

Trabajo Fin de Grado  
Grado en Ingeniería Electrónica

# Efectos de la deformación en la magnetoimpedancia de multicapas de Permalloy sobre sustratos flexibles

Autor:

LANDER COMBARRO EXPÓSITO

Directores:

MAITE GOIRIENA GOIKOETXEA

ALFREDO GARCÍA ARRIBAS



## RESUMEN

Las películas delgadas con estructura sándwich multicapa basadas en Permalloy  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$  han demostrado óptimos ratios de magnetoimpedancia (MI) cuando son depositadas sobre obleas de silicio. Para este proyecto, en cambio, las multicapas son depositadas sobre un sustrato flexible COP (*cyclic olefin polymer*), con objeto de estudiar sus respuestas magnética y de MI en función del esfuerzo aplicado a la muestra. Para ello se ha diseñado un portamuestras especial que permite simultáneamente las medidas del ciclo de histéresis utilizando un MOKE (*magneto-optical Kerr effect*), y las curvas de MI utilizando un analizador de redes, mientras se aplica una deformación controlada a la muestra.

La anisotropía magnetoelástica que desarrolla la muestra al aplicar un esfuerzo positivo es longitudinal, y “compite” con la anisotropía magnética transversal inducida durante la deposición *sputtering*. La anisotropía efectiva determinará la forma del ciclo de histéresis y de la curva MI, y sus evoluciones con el esfuerzo aplicado permitirá determinar el coeficiente de magnetostricción de la estructura multicapa. El comportamiento esfuerzo-impedancia de la muestra se determina como el cambio de impedancia en función del esfuerzo aplicado, medido a campo magnético aplicado nulo. Esta curva presenta un comportamiento lineal correspondiente a un factor de galga de 60, unas treinta veces mayor que las galgas extensiométricas metálicas.



# ÍNDICE

<b>1</b>	<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>1</b>
1.1	Efecto pelicular y magnetoimpedancia .....	1
1.2	Magnetoimpedancia en función de la frecuencia .....	4
1.3	Magnetostricción y los efectos del esfuerzo.....	6
1.4	Objetivos del proyecto .....	8
<b>2</b>	<b>MÉTODOS EXPERIMENTALES .....</b>	<b>9</b>
2.1	Cuantificación de la magnetoimpedancia.....	9
2.2	Sputtering y preparación de las muestras .....	10
2.3	Medidas de magnetoimpedancia en el laboratorio .....	13
2.3.1	Líneas de transmisión.....	14
2.4	Medidas magnéticas en el laboratorio - MOKE.....	15
<b>3</b>	<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....</b>	<b>17</b>
3.1	Efectos de la magnetostricción.....	18
3.2	Muestra como sensor de deformación.....	21
<b>4</b>	<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>23</b>
	<b>APÉNDICE A .....</b>	<b>25</b>
A.1	Control y medida.....	25
	<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>27</b>



# 1 INTRODUCCIÓN

Este capítulo introduce los efectos de la magnetoimpedancia (MI), de la magnetostricción inversa, y los efectos del esfuerzo sobre materiales magnéticos, pues son estos los temas principales del presente trabajo de fin de grado de Ingeniería Electrónica de la UPV/EHU. Este proyecto además es la continuación del TFG “Magnetoimpedancia en sistemas homogéneos y heterogéneos” que se realizó durante el anterior curso académico 2014-2015” [1].

La MI [2] queda definida como la variación de la impedancia eléctrica debida al efecto pelicular que experimentan los materiales ferromagnéticos blandos (ciclos de histéresis estrechos) ante cambios de un campo magnético externo. Otro término muy frecuente para referirse a este fenómeno es “GMI” donde la letra “G” corresponde al término “gigante” haciendo alusión al hecho de que los cambios de impedancia pueden ser de gran magnitud; hasta del 800% en hilos [3]. Sin embargo GMI o MI harán en cualquier caso referencia al mismo suceso.

Por su parte la magnetostricción [4] se define como el cambio en las dimensiones de un material magnético inducido por un cambio en su estado magnético; o análogamente, un material magnetostrictivo cambia sus dimensiones cuando el campo magnético aplicado cambia. Sin embargo, el efecto que en este trabajo interesará es el efecto magnetostrictivo inverso. Así, como se verá en el apartado 1.3, un material magnetostrictivo cambia su estado magnético bajo la influencia de un esfuerzo aplicado.

## 1.1 Efecto pelicular y magnetoimpedancia

La MI es el cambio de la impedancia eléctrica de un material magnético conductor cuando un campo magnético externo es aplicado. Principalmente está causado por la distribución no uniforme de la corriente alterna,  $ac$ , que fluye por la sección eficaz del material debido al efecto pelicular; comúnmente denominado *skin effect*.

Cuando una corriente alterna  $ac$  de frecuencia  $\omega$  fluye a través de un material conductor, produce un campo magnético  $\vec{H}_{ac}$ , perpendicular a la corriente, cuya amplitud y fase varían en el tiempo.

Según la ecuación de Maxwell para el rotacional del campo eléctrico [5], y sabiendo que el rotacional de un gradiente es nulo, se tiene:

$$\text{rot } \vec{E} = -\frac{1}{c} \frac{\partial}{\partial t} \text{rot } \vec{A} - \text{rot } \vec{\nabla} \phi = -\frac{1}{c} \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (1.1)$$

Por tanto esta variación temporal de  $\vec{H}_{ac}$  creará un campo eléctrico  $\vec{E}_{ac}$ , que induce nuevas corrientes en la misma dirección que la corriente original aplicada, de modo que se superpondrán a esta (en algunos casos sumándose y en otros restándose). Esta superposición producirá el efecto pelicular, acorde a la solución de las ecuaciones de Maxwell para la densidad de corriente [6],

$$J_z = J_0 e^{-x/\delta} e^{-jx/\delta} \quad (1.2)$$

donde  $x$  es medido desde la superficie del conductor, perpendicular a la corriente que fluye. Acorde a la ecuación (1.2), la densidad de corriente decrece exponencialmente desde la superficie del conductor, dependiendo del parámetro  $\delta$ , conocido como profundidad de penetración (de las corrientes que fluyen por el material).

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega \sigma \mu}} = \frac{1}{\sqrt{\pi \nu \sigma \mu}} \quad (1.3)$$

siendo  $\sigma$  la conductividad del material y  $\mu$  su permeabilidad al campo magnético inducido por la corriente (de dirección transversal al flujo de corriente).

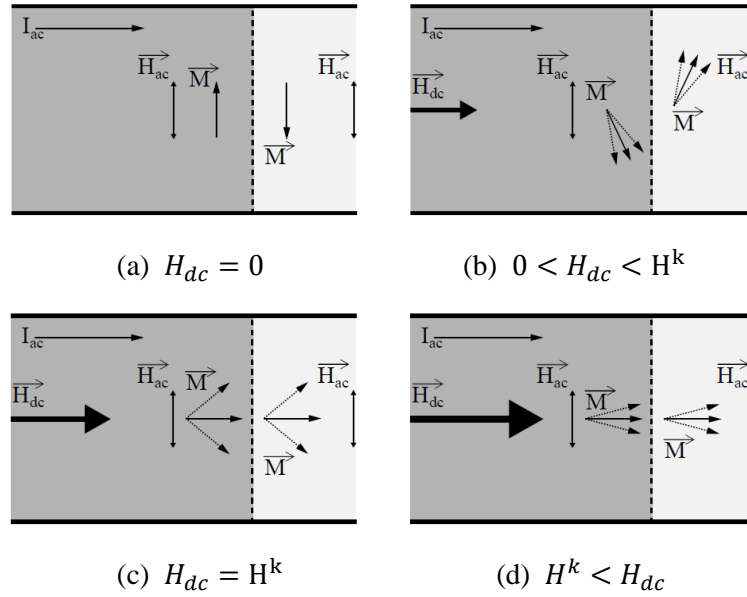
$$\mu = \mu_r \mu_0 = \mu_t \mu_0 \quad (1.4)$$

La lectura de este resultado es la siguiente: cuanto mayores son la conductividad del material, su permeabilidad o la frecuencia de la corriente, más tiende esta (al igual que los campos eléctricos y magnéticos) a concentrarse en la superficie de la muestra. Este fenómeno es el conocido como efecto pelicular.

El efecto pelicular presenta una influencia directa sobre la impedancia  $Z$  de la muestra, que puede entenderse cualitativamente de la siguiente manera: la impedancia no estará determinada por toda su sección transversal, sino sólo por la de aquella región por la que circula corriente. Dado que  $Z$  es inversamente proporcional al área de dicha región, esto implica que cuanto mayores sean la frecuencia, conductividad o permeabilidad, menor penetración habrá y por lo tanto mayor será la impedancia, tanto en parte real como imaginaria. Y entre estos tres parámetros, la MI se basa en las variaciones de  $\mu$ , controlables mediante la aplicación de un campo magnético externo.

Para explicar la dependencia de la impedancia con el campo externo considérese el caso de una muestra plana con la imanación confinada al plano (película delgada), con anisotropía magnética transversal (respecto a la dirección en la que la corriente y el campo externo son aplicados) caracterizado por el campo de anisotropía  $H^k$ . La situación está esquematizada en la figura 1.1.





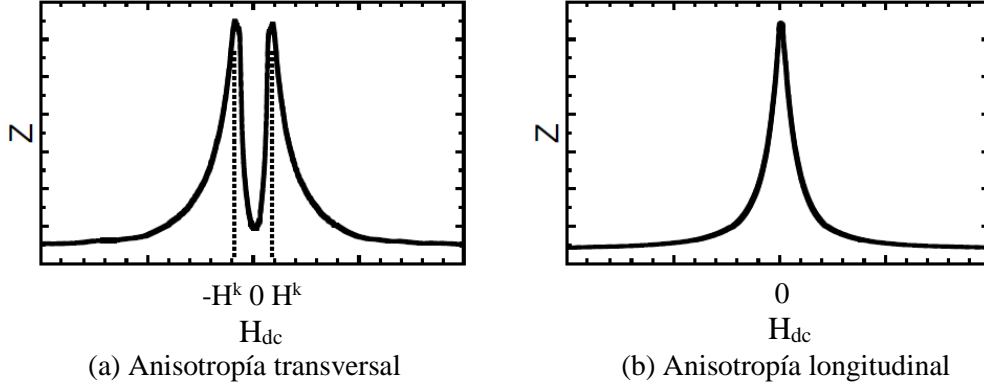
**Figura 1.1:** Esquema de la imanación de una muestra plana con anisotropía transversal (respecto a la dirección de la corriente), a medida que aumenta el campo externo longitudinal  $\vec{H}_{dc}$ , bajo la influencia del campo creado por una corriente  $ac$ . En cada figura se muestran dos dominios contiguos (separados por líneas discontinuas), en los que la imanación presenta sentidos opuestos en la dirección de la anisotropía.

