

UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO

COLEGIO DE CIENCIAS E INGENIERÍA

Caracterización de las propiedades magnéticas de películas
delgadas de $Fe_{1-x}Ga_x$ crecidas epitaxialmente sobre ZnSe/GaAs
(001)

Pablo Andrés López Duque

Darío Niebieskikwiat, PhD., Director de Tesis

Julián Milano, PhD., Supervisor en Centro Atómico
Bariloche

Tesis de grado presentada como requisito
para la obtención del título de Licenciado en Física

Quito, mayo de 2015

Universidad San Francisco de Quito
Colegio de Ciencias e Ingeniería

HOJA DE APROBACIÓN DE TESIS

Caracterización de las propiedades magnéticas de películas delgadas de
 $Fe_{1-x}Ga_x$ crecidas epitaxialmente sobre ZnSe/GaAs (001)

Pablo López Duque

Darío Niebieskikwiat, PhD.
Director de Tesis

Vincent Vlaminc, PhD.
Miembro del Comité de Tesis

Melissa Infusino, PhD.
Miembro del Comité de Tesis

Darío Niebieskikwiat, PhD.
Director Dep. Física

César Zambrano, Ph.D.
Decano de la Escuela de Ciencias
Colegio de Ciencias e Ingeniería

Quito, mayo de 2015

© DERECHOS DE AUTOR

Por medio del presente documento certifico que he leído la Política de Propiedad Intelectual de la Universidad San Francisco de Quito y estoy de acuerdo con su contenido; por lo que los derechos de propiedad intelectual del presente trabajo de investigación quedan sujetos a lo dispuesto en dicha Política.

Asimismo, autorizo a la USFQ para que realice la digitalización y publicación de este trabajo de investigación en el repositorio virtual, de conformidad a lo dispuesto en el Art. 144 de la Ley Orgánica de Educación Superior.

Firma:

Nombre: Pablo Andrés López Duque

C.I.: 171983818-5

Lugar y fecha: Quito, mayo de 2015

DEDICATORIA

A todo aquel que pueda plantear pensamientos que trasciendan su historia; a aquellos que, aunque no reciban fama, son infinitos; tan infinitos como un día contigo.

“Erst das Übermorgen gehört mir. Einige werden posthum geboren.” F. Nietzsche

“In this age of specialization men who thoroughly know one field are often incompetent to discuss another. The great problems of the relations between one and another aspect of human activity have for this reason been discussed less and less in public.” R. Feynman

“[I do not] carry such information in my mind since it is readily available in books. ...The value of a college education is not the learning of many facts but the training of the mind to think.” A. Einstein

“If the doors of perception were cleansed every thing would appear to man as it is, Infinite. For man has closed himself up, till he sees all things thro’ narrow chinks of his cavern.” W. Blake

“Let the future tell the truth and evaluate each one according to his work and accomplishments. The present is theirs; the future, for which I really worked, is mine”. N. Tesla

“Cada vez he ido comprendiendo mejor que lo que menos prueba el consenso de los sabios es que tengan razón en aquello en lo que están de acuerdo.” F. Nietzsche

“Más tarde le hizo gracia comprobar cómo en las formas superiores de cultura el peso de las autoridades y las influencias, la confianza que dan las buenas lecturas y la inteligencia, producían también su «se lo digo yo» finamente disimulado, incluso para el que lo profería: ahora se sucedían los «siempre he creído», «si de algo estoy seguro», «es evidente que», casi nunca compensados por una apreciación desapasionada del punto de vista opuesto.” J. Cortázar

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo no habría sido posible sin la fundamental contribución de algunas personas que han dado forma a lo que ahora pienso y quizá soy; o al menos, pienso que soy.

En primer lugar, quisiera agradecer el apoyo incondicional de mi familia, en especial mi papá, mi mamá y mi hermana. Su ayuda y presencia han permitido que mi desarrollo no sea solo profesional, sino también personal. Por eso y mucho más, gracial mil! Además, gracias a mis primos, tíos y tías, que siempre han estado prestos a ayudarme en todo cuanto necesite, sin dudar un sólo segundo. Mención especial también para mis abuelos, que son mi ejemplo a seguir; el constante esfuerzo, dedicación y perseverancia en el campo de personas como ellos hacen que tu, yo y todos podamos tener comida sobre nuestra mesa.

En segundo lugar, quisiera agradecer a mis profesores de la USFQ, mención especial para Darío por su constante dedicación esfuerzo apoyo y sobre todo paciencia durante todo este trabajo; e incluso el prestarme su casa de Bariloche para facilitar mi estadía. Además a Carlos Marín, Bruce, David (Matemático), Carlos Montúfar y David Lansdale por transmitirme su inmenso conocimiento y pasión por el saber y la vida; y a otro inmenso profe, Tomás Sanchez Jaime, por enseñarme que uno tiene que dar forma a SU vida y no dejar que la vida le de forma a uno y que “no soy de aquí ni soy de allá”. Adicionalmente, gracias a Julián y Mariana, que durante mi estancia en Bariloche me ayudaron en todo lo que tenían a su alcance; me guiaron, explicaron y enseñaron qué mismo es el galfenol y cómo funciona un MFM y me llevaron por toda la ciudad para presentarme sus paisajes y bellezas. A Sofi, Priscilla y Jorge por recibirme en su casa y darme todas las atenciones.

También, a todos mis amig@s, con los que hemos compartido más de una gran historia; ya sean risas, “chupis-solemnis”, parrilladas en casa de Darío, tillos, Illinois, New York, llantos, o muchas más. Gracias por su presencia, explicaciones, su tiempo y paciencia!

Resumen

En este trabajo se investiga la relación entre las anisotropías magnéticas, la concentración de Ga y las propiedades magnéticas de películas delgadas de $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$ (galfenol), crecidas epitaxialmente sobre un sustrato de $\text{ZnSe}/\text{GaAs}(001)$. Se analizaron concentraciones desde $x = 0$ a 0.29 y espesores entre 55 nm y 72 nm . Además, se calculó el volumen de activación (o reversión) magnética. En primer lugar, se usó un *VSM* para extraer propiedades magnéticas, como magnetización de saturación (M_{sat}), magnetización remanente (M_{rem}) y campos coercitivo (H_C) y de saturación (H_{sat}), que permiten analizar la correlación entre x y las anisotropías. Para concentraciones de $x = 0.18$ y 0.20 , se observó una región lineal en las curvas $M - H$, que va desde la remanencia hasta campos cerca de la saturación y se correlaciona con los máximos en H_{sat} y H_C y el mínimo en M_{rem} . Esto se debe a la presencia de una anisotropía fuera del plano K_n , que ya ha sido observada en otros materiales en películas delgadas y es un indicador de la existencia de dominios magnéticos en forma de tiras.

Posteriormente, mediante *MFM*, se tomaron imágenes en remanencia (después de saturar la muestra) de la estructura de dominios para investigar su relación con las propiedades magnéticas medidas. Se encontró que efectivamente las muestras que presentan la región lineal tienen dominios en forma de tiras, lo que también es consistente con K_n . La magnetización tiene una componente *in-plane*, en dirección del campo externo, y una componente en la dirección perpendicular a la muestra (z), que varía alternadamente en z y $-z$. Además, en las mismas muestras cuando se aplica el campo magnético fuera del plano, se observan dominios en forma de burbujas, ya que en este caso no existe una dirección preferencial en el plano.

Luego, usando el protocolo *DCD* para medir la remanencia (M_{DCD}) luego de haber aplicado un campo magnético (H_{DCD}) se calculó la susceptibilidad magnética irreversible (χ_{irr}). χ_{irr} depende de los cambios en la magnetización debidos a procesos irreversibles relacionados a la inversión de M (cuyo proceso depende fuertemente de las anisotropías magnéticas). Además, se midió la relajación magnética y así se obtuvo la viscosidad magnética (S), cuyo máximo es cercano a H_C ; lo que es esperado, dado que cerca de H_C ocurren los cambios más importantes en la magnetización.

Finalmente, se calcularon los volúmenes de activación, cuyo orden de magnitud varía entre $\sim 10^5 \text{ nm}^3$ para el Fe puro y $\sim 10^4 \text{ nm}^3$ para $x = 0.29$, con un mínimo en $x = 0.18$. Esto también es consistente con la presencia de K_n en las muestras con $x = 0.18$ y 0.20 , ya que la energía de anisotropía aumenta con el volumen y por ende, estas muestras presentan volúmenes de activación muy pequeños.

Abstract

In this work, the correlation between magnetic anisotropies, Ga concentration and magnetic properties was investigated in $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$ thin films, grown on a ZnSe/GaAs(001) substrate. The range of analyzed concentrations varies from $x = 0$ up to 0.29, and thicknesses go from 55 nm to 72 nm. Besides, magnetic activation reversal volumes were calculated. Firstly, using a VSM magnetic properties, such as saturation magnetization (M_{sat}), remanence magnetization (M_{rem}), coercive field (H_C) and saturation field (H_{sat}), were measured in order to analyze the correlation between x and anisotropies. For $x = 0.18$ and $x = 0.20$, a region of linear dependence on the $M - H$ curves was observed, from remanence up to almost saturation, which is correlated with the maxima in H_C and H_{sat} and the minimum in M_{rem} . This linear dependence appears as a result of an out of plane anisotropy (K_n), which has been already observed in thin films of other materials, and constitutes an indicator of a striped pattern magnetic domain formation.

Afterwards, using a MFM, the magnetic domain structure was imaged in remanence (after saturating the sample) to investigate the correlation between this structure and the magnetic properties measured previously. It was found, indeed, that the same samples exhibiting the M vs H linear dependence have a striped magnetic domain structure; which is again consistent with K_n . The magnetization has both an in-plane component, that points in the direction of applied field, and an out-of-plane component (z axis), which points alternately in z and $-z$. Moreover, when the field applied for saturating the sample is in the out of plane direction, a bubble pattern is observed for the same samples because, in this case there is no special direction in the plane of the sample.

Then, using a protocol known as *DCD* ($\delta - plot$), the remanence magnetization (M_{DCD}) after applying a magnetic field (H_{DCD}) was obtained, in order to calculate the irreversible magnetic susceptibility (χ_{irr}). χ_{irr} is related to the changes in magnetization due to irreversible processes associated with the inversion of M , which process is strongly associated to magnetic anisotropies. In addition, magnetic relaxation was measured for each sample and thus, magnetic viscosity (S) was obtained. It was found that the maximum S appears near H_C , which is expected as the most important changes in magnetization occur in the vicinity of H_C .

Finally, with all measured values, activation volumes were calculated; the order of magnitude obtained varies from $\sim 10^5 \text{ nm}^3$ for pure Fe to $\sim 10^4 \text{ nm}^3$ for $x = 0.29$, with the minimum at $x = 0.18$. Again, this is consistent with the presence K_n for the samples with $x = 0.18$ and 0.20, as anisotropy energy increases with volume, which energetically favors small activation volumes.

Contents

1	Introducción y Fundamentos Físicos	10
1.1	Antecedentes y Motivación	10
1.2	Materiales Ferromagnéticos (FM)	13
1.3	Dominios Magnéticos	16
1.3.1	Proceso de magnetización: Alineación y rotación de dominios	18
1.3.2	Efectos de la temperatura, defectos e impurezas sobre los dominios	20
2	Métodos Experimentales y Muestras	22
2.1	Métodos Experimentales	22
2.2	Muestras	23
3	Resultados	25
3.1	Curvas de Magnetización vs. Campo Magnético Aplicado	25
3.2	Microscopía de Fuerza Magnética (MFM)	30
3.3	Curvas de Magnetización Remanente vs. Campo Magnético	40
3.4	Curvas de Relajación, Viscosidad magnética y Volúmenes de activación	44
4	Conclusiones	51
	Resumen	7
	Abstract	8
	Referencias	51

1 Introducción y Fundamentos Físicos

Para el desarrollo de nuevas tecnologías es fundamental el estudio de materiales inteligentes; es decir, aquellos en que una o varias de sus propiedades pueden ser controladas mediante estímulos externos. En la actualidad existen varios tipos de estímulos y propiedades controlables. De acuerdo a la propiedad y el estímulo usado los materiales toman diferentes nombres; por ejemplo, se tienen los materiales piezoeléctricos en los que aparece un voltaje al aplicar una tensión estructural, los magnetostrictivos que cambian de forma cuando se aplica un campo magnético, los polímeros sensibles al pH que cambian de volumen con el nivel de acidez/basicidad del medio que los rodea, entre otros. La correlación entre dos propiedades físicas funciona normalmente en ambos sentidos, es decir el estímulo y la propiedad controlada pueden intercambiar papeles, y permite desarrollar tecnologías que incluyen: sensores, actuadores, instrumentos de computación e incluso algo tan básico como pinturas que indiquen corrosión [1].

La magnetostricción fue descrita por James Joule en 1842 y se refiere al cambio en la forma del material al verse expuesto a un campo magnético externo. La deformación se produce en la dirección del campo y puede ser tanto una contracción como una elongación. Los materiales magnetostrictivos han sido estudiados extensivamente en las últimas décadas debido a su potencial aplicación en reducción de vibraciones o recolección de energía [2] y en detectores sensibles al campo magnético. En este afán, se han desarrollado materiales binarios y ternarios, la mayoría de los cuales emplean tierras raras, como por ejemplo el Terfenol-D que contiene Tb, Dy y Fe y alcanza una magnetostricción de ~ 100 veces las de Fe puro.

1.1 Antecedentes y Motivación

Si bien la mayoría de materiales ferromagnéticos exhiben magnetostricción, muy pocos cuentan con todas las características necesarias para su aplicación en la ingeniería, como: alta magnetostricción, ductilidad, maleabilidad, costo conveniente, entre otras. El galfenol, una aleación de Fe y Ga, es uno de los materiales más prometedores en este aspecto, puesto que posee una magnetostricción cerca de 10 veces mayor al Fe puro, resiste muy bien la tensión (módulo de Young ≈ 90 GPa), es muy dúctil, tiene alta permeabilidad magnética (≈ 200), opera eficientemente dentro de un gran rango de temperaturas y tiene bajo campo de saturación (≈ 400 Oe) [3]. Además, no contiene tierras raras, por lo que su costo es mucho más bajo que otro tipo de aleaciones binarias y ternarias.

La caracterización del galfenol en *bulk* ha sido extensivamente desarrollada en los últimos años [4, 5, 6]. El dopaje con Ga hace que la estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc) del Fe sufra una distorsión tetragonal; sin embargo, las celdas distorsionadas no se distribuyen homogéneamente en la muestra, sino que se agrupan en *clústeres* [7]. Es fundamental notar que la concentración de Ga en la muestra no solo altera la estructura, sino que también afecta las propiedades magnéticas y mecánicas del material incluyendo la ductilidad, la resistencia a la tensión, la anisotropía magnetocristalina, la magnetostricción, el campo de saturación, el campo coercitivo, entre otras.

Uno de los estudios más importantes del galfenol fue llevado a cabo por Clark et al. en el año 2000 [4]. En éste, se analizaron los coeficientes de magnetostricción en función de la concentración de Ga, x , en distintas direcciones y las fases estructurales predominantes en función de x . Como ya se dijo, el dopaje con Ga causa una deformación tetragonal en ciertas regiones de la muestra de modo que, cuando se aplica un campo magnético, las regiones elongadas rotan hasta alinearse con el campo cambiando la dimensión del material en esa dirección. De este modo, el incremento en la magnetostricción con respecto al Fe puro se ve asociado a cambios de origen estructural. En la figura 1.1 se puede observar la dependencia de los coeficientes de magnetostricción con la concentración de Ga tanto en la dirección $\langle 100 \rangle$ como en la $\langle 111 \rangle$. Es interesante notar que en el coeficiente magnetostrictivo en la dirección $\langle 100 \rangle$ existen dos máximos alrededor de $x \approx 0.19$ y $x \approx 0.27$ con un mínimo localizado cerca de $x \approx 0.23$, mientras que en la dirección $\langle 111 \rangle$ simplemente aumenta con x . Esta variación del coeficiente de magnetostricción está asociada a cambios en las estructuras cristalográficas presentes para diferentes dopajes y a la aparición de pares Ga-Ga en ciertas regiones del material [8].

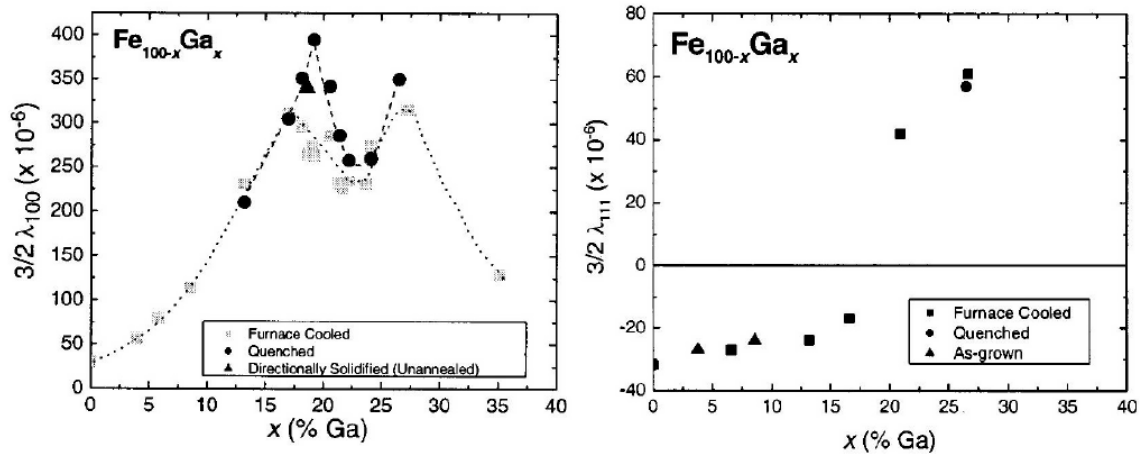


Figure 1.1: Dependencia de los coeficientes de magnetostricción con la concentración de Ga (x) para muestras con tratamiento térmico [4].

En lo referente a las fases estructurales presentes, es conveniente introducir brevemente la estructura del Fe para luego analizar el efecto del dopaje. Por debajo de $770K$ el Fe se denomina ferrita (o α -Fe) y tiene una estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc) usualmente denotada como $A2$. A temperatura ambiente y presión atmosférica, el Fe mantiene esta estructura y se comporta como ferromagneto. Por otro lado, el Ga a temperatura ambiente ($T \approx 300K$) tiene una estructura ortorrómbica (por encima de $303K$ el Ga es líquido). En el mismo estudio conducido por Clark et al. [4] se encontró que las fases estructurales existentes en el galfenol también están relacionadas al dopaje. Específicamente, para $x \lesssim 0.18$ la estructura con más presencia es la $A2$; cerca del primer máximo, en $x \approx 0.19$, la estructura predominante es la DO_3 ; y para $0.19 \lesssim x \lesssim 0.23$ las estructuras dominantes son la $B2$ y DO_3 . En la figura 1.2 se presenta un esquema con las distintas fases estructurales presentes en el Fe y el galfenol.

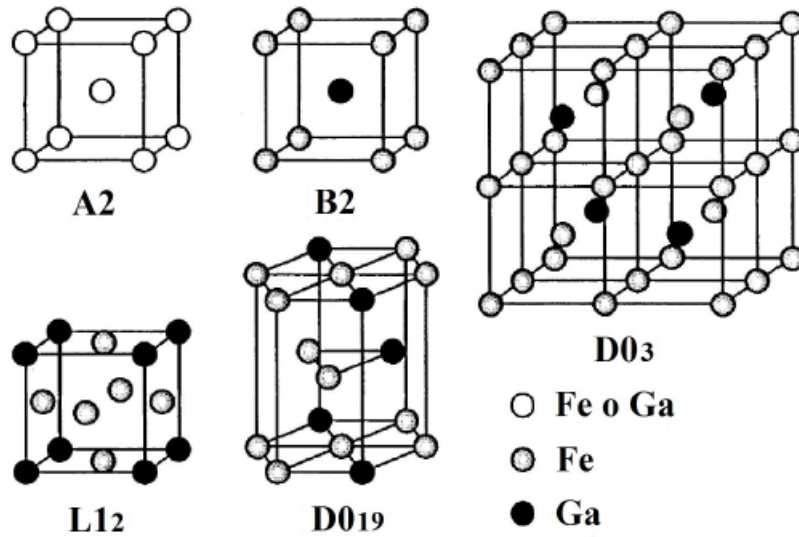


Figure 1.2: Diferentes estructuras presentes en el $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$. Todas, excepto la $D0_{19}$, son cúbicas centradas en el cuerpo (bcc). Los puntos negros representan átomos de Ga, los grises átomos de Fe y los blancos cualquiera de ambos. [9]

Como se verá en las secciones posteriores, el dopaje con Ga no solo altera la estructura del Fe puro, sino también sus propiedades magnéticas; lo que es interesante puesto que el Ga no exhibe ferromagnetismo.

Cuando el galfenol se crece en forma de películas delgadas se utiliza un sustrato como base para su crecimiento, generalmente GaAs, ZnSe o SrTiO_3 . Debido a esto, el galfenol toma el parámetro de red del sustrato, sobre todo en las primeras capas. Como el parámetro de red no es igual al del galfenol en *bulk*, aparecen tensiones entre el material y el sustrato que afectan las propiedades magnéticas y estructurales presentes. Por este motivo, es más correcto hablar de acople magneto-elástico en lugar de magnetostricción porque la magnetostricción se refiere únicamente al cambio de longitud por alineación de dominios o momentos magnéticos debida a un campo magnético.

