

# SISTEMA DE MEDICIÓN DE TEMPERATURA DE CURIE EN MATERIALES FACILMENTE OXIDABLES

H. Lehz y H. R. Bertorello\*

*Facultad de Matemática, Astronomía y Física, Universidad Nacional de Córdoba,  
Ciudad Universitaria, (5000) Córdoba.*

En el presente trabajo se diseña, construye y se pone a punto un susceptómetro adecuado para la medición de la temperatura de Curie  $T_c$  de materiales fácilmente oxidables, como es el caso de los imanes de Nd-Fe-B. El principio en que se basa el método es el de medir la variación térmica de la susceptibilidad de los materiales magnéticos en campo alterno débil y determinar  $T_c$  a partir de esa variación. El sistema consta esencialmente de una bobina captora y una balanceadora ubicadas en el interior de una bobina mayor que produce un campo magnético  $H$  alterno. Todo el conjunto de medición se halla en el interior de un recipiente en el que se realiza vacío y que permite variar la temperatura desde temperatura ambiente hasta cerca de los 800°C. El sistema se calibró con una muestra de Ni y está siendo utilizado para la medición de temperatura de Curie en imanes de Nd-Fe-B. El sistema es confiable, fácil de usar y proporciona valores precisos de la temperatura de Curie.

The design and construction of susceptometer adapted for measuring the Curie temperature  $T_c$  of highly reactive materials is presented. The method of measurement is based on the thermal variation of the susceptibility of magnetic materials in weak, alternating magnetic fields.  $T_c$  is measured from that variation. The system consist essentially of a pair of opposite pick-up coils within a larger coil that produces an alternating magnetic field  $H$ . The sample is held inside one of the coils and all the measurement system is located within a vacuum chamber. The sample is heated by a resistance heater and sample temperature can be varied up to 800°C, approximately. A Ni sample was used to calibrate the system and the susceptometer is being used to measure  $T_c$  of Nd-Fe-B magnets. The system proved to be reliable, easy to use and provide a precise value of Curie temperature.

## I. INTRODUCCIÓN

En 1983 se descubre un nuevo material magnético, basado en el sistema Nd-Fe-B, que exhibe excelentes propiedades magnéticas duras<sup>1</sup>. Las técnicas de procesamiento aplicables a estos materiales son aquellas que permiten la formación y aglomeramiento de pequeñas partículas, de tamaño de grano cercano al de los dominios magnéticos. Se han usado a tal efecto tanto la técnica de solidificación rápida<sup>2</sup> como los procesos de pulvimetalurgia<sup>1</sup>. En el material conformado se encuentra en general más de una fase. La que provee las propiedades magnéticas de interés es la  $Nd_2-Fe_{14}-B$ , cuya estructura ha sido examinada con difracción de neutrones<sup>3</sup> resultando ser tetragonal con grupo espacial  $P4_2/mnn$ . En esta fase coexisten dos tipos de magnetismos, debido a electrones 3d y 4f presentes, que, junto con la alta anisotropía cristalina proveen alta anisotropía magnética por lo cual presentan los valores más altos del producto  $(BH)_{max}$  y los hacen muy atractivos para aplicaciones de alto interés tecnológico. Una de las principales desventajas es su relativamente bajo punto de Curie<sup>1-4-5</sup>, lo cual hace que las propiedades magnéticas se deterioren severamente a temperaturas de servicio que sean de interés. De manera

que resulta muy importante mejorar la estabilidad térmica de ésta fase elevando su temperatura de Curie y, al mismo tiempo, mejorar el método para medir  $T_c$  en éste tipo de materiales.

La temperatura de Curie  $T_c$  se define como la temperatura a la cuál la magnetización espontánea  $M_s$  tiende a cero y, por lo tanto, separa la fase paramagnética desordenada que existe para  $T > T_c$  de la fase ordenada a  $T < T_c$ . En la práctica se mide  $M(H)$  en función de la temperatura y se extrapola para el límite en que  $H \rightarrow 0$  y de allí obtener  $T_c$ . Este procedimiento involucra medir  $M(H)$  con un magnetómetro, ya sea de muestra vibrante o balanza magnética, a varias temperaturas, por lo cual el trabajo involucrado es significativo y requiere equipamiento costoso. Además, en los materiales altamente anisotrópicos las mediciones se deben realizar con campos magnéticos altos, por lo cual, para temperaturas próximas a  $T_c$  es  $M(H) > M_s$  y a  $T = T_c$  es  $M(H) \neq 0$ , por lo que se obtienen valores de  $T_c$  mayores a los reales. En el presente trabajo se adapta un método de medición en que se mide la variación térmica de la susceptibilidad  $\chi$  de las muestras de Nd-Fe-B en un campo magnético débil y alterno<sup>6</sup>. Cuando la temperatura se aproxima a  $T_c$  el valor de  $\chi$  cae marcadamente y de allí se puede determi-

nar el valor de  $T_c$ . Las muestras de Nd-Fe-B que se ensayaron fueron provistas por el Centro de Investigaciones de Materiales y Metrología del INTI (CIMM-INTI), dentro de un programa conjunto sobre optimización de técnicas de procesamiento y control de propiedades de imanes en base a tierras raras.

