

INFORME FINAL

DESARROLLO Y CARACTERIZACION DE
PELÍCULAS DELGADAS MAGNETICAS DE MnAlC
PRODUCIDAS POR DEPOSICIÓN FÍSICA EN
FASE VAPOR (PVD) PARA APLICACIONES
COMO IMANES PERMANENTES

Código del proyecto: 71110

Jesús A. Tabares G. PhD

Investigador principal

Departamento De Física-Facultad De Ciencia Naturales Y
Exactas

UNIVERSIDAD DEL VALLE

Calle 13 N0 100-00

Ciudad Universitaria Melendez

Santiago de Cali

Abril 2021



VICERRECTORIA DE INVESTIGACIONES
División de Proyectos

**FORMATO PARA LA ELABORACIÓN
DE INFORMES FINALES -
PROYECTOS DE INVESTIGACIÓN**



VICERRECTORIA DE INVESTIGACIONES
División de Proyectos

**FORMATO PARA LA ELABORACIÓN
DE INFORMES FINALES -
PROYECTOS DE INVESTIGACIÓN**



Fecha de presentación del Informe: Día Mes Año

Datos generales del Proyecto

Código del proyecto:71110			
Título del proyecto: DESARROLLO Y CARACTERIZACION DE PELÍCULAS DELGADAS MAGNETICAS DE MnAlC PRODUCIDAS POR DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR (PVD) PARA APLICACIONES COMO IMANES PERMANENTES.			
Facultad o Instituto Académico: Ciencias Naturales y Exactas.			
Departamento o Escuela: Departamento de Física.			
Grupo (s) de investigación: 1) Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase (GMTF) 2) Recubrimientos duros y aplicaciones industriales-RDAI.			
Investigadores ¹	Nombre	Tiempo asignado	Tiempo dedicado
Investigador Principal	Jesús Anselmo Tabares Giraldo	5 h/s	5 h/s
Coinvestigadores	German A. Pérez A.	5 h/s	5 h/s
	Hector Sanchez Sthepa	5 h/s	2 h/s
	Luis Alfredo Rodriguez	NA	5 h/s
	Ligia Zamora	NA	2 h/s
	Lorena Marín	NA	5 h/s
	José Luis Valenzuela	NA	5 h/s
Otros participantes	Jeferson Piamba	40 h/s	40 h/s
	Juan David Alvarez	20 h/s	20 h/s
	Hugo Martínez	NA	2 h/s

¹ Todas las personas relacionadas en el informe y que participen en el proyecto deben haber suscrito el acta de propiedad intelectual de acuerdo con los formatos establecidos.

1. Resumen ejecutivo:

Producción de aleaciones precursoras.

Este informe presenta una ruta de producción del material base o precursor de la fase no magnética ϵ -MnAl-C por medio de fusión por arco eléctrico en atmósfera protectora de Ar. Las muestras presentaron una composición de Mn54.3Al44C1.7 y de Mn53.3Al45C1.7 usando Mn, Al y C de alta pureza (mayor a 99.9 %). Las muestras han sido refundidas para aumentar la difusión de los elementos en la muestra as-cast. Se adiciona un 3 at.% de Mn para compensar la pérdida por evaporación durante el proceso de fusión del material. Para mejorar las características en composición del material base a evaporar se realizaron preparaciones con diferentes composiciones de MnAl-C hasta lograr obtener un material con la composición requerida. Adicionalmente, con el propósito de encontrar las mejores condiciones de imán permanente de la aleación MnAlC, se exploraron rutas adicionales, incluyendo la producción de la aleación dopada con material magnéticamente blando como el α -Fe o FeCo. Las muestras obtenidas por fundición en horno a arco se trataron térmicamente siguiendo dos rutas diferentes de tratamiento térmico. Las muestras fueron encapsuladas y mantenidas a 1100°C por 32 horas y luego inactivadas en agua para conservar la fase de altas temperaturas ϵ -MnAl-C no magnética. En la segunda ruta la muestra fundida se somete a un tratamiento térmico de dos pasos: a 1200 °C (durante 4 h) seguido de 1100 °C (48 h) lo que nos permitió obtener una aleación de ϵ -MnAlC de concentración notablemente alta después de realizar el proceso de enfriamiento en agua a temperatura ambiente. Las muestras son sometidas a un proceso de recocido que promueve la transformación de la fase ϵ -MnAl-C a la fase τ -MnAlC. Se establece mediante un estudio XRD que el proceso de recocido óptimo para producir la fase τ -MnAlC requiere realizar un proceso de recocido a 550 °C durante 30 min. Complementariamente, las muestras se caracterizan por difracción de rayos X, por magnetómetro de muestra vibrante (VSM) y microscopio electrónico de transmisión (TEM).

Producción de Películas delgadas

A partir de las muestras precursoras se seleccionaron las muestras ϵ -Mn53.3Al45C1.7 y τ -Mn54.3Al44C1.7 para las cuales se debió estandarizar el proceso, fue necesario estudiar y

hacer pruebas para establecer las condiciones adecuadas del equipo y poder realizar las evaporaciones de películas delgadas con superficies uniformes y con morfología granular y principalmente la obtención de la fase τ . Las películas han sido depositadas utilizando un equipo de evaporación termo resistiva, a tres diferentes temperaturas del sustrato: temperatura ambiente T_a , 165 °C y 200°C. Subsecuentemente, las películas obtenidas fueron sometidas a un proceso térmico de recocido a 400°C, 450°C y 500°C, como procedimiento para la transformación de la fase ϵ a la fase τ ; se dejó como testigo una muestra de cada evaporación sin el tratamiento térmico. Las películas delgadas fueron analizadas por difracción de rayos X, SEM, TEM y VSM. De los análisis de DRX se obtuvo que tanto las películas producidas a partir de la evaporación de la fase ϵ como las producidas a partir de la evaporación de la fase magnética pura τ consistían en un porcentaje superior al 95% de la fase magnética τ . El espesor de las películas estuvo en el rango de los 10 nm, con un crecimiento granular con tamaño de granos del orden de 9 nm. Se pudo establecer que las películas presentaron un comportamiento magnético semiduro o superparamagnético con una alta magnetización de saturación de 312 kA/m, la mitad de las muestras en bulk.

Palabras clave: Películas delgadas, evaporación termo resistiva, fundición de arco eléctrico, propiedades magnéticas, materiales magnéticos, MnAl, Imanes permanentes libres de tierras raras.

2. Síntesis del proyecto:

Tema: DESARROLLO Y CARACTERIZACION DE PELÍCULAS DELGADAS MAGNETICAS DE MnAlC PRODUCIDAS POR DEPOSICIÓN FÍSICA EN FASE VAPOR (PVD) PARA APLICACIONES COMO IMANES PERMANENTES

2.3 Objetivo general

Producción de películas delgadas de las aleaciones MnAl-C con propiedades magnéticas elaboradas por evaporación en alto vacío.

2.3.1. Objetivos específicos

- 2.3.1.1 Obtener las aleaciones de MnAl-C por fundición de arco eléctrico en el rango de 50-60 Mn at %. Tratar térmicamente las aleaciones de MnAl-C para la obtención de la fase no magnética de alta temperatura ϵ .
- 2.3.1.2 Caracterizar estructuralmente las muestras producidas por difracción de rayos-x (DRX). Los difractogramas se refinarán por el método Rietveld. Realizar medidas magnéticas (ciclos de histéresis) mediante magnetometría de muestra vibrante (VSM).
- 2.3.1.3 Obtener los recubrimientos de MnAl-C por evaporación en alto vacío sobre sustratos de Si. Realizar tratamiento térmico de los recubrimientos de MnAl-C para la obtención de la fase magnética τ .
- 2.3.1.4 Caracterizar estructuralmente las muestras producidas por difracción de rayos-x (DRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM). Los difractogramas se refinarán por el método Rietveld.
- 2.3.1.5 Determinar las propiedades magnéticas de las películas con el fin de determinar la influencia de las condiciones de deposición sobre las propiedades del material. Realizar medidas magnéticas (ciclos de histéresis). Ajuste mediante Thamm y Hesse.
- 2.3.1.6 Observar la influencia de la temperatura de sustrato en la variación de la temperatura de tratamiento térmica, en la morfología y en las propiedades magnéticas.
- 2.3.1.7 Evaluar la influencia del C en la estabilización de la fase por métodos computacionales.
- 2.3.1.8 Presentar los avances de la investigación en seminarios de grupo, eventos nacionales e internacionales, elaborar al menos dos publicaciones y rendir informes.

2.4 Metodología

Para el logro de los anteriores objetivos se desarrolló la siguiente metodología.

- 2.4.1. Revisión bibliográfica permanente del sistema MnAl.
- 2.4.2. Ensayos de producción de las aleaciones de MnAlC. Se pesaron los polvos de alta pureza de los elementos en las estequiometrías propuestas, se prensaron y fundieron en

el horno a arco eléctrico bajo atmósfera de Ar. Se adiciona un 3% at. Para compensar pérdidas por evaporación.

- 2.4.3.** Obtención de las aleaciones de MnAl-C en el rango de 50-60 Mn at %, particularmente se elaboraron muestras de composición Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7}, Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7}
- 2.4.4.** Tratamiento térmico de las aleaciones de MnAl-C para la obtención de la fase no magnética ϵ . Se utilizaron dos rutas de tratamiento, una a 1373 K durante 32 horas y otra durante 48 horas con un pretratamiento a 1473 K durante 4 horas.
- 2.4.5.** Luego de los tratamientos térmicos las muestras han sido caracterizadas por difracción de rayos X (DRX) y por medidas de magnetometría de muestra vibrante (VSM). Se incluye además análisis por Microscopía electrónica de barrido (SEM) y de transmisión (TEM) de algunas muestras.
- 2.4.6.** Realización de ensayos para la producción de películas delgadas mediante evaporación térmica en alto vacío. Como material a evaporar se seleccionaron las muestras precursoras en bulk de ϵ -Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7} y τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7}.
- 2.4.7.** Caracterización de las condiciones de corriente del evaporador, masa de muestra y temperatura del sustrato. Se optó por las temperaturas Ta, 165 °C y 200°C, siendo Ta temperatura ambiente.
- 2.4.8.** Tratamientos térmicos de las películas delgadas en atmósfera de Ar a 400°C, 450°C y 500°C. Una cuarta muestra se mantiene tal y como sale del proceso de evaporación (STT).
- 2.4.9.** Luego de los tratamientos térmicos cada muestra ha sido caracterizadas por difracción de rayos X (DRX) para identificar las fases obtenidas y relacionarlas con medida de magnetometría de muestra vibrante (VSM). Se incluye además análisis por microscopía electrónica de barrido (SEM) y de transmisión (TEM) de algunas muestras con el fin de determinar la influencia de la temperatura del sustrato sustrato y la influencia del material precursor y las condiciones de deposición sobre las propiedades de la película producida.

2.5 Resultados obtenidos

2.5.1 Preparación de las muestras precursoras de MnAlC

Compactación de los polvos metálicos

Se tomaron mezclas de los polvos de manganeso y aluminio, se varió la presión de compactación para obtener la curva de compactación como se puede ver en la Figura A-1, se obtuvieron valores para la altura de aproximadamente 3.90 mm a una presión de 28 MPa, el modelo ajustado sigue la forma $y = 0,89e^{-x/1632} + 3,84$ con un error de $\pm 0,04$. Este proceso se realiza previo a la fundición de los polvos compactados para reducir la energía térmica que debe ser proporcionada, esto es necesario para disminuir la pérdida de Mn por el uso excesivo de calor de fusión.

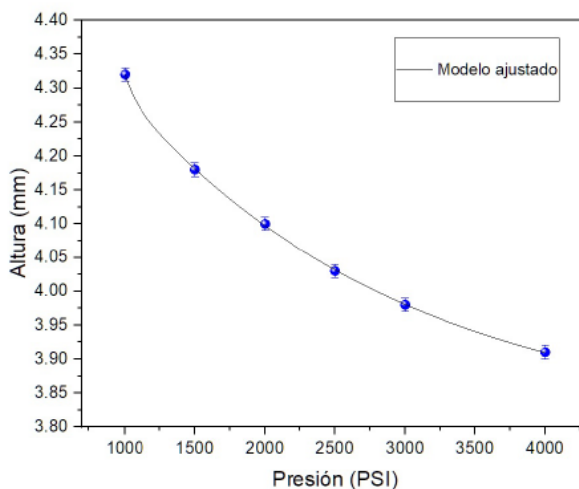


Figura A-1: Curva de compactación para los polvos de Mn y Al.