En un estudio conducido por Eddrief et al. [10] se encontró que el parámetro de red en el plano permanece constante con la concentración, mientras que el parámetro de red fuera del plano aumenta con x . Este incremento se relaciona con la presencia de la fase $B2$ para concentraciones mayores a $x = 0.15$ pues en esta fase estructural existen pares Ga-Ga alineados en la dirección perpendicular al plano. Se postuló, además, que estos pares así alineados causan la aparición de una muy fuerte anisotropía fuera del plano.

A pesar de toda la investigación que ha conllevado el galfenol, aún no ha sido caracterizado adecuadamente cuando se crece en forma de películas delgadas. De hecho, la bibliografía disponible al respecto es muy limitada, especialmente en cuanto a estudios de relajación magnética y reversión de dominios magnéticos. La relajación magnética indica la dependencia temporal de la magnetización cuando se aplica un campo magnético constante; mientras que el volumen de reversión o de activación indica el tamaño característico de la región en que se produce una rotación coherente de los momentos magnéticos, es decir cuando se comporta como monodominio. El objetivo del presente trabajo es justamente estimar los

volúmenes de reversión en películas delgadas de galfenol, $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$, con distinta concentración de Ga (x). Para ello se estudiarán los dominios magnéticos en películas delgadas de espesores nanométricos ($\sim 70\text{nm}$) con concentraciones de Ga entre $x = 0$ y $x = 0.29$. Se escogió este rango de concentraciones debido a que en esta región aparecen los cambios antes mencionados en la magnetostricción. Además, se medirán algunas propiedades magnéticas como: campos de saturación, coercitivo, magnetización de saturación y magnetización remanente para buscar una correlación entre cambios entre el dopaje con Ga, las interacciones magnéticas y los cambios estructurales y en los dominios.

1.2 Materiales Ferromagnéticos (FM)

A la temperatura de Curie, T_C , existe una transición desde una fase ferromagnética a otra paramagnética o viceversa. Por encima de T_C , en la fase paramagnética, los momentos magnéticos no están ordenados, sino en direcciones aleatorias cuando no se aplica un campo magnético externo (si se aplica un campo, los momentos se alinean progresivamente con éste). Sin embargo, por debajo de esta temperatura, en la fase ferromagnética, los momentos magnéticos adquieren un orden determinado por la estructura cristalográfica y las interacciones entre estos, incluso en ausencia de campo magnético. Debido a dicho ordenamiento se deriva la característica principal de los ferromagnetos: que poseen una magnetización espontánea; es decir, que conservan una magnetización incluso cuando se deja de aplicar un campo magnético. En la figura 1.3 se muestra el comportamiento de la magnetización en función de la temperatura para las dos fases.

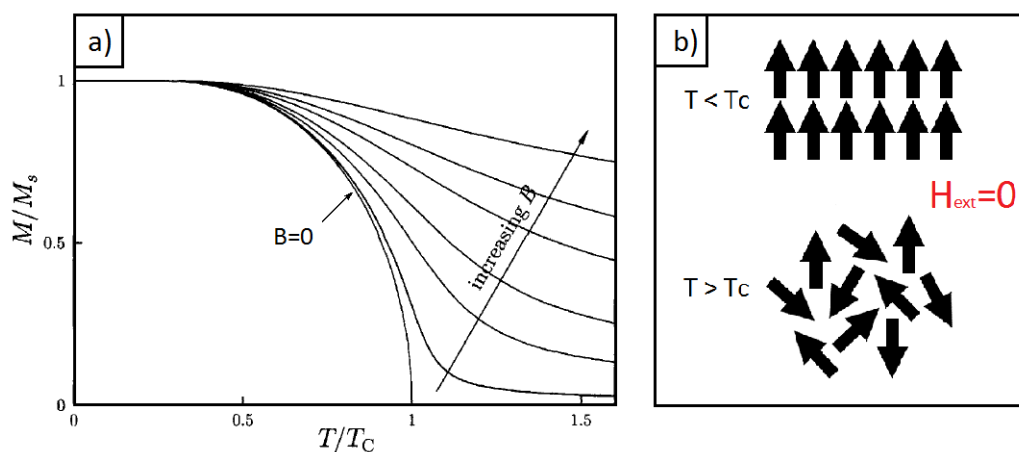


Figure 1.3: Transición entre las fases ferromagnética y paramagnética a la temperatura de Curie (T_C). a) Magnetización vs. Temperatura absoluta para campos magnéticos externos crecientes. b) Ordenamiento de los momentos: por debajo de T_C los momentos magnéticos están ordenados incluso en ausencia de campo magnético, mientras que por encima de T_C los momentos magnéticos tienen direcciones aleatorias siempre y cuando no se aplique un campo magnético. Este comportamiento está gobernado por la minimización de energía libre.

Otra característica importante de los ferromagnetos es que su curva de magnetización en función de campo magnético aplicado presenta un ciclo de histéresis. Esto se debe a que la

magnetización también depende la historia magnética del sistema. En la figura 1.4 se puede observar un ciclo de histéresis convencional.

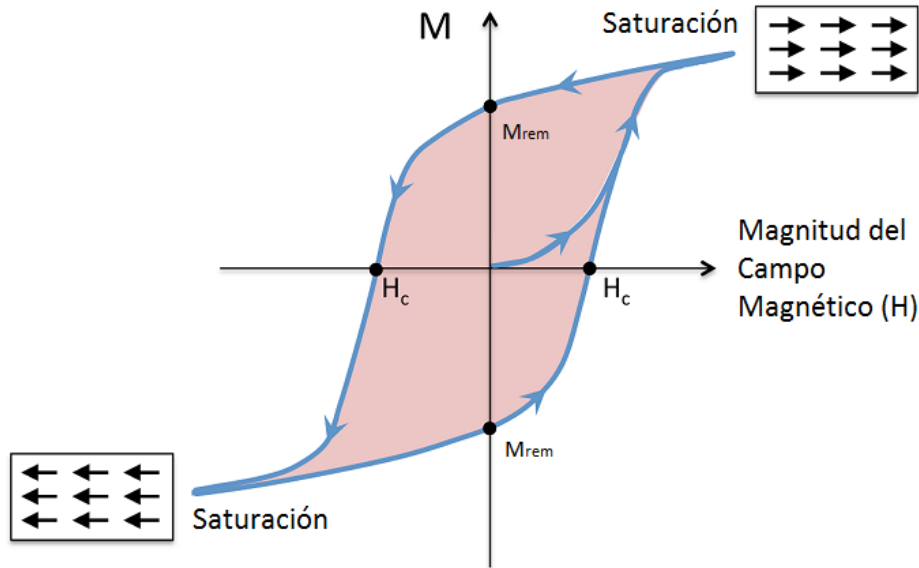


Figure 1.4: Curva de histéresis para un ferromagneto. Para un H suficientemente alto la muestra alcanza la saturación, es decir todos sus dominios se alinean. También se puede observar la magnetización remanente M_{rem} y el campo coercitivo H_C .

En este punto, es indispensable recordar que para entender las propiedades observadas en un material es necesario realizar un análisis de las energías que compiten en éste. En los materiales ferromagnéticos existen contribuciones energéticas de distintos orígenes, entre ellos: dipolar, anisotrópicas, de forma, magnetostrictivas, elásticas, entre otras. Las propiedades del material están determinadas por ventaja energética; es decir, la combinación de contribuciones que minimizan la energía libre es la que se observa experimentalmente. Bajo diferentes condiciones, las distintas contribuciones energéticas toman distintos pesos. Para el presente trabajo, las energías más importantes son: Zeeman, anisotropía, campo demagnetizante (Stray Field) e intercambio.

Por debajo de T_C se deberían tener todos los momentos magnéticos alineados incluso en ausencia de campo magnético. Sin embargo, existen interacciones que hacen que este ordenamiento cueste demasiada energía; principalmente la contribución proveniente del campo demagnetizante. En las superficies de un material magnetizado, donde $\vec{\nabla} \cdot \vec{M} \neq 0$, se generan "cargas magnéticas" no compensadas. Estas cargas generan el campo demagnetizante, \vec{H}_d , que tiene asociada una energía dipolar, también conocida como magnetostática. La densidad de esta energía se puede escribir como:

$$\varepsilon_d = -\frac{1}{2} \vec{H}_d \cdot \vec{M} \quad (1.1)$$

Este término explica por qué el material se divide en regiones llamadas dominios, dentro de los cuales los momentos magnéticos están alineados. La dirección de los dominios es tal que se minimiza el campo demagnetizante. En el caso de películas delgadas, el material minimiza

la energía debida a este campo cuando la magnetización está en el plano de la película [11].

Un término fundamental para explicar las propiedades ferromagnéticas es el de energía de intercambio. Cuando dos átomos con electrones de valencia desapareados están cerca, existe una probabilidad de que los electrones de uno compartan la “órbita” de electrones del otro átomo. Este efecto se puede cuantificar considerando efectos cuánticos. La alineación, paralela o antiparalela, de los espines electrónicos determina la probabilidad de compartir orbitales atómicos y afecta la localización del electrón y la interacción coulombiana. Se dice entonces que los electrones ocupan orbitales moleculares. Debido a esto, existe una diferencia energética entre la configuración con espines paralelos y antiparalelos. El principio de exclusión de Pauli, que indica que dos electrones no pueden estar en el mismo estado cuántico, explica el por qué para los materiales ferromagnéticos la primera configuración paralela tiene menor energía: cuando los orbitales electrónicos se superponen, la distribución espacial de carga eléctrica se agranda para la configuración con espines paralelos, de modo que la energía electrostática disminuye al impedir que los electrones se acerquen entre sí [12]. En un ferromagneto en equilibrio, la magnetización apunta en una dirección constante o preferencial, incluso en ausencia de campo magnético aplicado. Cuando la magnetización no apunta en una única dirección existe un costo energético que se puede describir por medio de la densidad de energía:

$$\varepsilon_{ex} = A(\vec{\nabla} \cdot \vec{m})^2 \quad (1.2)$$

donde A es la constante de rigidez de intercambio y \vec{m} es la magnetización normalizada con la magnetización de saturación ($\vec{M} = M_{sat}\vec{m}$). La constante A depende del material y la temperatura y se mide en *ergs/cm*. Este término energético indica que un gradiente en la magnetización implica un aumento en la energía, o conversamente, que la alineación paralela de los momentos magnéticos resulta en una menor energía libre total [11].

Otra contribución energética fundamental es la de anisotropía. Esta consiste en la dependencia direccional de las propiedades en un material; este término explica la aparición de ejes sobre los cuales la magnetización tiende a orientarse, llamados ejes fáciles, y otros sobre los cuales es muy difícil orientarla, llamados ejes difíciles. Las direcciones de dichos ejes están determinadas por la estructura del material debido a interacciones espín-orbita [12]. Entonces, la energía depende de la orientación de la magnetización con respecto a los ejes estructurales. La densidad de energía correspondiente se puede escribir de la siguiente forma:

$$\varepsilon_{an} = F_{an}(\vec{m}) \quad (1.3)$$

donde F_{an} es una función de la magnetización que depende de la simetría estructural del sistema tratado.

Cuando se aplica un campo magnético externo aparece una contribución energética que depende de dicho campo aplicado, la magnetización de la muestra y el ángulo entre ambos. Este término se denomina energía Zeeman y explica por qué la magnetización en un material tiende a orientarse en la dirección del campo magnético externo. La densidad de energía

Zeeman se puede escribir como:

$$\varepsilon_H = -\vec{H}_{ext} \cdot \vec{m}M_s \quad (1.4)$$

donde se observa que la energía se minimiza cuando el campo externo y la magnetización son paralelos, por lo que los momentos magnéticos tienden a girar hasta quedar paralelos al campo.

Finalmente, existen otras contribuciones que tienen que ver con aplicación de estrés en la muestra; una de origen no magnético que se denomina esfuerzo externo y otra de origen magnético llamada acople magneto-elástico. La energía aumenta cuando se producen esfuerzos sobre el material o cuando sufre deformaciones elásticas, de modo que al sistema no le conviene ser deformado desde el punto de vista energético.

1.3 Dominios Magnéticos

Microscópicamente, los átomos tienen su propio momento magnético, de modo que las propiedades macroscópicas dependen del ordenamiento de cada uno de estos momentos. En los ferromagnetos en el estado demagnetizado, los momentos magnéticos están alineados en grupos a escala interatómica, estos grupos se denominan *dominios*. No obstante, a escala macroscópica este ordenamiento FM no se observa puesto que los dominios están orientados aleatoriamente entre sí, de modo que promedian cero en todo el volumen. Cuando se aplica un campo magnético externo lo que se hace es simplemente reordenar estos dominios en la dirección del campo aplicado.

Sin embargo, queda la interrogante de por qué existen estos dominios alineados en lugar de momentos atómicos apuntando en direcciones aleatorias. La respuesta fue hallada por Landau y Lifschitz y es sencillamente ventaja energética; como ya se mencionó previamente, las propiedades y el comportamiento del material están regidos por la minimización de la energía libre [13]. Un sólo dominio tiene asociada una gran energía del campo demagnetizante, pero como se puede observar en la figura 1.5a,b, cuando aparecen más dominios la magnetización de cada uno se puede orientar de modo que se minimice la contribución de energía demagnetizante hasta incluso cancelarla para los dominios de clausura (Fig. 1.5c). Entonces, se formarían multidominios en un material, siempre y cuando la reducción en energía magnetostática sea mayor que aquella necesaria para formar las paredes de dominio.

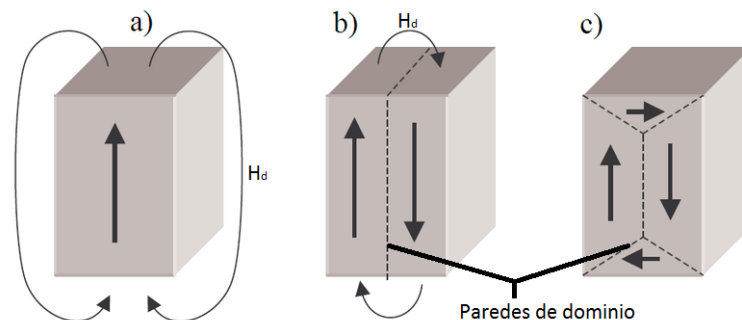


Figure 1.5: Origen de los dominios magnéticos: ventaja energética al minimizar el campo demagnetizante y crear regiones con magnetización apuntando en una dirección determinada.

Las regiones que separan distintos dominios se denominan paredes de dominio. En éstas el comportamiento magnético es distinto al resto del dominio pues los momentos magnéticos se reorientan gradualmente a lo largo de varias capas atómicas, desplazándose generalmente 180° o 90° hasta alinearse con el momento magnético del dominio vecino. Para entender adecuadamente el proceso para magnetizar un material es fundamental analizar el comportamiento de las paredes de dominio, pues la mayoría de cambios magnéticos producidos por campos magnéticos débiles y moderados se dan justamente en los límites entre dominios [13].

Existen dos tipos principales de paredes: las de Bloch y las de Néel. La figura 1.6 clarifica la manera en que se reorientan los momentos magnéticos en estos dos tipos de paredes. En las de Bloch la magnetización rota en un plano paralelo al de la pared, mientras que en las de Néel la magnetización gira en la dirección perpendicular a la pared.

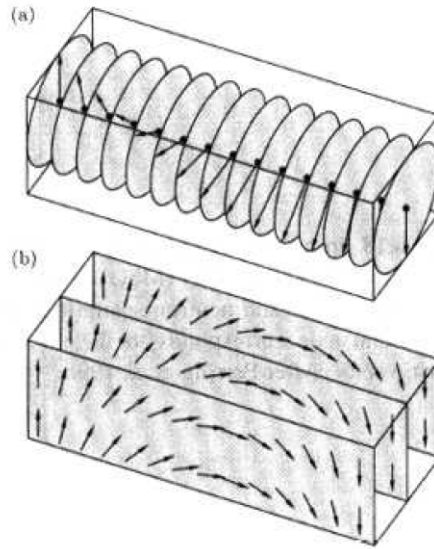


Figure 1.6: Rotación paulatina de una línea de momentos magnéticos en una pared de dominio. (a)Pared de Bloch. (b)Pared de Néel. [12]

Existe un costo energético para girar los momentos magnéticos vecinos por lo que generar una pared de dominio necesita cierta energía. La energía para dos momentos que forman un ángulo θ entre sí es: $E(\theta) = -2J\vec{S}_1 \cdot \vec{S}_2$. Entonces, el cambio de energía necesario para rotar un ángulo θ es $\Delta E = E(\theta) - E(0) = -2JS^2(\cos\theta - 1)$, que para $\theta \ll 1$ se reduce a $\Delta E = JS^2\theta^2$. En el caso de la paredes de Bloch, se rota un ángulo π en N pasos, de modo que la energía necesaria para girar una línea de N espines es $JS^2\left(\frac{\pi}{N}\right)^2 \times N$. Realmente, en la pared de Bloch se tienen planos de espines de modo que es más útil definir la energía por unidad de área necesaria para generar la pared de Bloch [12]:

$$\sigma_{BW} = \frac{E_{BW}}{A} = \frac{JS^2\pi^2}{a\delta}$$

donde A es el área de la pared de Bloch, $\delta = Na$ el ancho de la pared y a el parámetro de red.

El ancho de las paredes de dominio está determinado por la competencia entre energías

de intercambio y anisotropía. Como ya se mencionó, la energía de anisotropía depende de la estructura del material. En particular, para un material con estructura cúbica, y usando solamente los términos de orden más bajo, se puede escribir la energía por unidad de área a lo largo de toda la pared como [13]:

$$e_a = K_1\delta$$

donde K_1 es la constante de anisotropía cúbica o energía de anisotropía por unidad de volumen. De este modo, la contribución total de la pared de dominio a la energía libre es simplemente la suma de las energías de anisotropía y de creación de la pared. Es decir la densidad de energía libre total es:

$$e_{wall} = \frac{JS^2\pi^2}{a\delta} + K_1\delta$$

Se puede determinar matemáticamente el ancho de las paredes de dominio minimizando la energía de las paredes con respecto al ancho de la pared :

$$\frac{de_{wall}}{d\delta} = \frac{-JS^2\pi^2}{\delta^2a} + K_1 = 0$$

$$\Rightarrow \delta = \sqrt{\frac{JS^2\pi^2}{K_1a}}$$

Esta expresión indica que el ancho de la pared aumenta con la energía de intercambio y disminuye con la anisotropía. Esto porque la anisotropía, como ya se mencionó, favorece la alineación de los dominios a lo largo de los ejes cristalográficos fáciles. Además, notando que la constante de intercambio A , se puede escribir como $A = JS^2/a$ [13], se tiene :

$$\delta = \pi\sqrt{\frac{A}{K_1}}$$

1.3.1 Proceso de magnetización: Alineación y rotación de dominios

Como ya se analizó, en el estado demagnetizado un ferromagneto tiene dominios dentro de los cuales los momentos magnéticos están ordenados, pero al promediarlos macroscópicamente la magnetización resulta nula. Este ordenamiento está determinado por las energías de intercambio y anisotropía. Al aplicar un campo magnético sobre dicho ferromagneto demagnetizado, se genera la curva de magnetización inicial.

En primera instancia, los dominios con una alineación que minimiza la energía Zeeman, ($E_H = -\vec{M} \cdot \vec{H}$) crecen, es decir los que tienen direcciones similares al campo aplicado; mientras que se reducen aquellos en direcciones que se oponen al campo. Cuando el campo se incrementa, los dominios comienzan a rotar; aquellos que no están alineados con el campo superan a la anisotropía y rotan desde su dirección inicial hasta apuntar en el eje fácil de la dirección cristalográfica más próxima a la del campo. Finalmente, cuando se alcanzan campos altos, se da un proceso de rotación coherente, en el cual todos los momentos magnéticos (que

apuntaban en el eje cristalino fácil más cercano a la dirección del campo aplicado) giran paulatinamente hasta alinearse con el campo [13], lo que finalmente provoca que la muestra se vea como un monodominio con la magnetización paralela al campo. De este modo la rotación de los dominios se ve determinada por la competencia entre las dos contribuciones, la de Zeeman y la de anisotropía. En la figura 1.7 se muestra un diagrama del proceso de alineación de los dominios magnéticos con un campo aplicado creciente.

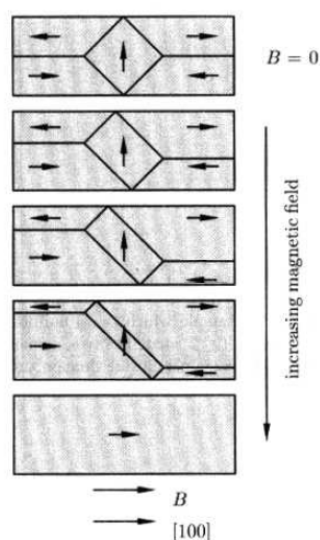


Figure 1.7: Diagrama del proceso de rotación de dominios para un campo magnético aplicado creciente.

Un efecto importante es el de reversión de la magnetización, es decir cuando se hace que un material magnetizado invierta completamente su magnetización. La reversión de la magnetización se da generalmente por efectos térmicos o por la aplicación de un campo magnético cercano al coercitivo. El campo coercitivo es la magnitud del campo magnético que debe aplicarse a un material magnéticamente saturado para reducir su magnetización a cero, generalmente se denota como H_c . De acuerdo a si un material tiene alta o baja coercitividad, se clasifica como magnéticamente duro o blando.

