

**UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA**



**FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ANTIDOTS
MAGNÉTICOS COMO FUNCIÓN DEL PARÁMETRO DE RED**

ALEXANDER IBARRA ESPINOZA

Profesor Guía: Dr. Roberto Lavín
Profesor Patrocinante: Dr. Juliano Denardin

Trabajo de titulación, presentado a la
Facultad de Ciencia, en cumplimiento
parcial de los requisitos exigidos para
optar al Título de Ingeniero Físico

Santiago – Chile
2015

**UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA**

**FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ANTIDOTS
MAGNÉTICOS COMO FUNCIÓN DEL PARÁMETRO DE RED**

ALEXANDER IBARRA ESPINOZA

FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ANTIDOTS MAGNÉTICOS COMO FUNCIÓN DEL PARÁMETRO DE RED

“Trabajo de graduación presentado a la Facultad de Ciencia, en cumplimiento parcial de los requisitos exigidos para optar al Título de Ingeniero Físico”

UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE
SANTIAGO – CHILE
2015

FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ANTIDOTS MAGNÉTICOS COMO FUNCIÓN DEL PARÁMETRO DE RED

ALEXANDER IBARRA ESPINOZA

“Este trabajo de Graduación fue elaborado bajo la supervisión del profesor guía Dr. Roberto Lavín Serrano y del profesor patrocinante Dr. Juliano Casagrande Denardin, del Departamento Física y ha sido aprobado por los miembros de la Comisión Calificadora del candidato”.

Profesor patrocinante
Sr. Juliano Casagrande D.

Profesor guía
Sr. Roberto Lavín S.

Director
Sra. Yolanda Vargas H.

Profesor corrector
Sr. Juan Escrig M.

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer a las personas quienes me ayudaron a lo largo del desarrollo de mi tesis, entre los que destaco a los doctores Juliano Denardin, del Departamento de Física (USACH), y Roberto Lavín del Departamento de Ingeniería (UDP). También quiero agradecer a todos mis compañeros del laboratorio de magnetismo (USACH), y mis compañeros del laboratorio de nanotecnología (UDP), quienes muchas veces me ayudaron en el desarrollo de mi tesis.

Agradezco también el financiamiento entregado por CONICYT, y también agradezco a CEDENNA y el Núcleo Milenio de Magnetismo Básico y Aplicado.

RESUMEN

Los materiales nano-estructurados han adquirido una gran importancia debido a sus aportes en el desarrollo tecnológico. En estos materiales el efecto de la reducción del tamaño hasta la nano-escala, así como las diferentes propiedades que éste adquiere debido a la reducción, son los precursores para el desarrollo de dispositivos tecnológicos.

Uno de los sistemas nano-estructurados que ha causado interés en el área de nano-estructuras magnéticas son los arreglos ordenados de antidots, que esencialmente son una película magnética de espesor nano-métrico, con nano-agujeros no-magnéticos ordenados.

En particular, en este trabajo de tesis se estudió de forma experimental la fabricación de antidots o agujeros magnéticos en función de distintos parámetros de red manteniendo el diámetro constante y el posterior estudio de las propiedades magnéticas, mediante curvas de histéresis, diagramas FORCs y simulaciones micro-magnéticas.

Se fabricaron membranas de alúmina porosa en un proceso de doble anodización. En el primer proceso de anodización se genera una capa porosa de alúmina en la cual los poros están desordenados, es decir, no son paralelos unos a otros. Sin embargo, la superficie de dicho Al anodizado presenta un ordenamiento de tipo hexagonal. La eliminación de esta capa de alúmina, producida en el primer proceso de anodización, y la ejecución de una nueva anodización (segundo proceso) en este Al nano-estructurado, da lugar a una membrana nano-porosa de alúmina, cuyos poros están alineados y paralelos entre sí, reproduciendo también el orden hexagonal de la superficie del Al anodizado.

Mediante el control de los parámetros en el proceso de anodización (tiempo de anodización, voltaje de anodización, temperatura del electrolito, y tipo de electrolito) se pueden modificar las características geométricas de las nano-membranas (separación entre poros, altura y diámetro de los poros). Estas membranas nano-porosas son utilizadas posteriormente como moldes para la fabricación de antidots (por sputtering) con una geometría igual a la del molde.

Se estudió el comportamiento magnético de estas muestras, con el fin de dar una explicación del efecto del parámetro de red en los antidots magnéticos, para esto se fabricaron dos conjuntos de antidots con diámetros de 45 [nm] y 57 [nm]. Cada uno de estos set se componen de 3 muestras de antidots de igual diámetro y distintos parámetros de red.

Mediante curvas de histéresis se observa un aumento significativo de la coercitividad de los antidots, a medida que se disminuye el parámetro de red en

comparación con su película continua, también que al aumentar el tamaño del poro para el segundo set aumenta la coercitividad de estos sistemas. El efecto del aumento de la coercitividad está relacionado con la disminución del espacio entre los poros, lo que conlleva a la formación de una mayor cantidad de dominios magnéticos. Por otro lado, simulaciones micro-magnéticas realizadas en una red hexagonal ordenada, se comparan con simulaciones de los sistemas obtenidos mediante el análisis de las imágenes de microscopio de barrido, las que revelan que la presencia de defectos en el antidots afecta a sus propiedades magnéticas.

Finalmente, curvas y diagramas FORCs demuestran que a medida que disminuimos el parámetro de red manteniendo el diámetro constante, se observa un leve aumento en la distribución de interacción, así como también aumenta la coercitividad del sistema lo que se puede atribuir a la formación de un mayor número de dominios magnéticos. Para el segundo conjunto al aumentar el diámetro del poro se reduce el espacio de reversión, eliminando la componente reversible de la magnetización y aumentando la coercitividad del sistema, ya que se genera una estructura magnética más compleja que las de los sistemas con menor diámetro.

Índice general

1.Introducción.....	14
1.1 Nanomagnetismo:	14
1.2 Motivación:	15
1.3 Objetivos:.....	16
2.Marco teórico.....	17
2.1 Magnetismo:	17
2.2 Tipos de magnetismos:	18
2.2.1 Ferromagnetismo:	19
2.2.1 Ciclo de histéresis:	19
2.3 Dominios:.....	21
2.4Anisotropías magnéticas:	21
2.5Energía:	22
3. Técnicas experimentales	23
3.1 Parámetros para la anodización:	23
3.1.1Tipo de electrolito:	23
3.1.2Temperatura:	23
3.1.3Voltaje:.....	24
3.1.4Agitación del electrolito:	24
3.2 Método de anodización del aluminio:	24
3.2.1Limpieza:	24
3.2.2Electropulido:.....	25
3.2.3 Primera anodización:.....	25
3.2.4 Eliminación de la capa de óxido:.....	27
3.2.5Segunda anodización:.....	27
3.2.6Ensanchamiento del diámetro de los poros:	28
3.3 Películas porosas magnéticas (redes de antidots)	28
3.3.1Pulverización catódica en alto vacío:	28

3.4 Microscopía electrónica de barrido (SEM)	29
4. Caracterización Morfológica	31
4.1 Distribución del diámetro de los antidots:	32
4.2 Distribución del parámetro de red de los antidots:.....	34
4.3 Transformada de Fourier de los antidots:	37
5. Caracterización Magnética	41
5.1 Curvas de histéresis:.....	41
5.2 Caracterización de antidots mediante (FORC):	45
5.2.1Medición de Diagramas FORC:	45
5.2.2Resultados de Diagramas FORC:.....	47
5.3Simulaciones Micromagnéticas:.....	50
5.3.1Procesamiento imágenes SEM:.....	50
5.3.2Resultado y análisis Simulaciones Micromagnéticas:	52
6. Conclusión	55
7. Bibliografía.....	57

Índice de Figuras

Figura 2.1. Curva de imanación o magnetización.....	19
Figura 2.2: Curva de histéresis	20
Figura 3.1: Esquema del montaje del proceso de anodización.	26
Figura 3.2: Corriente en los dos procesos de anodización	27
Figura 4.1: Distribución del diámetro y parámetro de red para distintos voltajes	31
Figura 4.2: Esquema de morfología entre antidots.....	32
Figura 4.3: Histogramas tamaño poro e imagen SEM para el primer conjunto de muestras.....	33
Figura 4.4: Histogramas tamaño poro e imagen SEM para el segundo conjunto de muestras	34
Figura 4.5: Histogramas parámetro de red e imagen SEM para el conjunto 1	35
Figura 4.6: Histogramas parámetro de red e imagen SEM para el conjunto 2	36
Figura 4.7: Transformada de Fourier de las muestras del conjunto 1	38
Figura 4.8: Transformada de Fourier de las muestras del conjunto 2	39
Figura 5.1: Ciclos de histéresis medidas experimentalmente en el plano, campo coercitivo y remanencia en función del parámetro de red del primer conjunto.....	42
Figura 5.2: Ciclos de histéresis medidas experimentalmente en el plano, campo coercitivo y remanencia en función del parámetro de red del segundo conjunto.....	43
Figura 5.3: a) Campo coercitivo en función del parámetro de red, para el conjunto 1 y 2. b) Campo coercitivo en función de la tasa de poros.....	44
Figura 5.4: Esquema de la morfología de los antidots en un caso normal, y extremo donde el parámetro de red es casi igual al diámetro $\beta \approx 1$	45
Figura 5.5: Ejemplo de curva reversible de primer orden	46
Figura 5.6: Curvas y diagramas FORC para antidots con diámetro de poro 45 [nm] y parámetros de red a) 129 [nm] y b) 112 [nm], obtenidas con el campo magnético aplicado paralelo al plano de los antidots	48
Figura 5.7: Curvas y diagramas FORC para antidots con diámetro de poro 45 [nm] y parámetros de red c) 132 [nm] y b) 103 [nm], obtenidas con el campo magnético aplicado paralelo al plano de los antidots	49
Figura 5.8: Esquema del procesamiento de imágenes del primer conjunto	51

Figura 5.9: Esquema del procesamiento de imágenes del segundo conjunto. 52

Figura 5.10: Ciclos de histéresis simulados para sistemas desordenados y ordenados en el plano de las muestras del primer conjunto 53

Figura 5.11: Ciclos de histéresis simulados para sistemas desordenados y ordenados en el plano de las muestras del segundo conjunto..... 54

Figura 5.12: Coercitividad de los sistemas simulados para sistemas desordenados y ordenados en el plano de las muestras del conjunto1 y 2. 54

Índice de Tablas

4.1: Resumen de valores geométricos de los antidots de Co.....	37
4.2: Valores del parámetro de red y distancia entre los máximos secundarios del espacio de frecuencia.	39
4.3: Valores del parámetro de red y distancia entre los máximos secundarios del espacio defrecuencia, del segundo set	40

Capítulo 1: Introducción General

1.1 Nanomagnetismo:

A lo largo de la historia se han utilizado los materiales magnéticos en diversas aplicaciones. Muchas de estas aplicaciones son inventos grandes y poderosos, pero por otro lado la miniaturización también encontraba su sitio, especialmente en la microelectrónica, dando un énfasis en que lo pequeño es más rápido, más poderoso, más eficiente. La mecánica cuántica abre el camino para la comprensión de la estructura de la materia a escala microscópica y, junto con la mejora en las técnicas de vacío, lleva al descubrimiento del transistor. La subsiguiente revolución microelectrónica ha cambiado la forma de relacionarnos, de trabajar, de comunicarnos, y de vivir.

El concepto del chip surge en los años 50, cuando se comprende la posibilidad de integrar todos los elementos de un circuito electrónico en una pieza de silicio. Durante las dos primeras décadas de la revolución de la miniaturización, el prefijo micro es el adecuado. Esto hasta que investigadores de IBM consiguen escribir en 1976 “USA 1976” en letras de oro de 10 nanómetros, la electrónica entra en el ámbito de lo nano.

En los materiales el efecto de la reducción del tamaño, así como las diferentes propiedades que se adquiere en la nanoescala, son atractivos para el desarrollo de la tecnología. Básicamente, con la reducción del tamaño de las estructuras nos acercamos al régimen cuántico y de esta forma, podemos utilizar propiedades de las nanoestructuras para diseñar nuevos sistemas u optimizar otros ya conocidos como, por ejemplo, láseres, discos duros, procesadores de unidad en ordenadores (CPU), etc.^[1-3]

La nanotecnología aplicada a los materiales magnéticos es llamada de manera recurrente nanomagnetismo. En este campo de la nanociencia, es destacable la cantidad de técnicas y materiales empleados para fabricar nanomateriales.

1.2 Motivación:

En nuestro trabajo nos hemos centrado en la fabricación y posterior estudio de arreglos de antidots (o agujeros), obtenidos mediante un proceso de pulverización catódica (sputtering), sobre plantillas nanoporosas previamente diseñadas mediante anodización.

Debido a que es posible que los defectos (agujeros) en las películas delgadas magnéticas pueden ser controlados mediante los parámetros de fabricación, esto ha traído últimamente mucho interés, y un gran número de publicaciones y estudios se centran en las propiedades magnéticas de los materiales en función del diámetro de los poros. Es por esto que se estudian las propiedades magnéticas de distintos arreglos en función del parámetro de red, ya que esto permitiría modificar el ordenamiento de las matrices periódicas de agujeros, en donde los agujeros introducen una estructura que posibilita la nucleación y el movimiento de paredes de dominios en el plano, lo que da origen a la modificación de la magnetoresistencia, la coercitividad, la permeabilidad y la magnetización de reversión.

Este tipo de sistemas tiene aplicaciones directas en filtros selectivos de sustancias que contienen mezclas de materiales magnéticos y no magnéticos del orden de los nanómetros, los cuales (magnéticos) pueden ser retenidos/atrapados por la capa magnética (antidots) dejando pasar a los materiales no-magnéticos. En el ámbito de segregación de nanomateriales magnéticos, se han utilizado métodos de aplicación de campos magnéticos continuos y gradientes de campo.

Sin embargo, el avance en la manipulación y fabricación de sistemas nanoestructurados introduce la necesidad de insertar nuevos métodos y sistemas que permitan una selección más selectiva y controlada.

Con relación a esto, una interesante aplicación de nanoestructuras magnéticas se encuentra en vectores de medicamentos (el acoplamiento de un fármaco a una nanopartícula magnética, para su direccionamiento y posterior liberación del fármaco de forma selectiva y localizada). Debido a este tipo de aplicaciones es importante proveer dispositivos de nano-ingeniería, como matrices de antidots, para el filtrado selectivo de materiales que contengan una especie de nanopartículas magnéticas.

Otras aplicaciones para estos sistemas se encuentran en dispositivos para grabación magnética de alta densidad ($10\text{Gbits}/\text{cm}^2$), debido a que la inclusión de agujeros -en una película magnética de grosor nanométrico- introduce nuevos

comportamientos magnéticos (dominios magnéticos estables) y de transporte (magneto-resistencia). También se pueden aplicar en sensores, en cristales magnónicos con un ancho de banda controlable ^[4-5], y en nuevos superconductores ^[6-7] debido a la capacidad de la matriz de antidots de guiar el flujo magnético en direcciones seleccionadas.

1.3Objetivos:

Los Objetivos Generales de esta tesis consisten en estudiar de forma experimental y mediante simulaciones computacionales las propiedades magnéticas de arreglos magnéticos nanoestructurados de antidots de igual diámetro de poro en función de su parámetro de red. Para esto se deben fabricar películas porosas de alúmina anódica y el posterior depósito de material magnético sobre estas películas que nos permiten controlar la morfología de los arreglos. Los parámetros geométricos del arreglo juegan un rol fundamental en las propiedades magnéticas que éste presenta, ya que mediante estos es posible controlar las propiedades magnéticas.

Este objetivo general se ha desglosado en los siguientes apartados:

1-Obtención de películas porosas de alúmina anódica (PPAA) a través de técnicas electroquímicas, en función de la separación de los poros, ordenados espacialmente con simetría hexagonal centrada (HC).