La corriente  $ac$  aplicada longitudinalmente crea un campo  $\vec{H}_{ac}$  en la dirección transversal. En la ausencia de un campo magnético externo (figura 1.1a) la imanación  $\vec{M}$  viene fijada por la anisotropía. Como  $\vec{H}_{ac}$  y  $\vec{M}$  son paralelos, la variación en el tiempo de  $\vec{H}_{ac}$  no produce cambios apreciables en  $\vec{M}$ , y por ello la permeabilidad transversal ( $\mu_t$ ) es baja. Notar que estamos hablando de casos en los que la amplitud de  $\vec{H}_{ac}$  es más pequeña que el campo de anisotropía, lo que es la situación habitual.

Cuando un pequeño campo  $dc$  magnético  $\vec{H}_{dc}$  es aplicado en la dirección longitudinal ( $\vec{H}_{dc} < \vec{H}_{ac}$ : figura 1.1b), la posición de equilibrio de  $\vec{M}$  rota un cierto ángulo respecto a su eje fácil de imanación [7]. Este ángulo está determinado por la intensidad relativa de  $H_{dc}$  y  $H^k$ . El campo  $\vec{H}_{ac}$  hace oscilar a  $\vec{M}$  respecto de su posición de equilibrio, incrementando el valor de  $\mu_t$ . Esto es  $\mu_t$  crece con la magnitud del campo aplicado  $\vec{H}_{dc}$ .

Cuando la intensidad del campo aplicado  $\vec{H}_{dc}$  es igual a la magnitud de  $H^k$  (figura 1.1c) la anisotropía es “compensada” y  $\vec{M}$  es libre de moverse guiada por el  $\vec{H}_{ac}$ . La  $\mu_t$  (y por tanto la  $Z$ ) alcanza entonces su máximo valor.

Finalmente cuando la magnitud del campo magnético aplicado  $\vec{H}_{dc}$  es superior a la magnitud de  $H^k$  (figura 1.1d), la posición de equilibrio de  $\vec{M}$  permanece horizontal. Cuanto mayor sea  $\vec{H}_{dc}$ , menor será  $\mu_t$  puesto que la imanación estará más fuertemente fijada. Por ello la permeabilidad transversal decrece con el incremento de  $\vec{H}_{dc}$ , tendiendo asintóticamente a  $\mu_0$  (es decir,  $\mu_r$  tiende a uno).



**Figura 1.2:** Curvas de mérito de impedancia en función del campo magnético externo aplicado en la dirección de la corriente fluyente, para dos direcciones diferentes de la anisotropía magnética: anisotropía transversal (a), y anisotropía longitudinal (b).

En las ecuaciones (1.3) y (1.4) ya se observó la relación entre  $\delta$ , y  $\mu_t$ . Una de las consecuencias de esta dependencia es que la anisotropía de la muestra determinará cualitativamente la forma de la curva de magnetoimpedancia  $Z$  frente a  $H_{dc}$ . Así, una muestra con anisotropía magnética transversal (ejemplo anterior) presentará sendos picos en  $H_{dc} = \pm H^k$  (figura 1.2a). Si, por contra, su anisotropía es longitudinal, la posición de partida (en ausencia de campo externo) es similar al caso descrito en la figura 1.1c, es decir, un aumento de  $H_{dc}$  sólo puede fijar más la imanación y por lo tanto disminuir la permeabilidad transversal. En consecuencia, su curva de MI presentará un único pico en  $H_{dc} = 0$  Oe (figura 1.2b). Desde el punto de vista práctico, las muestras más interesantes son aquellas cuya anisotropía es transversal, dado que generalmente alcanzan valores de magnetoimpedancia y sensibilidad relativa mucho más altos que en el caso longitudinal.

## 1.2 Magnetoimpedancia en función de la frecuencia

Se han descrito los principios de la magnetoimpedancia, esto es, el comportamiento de la impedancia cuando un campo magnético externo es aplicado. Implícitamente, aunque no ha sido expresado, esta descripción considera que la frecuencia de la corriente alterna es suficientemente baja para estar en un régimen denominado cuasiestático. Esto requiere una breve explicación.

Cuando un campo magnético estático  $\vec{H}_{dc}$  es aplicado a un material magnético, los momentos magnéticos del electrón precesan alrededor de la dirección de  $\vec{H}_{dc}$  con una frecuencia angular  $\omega_0$  denominada frecuencia de precesión de Larmor, que satisface la siguiente relación:

$$\omega_0 = \gamma\mu_0 H_{dc} \quad (1.5)$$

Donde  $\gamma$  es el ratio giromagnético del momento magnético. La amplitud del movimiento de precesión disminuye rápidamente debido a la energía perdida (amortiguada), por lo que los momentos magnéticos se alinean con el campo magnético externo. El tiempo característico de este proceso se denomina tiempo de relajación  $\tau$ , y está asociado a la interacción que causa la pérdida de energía.

En un experimento de MI un segundo campo alterno  $\vec{H}_{ac}$  se introduce (perpendicular a  $\vec{H}_{dc}$ ), producido por la corriente alterna  $ac$ . En este sentido los momentos magnéticos precesan alrededor del campo total existente  $\vec{H}_{dc} + \vec{H}_{ac}$ , cuya dirección varía periódicamente en el tiempo. Si el periodo del campo alternante  $\vec{H}_{ac}$  es mayor que el tiempo de relajación  $\tau$ , los momentos tendrán el tiempo suficiente para alinearse con el campo, antes de que este cambie su dirección. Esto es, la imanación “sigue” al campo alterno. Esta situación define el régimen cuasiestático.

El régimen dinámico tiene lugar cuando la frecuencia  $\vec{H}_{ac}$  es del orden de  $1/\tau$  (y la imanación ya no sigue al campo). Acorde a esto, el fenómeno de MI puede diferir, dependiendo de la frecuencia de la corriente de excitación. Las teorías más aceptadas describen tres rangos de frecuencias en los que la MI es causada por diferentes fenómenos [8].

**Frecuencias bajas:** Cuando la frecuencia es demasiado baja para que exista efecto pelicular (profundidad de penetración mayor que el espesor de la muestra), las variaciones de impedancia se dan principalmente en la parte imaginaria, debido al efecto magnetoinductivo [9]. El límite de este rango de frecuencias depende del espesor de la muestra, siendo el valor típico de algunos kHz para espesores de decenas de micras y superiores (típico en cintas e hilos), llegando hasta las decenas de MHz para espesores inferiores a una micra (películas delgadas).

**Frecuencias intermedias:** En este rango la MI es debida fundamentalmente al efecto pelicular. La profundidad de penetración, de la cual dependen directamente tanto la parte real de la impedancia como la imaginaria, varía como consecuencia de los cambios de permeabilidad transversal que sufre el material al imanarse. En este proceso intervienen tanto los movimientos de paredes (solo hasta 1 MHz) como la rotación de la imanación.

**Frecuencias altas:** Al igual que en el rango anterior, la MI es debida al efecto pelicular, pero en este caso la imanación se produce dinámicamente. Se producen cambios de permeabilidad muy altos, lo cual a su vez se traduce en grandes variaciones de la profundidad de penetración. Las curvas de magnetoimpedancia no presentan picos en  $H^k$ , sino que estos se desplazan a campos mayores a medida que aumenta la frecuencia.

### 1.3 Magnetostricción y los efectos del esfuerzo

En las medidas de MI, el campo magnético externo ( $\vec{H}$  a partir de ahora, por simplicidad) normalmente es aplicado en la misma dirección que la corriente que fluye por el material. De esta forma la permeabilidad relativa para la MI es denominada permeabilidad transversal. En las películas delgadas (figura 1.3) si hay una anisotropía magnética longitudinal a lo largo de la muestra, la permeabilidad transversal será máxima a campo aplicado nulo, y la curva  $Z(H)$  tendrá un solo pico. Si el eje de anisotropía fácil es transversal a la muestra (perpendicular a la corriente  $ac$  aplicada), la curva  $Z(H)$  tendrá dos picos, donde la permeabilidad transeversal alcanza su máximo valor cuando el campo aplicado iguala al campo de anisotropía  $H^k$  [10], definido como

$$H^k = \frac{2K}{\mu_0 M_s} \quad (1.6)$$

donde  $K$  es la constante de anisotropía y  $M_s$  la imanación de saturación (esto no es cierto para frecuencias elevadas. En tal caso la posición de los picos en las curvas de MI se distancian de  $H^k$ ). La sensibilidad de la magnetoimpedancia viene dada por la pendiente de la curva  $Z(H)$  y es, como ya se ha mencionado, usualmente mayor para muestras con doble pico, y para la mayoría de ellas esto ocurre cuando la permeabilidad transversal es grande y  $H^k$  pequeño.

La magnetostricción [4] se puede definir como el cambio en las dimensiones de un material magnético, inducido por un cambio en su estado magnético. Un material magnetostrictivo cambia sus dimensiones cuando el campo aplicado cambia. En ellos también la permeabilidad magnética varía por acción de un esfuerzo aplicado, con un cambio simultáneo en la impedancia eléctrica, siendo este el denominado efecto deformación-impedancia (*stress-impedance effect*). En un material isotrópico, con un coeficiente de magnetostricción de saturación,  $\lambda_s$ , un esfuerzo aplicado,  $\sigma$ , produce una anisotropía magnetoelástica de magnitud

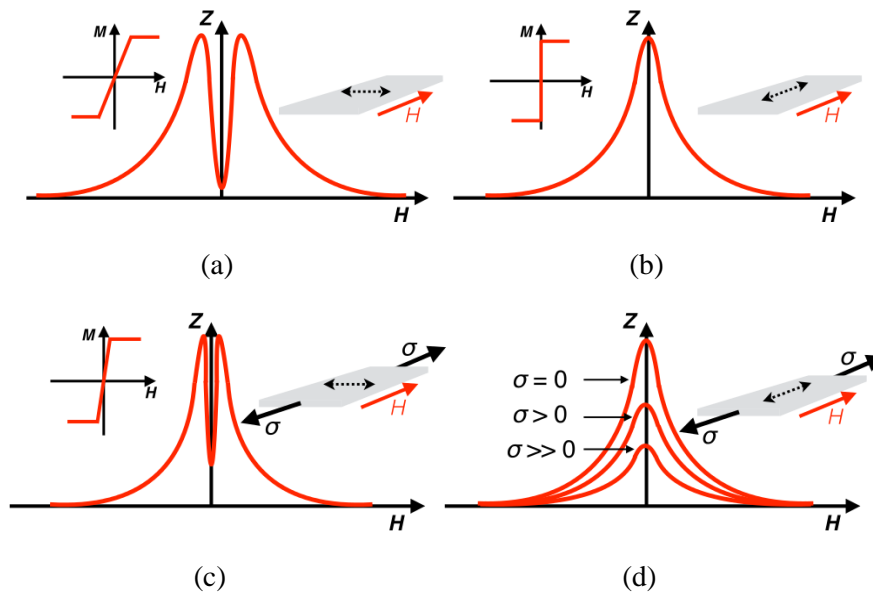
$$K = \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \quad (1.7)$$

que produce un cambio en la permeabilidad del material [4]. Este es el denominado efecto de magnetostricción inverso.

