

Propiedades magnéticas del sistema $Tb_{0.257}Fe_{0.743}$

Magnetic properties of the system $Tb_{0.257}Fe_{0.743}$

Granada, R. D. A.¹; Betancourth G., D. M.¹; Rojas M. Y.¹;

Bustos R. H.¹ y Oyola L. D.¹

Resumen. Algunas películas de aleaciones amorfas de tierras raras (TR) y metales de transición (MT) se caracterizan por tener propiedades magnéticas, eléctricas, mecánicas y magneto ópticas de gran interés para la construcción de sistemas de almacenamiento de información y dispositivos magnéticos de control. Estas películas pueden presentar alta anisotropía magnética perpendicular uniaxial (AMP) con el eje preferencial de magnetización, sin campo magnético externo, orientado perpendicularmente al plano de la película. Las características mencionadas se pueden obtener en aleaciones con contenidos de TR que abarcan un amplio rango y la selección adecuada del método de obtención de las aleaciones. En este trabajo se prepararon aleaciones en la composición $Tb_{0.257}Fe_{0.743}$ para la preparación de blancos a partir de los cuales se crecieron películas delgadas por pulverización catódica DC. La aleación se realizó a partir de precursores químicos de alta pureza Tb (99.999%) y Fe (99.999%) molidos en un sistema planetario de alta energía Pulverisette Fritsch 7, durante 48 horas, previa preparación de los polvos en una cámara de guantes con atmósfera de Ar.

En el presente artículo se reportan las propiedades estructurales de los polvos una vez molidos obtenidas mediante difracción de rayos X (DRX). Las transiciones de fase magnética por espectroscopía Mössbauer de transmisión (EM) a temperatura ambiente y las propiedades magnéticas extrínsecas en un sistema de medida de propiedades físicas (Physical Property Measurement System PPMS).

Palabras clave: DRX, Mössbauer, TbFe.

Abstract. Some thin films of amorphous alloys of rare earth (RE) and transition metals (TM) are characterized by magnetic properties, electrical, mechanical and mag-

¹ Departamento de Física, Grupo de Ciencia de Materiales y Tecnología Plasma, Universidad del Tolima
*Correo electrónico: dalagranada@gmail.com.

neto-optical of great interest for the construction of storage systems and magnetic devices control. These films exhibit high uniaxial magnetic anisotropy perpendicular (AMP) with the preferential axis of magnetization, without external magnetic field, oriented perpendicularly to the plane of the film. The above features are available in TR content alloys covering a wide range and selection of appropriate method of obtaining alloys. In this work we prepared alloys in the composition $Tb_{0.257}Fe_{0.743}$. for the preparation of targets from which thin films grown by DC sputtering. The alloy was carried out from high purity precursors Tb (99.999%) and Fe (99.999%) milled in a planetary system of high energy Polycet Frish 7, for 48 hours after preparation of the powders in a glove box with Ar . In this paper we report the structural properties of the powders milled once obtained by X-ray diffraction (XRD), Magnetic phase transitions for transmission Mössbauer spectroscopy (MS) at room temperature and extrinsic magnetic properties in a Measurement System Physical Properties (PPMS).

Keywords: XRD, Mössbauer, TbFe.

1. INTRODUCCIÓN

La existencia de la AMP en ciertas películas delgadas de aleaciones amorfas de TR-MT con su eje de magnetización preferencial normal al plano de la película sin campo magnético externo ha suscitado el interés de numerosos investigadores del campo de nuevos materiales y, en especial, del magnetismo desde que fue descubierta en 1973 (Chaudhari, 1973). A partir de este descubrimiento, se desarrollaron estudios detallados de las propiedades magnéticas de estos materiales, los cuales sirvieron de base para ser aplicados como medios de almacenamiento de información magneto óptica y otros dispositivos (Morishita, 1985; Kirchmayz, 1978). Sin embargo, el origen de sus propiedades magnéticas y, en especial, el de la AMP y su dependencia de la naturaleza particular de cada aleación de TR-MT de acuerdo con el contenido de la TR, así como su evolución con el tiempo y la temperatura del proceso de obtención, siguen siendo objeto de gran número de publicaciones científicas. Las cuestiones fundamentales tienen que ver con el origen de la AMP y el acoplamiento magnético entre las TR y MT en polvos y películas.

Chaudhari et al. en 1973, por ejemplo, mostraron que la magnetización de saturación a temperatura ambiente adquiere notorias variaciones cuando se cambia la composición de TR en los blancos pulverizados; este cambio en la magnetización como función de la composición se interpretó respecto del acoplamiento antiferromagnético entre los sistemas de espines de las TR y los MT.