2-Fabricación de arreglos de antidots magnéticos a través de la técnica de pulverización catódica sobre las PPAA.

3-Characterización morfológica de los sistemas fabricados a través de microscopía de barrido electrónico (SEM).

4-Estudios magnéticos sobre las propiedades macroscópicas de los sistemas a través de curvas de histéresis en función de sus características geométricas.

5-Realización de simulaciones micromagnéticas de sistemas de antidots magnéticos para entender el fenómeno físico del cual las propiedades magnéticas dependen.

Capítulo 2: Marco teórico

Para explicar la teoría del magnetismo, en especial de uno de los tipos de magnetismo que es el ferromagnetismo se abarcaría variados temas de física, y nos alargaríamos mucho sobre el tema. Por ello supondremos que el lector está en posesión de algunos conceptos básicos de magnetismo, los cuales puede encontrar en cualquier libro importante del ferromagnetismo como “Modern Magnetic Materials” de Robert C. O’ Handley, “Measurement and characterization of magnetic materials” de Fausto Fiorillo, “Introduction to the Theory of Ferromagnetism” de Amikan Aharoni, etc..

Es por esto que en esta sección describiremos brevemente algunos conceptos básicos del magnetismo para entender los fenómenos involucrados.

2.1 Magnetismo:

La teoría magnética moderna describe que cuando se aplica un campo magnético \vec{H} a un material, este genera una respuesta magnética que se conoce como inducción magnética, \vec{B} . La intensidad de campo magnético o simplemente campo \vec{H} y la densidad de flujo magnético o inducción \vec{B} en el aire están relacionados mediante la siguiente expresión:

$$\vec{H} = u_0 \vec{B} \quad (1)$$

Donde u_0 es la permeabilidad en el vacío ($u_0 = 4 \pi 10^{-7} H/m$). En el interior de un material la relación es más compleja. Y la expresión se modifica de la siguiente forma:

$$\vec{H} = u_0 (\vec{B} + \vec{M}) \quad (2)$$

Donde se observa un nuevo vector \vec{M} que es la magnetización del medio, está definida como el momento por unidad de volumen ($\vec{M} = \sum i \frac{\vec{u}_i}{V} [\frac{A}{m}]$).^[8]

La magnetización de un material se origina por el movimiento de los electrones ligados a un átomo, como los electrones de un material están en movimiento crean un pequeño campo magnético. En un átomo, el electrón posee dos tipos de movimiento, el orbital y el de espín. Cada uno de ellos implica un momento

angular, dicho momento angular determina el momento magnético por el concepto de carga eléctrica en movimiento. El electrón posee por tanto dos momentos angulares, el orbital y el de espín, cada uno de los cuales creará su momento magnético. La contribución relativa del movimiento orbital y de espín depende del tipo de material.^[8-10]

2.2 Tipos de magnetismos:

La relación entre la magnetización y el campo magnético se conoce como susceptibilidad magnética, la cual representa la respuesta de la magnetización respecto a un campo externo aplicado.

$$\chi \vec{H} = \vec{M} \quad (3)$$

La susceptibilidad magnética indica la respuesta del material al que se le está aplicando un campo magnético, es decir, entrega el grado de magnetización de un material. El valor de la susceptibilidad relativa varía desde 10^{-5} para un magnetismo débil hasta 10^6 para un magnetismo fuerte. En algunos casos el valor puede ser negativo, mientras que en otros siquiera presenta un valor constante, sino que depende del campo \vec{H} . Se puede interpretar el tipo de comportamiento en función de la estructura magnética del material.^[11]

Adoptando este criterio se pueden clasificar varios tipos de magnetismos como el: diamagnetismo, el cual es un magnetismo débil en el cual la magnetización del material exhibe una dirección opuesta a la del campo aplicado, el paramagnetismo el cual también es un magnetismo débil, con la magnetización proporcional al campo magnético \vec{H} , el antiferromagnetismo que es un magnetismo débil con susceptibilidad positiva y presenta una variación de la susceptibilidad con la temperatura, y el ferromagnetismo el cual le explicaremos con más detalles ya que en esta tesis nos enfocaremos en el estudio de las propiedades magnéticas de Co, que es un material ferromagnético.

2.2.1 Ferromagnetismo:

El ferromagnetismo es similar al antiferromagnetismo, con la diferencia que ahora los espines se orientan en paralelo el uno con el otro como resultado de una interacción que actúa entre espines vecinos

En los materiales ferromagnéticos, las fuerzas entre los átomos próximos, hace que se creen pequeñas regiones, llamadas dominios, en las que el campo magnético originado por el movimiento de rotación de los electrones está alineado en la misma dirección. En ausencia del campo magnético externo, los dominios están orientados al azar, pero al aplicar un campo magnético externo, estos dominios se alinean en la dirección del campo aplicado, haciendo que la magnetización se intensifique en el interior del material de forma considerable. Parte de estos dominios conservan la orientación incluso una vez que el campo magnético externo desaparece.

Al igual que en el antiferromagnetismo, sin aplicar un campo externo aparece una magnetización espontánea que desaparece cuando la temperatura del material llega a la temperatura de Curie, por encima de la cual el material se comporta como un paramagneto^[11-12-13].

2.2.2 Ciclo de histéresis magnética:

Si aplicamos un campo magnético externo a una muestra de material ferromagnético, y representamos la inducción \vec{B} en función de \vec{H} , obtenemos la llamada curva de imanación o magnetización del material.

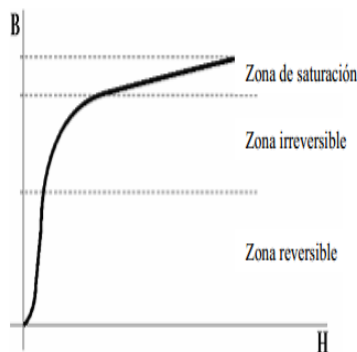


Figura 2.1. Curva de imanación o magnetización.

En la Figura vemos que se pueden distinguir tres partes claramente diferenciadas en la curva de imanación. Se observan: una primera zona reversible, en la cual si eliminamos el campo \vec{H} exterior, la densidad de flujo también desaparece; una segunda zona irreversible; y una última parte que representa la zona de saturación.^[14]

Si luego de saturar un material ferromagnético (a) se elimina totalmente la intensidad de campo $\vec{H}=0$, no quiere decir que la inducción también se haya eliminado, al contrario, queda una inducción \vec{B}_r , que se denomina remanente (b). Pero aún no hemos finalizado, ahora con $\vec{H}=0$ cambiamos la polaridad del campo aplicado, esto es, aplicando un campo negativo $\vec{H}<0$. Seguimos con nuestro análisis, pero esta vez con campos cada vez más negativos. La inducción disminuye siguiendo la curva hasta que llega a desaparecer $\vec{B}=0$ (c). Al campo necesario para que la inducción desaparezca se le denomina campo coercitivo. Si seguimos disminuyendo la intensidad de campo, la inducción pasará a ser negativa, cada vez más negativa y, al igual que ocurría con la curva de primera inducción, llega un momento en el cual la curva entra en saturación (d). Si en el punto de saturación negativo comenzamos a hacer el campo cada vez menos negativo, la inducción empezará a disminuir, pero al igual que antes cuando $\vec{H}=0$ queda una inducción remanente pero negativa (e), para volver hacer que la inducción sea cero es necesario volver aplicar un campo externo positivo igual al campo coercitivo (f).^[14-15-16]

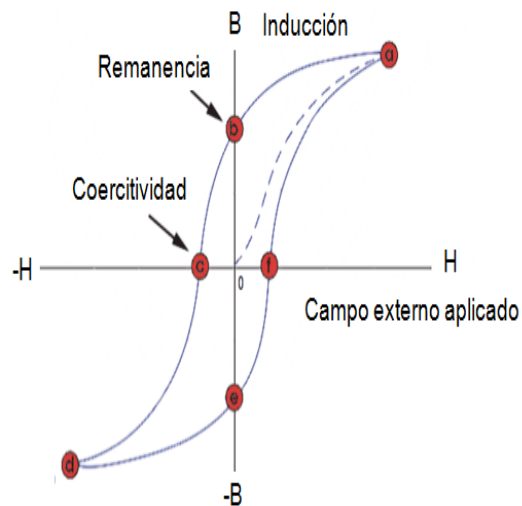


Figura 2.2: Esquema de un ciclo de histéresis.

2.3 Dominios:

Los materiales ferromagnéticos se presentan subdivididos en dominios magnéticos a excepción de cuando éstos poseen dimensiones muy reducidas o un campo magnético interno suficientemente fuerte para mantener la magnetización en una dirección dada. Dentro de cada uno de esos dominios, la imanación es

uniforme e igual a \vec{M}_s , sin embargo, diferentes dominios están imanados en diferentes direcciones. Coneso, la magnetización de una muestra en su totalidad puede estar muy por debajo del valor de \vec{M}_s , e incluso ser igual a cero. La razón es que el material siempre tenderá a estar en un estado cuya energía sea la mínima posible. La subdivisión en dominios magnéticos da lugar a un estado magnético de menor energía que en el estado de saturación, aunque no indefinidamente.^[17]

2.4 – Anisotropías magnéticas

La forma de la curva de imanación en presencia de un campo aplicado en los materiales ferromagnéticos depende de la dirección del campo aplicado y también de la respuesta de los dominios magnéticos a este campo. La estructura de dominios del material depende de las direcciones preferentes de imanación e influirá directamente en la forma de las curvas de histéresis.

Mientras que la interacción de intercambio obliga a los momentos magnéticos atómicos a disponerse paralelamente a sí mismos, la dirección en la que se alinean está determinada por la anisotropía magnética que predomina en el material. Hay muchos tipos diferentes de anisotropías magnéticas, cada una de ellas debido a una característica específica o intrínseca del material.

Entre los tipos de anisotropía encontramos la anisotropía magnétocristalina donde el origen se puede asociar parcialmente con la interacción de intercambio entre dos espines vecinos. Los orbitales se resisten a la reorientación debido al campo externo aplicado, a causa del fuerte acoplamiento con la red cristalina, dando lugar a una dirección preferente de magnetización. También encontramos la magnetostricción y el estrés, el cual explica que cuando se aplica un campo externo para una muestra dada, sus dimensiones cambian. Y finalmente otra anisotropía es la de forma la cual se explicará con un poco más de detalles.

La forma de la muestra magnética también afectará el resultado de las mediciones y las curvas resultantes. Cuando se aplica un campo magnético externo, emerge una acumulación polos magnéticos en los extremos de la muestra, produciendo un campo de oposición a la dirección de magnetización. Este campo opuesto se conoce como el campo de desmagnetización y puede ser escrito como:

$$\vec{H}_d = -N\vec{M} \quad (4)$$

Donde N es el factor de desmagnetización y depende únicamente de la geometría de una determinada muestra.

La energía del campo de desmagnetización se llama energía magnetostática, y se puede escribir de la siguiente manera:

$$E_d = \frac{1}{2} H_d M \quad (5)$$

En el caso de una partícula esférica, ésta no presenta anisotropía de forma y la dirección de magnetización, en ausencia de campo externo, queda determinada, por su eje magnetocristalino fácil. En cambio para una partícula no esférica, la dirección de la magnetización queda fuertemente determinada por su forma. ^[17-19]

2.5 Energía:

La energía interna de un sistema magnético está determinada por la contribución de la energía de Zeeman, la energía de intercambio, la energía dipolar y las energías de anisotropía. Es por esto que la energía total de un sistema magnético se puede expresar de la siguiente forma:

$$E = E_Z + E_{ex} + E_d + E_{ani} \quad (6)$$

Donde E_Z es la energía magnética Zeeman, E_{ex} es la energía de intercambio, E_d es la energía dipolar y E_{ani} las energías de anisotropía.

La energía de Zeeman describe que cuando un material ferromagnético está bajo un campo magnético aplicado su estructura de dominios cambia y, consecuentemente, la magnetización de este material también se modifica. Esto sucede con objeto de disminuir la energía asociada al campo aplicado.

$$E = -\vec{M} \cdot \vec{H} \quad (7)$$

Donde \vec{M} es el vector de imanación del material y \vec{H} es el campo magnético aplicado al material.

La energía de intercambio está asociada a que los espines de los electrones en los materiales magnéticos experimentan un fuerte acoplamiento (spin-spin) conocido como interacción de intercambio. ^[17-19]

Capítulo 3: Técnicas experimentales

En este capítulo describiremos las técnicas que han sido usadas en la preparación, fabricación y estudio morfológico y magnético de cada una de las muestras estudiadas. Usaremos distintas técnicas para lograr un material magnético final que tenga la forma y las propiedades deseadas.

La síntesis de las películas delgadas, exige un dominio de técnicas electroquímicas (anodización) y pulverización catódica en alto vacío “sputtering”. La posterior caracterización morfológica fue realizada con un microscopio electrónico de barrido (SEM).

3.1 Parámetros para la anodización

Para realizar la anodización hay una serie de parámetros importantes que controlan la morfología de las membranas porosas, entre éstas está el tipo de metal a anodizar, el tipo de electrolito y su concentración, el voltaje de anodización, la temperatura y agitación del electrolito.

3.1.1 Tipo de electrolitos

Las soluciones de electrolitos usadas comúnmente son: ácido sulfúrico, ácido oxálico y ácido fosfórico. A medida que el pH del electrolito aumenta, el voltaje aplicado también aumenta. Típicamente las soluciones de electrolitos que contengan ácido sulfúrico generan los poros de diámetro más pequeños; con ácido oxálico se obtienen en el orden de 30 – 60 [nm] y con ácido fosfórico aparecen poros de diámetros desde 120 [nm] dependiendo del voltaje. Para este caso puntual se utilizó el ácido oxálico.^[20]

3.1.2 Temperatura

Es necesario incorporar un sistema de enfriamiento en el sistema de anodización, ya que la aplicación del voltaje para anodizar incrementa la temperatura de la solución.

En todos los casos, la temperatura de anodización se mantiene baja, preferiblemente cercano a 0 [°C], ya que, a temperaturas altas del baño electrolítico aumenta la disolución de la película de óxido porosa.

Además, los cambios en la temperatura del electrolito, afectarán la rugosidad de la superficie. ^[21-22]

3.1.3 Voltaje

El voltaje aplicado a la muestra controla la mayoría de los parámetros de la misma. Este voltaje es capaz de controlar el espesor de la capa barrera, la separación de los poros o parámetro de red, y también el diámetro del poro.

El parámetro de red tiene una relación lineal con el voltaje aplicado, donde la constante de proporcionalidad del tamaño de la celda por voltaje aplicado es aproximadamente 2.5 [nm/V].

Como el voltaje también controla el diámetro del poro se prefirió trabajar entre 30-50 [V]. ^[23]

3.1.4 Agitación del electrolito

La agitación del electrolito también es importante, ya que ésta controla la homogeneidad del pH, y la temperatura.

3.2 Método de anodización de aluminio

Antes de comenzar a detallar el proceso de anodización hay que tener en cuenta la preparación previa del aluminio, por lo que es necesario una buena limpieza de las superficies y electropulirla superficie del aluminio para eliminar así las rugosidades.

3.2.1 Limpieza:

En la fabricación de todas las muestras estudiadas se ha utilizado el mismo material de partida, que es el aluminio (Al) de alta pureza (> 99,99%).

La alta pureza del material de partida es fundamental para obtener muestras de gran calidad, que se ve afectada por la presencia de impurezas. El aluminio de partida, que se encuentra en forma de láminas, se corta inicialmente en pequeños cuadrados y luego se limpia acuciosamente para quitar toda la suciedad y grasa que pueden estar presentes en las láminas. Es necesario que entre cada una de las etapas a mencionar se realice un enjuague con agua limpia (destilada), bien sea por aspersion o por inmersión, para remover las trazas de soluciones que queden adheridas a la pieza, evitando así contaminar los baños de las etapas posteriores. También es posible usar etanol o acetona para una mejor limpieza según sea el caso.