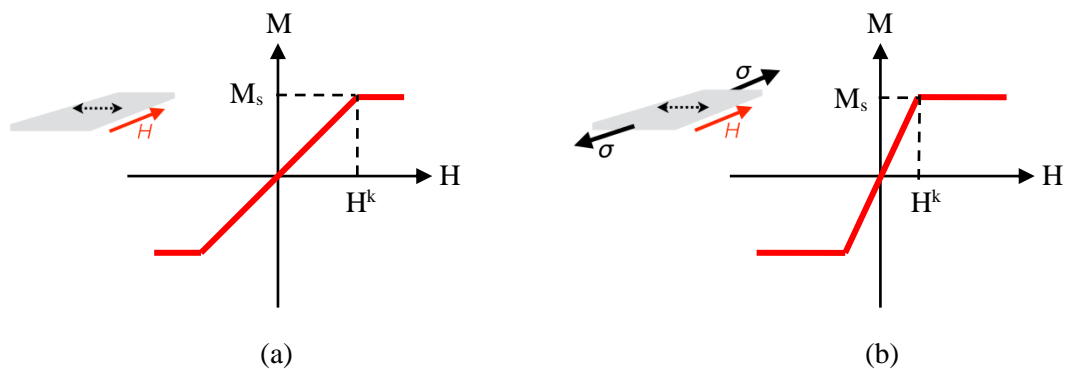
Si  $\lambda_s > 0$ , el material al que se somete el esfuerzo (supuesto positivo,  $\sigma > 0$ ) desarrolla un eje fácil en la dirección del esfuerzo, que “compite” con la anisotropía inducida (durante la preparación de la muestra) transversal (figura 1.3c) o se “añade” a la longitudinal (figura 1.3d), lo que se traduce en una reducción en el valor de la impedancia de la muestra.

Las películas delgadas [Py/Ti]<sub>4</sub>/Cu/[Py/Ti]<sub>4</sub> de este proyecto, poseen una anisotropía inducida (durante la deposición *sputtering*) transversal a la dirección del campo magnético aplicado y de la corriente  $ac$  que por ellas fluye (figura 1.4a). Cuando se

somete a la muestra a un esfuerzo positivo ( $\sigma > 0$ ) se induce una anisotropía longitudinal acorde a lo visto en las ecuaciones (1.6) y (1.7). Aparece así un efecto de anisotropía mixta [7]. Al contrario de lo que se pudiera pensar, la imanación total no se obtiene de la suma vectorial de la contribución de cada una de las dos componentes. En vez de ello, y de acuerdo al estado de mínima energía, la imanación se orientará en la dirección cuya componente sea mayor, y con una magnitud que será la resta de ambas contribuciones. Así la posición del campo de anisotropía irá descendiendo (figura 1.4b), hasta que la componente longitudinal supere a la transversal (si se diera el caso).



**Figura 1.3:** Efecto de un campo magnético aplicado longitudinalmente y un esfuerzo positivo sobre una película delgada con magnetostricción positiva ( $\lambda_s > 0$ ). La curva de MI tiene dos picos para muestras con anisotropía transversal (a), y un único pico para anisotropías longitudinales (b). Un esfuerzo (*stress*) positivo reduce la anisotropía transversal (c) o refuerza la longitudinal (d) y la permeabilidad en la dirección del campo magnético aplicado.



**Figura 1.4:** a) Ciclo de histéresis de una muestra con anisotropía inducida (durante su preparación) transversal a la dirección del campo magnético aplicado y de la corriente *ac* que fluye por ella. b) Cuando se somete la muestra a un esfuerzo positivo se induce una anisotropía longitudinal. Mientras esta sea menor que la transversal con la que compite, el  $H^k$  irá disminuyendo. En el caso extremo en que la componente longitudinal supere a la contribución transversal, se tendría el caso de la figura 1.3b.

El efecto deformación-impedancia es normalmente cuantificado como el cambio relativo de impedancia (a campo cero) como función del esfuerzo aplicado y puede alcanzar valores del 250 % para un hilo amorfo FeCrSiB [11] con magnetostricción positiva ( $\lambda_s = 12 \times 10^{-6}$ ). Por sus excelentes resultados, el efecto deformación-impedancia ha sido propuesto repetidamente como un candidato para el desarrollo de sensores de deformación (*strain*  $\varepsilon$ ), y esfuerzo (*stress*  $\sigma$ ), en competencia con las extendidas galgas extensiométricas. Las galgas extensiométricas resistivas presentan una pequeña dependencia de la resistencia eléctrica (*dc*) con la deformación aplicada.

$$R = R_0(1 + K\varepsilon) \quad (1.8)$$

Donde  $R_0$  es la resistencia nominal (de cientos de ohmios, típicamente), y  $K$  es el factor de galga, que suele tener un valor de 2 para galgas metálicas (Cu-Ni o Ni-Cr), y 120 para galgas basadas en semiconductores.

## 1.4 Objetivos del proyecto

Este trabajo de fin de grado se sustenta principalmente en los extraordinarios resultados de magnetoimpedancia en películas delgadas con estructura sándwich multicapa basadas en Permalloy cuando son depositadas sobre obleas de silicio [12]. Sin embargo, en este trabajo se ha optado por un sustrato flexible COP (*cyclic olefin polymer*), de rugosidad conocida, con objeto de someter a la muestra a diferentes deformaciones. Las propiedades magnéticas y la MI serán entonces estudiadas en función de estos esfuerzos. Así, el plan de trabajo ha sido el siguiente:

- Revisión bibliográfica sobre la magnetoimpedancia y el efecto deformación-impedancia (*stress-impedance effect*).
- Preparación de las películas delgadas sobre sustrato flexible COP.
- Diseño y construcción del portamuestras que permita deformar de manera controlada la muestra de estudio.
- Análisis crítico y síntesis de los resultados. Estudio de las propiedades magnéticas (ciclos de histéresis - MOKE), y medidas de magnetoimpedancia.

## 2 MÉTODOS EXPERIMENTALES

La magnetoimpedancia es un proceso electromagnético gobernado por las ecuaciones de Maxwell. En principio si la simetría del problema, los materiales y las condiciones de contorno son conocidas, la respuesta de MI de un material puede ser calculada. Sin embargo, sólo si existe gran simetría en el problema se pueden obtener soluciones analíticas [1]. Por ello, la base de este trabajo está sustentada principalmente en los extraordinarios resultados que se han obtenido de MI en una película delgada con estructura sándwich  $[\text{FeNi/Ti}]_4/\text{Cu}/[\text{FeNi/Ti}]_4$  cuando es depositada sobre Si [12].

Por supuesto se buscará recoger de la forma más precisa posible los datos de la magnetoimpedancia en cualquiera que fuese el sistema. Por tanto y para poder hablar de ello, es necesario primero hacer una definición de la MI.

### 2.1 Cuantificación de la magnetoimpedancia

La MI es cuantificada por el cambio relativo de la impedancia (ratio de magnetoimpedancia) producida por un campo magnético externo, usualmente expresada en porcentaje. Existen varias maneras aceptadas de definir este parámetro [6]. La variación de  $Z$  puede ser medida relativamente a la impedancia a campo magnético nulo.

$$MI(\%) = \frac{Z - Z(H=0)}{Z(H=0)} \times 100 \quad (2.1)$$

Donde  $Z$  representa tanto la parte real como la imaginaria, o el valor absoluto de la impedancia. La MI también puede ser referida a la impedancia al máximo campo magnético aplicado durante la medida.

$$MI(\%) = \frac{Z - Z(H_{m\acute{a}x})}{Z(H_{m\acute{a}x})} \times 100 \quad (2.2)$$

Si  $H_{m\acute{a}x}$  es suficientemente grande como para saturar completamente la muestra, entonces la expresión anterior es equivalente a

$$MI(\%) = \frac{Z - Z_{sat}}{Z_{sat}} \times 100 \quad (2.3)$$

La cual comúnmente es remplazada por

$$MI(\%) = \frac{Z - R_{dc}}{R_{dc}} \times 100 \quad (2.4)$$

$R_{dc}$  puede ser medida a frecuencia nula, y así se elimina la incertidumbre de si la muestra está totalmente saturada o no.

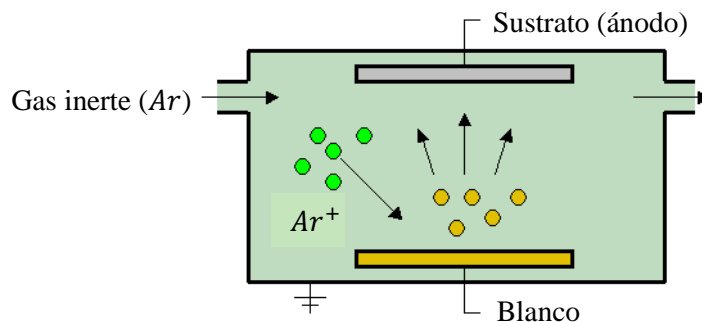
Todas las fórmulas anteriores están definidas para cualquier valor de la curva  $Z(H)$ . El máximo valor absoluto de la MI es una importante figura de mérito, y se calcula reemplazando  $Z$  por  $Z_{m\acute{a}x}$  en las expresiones. Durante el presente trabajo esta será entonces la definición de MI que se utilice:

$$MI(\%) = \frac{Z_{m\acute{a}x} - Z_{m\grave{a}n}}{Z_{m\grave{a}n}} \times 100 \quad (2.5)$$

Por resultar de mayor interés, lo usual es trabajar con el valor absoluto de las impedancias  $Z_{m\acute{a}x}$  y  $Z_{m\grave{a}n}$  para el cálculo de la MI, y por tanto así será como en este trabajo se hará uso de la ecuación (2.5). Sin embargo esto no excluye la posibilidad de hacer un cálculo de la MI real y/o imaginaria si se cree conveniente.

## 2.2 Sputtering y preparación de las muestras

Si bien no es tema principal de este proyecto, es interesante tener cierto conocimiento sobre el proceso de preparación de las películas delgadas. La introducción de este apartado se debe a que ya fueran estructuras monocapa o multicapa, el primer paso del proyecto es la fabricación de las muestras.