Por otro lado, dada la alta resistividad que presentan estas aleaciones, la conducti-

vidad térmica no es muy elevada, lo que permite tener en ellas regiones de calentamiento local, requisito indispensable para la lectura y escritura de medios magnéticos (Shau, 1990 ; Avignant et al., 1998). Además, al variar la composición de las TR es posible obtener temperatura de curie (T_c) por debajo de 200 °C y existe, además, una temperatura de compensación cercana a la del ambiente en la que se anula la imanación. A esta temperatura el campo coercitivo, que es inversamente proporcional a la magnetización total, es muy alto y asegura la estabilidad de los dominios magnéticos, por lo que es otro requisito para el almacenamiento de información, lo que las hace aún más interesantes como medios magnetoópticos (Avignant et al., 1998; Soliman, et al., 2009).

En el presente artículo se reportan los resultados obtenidos de las propiedades magnéticas de aleaciones de $Tb_{0.257}Fe_{0.743}$ molidos en una atmósfera de argón durante 48 horas, con el fin de preparar blancos para la producción de películas delgadas en esta composición. Se investigaron las propiedades estructurales por medio de difracción de rayos X (DRX), las transiciones de fase magnética por espectroscopía Mössbauer (EM) y las propiedades extrínsecas mediante PPMS.

2. MÉTODO EXPERIMENTAL

Las muestras se prepararon por aleamiento mecánico de polvos en la composición $Tb_{0.257}Fe_{0.743}$ molidos durante 48 horas en un molino de alta energía pulverisette 7 a 280 rpm. Los polvos se depositaron en jarras de acero inoxidable con esferas del mismo material de diámetro de 11 mm. La mezcla de polvos se realizó en cámara de guantes construida para controlar la atmósfera de Ar. La molienda se realizó en atmósfera de argón, con una relación peso esfera-peso muestra de 20:1. Las aleaciones se realizaron a partir de polvos de 40 mesh y el 99% de pureza según distribuidor Meldrich. La caracterización estructural se realizó en un difractor Phillips modelo PW-1710-Based, con fuente de radiación CuK, $\lambda = 0.15406$ nm, filtro y portamuestra de aluminio, tensión del generador y corriente de 40 kV y 30 mA, respectivamente, operando en modo continuo entre los ángulos $2\theta=20^\circ$ y $2\theta=90^\circ$, con un paso de 0,02 y un tiempo de exposición de 1,25 segundos por paso. El patrón de difracción se ajustó usando el programa Maud Varret F y Teillet, 2002).

El espectro Mössbauer a temperatura ambiente del polvo molido fue analizado mediante espectroscopia Mössbauer de transmisión utilizando un espectrómetro Mössbauer convencional en el modo de aceleración constante. La radiación gamma proveniente de una fuente de Co 57 en matriz de Rh fue detectada mediante un

contador proporcional. El espectro fue ajustado con un sexteto y un doblete usando el programa Mosfit (Lutterotti, 1990).

Las propiedades magnéticas extrínsecas fueron llevadas a cabo por medio de un sistema PPMS.

3. ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1 Difracción de rayos X

En la figura 1, se puede observar el difractograma de rayos X del sistema $Tb_{0.257}Fe_{0.743}$ obtenido del polvo molido durante 48 horas. El difractograma no presenta picos de difracción agudos, las líneas se observan anchas y de poca intensidad, y muestra que la energía transferida a las partículas de polvo durante las colisiones en la molienda es tan grande que facilita la mayor tendencia a un desorden cristalino a partir del cual se hace posible la transición al estado amorfo que lo tipifica. Como consecuencia, el difractograma se caracteriza por presentar un pico ancho de baja intensidad y picos superpuestos procedentes a los halos de la fase amorfa, que indican la coexistencia de una fase amorfa y otra cristalizada. El pico ancho se encuentra localizado en 30° y otros de muy poca intensidad en 36° y 52° asociados a una fase de nitruro de terbio, en 44° un pico de intensidad alta y más agudo y uno de muy baja intensidad localizado en 62° que corresponden a la fase α -Fe. En el pico agudo se encuentra solapada un fase de nitruro de hierro. Los parámetros de red y tamaño de cristalito medio de estas estructuras se presentan en la tabla 1.