3.2.2 Electropulido.

Antes de realizar el proceso de anodización es necesario reducir lo máximo posible la rugosidad superficial de la lámina de Al. Para esto se realiza un proceso de electropulido en una solución de etanol (C_2H_5OH) con ácido perclórico ($HClO_4$) en una solución 3:1, en donde se sumerge la lámina de aluminio y se aplica una diferencia de potencial entre la muestra de aluminio y el electrodo de sacrificio, generando un campo eléctrico entre estos. El hecho de que la superficie de la lámina no sea homogénea en toda la superficie, generará que la distribución de líneas de campo eléctrico (\vec{E}) no sea homogénea, sino que se concentra en los picos o crestas más altos de la superficie del Al. En este proceso es necesario mantener la solución a una temperatura baja y agitar constantemente la solución para evitar el calentamiento local.

3.2.3 Primera anodización.

Una vez la superficie se encuentre en condiciones óptimas (electropulida), se inicia el proceso de anodización.

Para iniciar el proceso de anodización se coloca la película de aluminio en una celda de anodización, la cual ha sido construida en teflón debido a su buen carácter de aislante térmico y resistencia a diferentes pH. En la parte inferior de la celda la muestra actúa en contacto con la base de cobre, actuando como ánodo, y sobre la celda de aluminio se conecta un electrodo que actuará como cátodo para la anodización.

Como se mencionó anteriormente, la geometría final de la película porosa dependerá del control de distintos factores durante el proceso de anodización como son el electrolito, la temperatura, el voltaje, etc. En nuestro caso trabajaremos con ácido oxálico ($H_2C_2O_4$), debido al rango de parámetros geométricos que nos permite obtener, y utilizaremos un voltaje constante mediante una fuente Keithley modelo 2400, la cual fue controlada mediante un programa en LabView para realizar la anodización del aluminio. Dependiendo del voltaje aplicado podemos obtener distintos parámetros de red, aunque este hecho también limita el diámetro de los poros, es por esto que después es necesario ensanchar los poros. El ensanchamiento de poros está limitado por el parámetro de red, ya que si se ensancha demasiado los poros es posible romper la película de alúmina porosa. Por estos factores se trabajó principalmente entre 30-50 [V]. El control de la temperatura también es un factor muy importante, como se mencionó anteriormente, por lo que la celda de anodización se coloca en un baño térmico de etanol con glicol, esto debido a las propiedades del glicol que tiene un punto de congelación más bajo que el agua $-12,9[^\circ C]$ y un punto de ebullición mayor $197,3[^\circ C]$, esto permite mantener la celda de anodización a $0 [^\circ C]$ sin el peligro de congelarse y también reduce la pérdida de la solución por evaporación. Para mantener la temperatura baja se utiliza un recirculador térmico marca LabTech. ^[24 -25]

También para evitar calentamiento local, y controlar el pH del electrolito es necesaria una continua agitación de la solución durante todo el proceso. Esto se realiza mediante una agitación mecánica compuesta por una varilla agitadora en forma de hélice conectada a un motor marca IKA.

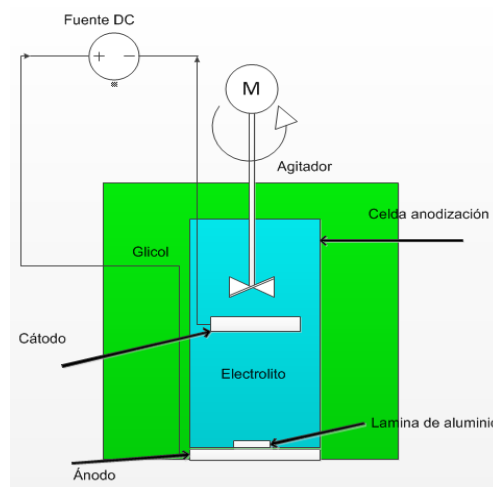


Figura 3.1: Esquema del montaje del proceso de anodización.

3.2.4 Eliminación de la capa de óxido.

Una vez realizada la primera anodización, la película de alúmina porosa presenta poros muy desordenados y una distribución de diámetros muy grande, por lo que es necesario remover la capa de óxido. Para esto se realiza un ataque químico selectivo que solo afecta a la alúmina dejando intacto al sustrato de Al. Sumergiendo la alúmina en una solución compuesta por 18 [grs] de ácido crómico (CrO_3), 70[grs] de ácido fosfórico (H_3PO_4) y completado con H_2O hasta alcanzar 1000[ml], durante unas 12-14 [h] a una temperatura ambiente. ^[25]

3.2.5 Segunda anodización.

Luego del retiro de la capa de óxido se procede a realizar una segunda anodización, siguiendo la receta de Masuda y Satoh ^[26], en donde demostraron los beneficios del método de anodización en dos pasos sobre el de un paso para producir la estructura nanoporosa idealmente organizada. Para esta segunda anodización se utilizarán exactamente las mismas condiciones (voltaje, temperatura, tipo y concentración del electrolito) en las que se llevó a cabo la primera. De este modo, en la cara superior de las películas porosas de alúmina anódica obtenidas, se observarán poros ordenados con una geometría hexagonal centrada. ^[27]

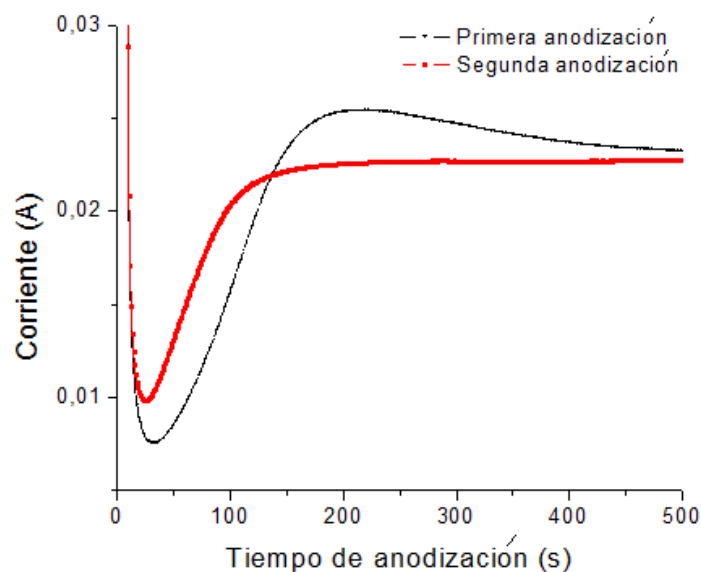


Figura 3.2: Corriente en los dos procesos de anodización, obtenidas experimentalmente.

3.2.6 Ensanchamiento del diámetro de los poros.

Luego de obtener las películas de alúmina porosa, es de esperar que tengan distintas características morfológicas debido a las distintas condiciones electroquímicas, ya que para la fabricación de éstas se varió el voltaje entre 30-50 [V], pero debido a que el estudio pretende solo estudiar el efecto del parámetro de red, se modificará la geometría de las películas, ensanchando el diámetro de los poros.

Para ello, la película tiene que ser sumergida en una solución acuosa de ácido fosfórico al 5 W % y a una temperatura de 35 [°C]. En función del tiempo de aplicación podremos obtener el diámetro de poro deseado. ^[25]

3.3 Películas porosas magnéticas (redes de antidots)

Para fabricar los antidots magnéticos o películas porosas de material magnético, es imprescindible un proceso de doble anodización del Al, siendo innecesaria la etapa de reducción de la capa barrera pues utilizaremos su superficie porosa como plantilla para la deposición de material magnético vía pulverización catódica. La deposición de material magnético sobre la superficie porosa vía pulverización catódica ha sido realizada usando las mismas condiciones de vacío base y presión de deposición para todos los casos.

3.3.1 Pulverización catódica en alto vacío

Una vez obtenidas las películas porosas y modificada su geometría mediante ensanchamiento de los poros, podemos ahora depositar material magnético sobre éstas utilizándolas como molde para la creación de antidots magnéticos.

La fabricación de antidots por pulverización catódica en alto vacío (sputtering), es principalmente un proceso de bombardeo iónico, que consigue la deposición en fase de vapor, del material bombardeado. En esta técnica, los iones formados en un plasma son acelerados hacia el material que se desea depositar, mediante un campo eléctrico, generado por una gran diferencia de potencial DC entre la placa del material a depositar o target (cátodo) y el sustrato donde se deposita el material (ánodo). El plasma formado por un gas de proceso, en este caso argón,

es ionizado por el campo eléctrico, lo cual provoca además que los iones del gas golpeen el blanco con la energía suficiente para arrancar átomos de la superficie del cátodo mediante un proceso de transferencia de momento. Cuando un ión golpea la superficie del material, éste transfiere parte de su energía a los átomos circundantes, produciendo así una colisión en cascada. Las múltiples colisiones hacen posible que algunos átomos del material adquieran la suficiente energía para abandonar la superficie, alcanzar el sustrato y adherirse a él.

Para evitar que el gas residual provoque una contaminación considerable en los recubrimientos depositados, es necesario conseguir un alto vacío (se considera alto vacío a presiones inferiores a 10^{-6} [Torr]). La bomba de alto vacío utilizada en este trabajo de tesis, corresponde a una bomba turbo molecular. La presión de trabajo se consigue mediante la introducción del gas de proceso, en este caso argón, a una presión del orden de los 10^{-6} [Torr].^[28]

En nuestro caso la presión de deposición fue de 3×10^{-3} [Torr] a una potencia de 50 [W] depositando inicialmente una leve capa de Tántalo, luego 18 [nm] de Cobalto y para terminar de nuevo Tántalo.

Hemos elegido el (Co) como material a depositar debido a sus propiedades magnéticas, debido a que es un material con comportamiento ferromagnético duro, ya que posee una alta coercitividad. También se deposita Tántalo ya que es mejora la adhesión del Co y reduce la oxidación.

3.4 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El SEM, es una técnica que permite estudiar la características morfológicas de una muestra. Ésta será la principal técnica de caracterización utilizada en esta tesis. Su funcionamiento consiste en la incidencia de un delgado haz de electrones acelerados, con energías desde unos cientos de eV hasta unas decenas de keV (50 [KeV]), sobre una muestra gruesa, opaca a los electrones. Este haz se focaliza sobre la superficie de la muestra de forma que realiza un barrido de la misma siguiendo una trayectoria de líneas paralelas.

Los electrones del haz pueden dispersarse en la muestra o provocar la aparición de electrones secundarios. Los electrones secundarios resultan de la emisión por parte de los átomos constituyentes de la muestra debido a la colisión con el haz incidente. Los electrones retrodispersados sin embargo, son electrones del haz incidente que han interactuado (colisionado) con los átomos de la muestra y han sido reflejados.

La intensidad de ambas emisiones varía en función del ángulo que forma el haz incidente con la superficie del material, es decir, depende de la topografía de la muestra.

La señal emitida por los electrones y la radiación resultantes del impacto se recoge mediante un detector y se amplifica para cada posición de la sonda. El resultado es una imagen topográfica muy ampliada de la muestra. ^[29]

Capítulo 4: Caracterización Morfológica

En este capítulo trataremos sobre la caracterización morfológica de las películas porosas magnéticas o antidots. Los antidots se preparan usando la técnica de pulverización catódica en alto vacío, como se comentó en el capítulo anterior.

Nuestro interés recae sobre los antidots de Co, pues el Co posee un valor alto de magnetización de saturación, lo cual hace posible observar su magnetización de manera más sencilla.

Antes de depositar Co sobre las películas delgadas, éstas han sido caracterizadas, mediante SEM. Los estudios presentan distintos parámetros geométricos como diámetro y periodicidad de la red hexagonal, en función del voltaje de anodización.

Primeramente se tiene que determinar en qué rangos trabajar, anteriormente se mencionó que se trabaja a 0 [°C], con ácido oxálico y un rango de voltaje entre 30-50 [V], esto debido a un estudio previo experimental nos entregó la siguiente información:

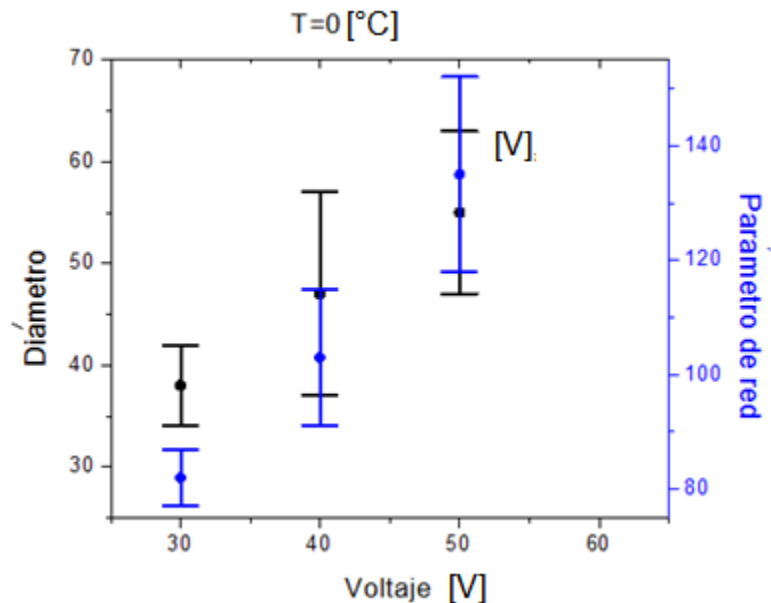


Figura 4.1: Distribución del diámetro y parámetro de red para distintos voltajes.

Estos resultados fueron obtenidos de una serie de anodizaciones, en donde las películas delgadas resultantes se estudiaron mediante SEM. De acá podemos verificar que mediante el aumento del voltaje de anodización aumenta el diámetro y el parámetro de red, pero como se quiere solo estudiar el efecto del parámetro de red, es necesario trabajar en un rango en el que el aumento del diámetro no genere la ruptura de las películas delgadas. Es por esto que se trabaja entre 30-50

[V], ya que esto permite ensanchar los poros de las películas más pequeñas al mismo tamaño que las de 50 [V], sin romper las películas nanoporosas.

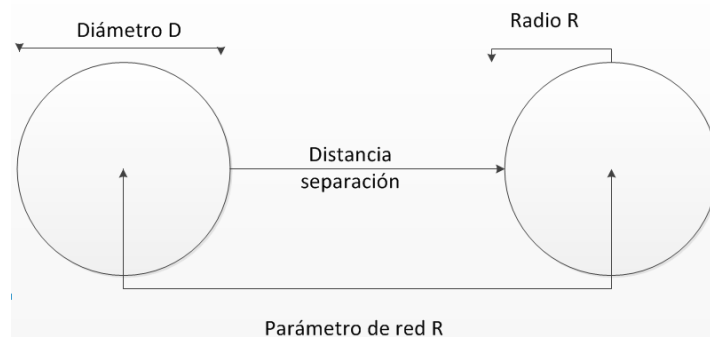


Figura 4.2: Esquema de la morfología entre dos antidots.

4.1 Distribución del diámetro de los antidots.

Luego de determinar los parámetros de fabricación de las películas porosas, procedemos a fabricar dos conjuntos de muestras. Cada uno de estos conjuntos de antidots presentando distintos diámetros, manteniendo constante el diámetro entre los antidots de cada set y variando el parámetro de red.

La figura 4.3 muestra una vista superficial del primer conjunto de antidots, a partir de estas imágenes de SEM hemos realizado unos histogramas de los valores de diámetros, obteniendo directamente el valor promedio de diámetro de cada uno de los antidots de Co. El antidots a) tiene un diámetro de 46 ± 4 [nm], el b) tiene un diámetro de 44 ± 3 [nm] y el c) tiene un diámetro de 45 ± 2 [nm].

