotropías finales un balance entre las térmicas originadas por el cambio de volumen de la zona recocida y la deformación plástica debida a la tensión aplicada. Estos resultados han sido justificados posteriormente con un modelo teórico.
  
- Por último, se han apuntado diversas aplicaciones tecnológicas como resultado de estos trabajos.



## **APENDICE A:**

### **APLICACION DE CINTAS AMORFAS RECOCIDAS CON PULSOS DE CORRIENTE EN SISTEMAS DE SEGURIDAD**

#### **1. Introducción**

Dentro de las posibles aplicaciones de los materiales amorfos, un campo especialmente importante lo constituye el de los sistemas de seguridad, y más concretamente el uso de estos materiales como etiquetas magnéticas (por ejemplo en los grandes almacenes para la protección de los productos). En esta clase de aplicación pequeñas piezas de cintas se imanán mediante un campo magnético alterno (producido por un sistema de carretes) más un campo magnético constante (el campo magnético terrestre). De esta forma, la muestra se imana asimétricamente, proporcionando un voltaje de doble frecuencia del campo excitador en un sistema de carretes secundarios colocados adecuadamente [1-2].

Algunas de las etiquetas magnéticas existentes en el mercado pueden ser activadas (al sacar un producto de la tienda) o activada (al devolver un libro a la biblioteca). Estas clases de etiquetas están compuestas de una base hecha de material magnético blando, con diversas piezas de material magnético duro colocadas sobre ella. Así, el campo de dispersión del material magnético duro inhibe la imanación de la parte blanda, de forma que si se desimana el material duro, la etiqueta queda activada. Este método implica el uso de dos materiales diferentes y necesita un proceso de fabricación caro y complicado. Estos inconvenientes se podrían solventar si fuera posible obtener materiales que presentaran alternativamente zonas blandas y duras. Esto se puede conseguir mediante la aplicación del recocido con pulsos de corriente para cristalizar localmente materiales amorfos [3-5]. Además de la ventaja expuesta al usar un solo material, la velocidad de fabricación puede ser lo suficientemente grande como para que se pueda usar en procesos industriales.

Por otra parte, la inclusión en documentos (notas bancarias, papel moneda, documentos reservados, etc.) de las etiquetas magnéticas que pueden ser usadas para la identificación, mediante un procedimiento similar al descrito anteriormente y con diferentes firmas magnéticas, puede ser una parte interesante de la aplicación de los materiales amorfos.

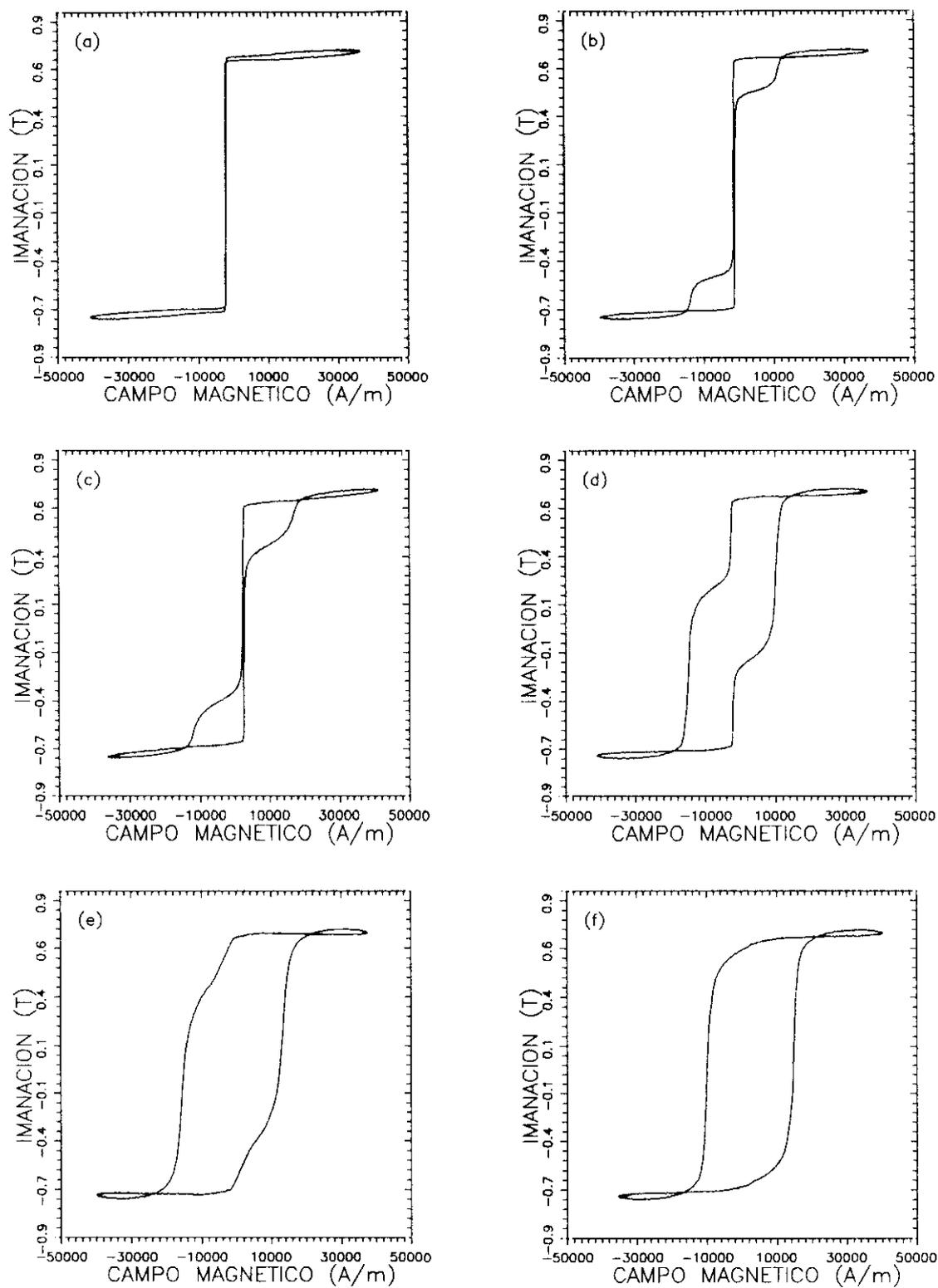
A continuación se va a demostrar que controlando adecuadamente el recocido local con pulsos de corriente es posible obtener materiales con diferentes razones entre el primer y tercer armónico de la señal inducida en un carrete detector, que puede ser usado para la identificación de un documento.

## **2. Método experimental**

Las medidas se han llevado a cabo en muestras de Metglas 2705 M de 80 mm de longitud, 1.2 mm de anchura y 20  $\mu\text{m}$  de espesor. Las muestras fueron recocidas con el dispositivo electrónico descrito en II.3 capaz de producir pulsos de 4  $\mu\text{s}$  a 4 s de duración con una intensidad máxima de corriente de 15 A. El sistema experimental permite asimismo recocer las muestras en atmósfera controlada y/o con la muestra en contacto térmico parcial o total con líquidos (aceite de silicona) o sólidos (cerámicas o vidrios) [6].