Existen dos procesos dominantes para la reversión de la magnetización: por nucleación de regiones con magnetización invertida y expansión de aquellas regiones por movimiento de paredes o por rotación coherente de los dominios hasta quedar invertidos. A través del análisis de estos dos procesos, un volumen característico puede ser determinado, llamado volumen de activación. Si el primer proceso domina, el volumen de activación puede interpretarse como la región en que se produce una rotación coherente de los momentos magnéticos en la misma forma que en un monodominio. Mientras que si domina el movimiento de paredes de dominio, el volumen de activación se relaciona con el volumen barrido en un salto de la pared entre centros de anclaje. En el caso de películas delgadas, los cambios de magnetización se dan principalmente por movimiento de paredes de dominio. [15].

Es necesario mencionar que la magnetización para un campo magnético aplicado constante tiene dependencia temporal. En principio, se esperaría que la magnetización no varíe si no se varía el campo magnético; sin embargo, se observa que la magnetización sigue variando en el

tiempo. A este fenómeno se lo conoce como viscosidad magnética y tiene que ver con procesos como movimiento de paredes y rotación de dominios. En particular, si repentinamente se quita el campo magnético sobre un material magnetizado, éste vuelve a su estado estable, es decir con magnetización nula; aunque el tiempo de relajación puede ser muy grande. La variación temporal es aproximadamente logarítmica y más pronunciada cerca del campo coercitivo, H_c [16]:

$$M(t) \approx M(0) - S \ln(t/\tau_0) \quad (1.5)$$

donde $M(0)$ es la magnetización inicial, τ_0 el tiempo donde la muestra comienza a relajarse y S es el parámetro de viscosidad medido en emu/cm^3 . Sin embargo, ésta expresión deja de ser válida para tiempos muy cortos o demasiado largos. El parámetro τ_0 depende del sistema y por ende debería ser tomado en cuenta para el ajuste. Según Coey [15], esta dependencia logarítmica proviene de considerar que la magnetización cambia como una suma de decaimientos exponenciales debido a una distribución de barreras de energía.

1.3.2 Efectos de la temperatura, defectos e impurezas sobre los dominios

Por debajo de T_C los momentos magnéticos atómicos precesan alrededor de la dirección del campo magnético aplicado debido a que tienen una cierta energía térmica ($\sim k_B T$); la precesión es mayor a temperaturas altas pues esta energía aumenta. Cuando se llega al cero absoluto, los momentos magnéticos dentro del dominio se alinean perfectamente debido a que no existe energía térmica que los disturbe (excepto por una pequeña contribución cuántica de la energía de punto cero). Cuando todos los dominios han alineado su magnetización espontánea con la dirección del campo aplicado se dice que la muestra ha llegado a la magnetización de saturación. Sin embargo, la magnetización espontánea dentro de un dominio (\vec{M}_s) crece con el campo magnético (porque los momentos magnéticos atómicos dentro del dominio no están perfectamente alineados debido a su energía térmica), lo que provoca que la magnetización continúe creciendo aunque muy lentamente [13]. Esto, debido a que la ventaja energética que proporciona el alinear los momentos con el campo permite vencer la barrera térmica que los mantenía precesando.

Por otro lado, la presencia de defectos cristalográficos o impurezas causa que las paredes de dominio se anclen en estos sitios. Si una pared se ancló, es necesario aplicar un campo magnético externo para desanclarla. Cuando una pared finalmente logra desanclarse, esto provoca un cambio brusco en el volumen de los dominios vecinos. Esto da lugar a incrementos o disminuciones abruptos en la magnetización, un fenómeno llamado efecto Barkhausen, que puede observarse en la figura 1.8.

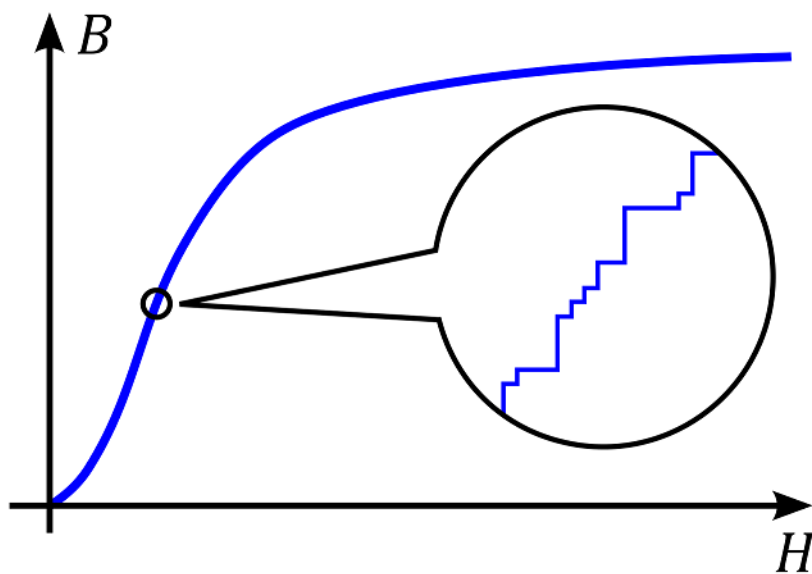


Figure 1.8: Efecto Barkhausen, cuando se produce anclaje de paredes y un posterior desanclaje la magnetización aumenta de manera abrupta.

2 Métodos Experimentales y Muestras

2.1 Métodos Experimentales

Se utilizaron dos técnicas para realizar las mediciones magnéticas en el galfenol: un magnetómetro de muestra vibrante (VSM por sus siglas en inglés) para medir la magnetización de la muestra bajo diferentes rutinas y un Microscopio de Fuerza Magnética (MFM) para tomar imágenes de los dominios magnéticos de las muestras en remanencia. Todas las mediciones se realizaron a $T = 300K$.

Un VSM utiliza inducción electromagnética para medir la magnetización de una muestra en distintas condiciones de temperatura y campos magnéticos aplicados. Durante el presente trabajo se utilizó un VSM Versalab de Quantum Design disponible en el Laboratorio de Física del Estado Sólido de la Universidad San Francisco de Quito (USFQ), que tiene una sensibilidad de $\approx 1 \times 10^{-6}emu$.

El microscopio de fuerza magnética permite observar la estructura magnética de la superficie de un material a través de mediciones de interacciones magnéticas. Las interacciones que se detectan incluyen la interacción dipolar magnética, magnetostática, Van der Waals. El microscopio utilizado en la presente tesis es de la marca comercial Bruker, disponible en el Laboratorio de Resonancias Magnéticas del Centro Atómico Bariloche (CAB), que fue utilizado en virtud de la colaboración con el *Dr.* Julián Milano, investigador del CAB. Este instrumento extrae imágenes de la superficie en dos etapas: en primer lugar, hace una imagen de la topografía y luego usa ésta para realizar un barrido siguiendo la topografía a una distancia en la que las fuerzas de Van der Waals no tengan influencia.

Durante la primera etapa se barre la muestra mediante una punta con recubrimiento ferromagnético que está ubicada al final de un cantilever como muestra la figura 2.1 y tiene alrededor de 50 nm de radio en su parte más delgada. El barrido se hace con la punta oscilando sobre la superficie de la muestra; este modo se denomina "Tapping". La oscilación se consigue gracias a un material piezoeléctrico sometido a una señal sinusoidal. Es fundamental puntualizar que la oscilación se hace a la frecuencia de resonancia del cantilever o, si esto no es posible, por lo menos a una frecuencia muy cercana a ella.

Para detectar las oscilaciones del cantilever sobre la superficie se usan un láser de 632 nm de longitud de onda y un fotodetector como indica la figura 2.1. El láser se hace incidir sobre la punta magnética y se refleja hacia el detector en donde se recibe la señal oscilatoria alterada por la topografía de la muestra. Las interacciones de Van der Waals entre la superficie y la punta hace que cambien la amplitud de oscilación o su fase. A través de estos cambios, es posible extrapolar la topografía de la muestra con una resolución nanométrica.

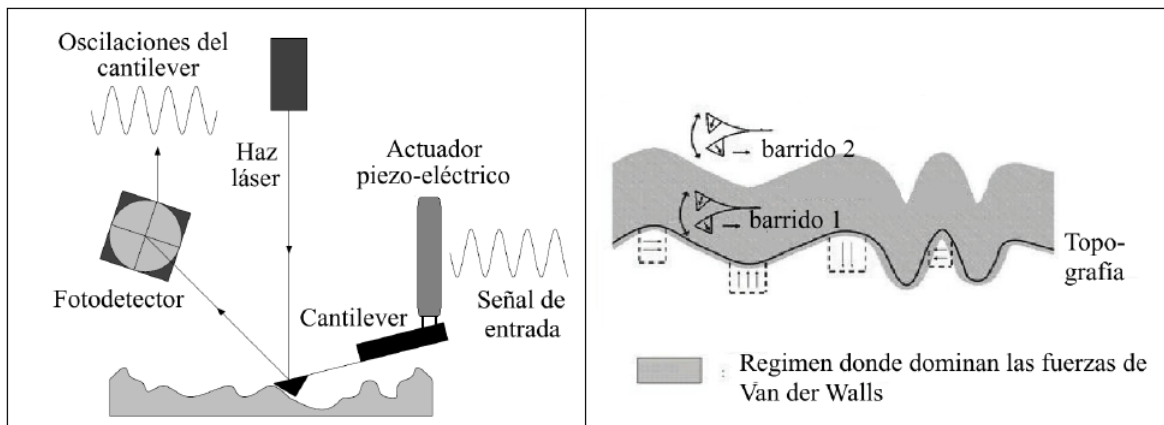


Figure 2.1: Funcionamiento del MFM. a) Diagrama del funcionamiento del MFM. Se manda una señal con un láser que es deflectado en el cantilever con distinta fase o amplitud, la señal modificada se recibe en un fotodetector. b) Barrido doble para extraer topografía y luego barrer la muestra a una distancia en que se eviten las interacciones de Van der Waals. [17]

A continuación, para extraer la información magnética se hace un segundo barrido, pero alejándose de la muestra y usando la topografía ya obtenida como camino, como se puede apreciar en la figura 2.1b. De este modo se reduce la posibilidad de obtener contribuciones debidas a la forma de la superficie o defectos en la misma porque entonces, la punta es sensible solamente al gradiente del campo magnético fuera del plano que es generado por la muestra. Esto quiere decir que la imagen magnética solo dará contraste cuando el campo magnético cambie, por ejemplo en las paredes de dominio, o entre dominios vecinos con magnetizaciones antiparalelas y perpendiculares al plano de la muestra. La distancia a la que se aleja la punta para el segundo barrido es típicamente entre 10 y 100 nm y se denomina distancia de *lift* y permite alejarse de la zona en que dominan las fuerzas de Van der Waals.

2.2 Muestras

En el presente trabajo se usaron cuatro muestras de galfenol elaboradas por el grupo de investigación de M. Marangolo del Instituto de Nanociencias de París y obtenidas en colaboración con el Centro Atómico Bariloche. Las muestras fueron elaboradas con un método de crecimiento Epitaxial con Haces Moleculares (MBE por sus siglas en inglés). Este método consiste en evaporar lentamente los compuestos deseados en una cámara vacío. De este modo, se consigue un crecimiento monocristalino casi sin defectos cristalográficos ni impurezas [17]. Para el crecimiento se usa un sustrato de GaAs, luego una base de aproximadamente 2 nm de $ZnSe$ y sobre ella se depositan el Fe y el Ga; finalmente se deposita una capa de Au de alrededor de 4 nm para proteger la muestra. Las muestras tienen concentraciones de Ga de $x = 0$, $x = 0.18$, $x = 0.20$ y $x = 0.29$ todas con espesores entre 55 nm y 72 nm .

En la tabla 1 se encuentran resumidas las propiedades conocidas y medidas con anterioridad al presente trabajo. Adicionalmente se muestra el volumen, determinado usando el software Toupview y las mediciones de espesor. La figura 2.2 contiene las mediciones de área obtenidas con el software.

Table 1: Propiedades medidas con anterioridad de las muestras de $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$ usadas.

Nombre	x	Espesor [nm]	M_{sat} [$\frac{\text{emu}}{\text{cm}^3}$]	Volumen [cm^3]
32m032	0	67 ± 3	1700 ± 100	1.03×10^{-7}
32m030	0.18 ± 0.005	55 ± 2	1400 ± 100	9.46×10^{-8}
32m023	0.20 ± 0.005	72 ± 2	1400 ± 100	8.67×10^{-8}
32m040	0.29 ± 0.005	67 ± 3	900 ± 100	1.62×10^{-7}

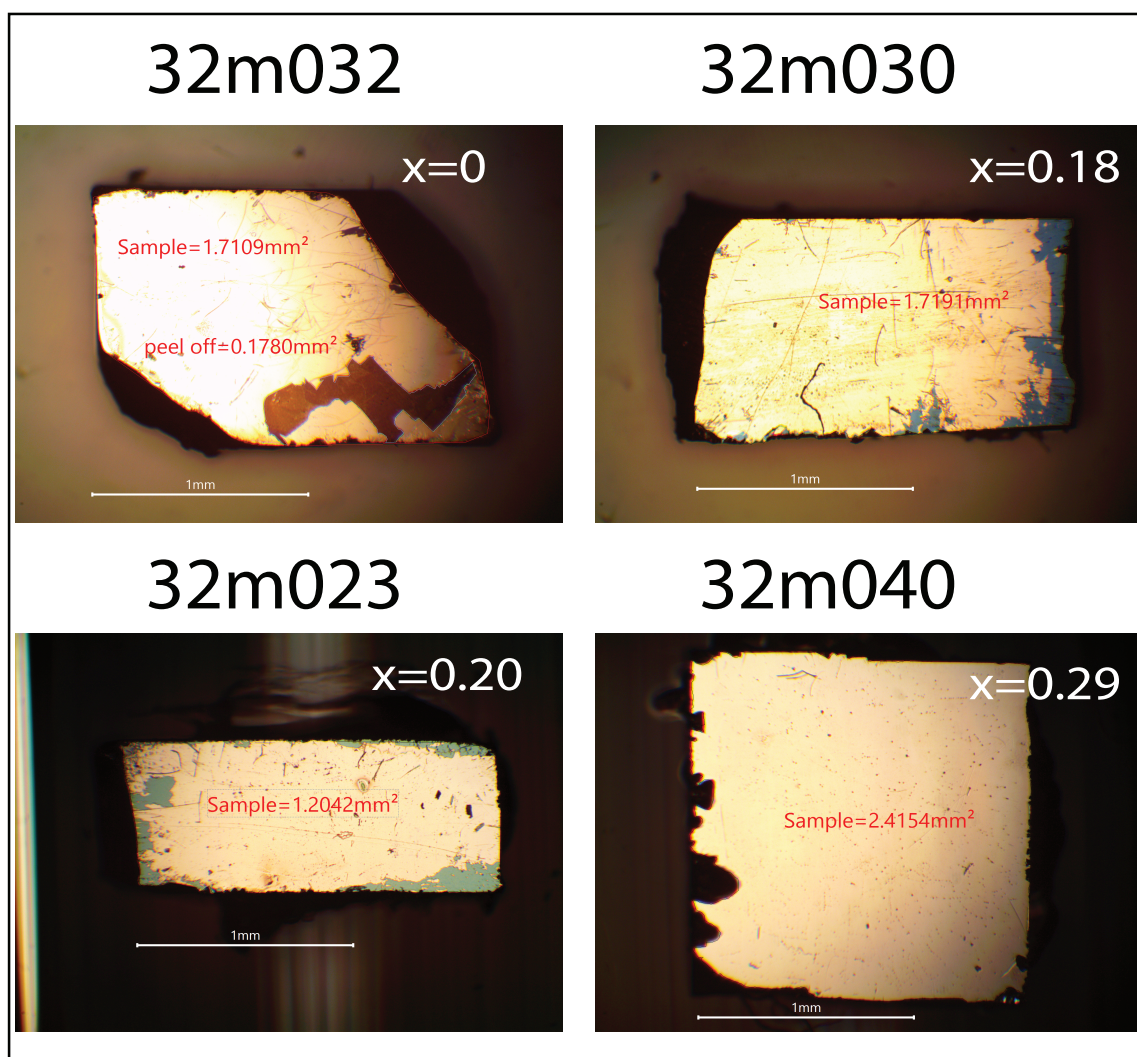


Figure 2.2: Mediciones de área de las muestras, utilizando el software ToupView.

3 Resultados

3.1 Curvas de Magnetización vs. Campo Magnético Aplicado

En primer lugar se tomaron las curvas de histéresis de cada una de las muestras para determinar propiedades magnéticas como campo coercitivo (H_c), magnetización de saturación (M_{sat}), campo de saturación (H_{sat}) y magnetización remanente (M_{rem}). La magnetización de saturación es la magnetización de la muestra cuando todos los dominios están alineados debido a la presencia de un campo magnético externo, es decir es la máxima magnetización que puede alcanzar la muestra. El campo de saturación es el mínimo campo magnético en el cual la muestra alcanza la magnetización de saturación. La magnetización remanente es la magnetización que queda luego de haber retirado el campo magnético externo. Como ya se mencionó previamente, el campo coercitivo es el campo que se necesita para llevar a cero la magnetización de la muestra. Mediante estas cantidades es posible analizar la correlación entre el dopaje y los cambios de propiedades magnéticas. Además, el valor de estas propiedades permite analizar la reversión de la magnetización y los volúmenes de activación, puesto que la primera está vinculada con el campo coercitivo y el volumen de activación está relacionado con la magnetización remanente.

Usando el VSM se tomaron medidas de la magnetización con campo aplicado a temperatura ambiente. Las mediciones se realizaron partiendo desde un campo $H = 0$ Oe hasta $|H| = 30000$ Oe, promediando durante 7 s la medición en cada punto. Para todas estas mediciones el campo aplicado está en el plano de la muestra (*in-plane*).

Las curvas de magnetización versus campo magnético aplicado para cada una de las muestras se encuentran graficadas en las figuras 3.1 y 3.2. La figura 3.1 muestra la región de campos bajos; mientras que la figura 3.2 muestra las curvas para campos medios y altos.

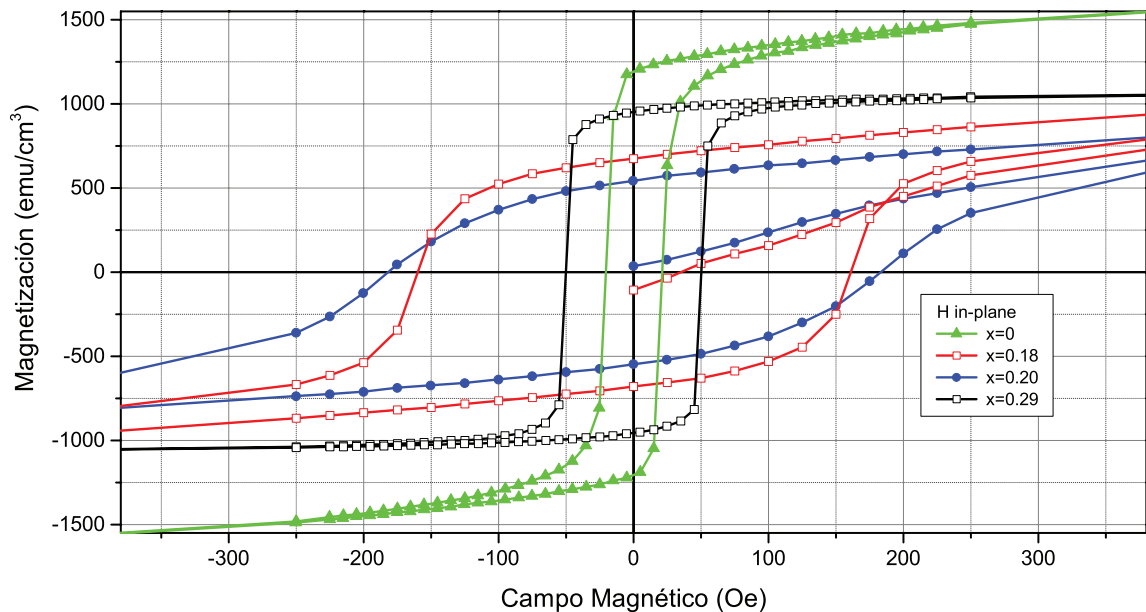


Figure 3.1: Curvas $M - H$ para las muestras de $Fe_{1-x}Ga_x$ medidas mediante un VSM, promediando cada punto durante 7 s.

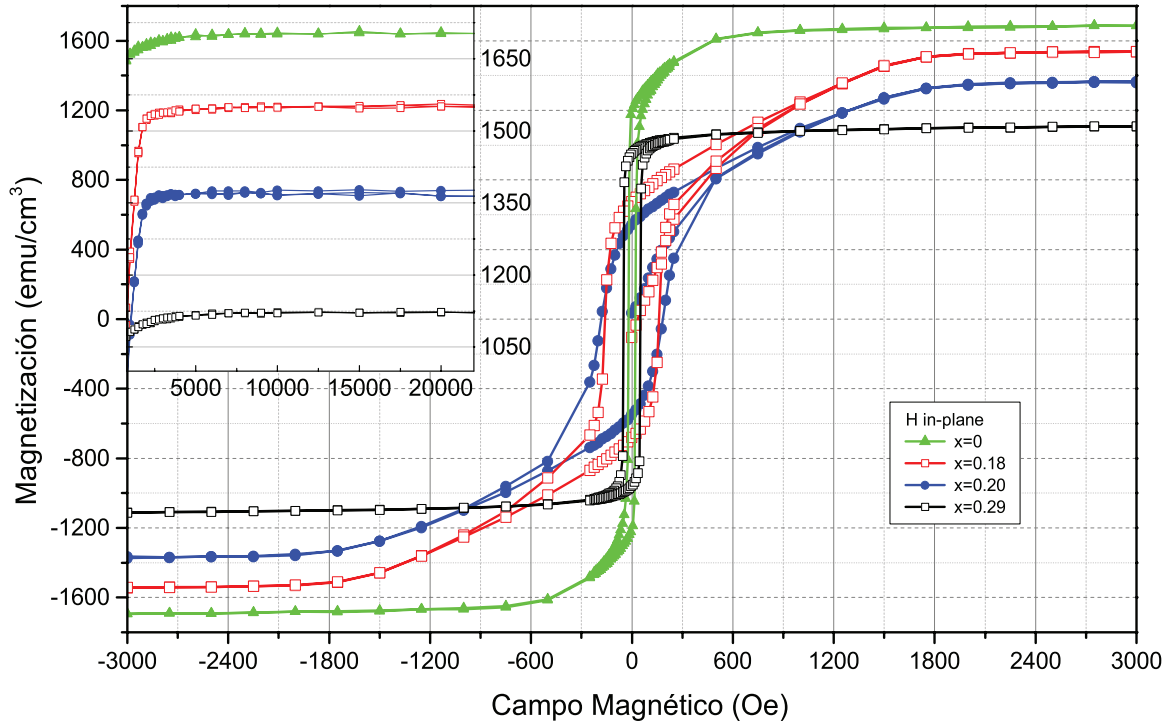


Figure 3.2: Curvas $M - H$ para las muestras de $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$ medidas mediante un VSM, promediando durante 7 s.