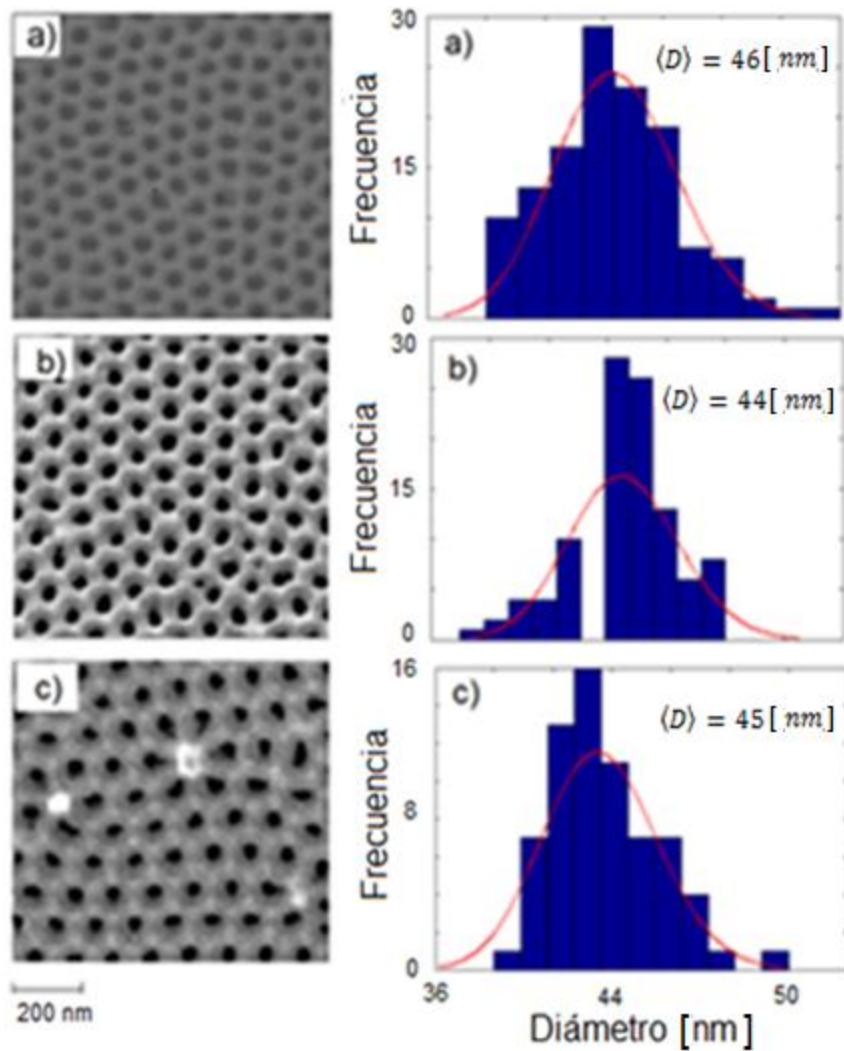


Figura 4.3: Histogramas de las distribución de diámetro de poro e imagen SEM para el primer conjunto de muestras.

En la figura 4.4 podemos observar una vista superficial del segundo conjunto de antidots, y a partir de estas imágenes de SEM hemos realizado unos histogramas de los valores de diámetros, obteniendo directamente el valor promedio de diámetro de cada uno de los antidots de Co. El antidots d) tiene un diámetro de 57 ± 3 [nm], el e) tiene un diámetro de 56 ± 3 [nm] y el f) tiene un diámetro de 57 ± 4 [nm].

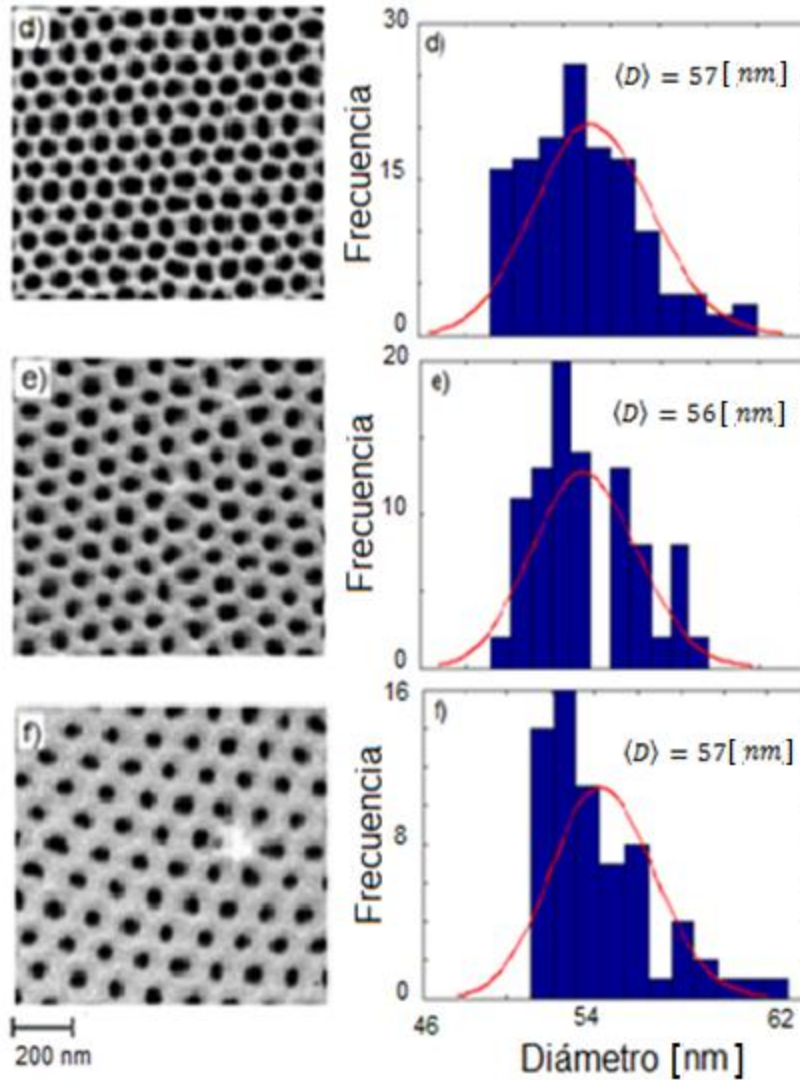


Figura 4.4: Histogramas de las distribución de diámetro de poro e imagen SEM para el segundo conjunto de muestras.

4.2 Distribución del parámetro de red de los antidots.

Luego de corroborar que el valor del diámetro de red en cada uno de los conjuntos se mantiene constante, se realiza un histograma para determinar el valor del parámetro de red de cada uno de los sistemas.

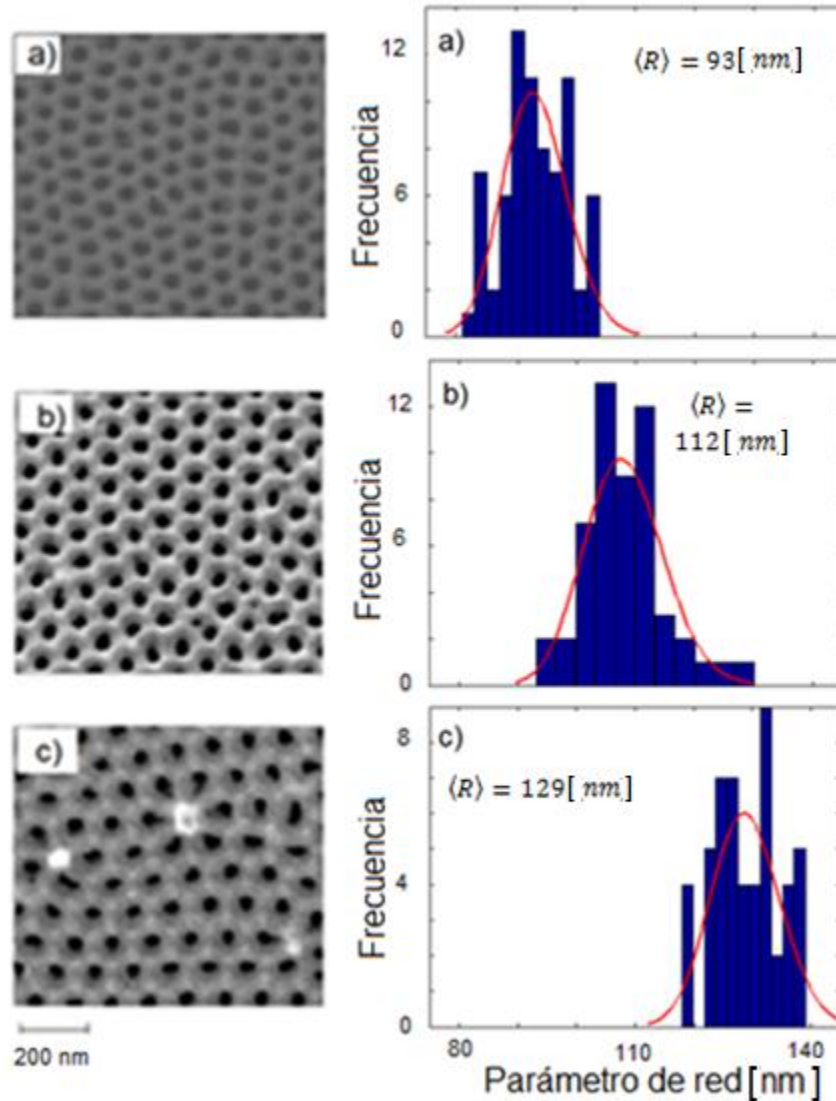


Figura 4.5: Histogramas de las distribución de parámetro de red e imagen SEM para el primer conjunto de muestras.

La figura 4.5 muestra una vista superficial del primer set de antidots, a partir de estas imágenes de SEM hemos realizado unos histogramas de los valores de los parámetros de red, obteniendodirectamente el valor promedio del parámetro de red de cada uno de los antidots de Co. El antidotsa) tiene un parámetro de red de $93 \pm 7 [nm]$, el b) tiene un parámetro de red de $112 \pm 12 [nm]$ y el c) tiene un parámetro de red de $129 \pm 6 [nm]$.

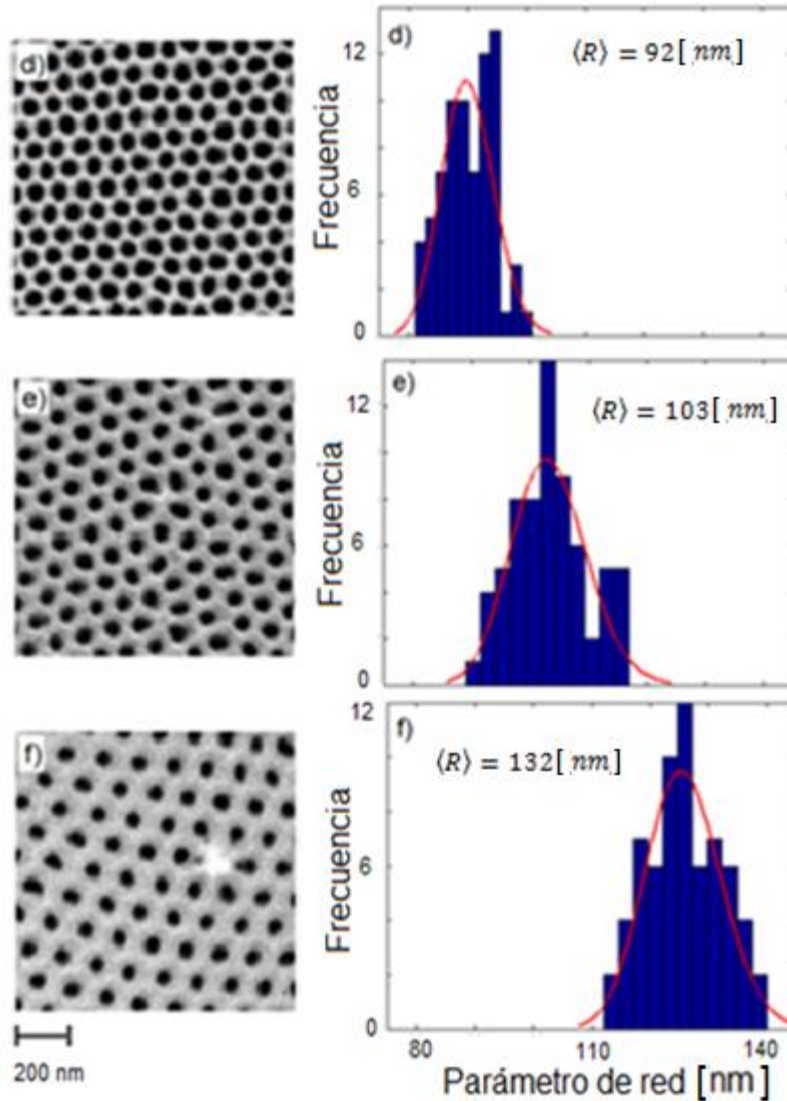


Figura 4.6: Histogramas de las distribución de parámetro de red e imagen SEM para el segundo conjunto de muestras.

La figura 4.6 muestra una vista superficial del segundo set de antidots, a partir de estas imágenes de SEM hemos realizado unos histogramas de los valores de los parámetros de red, obteniendodirectamente el valor promedio del parámetro de red de cada uno de los antidots de Co. El antidotsd) tiene un parámetro de red de $92 \pm 6 \text{ [nm]}$, el e) tiene un parámetro de red de $103 \pm 9 \text{ [nm]}$ y el f) tiene un parámetro de red de $132 \pm 12 \text{ [nm]}$.

Las distribuciones del tamaño de diámetro y el parámetro de red para ambos set de muestras, se realizó mediante unos histogramas ajustados con lognormal, donde se observa que el diámetro se mantiene constante en los set, siendo aproximadamente 45 [nm] el diámetro del primer conjunto y 57 [nm] el diámetro

del segundo, y también que en ambos set el parámetro de red entre los antidots es distinto, resumiendo los resultados en la siguiente tabla:

	Antidot	Diámetro(nm)	Parámetro de Red(nm)
Set 1	a	46± 4	93 ± 7
	b	44± 3	112 ± 12
	c	45± 3	129± 6
Set 2	d	57± 3	92± 6
	e	56± 3	103± 8
	f	57± 4	132± 12

Tabla 4.1: Resumen de valores geométricos de los antidots de Co.

4.3 Transformada de Fourier de los antidots.

El teorema de Fourier afirma que una gráfica o función, cualquiera que sea su forma, se puede representar con alta precisión dentro de un intervalo dado, mediante la suma de una gran cantidad de funciones senoidales, con diferentes frecuencias. Dicho de otro modo, cualquier función, sea o no sea periódica, se puede representar por una superposición de funciones periódicas con diferentes frecuencias.

La frecuencia es una medida para indicar el número de repeticiones de cualquier fenómeno o suceso periódico en la unidad de tiempo. En el caso de una imagen en el dominio frecuencial se sabe dónde se encuentran los distintos rangos de frecuencias.

El procesamiento digital de una imagen se efectúa dividiendo la imagen en un arreglo rectangular de elementos. Cada elemento de la imagen así dividida se conoce con el nombre de pixel. El siguiente paso es asignar un valor numérico a la luminosidad promedio de cada pixel. Así, los valores de la luminosidad de cada pixel, con sus coordenadas que indican su posición, definen completamente la imagen.

La variación de la luminosidad de una imagen, medida a lo largo de una dirección cualquiera, es entonces una función que se puede representar mediante el teorema de Fourier, con una suma de distribuciones senoidales de varias frecuencias. Sin entrar en detalles técnicos innecesarios, simplemente afirmaremos aquí que atenuar o reforzar individualmente algunas de estas componentes senoidales puede tener un efecto dramático en la calidad de una imagen, mejorándola o empeorándola, según el caso.