## **3. Resultados**

Los tratamientos se han llevado a cabo en atmósfera de Argon con las muestras en contacto térmico total con diferentes materiales disipativos. Estas muestras han sido recocidas con pulsos de corriente de 10.7 A de intensidad con tiempos de pulso que van de 100 ms a 140 ms, y han sido caracterizadas mediante la medida de las curvas de imanación [7] y los veinte primeros armónicos de la f.e.m. inducida en un carrete secundario, con el sistema descrito en II.4.1.2 [8].



**Figura 1.** Ciclos de histéresis de muestras recocidas con pulsos de corriente de 10.7 A durante diferentes tiempos: a) 100 ms, b) 122 ms, c) 126 ms, d) 128 ms, e) 130 ms, f) 134 ms.

En la figura 1 se pueden observar los ciclos de histéresis (para alto campo magnético) de diferentes muestras recocidas con pulsos de corriente. Como se puede ver, todos ellos muestran diferentes "firmas" magnéticas que pueden ser fácilmente identificadas mediante sus ciclos de histéresis. Pulsos de hasta 100 ms de duración (fig. 1a) no producen cristalización. Para pulsos de 122 ms (fig. 1b) se puede crear una cristalización parcial en la muestra, como se puede deducir de la forma de su ciclo de histéresis, ya que presenta dos diferentes campos coercitivos debido a la presencia de dos fases, una amorfa con un campo coercitivo pequeño y otra cristalina con un campo coercitivo mayor. Como se puede ver en las figuras 1c y 1d, aumentando el tiempo de duración del pulso, las zonas cristalizadas aumentan su volumen hasta la total cristalización de la muestra (fig. 1e y 1f).

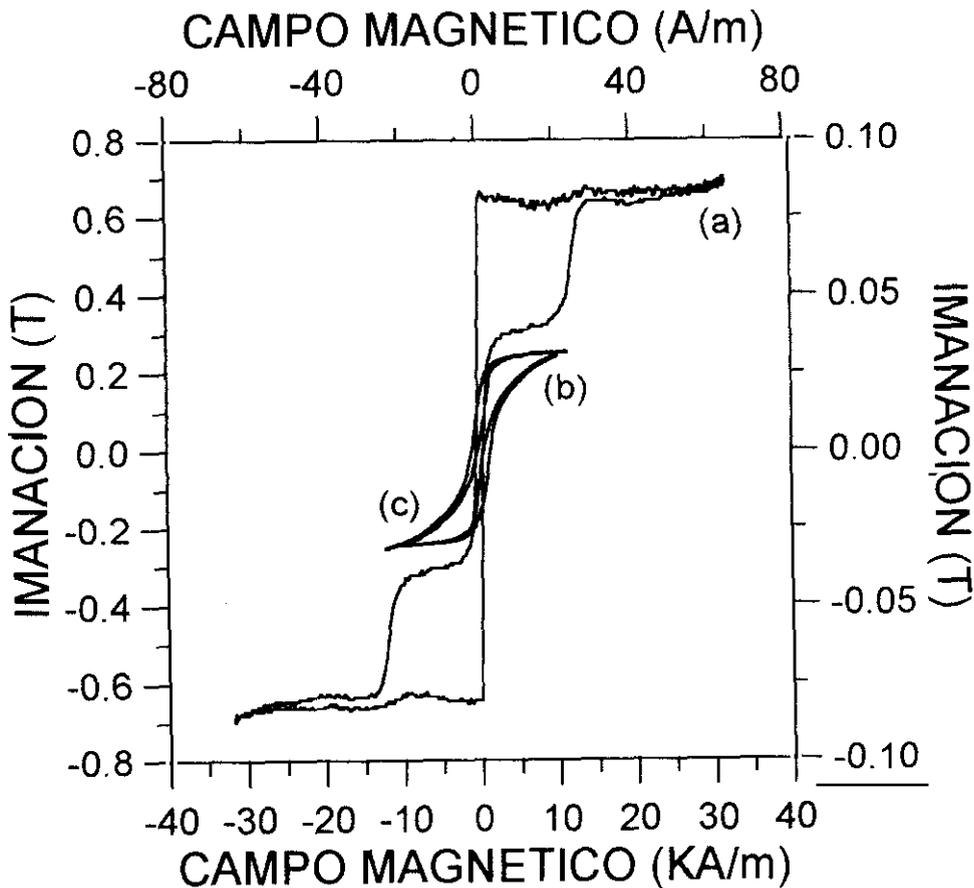


Figura 2. Ciclos de histéresis de una muestra parcialmente cristalizada: a) para alto campo aplicado, b) y c) para bajo campo aplicado después de saturar en ambas direcciones.

Los ciclos de histéresis menores de las muestras parcialmente cristalizadas muestran un desplazamiento hacia la derecha o izquierda (figura 2) dependiendo de la dirección en la cual la muestra fue saturada la última vez [9]. La respuesta espectral también muestra un notable cambio después de desactivar la muestra aplicando un campo magnético saturante (20 KA/m) en cualquier dirección (figura 3). Esto es explicable ya que las zonas cristalizadas se comportan como un material magnético duro y el campo magnético de dispersión producido por su imanación remanente desplaza los ciclos de histéresis menores. Este efecto es similar al anteriormente mencionado de las etiquetas magnéticas estándar, producidas por pequeñas piezas de material magnético duro añadido a la base de material magnético blando. La cristalización parcial de las muestras fue comprobada mediante medidas de la emisión infrarroja local y de la resistividad. En este sentido, se han detectado cambios bruscos en la emisividad y resistividad del material en la transición de la fase amorfa a la cristalina [9].

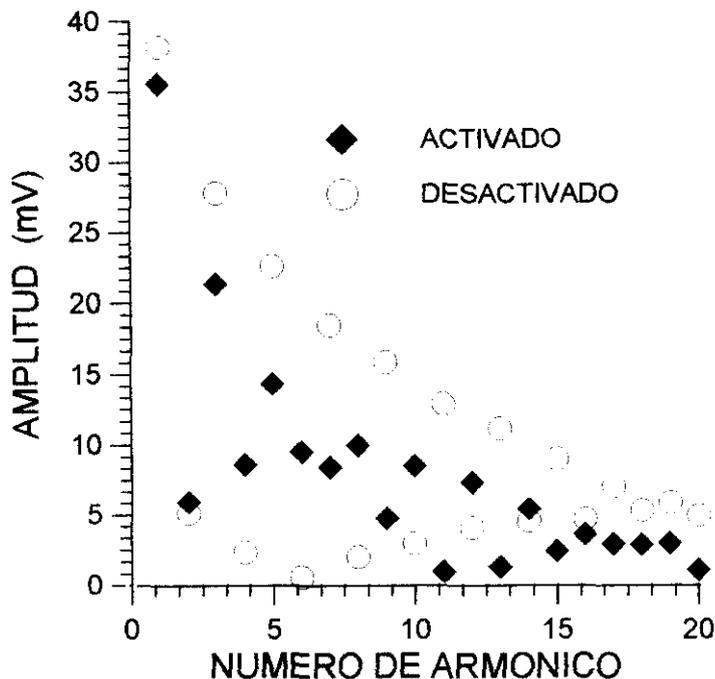


Figura 3. Respuesta espectral de una muestra. El campo magnético saturante aplicado para desactivarla es de 20 KA/m.