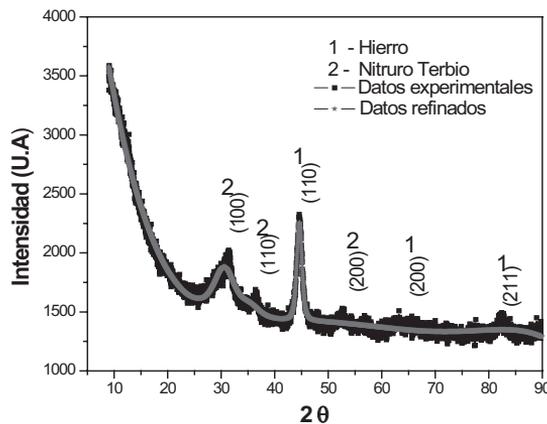


Figura 1. Difractograma de polvos de $Tb_{0.257}Fe_{0.743}$ molidos durante 48 horas. (Fuente: Difractograma tomada en el la Universidad del Valle a la muestra de polvo de TbFe).

Tabla 1. Parámetros de DRX para polvos de TbFe

Estructura	Fase	Parámetro de Red	Tamaño de cristalito	Fracción de volumen
BCC	Fe	$A = 2,87 \text{ \AA} \pm 0,01 \text{ \AA}$	$138 \text{ \AA} \pm 1 \text{ \AA}$	59%
Cúbica	TbN	$a = b = c = 5,15 \text{ \AA} \pm 0,1 \text{ \AA}$	$26 \text{ \AA} \pm 1 \text{ \AA}$	41%

Nota: El valor de la fracción de volumen corresponde a los valores obtenidos a partir del *software* Maud.

Fuente: Valores obtenidos por medio del *software* Maud. Estos valores corresponden al análisis realizado de los datos obtenidos de los difractogramas de la muestra de TbFe.

3.2 Espectroscopia Mössbauer

En la figura 2, se muestra el espectro Mössbauer del polvo de $Tb_{0,257}Fe_{0,743}$ molido a 48 horas. El espectro se ajustó con dos componentes: un sexteto y un doblete. El sexteto presenta un campo hiperfino de 32,4 teslas que indica que es un sitio rico en hierro con presencia de algunos átomos de Tb, los cuales producen distorsiones al campo y asimetría a sus núcleos. Los resultados Mössbauer se presentan en la tabla 2. El doblete se asocia a sitios de hierro pobres en hierro, posiblemente a la presencia de átomos de nitruro de terbio observados en el difractograma de rayos X.

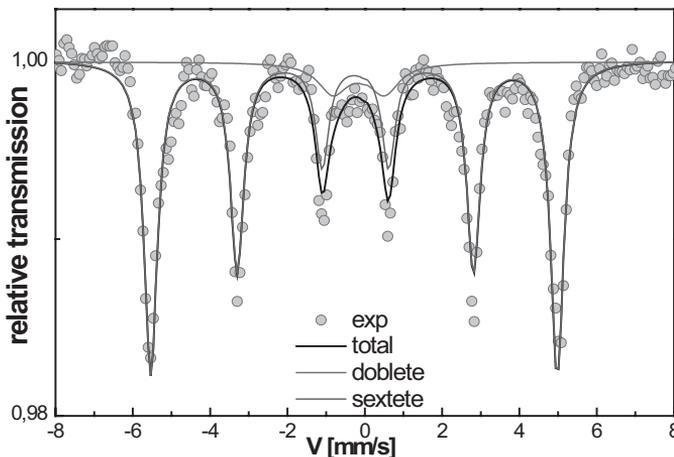


Figura 2. Espectros Mössbauer de $Tb_{0,257}Fe_{0,743}$ tomados a temperatura ambiente. (Fuente: espectro Mössbauer tomado en la Universidad del Tolima a la muestra de polvo de TbFe).

Tabla 2. Parámetros Mössbauer de polvos $Tb_{0,257}Fe_{0,473}$

EM	DI	SQ	CH	%
Doblete	0,174	1,264	—	10
Sexteto	0,073	-0,034	32,46	90

Nota: Los valores el campo hiperfino medio (CH) están en teslas y el corrimiento isométrico (DI) y el desdoblamiento cuadrupolar (SQ) en mm/s.

Fuente: Valores obtenidos por medio del software *Mofit*, estos valores corresponde al análisis realizado de los datos obtenidos del espectro Mössbauer de la muestra de TbFe.

3.3 Medidas de magnetización

Los ciclos de histéresis se obtuvieron a temperaturas de 9 K, 90 K y 300 K tomado con un campo máximo de 3 T, que se encuentran registrados en la figura 3. Los valores de las propiedades extrínsecas se encuentran en la figura 4, 5, y 6. De los resultados obtenidos se puede observar que los valores de la coercitividad están en un rango de 100 a 540 Oe que indica que los polvos molidos de TbFe a 48 horas son magnéticamente semiduros a temperatura ambiente y magnéticamente duros por debajo de la temperatura ambiente (Jiles, 2003; Cullity, 2009; O’Handey, 1999), con magnetización de saturación de 37 emu/g a 40 emu/g. Podemos observar, además, que los valores de la magnetización de saturación disminuye con el incremento de la temperatura (ver figura 4), atribuyéndose esta disminución a la agitación térmica producida por el calentamiento de la muestra durante la obtención del ciclo de histéresis, dado que el número de momentos alineados por unidad de volumen disminuye.