Es por esto que la transformada de Fourier permite estudiar las frecuencias de las imágenes obtenidas mediante SEM de los antidots, ya que los antidots son agujeros con una disposición espacial hexagonal distribuidos a lo largo de la imagen.^[30-34]

Al aplicar la transformada de Fourier en las imágenes SEM del primer set, es posible obtener los mayores valores de la transformada, en torno a la frecuencia (0,0), que situaremos en el centro de la imagen, se encuentra el máximo principal, y en torno a éste con una geometría hexagonal se encuentran los máximos secundarios. La distancia entre los máximos secundarios en el plano de frecuencia es inversamente proporcional a la distancia entre los nanoporos

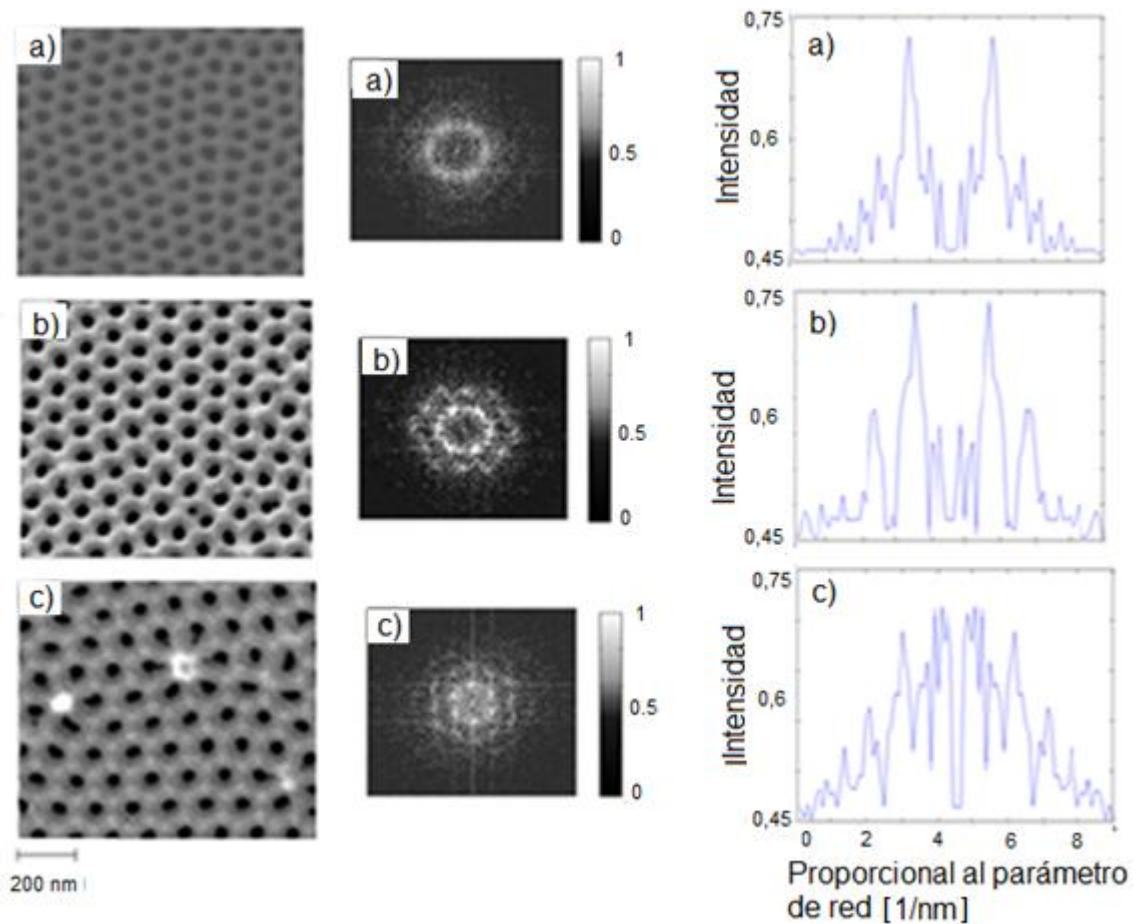


Figura 4.7: Transformadas de Fourier de las muestras del conjunto 1, a) con un parámetro de red de 93 ± 7 [nm], b) un parámetro de red de 112 ± 12 [nm] y c) un parámetro de red de 129 ± 6 [nm].

La figura 4.7 nos permite corroborar que la distancia entre los máximos secundarios del primer set en el plano de frecuencia es inversamente proporcional a la distancia entre los nanoporos, en la siguiente tabla:

Parámetro de red [nm]	Distancia entre máximos proporcionales al inverso del parámetro de Red [1/nm]
93	2,4
112	2,2
129	1

Tabla 4.2: Valores del parámetro de red y distancia entre los máximos secundarios del espacio frecuencia, del primer conjunto.

Al aplicar la transformada de Fourier en las imágenes SEM del segundo conjunto se obtiene:

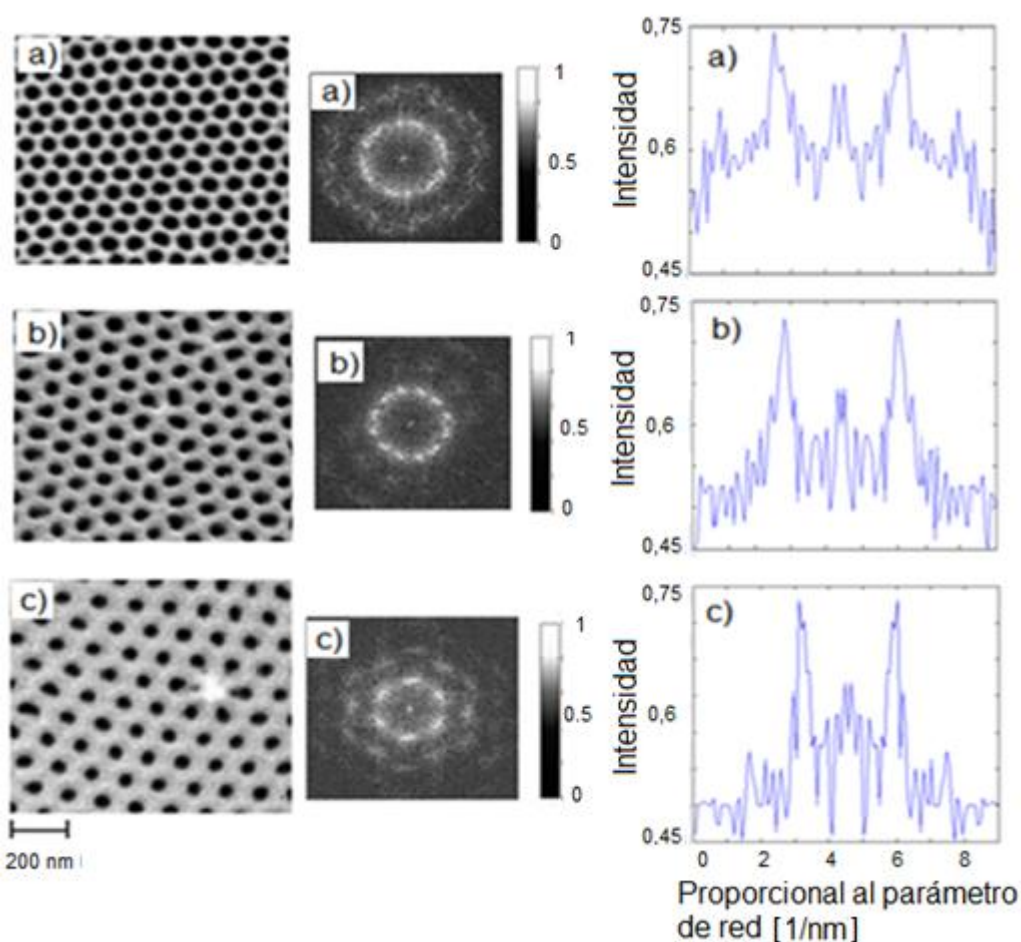


Figura 4.8: Transformadas de Fourier de las muestras del conjunto 2, a) con un parámetro de red de 92 ± 6 [nm], b) un parámetro de red de 103 ± 8 [nm] y c) un parámetro de red de 131 ± 12 [nm].

Corroborando que la distancia entre los máximos secundarios del segundo conjunto en el plano de frecuencia es inversamente proporcional a la distancia entre los nanoporos, en la siguiente tabla:

Parámetro de red [nm]	Distancia entre máximos proporcionales al inverso del parámetro de Red [1/nm]
92	3,8
103	3,2
132	2,9

Tabla 4.3: Valores del parámetro de red y distancia entre los máximos secundarios del espacio de frecuencia del segundo conjunto.

Capítulo 5: Caracterización Magnética

En esta sección estudiaremos el comportamiento magnético de los antidots de Co que han sido producidos mediante la técnica de pulverización catódica, con un espesor de 18 [nm] y con una fina capa de Ta que ha sido depositada sobre y bajo las películas de Co para evitar la oxidación. Las redes de antidots de Co presentan un diámetro de 45 y 57 [nm], respectivamente en cada set, variando el parámetro de red.

Las muestras de antidots presentan buen aspecto morfológico, reproduciendo el orden de las membranas porosas de alúmina. En el caso específico de los antidots, cuando depositamos el material magnético sobre las membranas el diámetro de los agujeros disminuye ligeramente, ya que el material depositado mediante la técnica de pulverización catódica se deposita parcialmente en la superficie lateral de los poros, por lo cual el antidot resultante tiene diámetro menor al molde. Dicha reducción del tamaño de poro depende directamente de la cantidad de material que depositamos sobre las membranas.

5.1 Curvas de histéresis.

Hemos investigado las propiedades magnéticas de sistemas de antidots a partir de los ciclos de histéresis realizados en un "AGFM" Gradiente Alterno de Fuerza magnética a temperatura ambiente. Para poder observar y comparar el efecto del parámetro de red en los sistemas de antidots, hemos preparado dos conjuntos de muestras de Co por pulverización catódica y en condiciones iguales de deposición para mantener los mismos parámetros. En la figura 5.1 se presentan los ciclos de histéresis del primer conjunto de muestras de antidots fabricado con un diámetro de 45 (nm) y distintos parámetros de red, aplicando un campo magnético externo en el plano de las muestras.

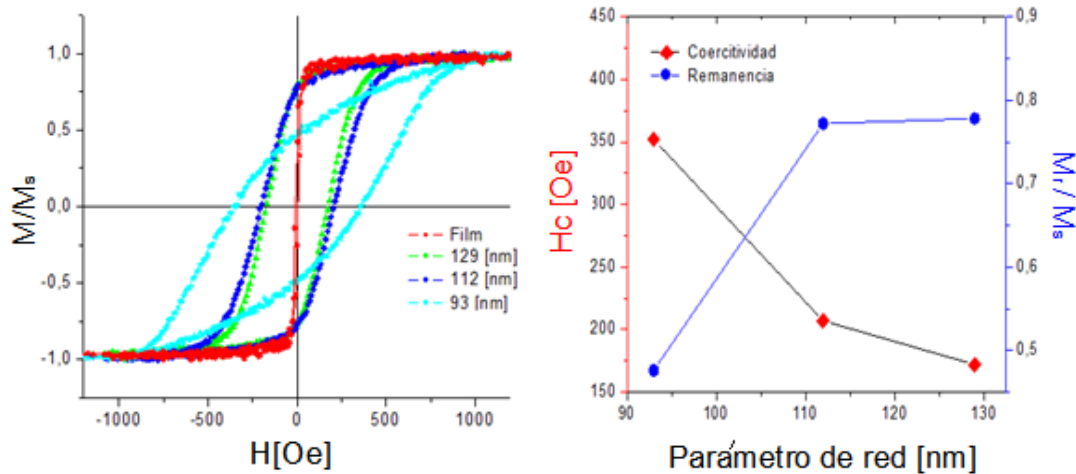


Figura 5.1: Ciclos de histéresis medidos experimentalmente en el plano de las muestras del primer conjunto con un diámetro de 45 [nm], campo coercitivo y remanencia en función del parámetro de red.

Como se observa en la figura 5.1, los ciclos obtenidos con el campo aplicado paralelo al plano de los antidots, muestran un comportamiento histéretico. En la figura se observa cómo la coercitividad disminuye al aumentar el parámetro de red entre los antidots. En cambio, del comportamiento de la remanencia no podemos obtener una información clara, salvo el caso extremo en que la separación de los poros es la menor 93 [nm], donde se observa una disminución de la remanencia, en los demás casos se obtiene una remanencia similar.

Con el fin de obtener más información sobre el efecto del parámetro de red, se han medido los ciclos de histéresis del otro conjunto de muestras pero con un mayor tamaño de diámetro 57 [nm], aplicando el campo magnético externo desde una dirección paralela al plano de la película (figura 5.2).

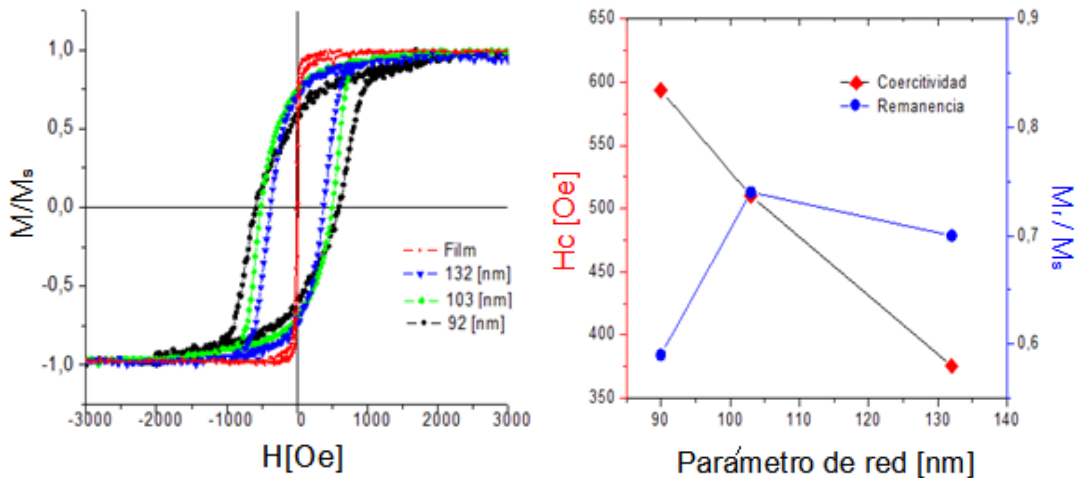


Figura 5.2: Ciclos de histéresis medidas experimentalmente en el plano de las muestras del segundo conjunto con un diámetro de 57[nm] y campo coercitivo en función del parámetro de red.

En la figura 5.2 se corrobora el efecto del aumento de la coercitividad a medida que disminuye el parámetro de red, esto debido a que la disminución del parámetro de red, reduce el espacio para la propagación de las paredes de dominio en la película magnética, produciendo el anclaje de la magnetización en los poros, lo que resulta en un aumento en la coercitividad. La inclusión de poros del orden de los nanómetros introduce una anisotropía de forma inexistente en una película continua debido a que una mayor cantidad de agujeros modifica el modo de inversión de la magnetización, generando una mayor cantidad de dominios magnéticos. ^[35-36]

Las curvas de coercitividad en función del parámetro de red mostradas en las figuras 5.1 y 5.2, corroboran que el campo coercitivo Hc de los antidots disminuye a medida que aumenta el parámetro de red. Este comportamiento es casi lineal para ambos conjuntos de muestras, aunque se muestra una caída más abrupta para la muestra del primer conjunto de 112 [nm] de parámetro de red. Esto debido a que al disminuir el parámetro de red el espacio para que se formen dominios magnéticos es menor, lo cual hace que se formen dominios magnéticos con configuraciones más complejas, y también un mayor número de dominios, por lo cual se necesita más energía externa para cambiar de dirección la magnetización de la muestra. En antidots con mayor parámetro de red se espera que la coercitividad siga disminuyendo hasta la coercitividad de una película continua.