Fusión de arco eléctrico al vacío

Las muestras precursoras son fabricadas con el horno de arco eléctrico mostrado en la Figura A-2, se ha usado una atmósfera protectora de Ar de alta pureza 99.999 %, se utiliza un sistema

de refrigeración de cobre enfriado por agua y un electrodo de tungsteno. La desgasificación previa a la fusión por arco se hace en tres etapas durante 29 minutos, primero se hace vacío por 10 minutos y se inyecta Ar, luego de 3 minutos de vacío se inyecta Ar a la recámara, este proceso es repetido tres veces y finalmente se hace vacío por 10 minutos y se inyecta Ar. El proceso de desgasificación reduce la cantidad de gases disueltos en la recámara al inyectar gas de Ar reduciendo la posible oxidación de las muestras; este proceso es repetido durante cada ensayo. El sistema de vacío alcanzó un nivel de bajo vacío de 4.5 Pa y una presión de trabajo de 85 Pa en atmósfera inerte de Ar. Se evaluó la relación de la variación de la densidad de corriente y su influencia en la geometría del baño de fusión y la condición de solidificación obteniendo valores óptimos de corriente a 65 A. La fabricación de los materiales precursores por medio de horno de arco eléctrico han sido obtenidos para su posterior evaporación termoresistiva y se ha optimizado la pérdida de material por calor de fusión solamente mejorando la técnica de operación del horno pasando de pérdidas del 66 wt.% a pérdidas inferiores del 5 wt. %.



Figura A-2: Horno de arco eléctrico del laboratorio de Espectroscopia Mössbauer del grupo GMTF del Departamento de Física de la Universidad del Valle.

En los sistemas de fusión de arco eléctrico se consiguen estructuras de solidificación dendrítica direccional, desde el fondo hasta la parte superior del material precursor. También, se pueden

presentar fluctuaciones en la velocidad de refundición formando patrones de anillo², y lograr una solidificación direccional, evitando la macro-segregación y la micro-segregación, debido a las altas temperaturas que se alcanzan por medio de las descargas eléctricas³ y la alta reactividad que presenta el Mn, para formar MnO₃. Se controló la segregación química por medio de tratamientos térmicos a altas temperaturas de 1100°C y 1200°C. El uso de difracción de rayos X ha sido útil para controlar las transiciones de fases presentadas por los tratamientos térmicos. Para compensar la pérdida de Mn por sublimación se agregó un exceso de Mn del 3 at.% para aleaciones con una composición de Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7}, Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7}.

Preparación de la aleación de MnAlC as cast.

Los lingotes de aleaciones con composición nominal Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7} (denominados aquí como MnAlC) se prepararon mediante fusión por arco utilizando polvos de Mn, Al y C de alta pureza (> 99,9% en masa), bajo una atmósfera de argón de alta pureza y se fundieron tres veces en para asegurar la formación de una mezcla homogénea. Como primer paso, los polvos de Mn y C se mezclan manualmente y se introducen en un troquel de acero para compactarlo a una presión de ~ 1500 psi. Este proceso de compactación es necesario para evitar la pérdida de C durante el proceso de fusión. Además, se añadió una cantidad extra de Mn (3,0% en peso) para compensar el Mn evaporado durante los procesos de fusión. El gránulo de Mn-C compactado se introduce en un horno de arco eléctrico en una pequeña copa mecanizada en la placa de cobre enfriada que forma la base de la cámara del horno de arco. Antes de la fusión por arco, una purga cámara se realiza en tres etapas durante 30 minutos. Al primer vacío durante 10 minutos le siguió la adición de 620 mmHg de Ar. Luego, se hizo un vacío de 3 minutos y se añadieron nuevamente 620 mmHg de Ar. Este proceso se repitió tres veces y finalmente tres veces y finalmente se hizo un vacío durante 10 minutos y se mantuvo 420 mmHg de Ar para la descarga sostenida del arco. La intensidad de corriente utilizada fue cercana a los 65 A. En estas condiciones se forma un arco eléctrico que recubre las muestras. Cada muestra se

² J. Sarkar, "Sputtering target manufacturing," in *Sputtering Materials for VLSI and Thin Film Devices*. Elsevier, 2014, pp. 197{289. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016 %2Fb978-0-8155-1593-7.00004-7>

³ D. J. Hucknall, "Applications," in *Vacuum Technology and Applications*. Elsevier, 1991, pp. 235{305. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1016 %2Fb978-0-7506-1145-9.50011-x>

sometió a tres tiempos de fusión posteriores para obtener una mejor difusión del carbono dentro del manganeso. Al obtener la aleación de Mn-C fundida, en un segundo proceso de fusión, se agrega un pellet de aluminio, que ha sido sometido al mismo proceso descrito en los párrafos anteriores. Las dos muestras fundidas se colocan en el molde de la placa de cobre enfriada con la muestra de aluminio colocada en la parte superior y la muestra de Mn-C en la parte inferior y el electrodo de tungsteno a 2 cm de distancia. Esto se hace intencionalmente para que el arco no interactúe directamente con el Mn-C al comienzo del proceso de fusión. Se hace una adición de 3 at.% de Mn para compensar las pérdidas de Mn debidas a la sublimación [28, 29]. El proceso de fusión se repite, y debe tener pérdidas de peso de menos de 5 en peso. % para posteriormente asegurar la obtención de la fase ferromagnética. Aunque la ruta principal de producción del material precursor se realiza según lo aquí descrito, es necesario anotar que se ensayó un método alternativo de producción utilizando la fundición en horno de inducción, refundido en horno de arco eléctrico y melt spinning, como se describe en nuestra publicación que se adjunta a este informe⁴. También se ha explorado el efecto en la estabilización de la aleación por medio de la adición de otros aleantes minoritarios como Ti, como puede verse en el artículo en construcción que se adjunta⁵

Las muestras de la Figura A-3 en su estado as-cast vistas en un microscopio óptico presentan una solidificación demasiado rápida, esto no permite la difusión atómica del material, lo que provoca que el material fundido se encuentre en un estado de alto desorden, ya que no tiene el tiempo suficiente como para lograr la homogeneización de la fase épsilon. El proceso de fundición por horno de arco eléctrico no es capaz de suprimir la cristalización de núcleos, la solidificación de la aleación tiene características similares a las de un lingote.

El material a fundir se encuentra siempre interactuando con las paredes de la superficie de la base del horno de arco eléctrico, la interacción del material con el arco pasaba el material a su estado fundido instantáneamente, y a su vez la aleación fundida se encontraba en contacto con

⁴ J.S. Trujillo Hernandez, F. Maccari, L.G. Marshall, J.A. Tabares, G.A. Pérez Alcázar, *J. Supercond. Nov. Magn.* 31 (2018) 3941.

⁵ J.S. Trujillo Hernández, S. Ener, F. Maccari, J. A. Tabares, K. P. Skokov, G.A. Pérez Alcázar, and O. Gutfleisch, Structural and magnetic properties of $Mn_{53.3-x}Al_{45}C_{1.7}Ti_x$ melt spun ribbons compacted with bismuth. xx(2021) yyyy.

la zona inferior de la parte superior de la base la cual se encuentra a unos 20°C gracias al sistema de refrigeración con el que cuenta la base de cobre, la cual se encarga de extraer calor en dirección de la superficie de la base, lo que conlleva a un sobre-enfriamiento demasiado grande, y produce una formación de núcleos sólidos en las paredes del molde, los primeros núcleos han formado granos finos y equiaxiales debido a la velocidad de extracción de calor; esta zona de enfriamiento permite un crecimiento preferencial, en dirección contraria a la dirección de extracción de calor

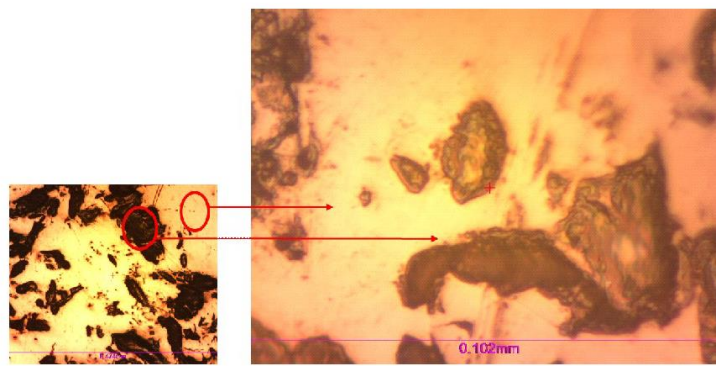


Figura A-3: Muestras fundidas de la aleación MnAl inspeccionadas por microscopía óptica.

Los efectos hidrodinámicos han influenciado en la forma y la posición de la interfaz sólido-líquido y provocando una segregación química en la aleación. Debido a la segregación química presente en las muestras as-cast estas deben ser tratadas térmicamente a 1100°C siguiendo las dos rutas de tratamiento descritas en la sección del proceso metodológico y posteriormente templadas en agua, con el objetivo de obtener la fase no magnética ϵ -MnAl y posteriormente han sido tratadas térmicamente a 550°C por 30 minutos con el fin de obtener la fase magnética τ . De las muestras obtenidas para las dos composiciones se realizó la caracterización de las fases resultantes mediante difracción de rayos X (DRX).

Tratamientos térmicos para la obtención de la fase ϵ

Los tratamientos térmicos se realizaron para la obtención de la fase de altas temperaturas ϵ -MnAl y la fase τ -MnAl para las muestras en bulk. Los tratamientos térmicos descritos así como aquellos realizados posteriormente al crecimiento de las películas, han sido llevados a cabo en

un horno GSL-1500X como el mostrado en la Figura A-4. Las muestras han sido encapsuladas en un tubo de cuarzo bajo atmósfera de Ar para evitar la oxidación de las muestras.



Figura A-4: Horno GSL-1500X del laboratorio de Espectroscopia Mössbauer del grupo GMTF del Departamento de Física de la Universidad del Valle.

Preparación de la aleación ϵ -MnAlC templada

Para la preparación del sistema ϵ -MnAlC metaestable a temperatura ambiente, se encapsularon lingotes de MnAlC fundidos en un tubo de cuarzo bajo una atmósfera de argón a una presión de 450 mmHg y se trataron térmicamente siguiendo dos tratamientos de solución diferentes: (Ruta I), uno de MnAlC recién fundido (denominado aquí Muestra-A) se calentó desde la temperatura ambiente a 1100 ° C, a una velocidad de calentamiento de 2 ° C / min, manteniendo constante dicha temperatura durante 32 h, para finalmente enfriar la muestra en la habitación. temperatura del agua; (Ruta II), se introdujo en el horno una segunda muestra de MnAlC recién fundida (referida aquí como Muestra-B) después de que alcanzó una temperatura de 1200 ° C, dicha temperatura se mantuvo durante 4 horas para luego reducirla a 1100 ° C y mantener constante durante 48 h, finalmente la muestra se enfría en agua a temperatura ambiente. Los esquemas de las rutas de tratamiento térmico mencionadas anteriormente se muestran en la Figura 1. La

Ruta I se inspira en la referencia⁶, mientras que la Ruta II es una modificación de la Ruta I, propósito de este trabajo, donde se realiza un tratamiento térmico de dos pasos y, como mostramos más adelante, permite mejorar la fabricación de imanes τ -MnAlC de alta calidad.

Tratamientos térmicos para la obtención de las aleaciones τ -MnAlC.

