



# OBSERVACIÓN DE DOMINIOS MAGNÉTICOS MEDIANTE TÉCNICA DE BITTER

Blanca Hernando  
Departamento de Física

## TÉCNICA DE BITTER

- Refinamiento del método de visualización de líneas de campo con limaduras de Fe.

- **Nanopartículas magnéticas** en suspensión coloidal (sonda)

- **Superficie de un material magnético.**  
(muestra)

Campos magnéticos dispersos en las paredes de dominio.

- La estructura obtenida se observa mediante **microscopio óptico** (o electrónico).

- En muestras polidominio, alcanza una resolución espacial desde algo menos de **100nm** hasta casi **1000nm**.

- **Bitter**: polvo muy fino de óxido férrico en alcohol.  
Phys. Rev. **38**(1931)1903; **41**(1932)507

- **Hamos y Thiessen**  
Z. Physik. **71**(1932)442

- **Elmore y Mckeehan**: **SUSPENSIÓN COLOIDAL**.  
Cristales pulidos mecánicamente. Estructuras en  
laberinto. Anisotropía inducida por tensiones.  
Phys. Rev. **46**(1934)226

- **Elmore**: **PULIDO ELECTROLÍTICO**. Observación  
de estructuras de dominios en Fe y Co  
electropulidos.  
Phys. Rev. **51**(1937)982; **53**(1938)757; **54**(1938)309;  
**62**(1942)486

### COLOIDE DE MAGNETITA

(Método de Elmore en S. Chikazumi, *Physics of Ferromagnetism*, Clarendon Press, Oxford, 1997)

#### **Precipitado de magnetita:**

(2g  $\text{FeCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  + 5.4g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) en 300cc  $\text{H}_2\text{O}$   
5g NaOH en 50cc  $\text{H}_2\text{O}$   
(T=30-40°C)

**Dispersante**: Jabón o detergente (Alconox®)  
0.5g en 100cc  $\text{H}_2\text{O}$

Se añade 1cc de magnetita a 30cc de la disolución  
del detergente en ebullición.

**Coloide resultante:** aglomerados de magnetita de **100nm** de diámetro medio, siendo unos **10nm** el diámetro de cada particular individual.

**Espesores de pared:** Fe: del orden de 40nm.  
Co: del orden de 10nm.

**Coloides comerciales:** EMG Ferrofluid® (base H<sub>2</sub>O)

**Experimentalmente: características de un buen coloide:**

- 1) **Tamaño ( $\varnothing=10\text{nm}$ )** de partículas que permitan la resolución (e incluso más allá) de la microscopía óptica.
- 2) **Sensibilidad** a campos magnéticos débiles de pocos  **$100\text{Am}^{-1}$**  (campos más débiles aparecen en materials blandos).
- 3) **Reversibilidad** de la formación de la imagen de la estructura de dominios (variando un campo aplicado, invirtiéndolo por ejemplo). Así se distingue la formación de estrías y de acumulaciones de coloide fuera de las paredes.

## MECANISMO DE FORMACIÓN DE LA IMAGEN

- Agitación térmica
- Gradiente de campo

### A) CONTRASTE

**Partículas coloidales monodominios** con momento magnético  $m$ :

$$n(H) = n(0) [\sinh(\mu_0 m H / K T)] / (\mu_0 m H / K T)$$

Para reforzar la concentración en un factor de **1.5**:

$$H > 1.5 K T / \mu_0 v M_s$$

Supongamos:  $\varnothing = 10 \text{ nm}$ ;  $\mu_0 M_s = 0.6 \text{ T}$ ;  $20^\circ \text{C}$ :

$$H > 10 \text{ kAm}^{-1}$$

Campo crítico muy intenso frente a los observados de  $100 \text{ Am}^{-1}$ . Tendría que aumentar  $\varnothing$ , desestabilizándose el coloide, y la magnetita deja de ser monodominio para  $70 \text{ nm} \leq \varnothing$ .

**Partículas coloidales polidominios**

$$n(H) = n(0) \exp(\mu_0 \chi H v / 2 K T)$$

Para reforzar la concentración en un factor de 1.5, suponiendo  $H=500 \text{ Am}^{-1}$  y  $\chi=3$  (partícula esférica):

$$\varnothing=150\text{nm}$$

Superior al valor idóneo de 10nm.