Con la finalidad de entender el rol de la separación entre los agujeros, graficaremos la coercitividad de ambos conjuntos, la figura 5.3 nos permite verificar la dependencia de la coercitividad en función del parámetro de red para distintos diámetros, también es posible observar que al aumentar el tamaño del agujero la tendencia se desplaza, observando que un diámetro mayor genera una

estructura magnética más compleja aumentando el valor de la coercitividad del sistema.

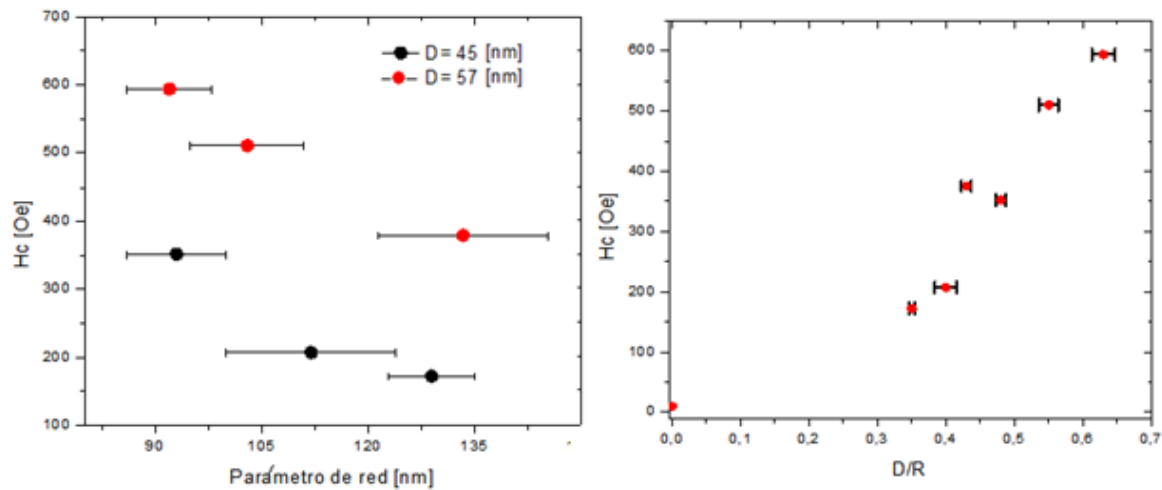


Figura 5.3: a) Campo coercitivo en función del parámetro de red, para el conjunto 1 de diámetro 45 (nm) y el conjunto 2 de diámetro 57 (nm) y b) Campo coercitivo en función de la tasa de poros.

Es posible darse cuenta de la figura 5.3 a) que tanto el parámetro de red como el diámetro de los antidots afectan en el campo coercitivo, debido a que se reduce el espacio para que se formen dominios magnéticos es menor es por esto que se introducirá una nueva variable $\beta = D/R$, ya que esta nos permite estudiar ambos efectos.

En la figura 5.4 se puede observar esquemáticamente la morfología con los parámetros entre dos poros, del cual se podría decir que si el parámetro de red es muy grande que podría atribuirse a una película delgada sin agujeros, por lo que β es igual a 0, en el caso general de que hay poros en la película este valor es mayor que 0 y va aumentando hasta el caso extremo $\beta = 1$ cuando el diámetro del poros y el parámetro de red son iguales, el cual sería un caso extremo, ya que esto experimentalmente es muy complicado debido a la distribución de tamaño, por lo que al hacer un ensanchado muy extenso de los poros para obtener este fenómeno sería muy difícil de controlar que no se juntaran algunos poros.

Esta nueva variable β nos permite saber que si su valor es cercano a 0 el sistema es más parecido a una película delgada lo que podría atribuirse a menor densidad de poros y por ende una menor cantidad de dominios, en el caso que β sea cercano a 1 si bien el diámetro deber ser comparable con el parámetro de red, esto genera un menor espacio entre los poros, aumentando la cantidad de dominios magnéticos, creando una estructura de laberintos lo que induce a la necesidad de un mayor campo coercitivo para invertir la magnetización.

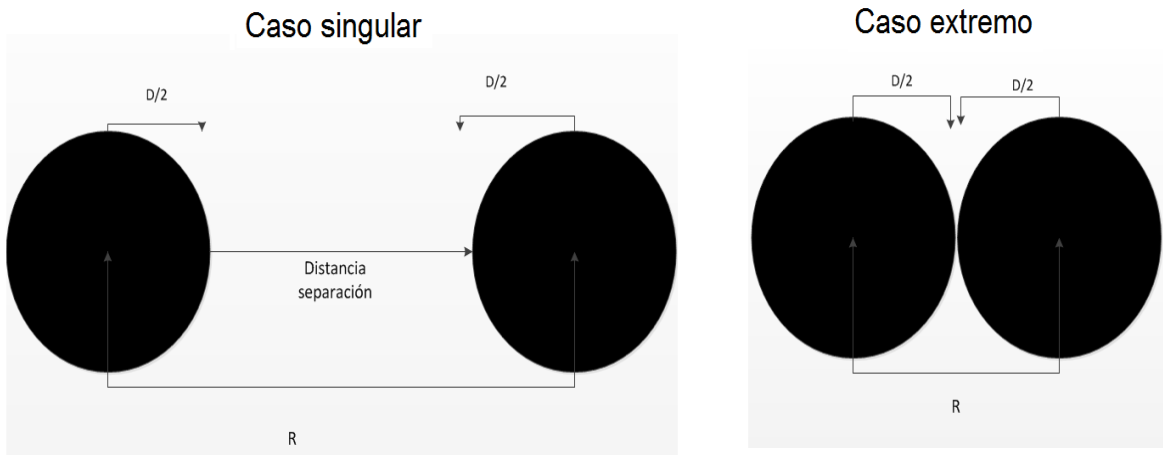


Figura 5.4: Esquema de la morfología de los antidots en un caso normal, y extremo donde el parámetro de red es casi igual al diámetro $\beta \approx 1$.

5.2 Caracterización de antidots mediante Curvas Reversibles de Primer Orden (FORC).

Como vimos anteriormente mediante la caracterización magnética a través de las curvas de histéresis podemos obtener información de las propiedades magnéticas de un sistema (coercitividad, remanencia, etc.), sin embargo mediante la medición de múltiples curvas de histéresis menores, llamadas curvas reversibles de primer orden (FORC), se puede obtener mayor información de las interacciones magnetoestáticas y la distribución de coercitividad en materiales ferromagnéticos. Es por esto que las curvas de primer orden (FORC) nos permiten estudiar un poco más a fondo las componentes reversibles e irreversibles de un sistema magnético.

En este capítulo vamos a hablar de la técnica de medición FORC y su posterior análisis en el diagrama FORC, y los resultados de medición para muestras de antidots magnéticos.

5.2.1 Medición de Diagramas FORC

El método FORC se basa en el modelo clásico de Preisach, donde considera que un sistema histerético se puede describir mediante un ensamble de entidades biestables llamadas histeriones ± 1 . Estos histeriones no necesariamente tienen un significado físico. Cada histerion tiene asociado un campo de reversión y aporta al sistema completo, el cual está representado por una función de densidad llamada función de Preisach.

Es posible obtenerla la función de densidad de Preisach mediante la derivación numérica de un conjunto de curvas de reversión de primer orden (FORC). Para obtener experimentalmente una curva FORC, se debe primeramente saturar el sistema positivamente, aplicando un campo externo igual al campo de saturación H_s , con el fin de poner toda la magnetización de los histeriones en el estado "arriba". El campo externo se disminuye hasta un campo de reversión H_a , el cual cambia la magnetización de algunos histeriones al estado "abajo". Luego el campo externo se aumenta de nuevo hasta el campo de saturación H_s , midiendo la magnetización en el proceso. La diferencia de magnetización entre el campo aplicado y campo de inversión es directamente proporcional a la cantidad de histeriones que cambiaron de estado. Este tipo de la curva de histéresis menor se llama curva de reversión de primer orden.

Este proceso se repite luego disminuyendo el campo de saturación al campo de inversión H_a , pero ahora barriendo de nuevo al campo H_s , en una serie de pasos regulares H_b . Este proceso se repite para muchos valores de H_a produciendo una serie de FORCs, y la magnetización medida en cada paso como una función de H_a y H_b .

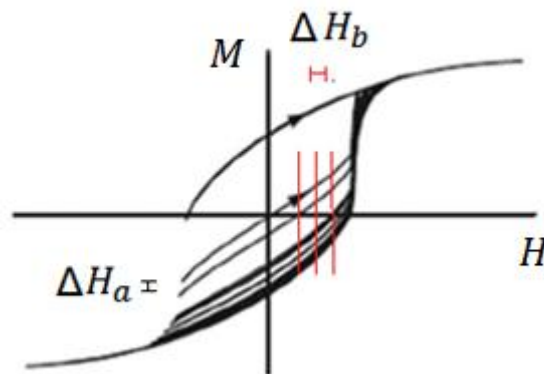


Figura 5.5: Ejemplo de curva reversible de primer orden.

Una vez obtenida la magnetización $M(H_a, H_b)$ en función de H_a y H_b , es posible determinar la función de densidad de probabilidad, mediante el cálculo numérico de la segunda derivada cruzada.

$$\rho(H_a, H_b) = -\frac{1}{2} \frac{\partial^2 M(H_a, H_b)}{\partial H_a \partial H_b} \quad (8)$$

Un diagrama FORC es un gráfico de contorno de $\rho(H_a, H_b)$, con el eje girado cambiando coordenada desde (H_a, H_b) , a $H_c = \frac{H_b - H_a}{2}$ y $H_u = \frac{H_b + H_a}{2}$, donde H_u corresponde a la distribución de campos de interacción y H_c la distribución de campos de coercitivo.^[37-39]

5.2.1 Resultados de Diagramas FORC

En los diagramas FORC mostrados en la figura 5.6 y 5.7 se observa que la componente horizontal representa la distribución de campo coercitivo y la componente vertical la distribución de campo de interacción, obtenidos respectivamente de la distribución FORC a través de sus máximos.

Mediante la comparación de los diagramas de FORC para antidots de 45 [nm] de diámetro en la figura 5.6 (a) con parámetro de red 112 [nm] y 5.6 (b) parámetro de red de 129 [nm], se puede decir que a medida disminuye la distancia entre antidots manteniendo el diámetro constante la distribución de interacciones aumenta levemente y que el máximo de la distribución de coercitividad también aumenta. Este es un claro indicador del aumento del efecto de la interacción ya que sólo la distancia entre los poros está disminuyendo. En la mayoría de los estudios publicados anteriormente de interacción entre los dominios magnéticos en una película magnéticos debido a la presencia de los poros era difícil de aislar y evaluar el efecto de interacciones cuando se comparaban diferentes muestras porque más de un parámetro variaba.^[37-39]

En las figuras 5.6 (a) y 5.6 (b), es posible apreciar que para ambos diagramas FORC se tienen componentes de magnetización reversible e irreversible ($H_c > 0$ [Oe]). Con respecto a la componente irreversible, la distribución del campo coercitivo de los diagramas FORC (figura 5.6), permite observar un aumento del valor máximo del campo coercitivo, $H_c = 225$ [Oe] para la muestra de parámetro de red 129 [nm] y $H_c = 280$ [Oe] para la muestra de parámetro de red 112 [nm], en donde es menor el parámetro de red, al mantener el tamaño del poro y solo variar la distancia entre agujeros, aumenta las interacciones entre los poros ya que es menor la separación y debido a la distribución hexagonal de estos también aumenta la densidad de poros al disminuir la separación entre estos.

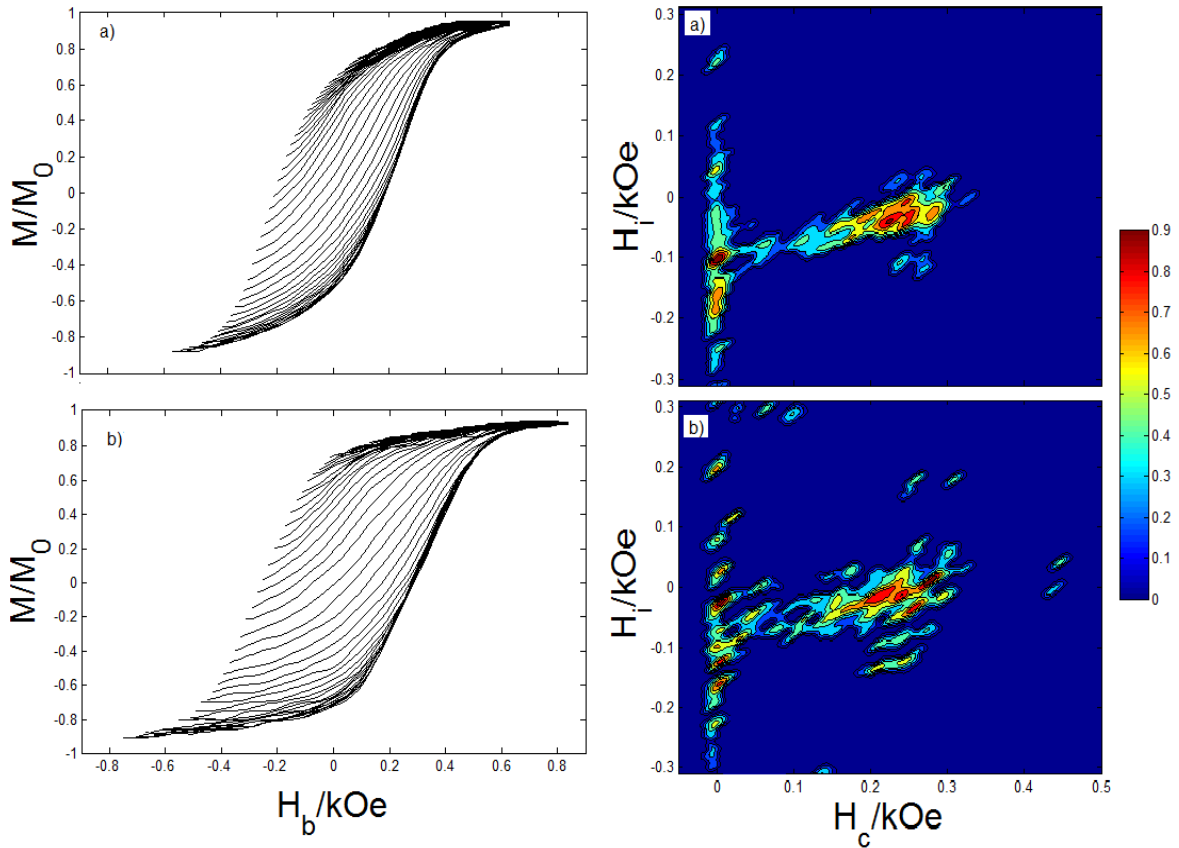


Figura 5.6: Curvas y diagramas FORCS para antidots con diámetro de poro 45 [nm] y parámetros de red a) 129 [nm] y b) 112 [nm], obtenidas con el campo magnético aplicado paralelo al plano de los antidots. La escala de colores va desde el azul (que representa el mínimo) hacia el rojo (valores máximos).

En los diagramas FORC de la figura 5.7 el diámetro de los poros es de 57 [nm] y el parámetro de red es para la muestra c) 132 [nm], esta presenta una distribución de la coercitividad con su máximo en $H_c = 540$ [Oe] y para d) 103 [nm] su máximo en $H_c = 570$ [Oe], donde se observa un aumento en el valor coercitivo al disminuir el parámetro de red. De este diagrama FORC en comparación con el conjunto de 45 [nm] es posible apreciar que al aumentar el diámetro del agujero se elimina la componente reversible del sistema lo que indica la presencia de una estructura magnética más compleja, ya que se disminuye el espacio de inversión, generando un mayor número de dominios magnéticos que interactúan.