En cuanto al procedimiento para promover la transformación de la fase no magnética ϵ en la fase magnética τ , existen varios informes que indican que la temperatura de recocido utilizada varía de 400° C a 700° C, dependiendo del método para producir la fase no magnética de alta temperatura. Pero está claro que la idea principal es templar la fase ϵ durante un corto tiempo que varía de 20 min a 45 min y realizar un enfriamiento rápido en agua a T_a

El procedimiento térmico para transformar la fase ϵ -MnAlC metaestable, retenida a temperatura ambiente, en la fase τ -MnAlC estabilizada tiene en cuenta dos parámetros fundamentales: la temperatura y el tiempo de recocido. En nuestro estudio, fijamos la temperatura de recocido en 550 ° C, de acuerdo con un trabajo anterior⁷ y variamos el tiempo de recocido en 15, 20 y 30 min para encontrar la condición adecuada para producir una aleación τ -MnAlC virtualmente pura. En la Figura 2 (b) se muestra un esquema del proceso de recocido. Para realizar el recocido isotérmico, las aleaciones a base de ϵ -MnAlC templadas se introducen en un tubo de cuarzo bajo una atmósfera de argón a una presión de 450 mmHg y se colocan dentro del horno cuando alcanza los 550 ° C. Después de terminar el tiempo de recocido, las aleaciones de MnAlC resultantes se enfriaron en agua a temperatura ambiente.

Métodos de caracterización

La estructura cristalina y la composición de las aleaciones se analizaron mediante difracción de rayos X (XRD) en un difractómetro X'Pert PRO MRD (PANalytical), utilizando la configuración Bragg Brentano con un tamaño de paso de 0.0197°, un tiempo de paso de 141.740 s y

⁶ Jian, H., Skokov, K.P. and Gutfleisch, O, Journal of Alloys and compounds 622 (2015) 524-528.

⁷ H. Martinez Sánchez, L.E. Zamora Alfonso, J.S. Trujillo Hernandez, G.A. Pérez Alcázar, *J. Magn. Magn. Mater.*, 473 (2019) 221.

utilizando una radiación de Cu K α (longitud de onda de 1,5406 Å). Para algunos difractogramas, se llevó a cabo un refinamiento de Reitveld para detectar las diferentes fases cristalinas y cuantificar sus concentraciones en las aleaciones resultantes. Se realizó una caracterización magnética de las muestras mediante ciclos de histéresis de magnetización a temperatura ambiente medidos en un PPMS (Quantum Design), configurado como magnetómetro de muestra vibrante (VSM). Los ciclos de histéresis se midieron utilizando 3 T o 1,8 T como el campo máximo aplicado. Se llevó a cabo un análisis microscópico del tamaño de grano y la microestructura magnética de una aleación-MnAlC optimizada en un microscopio Hitachi HF-3300 (I2TEM-Toulouse), operado a 300 kV y configurado para realizar microscopía de Lorentz, una técnica capaz de obtener imágenes de paredes dominio magnético.

Resultados y análisis

En la Figura 1 (a) y 1 (b) se muestran las dos rutas de tratamiento térmico seguidas en este trabajo para obtener la aleación ϵ -MnAlC metaestable a temperatura ambiente y, debajo de ellas, los patrones XRD de las muestras resultantes. Según XRD de la Figura 1 (c), la Ruta I produce una mezcla heterogénea donde la fase mayoritaria es el ϵ -MnAlC deseado, con la presencia de Al₆Mn y τ -MnAlC como fases secundarias (aquí nos referimos a esta mezcla como el ϵ - Muestra-A). La presencia de una fase rica en Al evidencia que el tratamiento térmico seguido en la Ruta I no favorece la distribución homogénea de los elementos constituyentes a lo largo de la muestra para formar una fase ϵ -MnAlC de alta temperatura única, una estructura hexagonal desordenada. Además, la formación de una pequeña cantidad de la fase τ -MnAlC durante el proceso de quenching ha sido reportada previamente, y es causada por una difusión atómica lenta tal vez debido a un gradiente térmico en todo el interior de la muestra que genera una velocidad de enfriamiento inadecuada. Es bien conocido que la formación de fases adicionales a la fase ϵ -MnAlC metaestable evita la obtención de un τ -MnAlC de alta calidad después del tratamiento de recocido. Por ello, proponemos una Ruta I modificada (aquí denominada Ruta II) donde un tratamiento térmico en dos pasos favorece la homogeneización de la muestra. Según XRD de la Figura 1 (d), la Ruta II nos permite obtener una fase ϵ -MnAlC pura, virtualmente libre de fases secundarias según un refinamiento de Retvield (ver Tabla 1).

Por lo tanto, encontramos como tratamiento térmico la utilización de una temperatura más alta (1200°C), que combinada con un tiempo de tratamiento más largo (48 h) proporcionará la energía suficiente al sistema para que los elementos constituyentes puedan distribuirse aleatoriamente a lo largo de la muestra y, en consecuencia, mejorar la homogeneización de la aleación.

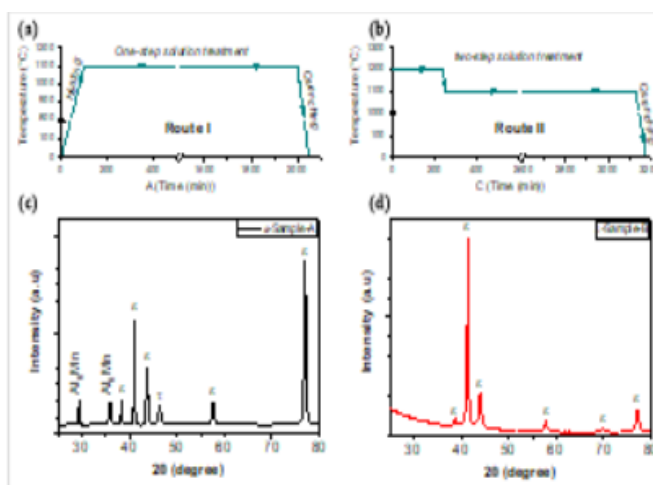


Figure 1. (a) Schematic representation of the heat-treatment Route I. (b) XRD of the resulting alloy (ϵ -Sample-A) after following Route I. (c) Schematic representation of the heat-treatment Route II. (d) XRD of the resulting alloy (ϵ -Sample-B) after following Route II. Siguiendo la ruta de tratamiento térmico (recocido) descrita (Figura 2 (a)), transformamos el ϵ -MnAlC en la fase ferromagnética τ -MnAlC.

La Figura 2 (b) muestra los patrones XRD de las aleaciones de MnAlC recocidas para diferentes tiempos de recocido (15, 20 y 30 min). Este estudio sistemático se realizó en el lingote de ϵ -MnAlC puro templado (ϵ -Muestra-B) y nos permitió determinar el tiempo de recocido óptimo para obtener una aleación de τ -MnAlC pura. Según los refinamientos de Rietveld, un tiempo de recocido de 30 min es suficiente para producir un τ -MnAlC puro. Usando un tiempo de recocido menor, la fase ϵ -MnAlC también puede descomponerse en la fase β -Mn de equilibrio. Así, establecemos que el proceso de recocido óptimo para producir la fase τ -MnAlC requiere realizar un proceso de recocido a 550°C durante 30 min (Figura 2 (a))

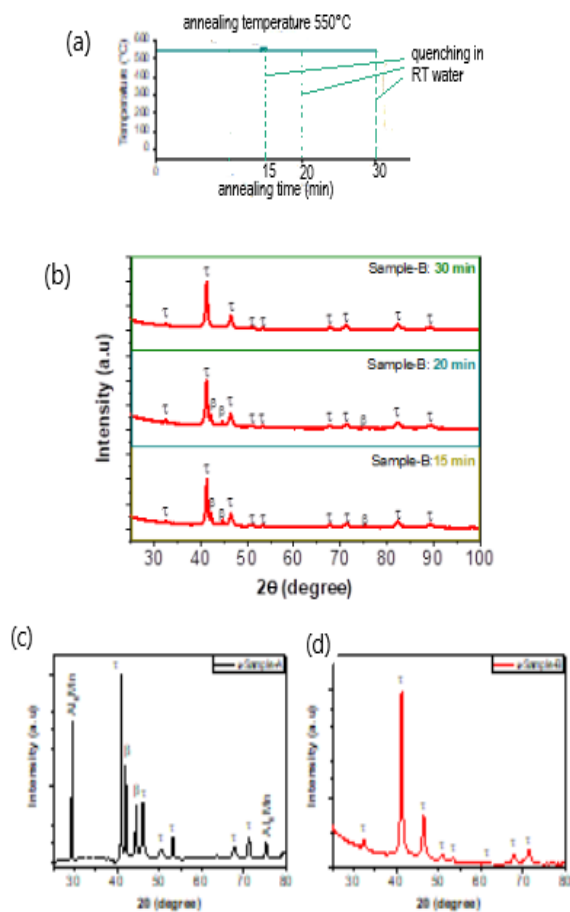


Figure 2. (a) Annealing process to produce the τ -MnAlC phase. ϵ -MnAlC ingots were submitted to different annealing time (15, 20 and 30 min.) at 550 °C. (b) XRD patterns for the resulting phase alloy after annealing the pure performed quenched (ϵ -Sample-B) (c) and (d) XRD patterns for the resulting alloys after annealing ϵ -Sample-A and ϵ -Sample-B named τ -Sample-A and τ -Sample-B, respectively.

El proceso de recocido optimizado para producir la fase τ -MnAlC también se realizó en la mezcla heterogénea (ϵ -Muestra-A). La XRD de esta muestra (aquí denominada τ -Muestra-A) se presenta en 2 (c) y muestra la presencia de la fase τ -MnAlC deseada además de la fase Al₆MnO formada durante el proceso de enfriamiento previo. Observamos cómo la formación de una fase de equilibrio rica en Al favorece la formación de una fase de equilibrio rica en Mn, el sistema β -Mn, demostrando que una aleación a base de Mn-Al-C no homogénea fundida impide

la obtención de una aleación de τ -MnAlC de calidad.

Table 1. Summary of the main parameters obtained from the Rietveld refinement for samples ε -Sample-A and ε -Sample-B.

Sample	Phases	Lattice parameter (Å)	Weight fraction (n %)	Density (g/cm ³)
ε-Sample-A	ε -MnAlC	$a = 2.701$ $c = 4.376$	75	4,721
	τ -MnAlC	$a = 3,931$ $c = 3,571$	5	4,934
	Al ₆ Mn	$a = 7.512$ $b = 6.500$ $c = 8.874$	20	3,342
ε-Sample-B	ε -MnAlC	$a = 2.705$ $c = 4.380$	100	4.868
τ-Sample-A	τ -MnAlC	$a = 3,935$ $c = 3,589$	59	5.078
	β -Mn	$a = 6,434$	33	7.959
	Al ₆ Mn	$a = 7,524$ $b = 6,459$ $c = 8,914$	8	3.324
τ-Sample-B	τ -MnAlC	$a = 3.909$ $c = 3.588$	100	5.221

Para certificar la reproducibilidad del método seguido para obtener un lingote de τ -MnAlC puro, se elaboró una nueva muestra. Como vemos en la Figura 3, los patrones de XRD prueban que la ruta de tratamiento de dos pasos produjo una aleación de ε -MnAlC (Sample-Muestra-C) pura que se transformó completamente en una aleación de τ -MnAlC pura después de realizar el proceso de recocido optimizado.

El método de Rietveld se utilizó con éxito para el análisis de fase cuantitativa de todos los patrones de difracción de este estudio. La Tabla 2 resume los parámetros obtenidos de estos ajustes. Dada la imposibilidad de hacer un ajuste simple de los difractogramas asumiendo un solo pico y teniendo en cuenta informes anteriores^{8 9}, hemos estudiado en profundidad el

⁸ F. Jiménez-Villacorta, J. Marion, J. Oldham, M. Daniil, M. Willard, L. Lewis, Magnetism-Structure Correlations during the $\varepsilon \rightarrow \tau$ Transformation in Rapidly-Solidified MnAl Nanostructured Alloys, Metals (Basel). 4 (2014) 8–19. <https://doi.org/10.3390/met4010008>.