En la tabla 2 y en la figura 3.3 se resumen las principales propiedades extraídas de las curvas $M - H$. En primer lugar, es importante señalar que la magnetización de saturación obtenida para el Fe puro no coincide con el valor de referencia medido después de que se creció la película delgada. El valor obtenido en esta medición es de 1122 emu/cm^3 , mientras que el de referencia es de 1700 emu/cm^3 ; el segundo valor es consistente con los cálculos para Fe puro. Esta inconsistencia se debe al estado actual de la muestra, las imágenes de MFM revelan muchos defectos y las de microscopía óptica muestran zonas con la capa de oro pelada y sin brillo metálico, lo que permite que oxígeno entre y se produzca oxidación dentro de la muestra. Se renormalizaron las curvas para que coincidan con el valor de referencia debido a que el óxido formado no presenta propiedades ferromagnéticas a temperatura ambiente y por ende lo único que produce la oxidación es un cambio en el volumen efectivo de la muestra. Cabe recalcar que un cambio de volumen efectivo, no afecta los valores de H_C y H_{sat} .

Table 2: Propiedades magnéticas medidas para las distintas muestras de galfenol a partir de las curvas $M - H$. (*) Para $x = 0$ se tomó el valor de referenciade las mediciones posteriores a la fabricación de la muestra por las razones expuestas en el texto.

Nombre	x	H_c [Oe]	H_{sat} [Oe]	M_{sat} $\frac{\text{emu}}{\text{cm}^3}$	M_{rem} $\frac{\text{emu}}{\text{cm}^3}$
32m032	0	21	1000	1700*	789.6
32m030	0.18	160	2250	1550	674.6
32m023	0.20	182	2500	1370	542.4
32m040	0.29	50	1000	1120	951.3

Se puede observar que H_C y H_{sat} se comportan de la misma forma, como se espera, y ambos

tienen un máximo para $x = 0.20$. Este máximo es contrario a lo que se esperaría porque una mayor magnetización de saturación implica menor campo coercitivo y de saturación debido a que la energía Zeeman se vuelve muy grande y los dominios tienden a orientarse con el campo para minimizarla. Por lo tanto, se esperaría que tanto H_C como H_{sat} sean monótonamente crecientes con x .

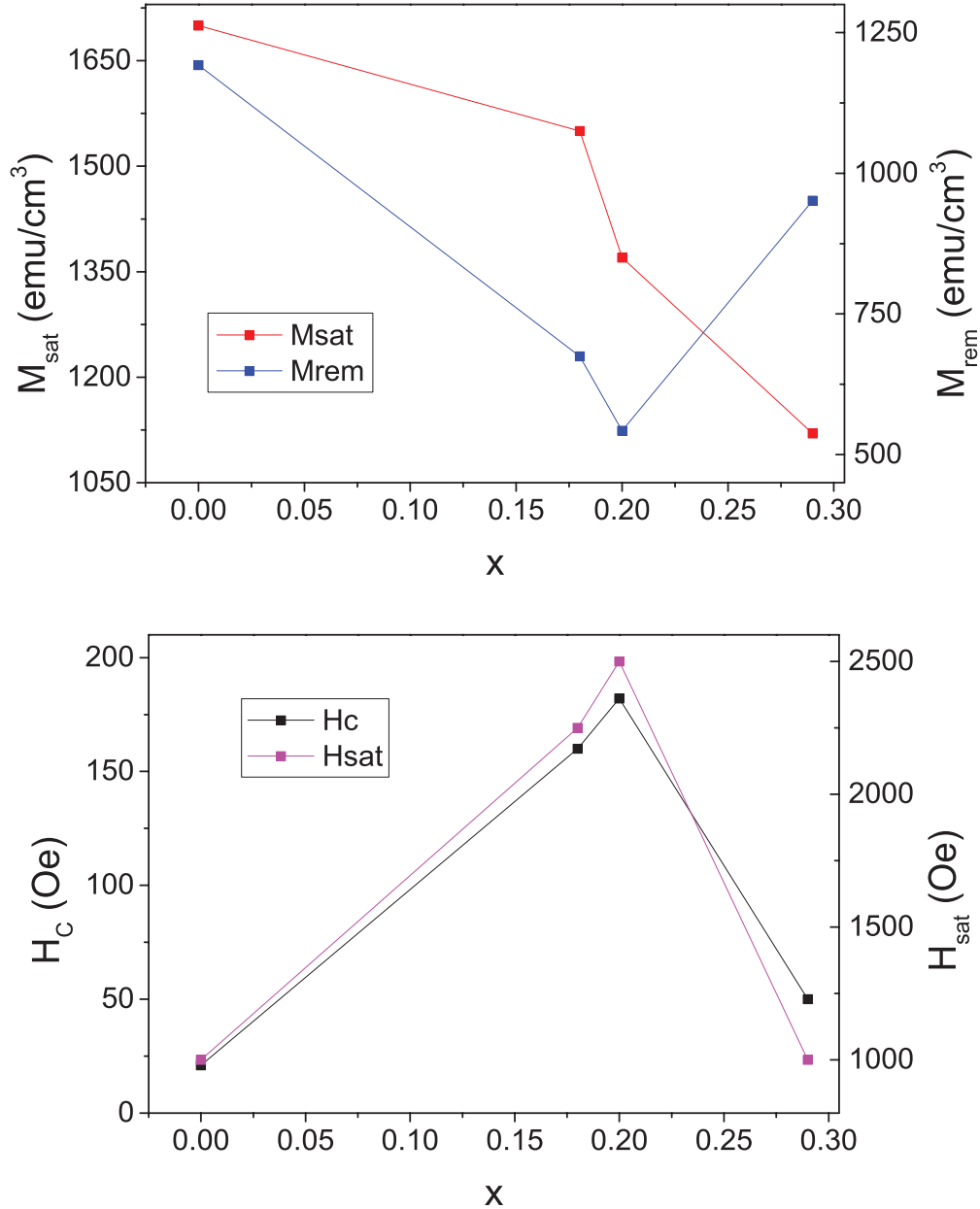


Figure 3.3: Gráfica de las propiedades magnéticas extraídas a partir de las curvas $M - H$.

El comportamiento anómalo de H_C y H_{sat} con respecto a M_{sat} indica que existe un término energético más importante que el de Zeeman o el de anclaje de paredes, lo que implica la existencia de un término adicional de anisotropía. De hecho, la magnetización remanente apoya esta conclusión. M_{rem} en función de x tiene un mínimo en $x = 0.20$. El hecho que quede poca magnetización al retirar H significa que los espines, en lugar de quedarse en la dirección del campo, rápidamente rotan a otra dirección más conveniente lo que justamente

revela la presencia de un término extra de anisotropía.

Otra observación interesante es que para las muestras con dopajes $x = 0.18$ y 0.20 se observó una región lineal en las curvas $M - H$ que llega incluso a la remanencia, como se muestra en la figura 3.4. Esto contrasta con los resultados para $x = 0$ y 0.29 , que muestran el ciclo de histéresis convencional (figura 3.5).

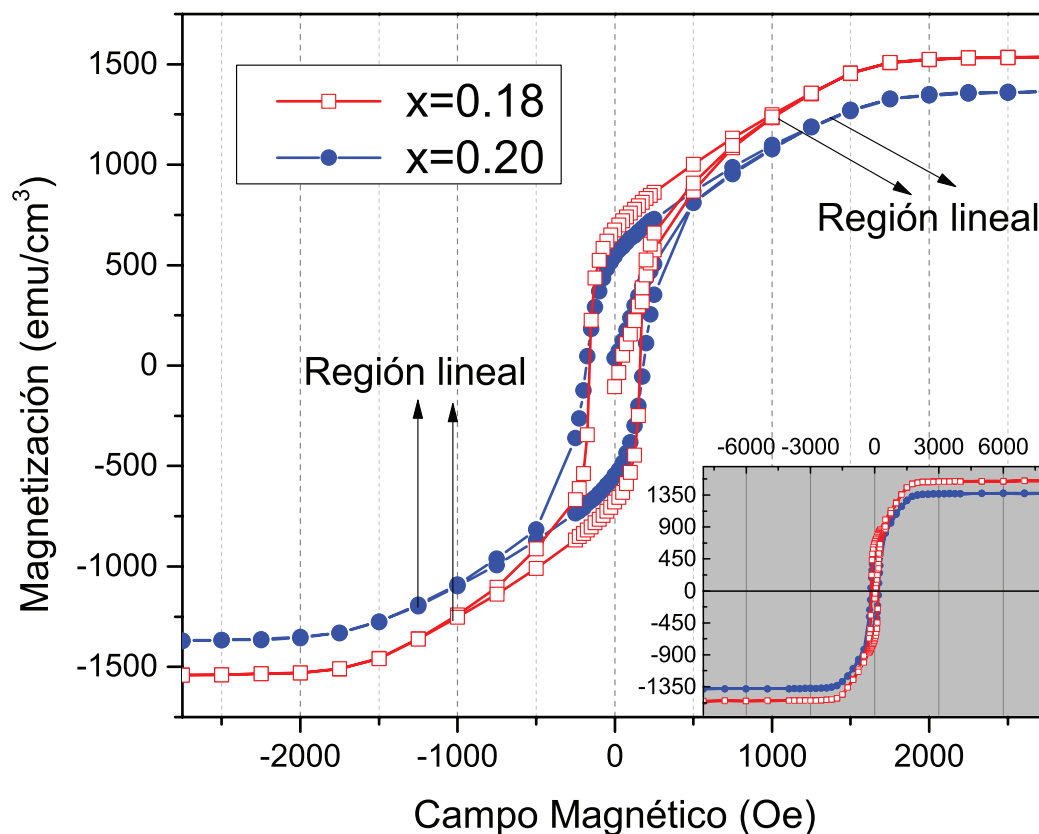


Figure 3.4: Curvas $M - H$ para las muestras de $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$ que exhiben un comportamiento lineal para $x = 0.18$ y $x = 0.20$.

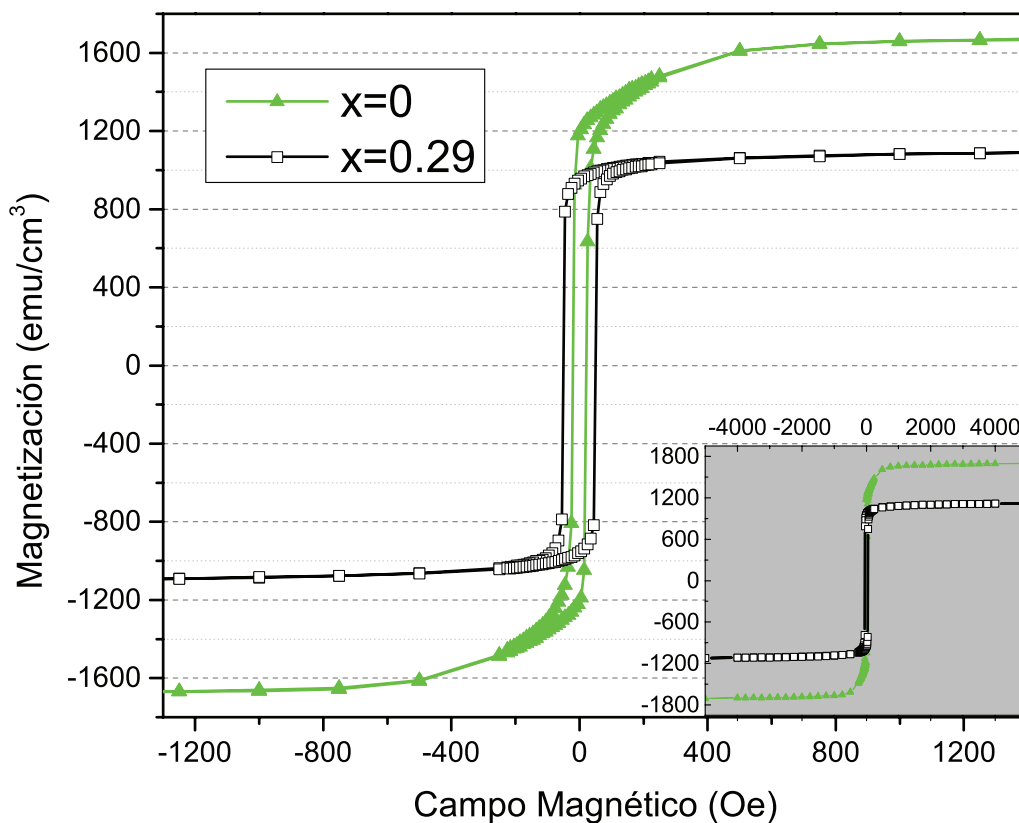


Figure 3.5: Curvas $M-H$ para las muestras de $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$ que exhiben una curva convencional de histéresis para $x = 0$ y $x = 0.29$.

Es interesante notar que precisamente las dos muestras con mayores H_C y H_{sat} y con los menores valores de M_{rem} presentan la región lineal en M vs. H . En investigaciones pasadas [19, 20] se ha asociado la región lineal a la aparición de dominios en forma de tiras en muestras de espesor nanométrico. Además, considerando los cambios estructurales y en la magnetostricción (que tiene máximos para $x = 19$ y $x = 0.27$ y un mínimo en $x = 0.23$) es conveniente realizar un análisis de la estructura de dominios en las muestras. Por estas razones y para recoger información acerca de la estructura de dominios de las muestras, se decidió realizar un estudio de microscopía de fuerza magnética. De este modo se puede establecer una correlación entre la estructura de dominios y los cambios en las propiedades magnéticas que se dan en el galfenol en función de la concentración de Ga.

3.2 Microscopía de Fuerza Magnética (MFM)

Como ya se dijo, la región lineal en las curvas $M - H$ llega incluso hasta la remanencia ($H = 0$), por lo que es posible observar la estructura de dominios en este estado. Así se puede inferir la causa de dicha región lineal.

Usando el MFM se tomó la textura magnética de todas las muestras en remanencia ($H = 0$), después de haberlas saturado. El campo magnético utilizado para la saturación fue de entre 15000 Oe y 20000 Oe y se aplicó en distintas direcciones para analizar si existen variaciones (*in-plane* y *out-of-plane*). Se tomaron dos tamaños distintos para el escaneo: $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ y $10 \times 10 \mu\text{m}^2$, todos con un lift de 15 nm pero con distintas frecuencias de vibración: 1 Hz y 0.3 Hz respectivamente.

Primeramente, se utilizó un campo de saturación *in-plane*. En las figuras 3.6 a 3.9 se muestran los resultados para las muestras con $x=0.20$ y $x = 0.18$ que poseen la región lineal. En tanto que las figuras 3.10 y 3.11 corresponden a las muestras de $x = 0$ y $x = 0.29$ en las que se observó el ciclo convencional de histéresis. Como se puede observar, en las muestras con $x = 0.18$ y $x = 0.20$ se forman dominios alargados, tipo tiras (*stripes*), paralelos al campo magnético aplicado. Además, junto a cada imagen se muestra su transformada de Fourier que indica la simetría y periodicidad existente en la estructura de dominios de la muestra. Adicionalmente, se puede observar que las imágenes de $10 \times 10 \mu\text{m}$ y sus transformadas de Fourier tienen mejor resolución; esto se debe a que existen muchos más dominios sobre los cuales promediar.

Se observó que para las imágenes con dominios en forma de tiras existe muy poca variación entre las imágenes de las muestras saturadas en distintas direcciones; mientras que, para las otras muestras no es posible establecer si existe o no variación pues no se observa una estructura que permita distinguir si existen diferencias. Por este motivo solo se incluyeron las imágenes de la muestra saturada en todas las direcciones para la muestra con $x = 0.20$; para las otras muestras se escogió la imagen con mejor resolución.

Para la muestra con $x = 0.20$, la figura 3.6 corresponde a un campo magnético de saturación aplicado en la dirección $\langle 100 \rangle$, mientras que la figura 3.7 corresponde al campo en $\langle 110 \rangle$ y la figura 3.8 al campo en $\langle 1\bar{1}0 \rangle$.

Los picos en la transformada de Fourier, es decir las regiones en color amarillo en las gráficas de la parte derecha de las figuras 3.6 a 3.11 indican la periodicidad de los dominios en forma de tiras, $\lambda_s = 2\pi/|k_x|$. En las figuras 3.10 y 3.11 el pico en la transformada de Fourier se observa únicamente en el punto $(0, 0)$, lo que indica que no existe ninguna periodicidad en dichas muestras. En cambio, en las figuras 3.6 a 3.9 hay picos que están solo en la dirección x (pues $k_y = 0$) lo que indica que la periodicidad está justamente en la dirección x (perpendicular a H). Para la muestra con $x = 0.20$, $|k_x| \approx 40 \mu\text{m}^{-1}$ lo que indica que $\lambda_s \approx \pi/20\mu\text{m} \approx 0.157 \mu\text{m}$. Para la muestra con $x = 0.18$, $|k_x| \approx 50 \mu\text{m}^{-1}$ lo que indica que $\lambda_s \approx \pi/25\mu\text{m} \approx 0.126 \mu\text{m}$. En términos más coloquiales esto quiere decir que para la muestra con $x = 0.20$ se espera encontrar alrededor de 3 tiras del mismo color cada $0.5 \mu\text{m}$ y para la muestra con $x = 0.18$ se espera encontrar alrededor de 4 cada $0.5 \mu\text{m}$. Justamente, es lo que se puede observar en las gráficas izquierdas de las figuras 3.6 a 3.8 y 3.9 respectivamente.