El aumento en la distribución de coercitividad indica que hay una mayor cantidad de dominios magnéticos que invierten su magnetización en campos externos mayores, ya que necesitan una mayor cantidad de energía, esto debido a la disminución del parámetro de red o al aumento del tamaño del poro genera una mayor cantidad de dominios magnéticos más pequeños. A su vez, el aumento de número de dominios magnéticos orientados en diferentes direcciones aumenta la

interacción magnética entre regiones vecinas, que se evidencia en el aumento de la distribución en la interacción el diagrama.

Finalmente, en todos los diagramas observamos considerablemente un mayor valor en la distribución de coercitividad a medida que disminuimos el parámetro de red o aumentamos el tamaño de poro, lo que indica la formación de un mayor número de dominios magnéticos. También que al aumentar el diámetro del poro se reduce el espacio de inversión debido a este mismo efecto, por lo que se puede observar que para el conjunto de diámetros de poros mayores los diagramas FORC no poseen componente reversible de magnetización, aumentando a su vez la coercitividad del sistema, ya que se genera una estructura magnética más compleja que las de los sistemas con menor diámetro. [36-39]

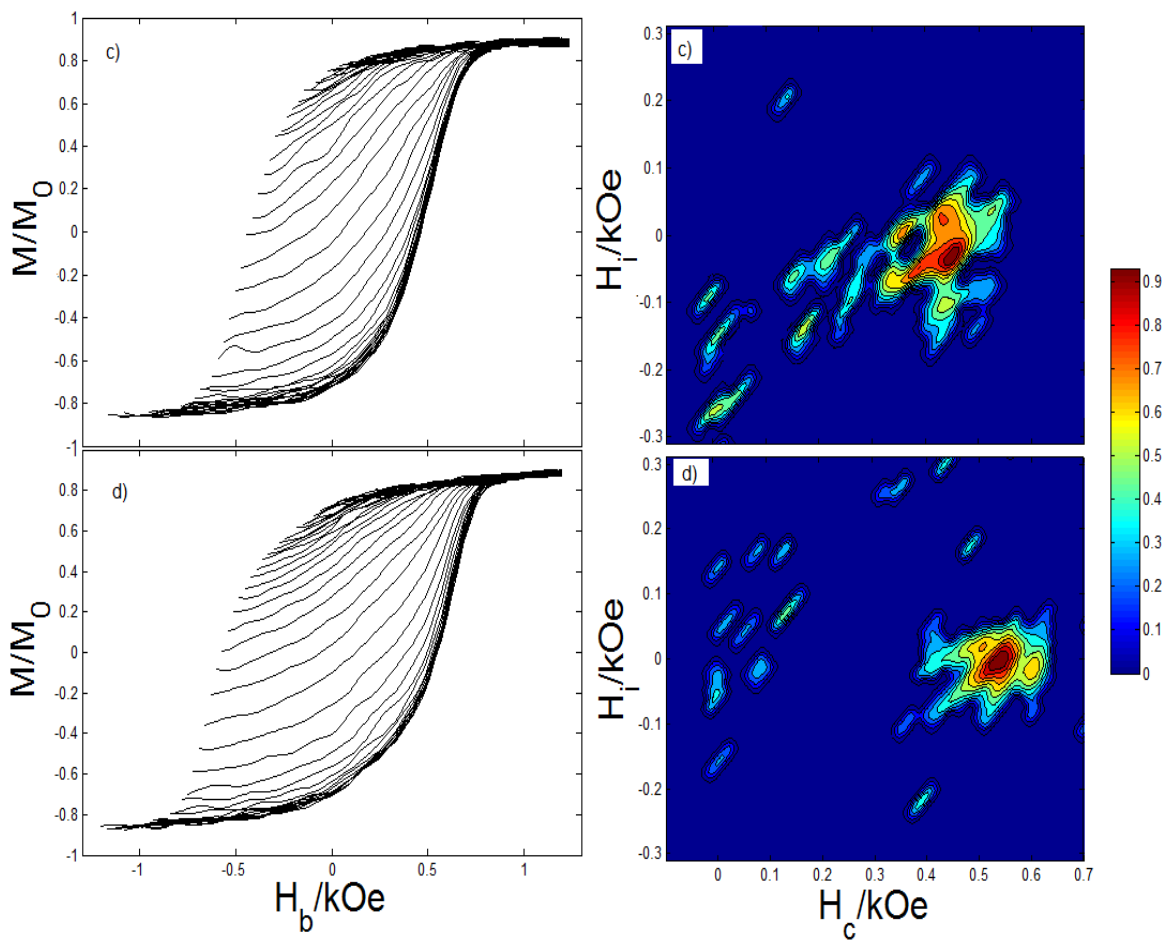


Figura 5.7: Curvas y diagramas FORCS para antidots con diámetro de poro 45 [nm] y parámetros de red c) 132 [nm] y d) 103 [nm], obtenidas con el campo magnético aplicado paralelo al plano de los antidots. La escala de colores va desde el azul (que representa el mínimo) hacia el rojo (valores máximos).

5.3 Simulaciones Micromagnéticas

Si bien las curvas de histéresis son una indudable ayuda para entender el comportamiento magnético de los antidots magnéticos, no deja de ser difícil interpretar los fenómenos magnéticos solo con las curvas de histéresis. Por ende, para complementar con las mediciones experimentales, y estudiar más a fondo la distribución magnética de los sistemas de antidots de cobalto, se realizó un estudio basado en simulaciones micromagnéticas usando el programa GPMagnet.

GP Magnet es un software para realizar simulaciones de diferencias finitas, que nos ayuda discretizando la geometría de la figura magnética a integrar la ecuación de Landau- Lifshitz-Gilbert (ec. 23) numéricamente a través del tiempo, el cual es un conjunto acoplado de ecuaciones diferenciales ordinarias.

$$\frac{d\vec{m}}{dt} = -\gamma_0(\vec{m} \times \vec{H}_{eff}) + \alpha \left[\vec{m} \times \frac{d\vec{m}}{dt} \right] \quad (9)$$

Donde $\vec{H}_{eff}(r, t)$ es el campo efectivo, γ_0 es la relación giromagnética $2,21 \times 10^5 [\frac{A}{m}]^{-1} s^{-1}$ y α es el parámetro de atenuación (damping).

El sistema simulado consiste en imágenes de antidots obtenidas directamente de microscopias SEM como molde para la configuración de la geometría, así como también imágenes teóricas de los antidots eliminando los defectos de orden. Se utilizaron celdas cúbicas de $2 [nm]$, simulando una película cuadrada de área $1 [\mu m^2]$ con un espesor de $18 [nm]$, con los parámetros típicos del cobalto; magnetización de saturación $1400 \times 10^3 [\frac{A}{m}]$, energía de intercambio $30 \times 10^{-12} [\frac{J}{m}]$ y un damping de 0.5. [40-41]

5.3.1 Procesamiento imágenes SEM

Para realizar las simulaciones micromagnéticas es necesario a definir el sistema a simular, es por esto que es necesario procesar las imágenes SEM obtenidas, con la finalidad de simular los antidots a partir de una imagen real, lo que permite introducir los defectos. Por ende, primeramente se redimensionan las imágenes a simular en una imagen cuadrada de área $1 [\mu m^2]$, luego éstas se transforman en binario para poder usarlas en GP Magnet.

Las imágenes de la figura 5.8 muestran las imágenes SEM para el primer set, donde a), b) y c) son las imágenes redimensionadas a un área de $1 [\mu m^2]$ y las imágenes d), e) y f) son las imágenes respectivas transformadas en binario. Si

bien GP Magnet define por defecto el color negro como la parte magnética, éstas al cargarlas en el programa permiten invertir o conservar los colores.

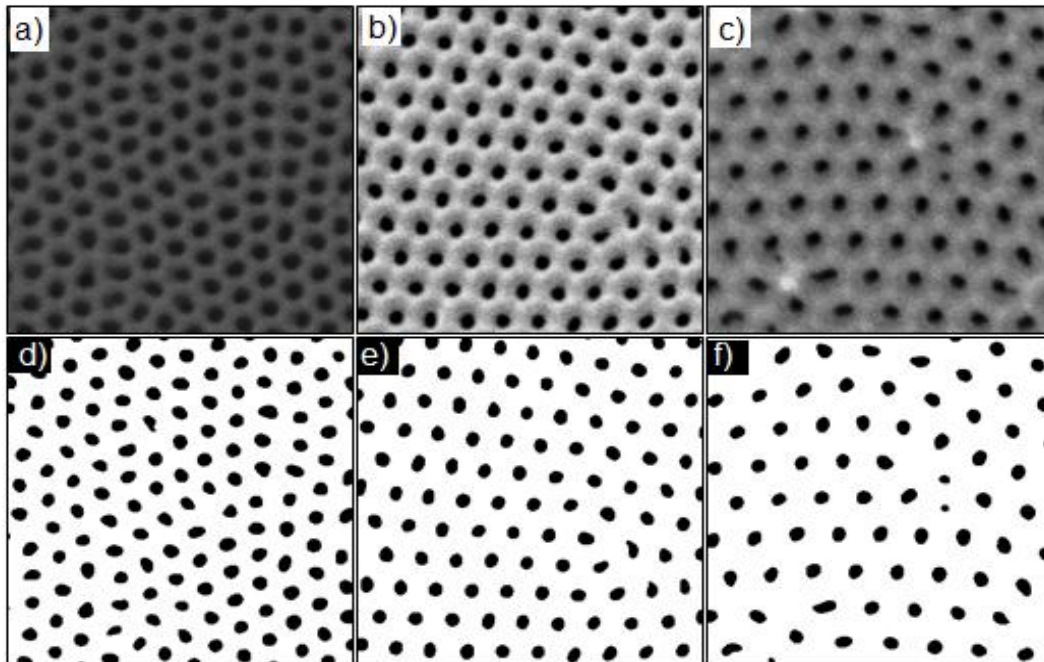


Figura 5.8: Esquema del procesamiento de imágenes del primer conjunto con un diámetro de 45 [nm] para simulaciones micromagnéticas, las imágenes a), b) y c) son las obtenidas directamente por SEM y las d), e) y f) son las imágenes correspondiente procesadas para usar como plantillas para las simulaciones.

Las imágenes de la figura 5.9 muestran las imágenes SEM para el segundo conjunto, donde a), b) y c) son las imágenes redimensionadas a un área de 1 [μm^2] y las imágenes d), e) y f) son las imágenes respectivas transformadas en blanco y negro.

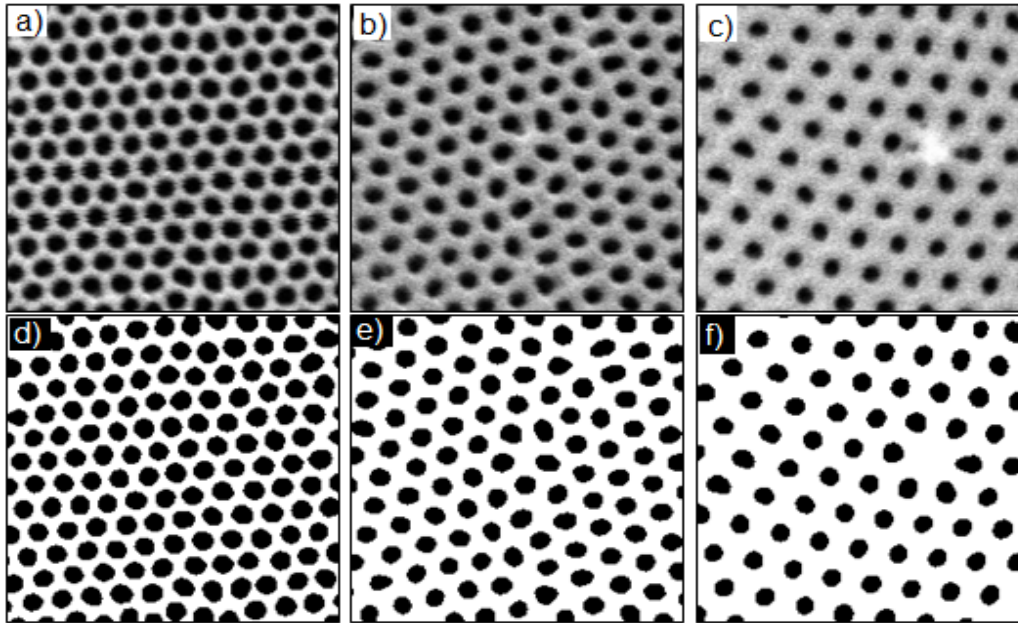


Figura 5.9: Esquema del procesamiento de imágenes del segundo conjunto con un diámetro de 57 [nm] para simulaciones micromagnéticas, las imágenes a), b) y c) son las obtenidas directamente por SEM y las d), e) y f) son las imágenes correspondiente procesadas para usar como plantillas para las simulaciones.

5.3.2 Resultado y análisis Simulaciones Micromagnéticas

Las simulaciones realizadas para sistemas de antidots de Co, se presentan en la figura 5.10 para el primer conjunto y 5.11 para el segundo, respectivamente, donde se pueden apreciar simulaciones de los sistemas desordenados obtenidos mediante el procesamiento de imágenes SEM e imágenes de los sistemas ordenados en las cuales se desprecian los defectos de orden de los poros en el plano.

En la Figura 5.12 se puede observar la variación del campo coercitivo en función del parámetro de red. Se observa que el campo coercitivo de los antidots es inversamente proporcional al parámetro de red. Como explicamos anteriormente al disminuir el parámetro de red, también aumenta la densidad de poros, es por este hecho que aumentan la cantidad de dominios, lo que genera la necesidad de mayor energía para invertir la magnetización del sistema.

En los resultados de las simulaciones del sistema desordenado como el ordenado se muestra la misma tendencia, si bien este aumento es más notorio en el sistema ordenado que en el sistema desordenado (figura 5.12). Esta diferencia puede surgir debido a dos razones: la disposición y la geometría exacta del poro. En el sistema desordenado la disposición de los poros genera una ruptura de la simetría hexagonal, cambiando así el número de vecinos, modificando por lo tanto el

número de dominios. Otro efecto es el efecto de la geometría exacta del poro ya que es determinante en el efecto de la anisotropía de forma del sistema.

Es importante recordar que aunque las coercividades de los sistemas simulados de antidots son mucho mayores que las medidas experimentalmente, debido a que las simulaciones se realizaron a $0\text{ [}^\circ\text{K]}$, mientras que las curvas de histéresis experimentales se realizaron a temperatura ambiente, éstas nos permiten obtener un modelo para poder explicar cualitativamente la variación del parámetro de red.