⁹ J.J. Van Den Broek, H. Donkersloot, G. Van Tendeloo, J. Van Landuyt, Phase transformations in pure and carbon-doped Al₄₅Mn₅₅ alloys, Acta Metall. 27 (1979) 1497–1504.

carácter híbrido de la fase epsilon en el estado solidificado con una estructura doble del pico de Bragg que indica separación de fases, es decir, variaciones en la concentración local de Mn de la composición y que significa la existencia de regiones ricas en Mn y pobres en Mn con carácter antiferromagnético y ferromagnético, respectivamente.

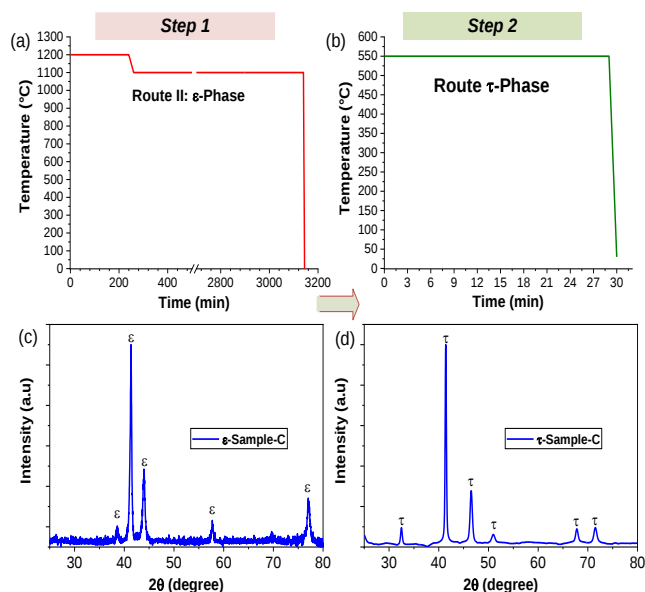


Figure 3. Schematic representation of the heat treatments (following Route II) to produce τ -phase in two steps and the respectively diffraction pattern (b) ϵ -phase and (c) τ -phase

Para nuestro estudio, elegimos distribuir la composición nominal Al (45 at.%) y Mn (55 at.%) de la siguiente manera: ϵ_1 = Al (42,5 at.%) y Mn (57,5 at.%) ; esta fase es rica en manganeso y ϵ_2 = Al (47,5% at.) y Mn (52,5% at.) ; esta fase es pobre en manganeso con respecto a la composición nominal. A partir de esta nueva distribución, el valor de chi cuadrado del ajuste se reduce de 4.794 a 1.4 para la muestra B y de 0.8549 a 0.7 para la muestra C. Esto indica que nuestras muestras están compuestas por una mezcla de fases ricas y pobres en manganeso. La Tabla 2 muestra los parámetros del ajuste. La muestra no homogénea (ϵ -Muestra A) no se estudió debido a la presencia de otras fases además de ϵ -MnAlC.

Tabla 2. Resumen de los parámetros de ajuste considerando dos fases epsilon.

Sample	ε-phase									
	phases	Lattice parameters (Å) ±0.001	Crystal size (nm)		Volume (Å³)	weight fraction %	Density from fit (g/cm3)	Density from estimate (g/cm3)	Chi Sq (fit)	F^2 from fit
			Φ ±xxx	Φ _⊥ ±xxx						
ε-Sample-B	ε ₁	a=2.704	54.07(2.25)	54.53(1.13)	27.72	69	5.158	5.182	1.4	0.0170
		c=4.376								
	ε ₂	a=2.706	26.56(1.35)	24.89(0.59)	27.79	31	4.978	5.004		
		c=4.381								
ε-Sample-C	ε ₁	a=2.697	62.09(5.32)	62.16(2.91)	27.53	11	5.593	5.217	0.7	0.0542
		c=4.370								
	ε ₂	a=2.670	24.48(1.27)	24.81(0.60)	27.64	89	4.560	5.031		
		c=4.379								

La Figura 4 (a) muestra los ciclos de histéresis de Muestra-A, -B y -C (a) de las fases ϵ y (b) de las fases τ . En el caso de la fase ϵ de la Muestra-A, se espera una respuesta ferromagnética según el pico de difracción asociado a la fase τ . Sin embargo, en el caso de las fases ϵ de la Muestra-B y -C, las curvas de magnetización exhiben un comportamiento ferromagnético (es decir, un ciclo de histéresis) que debería estar asociado con la existencia de una fase τ , que no se puede detectar en resultados de XRD. Dado que la magnetización de saturación es muy baja, se puede decir que, en ambos casos, las muestras resultantes del proceso de quenching están formadas por una mezcla heterogénea, donde trazas de la fase τ están incrustadas dentro de una matriz de fase ϵ . Teniendo en cuenta el valor de magnetización de saturación a τ -Muestra-C a 1.8T, estimamos que el porcentaje de magnetización de saturación para la fase τ contenida en la matriz de las fases ϵ de ϵ -Muestra-A y -B es aproximadamente 0,6%. Al observar la τ -Muestra-A, el ciclo de histéresis muestra un campo de magnetización y coercitividad de baja saturación en comparación con las muestras τ -Muestra-B y -C. Esto significa que la calidad de las muestras resultantes después del paso 1 juega un papel fundamental en la obtención de una fase τ con buenas propiedades magnéticas (aproximadas a

los valores teóricos¹⁰). Si nos enfocamos en la τ -Muestra-B y -C que son muestras que parten de una fase τ de alta concentración (ambas siguiendo la ruta II), podemos observar que la BH_{max} es aproximadamente la misma (con una diferencia de 0.1 kJ / m³), lo que refleja la reproducibilidad del método propuesto en este estudio. Sin embargo, τ -Sample-C muestra una mayor magnetización de saturación que τ -Sample-B. La Tabla 3 muestra los principales valores magnéticos encontrados para ϵ -fases y τ -fases de los ciclos de histéresis magnética. La diferencia entre la magnetización de saturación en ambas muestras (muestra-B y -C) podría estar relacionada con la distribución de las fases ricas en Mn y pobres en Mn discutidas anteriormente, obtenidas durante la fabricación de la fase ϵ psilon.

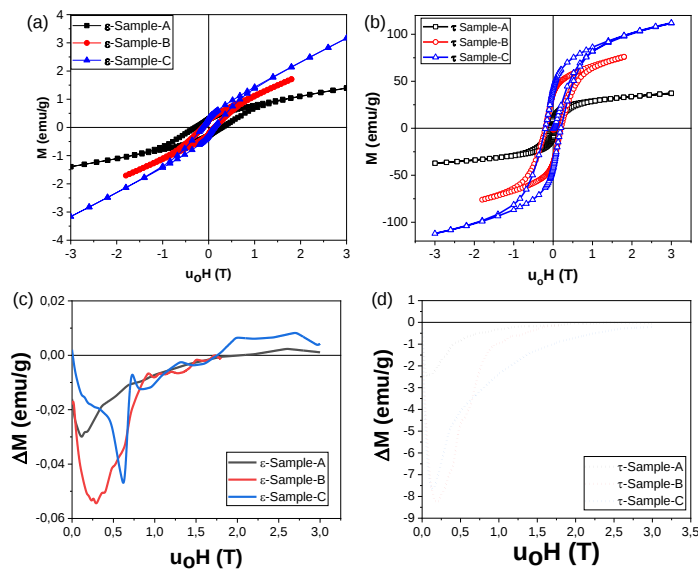


Figure 4. Hysteresis loop of the Sample-A, -B and -C (a) from ϵ -phases and (b) from τ -phases and the respectively Thamm-Hesse curves estimated on (c) ϵ -phases and estimated on (d) τ -phases.

Se conoce en las aleaciones de MnAl, los átomos de Mn ocupan las posiciones (0, 0, 0) y (1/2, 1/2, 0) mientras que los átomos de Al ocupan las posiciones (0, 1/2, 1/2). Para composiciones ricas en Mn, no todo el átomo de Mn puede caber en las posiciones (0, 0, 0) y (1/2, 1/2, 0) y el exceso de átomos de Mn se acomoda en (0, 1/2, 1/2) posiciones, que comparten con los

¹⁰ J.H. Park, Y.K. Hong, S. Bae, J.J. Lee, J. Jalli, G.S. Abo, N. Neveu, S.G. Kim, C.J. Choi, J.G. Lee, Saturation magnetization and crystalline anisotropy calculations for MnAl permanent magnet, J. Appl. Phys. 107 (2010) 09A731. <https://doi.org/10.1063/1.3337640>.

átomos de Al¹¹. Esta desviación de la ocupación ideal del sitio en las aleaciones de MnAl conduce a un acoplamiento antiferromagnético en átomos de manganeso¹².

Table 3. Summary of the magnetic parameters.

Sample	ϵ -phase				τ -phase				
	M_s (emu/g) (1.8 T)	H_c (T)	M_r (emu/g)	$\% \tau$ (79 emu/g) reference value	M_s (emu/g) (1.8 T)	H_c (T)	M_r (emu/g)	$\% \tau$ -ref	BH_{max} (kJ/m ³)
Sample-A	(1.03 $\pm$ 0.05)	(0.29 $\pm$ 0.01)	0.29	0.67	(32,81 $\pm$ 0.05)	(0.068 $\pm$ 0.008)	9.57	34.30%	-----
Sample-B	(1.71 $\pm$ 0.05)	(0.124 $\pm$ 0.005)	0.25	0.49	(76.04 $\pm$ 0.05)	(0.199 $\pm$ 0.009)	37.62	68.99%	5.79
Sample-C	(2.14 $\pm$ 0.05)	(0.13 $\pm$ 0.01)	0.30	0.75	(98.6 $\pm$ 0.05)	(0.20 $\pm$ 0.01)	42.12	100%	6.07

Según nuestros resultados, la muestra-B presenta una fracción en peso donde la fase mayoritaria es rica en Mn, mientras que la muestra-C presenta una fracción en peso donde la fase mayoritaria es pobre en Mn. Por tanto, la muestra-C al presentar una fase de mayoría pobre en Mn, disminuye la probabilidad de que Mn ocupe las posiciones de Al durante la transformación a la fase ferromagnética τ . En otras palabras, hay una magnetización de saturación más cercana a la esperada teóricamente. Además, esta distribución del manganeso puede tener en cuenta la medición de los ciclos de histéresis de las fases ϵ y τ . Las áreas que están más concentradas en Mn contienen un mayor número de pares de vecinos más cercano Mn-Mn con carácter AF, mientras que las regiones de menor contenido de Mn contienen más pares de vecinos más cercano Mn-Mn, con carácter ferromagnético [F. Jiménez-Villacorta, et al.]. Sin embargo, no podemos descartar pequeñas trazas de fase τ formados en este proceso.

¹¹ A. Chaturvedi, R. Yaqub, I. Baker, Microstructure and Magnetic Properties of Bulk Nanocrystalline MnAl, Metals (Basel). 4 (2014) 20–27. <https://doi.org/10.3390/met4010020>.

¹² W. Lu, J. Niu, T. Wang, K. Xia, Z. Xiang, Y. Song, H. Zhang, S. Yoshimura, H. Saito, Low-energy mechanically milled τ -phase MnAl alloys with high coercivity and magnetization, J. Alloys Compd. 675 (2016) 163–167. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.03.098>.

Para identificar interacciones de tipo magnético, se estimaron las curvas de Thamm-Hesse a partir de ciclos de histéresis. En el caso de las fases ϵ como se ve en la Figura 4 (c), podemos identificar dos regiones con contribuciones positivas y negativas de ϵ -Muestra-A y ϵ -Muestra-C; la parte negativa, correspondiente a un mecanismo de interacción dipolar y la parte positiva, indicando un mecanismo de interacción de intercambio¹³. En el caso de las fases τ solo se encontró una contribución negativa como se puede ver en la Figura 4 (d), es decir, solo presenta una interacción de tipo dipolar como se esperaba para las fases τ por su carácter ferromagnético (FM).