## B) AGLOMERACIÓN REVERSIBLE

Coloide disperso en fase acuosa y estable en campo nulo, por efecto del **surfactante**. En campo débil las partículas se aglomeran, y al eliminarlo la formación desaparece.

El volumen del aglomerado de magnetita ( $1\mu$  de longitud y  $100\text{nm}$  de diámetro) incrementa la  $\chi$  hasta 30, resultando un campo crítico de  $500\text{Am}^{-1}$  para que sea detectable la acumulación de partículas.

## CONCLUSIONES EXPERIMENTALES

- Incremento de la sensibilidad del coloide al aplicar un **campo perpendicular** a la superficie de la muestra.
- Mejores resultados con coloides dispersados en **agua** frente a otros líquidos.
- La sensibilidad crece con la **densidad** del líquido (coloide más concentrado). El valor óptimo se debe determinar experimentalmente.
- Influencia de la **viscosidad** en la formación y desaparición de los aglomerados.  
(dependencia con la intensidad del campo).
- La formación de aglomerados origina **anisotropía óptica** (dicroísmo y birrefringencia). Observación de dominios con microscopio de polarización.

## LIMITACIONES

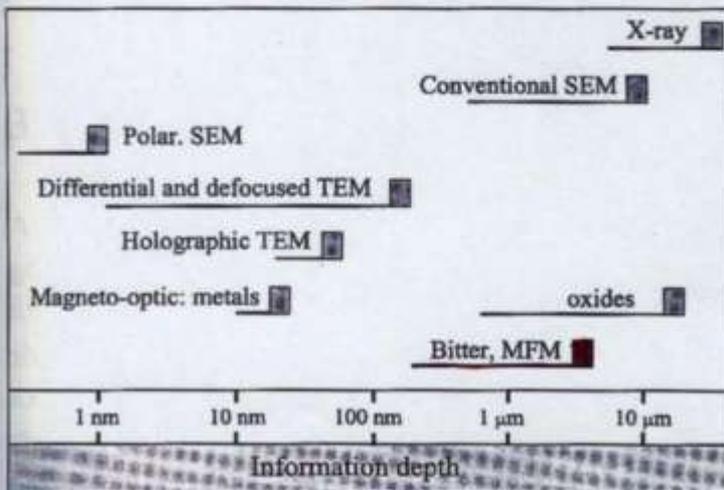
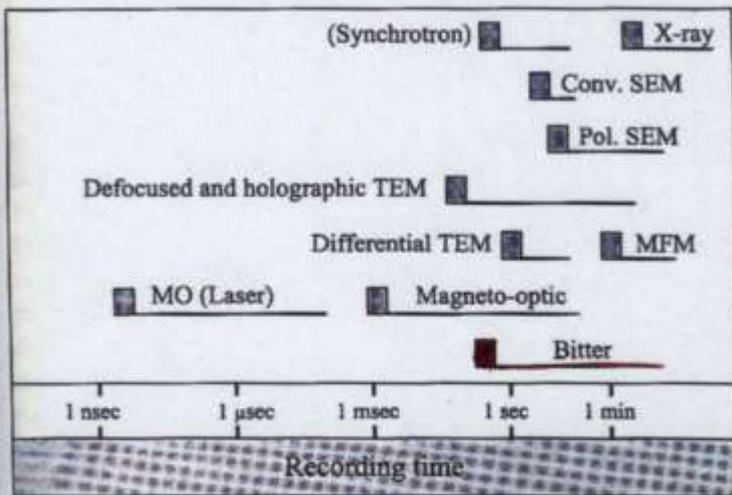
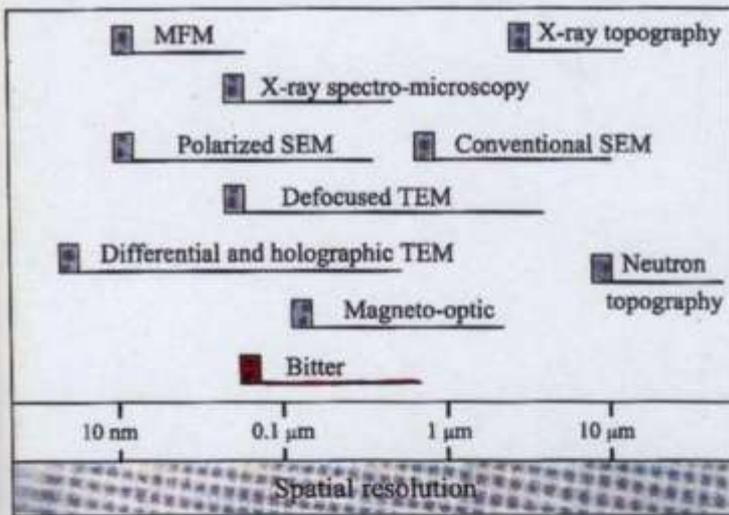
- Información acerca de la superficie de la muestra pero no de su **interior**.
- **Anisotropías débiles** y **permeabilidades elevadas** originan campos dispersos muy débiles.
- Respuesta **lenta**. Sólo se pueden detectar desplazamientos lentos de paredes.
- Si los campos dispersos o aplicados son **elevados** disminuye la resolución (bordes, imperfecciones). Estrías formadas por acumulación de partículas.
- **Interpretación problemática** por la complicada relación entre los campos dispersos y la imanación.
- Puede existir **interacción** del coloide con la estructura de dominios.
- **Restringido** rango de temperatura dependiendo del coloide.

