



Universidad
del Atlántico

CÓDIGO: FOR-DO-109

VERSIÓN: 0

FECHA: 03/06/2020

**AUTORIZACIÓN DE LOS AUTORES PARA LA CONSULTA, LA
REPRODUCCIÓN PARCIAL O TOTAL, Y PUBLICACIÓN ELECTRÓNICA DEL
TEXTO COMPLETO**

Puerto Colombia, 16 de febrero del 2022

Señores

DEPARTAMENTO DE BIBLIOTECAS

Universidad del Atlántico Ciudad

Cordial saludo,

Asunto: Autorización Trabajo de Grado

Yo, **WALDYR FONG AMARIS.**, identificado(a) con **C.C. No. 1045742643** de **BARRANQUILLA**, autor(a) del trabajo de grado titulado **Estudio del proceso de nanocrystalización de aleaciones amorfas magnéticas blandas de composición Fe37Co35Nb6B12Si10Cu1.** presentado y aprobado en el año **2022** como requisito para optar al título Profesional de **FÍSICO.**; autorizo al Departamento de Bibliotecas de la Universidad del Atlántico para que, con fines académicos, la producción académica, literaria, intelectual de la Universidad del Atlántico sea divulgada a nivel nacional e internacional a través de la visibilidad de su contenido de la siguiente manera:

- Los usuarios del Departamento de Bibliotecas de la Universidad del Atlántico pueden consultar el contenido de este trabajo de grado en la página Web institucional, en el Repositorio Digital y en las redes de información del país y del exterior, con las cuales tenga convenio la Universidad del Atlántico.
- Permitir consulta, reproducción y citación a los usuarios interesados en el contenido de este trabajo, para todos los usos que tengan finalidad académica, ya sea en formato CD-ROM o digital desde Internet, Intranet, etc., y en general para cualquier formato conocido o por conocer.

Esto de conformidad con lo establecido en el artículo 30 de la Ley 23 de 1982 y el artículo 11 de la Decisión Andina 351 de 1993, "Los derechos morales sobre el trabajo son propiedad de los autores", los cuales son irrenunciables, imprescriptibles, inembargables e inalienables.

Atentamente,

Firma

WALDYR FONG AMARIS.

C.C. No. 1045742643 de BARRANQUILLA

 Universidad del Atlántico	CÓDIGO: FOR-DO-110
	VERSIÓN: 01
	FECHA: 02/DIC/2020
DECLARACIÓN DE AUSENCIA DE PLAGIO EN TRABAJO ACADÉMICO PARA GRADO	

Este documento debe ser diligenciado de manera clara y completa, sin tachaduras o enmendaduras y las firmas consignadas deben corresponder al (los) autor (es) identificado en el mismo.

Puerto Colombia, **4/04/2022**

Una vez obtenido el visto bueno del director del trabajo y los evaluadores, presento al **Departamento de Bibliotecas** el resultado académico de mi formación profesional o posgradual. Asimismo, declaro y entiendo lo siguiente:

- El trabajo académico es original y se realizó sin violar o usurpar derechos de autor de terceros, en consecuencia, la obra es de mi exclusiva autoría y detento la titularidad sobre la misma.
- Asumo total responsabilidad por el contenido del trabajo académico.
- Eximo a la Universidad del Atlántico, quien actúa como un tercero de buena fe, contra cualquier daño o perjuicio originado en la reclamación de los derechos de este documento, por parte de terceros.
- Las fuentes citadas han sido debidamente referenciadas en el mismo.
- El (los) autor (es) declara (n) que conoce (n) lo consignado en el trabajo académico debido a que contribuyeron en su elaboración y aprobaron esta versión adjunta.

Título del trabajo académico:	ESTUDIO DEL PROCESO DE NANOCRISTALIZACIÓN DE ALEACIONES AMORFAS MAGNÉTICAS BLANDAS DE COMPOSICIÓN $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$
Programa académico:	FÍSICA

Firma de Autor 1:						
Nombres y Apellidos:	Waldyr Fong Amaris					
Documento de Identificación:	CC	X	CE	PA	Número:	1045742643
Nacionalidad:	Colombiana		Lugar de residencia:	Cartagena		
Dirección de residencia:	Manzana 23 Lote 2 Etapa 2 Las Gaviotas					
Teléfono:	3235383921		Celular:	3017493210		

 Universidad del Atlántico	CÓDIGO: FOR-DO-111
	VERSIÓN: 0
	FECHA: 03/06/2020
FORMULARIO DESCRIPTIVO DEL TRABAJO DE GRADO	

TÍTULO COMPLETO DEL TRABAJO DE GRADO	ESTUDIO DEL PROCESO DE NANOCRISTALIZACIÓN DE ALEACIONES AMORFAS MAGNÉTICAS BLANDAS DE COMPOSICIÓN Fe₃₇Co₃₅Nb₆B₁₂Si₁₀Cu₁
AUTOR(A) (ES)	WALDYR FONG AMARIS
DIRECTOR (A)	ZULIA ISABEL CAAMAÑO DE AVILA
CO-DIRECTOR (A)	
JURADOS	DIANA NATHALIE MONTENEGRO MARTÍNEZ JULIO CESAR TROCHEZ MONDRAGÓN
TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR AL TÍTULO DE	Físico
PROGRAMA	FÍSICA
PREGRADO / POSTGRADO	PREGRADO
FACULTAD	CIENCIAS BÁSICAS
SEDE INSTITUCIONAL	SEDE NORTE
AÑO DE PRESENTACIÓN DEL TRABAJO DE GRADO	2022
NÚMERO DE PÁGINAS	40
TIPO DE ILUSTRACIONES	<ol style="list-style-type: none"> 1. a) Ordenamiento atómico de un cristal de SiO₂. b) Estructura amorfa de SiO₂. Tomado de [7].13 2. Configuraciones de momento dipolar atómico en una variedad de estados magnéticos fundamentales: (a) paramagnético, (b) antiferromagnético, (c) ferrimagnético, y (d) espines no colineales en un helimagnetismo, tomado de [25].16 3. Variación de la energía libre de Gibbs de la etapa de nucleación del número de átomos, tomada de [18].18 4. Esquema del equipode “<i>melt spinning</i>” utilizado en la preparación de las muestras. Tomada del curso de materiales magnéticos nanocristalinos, programa de Física, Profesora Zulia Caamaño, 2020-1.....20 5. Representación esquemática del sistema DSC, tomado de [26].21 6. Interpretación de una curva de DSC según las normas de la ICTA, tomado de [26].....22 7. Esquema para la medida de la imantación en función de la temperatura. Tomada de [18].....23 8. Variación de la susceptibilidad magnética con la temperatura.

	<p>Tomada de [18].24</p> <p>9. Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 5K/min.27</p> <p>10. Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 10K/min.28</p> <p>11. Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 20K/min.29</p> <p>12. Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 40K/min.30</p> <p>13. Curvas de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a diferentes velocidades de calentamiento.31</p> <p>14. Energía de activación para la temperatura de inicio y temperatura de pico, a diferentes velocidades de calentamiento de 5, 10 20 y 40 K/min.32</p> <p>15. Curva de TGM de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ con velocidad de calentamiento de 2K/min.34</p> <p>16. Curva de TGM de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ con velocidad de calentamiento de 10K/min.35</p> <p>17. Curvas de TGM de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a velocidades de calentamiento de 2 y 10K/min.</p>
MATERIAL ANEXO (VÍDEO, AUDIO, MULTIMEDIA O PRODUCCIÓN ELECTRÓNICA)	NO APLICA
PREMIO O RECONOCIMIENTO	No Aplica



**ESTUDIO DEL PROCESO DE NANOCRISTALIZACIÓN DE ALEACIONES AMORFAS
MAGNÉTICAS BLANDAS DE COMPOSICIÓN $\text{Fe}_{37}\text{Co}_{35}\text{Nb}_6\text{B}_{12}\text{Si}_{10}\text{Cu}_1$**

WALDYR FONG AMARIS

TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR AL TÍTULO DE FÍSICO

**PROGRAMA DE FÍSICA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
UNIVERSIDAD DEL ATLÁNTICO
PUERTO COLOMBIA
2022**



**ESTUDIO DEL PROCESO DE NANOCRISTALIZACIÓN DE ALEACIONES AMORFAS
MAGNÉTICAS BLANDAS DE COMPOSICIÓN $\text{Fe}_{37}\text{Co}_{35}\text{Nb}_6\text{B}_{12}\text{Si}_{10}\text{Cu}_1$**

**WALDYR FONG AMARIS
TRABAJO DE GRADO PARA OPTAR AL TÍTULO DE FÍSICO**

**ZULIA ISABEL
CAAMAÑO DE AVILA
DOCTORA EN FÍSICA**

**PROGRAMA DE FÍSICA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
UNIVERSIDAD DEL ATLÁNTICO
PUERTO COLOMBIA
2022**

Estudio del proceso de nanocrystalización de aleaciones amorfas magnéticas blandas de composición $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$

Autor: Waldyr Fong Amaris

Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de Físico

Directora: Zulia Isabel Caamaño De Ávila, Ph. D



Universidad del Atlántico

Facultad de Ciencias Basicas

Programa de Física

Puerto Colombia

2022

El presente trabajo titulado (Estudio del proceso de nanocrystalización de aleaciones amor-
fas magnéticas blandas de composición $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$, presentado por el es-
tudiante Waldyr Fong Amaris, como requisito para optar al título de Físico fue aprobado y
calificado por los evaluadores como:

Evaluador 1: _____

Evaluador 2: _____

DEDICATORIA

A Dios por iluminar mi camino y ayudarme a discernir.

A mis padres, por su comprensión, cariño y consejos.

A mi mami Carmen Amarís, por estar ahí en los momentos de angustia y dudas, siempre dándome los mejores consejos y ayudándome incondicionalmente. Por ser mí modelo a seguir.

A mi padre Waldyr Fong Silva, por su atención durante la realización de este trabajo de grado.

A mi hermana Wendy, por tener siempre una frase cómica que decir, aún en los momentos de preocupación y por siempre estar dispuesta a escucharme cuando lo necesito.

A mi familia, por su constante apoyo y ánimo para ayudarme a seguir luchando.

A mis amigos y amigas: Jorge Castillo, José Nuñez, Wilman Vásquez, Jeynirida Terán, Oscar Fontalvo, Vanessa Valdelamar, Ana Castellar, Antonio Valdelamar, Edgardo Castro.

AGRADECIMIENTOS

A Dios por guiarme, por iluminarme cuando tuve dudas y por darme las ganas y las fuerzas para llevar a cabo mi trabajo de grado.

A mi mamá, porque estuvo siempre a mi lado, apoyándome durante la primera redacción y proyección de la propuesta y dándome los mejores consejos para sacarlo adelante como proyecto de grado. Este trabajo de grado, es también de ella.

A mi padre, porque a pesar de la distancia, siempre estuvo apoyándome en lo que necesitaba.

A mi querida hermanita, por sus chistes y apodos, que siempre me sacan una sonrisa.

A mi directora, Zulia Isabel Caamaño De Ávila, por su amabilidad, compromiso y disposición incondicional para sacar adelante este proyecto.

A mi pareja Laura Melissa Ardila Morales, quien estuvo siempre dándome los mejores ánimos para salir adelante y proponiéndome nuevas metas en mi vida.

A todas las personas que conocí en la universidad con quienes compartí una de las mejores experiencias de la vida.

A los profesores del programa de física de la universidad del Atlántico por su amabilidad, atención y disponibilidad durante mi estancia en la universidad.

A los profesores Mario Andrés Acero Ortega, Jairo Ricardo Cárdenas Nieto, Euler Coral Escobar, Cristian Mejía Cortés, Ubaldo Molina Redondo, Jorge Navarro Estrada, Alexander Oliveros García, Ever Ortiz Muñoz, Álvaro Perez Tirado, Francisco Racedo Niebles, José de Jesús Reslen Eugenio, Rafael Ángel Sarmiento Mercado, Julio Cesar Trochez Mondragón, Ricardo Vega Monroy; a las profesoras Margarita Isabel Correa Vásquez, Diana Nathalie Montenegro Martínez, Diana Johanna Padilla Rueda y a todas las demás personas que también hicieron parte activa en mi proceso de formación profesional, mil gracias.