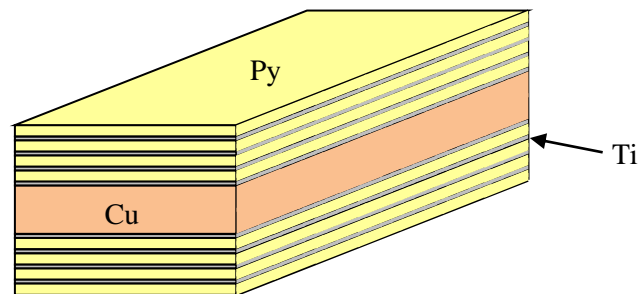
**Figura 2.1:** Diagrama del proceso de *sputtering* en el interior de la cámara de vacío de deposición.

El proceso de deposición *sputtering* es uno de los métodos más usados para la preparación de películas delgadas tanto en la industria, como en la investigación de materiales. Su interés viene de la capacidad de depositar el material sobre el sustrato deseado uniformemente y con un gran control de su composición y características. En el proceso básico de *sputtering* [13] un blanco (cátodo) compuesto del material que se desea depositar (en forma de disco usualmente), es bombardeado con iones de un gas inerte altamente energéticos provenientes de un plasma, frente al objetivo. En este caso el gas inerte es Argon, y así el bombardeo produce que se extraigan átomos del blanco, que serán entonces condensados en el sustrato como una fina capa. También se emiten electrones desde el blanco como resultado del bombardeo de iones, y estos juegan un papel importante a la hora de mantener el plasma. Los iones de  $Ar^+$  se pierden durante



el bombardeo; los electrones emitidos ionizan nuevos átomos de *Ar* y permiten que siga habiendo plasma.

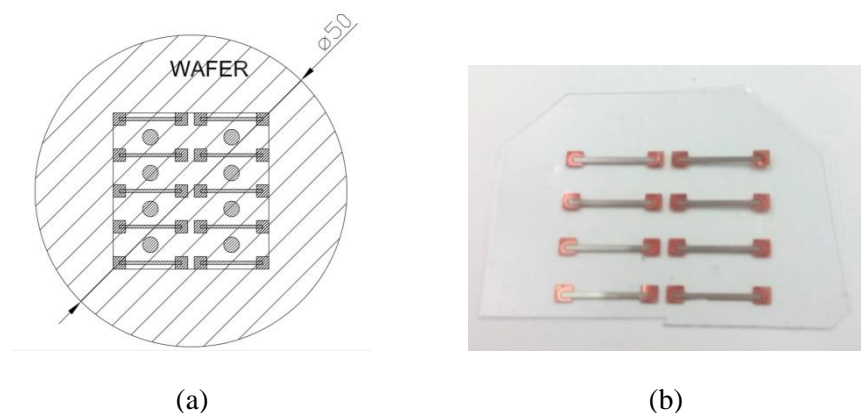
La parte experimental de este proyecto se basa en el estudio de una película delgada con estructura sándwich multicapa  $[\text{Py}/\text{Ti}]_4/\text{Cu}/[\text{Py}/\text{Ti}]_4$  de óptimas prestaciones cuando se deposita sobre sustrato Si [12]. Los espesores de las capas son de 100 nm para el Permalloy, 6 nm de titanio, y 400 nm de cobre. Donde el Permalloy (Py) es una aleación de Ni (80%) y Fe (20%),  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ .



**Figura 2.2:** Estructura de la película delgada con estructura sándwich multicapa  $[\text{Py}/\text{Ti}]_4/\text{Cu}/[\text{Py}/\text{Ti}]_4$ . Py 100 nm (amarillo), Ti 6 nm (plateado) y Cu 400 nm (marrón).

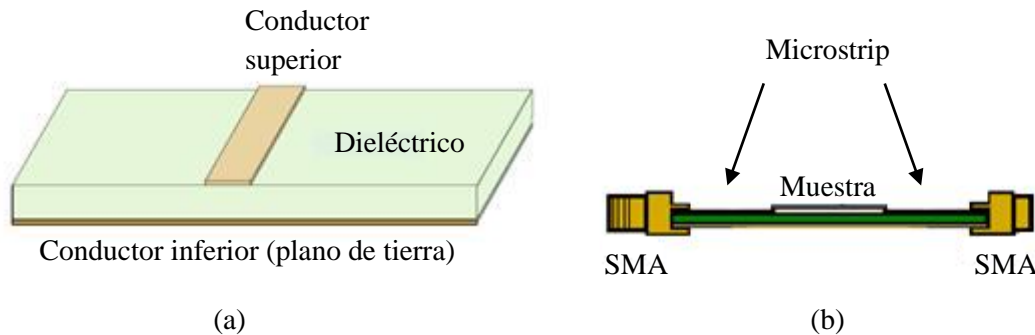
Los efectos de MI en las películas delgadas dependen tanto de su espesor, como de la anchura y longitud. En esta ocasión los contactos fueron depositados con máscara metálica sobre un sustrato flexible COP (*cyclic olefin polymer*) de rugosidad conocida; para posteriormente depositar las muestras también con máscara metálica con un campo magnético aplicado transversal (así se logrará la anisotropía transversal deseada).

Con este método el material deseado sólo será depositado sobre el sustrato con la silueta de la máscara deseada (ligeramente mayor), y no será por tanto necesaria una posterior fase de fotolitografía. Un ejemplo de esta máscara metálica para la deposición de las muestras se puede observar en la figura 2.3a. Se tienen así ocho muestras depositadas en el mismo sustrato COP (figura 2.3b), que podrán, por las características del sustrato, ser recortadas con un bisturí para tratar las muestras individualmente.

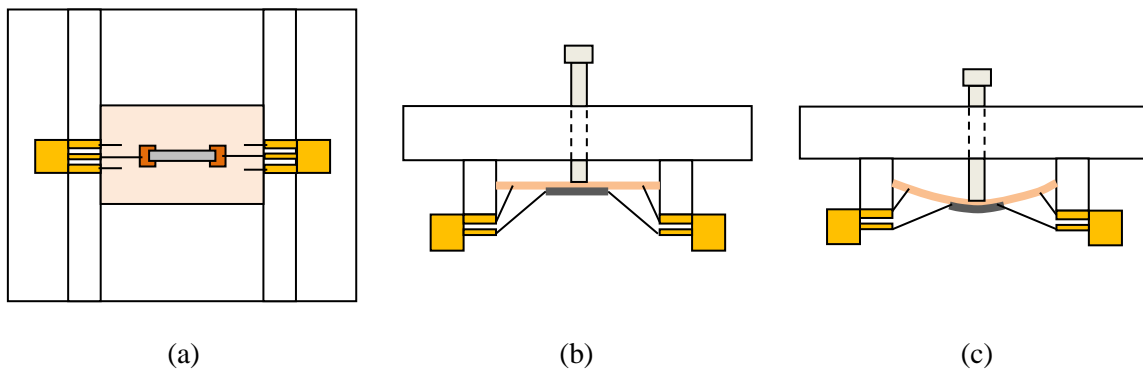


**Figura 2.3:** Ejemplo de máscara metálica (a) para la deposición de las muestras sobre un sustrato flexible COP (*cyclic olefin polymer*) (b).

Para medidas tradicionales de MI se utilizan las denominadas líneas de transmisión microstrip. Sus ventajas son la simplicidad, versatilidad y amplio ancho de banda. Estas consisten en una estrecha línea de conductor plano sobre un sustrato dieléctrico con otro conductor en su cara opuesta, mucho más ancho que el primero, que es el encargado de cerrar el circuito.



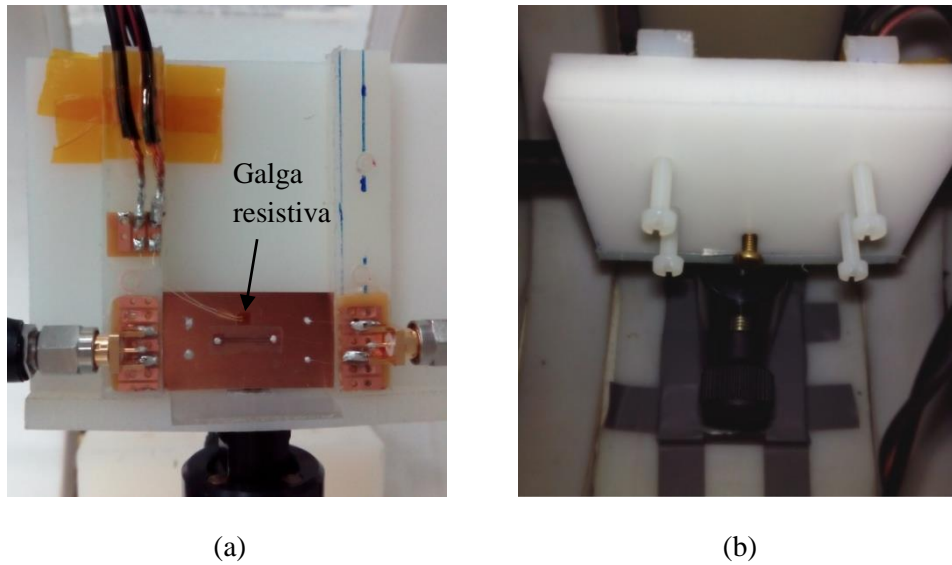
**Figura 2.4:** Esquema de una línea de transmisión microstrip (a), y portamuestras (b) basado en líneas de transmisión microstrip, con la muestra fijada. Los conectores SMA para la conexión de la guía de ondas permiten realizar las medidas de magnetoimpedancia.



**Figura 2.5:** Diseño del portamuestras que permite aplicar una deformación controlada a la muestra de estudio. Alzado (a); y planta, con la muestra sin deformar (b), y con la muestra deformada gracias al tornillo (c).

Para este proyecto en cambio no se hace uso directo de estas líneas microstrip. Estamos interesados en un estudio de los ciclos de histéresis (MOKE – apartado 2.4) y de la MI, ambos en función de la deformación de la muestra. Por ello se ideó el instrumento de la figura 2.5. En él, una única muestra sobre sustrato COP está pegada con el adhesivo mixto M-Bond 600 (extendido entre las galgas extensiométricas), sobre una lámina rectangular (32 x 17 x 0.2 mm) de  $\text{Cu}_{98}\text{Be}_2$ , idónea por sus características elásticas. Este hará a su vez el papel de conductor inferior (por analogía con las líneas microstrip). Una estructura simétrica de filamentos de cobre de 50  $\mu\text{m}$  de diámetro permite la conexión entre los conectores SMA y la aleación CuBe, así como la conexión con los contactos de la muestra (ambas conexiones mediante tintura de plata). Un tornillo se puede enroscar y desenroscar desde la parte trasera del instrumento. Mediante él, se podrá aplicar una deformación controlada sobre la muestra. Estas deformaciones son medibles mediante una galga resistiva (figura 2.6) pegada en paralelo muy próxima a la película

delgada. Su valor, en partes por millón (ppm) son medidas con un puente de Wheatstone comercial (de calibrado electrónico).