La muestra C de τ -MnAlC ha sido elegida para ser observada por microscopía electrónica de transmisión (TEM), utilizando un modo que puede resolver contrastes magnéticos, como la microscopía de Lorentz (LM) como se puede ver en la Figura 5. Una exploración local de la microestructura de la aleación τ -MnAlC (Muestra-C) se realizó utilizando un microscopio electrónico de transmisión (TEM). En la figura 5 (a), presentamos una imagen TEM de ampliación intermedia en una pequeña región de la muestra. Vemos como nuestro proceso de fabricación produce una muestra policristalina formada por granos micrométricos de diferentes tamaños y formas irregulares. Solo en esta imagen podemos identificar granos de cientos de nanómetros de tamaño lateral y granos muy grandes de decenas de micrones. Dentro de algunos granos, observamos fallas de apilamiento y defectos cristalinos que probablemente se hayan creado durante la transformación ϵ - a τ -MnAlC^{14 15}. La Figura 5 (b) muestra una imagen de Lorentz tomada en una región de la muestra mediante microscopía de Lorentz, una técnica basada en TEM capaz de obtener imágenes de contrastes magnéticos de materiales ferromagnéticos.

¹³ S. Thamm, J. Hesse, A simple plot indicating interactions between single-domain particles, *J. Magn. Magn. Mater.* 154 (1996) 254–262. [https://doi.org/10.1016/0304-8853\(95\)00585-4](https://doi.org/10.1016/0304-8853(95)00585-4).

¹⁴ P.-Z. Si, H.-D. Qian, C.-J. Choi, J. Park, S. Han, H.-L. Ge, K.P. Shinde, In situ observation of phase transformation in MnAl (C) magnetic materials, *Materials (Basel)*. 10 (2017) 1016.

¹⁵ J.M.K. Wiezorek, A.K. Kulovits, C. Yanar, W.A. Soffa, Grain boundary mediated displacive--diffusional formation of τ -phase MnAl, *Metall. Mater. Trans. A*. 42 (2011) 594–604.

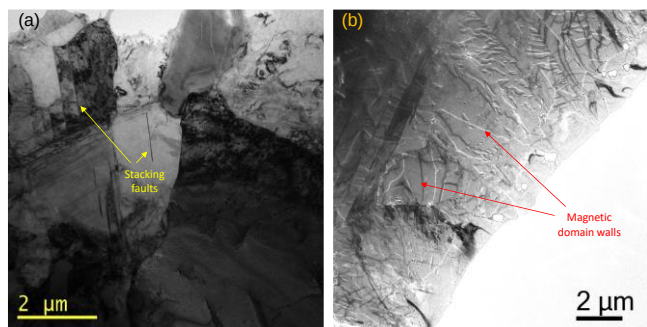


Figure 5. TEM characterization for the Sample-C (a) TEM image at intermediate magnification and (b) magnetic image by Lorentz microscopy.

En esta imagen, los contrastes brillantes y oscuros son producidos por las paredes de los dominios magnéticos que se forman en el interior de los granos. Como vemos en esta imagen, las paredes de dominio se forman dentro de todos los granos, por lo que pudimos ver que la mayoría de los granos (si no todos) corresponden al τ -MnAlC. Se tomaron más imágenes de Lorentz en otras regiones de la muestra y todos los granos mostraron contraste magnético, lo que significa que, hasta ahora, no pudimos detectar la presencia de granos de tamaño micro o nano del ϵ -MnAlC.

Conclusiones

Presentamos una ruta de fabricación simple que permite obtener un imán de τ -MnAlC en bulk mejorado magnéticamente. En el proceso de fabricación, se lleva a cabo un método de fusión por arco eléctrico para fundir lingotes de aleaciones de MnAlC. Un tratamiento térmico de dos pasos a 1200 ° C (durante 4 h) seguido de 1100 ° C (48 h) nos permitió obtener una aleación de ϵ -MnAlC de concentración notablemente alta después de realizar el proceso de enfriamiento en agua a temperatura ambiente. Establecemos mediante un estudio XRD que el proceso de recocido óptimo para producir la fase τ -MnAlC requiere realizar un proceso de recocido a 550 ° C durante 30 min.

Los ciclos de histéresis a temperatura ambiente mostraron que nuestra aleación de τ -MnAlC en

bloque presenta valores de magnetización de saturación ($112,00 \pm 0,02$) emu/g a 1,8 T, magnetización remanente (41,83 emu / g) y campo coercitivo de (0,2) T , que son superiores a los reportados en trabajos anteriores utilizando una ruta de preparación similar.

Las evidencias experimentales demuestran que el tratamiento térmico de dos pasos para homogeneizar el ϵ -MnAlC juega un papel importante en la supresión de fases indeseables que deterioran las propiedades de imán permanente del τ -MnAlC.

Exploración local de la microestructura de la aleación τ -MnAlC (Muestra-C) pudimos concluir que nuestro proceso de fabricación produce una muestra policristalina formada por granos micrométricos de diferentes tamaños y formas irregulares eran granos de cientos de nanómetros de tamaño lateral y granos muy grandes de se identificaron decenas de micrones. Dentro de algunos granos, se observaron fallas de apilamiento y defectos de cristales que se han creado probablemente durante la transformación ϵ - a τ -MnAlC.

2.5.2 Producción de Películas delgadas

Los sustratos utilizados han sido silicio (Si) orientado en la dirección (001) con dimensiones cuadradas de 1.0 cm x 1.0 cm. Previo a la deposición de las películas, la superficie de los sustratos se limpia con un baño de ultrasonido en alcohol isopropílico con un equipo Rio Grande (modelo UD50SH-2L) por 15 minutos para así remover residuos como impurezas y grasa.

Los recubrimientos han sido depositados con la técnica de evaporación termoresistiva. Todas las muestras de MnAl-C han sido crecidas en el evaporador termoresistivo del Laboratorio de física Moderna de la Universidad del Valle. Todas las muestras han sido crecidas sobre sustratos de Si(001), el material empleado para la evaporación han sido los materiales precursores preparados para la fase τ de la muestra de Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7}, la muestra τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7} en as-cast.

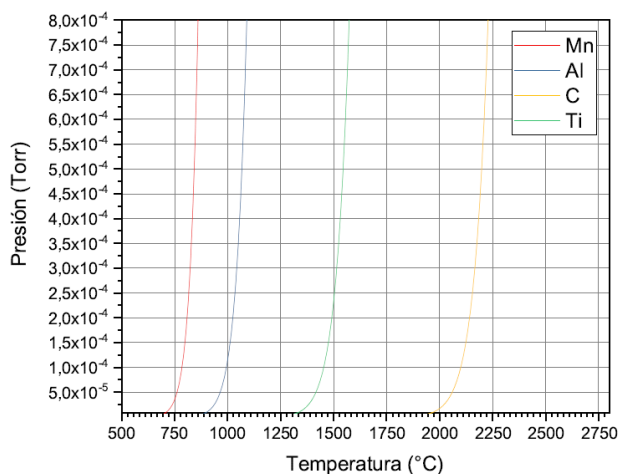


Figura 2.11: Curvas de sublimación para los materiales Mn, Al y C en función de la presión. Tomado de C. B. Alcock et al.

Dado que la presión de vapor de muchas sustancias son poco conocidas, se calcularon las curvas de sublimación con los datos obtenidos por el simulador del Institut für Allgemeine Physik, Technische Universität Wien, como se puede ver en la Figura 2-11, los datos han sido

obtenidos de C. B. Alcock et al.¹⁶ y D. Lide¹⁷. La densidad de gas en átomos o moléculas por volumen, se ha supuesto para un gas monoatómico a menos que la sustancia se administre como molécula. Se ha buscado minimizar la dificultad que conlleva la sublimación de materiales con temperaturas de transición lo suficientemente amplias; esperar errores de hasta un 10% del valor de la presión de vapor y de hasta aproximadamente 10% de la temperatura, en especial a altas temperaturas. Se toma en consideración principalmente el Mn y el Al por la gran cantidad de material de estos presentes en la aleación, se considerará el C es arrastrado por efecto mecánico al quedar atrapados en el baño de fusión de la aleación de MnAl. Se ha estimado por medio de la calculadora del Institut für Allgemeine Physik que la temperatura empleada en el proceso es de aproximadamente de 1050 K, esta temperatura es ideal para darse la transición a la fase magnética evitando que un exceso de temperatura descomponga el material en sus fases alternas más estables.

Deposición de las películas delgadas de MnAl-C

Las condiciones de deposición utilizadas para el crecimiento de las películas delgadas de MnAl-C en el evaporador termoresistivo ubicado en el laboratorio de física moderna de la Universidad del Valle, las muestras utilizadas han sido previamente limpiadas y ubicadas en el portamuestras, colocando un conjunto de nueve muestras por cada deposición realizada. Los parámetros se estandarizaron para obtener películas lo más uniformes posibles, para ello se contó con una altura de la fuente de evaporación al portamuestras de 20 cm, la densidad de corriente no debe superar los 105 A, el tiempo de deposición es de aproximadamente 20 s, la cantidad de masa utilizada para cada deposición ha sido de 20 mg para las muestras de MnAl-C, el nivel de vacío usado se estableció en 43 mPa para evitar impurezas en el reactor y tener una atmósfera controlada, ya que esto es muy importante en este proceso de deposición. Luego de la deposición de los recubrimientos se esperaba como mínimo 24 horas antes de bajar los sustratos recubiertos, dentro de la etapa de deposición se varió la temperatura de sustrato a 438 K y 473 K, y un lote de control sin temperatura de sustrato denominado "Ta".

¹⁶ C. B. Alcock, V. P. Itkin, and M. K. Horrigan, "Vapour pressure equations for the metallic elements: 298-2500k" Canadian Metallurgical Quarterly, vol. 23, no. 3, pp. 309-313, jul 1984. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1179%2Fcmq.1984.23.3.309>.

¹⁷ D. Lide, CRC Handbook of Chemistry and Physics: A Ready-reference Book of Chemical and Physical Data, ser. CRC handbook series "Chemical Rubber Co. CRC Press. [En línea]. Disponible: <https://books.google.com.co/books?id=h4MSzQEACAAJ>

Tratamientos térmicos de las películas delgadas

Luego del crecimiento de las películas por medio de evaporación termoresistiva, las muestras de MnAl-C son post recocidas. Primero, son introducidas en un tubo de cuarzo en atmósfera de Ar para evitar la oxidación y son introducidas cuando el horno ha llegado a la temperatura deseada, las muestras han sido tratadas a tres temperaturas: 673 K, 723 K, 773 K. Las muestras permanecen por 30 minutos a la temperatura indicada para luego ser inactivadas en agua, y se deja una muestra de control a la cual no se le aplica el tratamiento denominada "STT". Las muestras han sido inspeccionadas usando el microscopio electrónico de barrido (JeolJSM6490LV) con una sonda para microanálisis químico (INCAPenta FETx3) de la escuela de Ingeniería de Materiales de la Universidad del Valle. Esto permitió tener un control en el crecimiento de las películas, basados en la inspección superficial de las películas antes de estandarizar el proceso y luego de estandarizar el proceso hasta conseguir superficies lo más uniformes posibles.

Métodos de caracterización

Difracción de rayos X (DRX)

El análisis por difracción de Rayos X se realizó en un difractómetro X'Pert PRO MRD de PANalytical ubicado en el departamento de física de la Universidad del Valle. Las muestras en bloque de MnAl-C para las dos composiciones se midieron con un tamaño por paso de 0.0197° y un tiempo por paso de 141.740 s usando una configuración de Bragg Brentano, la fuente utilizada era de Cu con una longitud de onda de $1.5406 \text{ \AA}$.

Se utilizó la técnica de incidencia rasante para permitir la difracción de los planos atómicos perpendiculares a la superficie de la muestra. La fuente de rayos X que se usó fue de Cu cuya longitud de onda (λ) es $1.5406 \text{ \AA}$, la abertura del colimador primario es de 3 mm, la abertura del colimador paralelo secundario es de 3 mm, seguido por un monocromador secundario de grafito

con un filtro de níquel. Bajo las condiciones de ángulo de incidencia rasante de entre $0.3-2^\circ$, el rango de análisis ha sido entre $20-80^\circ$ en 2θ con un paso del goniómetro de aproximadamente 0.02° y un tiempo por paso de 2 s para las muestras en película delgada de MnAl-C, el tiempo de medida de cada muestra requería un tiempo aproximado de 12 horas; con el fin de observar las fases presentes, orientaciones cristalográficas y grupo de simetría. Esto se realizó con ayuda del software Panalytical X'pert highscore Plus.