## II. PRINCIPIOS TEÓRICOS DE LA MEDICIÓN

Cuando una muestra magnética es colocada en una bobina captora bajo la acción de un débil campo magnético alterno  $H_{al} = H_0 \cos \omega t$  se obtiene un voltaje inducido  $V_i = k dM/dt$ , donde  $k$  es una constante que depende de la geometría de la bobina captora y de la muestra.  $M$  es la magnetización de la muestra, la cual puede expresarse en la forma:

$$M = \chi H_{al} / (1 + D\chi)$$

donde  $D$  es el factor demagnetizante. Luego

$$V_i = -kH_0 \omega \chi \sin \omega t / (1 + D\chi) +$$

$$kH_0 \cos \omega t \left( \frac{d\chi}{dt} \right) / (1 + D\chi)^2$$

Si se toma  $\omega$  lo suficientemente grande y la velocidad de calentamiento lo suficientemente lenta, el segundo término puede despreciarse, con lo cual

$$V_i = -kH_0 \omega \chi \sin \omega t / (1 + D\chi) \quad (1)$$

Esta ecuación es la que permite establecer la conexión entre la temperatura de Curie  $T_c$  y la tensión inducida, ya que cuando la temperatura tiende a  $T_c$  la susceptibilidad tiende a cero y la tensión inducida tiende a cero. Por medio de ésta caída abrupta se puede determinar  $T_c$ .

## III. CONSTRUCCIÓN DEL EQUIPO

El susceptómetro construido consta esencialmente: a) bobina captora; b) bobina compensadora; c) bobina balanceadora; d) resistencia calefactora; e) termocupla; f) oscilador electrónico y bobina generadora del campo alterno  $H_{al}$ ; g) amplificador para señal.

Las bobinas captoras, balanceadora, compensadora al igual que la resistencia calefactora, se construyeron con alambre de Pt para no introducir ningún elemento ferromagnético que pudiese interferir con la

medición. Para calentar la muestra se utilizó corriente alterna de 50 Hz, de frecuencia mucho menor que la del campo alterno  $H_{al}$ . La termocupla usada es de (Pt-PtRh 10%) a pesar de la baja sensibilidad, ya que es material paramagnético y permite mediciones hasta temperaturas relativamente altas.

El conjunto de bobinas, excepto la generadora del campo  $H_{al}$ , fueron devanadas en el interior de un cilindro cerámico hueco, el cual fue colocado en el interior de un tubo de cuarzo donde se realizaba vacío con el fin de evitar la oxidación de la muestra. La bobina que genera el campo alterno  $H_{al}$  se construyó sobre el tubo de cuarzo y en el interior de una camisa refrigerada por aire. En esquema del conjunto se presenta en Figura 1.

En ausencia de muestra, la tensión del conjunto bobina captora-bobina balanceadora debe ser nula, pero en la práctica, y debido a imperfecciones en el bobinado, ésto no ocurre, por lo cual se incluye una bobina compensadora para que la tensión del conjunto sea nulo o del nivel del ruido eléctrico del sistema.

El campo alterno  $H_{al}$  se generó por medio de un oscilador tipo Colpitts en base a un amplificador operacional LM 741 con tensión de alimentación regulada. La bobina de la etapa osciladora dispone de un núcleo ajustable, con el fin de obtener una frecuencia del orden de los 5000 Hz. Esta etapa de bajo nivel fue acoplada a un amplificador de potencia, tipo STK 032, el cual suministra la corriente necesaria al bobinado generado del campo  $H_{al}$ .

La señal  $V_i$  es amplificada convenientemente, con la condición que en ausencia de muestra debe ser del orden del ruido eléctrico.

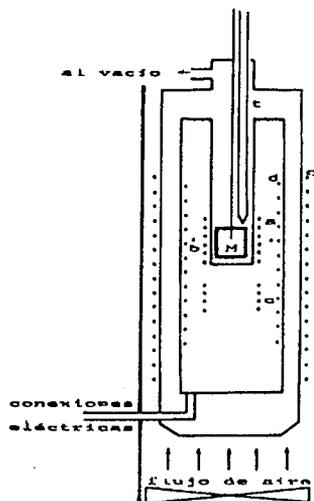


Figura 1: Esquema del dispositivo experimental: M: muestra; a: bobina detectora; b) bobina balanceadora; c) bobina compensadora; d) calefactor; e) bobina generadora de campo magnético  $H_{al}$ ; t: termocupla.