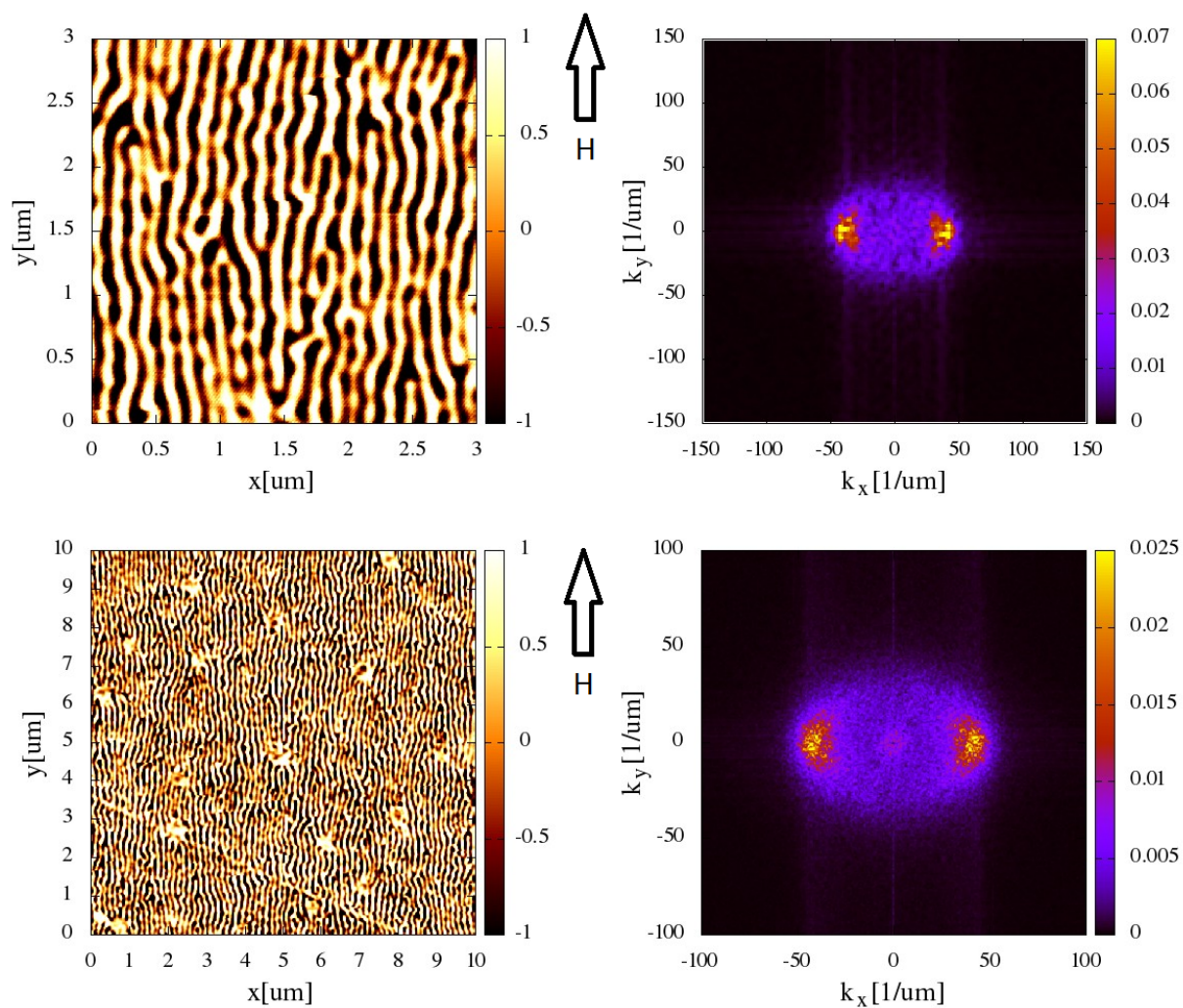


Figure 3.6: Imágenes de dominios magnéticos de la muestra con dopaje $x = 0.20$, saturada previamente en $\langle 100 \rangle$

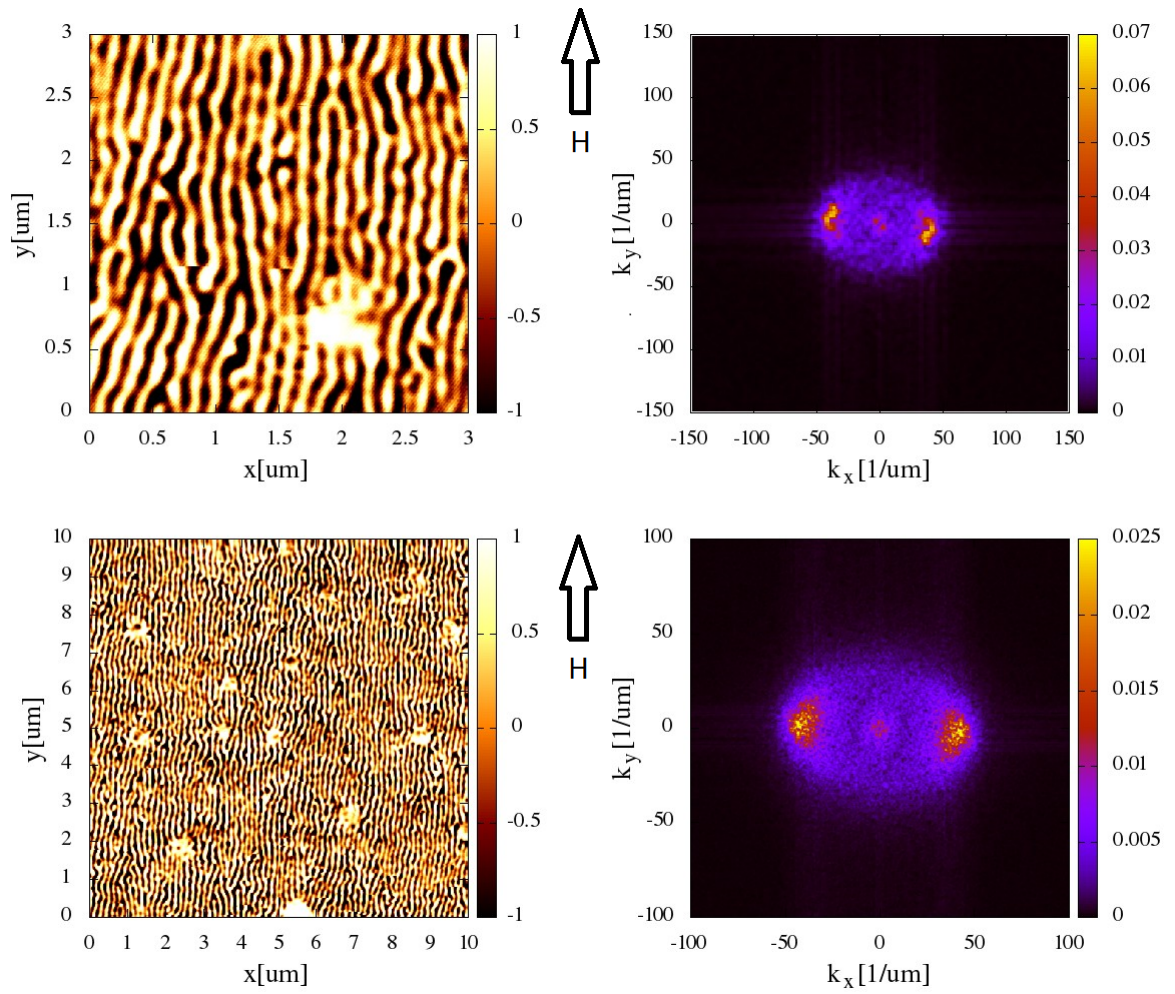


Figure 3.7: Imágenes de dominios magnéticos de la muestra con $x = 0.20$, saturada previamente en $\langle 110 \rangle$.

La técnica de *MF*M solo es sensible a componentes de magnetización perpendiculares al plano de la muestra (dirección z). Entonces, los colores en los gráficos de la izquierda de las imágenes de MF*M* muestran el contraste entre la componente perpendicular al plano. Para dominios vecinos, la magnetización perpendicular al plano apunta en direcciones antiparalelas; mientras que la magnetización en el plano sigue la dirección del campo magnético aplicado. Esto quiere decir que si los dominios en forma de tiras de color blanco apuntan hacia z , entonces los negros apuntan en la dirección $-z$, o viceversa. Por el contrario, las paredes de dominio casi no producen contraste al verse con el MF*M* porque en ellas se produce un giro paulatino de la magnetización.

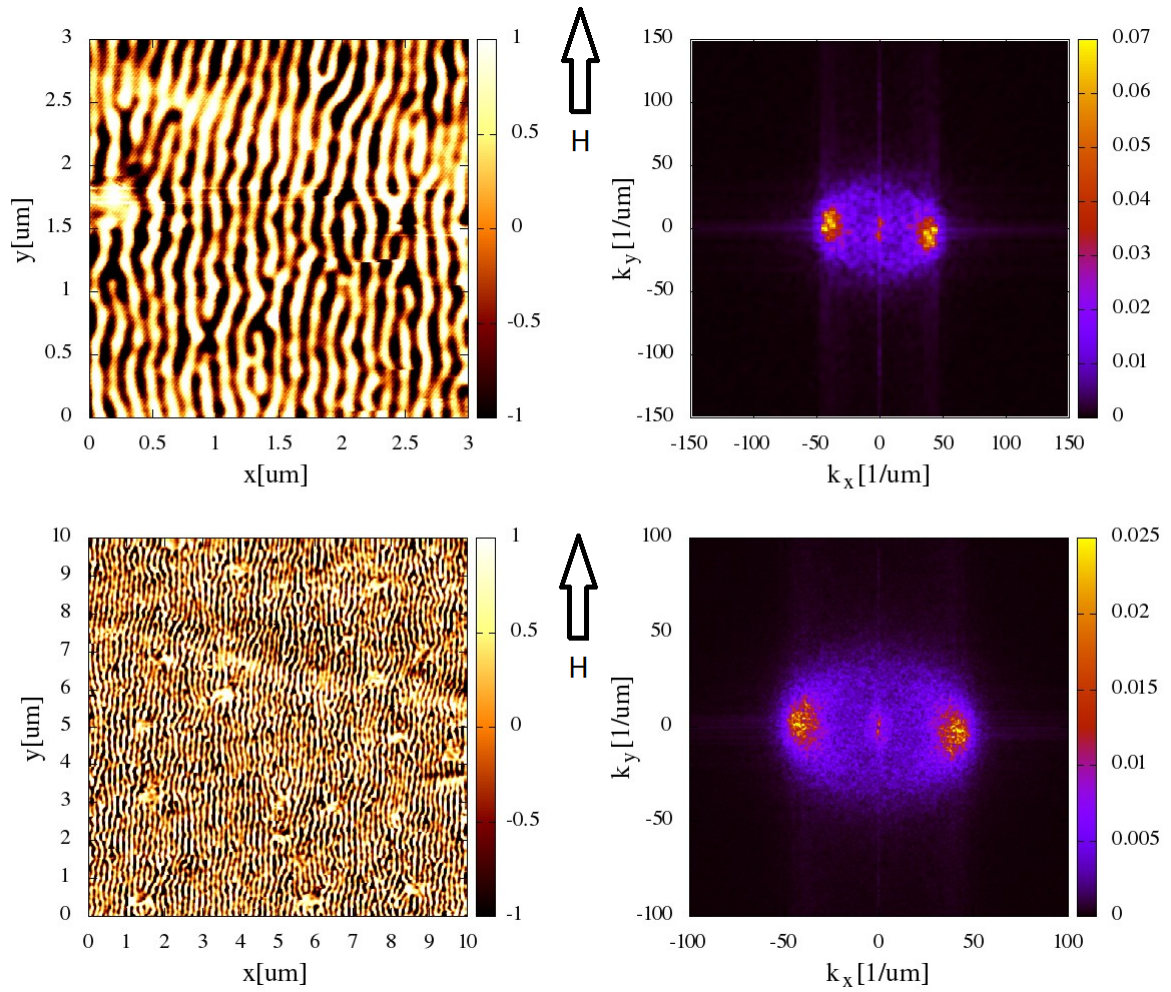


Figure 3.8: Imágenes de dominios magnéticos de la muestra con $x = 0.20$, saturada previamente en $\langle 1\bar{1}0 \rangle$.

La figura 3.9 corresponde a la muestra con $x = 0.18$ saturada en la dirección $\langle 100 \rangle$, la figura 3.10 a aquella con concentración $x = 0.29$ saturada en la dirección $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ y la figura 3.11 a la de $x = 0$ saturada en la dirección $\langle 1\bar{1}0 \rangle$. Como se mencionó anteriormente, la presencia de una región lineal en las curvas $M - H$ puede asociarse a la formación de dominios en forma de tiras. Por lo tanto, la no existencia de la región lineal indica que no se deberían observar dominios en forma de tiras; como se puede ver en las imágenes correspondientes a las muestras con $x = 0$ y $x = 0.29$ este es justamente el caso.

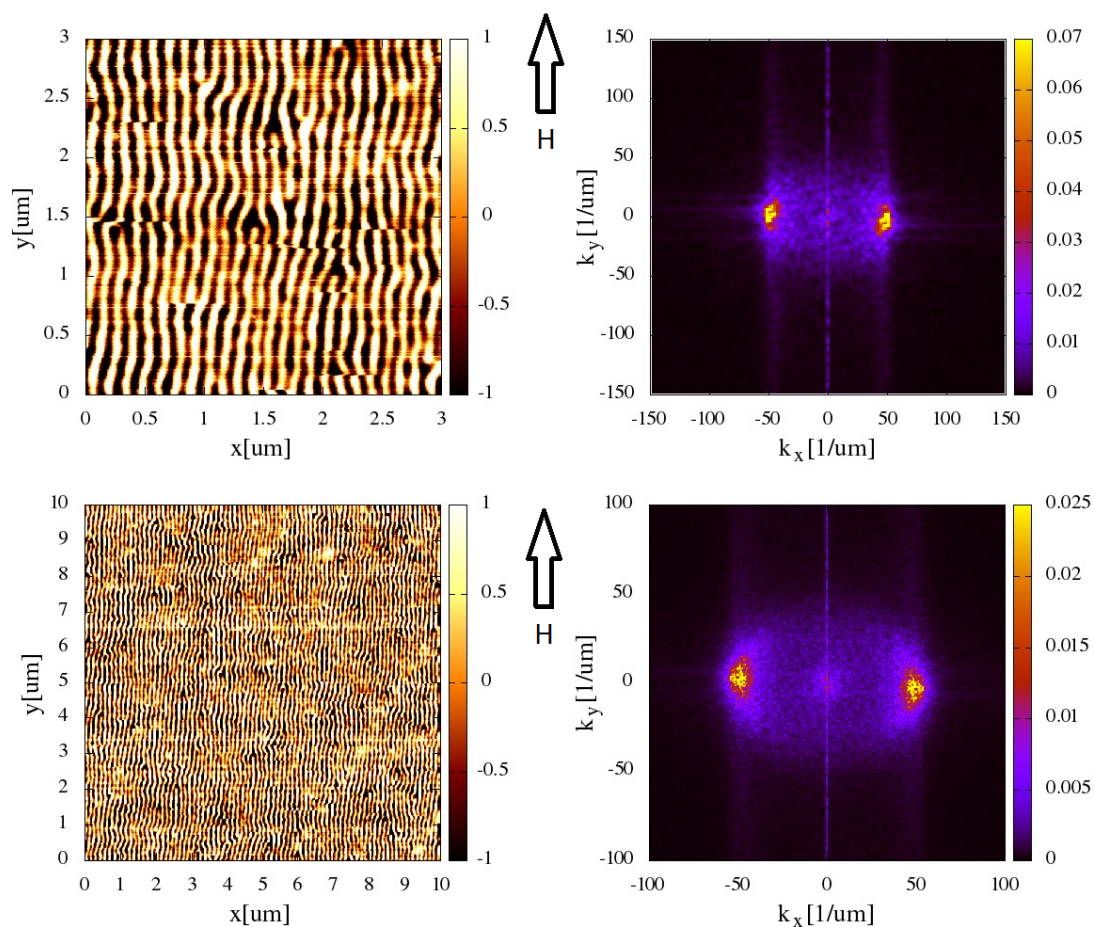


Figure 3.9: Imágenes de dominios magnéticos de la muestra con $x = 0.18$, saturada previamente en $\langle 100 \rangle$.

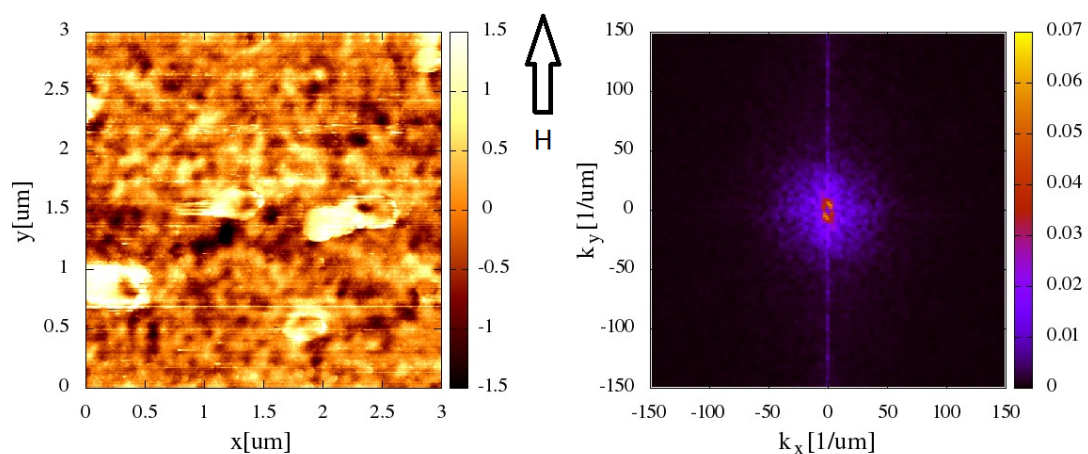


Figure 3.10: Imágenes de dominios magnéticos de la muestra con $x = 0.29$, saturada previamente en $\langle 1\bar{1}0 \rangle$.

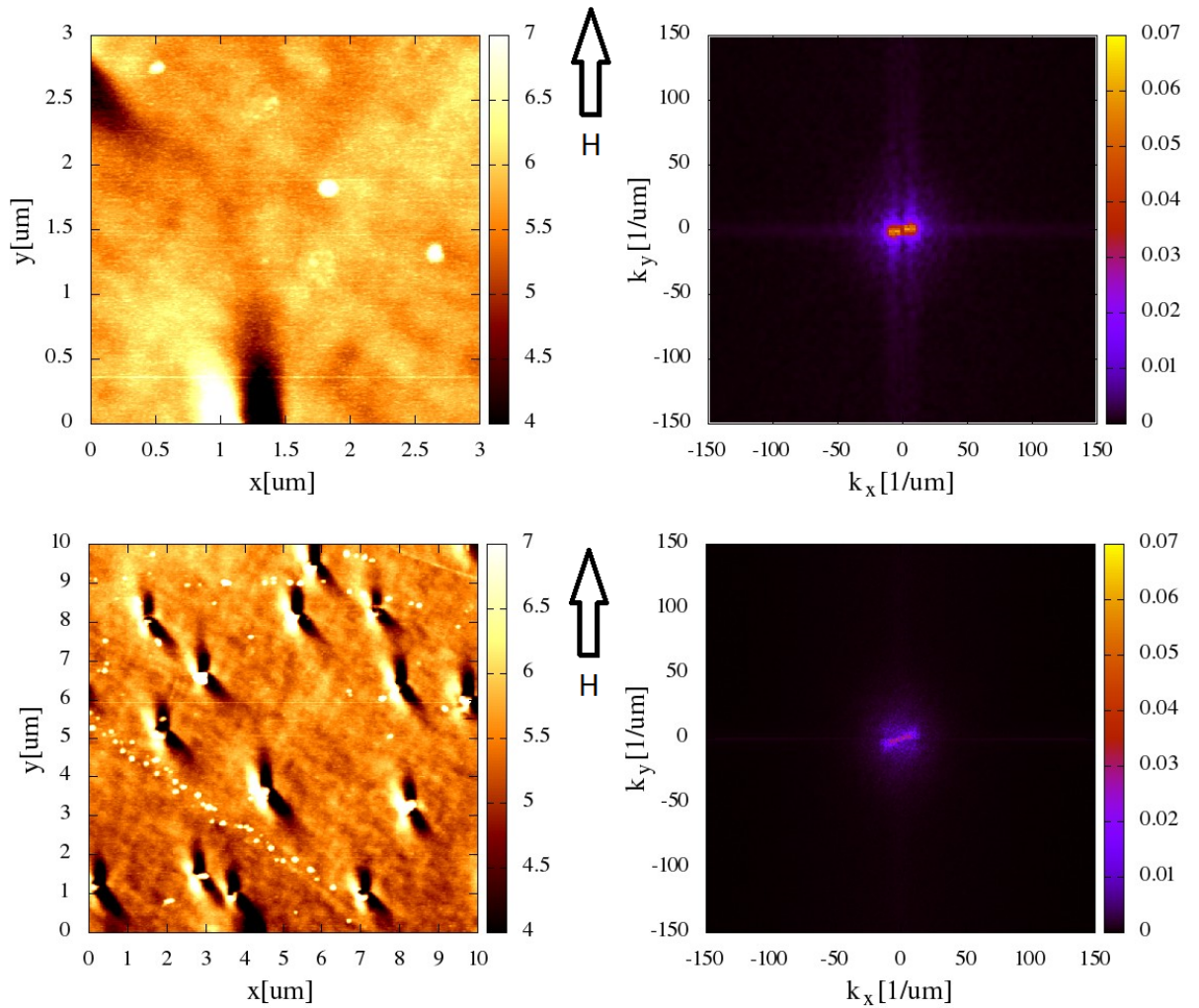


Figure 3.11: Imágenes de dominios magnéticos de la muestra con $x = 0$, saturada previamente en $\langle 1\bar{1}0 \rangle$.

Ahora, vale la pena recordar lo que se discutió en el capítulo 1: en los materiales ferromagnéticos la magnetización se divide en dominios, dentro de los cuales los momentos magnéticos apuntan en la misma dirección. En particular, si el material está en forma de películas delgadas, la magnetización dentro de un dominio tiende a ubicarse paralela al plano debido al campo demagnetizante (así se minimiza su aporte a la energía libre). A pesar de esto y de que el campo se aplicó *in-plane*, el patrón de dominios observado corresponde a la existencia de una componente alternada de magnetización fuera del plano. Esto indica que existe “algo” que saca la magnetización del plano de la muestra y ese “algo” corresponde justamente a una anisotropía *out-of-plane*. En FePt [19] y permalloy [21] se ha observado esta componente de anisotropía y, como ya se dijo, ha sido asociada a la estructura de dominios en forma de tiras y a la región lineal en las curvas $M - H$. Esta anisotropía fuera del plano se debe a efectos interfaciales, magnetocristalinos o magnetoelásticos y trata de orientar la magnetización hacia afuera del plano por lo que compite con el campo demagnetizante. Cuando las películas delgadas tienen propiedades adecuadas (principalmente de composición y ancho), la compe-

tencia entre estos dos factores energéticos hace que, entre dominios vecinos, una componente de magnetización apunte alternadamente en las dos direcciones perpendiculares al plano y se observen los dominios en forma de tiras o *stripes*. La figura 3.12 muestra un diagrama de cómo varía la componente de magnetización fuera del plano; mientras que la componente en el plano apunta siempre en la dirección del campo magnético aplicado.

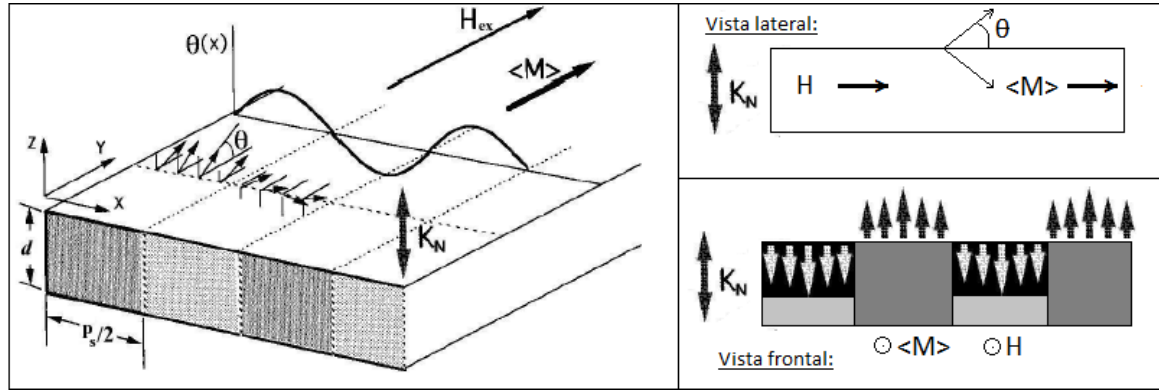


Figure 3.12: Esquema que indica la variación de la componente de la magnetización fuera del plano entre dominios vecinos. K_N es la constante de anisotropía fuera del plan, M la magnetización y H el campo magnético aplicado.