Concluyendo, se puede decir que un parámetro de red más pequeño o un diámetro de poro mayor se asocian a la presencia de más dominios magnéticos, debido a que la reducción del espacio para la inversión magnética, conlleva a la formación de múltiples dominios cuando existe una mayor densidad de poros o un menor espacio entre estos, por lo que se necesita un mayor campo coercitivo para invertir la magnetización de los sistemas, lo que se puede observar en los “Snapshots” del estado coercitivo de la inversión magnética, en la figura 5.13. [35-36,40-41]

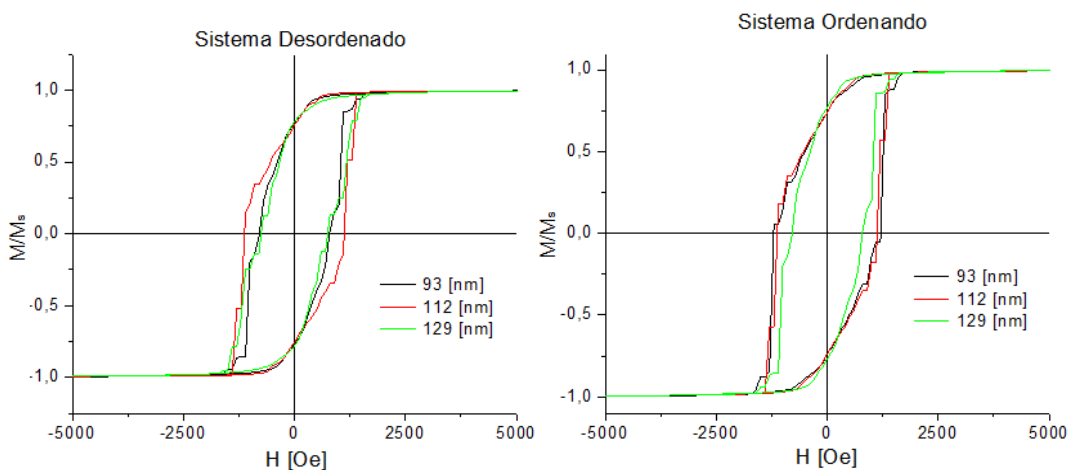


Figura 5.10: Ciclos de histéresis simulados para sistemas desordenados y ordenados en el plano de las muestras del primer conjunto con un diámetro de 45 [nm] .

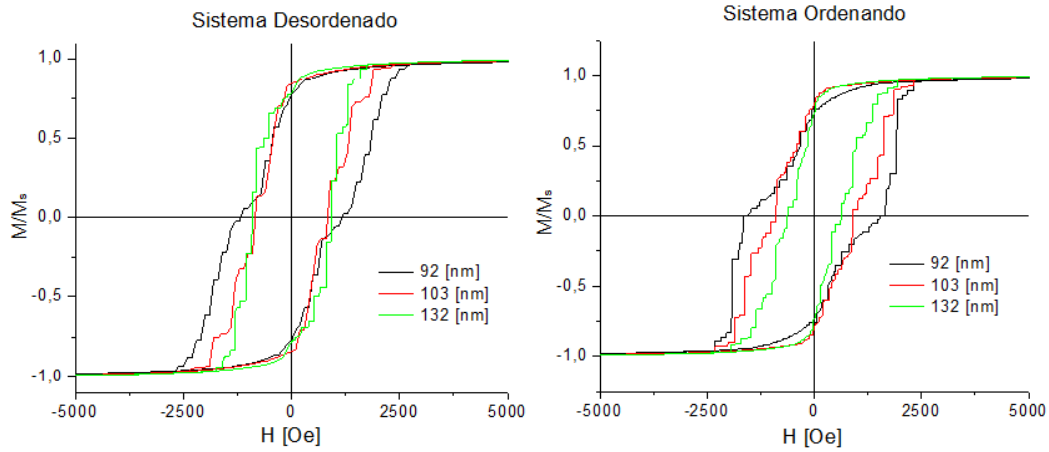


Figura 5.11: Ciclos de histéresis simulados para sistemas desordenados y ordenados en el plano de las muestras del segundoconjunto con un diámetro de 57 [nm].

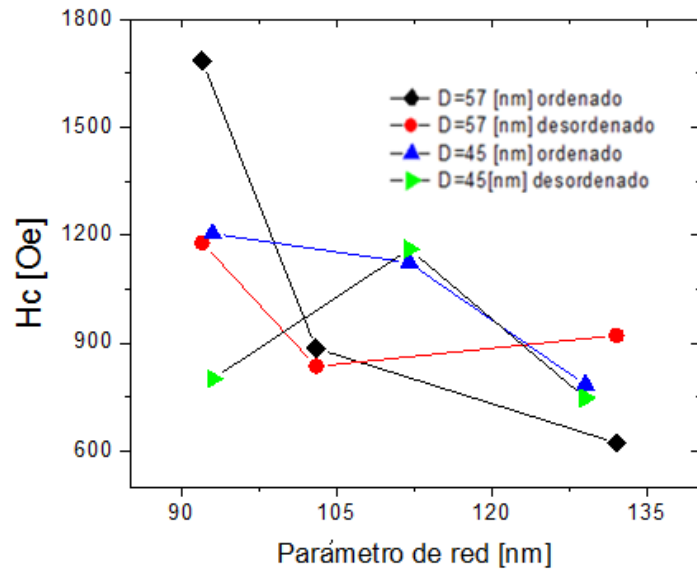


Figura 5.12: Coercitividad de los sistemas simulados para sistemas desordenados y ordenados en el plano de las muestras del conjunto 1 y 2.

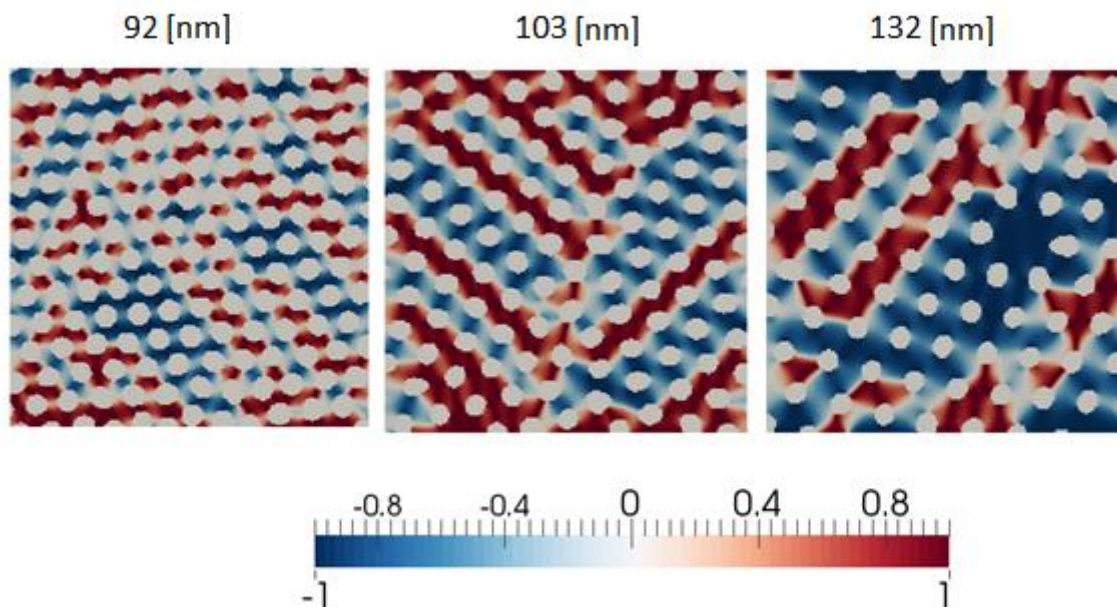


Figura 5.13: "Snapchat" del estado coercitivo de las simulaciones micromagnéticas de los sistemas desordenados del segundo conjunto de muestras.

Capítulo 6: Conclusión

Este trabajo se ha centrado en la fabricación y estudio de las propiedades magnéticas de sistemas nanoestructurados de antidots magnéticos basados en Co.

Por lo que inicialmente se fabricaron membranas de alúmina porosa mediante proceso de doble anodización, donde mediante el control de los parámetros en el proceso de anodización (tiempo de anodización, voltaje de anodización, temperatura del electrolito, y el tipo de electrolito) se pueden modificar las características geométricas, con fin de obtener un diámetro de poro en el rango comprendido entre 25 y 50 [nm] y distintos parámetros de red en el rango comprendido entre 92 y 132 [nm]. Estas membranas fueron posteriormente modificadas ensanchando los poros para obtener dos conjuntos de muestras con diámetros de poros de 45 [nm] y 57 [nm] respectivamente. Para el conjunto de 45 [nm], se obtuvieron parámetros de red de 93, 112 y 129 [nm], y para el conjunto de 57[nm], parámetro de red de 92,103 y 132 [nm]. Estas membranas nano-porosas son utilizadas posteriormente como moldes para la fabricación de antidots (por sputtering) con una geometría igual a la del molde.

Los estudios sobre el comportamiento magnético de los sistemas de antidots magnéticos se realizaron mediante curvas de histéresis medidas en un AGM, los resultados nos permiten observar que el campo coercitivo H_c de los antidots aumenta a medida que se disminuye el parámetro de red. Este comportamiento es casi lineal independiente del tamaño de los poros, debido a la reducción del espacio para la propagación de las paredes de dominio.

Se realizaron diagramas FORC para complementar los estudios de las propiedades magnéticas sobre las interacciones magnetoestáticas y la distribución de coercitividad. De estos es posible observar que al disminuir el parámetro de red se observa un aumento leve en la distribución de las interacciones magnetoestáticas y de la distribución de la coercitividad. Este efecto se ve más notoriamente cuando se estudia el segundo conjunto de antidots donde el diámetro de poros es mayor, por lo que se tiene una estructura magnética más compleja, debido a que el espacio para la inversión magnética se reduce aún más. Es por esto que se observa que al aumentar el diámetro de los poros en el sistema se elimina la componente reversible de la magnetización, aumentando la interacción magnética entre regiones vecinas y el valor de la coercitividad del sistema.

Las simulaciones micromagnéticas de los sistemas desordenados muestran la tendencia del aumento de la coercitividad a medida que se disminuye el parámetro de red. Si bien este aumento es más notorio en el sistema ordenado que en el sistema desordenado, debido a que en este último la disposición de los poros

genera una ruptura de la simetría hexagonal, cambiando así el número de vecinos, modificando por lo tanto la estructura de dominios.

Concluyendo, se puede decir que un parámetro de red más pequeño o un diámetro de poro mayor se asocian a la presencia de una estructura de dominios magnéticos más compleja, debido a que la reducción del espacio conlleva a la formación de múltiples dominios cuando existe una mayor densidad de poros o un menor espacio entre estos, por lo que se necesita un mayor campo coercitivo para invertir la magnetización de los sistemas.

Bibliografía

- [1] An Introduction to Nanoscience and Nanotechnology, Alain Nouailhat.
- [2] Historia del desarrollo de la electricidad y el magnetismo, Martínez Avilés Sandro Esteban, Avid Pacheco, Santos Arratia y Raúl Andrés.
- [3] CICNetwork, Ciencia y tecnología, Revista semestral de los Centros de Investigación Cooperativa de Euskadi, Abril 2007.
- [4] Ordered arrays of magnetic antidots, J.T. Días, et al, (2013 September, 29).
- [5] Low Temp Phys, D.C. Leitao, et al, Springer/J, (2010).
- [6] Nature Physics, VOL 3, L.S. Moore and D. G.-Gordon/, (2007 Mayo.)
- [7] Magneto-optical imaging of magnetic flux patterns in superconducting films with antidots, V.V. Yurchenko, et al, (2005)
- [8] Modern Magnetic Materials” de Robert C. O’ Handley
- [9] Raymond A. Serway, Jonh W. Jewett, Física para Ciencias e Ingeniería 6th ed. Vol.2, Thomson, (2006).
- [10] Tesis “INTERACCIÓN MAGNETOSTÁTICA ENTRE MICROHILOS MAGNÉTICOS AMORFOS”, Alejandro Pereira Abarca.
- [11] “Measurement and characterization of magnetic materiales”, Fausto Fiorillo.
- [12] “Introduction to the Theory of Ferromagnetism”, Amikan Aharoni.
- [13] Tesis doctoral “MODELIZACIÓN DE LA HISTÉRESIS MAGNÉTICA Y SU APLICACIÓN AL CÁLCULO NUMÉRICO EN MÁQUINAS ELÉCTRICAS”, Alfredo de Blas del Hoyo.
- [14] Nanomagnetism, Ram Seshadri.
- [15] Nanomagnetism and Spintronics, Teruya Shinjo
- [16] Lectures on Nanomagnetism, Prof. M. Farle and Dr. M. Spasova

- [17] Tesis Doctoral “NANOESTRUCTURACIÓN DE MATERIALES MAGNÉTICOS MEDIANTE ALUMINIO ANODIZADO”, Wagner de Oliveira da Rosa.
- [18] “PRINCIPLES OF NANOMAGNETISM”, A.P. Guimarães
- [19] Physics Magnetism and Material Magnetic, K. H. J. Buschow and F. R. de Boer
- [20] “Theoretical modeling of porous oxide growth on aluminum”, V. P. Parkhutik y V. I. Shershulsky, J. Phys. D: Appl. Phys. 25, pag. 1258-1263 (1992).
- [21] “Influence of anodizing conditions on the ordered pore formation in anodic alumina”, L. Ba, W. S. Li, J. Phys. D: Appl. Phys. 33, pag. 2527–2531 (2000).
- [22] “Conditions for Fabrication of Ideally Ordered Anodic Porous Alumina Using Pretextured Al”, H. Asoh, K. Nishio, M. Nakao, T. Tamamura y H. Masuda, J. Electrochem. Soc., vol. 148, pag. 152 – 156 (2001).
- [23] Tesis síntesis y caracterización de nanoestructuras porosas de aluminio anodizado, Lina Mercedes Sánchez Botero.
- [24] Model of porous aluminum oxide growth in the initial stage of anodization, E. M. Arslanova, A. V. Alfimov, S. A. Chivilikhin
- [25] Tesis Doctoral “FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ARREGLOS DE NANOHILOS MAGNÉTICOS EN PELÍCULAS NANOPOROSAS DE ALÚMINA ANÓDICA”, David Navas Otero.
- [26] J. Electrochem, Soc., 144, L127, H. Mausda, F. Hasegwa and S. Ono, (1997).
- [27] Self-organized formation of hexagonal pore arrays in anodic alumina, O. Jessensky, F. Muller, a) and U. Gosele, 1998.
- [28] Tesis “CARACTERIZACIÓN ELÉCTRICA Y MAGNÉTICA EN PELÍCULAS DELGADAS”, Daniel Arturo Montofre.
- [29] Scanning Electron Microscopy Primer, Bob Hafner.
- [30] Fabrication of diameter-modulated and ultra-thin porous nanowires in anodic aluminum oxide templates Grzegorz D. Sulka, Lifeng Liu.
- [31] The Anodic Oxidation of Aluminium: Fabrication and Characterization, M.J. Hurtado, M.J. Capitán, J. Alvarez, et al.

[32] The impact of viscosity of the electrolyte on the formation of nanoporous anodic aluminum oxide, Wojciech J. Stępniewski, Dominika Forbot, et al.

[33] Tesis "DIGITAL IMAGE PROCESSING AND IMAGE RESTORATION", AkewakJeba.

[34] Fourier Analysis and Image Processing, Earl F. Glynn

[35] Phys. Rev. B 84, X.K. Hu, S. Sievers, A. Müller, V. Janke and H.W. Schumacher, 024404, (2011).

[36] Tailoring the magnetic properties of cobalt antidot arrays by varying the pore size and degree of disorder, S Michea, J L Palma, R Lavín, J Briones, J Escrig, J C Denardin and R L Rodríguez-Suárez.

[37] Thesis "CHARACTERIZATION OF MAGNETIC NANOSTRUCTURED MATERIALS BY FIRST ORDER REVERSAL CURVE METHOD", Denny R. Lenormand

[38] Characterization of hematite (α -Fe₂O₃), goethite (α -FeOOH), greigite (Fe₃S₄), and pyrrhotite (Fe₇S₈) using first-order reversal curve diagrams Andrew P. Roberts, Qingsong Liu, et al.

[39] FORC diagrams of Magnetic perpendicular recording media Yin Jinhua, Chen Jingsheng, Wu Lianjun

[40] Micromagnetic simulations using Graphics Processing Units, L Lopez-Diaz, D Aurelio, L Torres, E Martinez, M A Hernandez-Lopez, J Gomez, O Alejos, M Carpentieri, G Finocchio and G Consolo

[41] GPMagnet 1.1.02 - Parallel Micromagnetics Problems Solver, User Manual.