## VENTAJAS ÚNICAS

- No se precisa equipo especial. **Microscopio óptico de reflexión**.
- No es necesaria una **preparación** extrema de la superficie de la muestra. Pero la resolución y sensibilidad se incrementan en muestras electropulidas.
- La resolución alcanza fácilmente los **100nm** y está limitada sólo por el diámetro de la particular de **10nm**.
- Fundamental en el estudio de estructuras en cristales con cambios de orientación y en superficies tridimensionales.
- Bajo coste.

## BIBLIOGRAFÍA

*Magnetic Domains. The Analysis of Magnetic Microstructures*, A. Hubert, R. Schäfer, Springer, 1998, Germany.  
(1445 referencias, 50 libros y revisiones).



A. Hubert, R. Schäfer  
 "Magnetic Domains", Springer (1998)  
 P. 105



(a)

100  $\mu\text{m}$



(b)

16  $\mu\text{m}$

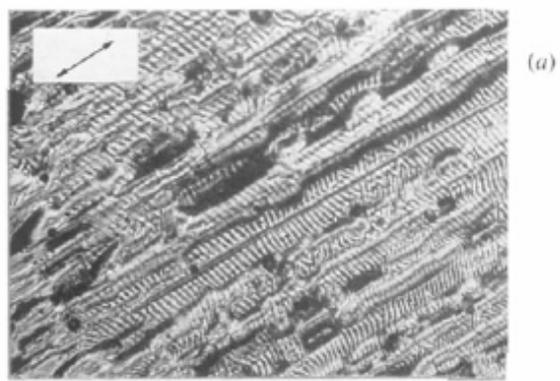


(c)

10  $\mu\text{m}$

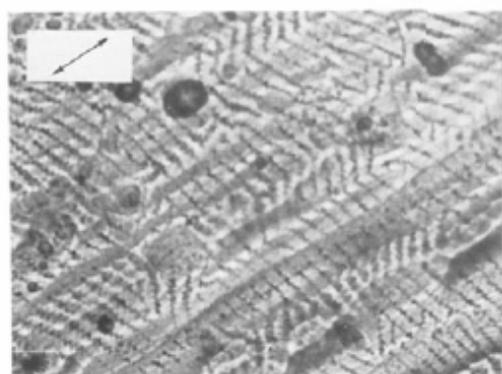
Figure 1. Bitter patterns on the bright side. (a) depth from the surface=0, (b) depth from the surface=11  $\mu\text{m}$ , (c) depth from the surface=22  $\mu\text{m}$ .