En 1961, Muller y Brown presentaron un modelo que explicaba la nucleación de dominios en forma de tiras [22, 23]. En este modelo se resuelven las ecuaciones micromagnéticas despreciando los efectos de deformación y considerando un término de anisotropía de la forma $F_{an} = K_n(1 - m_z)$, donde K_n es la constante de anisotropía *out-of-plane* y m_z es la componente de la magnetización en la dirección perpendicular al plano (eje z). Este término hace que se minimice la energía cuando la magnetización apunta en el eje z . Este modelo presupone la existencia de una anisotropía out of plane (K_n) y sus soluciones son precisamente oscilatorias, de modo que reproducen la forma de la estructura de dominios en forma de tiras. Es interesante notar que de acuerdo a las mediciones de las curvas $M - H$ presentadas en la sección anterior, se concluyó la existencia de un término adicional de anisotropía para las muestras con $x = 0.18$ y 0.20 y por ende K_n debe ser ese término extra.

También se decidió analizar la estructura de dominios cuando el campo magnético para saturar se aplica perpendicularmente al plano de la película delgada. El campo usado para saturar las muestras en este caso fue de ≈ 20000 Oe . Las figuras 3.13 y 3.14 muestran los dominios de las muestras con $x = 0.20$ y $x = 0.18$, que presentan forma de burbujas; mientras que las figuras 3.15 y 3.16 muestran las imágenes de las muestras de 0 y 0.29 en que no se observan burbujas.

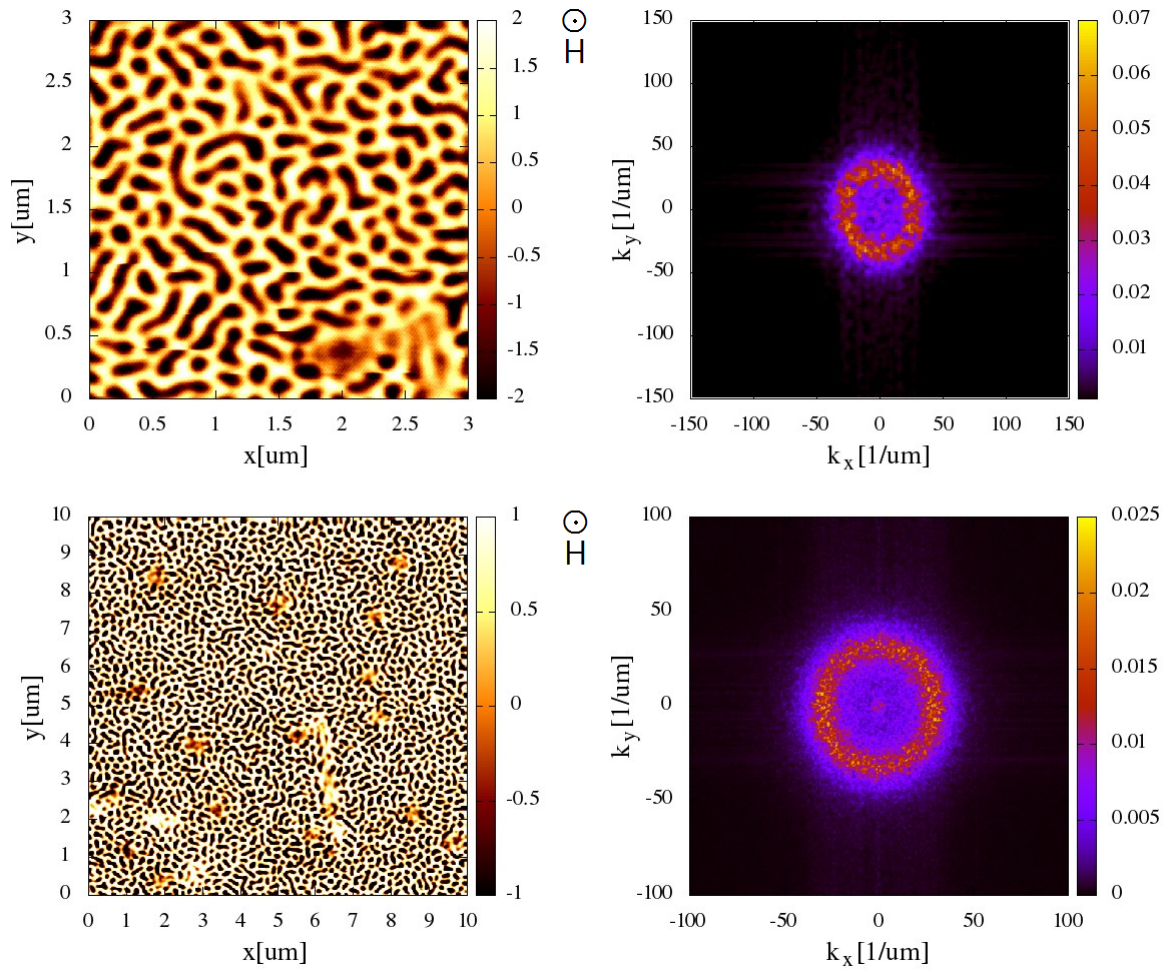


Figure 3.13: Imágenes de dominios magnéticos de la muestra con $x = 0.20$, saturada previamente en $\langle 001 \rangle$.

Cuando se aplica un campo magnético de saturación en la dirección perpendicular al plano, aparece una estructura en forma de burbujas porque la magnetización ya no tiene una dirección preferencial en el plano (antes dictada por la dirección del campo magnético aplicado), de modo que la componente de anisotropía afuera del plano tiene mayor influencia. Entonces, en este caso la magnetización solo tiene componentes en la dirección perpendicular al plano (z) de la película delgada. Esta componente apunta alternadamente en la dirección z y $-z$ entre dominios vecinos, dando lugar a la formación de los dominios en forma de burbujas.

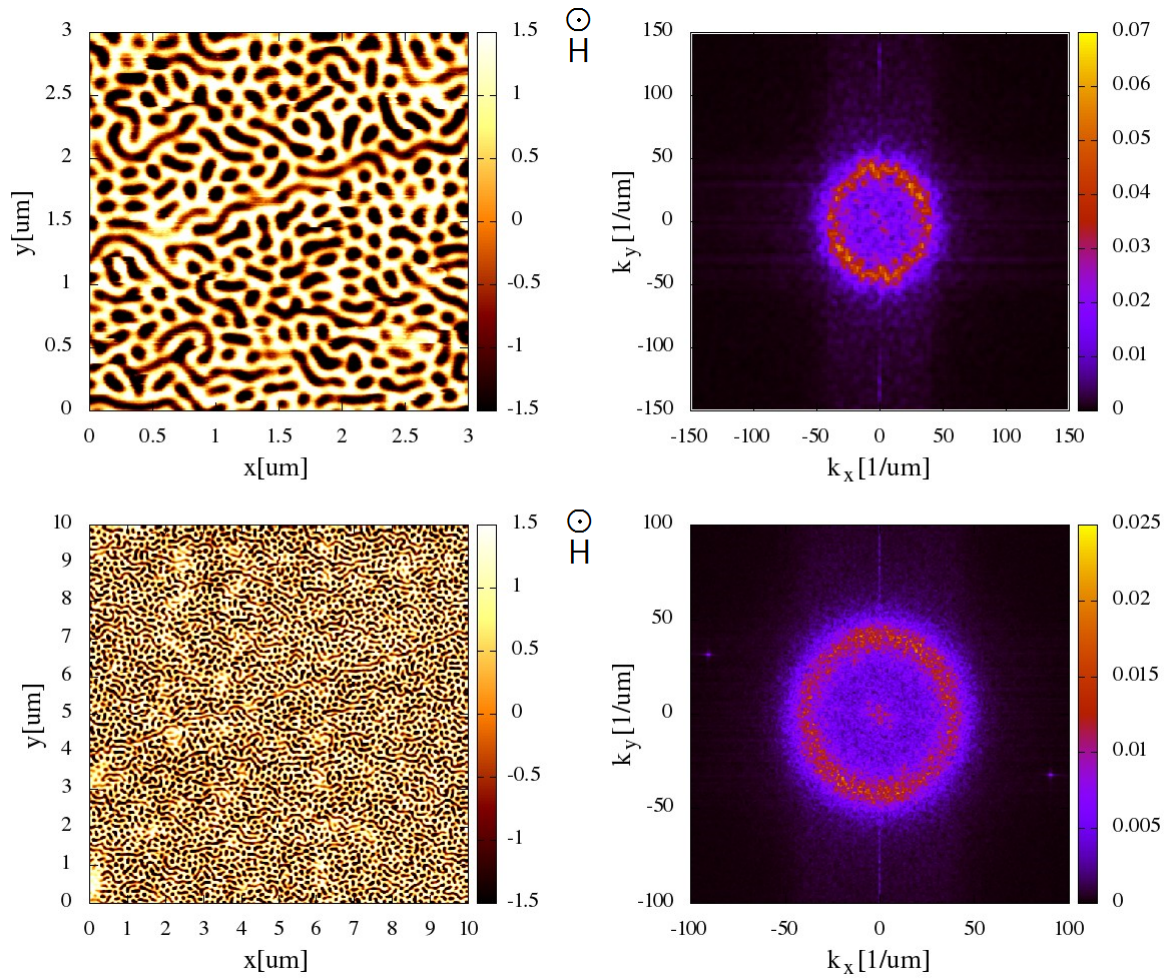


Figure 3.14: Imágenes de dominios magnéticos de la muestra con $x = 0.18$, saturada previamente en $\langle 100 \rangle$.

Como se puede observar en las figuras 3.13 y 3.14, los gráficos de la transformada de Fourier revelan que existe una simetría circular. Ésta se puede caracterizar mejor en coordenadas polares, ya que $k_r = \sqrt{k_x^2 + k_y^2}$ describe adecuadamente la simetría de los picos de \vec{k} observados, que indican que no existe ninguna dirección especial. De igual forma que para las transformadas de Fourier de las muestras que presentan dominios en forma de tiras, las transformadas de las imágenes de $10 \times 10 \mu m^2$ tienen mejor resolución porque existen más dominios sobre los cuales promediar. Además, es importante notar que existe un color predominante en las imágenes de los dominios en forma de burbujas. Este predominio se debe a que la muestra se saturó en una de las direcciones perpendiculares, entonces quedan más dominios apuntando en esa dirección que en la otra. La dirección del campo magnético externo determina cuál de los colores va a ser predominante.

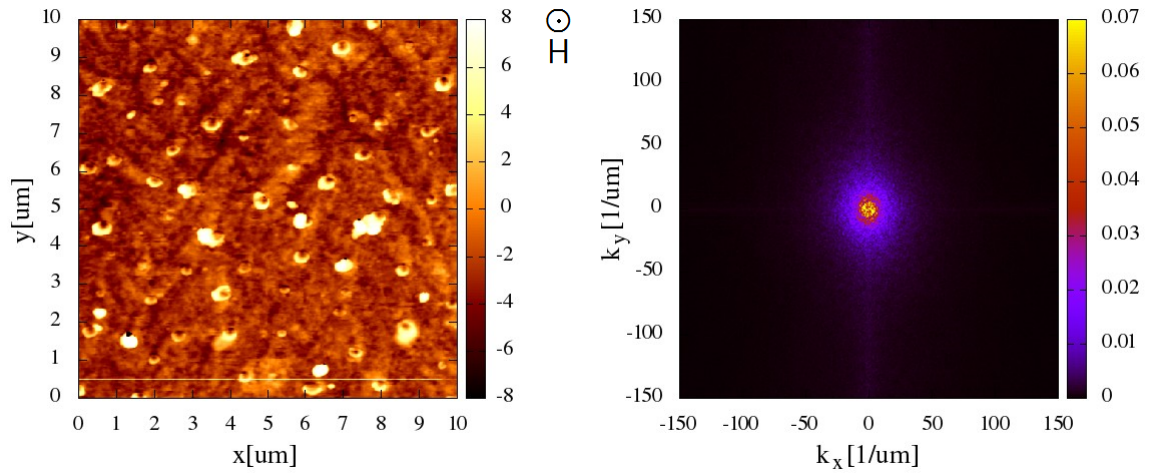


Figure 3.15: Imágenes de dominios magnéticos de la muestra con $x = 0.29$, saturada previamente en $\langle 001 \rangle$.

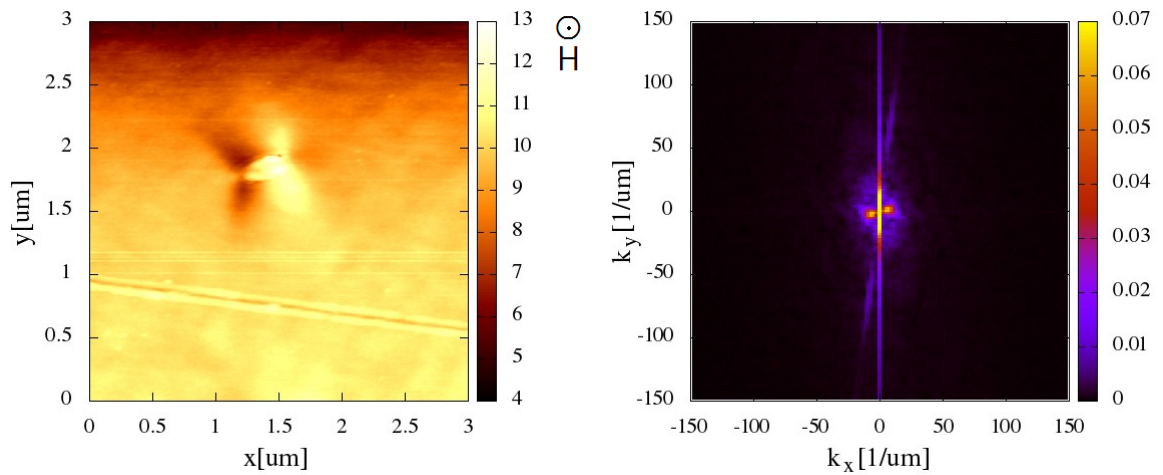


Figure 3.16: Imágenes de dominios magnéticos de la muestra con $x = 0$, saturada previamente en $\langle 001 \rangle$.

A diferencia de la relación entre las curvas $M - H$ y la aparición de dominios en forma de tiras, para los dominios en forma de burbujas no se analizó la magnetización en función del campo. Sería conveniente realizar un estudio con las curvas $M - H$ para identificar si se encuentra un patrón similar a la región lineal observada para las muestras en que aparecen dominios en forma de tiras.

3.3 Curvas de Magnetización Remanente vs. Campo Magnético

A continuación, se procedió a medir la magnetización remanente en función del campo magnético aplicado y las curvas de relajación para cada una de las muestras. Con los datos obtenidos a partir de estas curvas se puede extraer el parámetro de viscosidad S ; y a través de éste se pueden estimar los volúmenes de activación y sacar información de la anisotropía afuera del plano, que es responsable de la aparición de dominios en forma de tiras, del aumento de la coercitividad y de la disminución de la remanencia.

Para medir la magnetización remanente en función de un campo aplicado previamente, se utilizó un protocolo denominado DCD . Este protocolo consiste en primero saturar la muestra con un campo magnético negativo, luego aplicar un campo magnético determinado, $H_{DCD} > 0$, retirar el campo magnético aplicado y medir la remanencia M_{DCD} correspondiente. Para éstas mediciones se saturó con -30000 Oe , y se midió la remanencia luego de aplicar distintos campos H_{DCD} entre 10 y 4000 Oe . Medir M_{DCD} permite determinar la susceptibilidad magnética irreversible que está relacionada con los volúmenes de activación [24].

Antes de continuar es fundamental definir susceptibilidad, que es una cantidad que indica el grado de magnetización en respuesta a un campo magnético aplicado y puede variar en función del campo aplicado o la temperatura. Para materiales ferromagnéticos la susceptibilidad es una función tanto de la temperatura como del campo magnético externo. Entonces, la susceptibilidad irreversible es la susceptibilidad asociada a los procesos de magnetización irreversible; en los procesos irreversibles están involucrados varios factores como movimiento de paredes, nucleación de dominios revertidos, rotación de la magnetización, anisotropías de distintas clases, entre otros. Matemáticamente la susceptibilidad irreversible se define como [24]:

$$\chi_{irr} = \frac{\partial M_{DCD}}{\partial H_{DCD}} \quad (3.1)$$

que puede tomar varios valores alrededor de la curva, pero se toma el valor máximo en la vecindad del campo coercitivo. Esto se justifica porque como ya se mencionó, la susceptibilidad irreversible está asociada a los procesos irreversibles y estos se dan principalmente cuando se aplican campos cercanos al coercitivo.

Los resultados de M_{DCD} vs. H_{DCD} para todas las muestras a $T = 300K$, se encuentran en la figura 3.17. Se puede observar que la saturación de M_{DCD} disminuye con la concentración hasta $x = 0.20$ y luego aumenta para la muestra con $x = 0.29$. Este mínimo de M_{DCD} se corresponde directamente con el también observado en M_{rem} . En la figura 3.18 se muestran los resultados obtenidos para parámetros relevantes, como el campo DCD de saturación (H_{DCDsat}) y la magnetización DCD de saturación (M_{DCDsat}). Además se incluyen los datos de M_{sat} y H_{sat} para facilitar la comparación y discusión.

Se puede observar que M_{DCDsat} disminuye para las muestras que presentan dominios en forma de tiras. Esto sucede porque la presencia de la anisotropía fuera del plano hace que en estado de remanencia exista una componente de magnetización fuera del plano, lo que reduce la componente en el plano al igual que sucede con M_{rem} . En cuanto a H_{DCDsat} , se puede ver que aumenta para las muestras con dominios de tiras, lo que también está

justificado debido a que la presencia de la estructura de dominios disminuye la saturación y por ende es más difícil orientar los dominios. Energéticamente esto sucede porque con menor magnetización de saturación la contribución de energía Zeeman tiene menos relevancia y la energía de anisotropía domina.

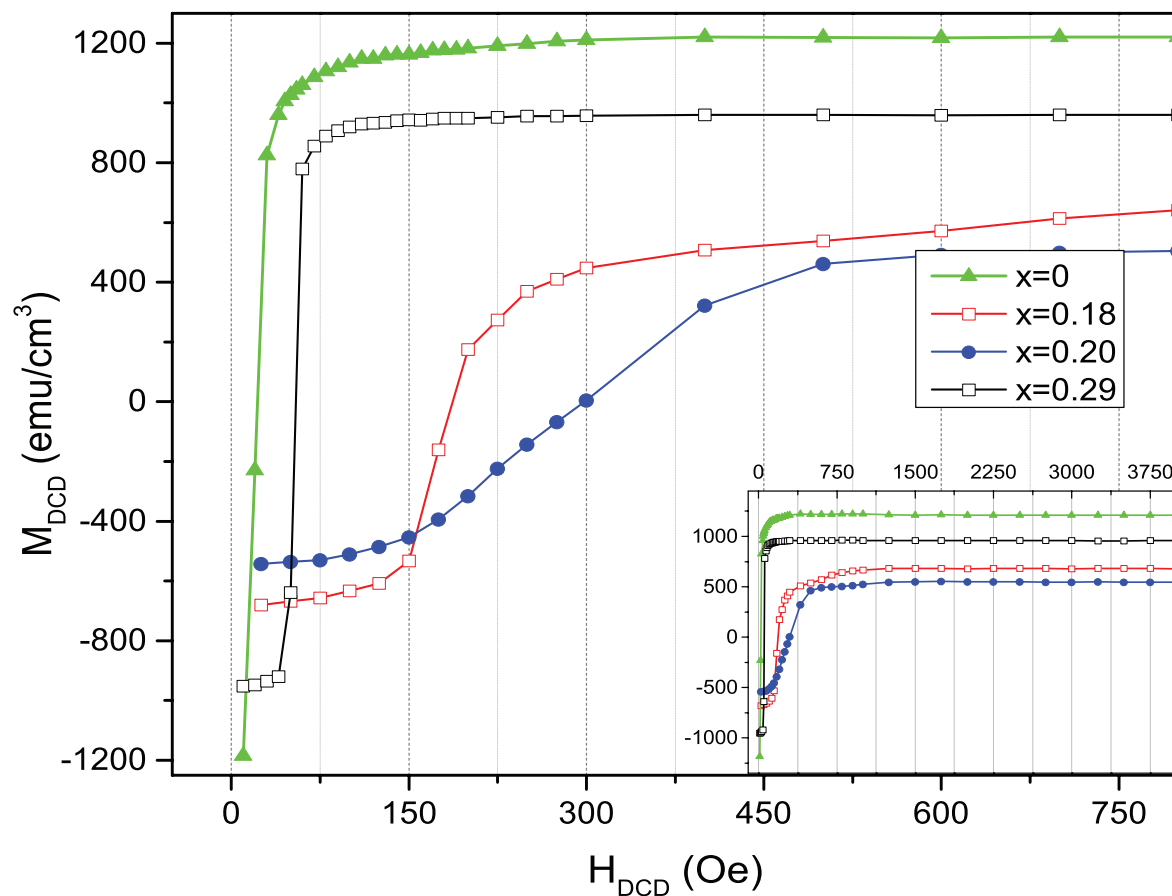


Figure 3.17: Curvas M_{DCD} vs. H_{DCD} para las muestras de $Fe_{1-x}Ga_x$.