Las diferentes firmas de los materiales tratados pueden ser fácilmente identificadas mediante el análisis del espectro de Fourier de la señal  $dB/dt$  (figura 4). La muestra recocida con un pulso de 100 ms muestra un ciclo de histéresis cuadrado con un campo coercitivo muy pequeño (fig. 1a). La curva de  $dB/dt$  con respecto al

tiempo de esta muestra presentará picos positivos y negativos en fase con la frecuencia del campo aplicado. El espectro de Fourier de esta señal está compuesto por una serie cuasi-infinita de armónicos impares de la misma amplitud, como se puede ver en la figura 4. Para tiempos de pulso de recocido mayores, algunas zonas de la muestra se cristalizan, presentando dichas zonas un campo coercitivo mayor. Entonces, el ciclo de histéresis resultante de la muestra será la suma de los procesos de imanación de las zonas magnéticas blandas y duras (figuras 1b y 1c). La curva  $dB/dt$  frente al tiempo presentará entonces dos picos positivos y negativos, como se puede observar en el espectro de Fourier de la figura 4 para las mismas muestras. La razón entre la amplitud de estos picos será una función de la razón entre el volumen amorfo y cristalino de la muestra, por lo que controlando esos volúmenes, mediante el tiempo de los pulsos de recocido, se podrán obtener muestras con diferentes firmas.

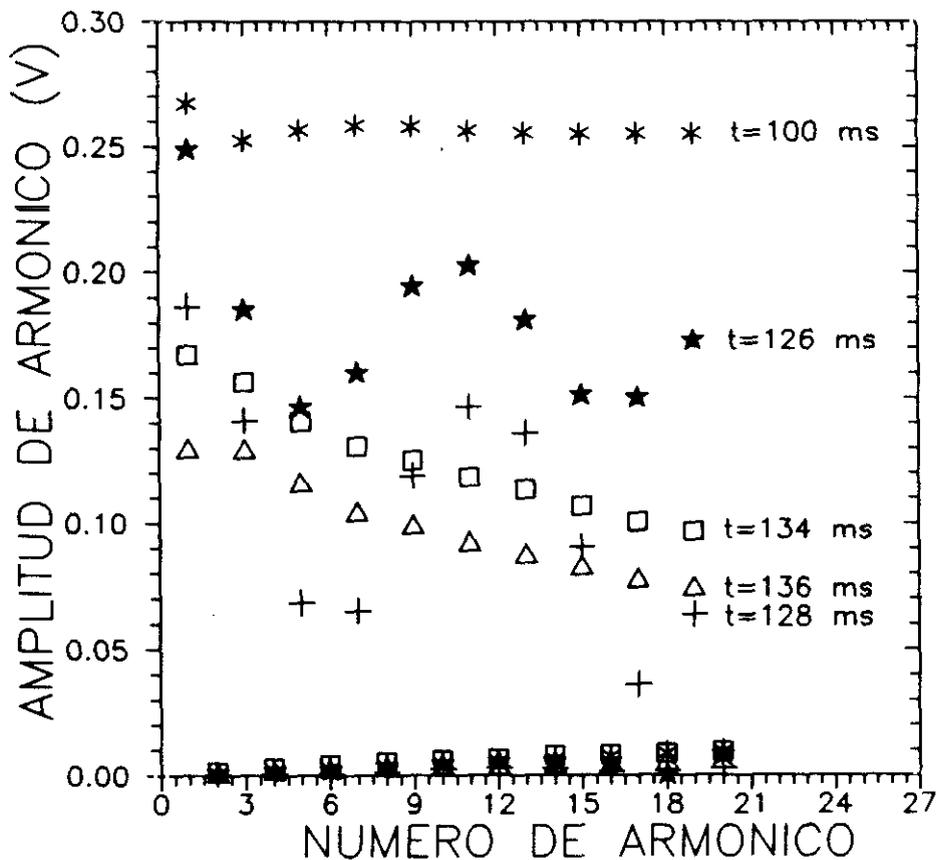
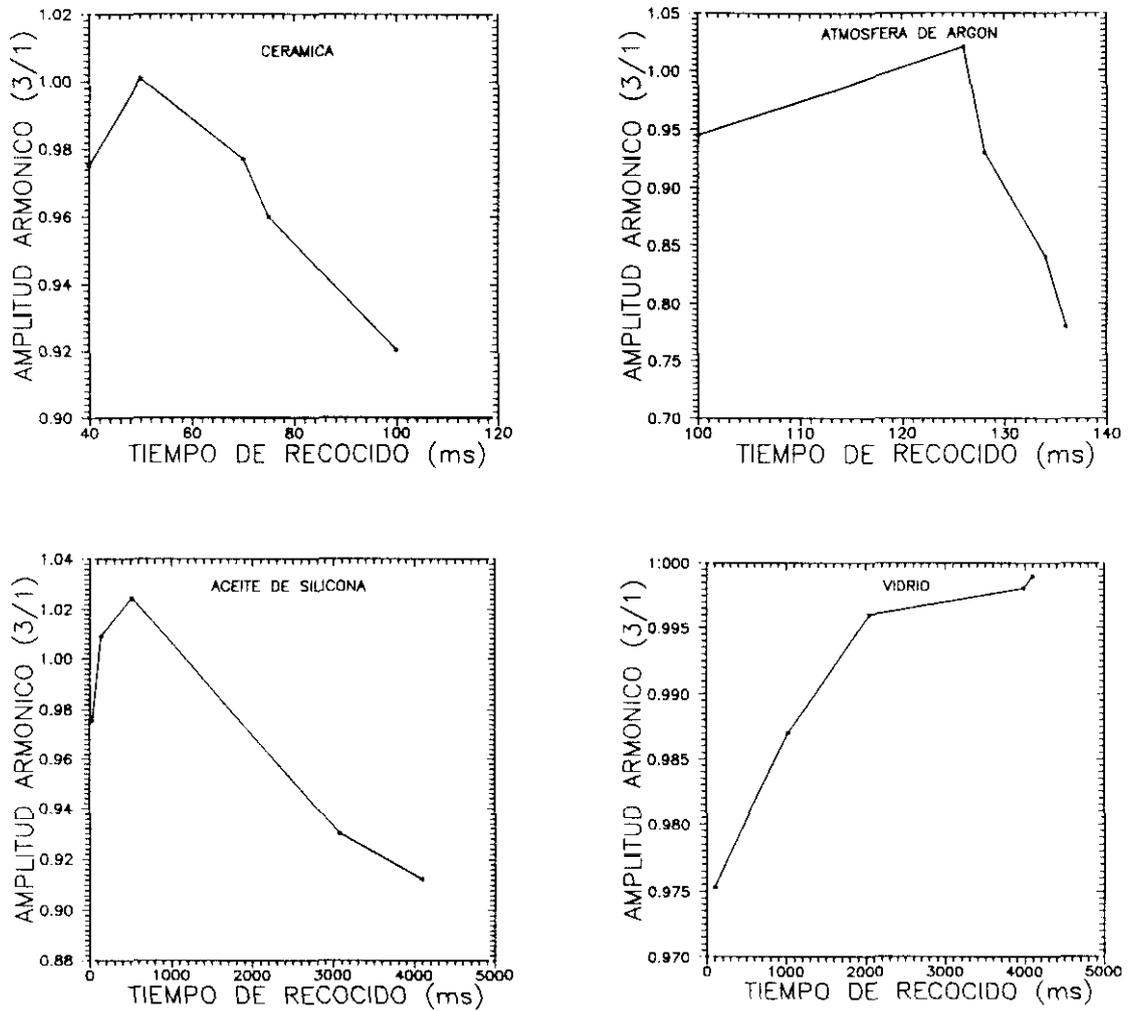