Sistema de medición de propiedades Físicas (PPMS)

Las muestras en bulk de MnAl-C han sido medidas y en película delgada se seleccionaron dos películas que han sido todas medidas en el módulo de VSM del PPMS que se observa en la Figura 2-12 a temperatura ambiente de 300 K, la tasa de variación del campo magnético ha sido de 11 Oe/s y el barrido de campo magnético se ha hecho a ~ 30000 Oe (~ 3 T), la medida se ha hecho con una muestra patrón de paladio (Pd).

Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

Se ha hecho una inspección de las muestras en bulk para la fase ϵ -Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7} y la muestra τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7} y se han seleccionado algunas películas para su inspección por microscopía electrónica de transmisión usando el TEM de la Figura 2.13.

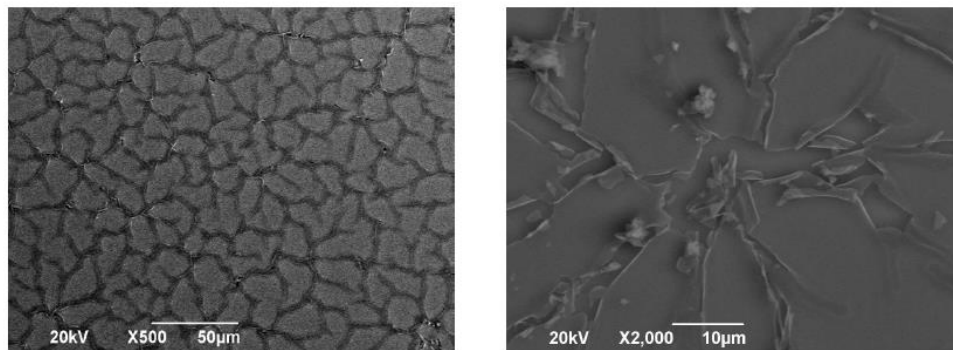
Resultados y análisis

En el estudio del crecimiento de las películas delgadas por evaporación termoresistiva se seleccionaron las muestras precursoras en bulk de ϵ -Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7} y τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7}, las películas han sido crecidas en sustratos orientados de Si(001). En el crecimiento de los recubrimientos primero se debió establecer los parámetros adecuados para obtener las películas con mayor uniformidad posible, para ello se hizo un barrido en la densidad de corriente, la presión de vacío, la altura del sustrato, no solamente para mejorar las características del recubrimiento, si no, también para poder obtener en el crecimiento de las

películas la fase magnética τ haciendo de esto un proceso dispendioso y laborioso.

Análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM)

Las primeras películas crecidas con velocidades de evaporación muy rápidas con densidades de corriente superiores a 260 A se presentó una microestructura en forma de islas como es mostrado en la Figura 2.14



(a) Muestra de MnAl-C a x500 aumentos.

(b) Muestra de MnAl-C a x2000 aumentos.

Figura 2.14: Muestras preliminares de MnAl-C inspeccionadas por microscopía electrónica de barrido (SEM).

Este tipo de superficies no es adecuada debido a las discontinuidades presentes en el recubrimiento y como se ve a x2000 las discontinuidades interactúan localmente, lo que podrá provocar un deterioro en las propiedades magnéticas de la película delgada.

Luego de realizar la optimización del proceso de crecimiento estableciendo una densidad de corriente de 105 A, una distancia de la fuente de evaporación al portamuestras de 20 cm, una masa de 20 mg y una presión de evaporación de 43 mPa, en la inspección superficial mostrada en la Figura 2.15 de la película obtenida por medio de evaporación termoresistiva luego de estandarizar los parámetros de crecimiento se observó a x500 aumentos una nucleación de la película de forma uniforme y a x100000 aumentos se pudo apreciar un crecimiento granular de las películas con un tamaño de grano inferior a los 32 nm.

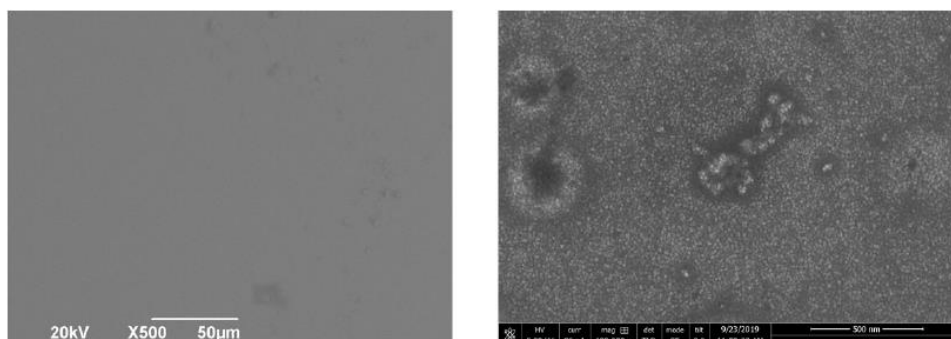


Figura 2.15: Películas delgadas de MnAl-C inspeccionadas por microscopía electrónica de barrido (SEM) a x500 aumentos y a x100000 aumentos

Análisis de difracción de rayos X (DRX)

Las películas delgadas han sido crecidas variando la temperatura de sustrato T_s y se trataron térmicamente posteriormente en una atmósfera protectora de Ar, una de las muestras se dejó sin tratamiento térmico (STT) y se le realizó DRX. Las muestras sometidas a tratamiento térmico han sido tratadas con tres temperaturas diferentes (400°C, 450°C y 500°C) por cada temperatura de sustrato (165°C, 200°C y “Ta”) durante 30 minutos cada una. Finalizado el tiempo de tratamiento, cada muestra fue enfriada rápidamente en agua a temperatura ambiente con el propósito de retener la fase formada durante el tratamiento térmico enunciado. La obtención de las fases resultantes del tratamiento térmico de cada película fue realizada mediante DRX.

a-Análisis de difracción de rayos X para las películas delgadas de la muestra precursora ϵ -Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7} sin tratamiento térmico posterior.

En la Figura 2.16 se presenta los patrones de difracción de las películas crecidas a partir del precursor ϵ -Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7}, y se analiza el efecto de la temperatura de sustrato para las películas sin tratamiento térmico (STT). En el crecimiento de las películas no se evidencia la presencia de la fase Al₆Mn, lo que conduce a pensar que la temperatura que se le imprime al proceso de evaporación termoresistiva es suficiente para que haya un reordenamiento en la

estructura y pueda disolver la segregación de fases presente en la muestra precursora, el plano de crecimiento preferencial se da sobre la fase τ (011) y el cambio en la temperatura del sustrato no afecta este comportamiento. A medida que aumenta la temperatura de sustrato la orientación del plano (111) de la fase τ incrementa levemente, para la temperatura de sustrato de 200°C se presenta la aparición de la fase estable β no magnética en el plano (310) y (012). La formación de pequeñas cantidades de fase β pueden llegar a ser beneficiosas para generar puntos de fijación de las paredes dominio magnético y aumentar la coercitividad, sacrificando un poco de magnetización.

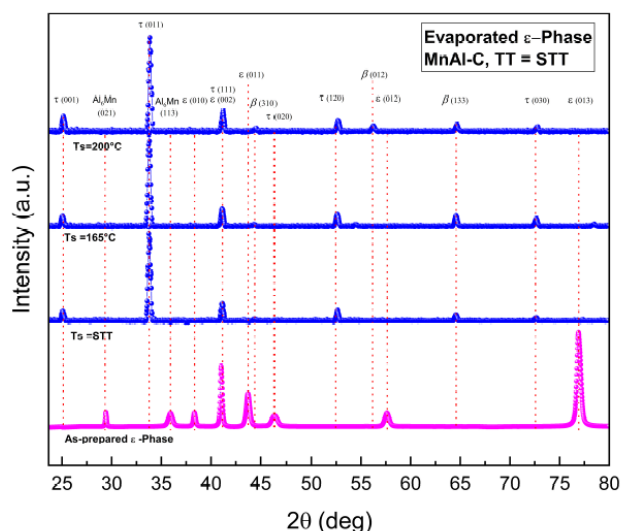


Figura 2.16: Comparación de los patrones de difracción de rayos X de las películas delgadas de MnAl-C depositadas variando la temperatura de sustrato y sin tratamiento térmico para las muestras fabricadas por el precursor Mn54.3Al44C1.7. Se incluye el difractograma de la fase precursora ϵ .

b- Análisis de difracción de rayos X para las películas delgadas de la muestra precursora τ -Mn53.3Al45C1.7 sin tratamiento térmico posterior.

En la Figura 2.17 se presentan los patrones de difracción de las películas crecidas a partir del precursor τ -Mn53.3Al45C1.7, y se analiza el efecto de la temperatura de sustrato para las películas sin tratamiento térmico (STT). En el crecimiento de las películas el plano de crecimiento preferencial se da sobre la fase τ (011) que son las direcciones de crecimiento difíciles de la estructura tetragonal. La coincidencia entre los planos de difracción a partir del

precursor sólo se conserva en el plano más fácil el (111) y en el plano (001). El cambio en la temperatura del sustrato afecta el crecimiento preferencial y a medida que aumenta la temperatura de sustrato la intensidad de la familia de planos (120) decrece y aumenta la preferencia por las familias de planos (011), (111) y (001). La muestra con una mayor orientación sobre la familia de planos (111) en la dirección del eje fácil es de la muestra a una temperatura de sustrato de 200°C, las muestras con temperaturas de sustrato superiores a 165°C comienzan a precipitar la fase no magnética β sobre el plano (310), se debe promover el crecimiento en la orientación del eje fácil para mejorar las propiedades magnéticas de las muestras.

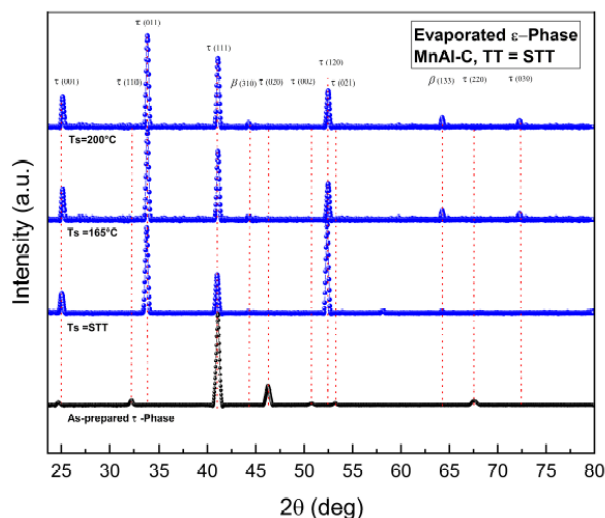


Figura 2.17: Comparación de los difractogramas de rayos X de las películas delgadas de MnAl-C variando la temperatura de sustrato y sin tratamiento térmico para las muestras fabricadas por el precursor Mn53.3Al45C1.7. Se incluye el difractograma de la fase precursora τ .

c- Análisis de difracción de rayos X para las películas delgadas de las muestras precursoras ϵ -Mn54.3Al44C1.7 y τ -Mn53.3Al45C1.7

En la Figura 2.18 se comparan las muestras de película delgada crecidas sin temperatura de sustrato y sin tratamiento térmico. Se puede ver que la muestra proveniente de la fase τ -Mn53.3Al45C1.7 tiene una dirección preferencial sobre el plano (120), mientras que la muestra proveniente de ϵ -Mn54.3Al44C1.7 tiene una dirección preferencial sobre el plano (011). Para la

muestra proveniente del precursor τ -Mn53.3Al45C1.7 se presentan planos secundarios de orientación de la fase τ (011) y (111), mientras que para la muestra proveniente de la fase ϵ -Mn54.3Al44C1.7 se presentan picos de difracción secundarios con intensidades muy pequeñas, el plano (120) es un plano más difícil de magnetizar que el plano (011). Sin embargo, los planos de dirección preferencial son planos más difíciles que el plano de fácil magnetización (111) y como se observa en la Figura 2.19 el plano (111) se orienta mejor para las muestras provenientes de la τ -Mn53.3Al45C1.7, pero pueden verse apantallados por la orientación sobre el plano (120).