**Figura 2.6:** a) Parte delantera del instrumento diseñado para medidas simultáneas de magnetoimpedancia y los ciclos de histéresis (MOKE) en función de la deformación de la muestra. b) Parte trasera del instrumento. En ella se puede ver el tornillo que aplica la deformación.

Nótese que en esta configuración la película delgada sobre el sustrato flexible COP, se usa del mismo modo que lo haría una galga resistiva. Y es que es este el propósito que busca resolver este TFG: la viabilidad de las películas delgadas basadas en Permalloy sobre sustratos flexibles como galgas extensiométricas.

### 2.3 Medidas de magnetoimpedancia en el laboratorio

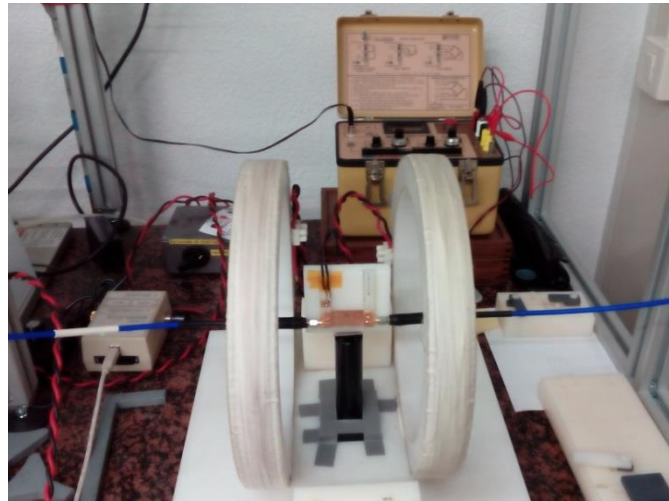
Aunque el circuito de medida no es el más idóneo para RF, se trabajará con frecuencias suficientemente altas como para que nos encontremos en una situación en que la longitud de onda asociada a la onda electromagnética sea comparable al tamaño del circuito de medida y por tanto la electrónica se comporta de manera totalmente diferente a la electrónica simplificada de baja frecuencia. La tensión y la corriente no variarán sólo en el tiempo, sino también en el espacio, es decir, en un mismo instante no todos los puntos del circuito presentarán una misma  $V$  e  $I$ . Será necesario por tanto un método distinto para la medida de la impedancia  $Z$ . Esta se deduce a partir de medidas de potencia. Un analizador de redes genera una onda electromagnética que se propaga por la línea de transmisión (cables), y al llegar a la carga (la muestra) parte de la onda es absorbida y parte es reflejada, regresando al analizador. La impedancia de la carga se asocia a un coeficiente de reflexión  $\Gamma$ , magnitud compleja definida como la razón entre las potencias de las ondas incidente y reflejada. La lectura de este coeficiente se puede interpretar mediante la carta de Smith.

Con la muestra en el interior de una estructura como la mostrada en las figuras 2.5 y 2.6, los conectores SMA soldados a ambos lados permiten realizar las medidas de impedancia usando la red de cables preciso de RF.

El campo magnético externo aplicado a las películas delgadas será creado mediante bobinas de Helmholtz. Estas proporcionan un campo suficientemente homogéneo en el eje que cruza los centros de ambos anillos. Las bobinas de Helmholtz están alimentadas por una fuente de corriente monopolar, cuya polaridad se puede invertir gracias a un relé electromecánico (Apéndice A) cuando el valor de la corriente llegue a cero. De esta forma podemos producir campos magnéticos tanto positivos como negativos (misma dirección y sentido opuesto). Que el relé se active para valores muy próximos a cero, y no antes, es crucial para evitar problemas técnicos. Debido a que todos los compuestos con propiedades magnéticas poseen histéresis, las medidas de MI deberán hacerse para campos crecientes (*H up*) y decrecientes (*H down*).

Usaremos el sistema cegesimal, que usa el *Oersted*, y cuya equivalencia en el S.I. es:

$$1 Oe = \frac{1000}{4\pi} A \cdot m^{-1} \cong 79.577 A \cdot m^{-1} \quad (2.6)$$



**Figura 2.7:** Bobinas de Helmholtz con el circuito de medida en su interior, situado céntricamente de forma que el campo magnético sea lo más homogéneo posible. Al fondo de la imagen se puede observar un puente de Wheatstone comercial (con calibrado electrónico) para medir las deformaciones de la galga extensiométrica en ppm.

### 2.3.1 Líneas de transmisión

En alta frecuencia, la propagación guiada de las señales se realiza por medio de líneas de transmisión. Un adecuado cálculo del coeficiente de reflexión requiere una primera calibración. Las guías de onda, con una longitud finita, presentan sus propios coeficientes de reflexión. La situación de estas (cuán dobladas estén, por ejemplo) pueden influir igualmente; por ello es importante tratar de realizar los experimentos con

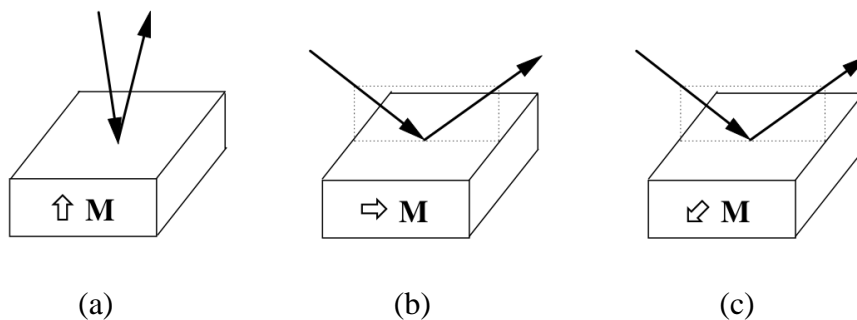
las guías lo menos flexionadas posible y siempre en la misma posición. En el estudio de la MI los únicos datos interesantes son los de la muestra. Por tanto otro valor a sustraer de las mediciones finales es el valor de la impedancia que introduzca el circuito de medida. Para realizar estas tareas el analizador de redes *ENA Series Network Analyzer E5071C* de *Agilent* dispone de su propio kit de calibrado. Esta calibración puede ser guardada de forma que la contribución a la impedancia del circuito de medida sea compensada en los valores finales.

## 2.4 Medidas magnéticas en el laboratorio - MOKE

El MOKE (*magneto-optic Kerr effect*) ha sido de gran interés en los últimos años, debido a su precisión, gran resolución espacial y temporal, y rápida respuesta. Ello ha contribuido a que el MOKE se haya convertido en un potente método de estudiar propiedades magnéticas en películas delgadas y multicapas.

El efecto Kerr describe el cambio de polarización de la luz cuando esta es reflejada en un material magnético. De este modo, luz linealmente polarizada experimenta una rotación del plano de polarización, rotación Kerr  $\theta_k$ , y una diferencia de fase entre las componentes del campo eléctrico reflejado [14].

Debido a las diferentes direcciones de imanación relativas al plano de incidencia de la luz, hay tres diferentes configuraciones para el MOKE.

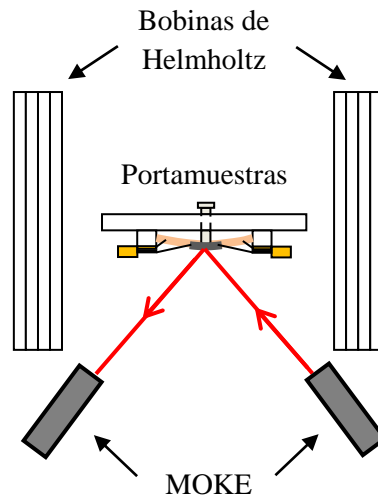


**Figura 2.8:** Diferentes configuraciones del MOKE. Polar (a), longitudinal (b) y transversal (c).

En la configuración MOKE polar (figura 2.8a), la imanación  $\vec{M}$  es perpendicular a la superficie de la muestra. En el caso del MOKE longitudinal (figura 2.8b)  $\vec{M}$  es paralelos a la superficie de la muestra y al plano de incidencia. Y en el modo transversal (figura 2.8c)  $\vec{M}$  es paralelo a la superficie de la muestra y perpendicular al plano de incidencia.

Uno de los objetivos de este trabajo es analizar los ciclos de histéresis de la muestra para cada una de las deformaciones a las que sea aplicada (figura 2.9). La configuración que permite estas medidas puede ser resumida así: una luz incidente polarizada-s del diodo láser atraviesa una lente que la hace converger sobre la muestra. Tras ser reflejada por la muestra magnética, su plano de polarización rota, generando una componente

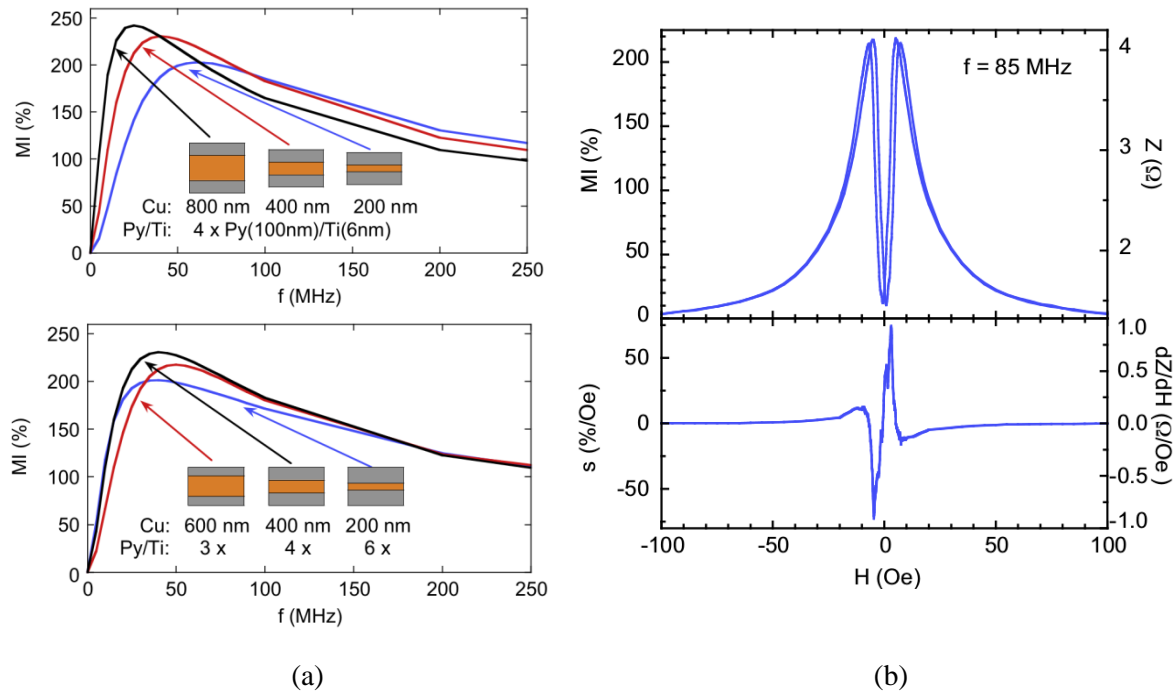
polarizada-p. La luz reflejada es filtrada por un segundo polarizador, prácticamente perpendicular al primero de ellos, esto es, ajustándolo a un ángulo pequeño del eje de extinción.. De esta forma el voltaje de salida recogido por el fotodetector (fotodiodo) es directamente proporcional a la componente de la imanación superficial paralela al plano de reflexión (plano horizontal) sin contribución de ninguna componente en el plano de la muestra. Este láser de 670 nm sirve para caracterizar superficies de un espesor inferior a los 20  $\mu\text{m}$ .