Fe<sub>40</sub>Ni<sub>40</sub>P<sub>14</sub>B<sub>6</sub> (Metglas 2826)



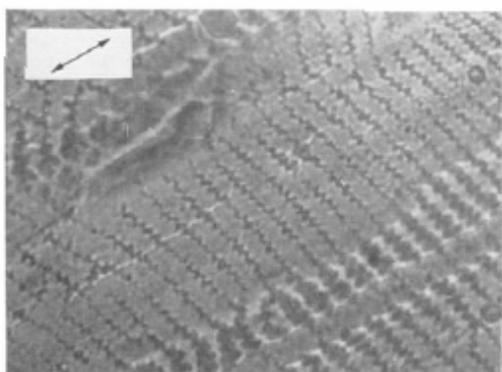
(a)

—|  
34  $\mu\text{m}$



(b)

—|  
16  $\mu\text{m}$

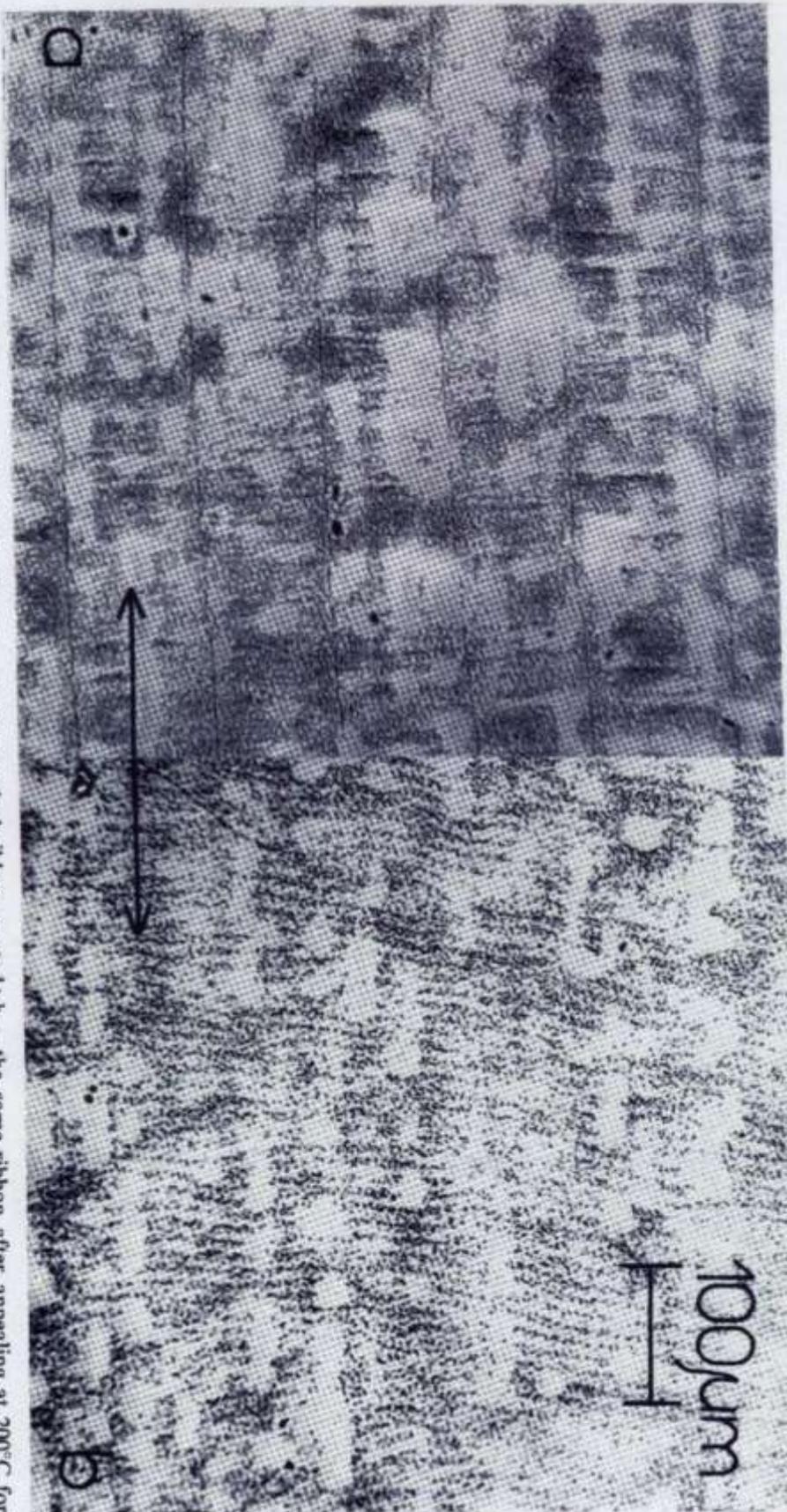


(c)

—|  
10  $\mu\text{m}$

**Figure 2.** Bitter patterns on the rough side. Depth from the surface = 12  $\mu\text{m}$ . Arrows indicate rolling direction.