La figura 5 muestra la variación del campo coercitivo en función de la temperatura, observándose que la coercitividad disminuye con el aumento de la temperatura que indica que con el incremento de la temperatura las muestras se vuelven menos resisivas a desmagnetizarse.

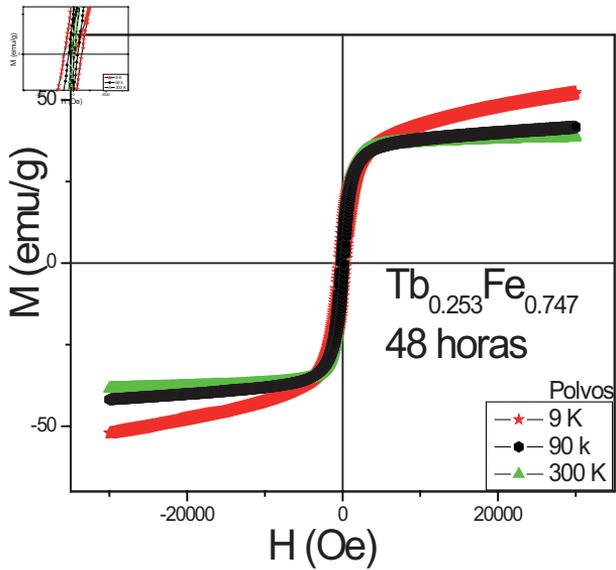


Figura 3. Curva de histéresis de la muestra molida a 48 horas a temperaturas de 9 °C, 90 °C y 300 °C. (Fuente: curvas de histéresis tomadas a partir de un PPMS en la Universidad del Valle a la muestra de polvo de TbFe).

Tabla 3. Valores correspondientes a la magnetización de saturación (M_s), campo coercitivo (H_c) y campo remanente (M_r)

Temperatura (K)	M_s (emu/g)	H_c (Oe)	M_r (emu/g)
9	40	540	15
90	38	315	10
300	37	100	4

Fuente: Valores obtenidos por medio del análisis realizado a los datos de las curvas de histéresis de la muestra de TbFe.

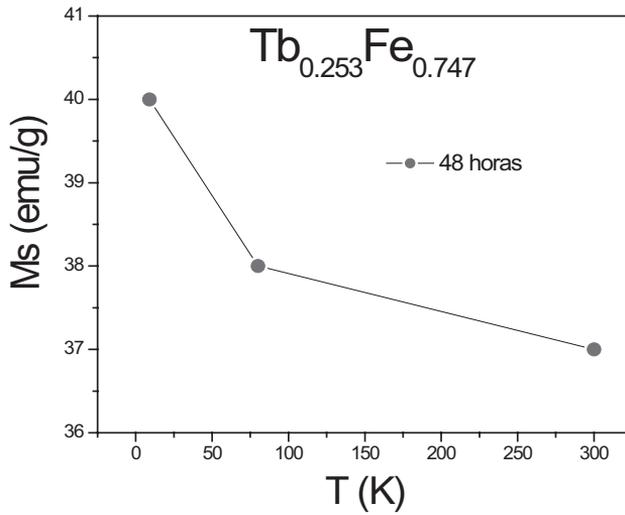


Figura 4. Variación de la magnetización de saturación con la temperatura para el polvo TbFe molido en 48 horas. (Fuente: figura correspondiente a los valores obtenidos de las curvas de histéresis correspondientes a M_s de la muestra de TbFe.

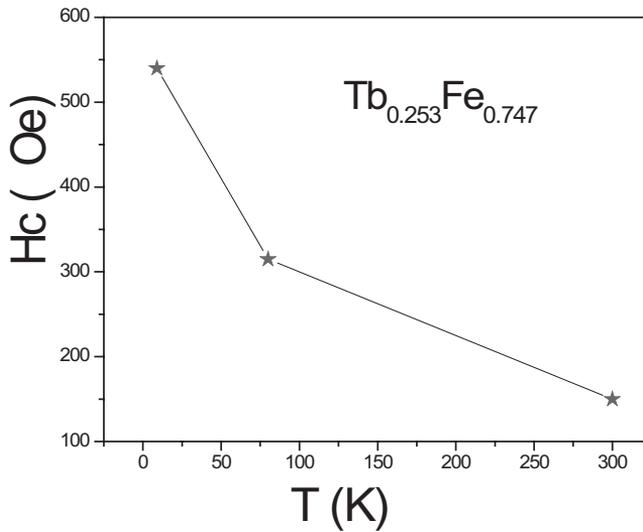


Figura 5. Variación del campo coercitivo con la temperatura para el polvo TbFe molido en 48 horas. (Fuente: figura correspondiente a los valores obtenidos de las curvas de histéresis correspondientes a M_s de la muestra de TbFe.