**Figura 2.9:** Configuración que permite la medida de los ciclos de histéresis mediante el MOKE, y de la magnetoimpedancia simultáneamente.

### 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La película delgada  $[\text{Py}/\text{Ti}]_4/\text{Cu}/[\text{Py}/\text{Ti}]_4$  escogida para este trabajo presenta extraordinarios ratios de MI cuando es depositada sobre obleas de silicio [12], tal y como se puede ver en la figura 3.1.



**Figura 3.1:** a) Resultados FEM (*Finite Element Method*) para determinar la estructura óptima de la muestra [12]. Se representan los ratios de MI en función de la frecuencia, para películas delgadas multicapa con estructura sándwich, con el mismo grosor de las multicapas magnéticas y distintos espesores de la capa de Cu central (arriba); y una muestra de espesor fijo y diferentes configuraciones compatibles con capas de Py (100 nm) y Ti (6 nm) (abajo). b) Las curvas representan la magnetoimpedancia (arriba) y la sensibilidad (abajo) en función del campo magnético aplicado para una muestra  $[\text{Py}/\text{Ti}]_4/\text{Cu}/[\text{Py}/\text{Ti}]_4$  (Py: 100 nm, Ti: 6 nm, y Cu: 400 nm) depositada sobre oblea de silicio, medida a 85 MHz, la frecuencia en la que el ratio MI es máximo experimentalmente.

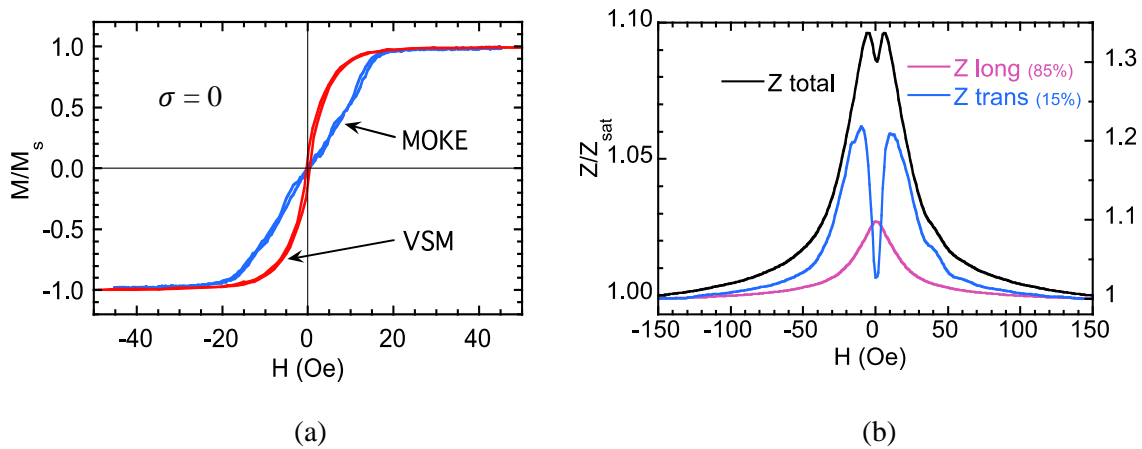
La deposición sobre sustrato flexible COP reduce considerablemente los ratios de magnetoimpedancia como se puede observar en el siguiente apartado. Esto puede ser causado durante el proceso de deposición, por la baja conductividad térmica del sustrato COP.

El inevitable calentamiento de la muestra degrada las propiedades magnéticas de las capas inferiores de las películas de Py, entorpeciendo la formación de una anisotropía transversal bien definida que se induce durante la deposición *sputtering*.

A pesar de unos ratios pequeños de MI los resultados que a continuación se van a mostrar resultan favorables en otros sentidos.

### 3.1 Efectos de la magnetostricción

Las medidas magnéticas confirman la hipótesis: el ciclo de histéresis con el MOKE en la superficie de la muestra revela una anisotropía transversal bien definida, mientras que el ciclo medido en el VSM (*vibrating sample magnetometer*), que promedia la contribución de toda la muestra, presenta una curva mucho más redondeada. La curva de MI también presenta indicios de un comportamiento mixto [7], pues los dos picos característicos de una anisotropía transversal están pobremente definidos. La curva MI puede ser descompuesta en dos contribuciones (impedancias en paralelo) de las dos distintas anisotropías, como se observa en la figura 3.2b, reforzando la conjetura de que en la muestra coexisten separadamente zonas con distintas propiedades.



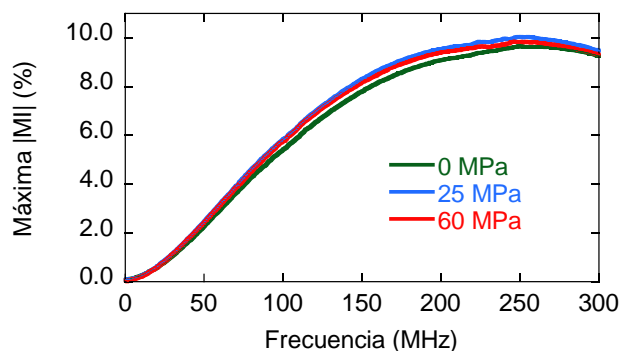
**Figura 3.2:** a) El ciclo de histéresis que corresponde a la superficie de la muestra (MOKE) presenta una anisotropía transversal bien definida que no se observa en el ciclo del VSM (*vibrating sample magnetometer*), que promedia la contribución de toda la muestra. b) La curva MI medida ( $Z$  total, eje izquierdo), muestra dos picos pobremente definidos. La curva se puede descomponer en dos contribuciones ( $Z$  long y  $Z$  trans, eje derecho) correspondientes a las anisotropías longitudinal y transversal respectivamente. Para esta descomposición particular se asume que las capas magnéticas tienen tanto anisotropía puramente longitudinal (85% del espesor), como transversal (15%). La impedancia  $Z$  long corresponde a la medida de impedancia con la mayor deformación aplicada (500 ppm), donde la muestra tendrá íntegramente anisotropía longitudinal.

La magnitud del esfuerzo aplicado a la muestra se calcula a partir de la deformación medida con el puente de Wheatstone comercial, usando esos resultados para la geometría de nuestro problema con el cálculo de un software de elementos finitos (*Fusion 360 - Autodesk*). El resultado  $\sigma = 122$  (GPa)  $\times \epsilon$  proporciona un resultado muy próximo al módulo de Young nominal de la aleación CuBe ( $E = 120$  GPa).

La muestra ha sido sometida a deformaciones que llegan hasta 500 ppm (según la conversión especificada: 60 MPa). Si se representan los máximos valores de magnetoimpedancia, en valor absoluto, y referidas al valor de saturación de la muestra, frente al rango de frecuencias medidas (figura 3.3) se obtiene que independientemente

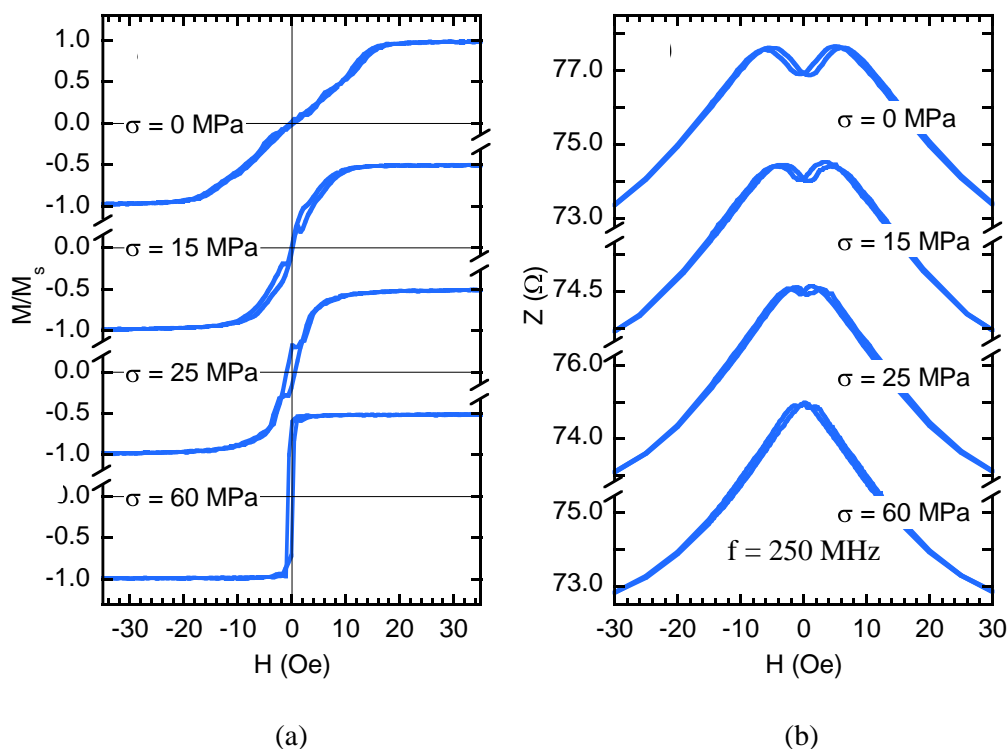


de la deformación de la muestra, el máximo de MI aparece en torno a 250 MHz. Este resultado será interesante a continuación.



**Figura 3.3:** Máximo ratio de MI, en valor absoluto, y referido a la impedancia de la muestra saturada, en función de la frecuencia, para una selección de esfuerzos aplicados.