Fig. 2. Domain structure of  $(\text{Fe}_{0.09}\text{Co}_{0.46}\text{Ni}_{0.45})_{74}\text{Si}_{16}\text{B}_{10}$ : a — an as-quenched ribbon,  $m_r \approx 1$ ; b — the same ribbon after annealing at  $200^\circ\text{C}$  for 5 min,  $m_r \approx 0.1$ . The double arrow shows the ribbon axis



V. Kislov, Yu. Levin, A. Sembrtyakov, M. Tejdor, B. Hennaut  
 Acta Phys. Pol. A77(1990)701



Fig. 3. Domain structure of  $\text{Co}_{57}\text{Ni}_{10}\text{Fe}_3\text{Si}_{11}\text{B}_{17}$ : a — as-quenched ribbon,  $m_r \approx 1$ ; b — the same ribbon after annealing in the transverse magnetic field  $H_{\perp}$ .  $T_n = 205^{\circ}\text{C}$ ,  $t_n = 3$  hrs,  $H_{\perp} = 300$  Oe. The double arrow shows the ribbon axis

V. Kislov, Yu. Ievia, A. Serabryakov, M. Tejedor, B. Henando  
 Acta Phys. Pol. A77 (1990) 701

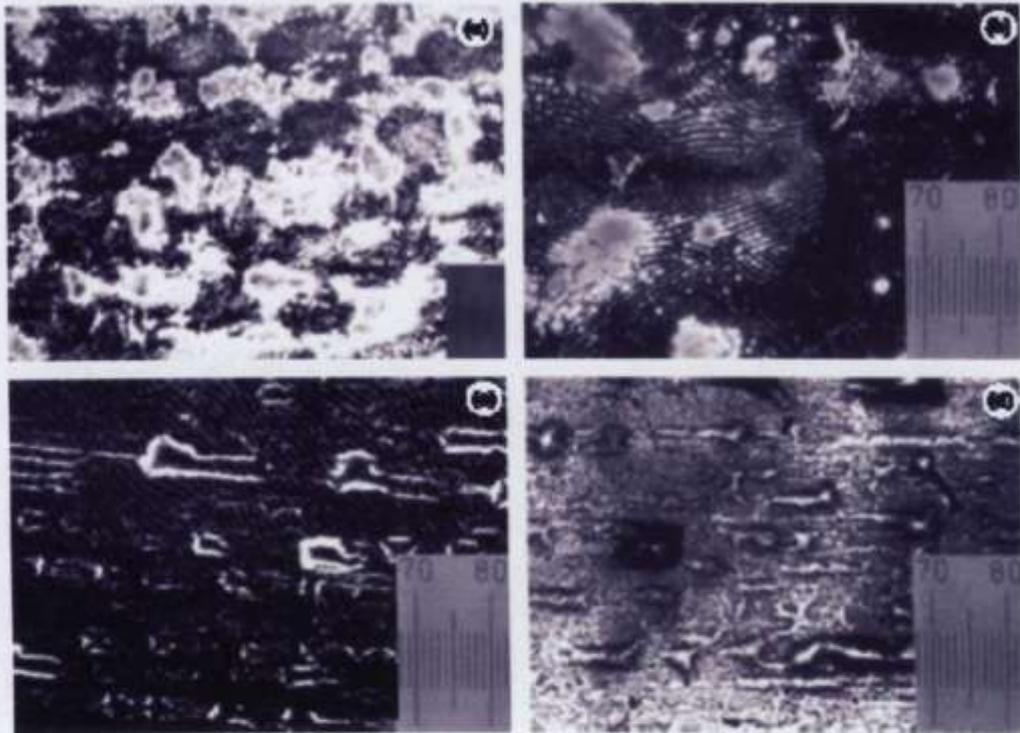
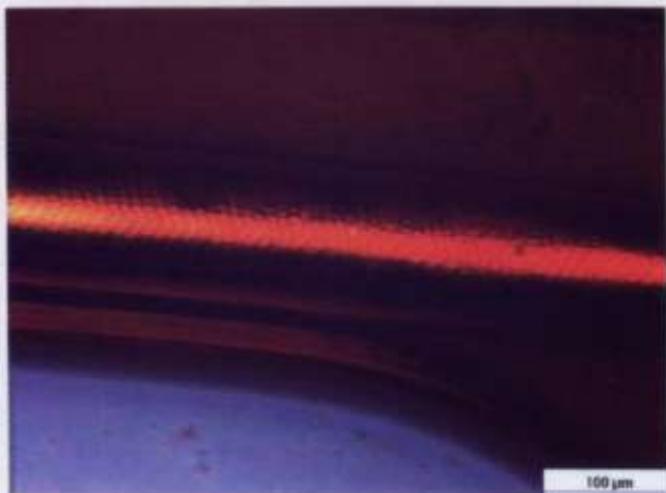