Figura 4. Veinte primeras componentes de Fourier del ciclo de histéresis de muestras recocidas con pulsos de corriente en atmósfera de Argón.



**Figura 5.** Razón entre la amplitud del tercer y primer armónico en función del tiempo de pulso de recocido para muestras recocidas en contacto térmico con diferentes materiales disipativos. El campo magnético de saturación aplicado fue de 40000 A/m.

Otra posibilidad es controlar el volumen del área cristalizada mediante el recubrimiento de la muestra durante el recocido con materiales disipativos (figura 5). Como se puede observar en esta figura la razón entre la amplitud del tercer y primer armónico depende grandemente de la forma del recocido y de la duración del pulso, presentando razón un máximo cuando empieza la cristalización. Estos tratamientos se han aplicado a distintos materiales amorfos, y se han obtenido resultados similares en el Metglas 2605 SC [5-6] y el Metglas 2826 [10].

#### 4. Bibliografía

- [1] K.H. Shin, C.D. Graham and P.Y. Zhou, *IEEE Trans. Magn.* MAG-28 (1992) 2772.
- [2] Y.P. Zhou, M.N. Cooper, K.H. Shin, T.P. Solaski and J. Taegue. US Patent 5029291 (1991).
- [3] C. Morón, C. Aroca, E. López, M.C. Sánchez and P. Sánchez, *J. Magn. Magn. Mat.* 131 (1994) 356.
- [4] T. Jagielinski, *IEEE Trans. Magn.* MAG-19 (1983) 1925.
- [5] A.I. Taub, *IEEE Trans. Magn.* MAG-20 (1984) 564.
- [6] C. Morón, M.C. Sánchez, E. López, P. Sánchez and C. Aroca, *J. Magn. Magn. Mat.* 101 (1991) 59.
- [7] M.R.J. Gibbs, D.H. Lee and J.E. Evetts, *IEEE Trans. Magn.* MAG-20 (1984) 1373.
- [8] C. Aroca, C. Morón, E. López, M.C. Sánchez and P. Sánchez, *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 22 (1989) 185.
- [9] C. Morón, C. Aroca, E. López, M.C. Sánchez and P. Sánchez, *IEEE Trans. Magn.* MAG-30 (1994) 53.
- [10] L. Lanotte, P. Matteazzi and V. Tagliaferri, *J. Magn. Magn. Mat.* 42 (1984) 183.

**APENDICE B:**  
**LISTADO DEL PROGRAMA DESARROLLADO PARA EL TRATAMIENTO**  
**DE LAS IMAGENES DIGITALES**

PROGRAM PON;

```
(*****
*
*      PROGRAMA DE TRATAMIENTO DE IMAGENES
*      Autor: Carlos Morón Fernández          15 - 1 - 93
*
*      Este programa recoge una imagen previamente digitalizada mediante
*      el paquete software AT1 y la transforma en una imagen en blanco
*      y negro ó en color con una resolución de 256 colores. A la vez,
*      permite seleccionar la parte deseada de la imagen y realizar un
*      perfil promediando la franja anteriormente excogida. Presenta en
*      pantalla simultáneamente la imagen, el perfil y el valor máximo y
*      mínimo de los datos.
*
*****)
```

USES

Crt, Dos;

CONST

CNFEntrada = 'Car13';

TYPE

TPaleta = ARRAY [1..768] OF Byte;

VAR

Grosor, UltGrosor : Integer;

Tabla : ARRAY [0..1024] OF LongInt;

Primero : Boolean;

PaletaC : Tpaleta;

FEntrada1 : Text;

FEntrada : FILE OF Byte;

NFEntrada, STAux : STRING;

X1, X2, Y1, Y2, UltY1, UltY2, UltX1 : Word;

UltMaximo : LongInt;

XMax, YMax : Word;

Regs : Registers;

Ch : Char;

```

TextAtr : Word;
ColorMaximo : Word;
i : Word;
PROCEDURE Espera;
VAR
  ch : CHAR;
BEGIN
  REPEAT UNTIL KeyPressed;
  Ch := ReadKey;
  IF Ch = #0 THEN Ch := ReadKey
END;
PROCEDURE TomaPaletaC;
VAR
  Regs : Registers;
  I : Integer;
BEGIN
  regs.ah := $10;
  regs.al := $17;
  regs.bx := 0;
  regs.cx := 256;
  regs.dx := Ofs(PaletaC[1]);
  regs.ES := Seg(PaletaC[1]);
  Intr($10,regs);
END;

PROCEDURE CargaPaleta;
TYPE
  TPaleta = ARRAY [1..768] OF Byte;
VAR
  Paleta : Tpaleta;
  i : Integer;
BEGIN
  FOR i := 1 TO 768 DO Paleta[i] := (i DIV 3) DIV 4;

  regs.ah := $10;
  regs.al := $12;
  regs.bx := 0;