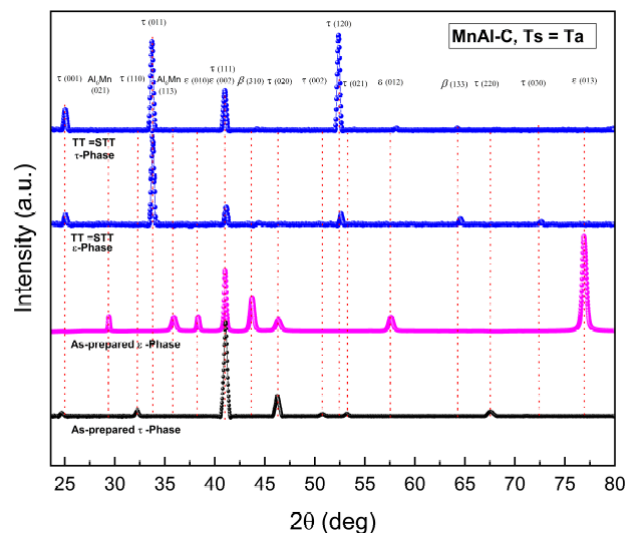


Figura 2.19. Comparación de los difractogramas de rayos X de las muestras de película delgada de MnAl-C sin temperatura de sustrato y sin tratamiento térmico. Se incluye el difractograma de las muestras ϵ y τ precursoras.

d- Análisis de difracción de rayos X para las películas delgadas de la muestra precursora ϵ -Mn54;3Al44C1;7 con temperatura de sustrato Ta

En la Figura 2.20 se presenta el efecto de la variación de la temperatura de tratamiento térmico de recocido de las películas delgadas con una temperatura de sustrato "Ta", la temperatura provoca una disminución en la intensidad de los picos en las familias de planos de la fase τ (001), (120). A partir de la temperatura de sustrato de 450°C los picos de la fase τ desaparecen en los planos (310) y (133), y, además, presenta una desaparición de los planos (012), (220), (030), (031) y la temperatura ha producido que la orientación preferencial sobre la

familia de planos (011) aumente.

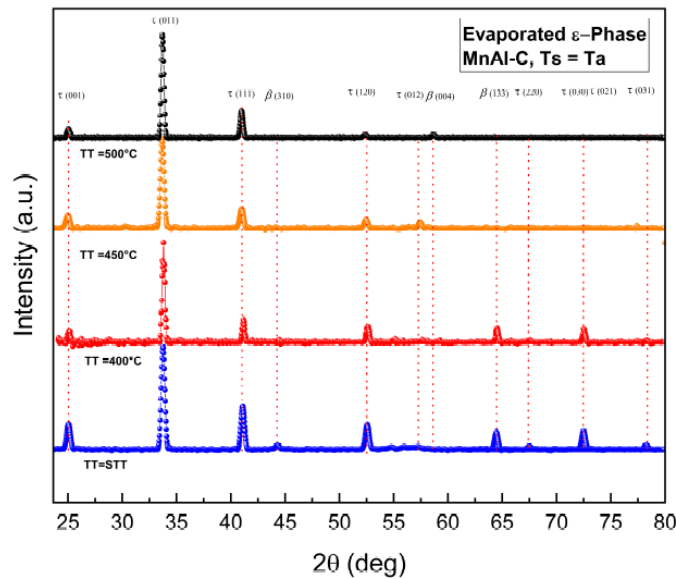


Figura 2.20: Comparación de los difractogramas de rayos X de las muestras de película delgada de ϵ -Mn₅₄Al₄₄C_{1.7} con temperatura de sustrato Ta. Las películas fueron recocidas a temperaturas de 400, 450 y 500°C. Se mantuvo una muestra de control sin tratamiento térmico (STT).

e- Análisis de difracción de rayos X para las películas delgadas de la muestra precursora ϵ -Mn₅₄Al₄₄C_{1.7} con temperatura de sustrato 165°C

El efecto de la temperatura de tratamiento térmico en las muestras con temperatura de sustrato de 165°C se observa en la Figura 2.21, la influencia de la temperatura es notoria para la temperatura de tratamiento térmico a 400°C en donde se observa un aumento en el contenido de la fase τ con un aumento en la intensidad para la familia de planos (012) de la fase τ y en menor proporción se presentan planos secundarios nuevos en (220) y (031), a una temperatura de tratamiento térmico de 450°C el contenido de fase τ se reduce y a temperaturas por encima de 500°C comienza a presentarse la fase τ sobre la familia de planos (012), favoreciendo las propiedades de la muestra tratada térmicamente a 400°C.

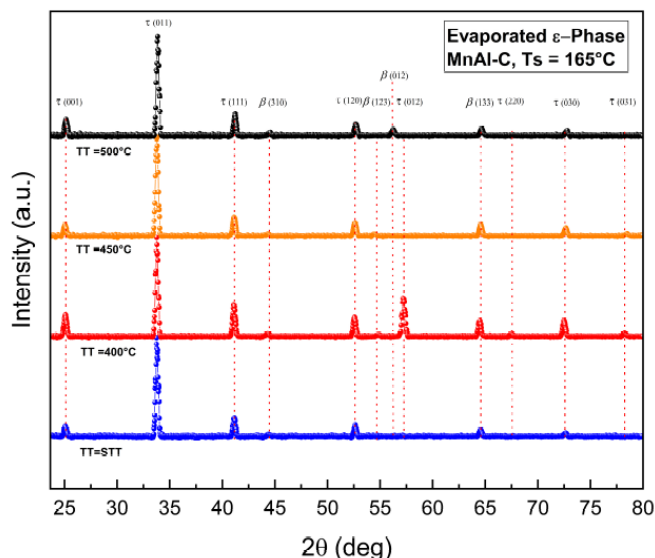


Figura 2.22. Comparación de los difractogramas de difracción de rayos X de las muestras de película delgada de ϵ -Mn₅₄.3Al₄₄C_{1.7} con temperatura de sustrato 165°C. Las películas fueron recocidas a temperaturas de 400, 450 y 500°C. Se mantuvo una muestra de control sin tratamiento térmico (STT).

f- Análisis de difracción de rayos X para las películas delgadas de la muestra precursora τ -Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7} con temperatura de sustrato 200°C

En la Figura 2.23 se presentan los resultados de difracción de rayos X para las películas delgadas de la muestra precursora τ -Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7} con temperatura de sustrato 200°C y se observa la influencia de la temperatura de recocido sobre las películas delgadas. Se observa que la película tratada térmicamente a 400°C presenta una orientación preferencial en la dirección (011) y una presencia de sólo fase τ , a temperaturas mayores de 400°C aparecen picos de la fase τ sobre la familia de planos (310).

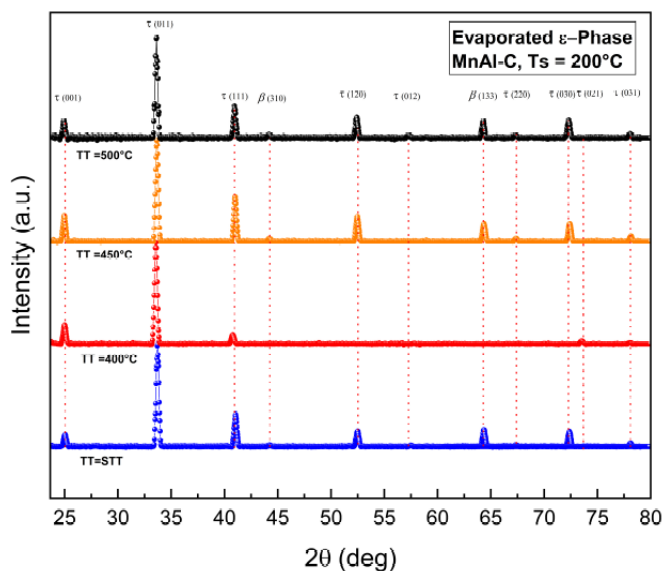


Figura 2.23. Comparación de los difractogramas de rayos X de las muestras de película delgada de ϵ -Mn_{54.3}Al₄₄C_{1.7} con temperatura de sustrato 200°C. Las películas fueron recocidas a temperaturas de 400, 450 y 500°C. Se mantuvo una muestra de control sin tratamiento térmico (STT).

g- Análisis de difracción de rayos X para las películas delgadas de la muestra precursora τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7} con temperatura de sustrato T_a

En la Figura 2.24 se presentan los resultados de difracción de rayos X para las películas crecidas a partir del precursor τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7} con una temperatura de sustrato " T_a " se evalúa el efecto de la temperatura de tratamiento de recocido. En las muestras sin tratamiento térmico presentan una orientación sobre la familia de planos (012) y como plano secundario el (011) de la fase τ . Para las películas tratadas térmicamente a temperaturas por encima de 400°C se pierde la orientación de la muestra sobre la familia de planos (012) y se preserva la orientación preferencial sobre el plano de la fase τ (011), a temperaturas por encima de 450°C aparecen picos de la fase τ en la familia de planos (310), (123) y (004).

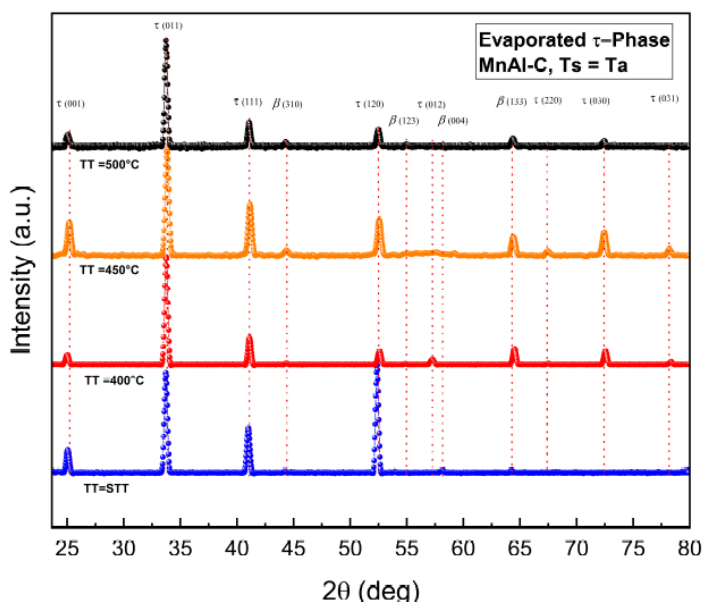


Figura 2.24: Comparación de los difractogramas de rayos X de las muestras de película delgada de τ -Mn53.3Al45C1.7 con temperatura de sustrato Ta. Las películas fueron recocidas a temperaturas de 400, 450 y 500°C. Se mantuvo una muestra de control sin tratamiento térmico (STT).

h- Análisis de difracción de rayos X para las películas delgadas de la muestra precursora τ -Mn53;3Al45C1;7 con temperatura de sustrato 165°C.

En la Figura 2.25 se presentan los resultados de difracción de rayos X para las películas crecidas a partir del precursor τ -Mn53.3Al45C1.7 con una temperatura de sustrato de 165°C, las muestras crecidas a una temperatura de sustrato de 165°C sin tratamiento térmico presentan una orientación principal para la fase τ en la familia de planos (011) y una orientación secundaria sobre la familia de planos (111) con mayor presencia sobre el eje fácil que en las muestras crecidas para la muestra precursora τ -Mn54.3Al44C1.7 con unos pequeñas trazas de la fase τ esta muestra presenta excelentes características cristalinas, la muestra tratada térmicamente a 400°C donde se presenta sólo picos para la fase τ con una orientación preferencial sobre la familia de planos (011). En la muestra tratada térmicamente a 450°C hay un cambio en la orientación preferencial sobre la familia de planos (120) con un familia de planos secundaria (011) y una baja presencia de la fase τ , la muestra trata térmicamente a

500°C se presenta una precipitación de la familia de planos de τ en los planos (310), (123) y (123), a temperaturas superiores a 500°C la muestra comienza a descomponerse en su fase estable β -Mn.