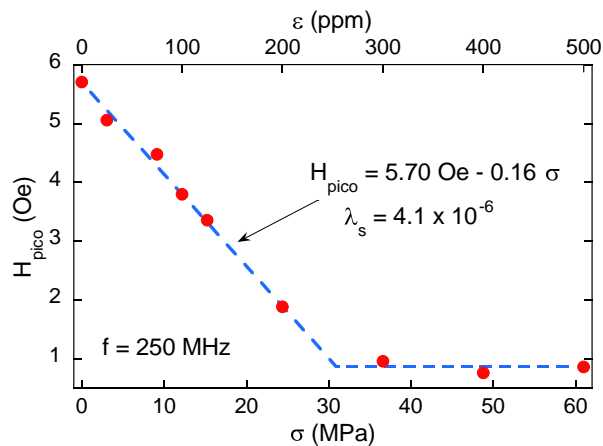
Para cada estado de deformación de la muestra se registran: el estado magnético a través del ciclo de histéresis medido con el MOKE (*magneto-optical Kerr effect*), y la curva de magnetoimpedancia. Para la discusión de resultados es importante recordar que el MOKE sólo caracteriza la superficie de la muestra (por debajo de un espesor de 20 nm).



**Figura 3.4:** Efecto sobre el comportamiento magnético (a), y de la magnetoimpedancia (b) de la muestra para diferentes esfuerzos aplicados. Hay un incremento de la anisotropía magnetoelástica en la dirección longitudinal que “compite” con la anisotropía transversal inducida durante la preparación de la muestra. Sólo se muestra la parte superior de la curva de MI (medida a 250 MHz). Una curva MI en todo el rango del campo aplicado se puede ver en la figura 3.2b.

El esfuerzo aplicado a la muestra (a través de la deformación de la lámina CuBe) produce cambios significativos en las propiedades magnéticas y la respuesta MI de la muestra. La figura 3.4 muestra el ciclo de histéresis del MOKE y las curvas de MI para unos valores seleccionados de deformaciones. Como el esfuerzo aplicado es positivo ( $\sigma > 0$ ), el comportamiento que se observa es el de una muestra con magnetostricción positiva: la anisotropía magnética transversal decrece debido al importante crecimiento de la anisotropía magnetoelástica longitudinal inducida. En las curvas de MI la consecuencia es que la posición del máximo de los picos converge a campos más pequeños, y la curva termina por convertirse en una curva de MI con un único pico para un esfuerzo del orden de 30 MPa.

Como la posición del máximo está relacionada con el valor del campo de anisotropía se puede estimar el valor de la constante de magnetostricción, de la pendiente de la figura 3.5, como  $\lambda_s = 4 \times 10^{-6}$ . Hay que señalar que muestras gruesas (*bulk*) de Permalloy Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub> no son magnetostrictivas ( $\lambda_s \approx 0$ ) [15]; pero en la forma de películas delgadas, la literatura reporta una amplia gama de valores para  $\lambda_s$ , inclusive con diferente signo [16-18]. Estas grandes variaciones pueden estar causadas en primer lugar, por pequeños cambios en la composición del Permalloy, y en segundo lugar por la influencia de los efectos de superficie y/o las configuraciones que lo alejen de la configuración *bulk*. Con esto en mente, el valor para  $\lambda_s$  encontrado en este trabajo parece razonable, sobre todo considerando que la muestra cuenta con varias capas de Py.



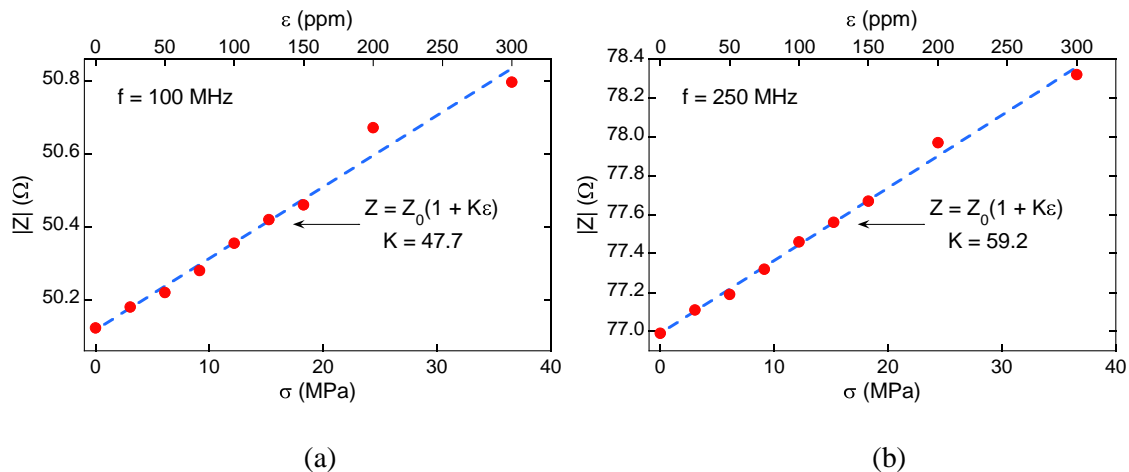
**Figura 3.5:** Evolución de la posición del máximo de la magnetoimpedancia en función del esfuerzo aplicado (o de la deformación análogamente). La posición del pico está estrechamente relacionada con el valor efectivo del campo de anisotropía  $H^k$  en las curvas de MI con dos picos (apartado 1.1), por tanto, la constante de magnetostricción se puede determinar a partir de la pendiente de la gráfica usando las ecuaciones (1.6) y (1.7).

### 3.2 Muestra como sensor de deformación

El efecto deformación-impedancia de la muestra está evaluado a campo aplicado nulo. La impedancia muestra linealidad hasta una deformación de 300 ppm, como se muestra en la figura 3.6b para los valores de impedancia medidos a 250 MHz. En relación a la ecuación (1.8), si la recta se expresa de la forma,

$$Z = Z_0(1 + K\varepsilon) \quad (3.1)$$

siendo  $Z_0$  la impedancia a  $\sigma = 0$  MPa, como es usual con las galgas extensiométricas, la muestra presenta un factor de galga,  $K$ , cercano a 60, unas 30 veces mayor que las galgas extensiométricas metálicas. La linealidad de la curva  $Z - \sigma$  a campo aplicado nulo también se presenta para otras frecuencias de medida, pero los factores de galga que se obtienen son menores. A 100 MHz, por ejemplo, el factor de galga es próximo a 48 (figura 3.5a).



**Figura 3.6:** Efecto deformación-impedancia determinado a partir de las curvas MI medidas a frecuencia de 100 MHz (a) y 250 MHz (b). El valor de  $Z$  a campo aplicado cero está representado como una función del esfuerzo (y deformación) aplicado.

El comportamiento lineal ocurre en el rango de  $\sigma$  donde la curva MI tiene dos picos apreciables, esto es, predomina la anisotropía transversal. La reducción del  $H^k$  efectivo que provoca que los picos se acerquen, produce un incremento de los valores de impedancia  $Z$  a campo aplicado cero. Cuando la curva MI termina por convertirse en una curva con un único pico, esfuerzos mayores provocan un decremento en la impedancia como se mostraba en la figura 1.3d. Si la muestra presenta un comportamiento con doble pico bien definido, el rango lineal de la curva  $Z - \sigma$  podría ser extendido considerablemente. Además mostraría posiblemente un factor de galga mayor. Por tanto, es de esperar, que si la muestra hubiera sido depositada sobre un sustrato flexible con los mismos resultados extraordinarios de MI que mostraba sobre obleas de Si, el empleo de estas muestras como sensores de deformación podría crecer notablemente.

Unos mejores resultados con esta película delgada multicapa basada en Permalloy se podrían lograr con un mayor control de la temperatura del sustrato COP durante el proceso de deposición; y estudios en tal dirección se encuentran en proceso actualmente.

En cualquier caso, los resultados obtenidos en este trabajo de estructuras basadas en Permalloy sobre sustratos flexibles son positivos. Queda demostrada la viabilidad de que las muestras pueden ser utilizadas satisfactoriamente como galgas extensiométricas. Además, permiten determinar sencillamente importantes propiedades magnéticas del material tales como el coeficiente de magnetostricción.

## 4 CONCLUSIONES

La aplicación más común de la “gigante” variación de la impedancia de las películas delgadas las convierte en el elemento idóneo para la construcción de sensores con gran sensibilidad a los campos magnéticos comúnmente, y a las deformaciones, como se ha visto. De hecho, esta fue la propuesta que presentó el TFG precursor “Magnetoimpedancia en sistemas homogéneos y heterogéneos” del grado en Física, y que este segundo trabajo trata de completar.

A lo largo de este trabajo de fin de grado se han recogido numerosas medidas experimentales, aunque solo algunas de ellas han sido presentadas. En este apartado de conclusiones se tratará de sintetizar todos los conceptos mostrados y resultados recogidos durante el curso académico 2015-2016 acerca de la magnetoimpedancia y medidas magnéticas.

- La magnetoimpedancia debe su origen principalmente al efecto pelicular (*skin effect*), esto es, a cómo esté distribuida la densidad de corriente en el material.
- Las películas delgadas [Py/Ti]<sub>4</sub>/Cu/[Py/Ti]<sub>4</sub> (Py representa Permalloy Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>) que presentan extraordinarias respuestas de MI depositadas sobre sustrato rígido de silicio, han sido en esta ocasión depositadas sobre un sustrato flexible COP (*cyclic olefin polymer*), con objetivo de evaluar su comportamiento como sensores de deformación.
- Para los experimentos se diseñó un instrumento de medida que permite hacer simuladamente las medidas del ciclo de histéresis (MOKE) y de las curvas de magnetoimpedancia, mientras se somete a la muestra a una deformación controlada. Además, la evolución de la posición del máximo en las curvas MI permite determinar el coeficiente de magnetostricción de la muestra.
- En esta ocasión, las propiedades magnéticas de las capas inferiores de Py han sufrido cierta degradación, probablemente debido a un sobrecalentamiento de la muestra durante el proceso de deposición, por la baja conductividad térmica del sustrato COP. Consecuencia de la degradación, los ratios de magnetoimpedancia son inferiores a los de la muestra depositada sobre silicio.
- Se ha comprobado el efecto de magnetostricción inversa, esto es, el material cambia sus propiedades magnéticas cuando se aplica un esfuerzo. En este caso, una anisotropía longitudinal (resultado de un esfuerzo aplicado positivo) “compite” con la anisotropía transversal inducida (durante la deposición) que posee la muestra. A partir de la posición de los máximos de la curva MI, que se desplazan acorde a la deformación a la que se somete la muestra, se obtiene información magnetoelástica del material. La linealidad de la curva  $H_{pico} - \sigma$