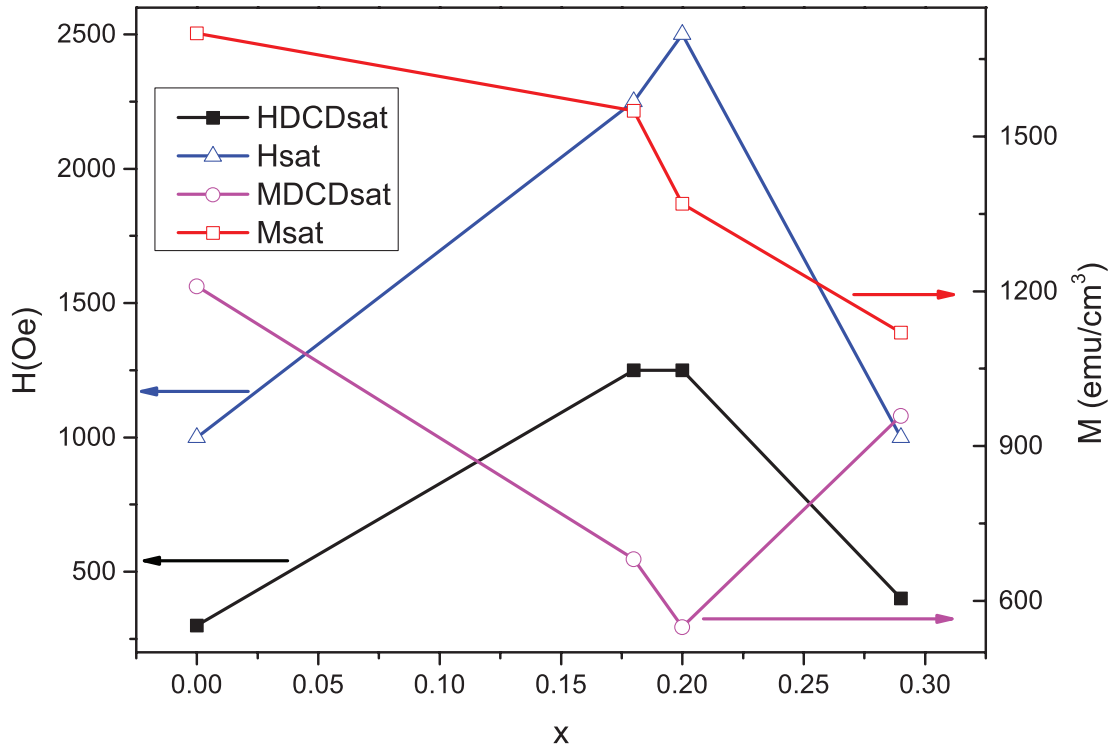


Figure 3.18: Propiedades extraídas de las curvas M_{DCD} vs. H_{DCD} para las muestras de $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$.

A partir de las curvas M_{DCD} vs. H_{DCD} se puede determinar entonces la susceptibilidad irreversible utilizando la ecuación 3.1, haciendo un ajuste lineal alrededor del campo coercitivo. La pendiente de las curvas (χ_{irr} , pues se midió a temperatura constante) cerca del campo coercitivo tiene un mínimo en $x = 0.20$ y se comporta de manera similar a la saturación de M_{DCD} . Además, la pendiente es máxima en la vecindad del campo coercitivo como se esperaba.

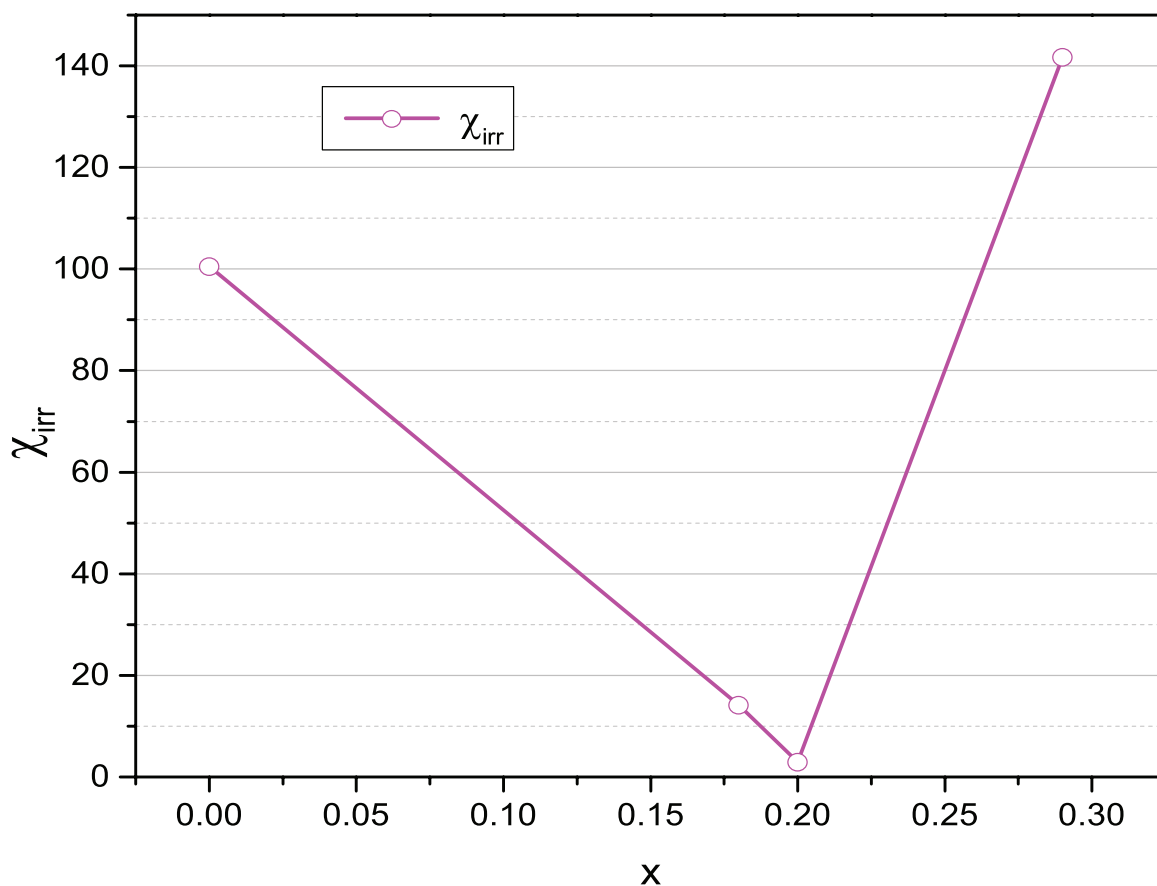


Figure 3.19: Susceptibilidad irreversible χ_{irr} para las muestras de $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$.

La susceptibilidad irreversible depende de cuánto varía la magnetización remanente cuando se aplica un campo magnético. En la figura 3.19 se presenta χ_{irr} vs. x ; se puede observar que χ_{irr} disminuye para las muestras con dominios en forma de tiras y es máxima cuando el dopaje es $x = 0.29$. Además, como se puede notar en la figura 3.17, en las muestras con dominios en forma de tiras se ve un cambio más paulatino. Esto tiene sentido, ya que esa estructura de dominios indica la presencia de una anisotropía adicional lo que hace que sea más difícil girar los dominios desde el punto de vista energético y por ende se necesite un campo más fuerte para completar el proceso de saturación.

3.4 Curvas de Relajación, Viscosidad magnética y Volúmenes de activación

Finalmente, para relacionar la susceptibilidad irreversible con los volúmenes de activación es necesario obtener el parámetro de viscosidad S , que fue definido en la ecuación 1.5. Este parámetro se puede calcular linealizando la magnetización en función del logaritmo del tiempo transcurrido desde que la muestra comenzó a relajarse.

Para las mediciones de magnetización en función del tiempo, en primer lugar se saturó la muestra con un campo magnético negativo de -30000 Oe. Luego, se midió la magnetización de la muestra para un campo fijo $H_{rx} > 0$ cercano a H_C durante un intervalo de 3 horas, para cada dato se promedió durante 6 segundos; se tomaron un total de 1081 datos. El proceso se repitió para varios campos cercanos a H_C . En las figuras presentadas no se incluyen todas las curvas debido a la gran cantidad de datos medidos.

En la figura 3.20 se incluyen algunos de los resultados representativos para la muestra con $x = 0$. El campo coercitivo para esta muestra es $H_C \approx 22$ Oe.

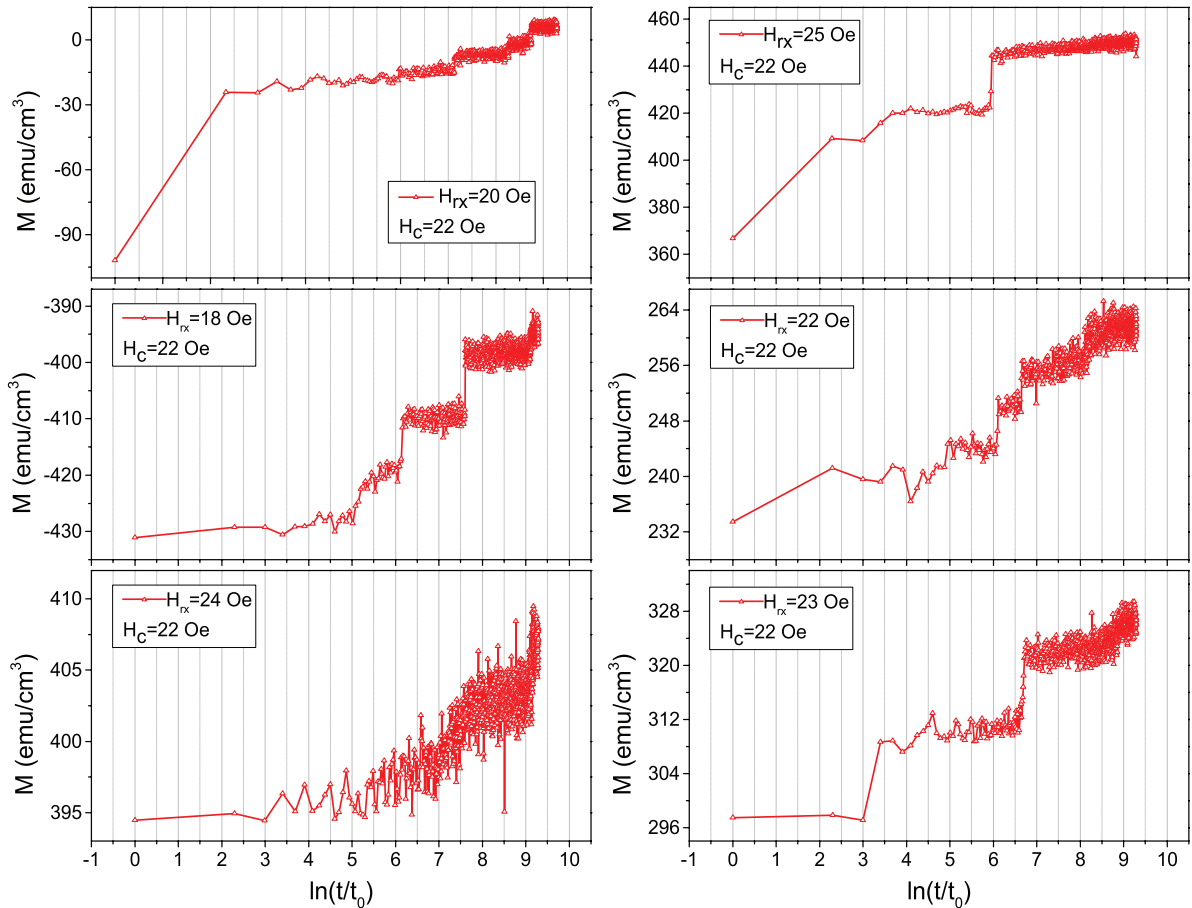


Figure 3.20: Curvas de relajación para un campo magnético específico en la muestra de Fe puro ($x = 0$). Se pueden ver tanto una dependencia lineal como una discontinua. La dependencia discontinua indica bloques de dominios revirtiéndose al mismo tiempo.

Como se puede observar, existen campos H_{rx} para los que la magnetización es lineal con el logaritmo del tiempo pero también hay otros campos para los que la magnetización da saltos abruptos (es decir la curva es discontinua). Esta observación indica que en esta muestra

($x = 0$) existe un fuerte anclaje de paredes de dominio, por lo que la magnetización queda constante por cierto tiempo hasta que se vence la barrera energética que impide un cambio de magnetización (porque algunas paredes de dominio están ancladas). A su vez, la presencia de anclaje es una señal de que existen ya sea defectos cristalográficos o impurezas en la muestra, como se mencionó en la sección 1.3.

A continuación, en la figura 3.21 se muestran los resultados más representativos para la muestra con $x = 0.18$. El campo coercitivo para esta muestra es $H_C \approx 160$ Oe. Se puede apreciar que estas curvas son mucho más suaves y todas son continuas; especialmente cuando el campo aplicado H_{rx} es muy cercano al coercitivo.

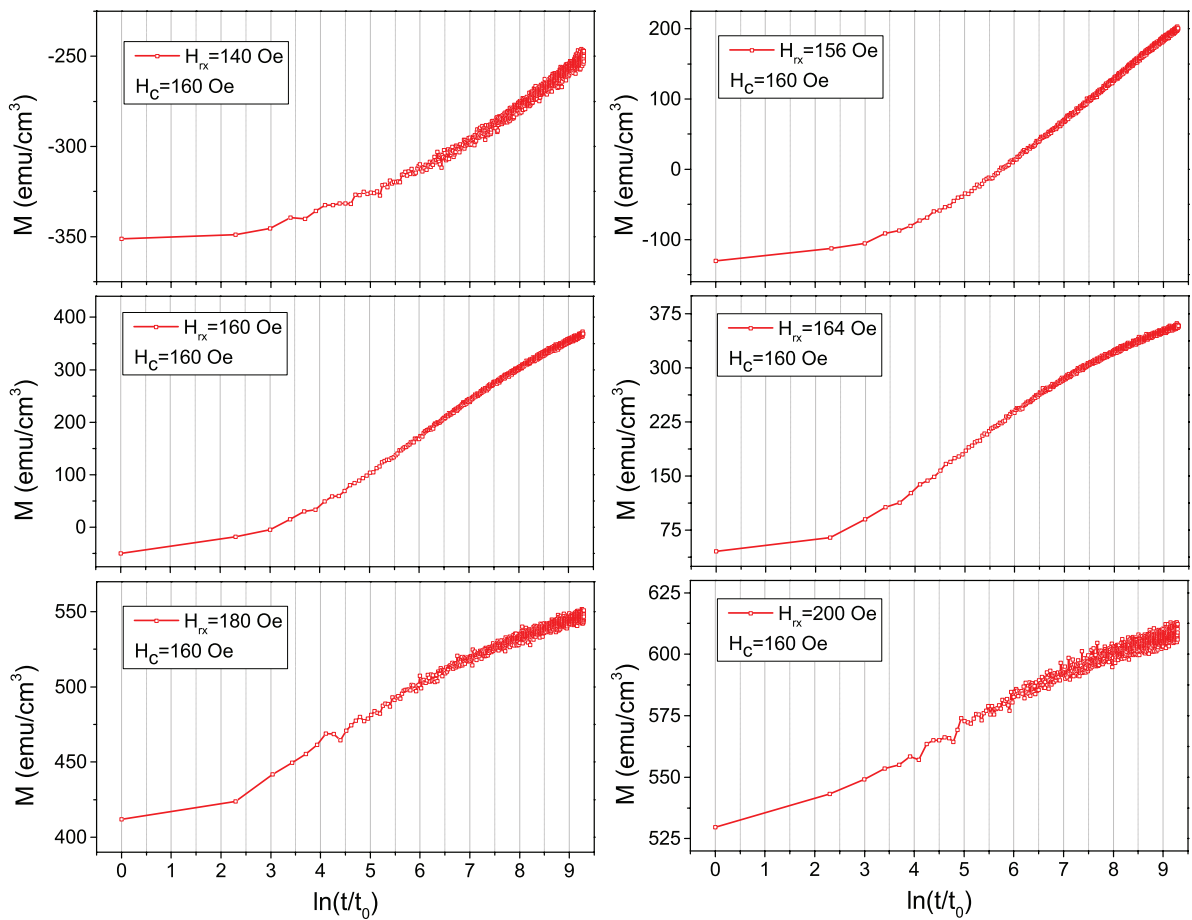


Figure 3.21: Curvas de relajación para un campo magnético específico en las muestra $\text{Fe}_{0.82}\text{Ga}_{0.18}$.

En la figura 3.22 se muestran los resultados más representativos para la muestra con $x = 0.20$. Se puede observar que aunque también se tiene una curva continua, existe mucho más ruido que para la muestra con $x = 0.18$ que es muy similar en composición. Esto sucede porque la relajación es mucho más pequeña, lo que indica que los cambios de magnetización también son muy pequeños y por ende el ruido es más notorio en estas mediciones.

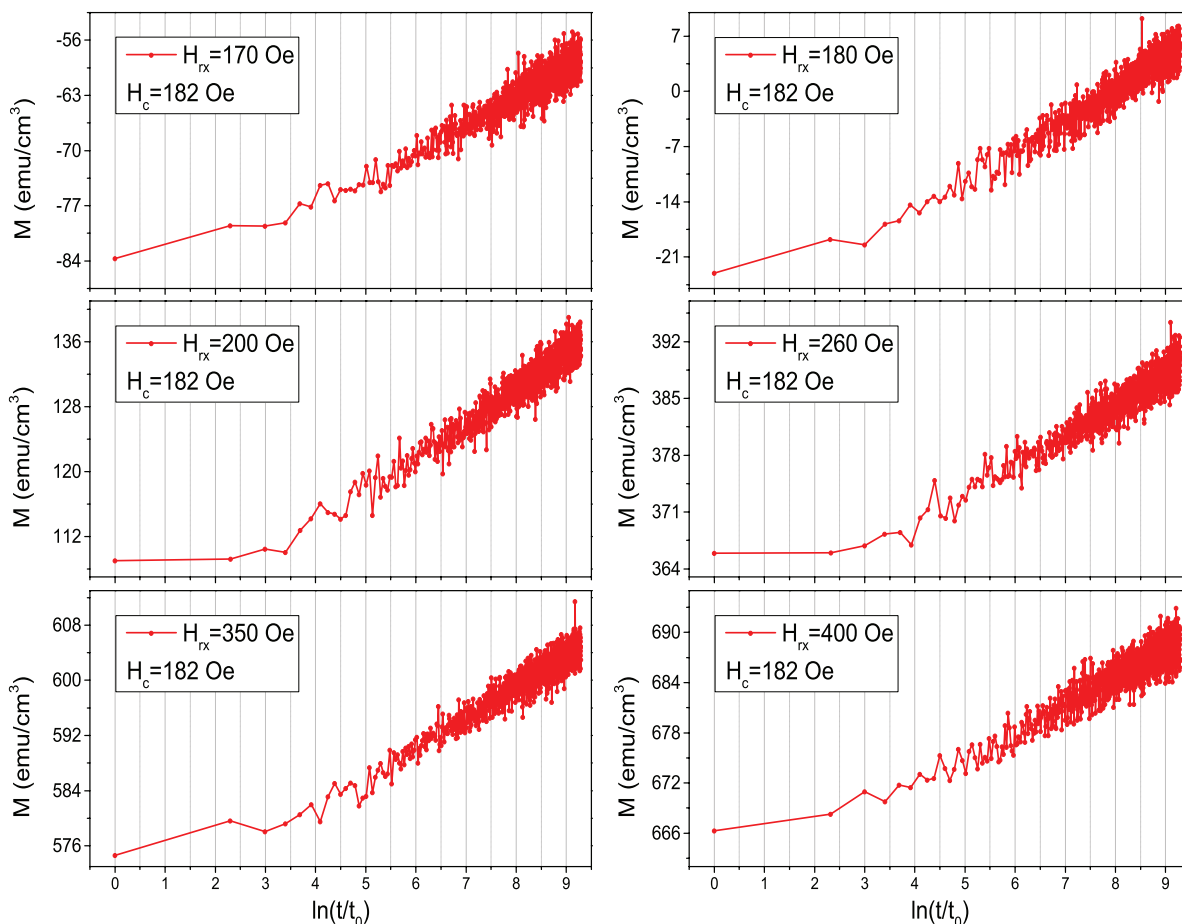


Figure 3.22: Curvas de relajación para un campo magnético específico en las muestra de $\text{Fe}_{0.80}\text{Ga}_{0.20}$.

En las mediciones de relajación para todas las muestras se puede notar algo interesante, el cambio de signo en la magnetización ya se da en un campo menor al coercitivo, aunque muy cercano. Esto sucede porque cuando se aplica un campo magnético positivo, el estado estable de un material ferromagnético es uno con magnetización positiva. En estas curvas, inicialmente se saturó la muestra con un campo negativo y posteriormente se aplicó un campo positivo que se mantuvo durante todas las mediciones. De esta manera, la magnetización inicial negativa corresponde a un estado metaestable, por lo que la magnetización no es contante en el tiempo aunque el campo aplicado sí lo es. Entonces, el campo magnético aplicado positivo es el que permite vencer las barreras energéticas que se oponen al cambio de magnetización; particularme cuando es cercano al coercitivo, puede hacer que cambie el signo de la magnetización en un tiempo corto (~ 7 minutos). Para campos lejanos (y menores) al coercitivo, este efecto también debería observarse, pero el tiempo necesario puede

ser exageradamente grande. Para $H_{rx} > H_C$ la magnetización ya es positiva desde el inicio de las mediciones.