INDICE GENERAL

	Páginas
1. INTRODUCCIÓN	8
1.1. Antecedentes de estudio.....	10
2. MARCO TEÓRICO	13
2.1. Marco conceptual.....	13
2.1.1. Materiales Amorfos.....	13
2.1.2. Materiales Nanocristalinos.....	14
2.1.3. Proceso de cristalización.....	14
2.1.4. Estado cristalino.....	15
2.1.5. Influencia del tratamiento térmico en la cristalización.....	15
2.1.6. Propiedades magnéticas dependientes de la temperatura.....	15
2.1.7. Nucleación.....	16
2.1.8. Crecimiento cristalino.....	18
2.1.9. Energía libre de Gibbs y estabilidad termodinámica.....	18
2.1.10. Energía de activación.....	19
2.2. Técnicas experimentales.....	19
2.2.1. "Melt-Spinning".....	19
2.2.2. Análisis Térmico.....	20
2.2.3. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).....	20
2.2.4. Analisis termogravimétrico (TGA).....	22
3. METODOLOGÍA	25
4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	27
4.1. Caracterización térmica de la aleación amorfa <i>Fe₃₇Co₃₅Nb₆B₁₂Si₁₀Cu₁</i> por DSC.....	27
4.2. Energía de activación del proceso de cristalización de la aleación amorfa <i>Fe₃₇Co₃₅Nb₆B₁₂ Si₁₀Cu₁</i>	32
4.3. Caracterización térmica de la aleación amorfa <i>Fe₃₇Co₃₅Nb₆B₁₂Si₁₀Cu₁</i> por TGM.....	33
5. CONCLUSIONES	37
6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	38

LISTA DE FIGURAS

18.	a) Ordenamiento atómico de un cristal de SiO_2 . b) Estructura amorfa de SiO_2 . Tomado de [7].	13
19.	Configuraciones de momento dipolar atómico en una variedad de estados magnéticos fundamentales: (a) Paramagnético, (b) antiferromagnético, (c) ferrimagnético, y (d) espines no colineales en un helimagnetismo, tomado de [25].	16
20.	Variación de la energía libre de Gibbs de la etapa de nucleación del número de átomos, tomada de [18].	18
21.	Esquema del equipo de “ <i>melt spinning</i> ” utilizado en la preparación de las muestras. Tomada del curso de materiales magnéticos nanocrystalinos, programa de Física, Profesora Zulia Caamaño, 2020-1.	20
22.	Representación esquemática del sistema DSC, tomado de [26].	21
23.	Interpretación de una curva de DSC según las normas de la ICTA, tomado de [26].	22
24.	Esquema para la medida de la imantación en función de la temperatura. Tomada de [18].	23
25.	Variación de la susceptibilidad magnética con la temperatura. Tomada de [18].	24
26.	Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 5K/min.	27
27.	Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 10K/min.	28
28.	Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 20K/min.	29
29.	Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 40K/min.	30
30.	Curvas de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a diferentes velocidades de calentamiento.	31
31.	Energía de activación para la temperatura de inicio y temperatura de pico, a diferentes velocidades de calentamiento de 5, 10 20 y 40 K/min.	32
32.	Curva de TGM de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ con velocidad de calentamiento de 2K/min.	34
33.	Curva de TGM de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ con velocidad de calentamiento de 10K/min.	35
34.	Curvas de TGM de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a velocidades de calentamiento de 2 y 10K/min.	36

RESUMEN

El interés en el estudio de las aleaciones nanocristalinas magnéticas blandas radica en el hecho de que cuando su fase amorfa (metaestable) es sometida a un tratamiento térmico controlado se transforma en una fase nanocristalina más estable. Esta fase es la responsable de las buenas propiedades magnéticas blandas que presentan estas aleaciones, las cuales son requeridas para una gran variedad de aplicaciones tecnológicas.

En este trabajo de grado se plantea el estudio del proceso de nanocristalización de la aleación magnética blanda de composición $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$, ya que dichas aleaciones tienen un amplio campo de aplicación no sólo a nivel científico sino también a nivel industrial. El interés en este estudio proviene de la fase nanocristalina que se obtiene, la cual está fuertemente relacionada con sus propiedades magnéticas blandas. Varios estudios han reportado que la sustitución parcial de Fe por Co es un método efectivo para el mejoramiento en las propiedades magnéticas blandas, incluso a altas temperaturas.

Es por ello, que con la realización de este trabajo se pretende contribuir al estudio e investigación del proceso de nanocristalización de aleaciones amorfas magnéticas blandas del sistema $FeCoNbBSiCu$, mediante la caracterización térmica por calorimetría diferencial de barrido, y la termogravimetría magnética de las muestras inicialmente amorfas, con el fin de determinar las temperaturas de tratamiento térmico óptimas para la formación de la estructura nanocristalina, la energía de activación del proceso de cristalización y la temperatura de Curie de la fase amorfa y nanocristalina.

PALABRAS CLAVES: Nanocristalización, energía de activación, aleación amorfa, DSC, TGM.

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales magnéticos blandos juegan un papel importante para mejorar la eficiencia energética de los dispositivos de conversión de energía. Se han dedicado esfuerzos continuos a los materiales convencionales, los aceros con silicio de granos orientados y no orientados para reducir su pérdida de núcleo. Sus características magnéticas se rigen principalmente por la energía de anisotropía magnetocristalina, que es propiedad magnética del material y tiene una fuerte correlación con la pérdida por histéresis. Así, la investigación intensiva se ha orientado a reducir su energía de anisotropía magnetocristalina. La pérdida por corrientes de Foucault, por otro lado, es más bien una propiedad extrínseca del material y su magnitud disminuye con la disminución del espesor de los materiales. Los materiales más delgados, por lo tanto, son ventajosos a este respecto, aunque por otro lado el aumento del coste del proceso aumenta. Hasta la fecha, están ampliamente disponibles para propósitos de rango de baja frecuencia, como transformadores de transmisión de energía eléctrica y aquellos de 50 100 μm de espesor están disponibles para aplicaciones de alta frecuencia [1].

La nanociencia y la nanotecnología han crecido de manera exponencial alrededor del mundo y a través del tiempo desde el nacimiento de tales conceptos, los cuales se remontan al discurso de Feynman en diciembre de 1959 en la reunión de la *American Physical Society*, donde él preguntó: "*Qué pasaría si nosotros pudiéramos ordenar los átomos uno por uno de la manera en que queremos?*" Desde este discurso hasta la fecha se ha trabajado e investigado mucho en lo relacionado a partículas a escala de nanómetros, por varios motivos, pero principalmente, por la disponibilidad de distintos métodos innovadores de síntesis de nanoestructuras y consecuentemente, por el mejor entendimiento de las propiedades eléctricas, ópticas, magnéticas, etcétera, que las acompañan. Además, los recurrentes descubrimientos de posibles aplicaciones en el ámbito de medicina, electrónica, computación entre otros, han favorecido dicho crecimiento [2].

Las aleaciones ferromagnéticas amorfas basadas en hierro, han sido estudiadas considerablemente desde las últimas décadas, por las buenas propiedades magnéticas blandas que presentan, tales como: fácil imanación, bajos campos coercitivos, pocas pérdidas de energía por histéresis entre otras; las cuales son requeridas para una gran variedad de aplicaciones tecnológicas, principalmente en cabezales de cinta magnética, y en transformadores de energía. Con el rápido avance de las aplicaciones tecnológicas, como la fabricación inteligente, la comunicación 5G, los vehículos de nueva energía y la impresión 3D, ha crecido la demanda en el mercado de materiales nanocristalinos magnéticos blandos y sus precursores amorfos de alta calidad aumentando así la demanda de estos materiales para aplicaciones a altas temperaturas y altas frecuencias [3].

Las aleaciones magnéticas blandas amorfas son obtenidas en forma, de cintas o hilos me-

tálicos, por métodos de solidificación rápida, siendo uno de los más utilizados el método del “melt spinning” o de la Rueda fría. Una vez se obtiene el material en su estado amorfo, se somete a un tratamiento térmico controlado para inducir el estado nanocristalino, evidenciado por granos cristalinos, cuyo tamaño es de orden nanométrico, inmersos en una matriz amorfa. La interacción magnética entre los granos nanométricos que se forman y su matriz amorfa es la responsable de las propiedades magnéticas blandas que presentan estos materiales. La obtención del estado nanocristalino depende del método de preparación del material, de la composición del mismo y del tratamiento térmico al cual se somete el material inicialmente amorfo. Referente a la dependencia composicional, cada uno de los elementos, juega un papel importante en el proceso de nanocristalización del material; así por ejemplo, el elemento M(metal de transición) previene el crecimiento del grano cristalino a gran escala, mientras que el elemento Cu favorece la nucleación [4]; aunque los precursores amorfos libres de Cu favorecen también el estado nanocristalino. Por otra parte, los átomos de Co ayudan a incrementar la temperatura de Curie [5], haciendo que el material pueda soportar altas temperaturas sin perder sus propiedades como material magnético blando.

Por lo anterior, materiales magnéticos blandos de composición $FeCoNbBSiCu$ se han propuesto para su uso desde el año (2009) [6], ya que representan un ahorro energético, gracias a la reducción de las pérdidas en vacío de aproximadamente el 70 % [5]. Es por ello, que el estudio del proceso de formación de la estructura nanocristalina de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$, cuando ésta es sometida a diferentes temperaturas, analizando dicho comportamiento a través de las técnicas de análisis térmico, se presenta como un tema de interés, ya que permitirá comprender la evolución del proceso de nanocristalización de la aleación; además de contribuir significativamente al entendimiento del comportamiento magnético de los materiales nanocristalinos, teniendo en cuenta las aplicaciones de estos materiales en la ciencia de los materiales y en la industria.

El objetivo principal de este trabajo es estudiar el proceso de formación de estructuras nanocristalinas de la aleación amorfa de composición $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$, el cual se desarrollará analizando el proceso de cristalización de la aleación amorfa de composición $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ por medio de la técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC) a diferentes velocidades de calentamiento, determinando la temperatura de transición ferro-paramagnética de las muestras de estudio, a diferentes velocidades de calentamiento, por medio de la técnica de termogravimetría magnética TGM y encontrando la temperatura de tratamiento idónea para la obtención de la estructura nanocristalina que optimice las propiedades magnéticas blandas que exhiben estos materiales a través de tratamientos térmicos controlados de la muestra inicialmente amorfa.

Este trabajo consta de 5 capítulos en los cuales se encuentra la introducción, marco teórico, metodología, análisis y discusión de resultados, conclusiones y referencias.

1.1. Antecedentes de estudio

La ciencia a nivel nanométrico es un fenómeno natural, por consecuencia, no es sorprendente que haya sido explotada por el hombre de manera involuntaria a través de la historia. La más antigua aplicación conocida de la nanotecnología se remonta a la cultura romana, específicamente a la copa de Licurgo, en donde se descubrió que en algunos de los fragmentos de la copa habían ciertas partículas de oro y plata que tenían un tamaño cercano a los 50 nanómetros, lo cual implica una proporción mil veces más pequeña que un grano de sal. Por lo tanto, se determinó que los romanos fueron pioneros en nanotecnología. El oro presenta distinta coloración en función de su tamaño y forma, sin embargo, esto no lo sabían los artesanos medievales. Así mismo, los chinos usaron oro a nivel nanométrico para la tinción de su famosa porcelana. Las espadas de Damasco estaban formadas por nanotubos de carbono; así como las espadas extremadamente duras de los Samuráis [7], entre otros de los muchos ejemplos que se pueden ver en toda la historia.

En 1959, Richard Feynman pronunciaba una conferencia en la reunión anual de la Sociedad Americana de Física titulada "*There's plenty of room at the bottom*" (Hay mucho sitio ahí abajo), en la cual decía que a escala nanométrica, los sistemas de este tamaño no tendrían las mismas propiedades que los materiales con la misma composición mucho más grandes, sino que éstas se verían alteradas por los fenómenos de escala. Esta conferencia se considera el nacimiento de la nanociencia y nanotecnología, y en los últimos años se está confirmando todo aquello que Feynman predijo hace 63 años [8].

Si se toma un material masivo (de unos milímetros, como lo es el material objeto de estudio) y se reduce su tamaño progresivamente (en este caso por efecto del tratamiento térmico), llega un momento en que sus propiedades físicas (sobre todo su estructura y propiedades magnéticas) cambian drásticamente. Esto ocurre cuando se reduce el tamaño del sistema a órdenes de unos nanómetros [9].

En 1970, se descubrieron los materiales amorfos y su comportamiento magnético blando; una década después, se obtuvieron los materiales nanocristalinos en aleaciones basadas en Fe con propiedades magnéticas blandas superiores a sus precursores amorfos iniciales. Desde entonces, ha crecido el interés en el estudio e investigación en los materiales magnéticos nanocristalinos, tanto por las excelentes propiedades magnéticas que éstos presentan, como por su gran variedad de aplicaciones.