```

```
regs.cx := 256;
regs.dx := Ofc(Paleta[1]);
regs.ES := Seg(Paleta[1]);
Intr($10,regs);
END;
PROCEDURE PonPaletaC;
VAR
  i : Integer;
BEGIN
  regs.ah := $10;
  regs.al := $12;
  regs.bx := 0;
  regs.cx := 256;
  regs.dx := Ofc(PaletaC);
  regs.ES := Seg(PaletaC);
  Intr($10,regs);
END;

PROCEDURE PonPunto(X, Y : Word; Color : Byte);
VAR
  Regs : Registers;
BEGIN
  Regs.AH := $0C;
  Regs.AL := Color;
  Regs.BX := 1;
  Regs.CX := y;
  Regs.DX := x;
  Intr($10,Regs)
END;
PROCEDURE TomaMaximo;
VAR
  X, Y : Word;
  By, b1 : Byte;
  Contador, Total : LongInt;
BEGIN
  ColorMaximo := 0;
  Reset(FEntrada);
```

```

Seek (FEntrada, 2880);
Contador := XMax;
Total := YMax;
Total := Contador * Total;
Contador := 0;
WHILE Contador < > Total DO
BEGIN
Read(FEntrada, By);
Read(FEntrada, b1);
IF (By + b1*256) > ColorMaximo
THEN ColorMaximo := by + b1 * 256;
Contador := Contador + 1;
END;
END;

```

```

PROCEDURE PonEntero;

```

```

VAR

```

```

X, Y : Word;

```

```

By, b1 : Byte;

```

```

Contador, Total : LongInt;

```

```

Aux, Aux2, Colori : LongInt;

```

```

Color : Byte;

```

```

BEGIN

```

```

Reset(FEntrada);

```

```

X := 0;

```

```

Y := 0;

```

```

Seek (FEntrada, 2880);

```

```

Contador := XMax;

```

```

Total := YMax;

```

```

Total := Contador * Total;

```

```

Contador := 0;

```

```

WHILE Contador < > Total DO

```

```

BEGIN

```

```

Read(FEntrada, By);

```

```

Read(FEntrada, b1);

```

```

IF X = XMax

```

```

THEN BEGIN
    x := 0;
    y := y + 1
    END;
Aux := b1;
Aux2 := by;
Aux := Aux * 256;
Aux := (Aux + Aux2)*256;
Aux2 := ColorMaximo;
Aux := Aux DIV Aux2;
(* ColorI := (By + B1 * 256) * 256 DIV ColorMaximo; *)
Color := Aux;
PonPunto(x, y, Color);
x := x + 1;
Contador := Contador + 1;
END;
END;
PROCEDURE TomaPunto(X, Y : Word;VAR By : Byte);
VAR
    Regs : Registers;
BEGIN
    Regs.AH := $0D;
    Regs.BX := 1;
    Regs.CX := y;
    Regs.DX := x;
    Intr($10, Regs);
    BY := Regs.Al
END;
FUNCTION PSeg( x : POINTER ) : Word; INLINE( $5a/$58 );
FUNCTION POfa( x : POINTER ) : Word; INLINE( $58/$5a );
PROCEDURE TextXY(X, Y : Integer; ST : String);
VAR
    Cadena : ARRAY [1..80] OF Char;
    i : Integer;
    Regs : Registers;
BEGIN
    Move(ST[1], Cadena, Length(ST));

```

```

Regs.ah := $13;
regs.al := 0;          (* BL Contiene atributo *)
regs.bh := 0;          (* Pagina de video *)
regs.bl := TextAtr;    (* Atributo *)
regs.cx := Length(ST); (* Longitud de la Cadena *)
regs.Dh := Y;          (* Fila *)
Regs.Dl := X;          (* Columna *)
Regs.Es := PSeg(Addr(Cadena));
Regs.BP := POfs(Addr(Cadena));
Intr($10, Regs);
END;
PROCEDURE LeePunto(VAR Punto : Word);
VAR
  By, By1 : Byte;
BEGIN
  Read(FEntrada, By);
  Read(FEntrada, by1);
  Punto := By + By1 * 256
END;

PROCEDURE TomaMuestra;
VAR
  NumeroPuntos : Integer;
  Fila : Word;
  Maximo : LongInt;
  Aux, Aux2, Aux3 : LongInt;
  Aux1, Punto : Word;
BEGIN
  Reset(FEntrada);
  Fila := 0;
  FOR Fila := 0 TO y2 - y1 DO
  BEGIN
    Aux := XMax;
    Aux2 := y1;
    Aux := Aux * Aux2;
    Aux2 := x1;
    Aux := Aux + Aux2;

```

```

Aux2 := Fila;
Aux3 := Xmax;
Aux2 := Aux2 * Aux3;
Aux := Aux + Aux2;
Aux := Aux * 2;
Aux := Aux + 2880;
Seek(FEntrada, Aux);
(* 2880 + (y1 * XMax + x1 + Fila * XMax)* 2 *)
Tabla[Fila] := 0;
FOR i := 1 TO Grosor DO
BEGIN
  LeePunto(Punto);
  Tabla[Fila] := Tabla[Fila] + Punto
END;
Tabla[Fila] := Tabla[Fila] DIV Grosor
END;
Maximo := 0;
FOR Fila := 0 TO y2 - y1 DO IF Tabla[Fila] > Maximo THEN Maximo := Tabla[Fila];
FOR Fila := 0 TO y2 - y1 DO PonPunto(XMax + 30, y1 + Fila, Tabla[Fila] MOD 256);
FOR Fila := 0 TO y2 - y1 DO
  BEGIN
    Aux2 := Maximo;
    Aux := Tabla[Fila];
    Aux := Aux * 60;
    Aux := Round(Aux / Aux2);
    Aux := 480 - Aux;
    Aux1 := Aux;
    PonPunto(Aux1 + 100, Fila + 50, 255)
  END;
UltY1 := y1;
UltY2 := y2;
UltMaximo := Maximo;
UltX1 := X1;
UltGrosor := Grosor
END;
PROCEDURE LimpiaMuestra;
VAR

```

```

Fila : Word;
Aux, Aux2 : LongInt;
Aux1 : Word;
BEGIN
  IF NOT(Primero)
  THEN FOR Fila := 0 TO Ulty2 - Ulty1 DO
    BEGIN
      Aux2 := UltMaximo;
      Aux := Tabla[Fila];
      Aux := Aux * 60;
      Aux := Round(Aux / Aux2);
      Aux := 480 - Aux;
      Aux1 := Aux;
      PonPunto(Aux1 + 100, Fila + 50, 0)
    END
  ELSE Primero := False
END;
PROCEDURE SalvaMuestra;
VAR
  FSalida : Text;
  NFSalida : String;
  Contador : Word;
  ST : STRING;
  Seguir : Boolean;
  i : Integer;
BEGIN
  Contador := 1;
  Seguir := True;
  REPEAT
    Str(Contador:3, NFSalida);
    IF NFSalida[1] = ' '
    THEN NFSalida[1] := '0';
    IF NFSalida[2] = ' '
    THEN NFSalida[2] := '0';
    ST := NFEnTrada;
    REPEAT
      IF Length(ST) < 8