Finalmente, la figura 3.23 muestra las curvas representativas de relajación para la muestra con $x = 0.29$.

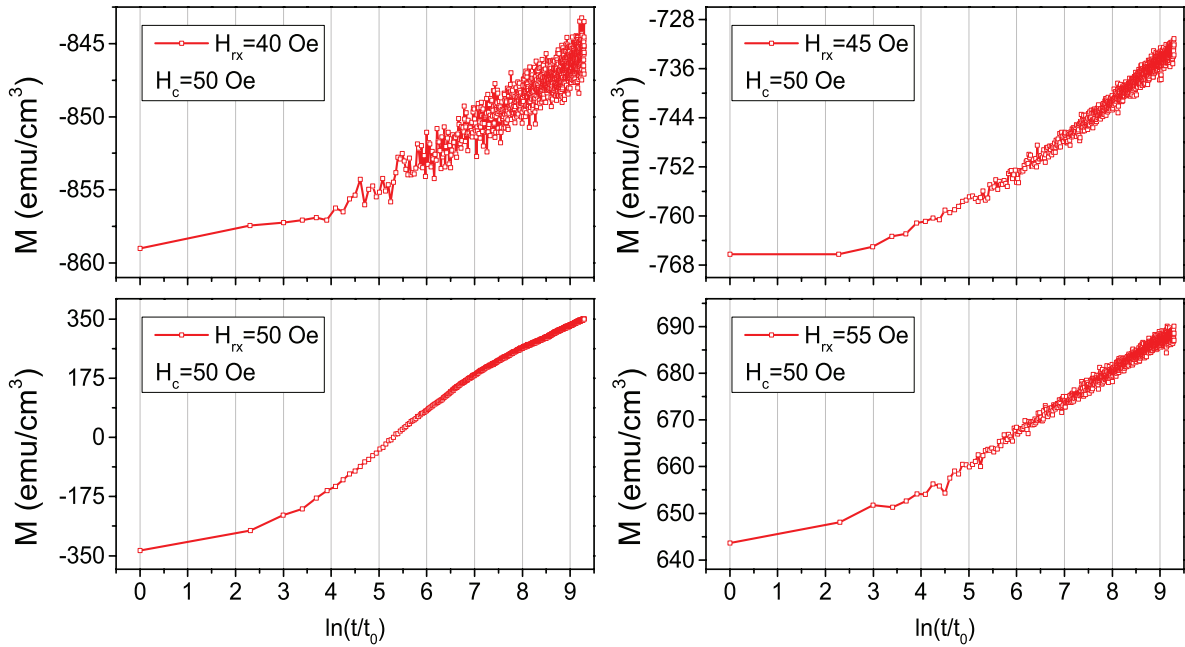


Figure 3.23: Curvas de relajación para un campo magnético específico en las muestra de $\text{Fe}_{0.71}\text{Ga}_{0.29}$.

Para continuar en el objetivo de calcular los volúmenes de activación es necesario ahora calcular el coeficiente de viscosidad S . Para ello se utilizó la ecuación 1.5, es decir se hizo un ajuste lineal de la magnetización en función del logaritmo del tiempo. Hay que tener en cuenta que, como ya se mencionó, la relación no es lineal para tiempos arbitrariamente grandes o pequeños, por lo que el ajuste se hizo sobre la parte lineal en tiempos intermedios. En la figura 3.24 y en la tabla 3 se muestra el parámetro de viscosidad S en función del campo aplicado H_{rx} para todas las muestras.

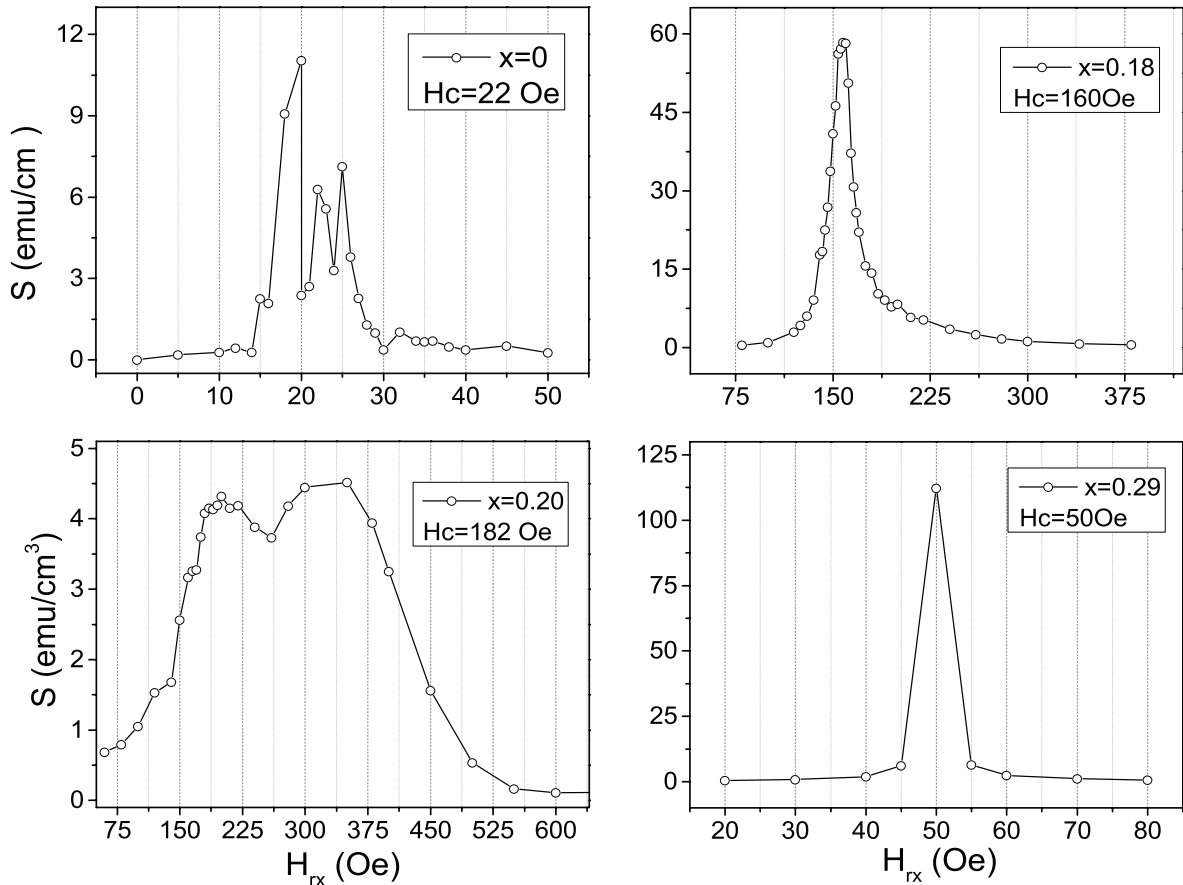


Figure 3.24: Curvas S vs H para las muestras de $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$.

Es importante notar que se espera que el máximo de S esté cercano al campo coercitivo, dado que como es en esta región donde ocurren los cambios más importantes en la magnetización. Esto ocurre para todas las muestras excepto para $x = 0.20$ donde se encuentran algunas diferencias. Entre lo destacable de la muestra con $x = 0$ están los saltos abruptos de S con el campo. Por este motivo, la curva S vs. H_{rx} no es suave; un ajuste lineal en curvas de relajación discontinuas no tiene sentido. En cuanto a la muestra con $x = 0.18$, S tiene un pico claramente definido en el campo coercitivo y decae rápidamente a 0 en $H_{rx} = 100 \text{ Oe}$ y $H_{rx} = 350 \text{ Oe}$ aproximadamente. Para la muestra con $x = 0.29$ se tiene un pico extremadamente definido, con un pequeño ancho aproximado de 20 Oe . En la muestra con $x = 0.20$ se observa un resultado muy peculiar. Se tienen dos picos de S , uno alrededor de 200 Oe y otro cerca de 350 Oe . El primer pico está cerca de H_C , pero la existencia del segundo pico indica la presencia de dos mecanismos de relajación en esta muestra. Para saber la causa del segundo pico se necesitan hacer estudios adicionales; por ejemplo, se puede hacer MFM con campos aplicados para saber qué pasa con la estructura de dominios en esta muestra.

Ahora, vale la pena recordar que el volumen de activación representa el volumen barrido en un salto de una pared de dominio entre centros de anclaje. El volumen de activación depende de la temperatura, la susceptibilidad irreversible, la magnetización de saturación y la viscosidad magnética. Matemáticamente se representa como [16]:

$$V_{ac} = \frac{k_B T \chi_{irr}}{c M_{sat} S} \quad (3.2)$$

donde M_{sat} es la magnetización de saturación, k_B es la constante de Boltzmann, χ_{irr} es la susceptibilidad irreversible, T la temperatura (300K) y la constante c depende del sistema en cuestión. Para partículas monodominio o partículas con un anclaje de paredes de dominios fuerte $c = 1$, mientras que para anclaje débil $c = 2$ [24]; mientras que, si se toman en cuenta los efectos demagnetizantes, se debe utilizar $c = 4$ para anclaje fuerte y $c \geq 2$ si el anclaje es débil [16].

En este trabajo estamos interesados en estimar el orden de magnitud del volumen de activación de las muestras, por lo que no es muy relevante el valor de c , sino su orden de magnitud (1). Sin embargo, se utilizó $c = 1$ para hallar la cota superior para esta cantidad. En la muestra con $x = 0$ se justifica esta elección dado que las curvas de relajación revelan una fuerte contribución de anclaje de paredes; sin embargo, para las otras muestras se deben hacer mediciones adicionales para determinar si el anclaje de paredes es fuerte o débil. En la tabla 3 se resumen todos los valores obtenidos tanto para la viscosidad magnética S , la susceptibilidad irreversible χ_{irr} , y el volumen de activación V_{ac} .

Table 3: Valores de la susceptibilidad irreversible en la vecindad de H_c . * Valor de referencia medido luego de la elaboración de la muestra de acuerdo a lo discutido anteriormente.

x	χ_{irr}	$S \left[\frac{emu}{cm^3} \right]$	$M_{sat} \left[\frac{emu}{cm^3} \right]$	$V_{ac} [nm^3]$
0	100.48	11.05	1700*	2.21×10^9
0.18	14.15	58.29	1550	6.48×10^3
0.20	3.17	4.48	1370	2.14×10^4
0.29	141.76	112.29	1120	4.67×10^4

Finalmente, en la figura 3.25 se presenta un gráfico de los valores del volumen de activación de las muestras. Se puede notar que el volumen es muy pequeño para las muestras con dominios en forma de tiras, con el mínimo en $x = 0.18$. Este comportamiento es consistente con la anisotropía *out-of-plane* adicional observada para las muestras con $x = 0.18$ y 0.20 , puesto que la contribución de anisotropía es proporcional al volumen. Es por ello que, en las muestras con mayor anisotropía cuesta más energía mover un volumen mayor y por ende los volúmenes de activación son muy pequeños. También, se puede notar que el máximo se da para el Fe puro; esto se debe a que en esta muestra existe una gran contribución de anclaje de paredes como se observó en las curvas de relajación.

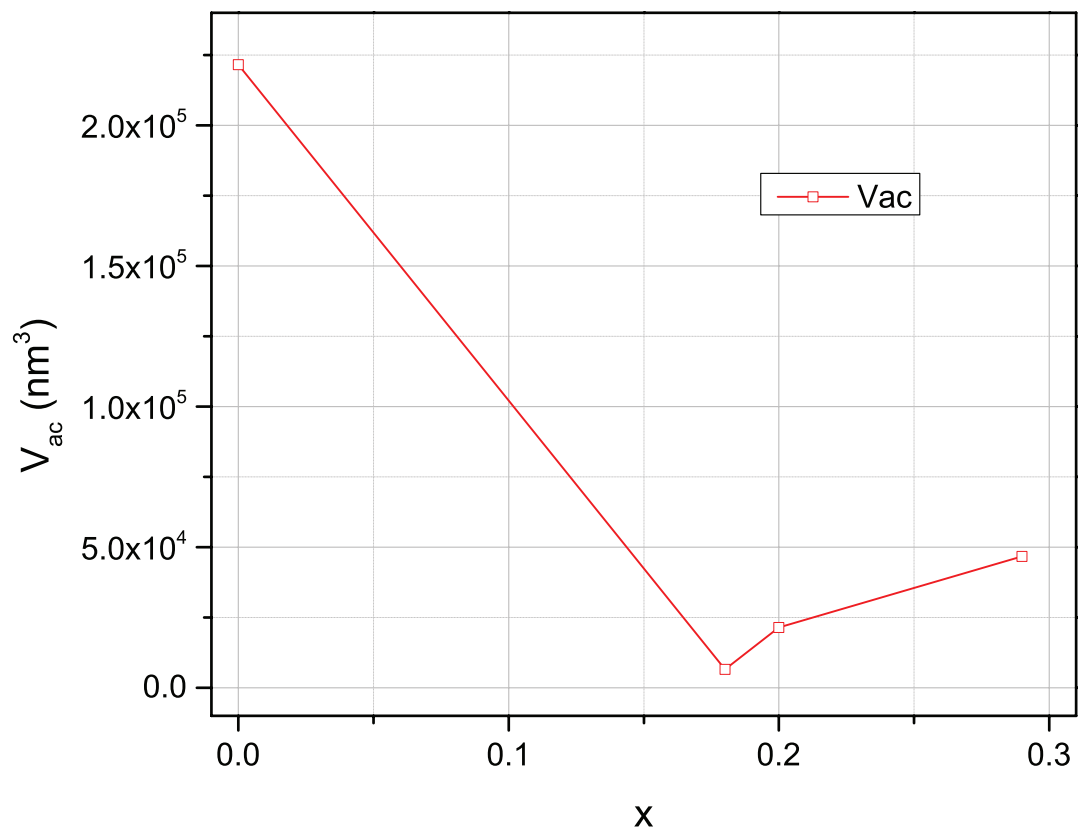


Figure 3.25: Volúmen de activación en función de x para las muestras de $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$.

4 Conclusiones

Normalmente se esperaría que una muestra con menor magnetización de saturación, tenga un mayor campo coercitivo y sature a un campo magnético menor. Las curvas $M - H$ revelaron que el comportamiento de los campos coercitivo y de saturación es el contrario para la muestra de $x = 0.29$, es decir que para una disminución de M_{sat} tanto H_{sat} como H_C bajan. Con mayor M_{sat} se esperaría también mayor M_{rem} , pero se observa que disminuye para las muestras de $x = 0.18$ y $x = 0.20$. Además, en las curvas de magnetización en función del campo magnético para las muestras con $x = 0.18$ y $x = 0.20$ se observa una región lineal desde cerca de la saturación hasta la remanencia. Todas estas razones motivaron un estudio de *MFM* para observar la estructura de dominios y tratar de inferir la causa de este comportamiento anómalo. Este estudio reveló que existen estructuras de dominios en forma de tiras, lo que implica que en las muestras aparece una contribución de anisotropía fuera del plano y es consistente con el comportamiento de las propiedades magnéticas extraídas de las curvas $M - H$. La anisotropía fuera del plano explica por qué M_{rem} disminuye en las muestras con dominios en forma de tiras, cuando se retira el campo magnético quedan componentes de la magnetización afuera del plano y por ende la magnetización en el plano es menor a la esperada. Tanto H_{sat} como H_C aumentan debido al incremento de la anisotropía *out-of-plane*, que tiende a mantener una componente de la magnetización fuera del plano. Al mismo tiempo, la disminución de M_{sat} hace menos relevante la energía Zeeman. Esta combinación da lugar a grandes campos coercitivos y de saturación para $x = 0.18$ y 0.20 .

En las curvas de magnetización DCD vs campo magnético DCD se observó que la susceptibilidad irreversible es máxima en la vecindad del campo coercitivo, excepto para la muestra con $x = 0.20$. Esta muestra se comporta de manera distinta ya que presenta dos mecanismos de relajación, como se puede inferir a partir de la curva de la viscosidad S en función del campo aplicado. La susceptibilidad irreversible χ_{irr} disminuye para las muestras con dominios en forma de tiras. En estas muestras, se ve un cambio más paulatino en M_{DCD} con respecto a H_{DCD} ; lo que tiene sentido porque esa estructura de dominios indica la presencia de una anisotropía adicional, haciendo que sea más difícil girar los dominios desde el punto de vista energético por lo que se necesita un campo más fuerte para completar el proceso de saturación.

En el caso de películas delgadas, el volumen de activación está asociado al volumen barrido por una pared de dominio en un salto entre centros de anclaje. Se encontró que el volumen de activación es mucho más pequeño para las muestras con dominios en forma de tiras, lo que es consistente con lo esperado debido a la anisotropía *out-of-plane*. Debido a que la contribución de anisotropía es proporcional al volumen, a las muestras con mayor anisotropía les cuesta más energía mover un volumen mayor y por ende los volúmenes de activación son muy pequeños. Además, el máximo se da para la muestra de Fe puro lo que también es esperado, debido a la fuerte influencia del anclaje de paredes que se observó en las curvas de relajación de esta muestra.

References

- [1] Kamila, Susmita. (2013). Introduction, Classification and Applications of Smart Materials: An Overview. *American Journal of Applied Sciences*, 10 (8), 876-880. doi: 10.3844/ajassp.2013.876.880
- [2] Du-Tremolet-de Lacheisserie, E. (1993). *Magnetostriction: theory and applications of magnetoelasticity*. CRC Press.
- [3] Friedman, David M. (2008). *New Research on YBCO superconductors*. Nova Publishers.
- [4] Clark, A. E., Restorff, J. B., et al. (2000). Magnetostrictive properties of body-centered cubic Fe-Ga and Fe-Ga-Al alloys. *IEEE Transactions on Magnetics*, 36 (5 I), 3238–3240.
- [5] Du, Y., Huang, M., Chang, S. et al. (2010). Relation between Ga ordering and magnetostriction of Fe-Ga alloys studied by x-ray diffuse scattering, *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*. 81 (5).
- [6] Xing, Q., Du, Y., McQueeney, R. J., Lograsso, T. A. (2008). Structural investigations of Fe-Ga alloys: Phase relations and magnetostrictive behavior. *Acta Materialia*, 56 (16), 4536–4546.
- [7] Cao, H., Gehring, P.M. et al. (2009). Role of Nanoscale Precipitates on the Enhanced Magnetostriction of Heat-Treated Galfenol ($\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$) Alloys. *Phys. Rev. Lett.* 102, 127201.
- [8] Wang, H., Zhang, Y.N., Wu, R.Q., Sun, L. Z., Xu, D.S. and Zhang, Z. D. (2013). Understanding strong magnetostriction in $\text{Fe}_{100-x}\text{Ga}_x$ alloys.
- [9] Wu, R. (2002) Origin of large magnetostriction in FeGa alloys. *Journal of Applied Physics*, 91 (10 I), 7358–7360.
- [10] Eddrief, M., Zheng, Y., et al. (2011). Metastable tetragonal structure of $\text{Fe}_{100-x}\text{Ga}_x$ epitaxial thin films on ZnSe/GaAs(001) substrate.
- [11] Hubert, A. and Schaefer, R. (2009). *Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. 3rd printing.
- [12] Blundell, Stephen. (2001). *Magnetism in Condensed Matter*. OUP Oxford.
- [13] Jiles, David. (1998). *Introduction to Magnetism and Magnetic Materials*. Taylor&Francis.
- [14] The McGraw-Hill Companies. (2003). *McGraw-Hill Dictionary of Scientific & Technical Terms*, 6E.
- [15] Coey, J.M. (2010). *Magnetism and Magnetic Materials*. Cambridge University Press.
- [16] Álvarez, N., Sallica Leva et al. (2014). Correlation between magnetic interactions and domain structure in FePt ferromagnetic thin films. *Journal of Applied Physics*, 115, 083907.

- [17] Barturen, Mariana. (2014). Anisotropía magnética y acople magneto-elástico en películas delgadas de $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$ crecidas epitaxialmente sobre $\text{ZnSe}/\text{GaAs}(001)$. CONEA.
- [18] Alvarez-Prado, L. M., Perez, G. T., et al.. (1997). Perpendicular anisotropy detected by transversely biased initial susceptibility via the magneto-optic Kerr effect in FeSi thin films and $\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ multilayers: Theory and experiment. *Phys. Rev. B*, 56 (6).
- [19] Sallica Leva, E., Valente, R. C. (2010). Magnetic domain crossover in FePt thin films. *Phys. Rev. B* (82), 144410.
- [20] Jaafar, M., Sanz, R. (2011). Pattern-induced magnetic anisotropy in FePt thin films by ion irradiation. *Phys. Rev. B*, (83), 9, 094422.
- [21] Ramos, C., Brigneti et al. (2009). Stripe domains in Permalloy films as observed by ferromagnetic resonance and magnetic force microscopy. *Physica B: Condensed Matter*, 404 (18), 2784 – 2786.
- [22] Muller, M. W. (1961). Distribution of the magnetization in a ferromagnet. *Physical Review*, 122 (5), 1485–1489.
- [23] Brown Jr., W. F. (1961). Rigorous calculation of the nucleation field in a ferromagnetic film or plate. *Physical Review*, 124 (5), 1348–1353.
- [24] Gaunt, P. (1986). Magnetic viscosity and thermal activation energy. *J. Appl. Phys.* 59, 4129.