Es por ello, que el grupo de investigación de *Gheiratmand T, et al.* realizaron estudios del efecto del recocido en el comportamiento magnético blando en cintas nanoestructuradas de $(Fe_{0,5}Co_{0,5})_{73,5}Si_{13,5}B_9Nb_3Cu_1$, determinando de esta manera los efectos en la relajación y la nanocristalización en las propiedades magnéticas de la aleación. También se determinó que a través de los fenómenos de cristalización, la magnetización de saturación aumenta debido al gran intercambio de átomos de Fe y Co, observándose una ligera

variación de esta a 700°C [10]. De forma consecutiva, *Shivae H, et al.* presentaron el estudio sobre la cinética en la nanocristalización y propiedades magnéticas de la aleación $(Fe_{0,5}Co_{0,5})_{77}Si_{11}B_9Nb_{2,4}Cu_{0,6}$ [11].

Un año más tarde, el grupo de investigadores *Xue L, et al.* estudiaron el efecto de la adición de cobalto (Co) sobre las propiedades magnéticas y la microestructura de las aleaciones nanocristalinas de $FeNbBCu$, observaron que tanto la temperatura de Curie como las propiedades magnéticas aumentaron notablemente con el incremento de Co. La combinación de propiedades magnéticas blandas, el bajo costo hacen que esta aleación nanocristalina sea un material magnético promisorio para diversos usos tecnológicos [12]. Más tarde, *Han Y, et al.* reportaron, las excelentes propiedades magnéticas a altas temperaturas en la aleación nanocristalina a base de $FeCo (Fe_{1-x}Co_x)_{72,7}Al_{0,8}Si_{17,5}B_5Nb_3Cu_1$ ($x = 0.05$) y un aumento en la temperatura de Curie en el estado amorfo de la aleación [13].

Tiempo después, *Chen S, et al.* estudiaron la influencia de la temperatura de recocido en la microestructura y en las propiedades magnéticas de cintas amorfas de composición $Fe_{74}Co_3Si_8B_{10}Al_1Nb_4$ y determinaron que las cintas mostraron propiedades magnéticas blandas, con una temperatura de Curie (T_c) de 284°C, magnetización de alta saturación (M_s) de 1,18 T y campo coercitivo (H_c) de 33, 66A/m [14]. El grupo de investigación de *Janotova I, et al.* realizaron un estudio de la estabilidad térmica y transformaciones de fase del sistema Fe-Co-B-Si-P, por medio de la calorimetría diferencial de barrido y termogravimetría magnética [15].

Luego, *Zhang W, et al.* investigaron las aleaciones amorfas a base de $FeCo$ para mejorar la estabilidad térmica y la temperatura de Curie, obteniendo como resultado que la temperatura de recocido puede afectar significativamente el tamaño y el contenido de nanocristales precipitados en la aleación amorfa, y la precipitación de fases nanocristalinas puede resultar en el cambio distintivo de las propiedades magnéticas y la temperatura de Curie [16]. Luego *C. Parra* realizó el estudio de la influencia del cobalto en la estructura y propiedades de cintas amorfas $FeSiBP$ obtenidas por “*melt spinning*”. Se determinaron los parámetros cinéticos, como energía de activación y coeficiente de Avrami, mediante tratamientos isócronos [5]; determinando así la cinética de cristalización de las aleaciones.

Luego en el año 2020 *Parra-Velásquez, et al.* obtuvieron cintas de las aleaciones $Fe-SiBP$ y $FeCoSiBP$ con una estructura completamente amorfa mediante la técnica de “*melt spinning*”; donde se presentó un análisis detallado del comportamiento de las aleaciones bajo cristalización isócrona. La influencia del cobalto en la cinética de cristalización de las aleaciones se estudió bajo condiciones isócronas utilizando calorimetría diferencial de barrido (DSC, por sus siglas en inglés). Los valores de energía de activación local y aparente se determinaron mediante los métodos de Kissinger, Ozawa y Kissinger-Akahira-Sunose (KAS). Estos resultados indican que cantidades apropiadas de cobalto pueden mejorar

significativamente la estabilidad térmica de las aleaciones a base Fe a través de un aumento en la energía de activación de nucleación, pasando de 538 kJ/mol a 701 kJ/mol, con el modelo de Kissinger. Además, con el método propuesto por Matusita, fue posible obtener valores globales para el exponente de Avrami, observando que, desde una perspectiva general, el Co cambia el mecanismo de crecimiento de controlado por difusión a uno controlado por interfaz, afirmando la complejidad del proceso de cristalización, que tiene lugar en más de una etapa [17].

A nivel regional, se han desarrollado trabajos en aleaciones del sistema $Fe_{72-x}Co_xNb_6B_{11}Si_{10}Cu_1$ (para $X = 37, 35$ y 40 at. % de Co), en 2011 [18], 2012 [19] y en 2013 [20]. En este último, se realizó un estudio de la susceptibilidad magnética A.C, magnetización e influencia del tratamiento térmico en la obtención de la estructura nanocristalina de aleaciones del sistema anterior.

Es por ello, que el estudio de las aleaciones magnéticas blandas a base de Fe-Co, se ha visto incrementado en los últimos 20 años, debido a las excelentes propiedades magnéticas blandas exhibidas por estas aleaciones, no sólo a temperatura ambiente sino también a elevadas temperaturas, lo cual ayuda a profundizar en la comprensión del comportamiento magnético de este tipo de materiales.

El estudio de los materiales nanocristalinos magnéticos resulta ser idóneo gracias a la estructura nanocristalina que éstos presentan cuando su amorfo inicial es sometido a tratamientos térmicos, desencadenando cambios drásticos en la fase nanocristalina y en la interfase amorfo-cristal, lo que permite el desarrollo de mejores aplicaciones tecnológicas tales como la electrónica de potencia, las máquinas eléctricas y la detección magnética, ya que estos dispositivos empleados en la industria tienden a trabajar con temperaturas muy elevadas.

Es por eso que en este trabajo, se estudiará el proceso de formación de la estructura nanocristalina de la aleación amorfa $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$, en la búsqueda de la mejora de las propiedades magnéticas blandas como: fácil imanación, bajos campos coercitivos, pocas pérdidas de energía por histéresis, entre otras; las cuales son útiles para una gran variedad de aplicaciones tecnológicas, principalmente en cabezales de cinta magnética, y en transformadores de energía. Con el desarrollo de la tecnología espacial, se ha aumentado la demanda de estos materiales para aplicaciones a altas temperaturas y altas frecuencias; es por ello, que el estudio del proceso de nanocristalización de la aleación propuesta llega a ser un tema de gran interés, no sólo porque su estudio contribuirá significativamente al área de los materiales magnéticos nanocristalinos, sino por su aporte y futura aplicación en la tecnología y en la industria.

2. MARCO TEÓRICO

En este capítulo se describirá de forma detallada los estados básicos que conllevan al proceso de cristalización del material (en este caso la aleación $Fe_{37}Co_{35} Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$), teniendo en cuenta las etapas básicas como son la nucleación, crecimiento del cristal y procesos en la cristalización. Se estudiará también como influye el tratamiento térmico al momento de tratar térmicamente la aleación y cual será la energía mínima necesaria para iniciar un proceso determinado llamada energía de activación.

2.1. Marco conceptual

2.1.1. Materiales Amorfos

Los materiales en el estado sólido se clasifican en cristalinos, amorfos o semicristalinos. En los cristalinos, los átomos adoptan arreglos ordenados y repetitivos a largo alcance; formando estructuras tridimensionales periódicas a largo alcance; un ejemplo clásico son los metales y sus aleaciones. En los amorfos no existe ordenamiento periódico; el vidrio y algunos materiales plásticos como el poliestireno son los ejemplos más comunes. La figura 2.1(a) es una representación bidimensional de un sólido cristalino. La figura 2.1(b) representa el mismo sólido pero con estructura amorfa [21].

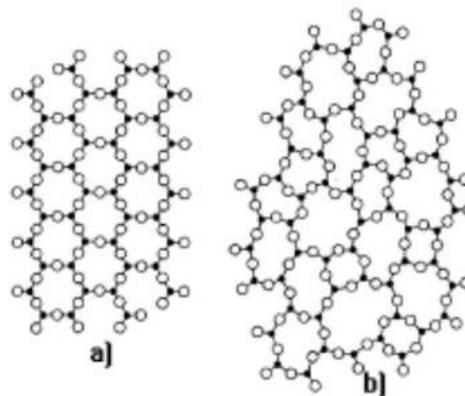


Figura 1: a) Ordenamiento atómico de un cristal de SiO_2 . b) Estructura amorfa de SiO_2 . Tomado de [7].

El dióxido de silicio (SiO_2), presenta esta propiedad según como sea enfriado, cuando es cristalino forma el cuarzo y cuando es amorfo forma el vidrio. Los semicristalinos presentan una parte amorfa y otra cristalina, materiales plásticos como el polietileno y el polipropileno son ejemplos típicos. Desde un punto de vista estructural, los sólidos amorfos se clasifican según si están compuestos por redes tridimensionales no periódicas (vidrio), moléculas individuales de cadena larga (polímeros naturales y plásticos) u ordenaciones intermedias entre estos 2 casos límite (cristales líquidos) [22].

2.1.2. Materiales Nanocristalinos

Los materiales nanoestructurados (NsM, por sus siglas en inglés) pueden ser definidos como aquellos materiales cuyos elementos estructurales como aglomerados, cristales o moléculas tienen dimensiones en el rango de 1 hasta 100 nanómetros. Dichos materiales han sido un interesante tópico en las dos últimas décadas, además se encuentran en una constante y rápida evolución que resulta en diferentes metodologías de síntesis, así como muy variadas técnicas de caracterización. Obviamente, esto ha causado que la investigación de los mismos sea altamente interdisciplinaria [23].

Una manera de distinguir a los NsM está basada en su dimensionalidad; es decir, de acuerdo al número de dimensiones espaciales en el cual los materiales se encuentran en el nivel nanométrico. Siendo así, las nanoestructuras pueden ser clasificadas como adimensionales (0-D) como las nanopartículas, unidimensionales (1-D) como los nanotubos y nanolambres, bidimensionales (2-D) en el caso de películas delgadas y sistemas multicapa, y tridimensionales (3-D) como es el caso de las súper celdas. Por otro lado, se encuentran otro tipo de nanoestructuras que no concuerdan con esta clasificación como las películas cristalinas porosas, puesto que sus propiedades dependen del tamaño del confinamiento y las contribuciones interfaciales de sus componentes y también de la estructuración a nivel micrométrico [24].

2.1.3. Proceso de cristalización

El material amorfo es sometido a un tratamiento térmico controlado para inducir su cristalización; es decir, se pasa de un estado meta estable (amorfo) a un estado más estable (cristalino). Como consecuencia del tratamiento térmico, el material amorfo se cristaliza dando lugar a una fase cristalina con una estructura y propiedades definidas [23].

- **Cristalización primaria:** En este tipo de cristalización, la aleación amorfa cristaliza en una primera fase la cual consta de algunos de los constituyentes iniciales, dejando una matriz amorfa en la cual crecerá el cristal, luego de tratamientos térmicos más prolongados podría cristalizar en una fase meta estable. La fase cristalizada en forma primaria puede servir como sitio de nucleación preferencial para una segunda fase de cristalización.
- **Cristalización polimórfica:** Es la cristalización en la cual la aleación pasa de un estado amorfo a un estado cristalino sin que haya cambios en la concentración de la aleación. Esta reacción solo puede ocurrir en un rango de composición próximo a la del compuesto o elemento puro.
- **Cristalización eutéctica:** Este tipo de cristalización ocurre cuando el amorfo al cristalizar lo hace simultáneamente en dos fases cristalinas debido a una reacción discontinua. Esta reacción no presenta gradiente de concentración en la interfaz por

lo que tarda más que una reacción polimorfa ya que se presentan dos componentes separados por difusión dentro de dos fases separadas en la región cristalizada, según lo plantea A. Hsiao [23].

2.1.4. Estado cristalino

Este tipo de sólidos presentan propiedades físicas y químicas definidas y están en función de la constitución química. Sin embargo, presentan puntos de fusión fijos y se rompen siempre a lo largo de superficies definidas [18].

La cristalización de un material en estado amorfo no se da en forma inmediata en toda la muestra, si no que primero surgen pequeños gérmenes cristalinos, que luego crecen hasta que toda la muestra sea total o parcialmente cristalizada. Este proceso de cristalización sucede generalmente en dos etapas: Nucleación y crecimiento cristalino, las cuales se describen a continuación [18].

2.1.5. Influencia del tratamiento térmico en la cristalización

Se ha evidenciado la influencia del tratamiento térmico en la cristalización del material, ya que a medida que aumenta la temperatura de tratamiento térmico, avanza el proceso de cristalización [25].