```

```

    THEN ST := ST + ' '
UNTIL Length(ST) = 8;
NFSalida := ST + '.'+NFSalida;
Assign(FSalida, NFSalida);
{$i-}
    Reset(FSalida);
    Seguir := IOResult = 0;
{$i+}
    IF Seguir THEN Close(FSalida);
    Contador := Contador + 1
UNTIL NOT(Seguir);
Rewrite(FSalida);
WriteLn(FSalida, ST);
WriteLn(FSalida, 'X1:', UltX1:4);
WriteLn(FSalida, 'Y1:', UltY1:4);
WriteLn(FSalida, 'Y2:', UltY2:4);
WriteLn(FSalida, 'Grosor:', UltGrosor:5);
WriteLn(FSalida, 'Maximo:', UltMaximo:7);
FOR i := 0 TO UltY2 - UltY1 DO
    WriteLn(FSalida, i + y1, ' ', Tabla[i]);
Close(FSalida);
END;

PROCEDURE DefineZona(VAR X1, X2, Y1, Y2 : Word);
VAR
    AuxX1, AuxX2 : ARRAY [0..1024] OF Byte;
    AuxY1, AuxY2 : ARRAY [0..1024] OF Byte;
    i, Paso : Word;
    Ch : Char;
    Salir : Boolean;
    ST : STRING;
BEGIN
    Paso := 5;
    x1 := 0;
    x2 := XMax;
    y1 := 0;
    y2 := YMax;

```

```

Salir := False;
FOR i := 0 TO XMax DO TomaPunto(i, y1, AuxX1[i]);
FOR i := 0 TO YMax DO TomaPunto(x1, i, AuxY1[i]);
FOR i := 0 TO XMax DO TomaPunto(y2, i, AuxX2[i]);
FOR i := 0 TO YMax DO TomaPunto(x2, i, AuxY2[i]);
FOR i := 0 TO XMax DO PonPunto(i, y1, 255);
FOR i := 0 TO YMax DO PonPunto(x1, i, 255);
FOR i := 0 TO XMax DO PonPunto(i, y2, 255);
FOR i := 0 TO YMax DO PonPunto(x2, i, 255);
FOR i := 0 TO 255 DO
  BEGIN
    PonPunto(i, YMax + 20, i MOD 256);
    PonPunto(i, YMax + 21, i MOD 256);
  END;
WHILE NOT(Salir) DO
  BEGIN
    REPEAT UNTIL KeyPressed;
    Ch := ReadKey;
    IF Ch = #0
      THEN Ch := ReadKey
    ELSE CASE Ch OF
      #27 : Salir := True;
      #43 : IF Paso < 30
        THEN Paso := Paso + 1;
      #45 : IF Paso > 1
        THEN Paso := Paso - 1;
      #67, #99 : (* c, C *)
        PonPaletaC;
      #66, #98 : (* b, B *)
        CargaPaleta;
      #77, #109 : (* m, M *)
        BEGIN
          LimpiaMuestra;
          TomaMuestra;
        END;
      #115, #83 : (* s, S *)
        SalvaMuestra;
    END;
  END;

```

```
#52 : (* SArriba *)
  IF (y2 - Paso) >= y1
  THEN BEGIN
    FOR i := 0 TO XMax DO
      PonPunto(i, y2, AuxX2[i]);
    Y2 := y2 - Paso;
    IF Y2 > YMax THEN y2 := Y1;
    FOR i := 0 TO XMax DO
      TomaPunto(i, y2, AuxX2[i]);
    FOR i := 0 TO XMax DO
      PonPunto(i, y2, 255);
    END;
#54 : (* SAbajo *)
  IF (y2 + Paso) <= YMax
  THEN BEGIN
    FOR i := 0 TO XMax DO
      PonPunto(i, y2, AuxX2[i]);
    Y2 := y2 + Paso;
    FOR i := 0 TO XMax DO
      TomaPunto(i, y2, AuxX2[i]);
    FOR i := 0 TO XMax DO
      PonPunto(i, y2, 255);
    END;
#56 : (* SIzquierda *)
  IF (x2 - Paso) >= x1
  THEN BEGIN
    FOR i := 0 TO YMax DO
      PonPunto(x2, i, AuxY2[i]);
    x2 := x2 - Paso;
    IF X2 > XMax THEN X2 := X1;
    FOR i := 0 TO YMax DO
      TomaPunto(x2, i, AuxY2[i]);
    FOR i := 0 TO YMax DO
      PonPunto(x2, i, 255);
    END;
#50 : (* SDerecha *)
  IF (x2 + Paso) <= XMax
```

```

THEN BEGIN
    FOR i := 0 TO YMax DO
        PonPunto(x2, i, AuxY2[i]);
    x2 := x2 + Paso;
    FOR i := 0 TO YMax DO
        TomaPunto(x2, i, AuxY2[i]);
    FOR i := 0 TO YMax DO
        PonPunto(x2, i, 255);
    END
END;
IF NOT(Salir)
THEN BEGIN
    CASE Ch OF
        #75 : (* Arriba *)
            IF (y1 - Paso) >= 0
            THEN BEGIN
                FOR i := 0 TO XMax DO
                    PonPunto(i, y1, AuxX1[i]);
                Y1 := y1 - Paso;
                IF y1 > YMax THEN y1 := 0;
                FOR i := 0 TO XMax DO
                    TomaPunto(i, y1, AuxX1[i]);
                FOR i := 0 TO XMax DO
                    PonPunto(i, y1, 255);
                END;
            #77 : (* Abajo *)
                IF (y1 + Paso) <= Y2
                THEN BEGIN
                    FOR i := 0 TO XMax DO
                        PonPunto(i, y1, AuxX1[i]);
                    Y1 := y1 + Paso;
                    FOR i := 0 TO XMax DO
                        TomaPunto(i, y1, AuxX1[i]);
                    FOR i := 0 TO XMax DO
                        PonPunto(i, y1, 255);
                    END;
                #72 : (* Izquierda *)

```

```

IF (x1 - Paso) >= 0
THEN BEGIN
    FOR i := 0 TO YMax DO
        PonPunto(x1, i, AuxY1[i]);
    x1 := x1 - Paso;
    IF x1 > XMax THEN x1 := 0;
    FOR i := 0 TO YMax DO
        TomaPunto(x1, i, AuxY1[i]);
    FOR i := 0 TO YMax DO
        PonPunto(x1, i, 255);
    END;
#80 : (* Derecha *)
    IF (x1 + Paso) <= X2
    THEN BEGIN
        FOR i := 0 TO YMax DO
            PonPunto(x1, i, AuxY1[i]);
        x1 := x1 + Paso;
        FOR i := 0 TO YMax DO
            TomaPunto(x1, i, AuxY1[i]);
        FOR i := 0 TO YMax DO
            PonPunto(x1, i, 255);
        END;
#73 : (* PagArriba *)
    IF grosor < 100
    THEN Grosor := Grosor + 1;
#81 : (* PagAbajo *)
    IF grosor > 1
    THEN Grosor := Grosor - 1;
    END
END;

Str(Grosor:7, ST);
TextXY(85, 23, 'Grosor' + ST);
Str(UltMaximo:7, ST);
TextXY(85, 24, 'Maximo' + ST);
Str(Paso:7, ST);
TextXY(85, 25, 'Paso ' + ST);
Str(y1:7, ST);