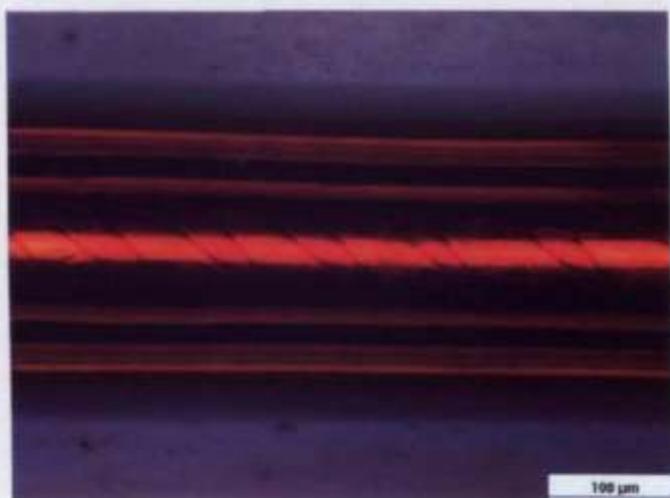
Fig. 1. Pattern domain of  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{16.5}B_6$  amorphous and nanocrystalline ribbons: (a) as-cast sample, (b), (c) and (d) annealed at 400°C, 425°C and 475°C, respectively. The scale shows a 0.1 mm division. In all photographs the longitudinal ribbon axis lies along the horizontal direction.

### Magnetic domains and magnetoimpedance effect during the nanocrystallization of $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{16.5}B_6$ ribbons

M. Tejedor, B. Hernando \*, M.L. Sánchez, V.M. Prida, P. Gorria

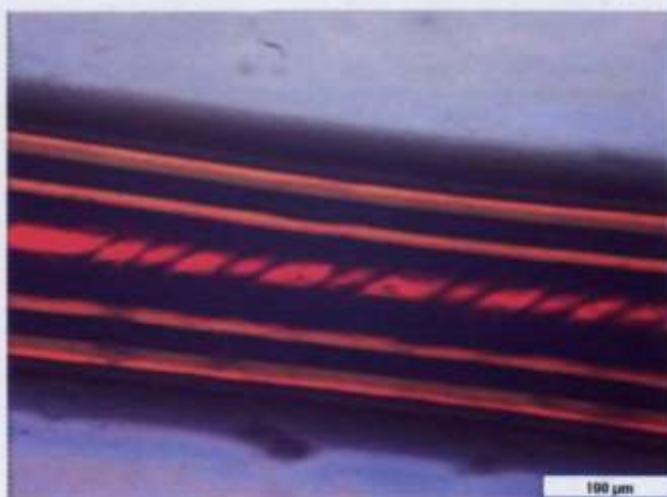


$$\xi = 0$$



$$\xi = 0.85 \frac{\text{rad}}{\text{cm}}$$

(2 vultas)



$$\xi = 0.85 \frac{\text{rad}}{\text{cm}}$$

CCW

$\text{Fe}_{73.5} \text{Si}_{13.5} \text{B}_9 \text{Nb}_3 \text{Cu}_1$