Los tratamientos térmicos son las operaciones de calentamiento y enfriamiento mediante el cual se pueden cambiar las propiedades de un sistema; es decir, variar las cantidades relativas de las fases, modificar el tamaño de grano de las mismas y alterar su forma y distribución, a un sistema que contenga más de una fase. Además, solo interviene la energía calorífica, que solo puede cambiar estructuralmente el sistema, mas no su composición. Los tratamientos térmicos de recocido tratan de conseguir, frente a un enfriamiento muy lento, unas transformaciones que conduzcan a estructuras más estables [25].

2.1.6. Propiedades magnéticas dependientes de la temperatura

Las interacciones dipolares son importantes para definir los efectos de desmagnetización. Sin embargo, son demasiado débiles para explicar la existencia de una magnetización espontánea en un material a cualquier temperatura apreciable. Esta se debe a que la energía térmica a una temperatura relativamente baja que se destruirá en la alineación de los dipolos. Para explicar una magnetización espontánea, es necesario describir el origen de un campo magnético interno u otra fuerte interacción magnética que actúa para alinear dipolos en ausencia de un campo [25].

El ferromagnetismo es un fenómeno colectivo ya que los momentos dipolares atómicos individuales interactúan para mover la alineación paralela entre sí. La interacción que da lugar al fenómeno colectivo del ferromagnetismo se ha explicado mediante dos modelos:

- Teoría del campo de Mean considera la existencia de un campo magnético interno no local, llamado el campo de Weiss, que actúa para alinear los momentos dipolares magnéticos incluso en ausencia de un campo aplicado (H_a).
- La teoría de intercambio de Heisenberg considera una interacción local (vecino más cercano) entre momentos (espines) mediados por la superposición directa o indirecta de los orbitales atómicos responsables para los momentos dipolares. Esto actúa para alinear momentos adyacentes en ausencia de una aplicación campo (H_a).

Ambas teorías ayudan a explicar la dependencia de la temperatura (T) de la magnetización. La teoría de Heisenberg se presta a las representaciones convenientes de otros elementos magnéticos colectivos, como antiferromagnetismo, ferromagnetismo, etc. Como se muestra en la Figura 2 [25].

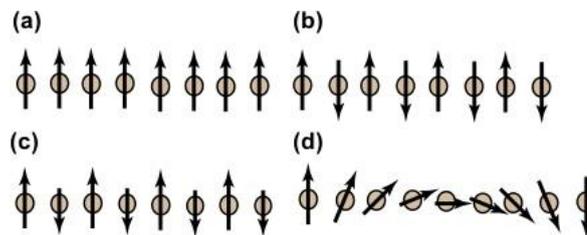


Figura 2: Configuraciones de momento dipolar atómico en una variedad de estados magnéticos fundamentales: (a) Paramagnético, (b) antiferromagnético, (c) ferrimagnético, y (d) espines no colineales en un helimagnetismo, tomado de [25].

Los ferromagnéticos tienen magnetización distinta de cero en ausencia de un campo aplicado porque sus momentos dipolares no se cancelan. Todos los imanes colectivos descritos hasta ahora son imanes colineales, lo que significa que sus momentos dipolares son paralelos o antiparalelos. Es posible tener imanes para que los momentos dipolares no están dispuestos aleatoriamente, pero no son paralelos o antiparalelos. La Figura 2 (d) es un ejemplo de un imán ordenado no colineal. Otros ejemplos de los estados magnéticos ordenados no colineales incluyen los arreglos de espín triangular en algunas ferritas (Yafet y Kittel, 1952).

2.1.7. Nucleación

Al calentar la muestra, se produce la agitación térmica de las moléculas, generando con ello que grupos de átomos de ciertas zonas del material se agrupen de modo que tomen las posiciones correspondientes a la red cristalina, dando origen a un pequeño embrión de estructura y composición igual a la fase cristalina. Estos embriones cristalinos se pueden convertir en núcleos que originen la fase cristalina y también pueden desaparecer dependiendo del tamaño que éstos tengan. Cuando dichos embriones alcanzan cierto tamaño,

se estabilizan formando los llamados núcleos, a este proceso de formación del núcleo es lo que se conoce como nucleación. Existen dos tipos de nucleación [18,20]:

- **Nucleación homogénea:** en ésta el proceso de nucleación tiene la misma probabilidad de que se dé en todo el material.
- **Nucleación heterogénea:** en este caso la nucleación se da preferencialmente en los diferentes tipos de defectos.

La formación de núcleos de cristalización de un material amorfo se evidencia por la variación en la energía libre de Gibbs (ΔG) si se forman (n) átomos en el seno del material amorfo, ésta es positiva, como se muestra en la ecuación (1):

$$\Delta G_1 = n\Delta g_v \quad (1)$$

siendo, $\Delta g_v = g_c - g_l$ donde g_c y g_l son la energía libre por átomos del cristal y en el líquido respectivamente. Luego, se da la formación de una interfase amorfo – cristal que se origina con el incremento en la energía libre en función del área de la interfase [18], es decir:

$$\Delta G_2 = S\Delta g_s \quad (2)$$

siendo, Δg_s la energía por unidad de superficie y S el área de la interfase. Para minimizar el área, se adopta la forma esférica, entonces (2) quedaría:

$$\Delta G_2 = wn^{3/2}\Delta g_s \quad (3)$$

donde w es un factor que depende de la densidad del cristal. Entonces, la variación en la energía libre cuando se forma un embrión de n átomos es [18]:

$$\Delta G = \Delta G_1 + \Delta G_2 = n\Delta g_v + wn^{3/2}\Delta g_s \quad (4)$$

el cambio en la energía libre de Gibbs (ΔG) aumenta hasta un tamaño crítico (n_c) a partir del cual disminuye (ver figura 3).

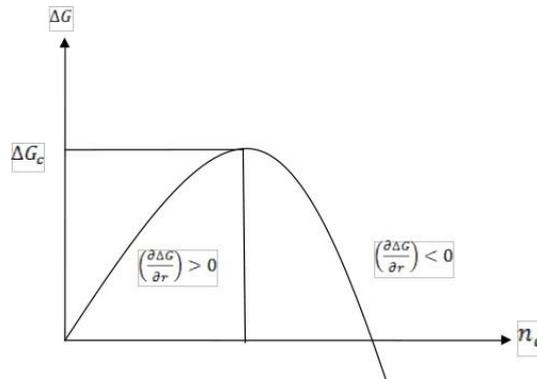


Figura 3: Variación de la energía libre de Gibbs de la etapa de nucleación del número de átomos, tomada de [18].

2.1.8. Crecimiento cristalino

A partir de la formación de gérmenes, éstos crecen por adiciones sucesivas de átomos procedentes de la fase amorfa que logren superar la interfase amorfo-cristal, la cual es una barrera creada entre la fase amorfa y la cristalina. La velocidad de crecimiento cristalino depende de la frecuencia con que los átomos de la fase amorfa que rodean el líquido subenfriado atraviesan la interface y pasan a formar parte del núcleo [18].

2.1.9. Energía libre de Gibbs y estabilidad termodinámica.

La Función de Gibbs o energía libre de Gibbs es un potencial termodinámico, es decir, una función de estado extensiva con unidades de energía, que da la condición de equilibrio y de espontaneidad para un cambio de fase. Función de Gibbs (denominada también energía libre de Gibbs) se define como:

$$G = H - TS \quad (5)$$

pero para un proceso reversible infinitesimal, se tiene entonces que:

$$dG = dH - TdS - SdT \quad (6)$$

sabiendo que dH es:

$$dH = TdS + VdP \quad (7)$$

entonces dG quedaría:

$$dG = -SdT + PdV \quad (8)$$

en el caso de un proceso isotérmico e isobarico reversible, se obtiene entonces que:

$$dG = 0 = CTE \quad (9)$$

El resultado anterior es particularmente importante en relación con un proceso que implica un cambio de fase. La sublimación, fusión y vaporización tienen lugar isotérmica e isobáricamente. Al obtener las aleaciones en estado amorfo a partir del método del enfriamiento rápido, su estructura es desordenada y no está en equilibrio térmico, luego el posterior recocido térmico produce una estabilidad térmica. Este tratamiento térmico induce a una estructura cercana al mínimo de energía libre local [18].

2.1.10. Energía de activación

La energía de activación (E_a) es la energía que necesita un sistema antes de poder iniciar un determinado proceso. La energía de activación suele utilizarse para denominar la energía mínima necesaria para que se produzca una reacción química, o también se define la energía de activación como la cantidad de exceso de energía que pertenece a un o unos grupos de átomos en una sustancia. Para el cálculo de la energía de activación se utiliza el método de Kissinger [19,20]. La cual se describe a continuación:

Método de Kissinger

El método de Kissinger se basa en la determinación de la energía de activación teniendo en cuenta la temperatura del pico de cristalización (T_p), en función de la velocidad de calentamiento (β). La energía de activación E_a se calcula a partir de la representación gráfica del $\ln(\beta/T_p)$ en función de $1/T_p$, que tiene un comportamiento lineal cuya pendiente es $(-E/R)$.

Es de esta forma que se calculará la energía de activación a diferentes velocidades de calentamiento. En este caso se usarán velocidades de calentamiento con valores de 2, 10, 20 y 40 K/min.

2.2. Técnicas experimentales.

2.2.1. "Melt-Spinning"

Es la técnica de enfriamiento ultrarrápido la más comúnmente empleada. En esta técnica la aleación fundida es inyectada sobre la superficie de una rueda cobre que gira a gran velocidad, la rueda actúa como sumidero de calor enfriando el chorro de aleación en tiempos del orden de una milésima de segundo [24].

La aleación amorfa es obtenida a partir de una aleación policristalina de la misma composición llamada aleación madre, esta se obtiene fundiendo cantidades apropiadas de los

constituyentes de un horno de arco o de inducción. El fundido se repite varias veces con el fin de asegurar la homogeneidad de la aleación, y se realiza en atmósfera inerte para evitar la oxidación de la aleación madre. Seguidamente, la aleación se introduce en un crisol de cuarzo perforado en su extremo inferior y que se encuentra dentro de las espiras de un horno de inducción. Cuando la aleación se calienta por encima de su temperatura de fusión, una sobrepresión de argón expulsa el líquido sobre la superficie de la rueda que gira a gran velocidad. Como resultado se obtiene una aleación amorfa en forma de cinta continua cuyo espesor máximo, que depende del ritmo de enfriamiento es de $100\ \mu\text{m}$ [23].



Figura 4: Esquema del equipo de “*melt spinning*” utilizado en la preparación de las muestras. Tomada del curso de materiales magnéticos nanocrystalinos, programa de Física, Profesora Zulia Caamaño, 2020-1.

2.2.2. Análisis Térmico

Para realizar el estudio del proceso de cristalización, se utilizarían principalmente las técnicas de análisis térmico. Bajo este nombre se engloba el conjunto de métodos de análisis dinámicos que detectan los cambios de alguna propiedad física y/o química de una sustancia en función de la temperatura o del tiempo, cuando ésta es calentada o enfriada a una velocidad normalmente programada para dar un incremento lineal de la temperatura. Dentro de las técnicas de análisis térmico, las más adecuadas para el estudio de transiciones de fase y otros procesos en estado sólido, son las que detectan variaciones de energía de la sustancia en función de la temperatura, entre ellas tenemos: la Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y el Análisis Termogravimétrico (TGA) [26,27].

2.2.3. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

La técnica DSC es una técnica dinámica de calorimetría diferencial en la que el flujo de calor que absorbe o libera la muestra y la referencia se mide en función de la temperatura

o y/o del tiempo. La medida del flujo de calor se hace manteniendo la muestra y la referencia a la misma temperatura; se modifica la potencia de calentamiento para anular las diferencias de temperatura que se producen entre muestra y referencia cuando en la primera tienen lugar cambios físicos. Es posible utilizar este principio conocido con el nombre de balance nulo de temperatura, porque en la técnica DSC la muestra y la referencia se calientan individualmente. La diferencia de potencia dQ/dt suministrada a los elementos calefactores es proporcional a la diferencia del flujo de calor enviado a la muestra y a la referencia dH/dt . En la figura 5, se representa el esquema de los portamuestras de la muestra y de la referencia, con sus elementos calefactores y sus sensores de temperatura individuales [26].

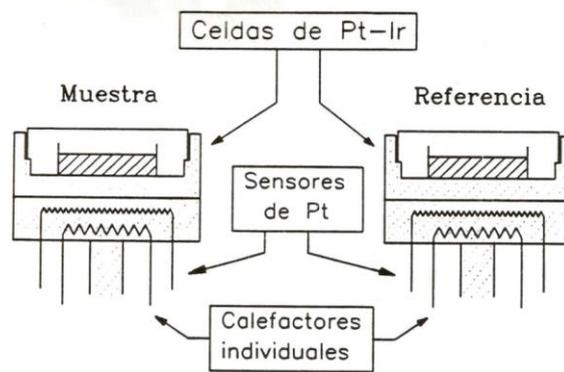


Figura 5: Representación esquemática del sistema DSC, tomado de [26].