```

```

TextXY(85, 26, 'Y1  '+ST);
Str(x1:7, ST);
TextXY(85, 27, 'X1  '+ST);
Str(y2:7, ST);
TextXY(85, 28, 'Y2  '+ST);
Str(x2:7, ST);
TextXY(85, 29, 'X2  '+ST);
END

```

```
END;
```

```

BEGIN (* Programa Principal *)
REPEAT
  ClrScr;
  GotoXY(10, 10);
  StAux := '';
  Write('Nombre de imagen: ');
  ReadLn(NFEntrada);
  Assign(FEntrada1, NFEntrada);
{$i-}
  Reset(FEntrada1)
  UNTIL IOResult = 0;
{$i+}
  FOR i := 1 TO $100 DO
    Read(FEntrada1, Ch);
    Read(FEntrada1, XMax);
    Close(FEntrada1);
    Reset(FEntrada1);
  FOR i := 1 TO $150 DO
    Read(FEntrada1, Ch);
    Read(FEntrada1, YMax);
    GotoXY(10, 11);
    WriteLn('Tamaño', XMax: 4, '*', YMax: 3);
    YMax := YMax - 1;
    XMax := XMax;
  Assign(FEntrada, NFEntrada);
  TomaMaximo;

```

```
Regs.AX := $005E;
regs.B1 := $00;
Intr($10,regs);
TomaPaletaC;
TextAtr := 255;
UltY1 := 0;
UltY2 := 0;
UltMaximo := 0;
Grosor := 1;
Primero := True;
PonEntero;
DefineZona(x1, x2, y1, y2);
Regs.ah := 00;
regs.al := 3;
Intr($10, Regs);
END.
```



## APENDICE C: MODELO DE INCREMENTOS FINITOS

```

PROGRAM Modelo_Incrementos_Finitos_Gradiente_Potencial;

CONST
  IMAX = 40;
  JMAX = 80;

TYPE
  tipodato = REAL;
  PODER = ARRAY[0..IMAX,0..JMAX] OF tipodato;
  WHORE = ARRAY[0..IMAX,0..JMAX] OF tipodato;

VAR
  fichero,basic,basico : text;
  VN: PODER;
  VV: PODER;
  SIGMA: WHORE;
  contador,I,J,x1,ANCHO : INTEGER;
  a,t,r,s,vx,vy,SIGMA_AMORFA,SIGMA_CRIST,POTENCIAL :real;
  prueba1: string;
  A1,A2,A3 : REAL;

PROCEDURE Inicializa;
var
  pili,loli,rosi,susi :integer;

BEGIN
  for i: =1 to imax do
  begin
    for j: =1 to jmax do
    begin
      VV[I,J]: =0;
      VN[I,J]: =0;
      SIGMA[I,J]: =sigma_amorfa;
    end
  end
end

```

```

    END;
    for j:=1 to jmax do
    begin
        sigma[1,j]:=0.00000000001;
        sigma[imax,j]:=0.00000000001;
    end;
end;
pili:= (imax div 2);
rosi:= (jmax div 2);
for i:=2 TO IMAX-1 do (* define la zona cristalizada *)
begin          (* ancho es la mitad de la zona cristalizada *)
    for j:=2 TO JMAX-1 do
        BEGIN
            IF SQRT(SQR(I-PILI) + SQR(J-ROSI)) < ANCHO THEN
                SIGMA[I,J]:=sigma_crist;
            END;
        end;
    END;
END;

```

PROCEDURE tratadatos;

VAR

nombrei,nombrei,nombreo: string;

x,y,xr,yr,xmn,ymn,ymx : real;

I,J:INTEGER;

X1,X2,x3,x4,x5,x6,x7,y1,y2,y3,y4,y5,y6,y7:real;

BEGIN

A1:=0;

A2:=0;

writeln (' nombre de los datos entrada 1 : ');

readln (nombrei);

Assign(basic,nombrei);

reset(BASIC);

while not eof(basic) DO

begin

readln(BASIC,i,j,vv[i,j]);

end;

for j:=2 to jmax-1 do

```

begin
  vx:= r*(vv[3,j+1] - vv[3,j-1]);
  vy:= r*(vv[3+1,j] - vv[3-1,j]);
  A1:=SQRT(vx*vx + vy*vy)+A1;
end;
writeln (' nombre de los datos entrada 2 : ');
readln (nombreii);
Assign(basicO,nombreii);
reset(BASICO);
while not eof(basico) DO
  begin
    readln(BASICO.i,j,vv[i,j]);
    end;
for j:=2 to jmax-1 do
  begin
    vx:= r*(vv[3,j+1] - vv[3,j-1]);
    vy:= r*(vv[3+1,j] - vv[3-1,j]);
    A2:=SQRT(vx*vx + vy*vy)+A2;
    end;
  A3:=A2/A1;
END;

PROCEDURE gradiente;
BEGIN
for i:=2 to imax-1 do
  begin
    for j:=2 to jmax-1 do
      begin
        vx:= r*(vv[i,j+1] - vv[i,j-1]);
        vy:= r*(vv[i+1,j] - vv[i-1,j]);
        VN[i,j]:=(vx*vx + vy*vy)*SIGMA[i,j]*A3;
        end;
      end;
END;

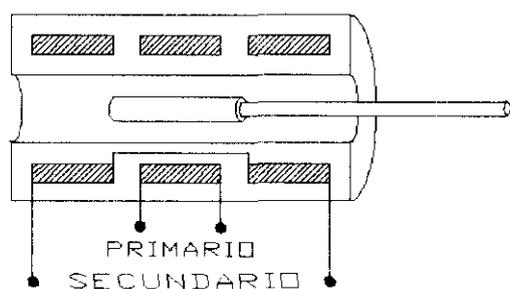
BEGIN
ancho:= 1;