La respuesta  $V_i(T)$  fue obtenida por medio de un graficador X-Y.

#### IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Para comprobar el comportamiento del equipo se realizaron medidas en una muestra de Ni de pureza 99.99%, obteniéndose la curva que se muestra en la figura 2. Allí se observa el comportamiento de  $V_i$  versus  $T$ , para un campo  $H_0 = 200$  A/m y una frecuencia  $\omega = 5$  kHz. La caída de la señal  $V_i$  se produce en un intervalo de temperatura de 2 a 3°C, lo cual da una adecuada precisión en las medidas de  $T_c$ . La temperatura de Curie medida a partir del brusco descenso de la señal fue de 358°C, en buen acuerdo con los valores standard.

Se comprobó que el valor medido de  $T_c$  era el mismo tanto en calentamiento como en enfriamiento, trabajando a una velocidad de variación de temperatura de alrededor de 1°C/min. De esta manera se trabaja en condiciones tales que la temperatura de la muestra y la de la termocupla son las mismas. Además, se asegura que las variaciones en  $V_i$  inducidas por cambios en temperatura puedan ser seguidas adecuadamente por el registrador.

Por su parte, mediciones realizadas en muestra de  $Nd_2Fe_{14}B$ , que se muestran en la Figura 3, dieron un valor de 301°C. que se halla dentro del rango de temperaturas comunmente medidas en éste tipo de materiales.

Como resultado de éste trabajo podemos concluir que el sistema construido para la medición de la temperatura de Curie es versátil y fácil de usar, brindando una adecuada precisión en las mediciones que se realizan y proporciona una adecuada protección a muestras facilmente oxidables, manteniéndolas en buenas condiciones luego de varias mediciones.

#### AGRADECIMIENTOS

Se agradece muy especialmente el apoyo brindado por el CIMM-INTI al desarrollo de éste trabajo, por el aporte de materiales y de muestras de Nd-Fe-B.

#### REFERENCIAS

1. M. Sagawa, S. Fujimura, N. Togawa, H. Yamamoto y Y. Matsuura, *J. Appl. Phys.*, **55**, 2083 (1984).

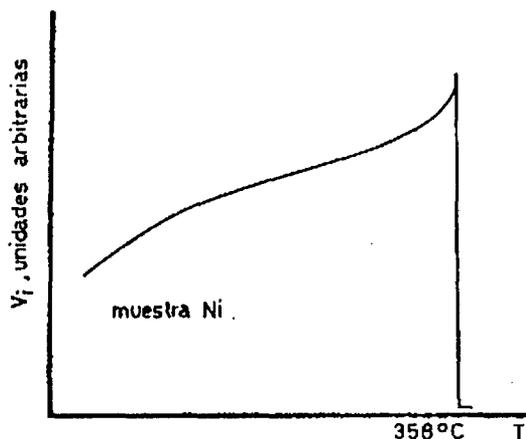


Figura 2: Curva tensión inducida  $V_i$  versus temperatura  $T$ , para una muestra de Ni de composición 99.99%; Temperatura de Curie medida: 358°C.

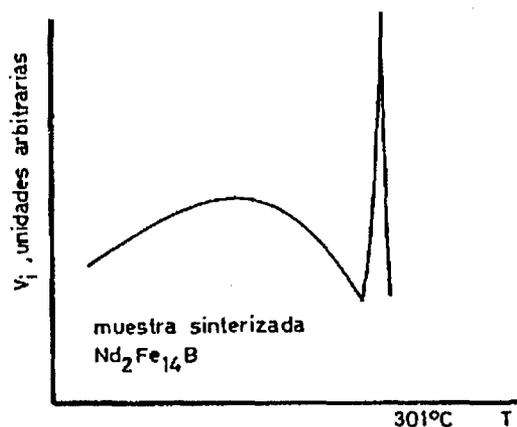


Figura 3: Curva tensión inducida  $V_i$  versus temperatura  $T$ , para una muestra de  $Nd_2Fe_{14}B$ , sinterizada; Temperatura de Curie medida: 301°C.

2. A. Manaf, R. A. Buckley, H. A. Davies y M. Leonowicz, *J. Mag. and Mag. Mat.*, **101**, 360 (1991).
3. J. F. Herbst, J. J. Croat, F. E. Pinkerton, W. P. Yelon. *Phys. Rev.* **B29**, 4176 (1984).
4. E. Burzo, E. Oswald, M. Q. Huang, E. Boltich y W. E. Wallace; *J. Appl. Phys.*, **57**, 4109 (1985).
5. Yang Yingchang y col. *J. Appl. Phys.*, **57**, 4115 (1985).
6. Xue Ronghua y Lu Quan; 9th Int. *Workshop on Rare Earth Magnets and Their Applications*, Bad Soden, FRG, (1987).