Para asegurar que las temperaturas de los portamuestras de la muestra y de la referencia sean iguales se incrementan a la misma velocidad, el sistema DSC se divide en dos calefactores individuales de control. Uno de los calefactores controla la temperatura media de los portamuestras, de forma que ésta aumenta a una velocidad predeterminada, normalmente constante. El otro, controla la temperatura diferencial y en caso de producirse una diferencia de temperaturas no nula entre la muestra y la referencia, suministra la potencia necesaria para anularla.

La respuesta del sistema es la variación en el flujo de calor entre la muestra y la referencia cuando dicha muestra se somete a un programa de temperatura en una atmósfera controlada, aunque la muestra puede ser afectada por la resistencia térmica entre los portamuestras y su entorno, pero no debe verse afectada por el comportamiento térmico de la muestra. Para garantizar una respuesta rápida y asegurar que en cada momento, los dos portamuestras se encuentran a la misma temperatura, masas y resistencias térmicas de los portamuestras, se reducen al mínimo y se utiliza un bucle en circuito cerrado de elevada ganancia para el control diferencial de potencia [18].

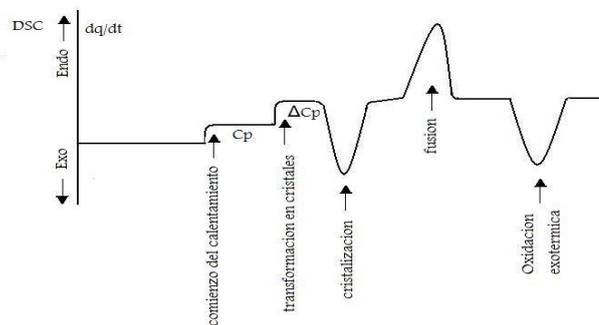


Figura 6: Interpretación de una curva de DSC según las normas de la ICTA, tomado de [26].

Se registra una señal o curva DSC de potencia diferencial de calentamiento en función de temperatura o del tiempo (relacionadas a través de la velocidad de calentamiento, θ), sobre la que se realiza el análisis. Las transformaciones o transiciones que experimenta la muestra se manifiestan como un pico o un salto, identificables por un desplazamiento respecto a la línea de potencia diferencial aproximadamente cero (línea base), ver (figura 6). El sentido del desplazamiento respecto a la línea base viene dado por el tipo de transformación que experimenta la muestra; serán diferentes si en la transformación hay liberación (transformaciones exotérmicas) o absorción de calor (transformaciones endotérmicas). Las variables utilizadas en la técnica DSC permiten determinar directamente sobre la curva las temperaturas, o por integración de la señal (determinación del área bajo el pico de la transición/transformación), las entalpías de transformación [18].

2.2.4. Análisis termogravimétrico (TGA)

La Termogravimetría permite la medida continua de peso o variación de peso gravitatorio de la sustancia, en función de la temperatura o del tiempo, cuando es sometida a un programa de calentamiento determinado.

La variación en el peso magnético o fuerza magnética en aleaciones magnéticas es proporcional a la susceptibilidad magnética del material y por ende a la magnetización del mismo; en otras palabras, si una muestra es expuesta a un campo magnético, esta muestra estará sujeta a fuerzas de repulsión o atracción dependiendo de las propiedades magnéticas del material. Dicha fuerza puede ser medida al colocar la muestra en una balanza termogravimétrica, y si la muestra es calentada a una velocidad constante, la curva de análisis térmico registra la fuerza magnética vs. Temperatura (ver figura 8).

La susceptibilidad de un material es simplemente la medida de diferencias de pesos dentro y fuera de un campo magnético. La fuerza magnética existente, evaluada por la diferencia en pesos aparentes, se determina por dos métodos [27]:

1) **Método de Gouy:** Un gran volumen del material se suspende dentro de una balanza y un campo magnético H , para obtener la pérdida de fuerza magnética (F) o peso magnético de la muestra:

$$F = \frac{1}{2}KH^2A \quad (10)$$

En donde A es el área de la muestra y K es la susceptibilidad por unidad de volumen.

2) **El método de Faraday:** Un pequeño volumen de la muestra se suspende completamente dentro de una región de un gradiente de campo magnético uniforme, dH/dZ en la dirección de la fuerza; la fuerza en la muestra está dada por:

$$F = \chi m H \frac{dH}{dZ} \quad (11)$$

Donde m es la masa de la muestra. Si los polos magnéticos son tales que HdH/dZ es constante sobre toda la muestra, la fuerza en el material es proporcional a la masa y a la susceptibilidad de la muestra.

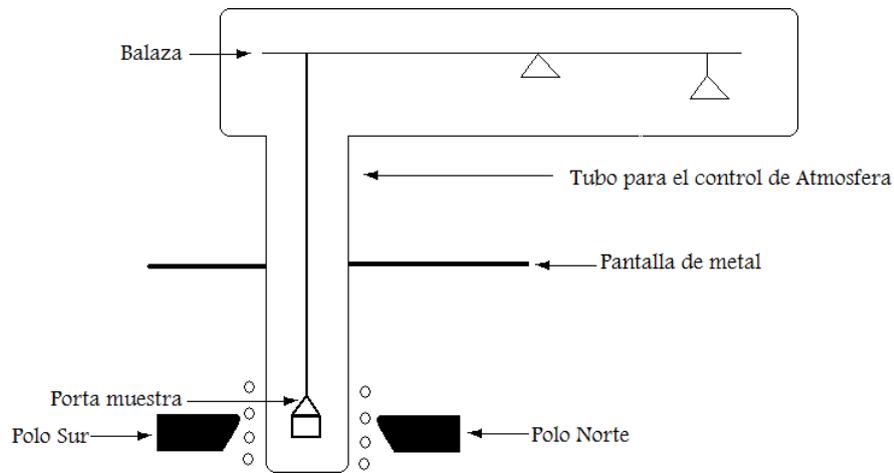


Figura 7: Esquema para la medida de la imantación en función de la temperatura. Tomada de [18].

El método utilizado por el analizador termogravimétrico es el método de Faraday, ya que la fuerza es proporcional a la susceptibilidad magnética χ , en la siguiente figura se muestra la variación de la susceptibilidad magnética con respecto a la temperatura; en ella se observa una caída abrupta de la susceptibilidad debido a la transición ferro-paramagnética que experimenta el material, temperatura de Curie [18].

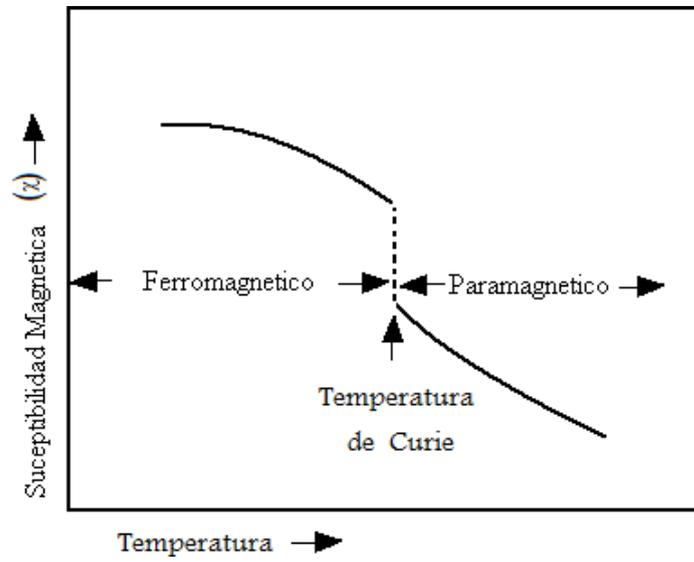


Figura 8: Variación de la susceptibilidad magnética con la temperatura. Tomada de [18].

3. METODOLOGÍA

En este capítulo se presenta la preparación de las muestras por el método del "*Melt-Spinning*" y la caracterización por los procesos de preparación y caracterización de las muestras por las técnicas de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), Termogravimetría Magnética (TGM) y la energía de activación de la muestra.

Este trabajo está compuesto por 4 etapas:

1. Preparación de las muestras.

- Las muestras fueron preparadas por el método de "*Melt-Spinning*" o también conocido como rueda fría, en el laboratorio de análisis térmico de la Universidad Autónoma de Barcelona (UAB), Bellaterra-Barcelona, España.

2. Caracterización de las muestras por medio de la técnica de DSC.

- Las muestras fueron caracterizadas usando la técnica de DSC con un equipo de calorimetría diferencial de barrido Perkin Elmer; desde la temperatura ambiente (300K) hasta la temperatura de 1000K, con velocidades de calentamiento de 5, 10, 20 y 40 K/min.

3. Caracterización de las muestras por medio de la técnica de TGM.

- Usando un analizador termogravimétrico y adaptándole un imán del orden de 12mT, se realizó la medición de TGM a las velocidades de calentamiento de 2 y 10 K/min, desde la temperatura ambiente (300K) hasta la temperatura de 1200K.

4. Obtención de la temperatura de transición

- Por medio de las técnicas de análisis térmico DSC y TGM se calcularon las temperaturas de transición de amorfo-cristal (DSC) y la temperatura de Curie cuando el material amorfo pasa de ser ferromagnético a paramagnético (TGM).

Se realizó un estudio del proceso de cristalización de la aleación inicialmente amorfa de composición $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$, a través de tratamientos térmicos a diferentes temperaturas en que ocurre el proceso de cristalización; a diferentes velocidades de calentamiento, esto se realizó por medio de la técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC). Con los valores de las temperaturas de inicio y temperaturas de pico del proceso de

cristalización de la muestra, se determinó la energía de activación del proceso, utilizando el método de Kissinger.

Luego de obtener la temperatura de cristalización se podrá obtener el rango de temperatura para el cual el material pasa de amorfo a nanocristalino. La temperatura de Curie (transición ferro-paramagnético) se determinó por medio de la técnica de TGM y finalmente, a partir de estos resultados y del análisis e interpretación de los mismos, se encontró la temperatura idónea que logre optimizar las propiedades magnéticas blandas de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ para futuras aplicaciones tecnológicas.

4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos del estudio del proceso de nanocristalización de la aleación de estudio por las técnicas de DSC y TGM. También, se presentarán los resultados obtenidos de la energía de activación de dicho proceso utilizando el método de Kissinger.

4.1. Caracterización térmica de la aleación amorfa

$Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ por DSC.

Teniendo en cuenta la interpretación de curvas de DSC (figura 6) según las normas de la ICTA [26], se puede realizar el análisis de las curvas de DSC mostradas a continuación. Las figuras 9-13 muestran las curvas de DSC obtenidas a las velocidades de calentamiento entre los 5, 10, 20 y 40 K/min. Se observa en ella, una estabilidad en el flujo de calor desde la temperatura ambiente (300K) hasta los 800 y 820 K respectivamente, donde aparece un pico exotérmico asociado al proceso de cristalización de la muestra.

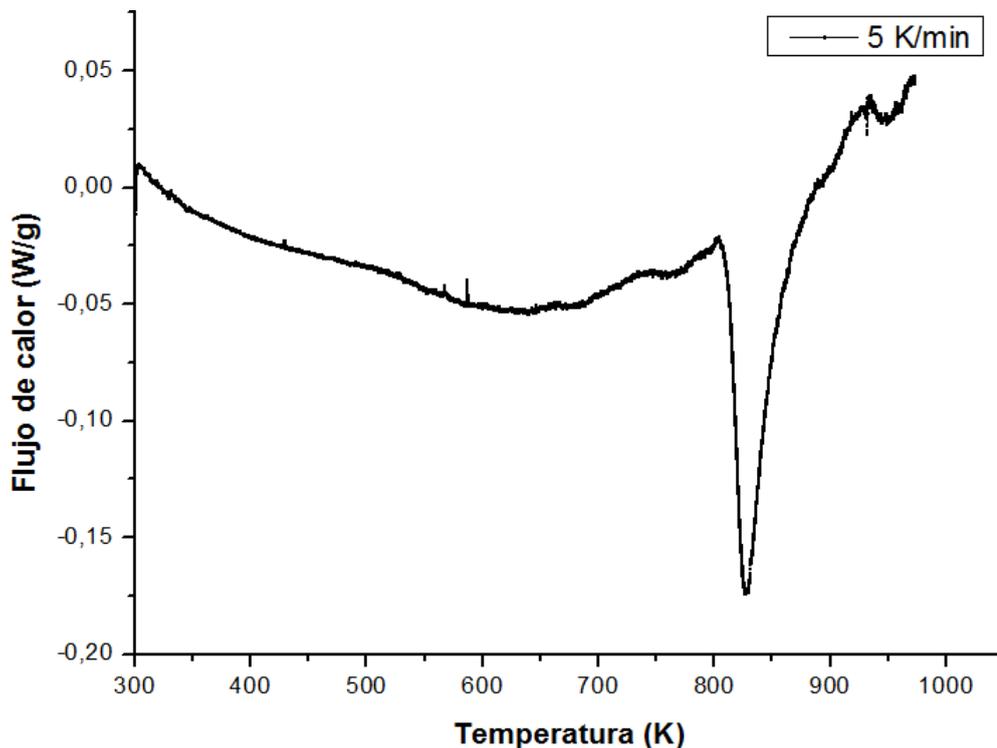


Figura 9: Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 5K/min.