```

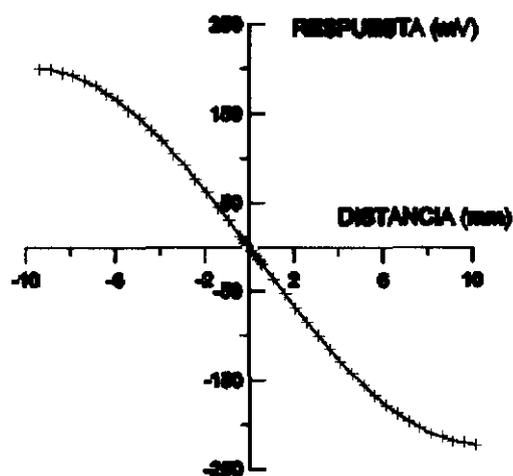
```
POTENCIAL:=5;
SIGMA_AMORFA:=2000/136;
SIGMA_CRIST:= (2000)/126;
a:=0.001/jmax;
r:=1/(2*a);
Inicializa;
tratadatos;
gradiente;
ASSIGN(FICHERO,'PUNTPP1.dat');
REWRITE(fichero);
FOR I:=2 TO IMAX-1 DO
  BEGIN
    FOR J:=2 TO JMAX-1 DO
      WRITELN(FICHERO,I,' ',J,' ',Vn[I,J]);
    END;
  CLOSE(FICHERO);
END.
```

## APENDICE D: DEFORMACION

En este trabajo se ha hecho alusión al dato existente en la bibliografía sobre la reducción del 3% del volumen de un material amorfo al cristalizarse. Con el fin de confirmar este dato se ha construido un LVDT (Fig. 1) para poder medir la deformación longitudinal que tiene lugar en un material amorfo cuando se le hace pasar una intensidad de corriente longitudinalmente.



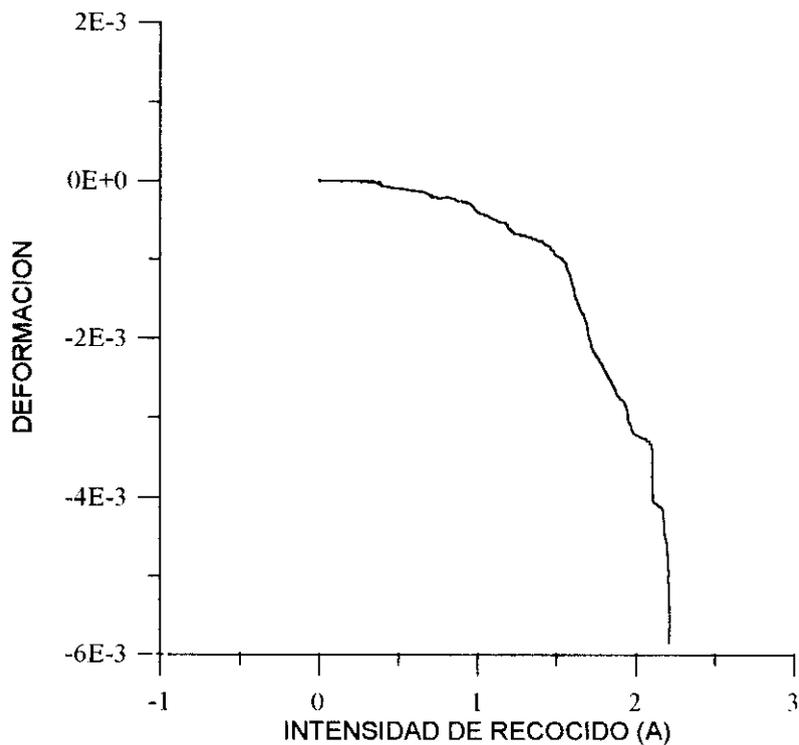
**Figura 1.** Esquema del LVDT utilizado en la medida de la deformación.



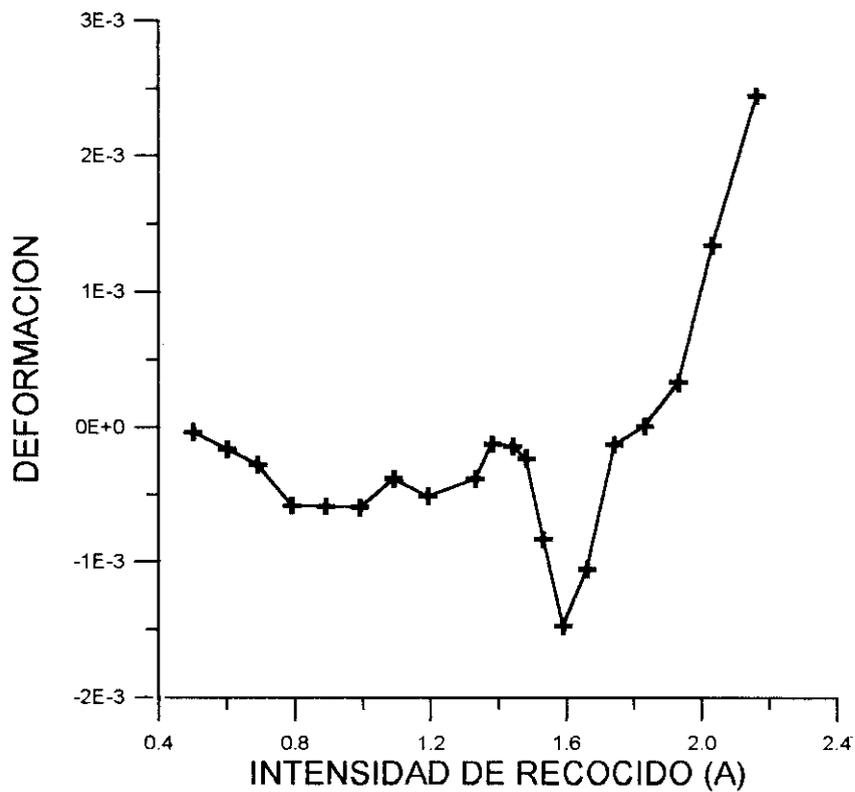
**Figura 2.** Calibrado del LVDT.

Se han utilizado para construir el LVDT bobinas de 1.5 cm de longitud con una separación entre el primario y los dos secundarios de 2 mm, de forma que la región lineal esperable es una zona de 1.4 cm próxima al centro del dispositivo. En la figura 2 se puede observar la curva de calibrado del sensor en la que se aprecia una zona lineal desde -6 mm a 6 mm.

Al bástago del sensor se le ha unido una cinta de 10 cm de longitud del Metglas 2705M y los extremos de ésta se conectan a una fuente estabilizada en intensidad. Buscando el cero del dispositivo para intensidad de recocido cero, se ha hecho pasar una corriente creciente a través de la muestra estudiando así la deformación longitudinal en función de la corriente aplicada. En la figura 3 se puede apreciar la gradual contracción



**Figura 3.** Deformación longitudinal en función de la intensidad de recocido.



**Figura 4.** Deformación longitudinal dejando enfriar la muestra después de cada recocido.

de la muestra con la intensidad.

Sin embargo, cuando el tratamiento se realiza dejando enfriar la muestra después de cada recocido se observa una reducción de la longitud muy acusada alrededor de la intensidad de cristalización (Fig. 4). Además dicha reducción es del 1.5 % en longitud, lo que nos proporciona una reducción del 3.37 % en volumen, de acuerdo con la bibliografía.