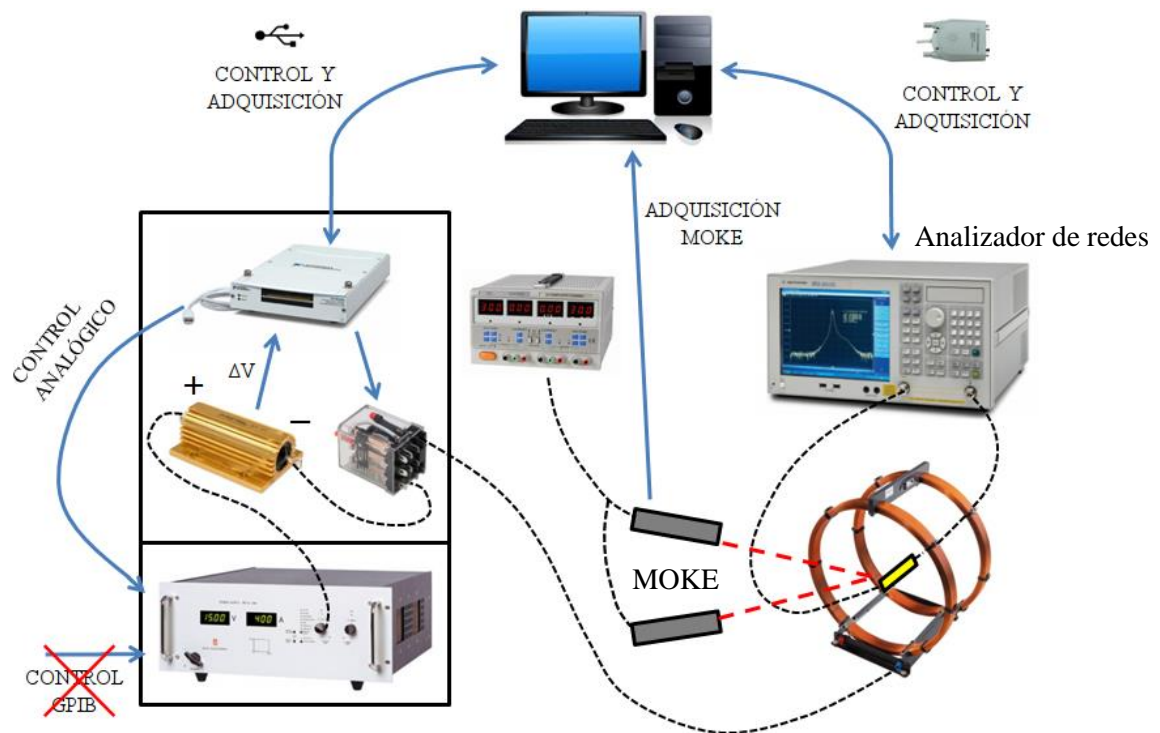
se mantiene hasta un esfuerzo del orden de 30 MPa, y de ella se obtiene una constante de magnetostricción positiva para el material, de valor  $\lambda_s = 4 \times 10^{-6}$ .

- Las películas delgadas sobre sustrato flexible han demostrado un positivo efecto deformación-impedancia, lo que las convierte en potenciales galgas extensiométricas con una sensibilidad mejorada respecto a las galgas metálicas. El mejor resultado se obtiene a una frecuencia de 250 MHz, con un factor de galga de 60 (treinta veces mayor que las galgas metálicas).
  
- Las conclusiones positivas que se han obtenido sobre las películas delgadas multicapa, basadas en Permalloy, cuando son depositadas sobre sustratos flexibles, han permitido que los resultados de este trabajo de fin de grado queden representados en el artículo científico “Thin-Film Magnetoimpedance Structures Onto Flexible Substrates as Deformation Sensors”, que será próximamente publicado bajo la autoría de Alfredo García-Arribas, Lander Combarro, Maite Gorieta-Goikoetxea, Galina V. Kurlyandskaya, Andrey V. Svalov, Eduardo Fernández, Iñaki Orue, y Jorge Feuchwanger. Además el proyecto ha logrado la aceptación para ser expuesto en la 11ª edición de la EMSA (*European Magnetic Sensors and Actuators Conference*), que tendrá lugar en Torino, Italia, del 12 al 15 de julio de 2016.

# APÉNDICE A

## A.1 Control y medida

Para el control de los experimentos realizados en el laboratorio de magnetismo de la UPV/EHU para este trabajo se ha utilizado principalmente la herramienta de software LabVIEW. El esquema de la figura A.1 pretende dar una idea de las conexiones físicas que permiten el correcto funcionamiento de los instrumentos de medida, y la recogida de datos.



**Figura A.1:** Esquema de los elementos para las medidas de MI y MOKE.

El PC es el encargado de comandar, mediante la herramienta de software LabVIEW los elementos necesarios para hacer las medidas de MI y del MOKE que hemos explicado previamente. Ambos experimentos son independientes, y a continuación se resume su funcionamiento.

Como si de una estructura circular se tratara el proceso para medidas de MI comienza con la interfaz gráfica de LabVIEW [19] que permite la elección de algunos de los parámetros. Entre ellos están el nombre de los ficheros que se generan, los límites del campo magnético que se quiere aplicar, y la altura de los escalones que este deberá seguir (el efecto de la MI es importante para campos magnéticos próximos al cero, por ello entorno a este valor el campo se hará crecer y decrecer en pequeños pasos). El PC se comunica mediante una conexión USB con la tarjeta DAQ de *National Instruments*

*USB-6259*<sup>(1)</sup> que controla analógicamente el generador de corriente monopolar de *Delta-Elektronika*.

En las bobinas de Helmholtz el campo es proporcional a la corriente que fluye por ellas. La corriente que se les será proporcionada está en constante control mediante una resistencia patrón (de 33  $\Omega$ ). La tarjeta DAQ mide la caída de tensión en ella y controla la intensidad que proporciona a las bobinas mediante un control PID. Como la fuente es monopolar, para conseguir el campo en el sentido contrario, se activa un relé electromecánico cuando el valor de la corriente es muy próximo a cero. Es de vital importancia que el relé se active únicamente para valores de corriente muy próximos a cero, o el riesgo de un arco eléctrico fundiría los circuitos.

Para cada campo, para cada frecuencia del rango de medida, el analizador de redes *ENA Series Network Analyzer E5071C* de *Agilent* recoge el valor de la impedancia, y almacena estas columnas de datos en un fichero. Hay que recordar que previamente el analizador de redes se ha calibrado para eliminar la contribución a la impedancia del propio circuito de medida.

En segundo lugar tenemos el MOKE, que proporcionará la información magnética de la superficie de la muestra. El experimento es externo al de la MI, lo que permitirá hacer simultáneamente a estas medidas del ciclo de histéresis. Una fuente de tensión alimenta el láser y el receptor del MOKE (cuyo funcionamiento está expuesto en el apartado 1.4), y de nuevo el software LabVIEW permite el control, medida y adquisición de datos directamente en el ordenador.

<sup>(1)</sup> Entradas analógicas: 16 diferenciales; Resolución entrada: 16 bits; Máximo muestreo: 1.25MS/s (compartidos entre los canales); Salidas analógicas: 4; Resolución salida: 16 bits; Máximo muestreo: 2.86MS/s



## BIBLIOGRAFÍA

- [1] L. Combarro Expósito y A. García-Arribas, “Magnetoimpedancia en sistemas homogéneos y heterogéneos”, Trabajo Fin de Grado de Física UPV/EHU, España, sep. 2015.
- [2] E. Fernández Martín, “Thin-film Magnetoimpedance micro-structures for sensing applications”, Tesis doctoral UPV/EHU, España, oct. 2013.
- [3] Manh-Huong Phan, y Hua-Xin Peng, “Giant magnetoimpedance materials: Fundamentals and applications”, *Progress in Materials Science*, vol. 53, pp. 323-420, 2008.
- [4] B. D. Cullity y C. D. Graham, “Magnetostriction and the effect of stress” en “Introduction to magnetic materials”, 2ª ed. New Jersey, USA, Wiley-IEEE Press, 2009.
- [5] L.D. Landau, y E.M. Lifshitz, “Teoría clásica de los campos - Volumen 2”, 2ª ed. Barcelona: Reverté, 1987.
- [6] D. de Cos Elices, “Magnetoimpedancia de muestras planas en alta frecuencia”, Tesis doctoral UPV/EHU, España, dic. 2006.
- [7] B. D. Cullity y C. D. Graham, “Magnetic anisotropy” en “Introduction to magnetic materials”, 2ª ed. New Jersey, USA, Wiley-IEEE Press, 2009.
- [8] M. Knobel, y K. R. Pirota: “Giant magnetoimpedance: concepts and recent progress”, *MMM Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 242-245, pp. 33-40, 2002.
- [9] L. V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, y M. Noda: “Giant magneto-impedance and magneto-inductive effects in amorphous alloys (invited)”, *AIP Journal of Applied Physics*, vol. 76, núm. 10, pp. 6198-6203, nov. 1994.
- [10] Robert C. O’Handley, “Magnetoelastic effects” en “Modern Magnetic Materials: principles and applications”, 1ª ed. EEUU, Willey-Interscience, enero, 2000.
- [11] N. Bayri and S. Atalay, “Giant stress-impedance effect in  $\text{Fe}_{71}\text{Cr}_7\text{Si}_9\text{B}_{13}$  amorphous wires”, *J. Alloy. Compd*, vol. 381, pp. 245-249, 2004.
- [12] A. García-Arribas, E. Fernández, A. Svalov, G. V. Kurlyandskaya, J. M. Barandiaran, “Thin-film magneto-impedance structures with very large sensitivity”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 400 (2016) 321-326.
- [13] P. J. Kelly, y R. D. Arnell: “Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications”, *Vacuum*, vol. 56, pp. 159-172, 2000.

- [14] Z. Q. Qiu, S. D. Bader, “Surface magneto-optical Kerr effect”, *Review of Science Instruments*, vol. 71, num. 3 marzo 2000.
- [15] Richard M. Bozorth, “Ferromagnetism”, 2<sup>a</sup> ed. Piscataway, New Jersey, EEUU, Wiley-IEEE Press, agosto 1993.
- [16] E. Fernández, G. V. Kurlyandskaya, A. García-Arribas and A. V. Svalov, “Nanostructured giant magneto-impedance multilayers deposited onto flexible substrates for low pressure sensing,” *Nanoscale Research Letters*, vol. 7, 230, 2012.
- [17] Y.K. Kim and T.J. Silva, “Magnetostriction characteristics of ultrathin permalloy films,” *Appl. Phys. Lett.* vol. 68, pp. 2885-2886, May 1996.
- [18] R. Sahingoz, M.P. Hollingworth, M.R.J. Gibbs, and S.J. Murdoch, “Magnetoresistance and magnetostriction of Ni 81 Fe 19 and Co 90 Fe 10 mono- and bilayer films,” *J. Magn. Magn. Mater.* vol. 290-291, pp. 1059–1062, 2005.
- [19] Iñaki Orue Goikuria, técnico del servicio de medidas magnéticas en la ZTF/FCT de la EHU/UPV: encargado principal del montaje de la instrumentación del proyecto, así como de la programación en LabVIEW.