La Figura 9 se observa un pico de cristalización entre los 810-840K y la temperatura de cristalización es de 825.5K.

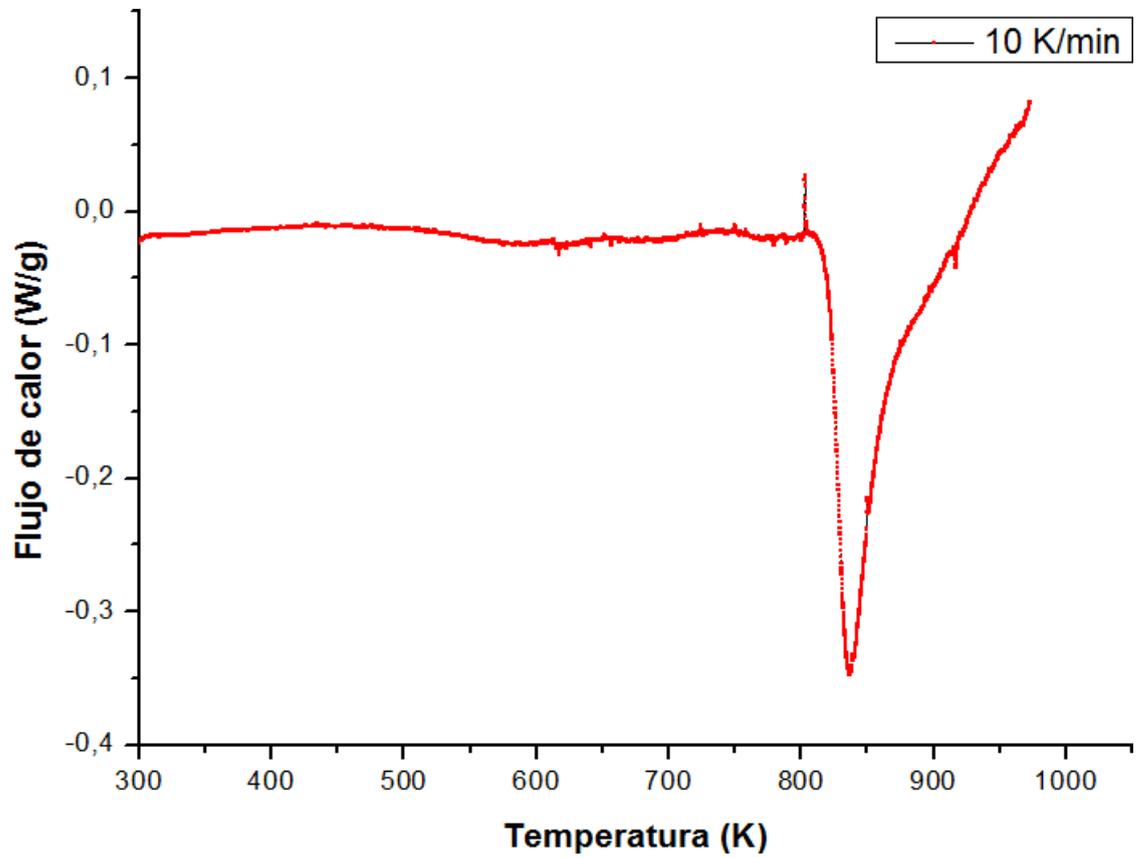


Figura 10: Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 10K/min.

En la Figura 10 se observa un pico de cristalización entre los 810-840K, cuya temperatura de pico es 830.3K.

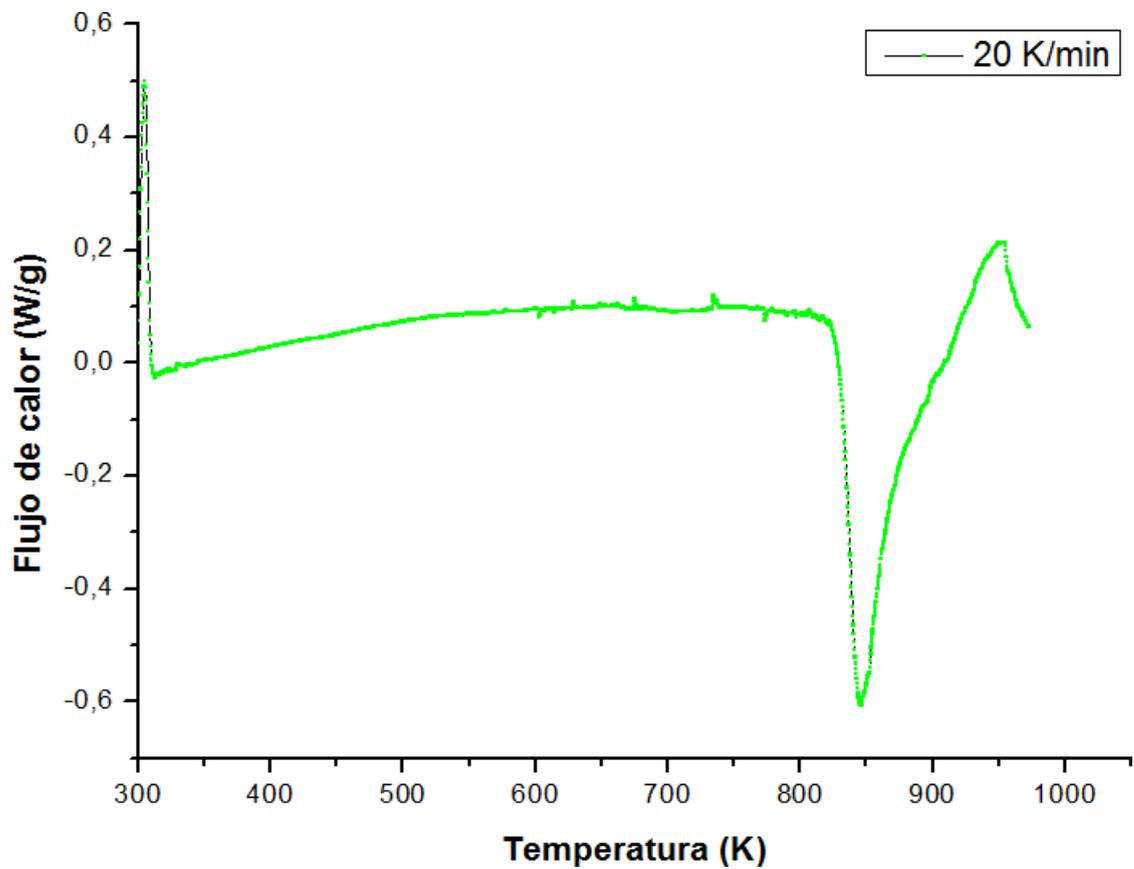


Figura 11: Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 20K/min.

En la Figura 11 se observa que la muestra se mantiene estable entre los 550-810K, y aparece el pico exotérmico que corresponde a la cristalización de la muestra en las temperaturas de 820-850K, cuya temperatura de pico es 843.5K, cuyo pico corresponde al mínimo del flujo de calor como se puede observar en la figura.

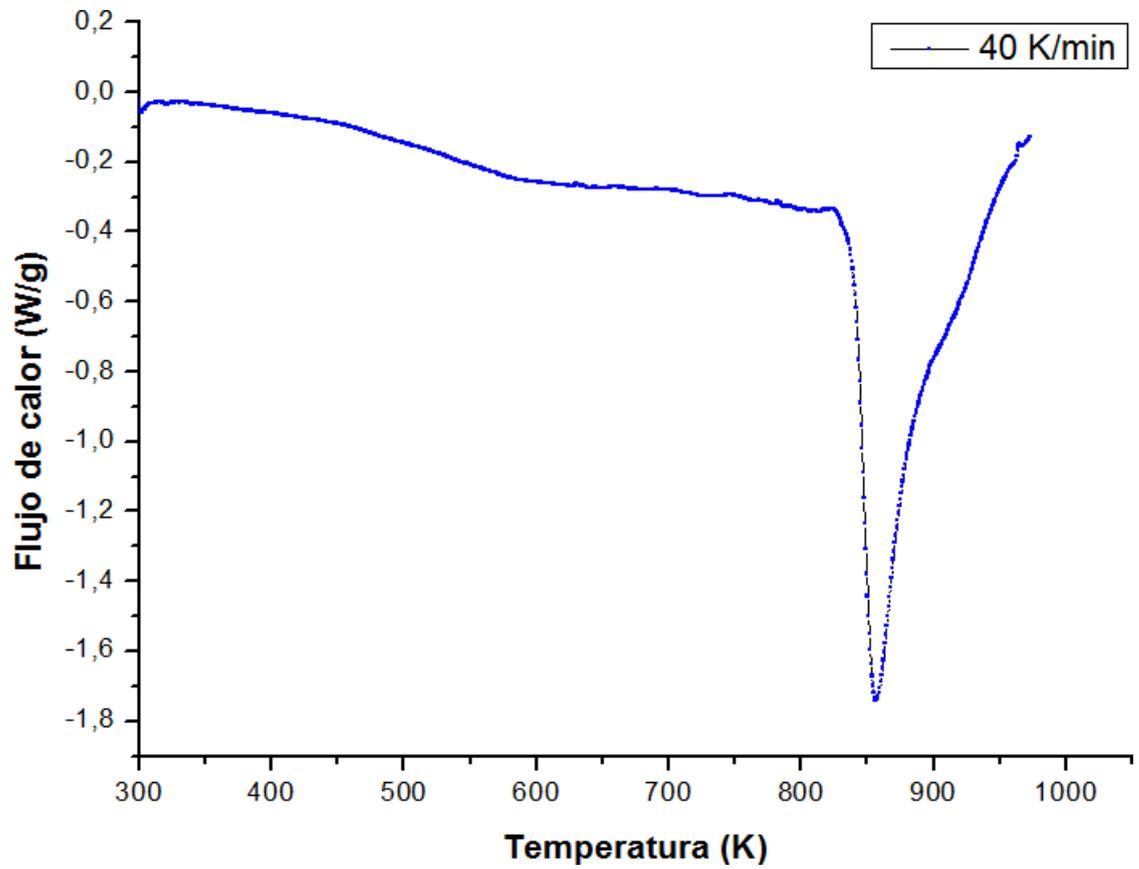


Figura 12: Curva de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a la velocidad de calentamiento de 40K/min.

En la Figura 12 se observa que el proceso de cristalización de la muestra ocurre entre los 820-870K, cuyo pico de cristalización es de 835,6K.