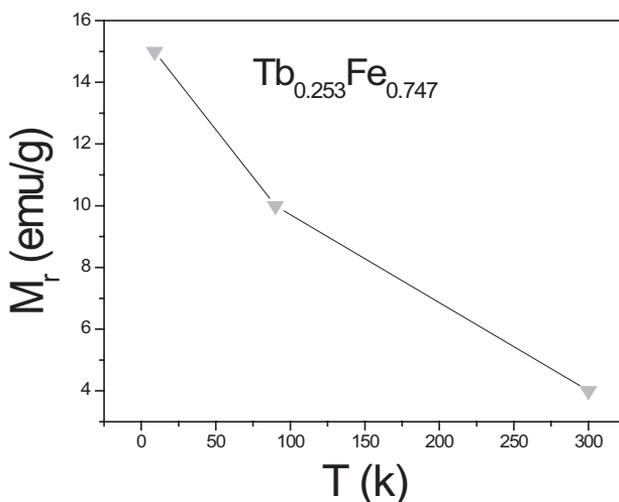


Figura 6. Variación del campo remanente con la temperatura para el polvo TbFe molido en 48 horas. (Fuente: figura correspondiente a los valores obtenidos de las curvas de histéresis correspondientes a M de la muestra de TbFe).

4. CONCLUSIÓN

Los polvos de TbFe en la composición $Tb_{0.257}Fe_{0.743}$ obtenidos por aleamiento mecánico por 48 horas presentan un comportamiento magnéticamente semiduro a temperatura ambiente y magnéticamente duro por debajo de la temperatura ambiente con magnetización de saturación por debajo de 40 emu/g.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos el apoyo económico a la Universidad del Tolima (proyectos 14010 y 20212) y al Programa Nacional de Formación de Investigadores, Jóvenes Investigadores e Innovadores Virginia Gutiérrez de Pineda 2009-2010.

REFERENCIAS

- Avignant, D. et al. (1998). Recent progress in tetravalent terbium. *Chemistry Journal of Alloys and Compounds*, 275, 277.
- Chaudhari, P.; Cuamo, J. J. y Gambino, R. J. (1973). *Applied Physics Letters*. 22, 337.
- Morishita, T.; Togami, Y. y Taushima, K. (1985). *Journal Physical Society; Jm*. 54, 37.

- Meiklejohn, W. H. y Beam, C. P. (1956). *Physical Review Letters*. 102, 5.
- Kirchmayz, H. R. y Poldy, C. A. (1978). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 81, 42.
- Shau, Z. S. *et al.* (1990). *Physical Review Letters B*. 42, 6.
- Lutterotti, L. y Scardi, P. (1990). *Journal of Applied Crystallography*. 23, 246.
- Tori, A. *et al.* (2005). Giant magnetostrictive thin film and its application to force sensor. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 290-291,
- Soliman S. A. y Abu-Zied, B. M. (2009). Thermal Genesis, Characterization, And Electrical Conductivity Measurements Of Terbium Oxide Catalyst Obtained From Terbium Acetat. *Thermochimica Acta*, 491, 84-91.
- Varret, F. y Teillet, J. (2002). Mat. Sci. Forum. *Unpublished MOSFIT. Program*. 386-388, 479, 11.
- Lutterotti, L. y Scardi, P. (1990). *Journal of Applied Crystallography*. 23, 246.
- Jiles, D. C. (2003). *Acta Materialia*, 51, 5907, 5939.
- Cullity, B. D. (2009). *Introduction to magnetic materials*. Wiley & Sons, INC, Publication, 507.
- O’Handey, R. (1999). *Moder magnetic materials: principles and applications*. Nueva york: Wiley 

Referencia	Fecha de recepción	Fecha de aprobación
D. A. Granada, D. María Betancourth Giraldo, Y. Rojas Martínez, H. Bustos Rodríguez, D. Oyola Lozano. Propiedades magnéticas del sistema Tb _{0.257} Fe _{0.743} Revista Tumbaga (2012), 7, 27-36	Día/mes/año 7/11/11	Día/mes/año 20/04/12