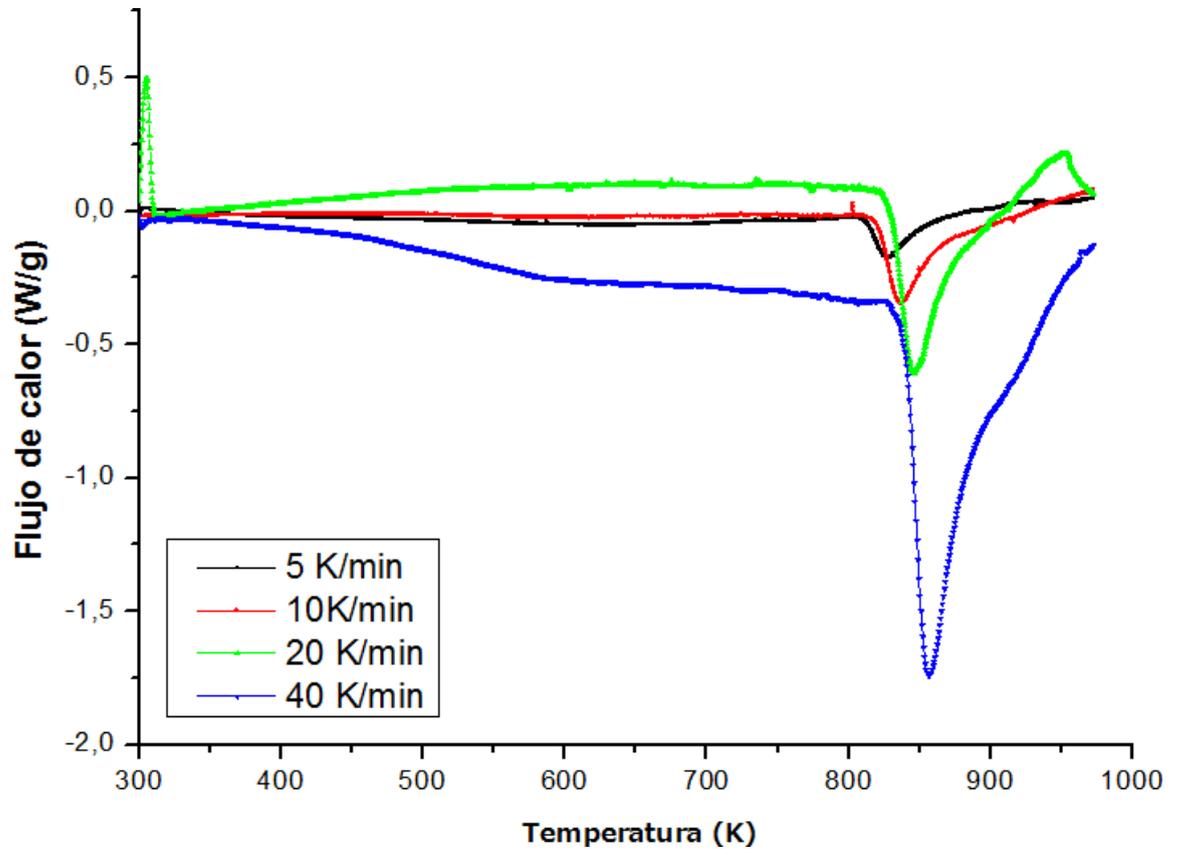


Figura 13: Curvas de DSC de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a diferentes velocidades de calentamiento.

En la figura 13 se muestran las curvas de DSC de la aleación en estudio a las velocidades de calentamiento de 5, 10, 20 y 40 K/min. Se observa en ella que a medida que aumenta la velocidad de calentamiento, tanto el inicio como el pico de cristalización se trasladan a temperaturas mayores, indicando con ello la cinética del proceso de cristalización. Estos resultados se evidencian en la tabla 1.

Velocidad de calentamiento (K/min)	Ti	Tp
5	807K	827,3K
10	810.1K	834,5K
20	825K	845,9K
40	846K	856,9K

Tabla 1: Temperaturas de inicio y de pico de la cristalización, obtenidas a partir de la técnica de DSC.

4.2. Energía de activación del proceso de cristalización de la aleación amorfa $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$.

Por medio de la variación de temperatura de pico de cristalización (T_p) y la temperatura de inicio (T_i), con la velocidad calentamiento (β) se pudo calcular las energías de activación del proceso: Energía de activación debido a la temperatura de pico (E_p) y energía de activación debido a la temperatura de inicio del proceso (E_i). Para ello, se utilizó el método de Kissinger, el cual fue descrito en el capítulo anterior (apartado 2.1.10). En la figura 14, se muestran los resultados obtenidos de la representación de $\ln(\beta/T^2)$ vs $1/T$ siendo T la temperatura de inicio y la temperatura de pico. Obteniéndose del ajuste de los puntos de cada recta el valor de la energía de activación del proceso de cristalización.

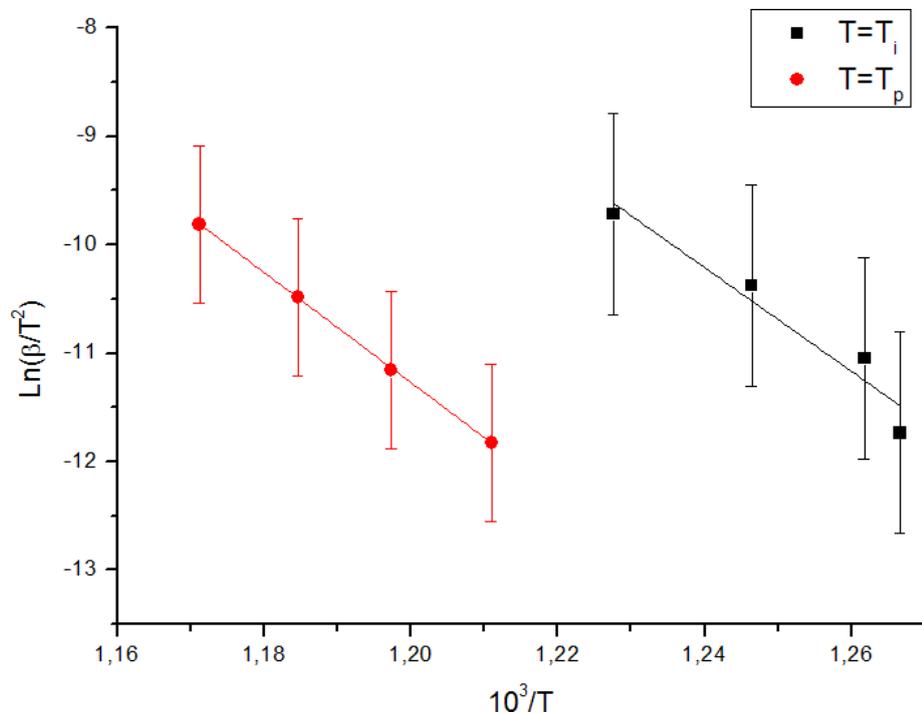


Figura 14: Energía de activación para la temperatura de inicio y temperatura de pico, a diferentes velocidades de calentamiento de 5, 10 20 y 40 K/min.

En la figura 14 se observan las energías de activación del inicio y el pico de cristalización de la aleación amorfa cristalina usando el método de Kissinger por medio de la pendiente de la recta que se observa en la tabla 2.

Energía de activación		
Velocidad de calentamiento K/min	$10^3/T_i$	$10^3/T_p$
5	1,266624446	1,211020285
10	1,26179781	1,198264912
20	1,246136975	1,187394619
40	1,228214545	1,171234481

Tabla 2: Temperaturas de inicio y de pico necesarias para que se empiece a dar la energía de activación correspondiente a diferentes velocidades de calentamiento.

De los resultados obtenidos se observa un incremento en la energía de activación; existe también una diferencia entre los valores obtenidos en la $E_i = 47,843 \pm 23,37 \text{ J/mol}$ y $E_p = 50,807 \pm 24,64 \text{ J/mol}$; lo cual nos da entender que a medida se aumenta la temperatura la energía de pico para romper la barrera amorfo-cristal será mucho mayor que la energía necesaria para el inicio de la cristalización. Los valores obtenidos de la energía de activación son del mismo orden de magnitud según lo reportado en la literatura por Han. Y, Chen. S [13-14], para ellos esta energía es atribuida a la aparición de la fase cristalina.

4.3. Caracterización térmica de la aleación amorfa $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ por TGM.

Las figuras 15 y 16 muestran la curvas de TGM obtenidas a las velocidades de calentamiento entre los 2 y 10 K/min. Se observa en ellas primero una disminución del peso magnético que corresponde a la transición de fase ferro-paramagnética del material amorfo (temperatura de Curie). Luego permanece estable el peso magnético (estado paramagnético) y posteriormente se observa el aumento del peso magnético, lo que corresponde a la aparición de la fase cristalina magnética y finalmente se observa una disminución del peso magnético correspondiente a la temperatura de Curie de la fase cristalina del hierro puro.

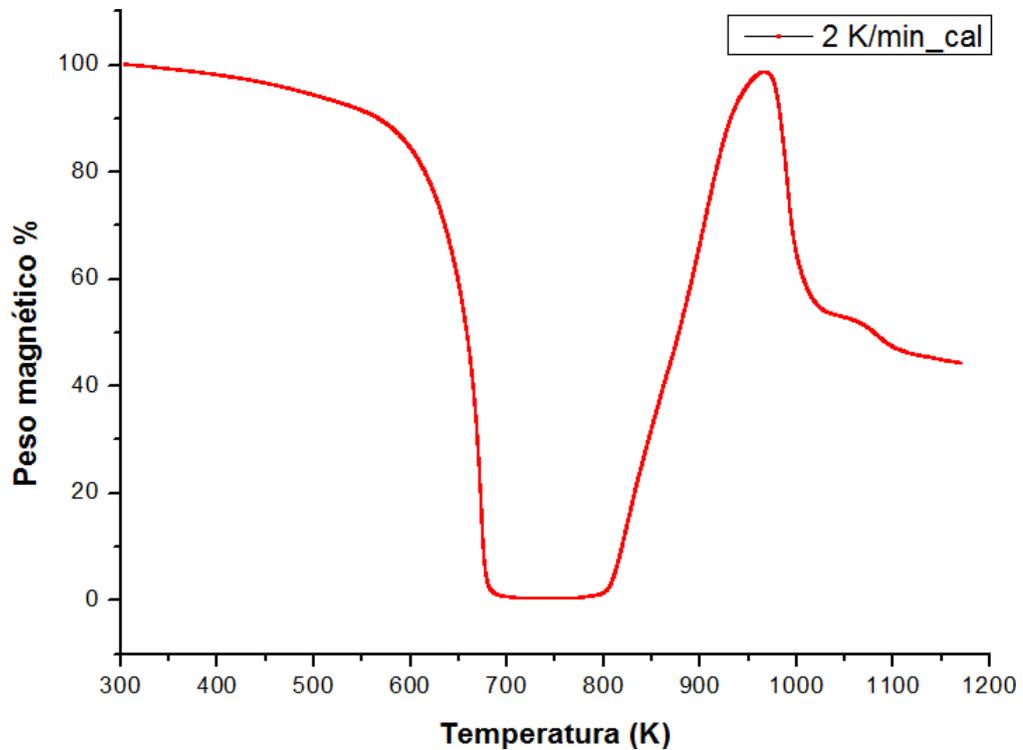


Figura 15: Curva de TGM de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ con velocidad de calentamiento de 2K/min.

En la figura 15 se observa una disminución del peso magnético entre 300 y 670K, lo que indica que la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ está experimentando una transición de fase de ferromagnética a paramagnética. Entre los valores de temperatura de 671 y 820K se puede observar que el peso magnético disminuye hasta un valor de 0, pero entre los 821 y 970K se observa que el peso magnético aumenta considerablemente, lo que corresponde a la fase magnética cristalina y finalmente se observa una disminución en el peso magnético apartir de los 971K correspondiente a la temperatura de Curie de la fase cristalina del hierro.

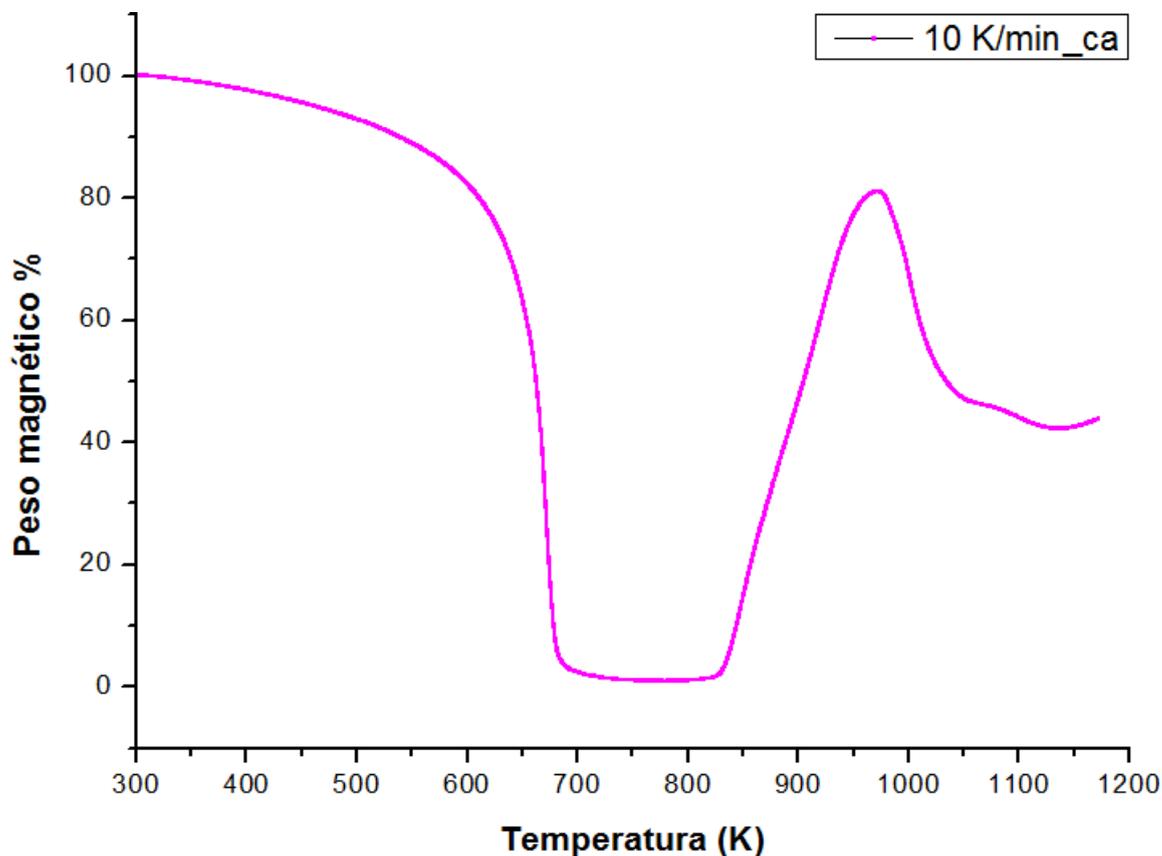


Figura 16: Curva de TGM de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ con velocidad de calentamiento de 10K/min.

En la figura 16 se observa una disminución del peso magnético entre 300 y 680K, lo que indica que la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ está experimentando una transición de fase de ferromagnética a paramagnética. Entre los valores de temperatura de 681 y 810K se puede observar que el peso magnético disminuye hasta un valor de 0, pero entre los 811 y 960K se observa que el peso magnético aumenta considerablemente, lo que corresponde a la fase magnética cristalina y finalmente se observa una disminución en el peso magnético apartir de los 961K correspondiente a la temperatura de Curie de la fase cristalina del hierro.

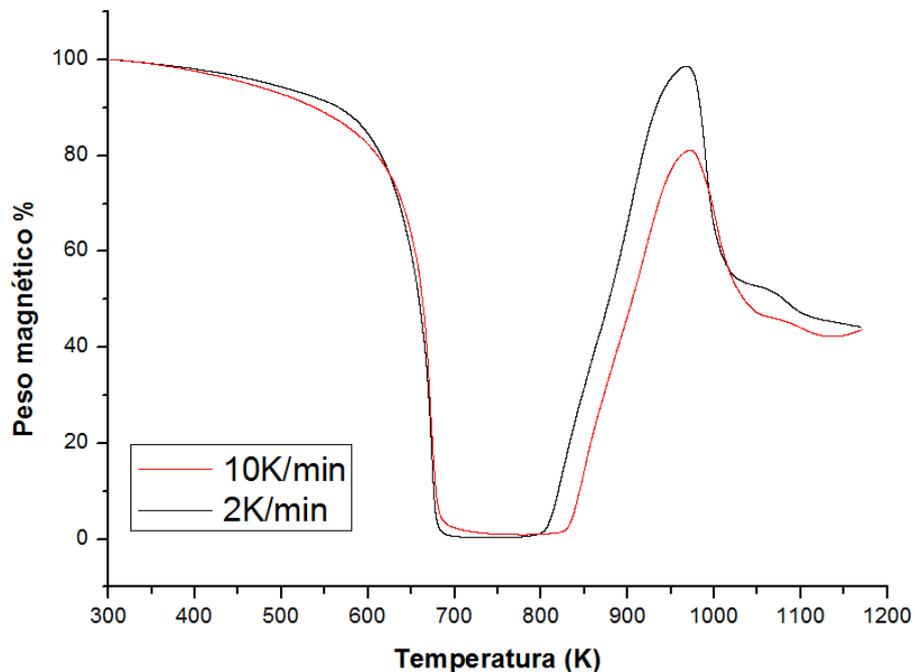


Figura 17: Curvas de TGM de la aleación $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ a velocidades de calentamiento de 2 y 10K/min.

En la figura 17 se muestran las curvas de TGM para la composición de estudio, obtenidas a las velocidades de calentamiento de 2 y 10 K/min. Del análisis de la figura, se observa una primera caída en el peso magnético asociada a la transición ferro-paramagnética de la aleación amorfa, correspondiente a la T_c de la fase amorfa. También se presenta de forma ampliada el rango de temperatura en que tiene lugar la transición ferro-paramagnética del amorfo y los valores de temperatura de Curie obtenidas en ambas velocidades de calentamiento, $T_c = 649K$ para la velocidad de calentamiento de 2 K/min y $T_c = 665K$ para la velocidad de calentamiento de 10 K/min. Comparando estos valores, es mayor el valor de la T_c para la muestra con mayor velocidad de calentamiento (10K/min). Resultados similares aparecen reportados en la literatura [16-18], y concuerdan en el hecho de que al aumentar la velocidad de calentamiento a la cual se está calentando la muestra, la temperatura de Curie de la fase amorfa se desplaza hacia temperaturas más elevadas.

Se observa también que al aumentar la velocidad de calentamiento, los rangos de temperatura para ambas muestras en su estado paramagnético son:

- Para la velocidad de 2K/min el rango de temperaturas fue de 749.99 a 750.74K ($\Delta T=0.75K$).
- Para la velocidad de 10K/min el rango de temperaturas fue de 772.08 a 772.96K ($\Delta T=0.88K$).

5. CONCLUSIONES

Del estudio del proceso de nanocristalización de aleación amorfa magnética blanda de composición $Fe_{37}Co_{35}Nb_6B_{12}Si_{10}Cu_1$ por medio de las técnicas de DSC y TGM se obtuvieron las siguientes conclusiones:

- Se logró analizar el proceso de cristalización de la aleación haciendo uso de la técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC) a diferentes velocidades de calentamiento, por medio de la aparición de picos exotérmicos correspondientes a la cristalización del material. Se logró determinar que el proceso de cristalización ocurre en un rango de temperaturas entre los 810 y 870K.
- Se logró determinar que el proceso de cristalización es un proceso cinético, con una energía de activación inicial del proceso con un valor de $E_i = 47,843 \pm 23,37J/mol$ y una energía de activación del pico de cristalización $E_p = 50,807 \pm 24,64J/mol$.
- Usando la técnica de TGM se determinó que el rango de temperaturas de transición cuando el material pasa de ferro a paramagnético está entre los 300 y 680K. Los valores de la temperatura de Curie obtenidas para ambas velocidades de calentamiento fueron de 649K para la velocidad de calentamiento de 2 K/min y de 665K para la velocidad de calentamiento de 10 K/min.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] Azuma, D., Ito, N., Ohta, M. (2020). Recent progress in Fe-based amorphous and nanocrystalline soft magnetic materials. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 501, 166373.
- [2] Internet: <https://ciqa.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1025/385/1/Jesus%20Heriberto%20Rodriguez%20Tobias.pdf> visto el día 10 de agosto del 2020
- [3] Internet: (<https://www.360researchreports.com/global-nanocrystalline-soft-magnetic-material-market-15043036>) visto el día 20 de septiembre del 2021.
- [4] Caamaño. Z, Baró. D, Suriñach. S, Muñoz. J. Preparación y caracterización de aleaciones basadas en FeCoNbBSiCu. *Revista Colombiana de Física* (2006) 38(4).
- [5] Parra. C. Evaluación de la influencia del cobalto en la estructura y propiedades de cintas amorfas FeSiBP obtenidas por *Melt spinning*. Valle de Aburra, Universidad de Antioquia. Departamento de Ingeniería de Materiales (2019).
- [6] Costa. L. Efecto de magnetoimpedancia gigante y magnetización en aleaciones amorfas del sistema FeCoNbBSiCu, Trabajo de Grado, Programa de Física, Facultad de Ciencias Básicas, Universidad del Atlántico, (2009) 61 p.
- [7] Internet (infobae.com/tendencias/2017/05/01/nanotecnologia-en-el-siglo-iv-la-misteriosa-copa-bicolor-de-licurgo/), visto el día 3 de julio del año 2020.
- [8] Feynman. R. There is plenty of room at the bottom: An invitation to enter in a new field of physics (1960). Caltech Eng. And Sci. Volumen feb. La transcripción de esta conferencia esta disponible en www.zyvex.com/nanotech/feynman.html.
- [9] Garcia. A, Marin. P, Gonzalez. J, Crespo. P, Hernando. A, *Revista de Investigación en Gestión de la Innovación y Tecnología*, No.34, Nanociencia y Nanotecnología Tribuna de debate, Nanomagnetismo. Madrid, Espana (2006).
- [10] Gheiratmand. T, Hosseini. M, Davami. P, Gjoka M, Loizos G, Aashuri. H. Effect of annealing on soft magnetic behavior of nanostructured *Cinética de nanocrystalización y propiedades magnéticas de la masa fundida hilada amorfo en la aleación $(Fe_{0,5}Co_{0,5})_{73,5}Si_{13,5}B_9Nb_3Cu_1$ ribbons*. *Journal of Alloys and Compounds*. (2014), 582, 79-82.
- [11] Shivaee. H. A, Samadi. M, Alihosseini. H, y Hosseini. H. R. M. Nanocrystallization kinetics and magnetic properties of the melt spun amorphous $(Fe_{0,5}Co_{0,5})_{77}Si_{11}B_9Nb_{2,4}$

$Cu_{0,6}$ alloy. *Thermochimica Acta* (2014), 575, 64-69.

[12] Xue. L, Yang. W, Liu. H, Men. H, Wang. A, Chang. C, y Shen B. Effect of Co addition on the magnetic properties and microstructure of FeNbBCu nanocrystalline alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* (2016). 419, 198-201.

[13] Han. Y y Wang. Z. Excellent high-temperature magnetic softness in a wide temperature for FeCo-based nanocrystalline alloy. *Journal of Non-Crystalline Solids* (2016). 434, 92-95.

[14] Chen, S. F., Chen, C. Y., y Chiang, C. F. (2015). The Influence of Annealing Temperature on Microstructure and Magnetic Properties of Fe₇₄Co₃Si₈B₁₀Al₁Nb₄ Amorphous Alloy Ribbons. *Atlas Journal of Materials Science*, 2(1), 44-47.

[15] Janotova. I, Zigo. J, Svec. P, Matko. I, Janickovic. D, Svec Sr, P. Analysis of phase transformations in Fe-(Co)-B-Si-(P). *Journal of Alloys and Compounds* (2015). 643, S265-S269.

[16] Li. Z. D, Zhang. W. W, Li. G. T, Li S. S, Ding. H. S, Zhang. T, Song. Y. J. Magnetic field annealing of FeCo-based amorphous alloys to enhance thermal stability and Curie temperature. *Rare Metals* (2018). 1-7.

[17] Parra-Velásquez, C., Perea-Cabarcas, D., Bolivar, F. J. (2020). Effect of cobalt content on non-isothermal crystallization kinetics of Fe-based amorphous alloys. *Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia*, (95), 44-52.

[18] Salcedo. Y. Estudio del proceso de nanocrystalización de aleaciones amorfas del sistema (Fe,Co) NbBSiCu por DSC, TGM y XRD. Trabajo de Grado, Programa de Física, Facultad de Ciencias Básicas, Universidad del Atlántico, (Febrero, 2011), 48 p.

[19] Varela. M. Propiedades estructurales de aleaciones nanocrystalinas del sistema $Fe_{72-x}Co_xNb_6B_{11}Si_{10}Cu_1$ (Para X= 30, 35 Y 40 at. % De Co), Trabajo de Grado, Programa de Física, Facultad de Ciencias Básicas, Universidad del Atlántico (2012), 50 p.

[20] Orozco. A. Susceptibilidad magnética A.C, magnetización e influencia del tratamiento térmico en la obtención de la estructura nanocrystalina de la aleación amorfa de composición $Fe_{37}Co_{35}Nb_6 B_{11}Si_{10}Cu_1$, Trabajo de Grado, Programa de Física, Facultad de Ciencias Básicas, Universidad del Atlántico (2013). 65p.

[21] Melo. E, Rivera. M. Estructura de sólidos amorfos. *Ingenierías* (2000), 3(9), 7-14.

[22] Moriarty. P. Nanostructured materials. *Reports on Progress in Physics* (2001), 64(3), 297.

- [23] Yang P. The chemistry of nanostructured materials (Vol. 1). World Scientific (2003).
- [24] Internet: (<https://ciqa.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1025/385/1/Jesus%20Heriberto%20Rodriguez%20Tobias.pdf>) visto el día 10 de agosto del 2020.
- [25] McHenry, M. E., & Laughlin, D. E. (2014). Magnetic properties of metals and alloys. In Physical Metallurgy (pp. 1881-2008). Elsevier.
- [26] Caamaño. Z. "Acerca del proceso de formación de nanoestructuras en aleaciones a base de FeNbB". Tesis de maestría, departamento de Física, Universidad Autónoma de Barcelona, Bellaterra-Barcelona, España (1997). 60p.
- [27] Daniels. T. Thermal Analysis. Kogan Page Limited. London (1973)p, 122-133, 185-196.