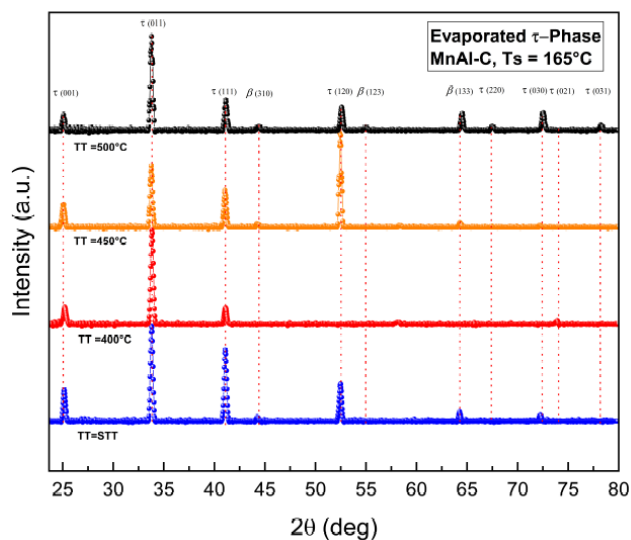


Figura 2.25: Comparación de los difractogramas de rayos X de las muestras de película delgada de τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7} con temperatura de sustrato 165°C. Las películas fueron recocidas a temperaturas de 400, 450 y 500°C. Se mantuvo una muestra de control sin tratamiento térmico (STT)

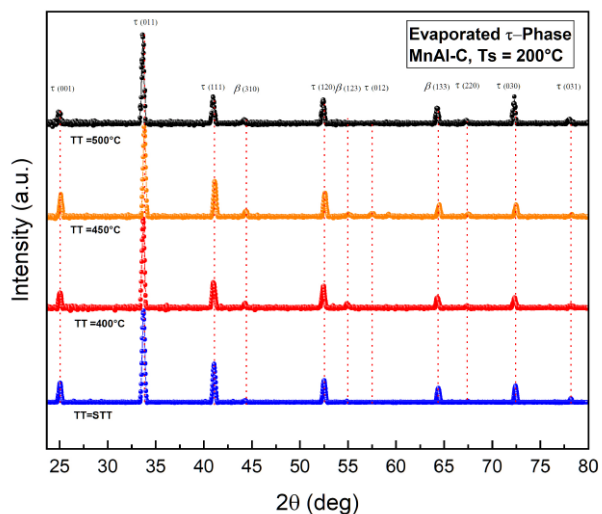


Figura 2.26: Comparación de los difractogramas de rayos X de las muestras de película delgada de τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7} con temperatura de sustrato 200°C. Las películas fueron recocidas a temperaturas de 400, 450 y 500°C. Se mantuvo una muestra de control sin tratamiento térmico (STT).

i- Análisis de difracción de rayos X para las películas delgadas de la muestra precursora τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7} con temperatura de sustrato 200°C.

En la Figura 2.27 se presenta los resultados por difracción de rayos X para las películas crecidas a partir del precursor τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7} con una temperatura de sustrato de 200°C. Las muestras crecidas a una temperatura de sustrato de 200°C y la aplicación del tratamiento térmico entre 400°C y 500°C en general presentan una orientación sobre la familia de planos de la fase τ (011).

Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

En la Figura 2.27 se presenta la imagen por microscopía electrónica de transmisión para una muestra de MnAl-C en forma de película delgada. Las muestras fueron crecidas siguiendo las condiciones de producción estandarizadas con una densidad de corriente de 105 A, una altura de 20 cm desde la fuente de evaporación al porta muestras y una masa de 20 mg sobre sustratos de Si(001).

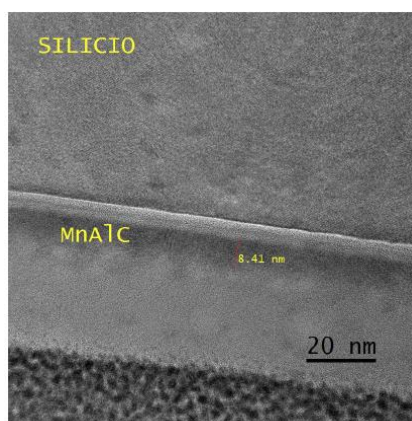


Figura 2.27. Microscopía electrónica de transmisión para la película evaporada de MnAl-C.

En la imagen TEM tomada en la sección transversal se ven los granos y su espesor promedio se estimó alrededor de 9 nm, los bajos espesores se han usado para promover el crecimiento de la fase τ . En el momento de la escritura, todos los medios de almacenamiento de datos de

películas delgadas se basan en sistemas granulares¹⁸

Análisis de la medidas magnéticas de VSM

En la Figura 2.28 se presentan las medidas magnéticas para la muestra evaporada desde la muestra precursora τ -Mn54.3Al44C1.7 con temperatura de sustrato de 438 K y temperatura de tratamiento térmico de 673 K y la muestra evaporada desde el precursor τ -Mn53.3Al45C1.7 a temperatura ambiente.

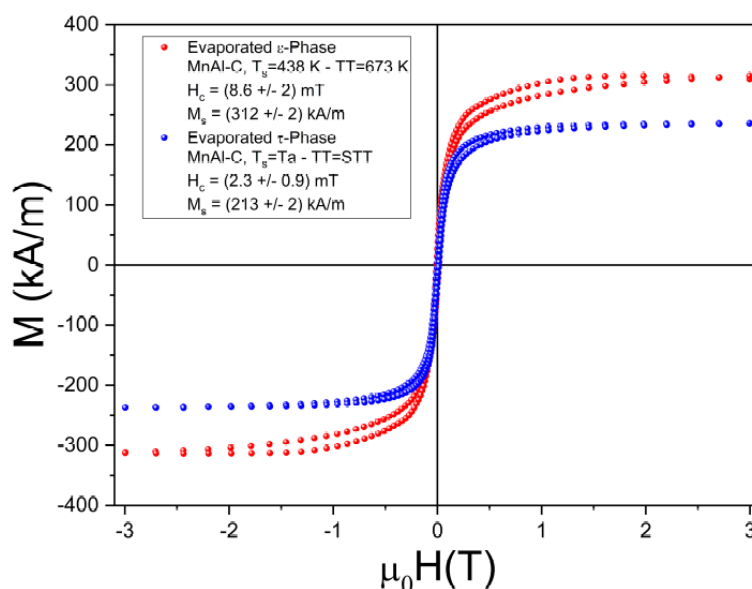


Figura 2.28. Medidas magnéticas de las películas delgadas seleccionadas de MnAlC preparadas por evaporación termoresistiva.

La muestra de partida del precursor ϵ -Mn54.3Al44C1.7 presenta una mayor magnetización de saturación con un valor de 312 kA/m y una coercitividad de 8.6 mT, la coercitividad presente en el material se clasifica como un material magnético semiduro. La muestra presenta un aumento en la magnetización de saturación comparado con la muestra precursora y esto es debido a la formación de la fase τ en una gran proporción y la orientación en el plano semiduro (011) puede

¹⁸ T. Thomson, "Magnetic properties of metallic thin films" in *Metallic Films for Electronic, Optical and Magnetic Applications*. Elsevier, 2014, pp. 454{546. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1533 %2F9780857096296.2.454>

estar provocando una disminución en la coercitividad del material. En la muestra evaporada desde el precursor τ -Mn_{53.3}Al₄₅C_{1.7} presenta una magnetización de saturación de 213 kA/m, se presenta una reducción a casi la mitad de la muestra en bulk que presenta una magnetización de saturación de 463 kA/m, se conserva un poco mejor la magnetización de saturación que la reportada en otros estudios en donde se reportan pérdidas de hasta una cuarta parte de la magnetización¹⁹.

Las muestras tienden a presentar un comportamiento magnético semiduro en las películas delgadas, esto puede ser atribuido al crecimiento granular como se observa por TEM

Conclusiones

La técnica de evaporación térmica ha demostrado ser un ruta simple y económica para fabricar películas delgadas de τ -MnAlC policristalino con una alta concentración ya sea a partir de una τ -homogénea MnAlC o de una mezcla de fases ϵ -MnAlC / τ -MnAlC / Al₆Mn heterogéneo donde ambos precursores tienen el mismo porcentaje atómico de los elementos metálicos de la aleación. En las películas delgadas se ha visto una influencia directa de las condiciones de deposición para la obtención de la fase τ , es por ello que la temperatura de sustrato ha presentado una mayor influencia en la mejora de las características para la obtención de la fase τ que las muestras que han sido recocidas. En la mayoría de casos tiende a deteriorar la fase magnética τ y descomponerla en sus fases más estables; la influencia de la temperatura de sustrato induce un crecimiento preferencial sobre la fase τ y la película de la fase τ a 165°C induce un crecimiento preferencial sobre la familia de planos (111) que representa el eje fácil.

Desde el punto de vista de la estructura cristalina, las mejores películas se obtuvieron realizando una evaporación sobre un sustrato a RT, por lo que no se necesita energía adicional para consolidar la fase y, en consecuencia, se encuentra una importante reducción el costo de fabricación. Un análisis microscópico y magnético en uno de las películas optimizadas nos permite identificar que la película tiene morfología de nanogranos debido a una deposición tipo

¹⁹ A. Morisako, M. Matsumoto, and M. Naoe, "Synthesis of ferromagnetic τ phase of Mn-Al films by sputtering," Journal of Applied Physics, vol. 61, no. 8, pp. 4281-4283, apr 1987. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.1063/1.338445>
F-04-MP-06-02-02
V-02-2013



isla y presentan una comportamiento de tipo superamagnético atribuido al tamaño demasiado pequeño de los granos (~ 10 nm). Los últimos hallazgos permiten incrementar el potencial usos de este sistema para el desarrollo de actuadores magnéticos y sensores.

3. Productos: Tabla No. 1. Cantidad y tipo de productos pactados en el Acta de Trabajo y Compromiso y productos finalmente presentados

TIPO DE PRODUCTOS	No. de PRODUCTOS PACTADOS		No. de PRODUCTOS PRESENTADOS	
Productos de nuevos conocimientos				
Artículos en revistas que se encuentren, mínimo en Q2: 1 aceptado para publicación y 1 aceptado para evaluación	2		4	
o Libro de investigación entregado para evaluación	1		0	
Formación de recursos humanos	No. de estudiantes vinculados	No. de tesis	No. De estudiantes Vinculados	No. De tesis
Estudiantes de pregrado	0	0	1	1
Semillero de Investigación	0		0	0
Estudiantes de maestría o doctorado	1	0	1	1
Productos de divulgación				
Presentación de ponencia en un evento académico con memoria	No. de ponencias nacionales	No. de ponencias internación.	No. de ponencias nacionales	No. de ponencias internación.
	1	0	1	3
Propuesta investigación				
Propuestas para ser presentadas a convocatorias externas.	0		1	

Tabla No. 2. Detalle de productos.

Producto #1

Tipo de producto:	Artículos en revistas (publicado)
Nombre General:	Materials Letters 293 (2021) 129657. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129657
Nombre Particular:	Magnetic τ -MnAlC thin film fabrication by high-vacuum thermal evaporation
Ciudad y fechas:	Article history: Received 15 December 2020 Received in revised form 25 February 2021 Accepted 5 March 2021. Available online 17 March 2021
Participantes:	J.D. Gamez, H. Martínez-Sánchez, J.L. Valenzuela, L. Marín, L.A. Rodríguez, E. Snoeck, L.E. Zamora, G.A. Pérez Alcázar, J.A. Tabares
Sitio de información:	https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129657
Formas organizativas:	Departamento de Física, Universidad del Valle, A.A. 25360 Cali, Colombia Centro de Excelencia en Nuevos Materiales, Universidad del Valle, A.A. 25360 Cali, Colombia CEMES-CNRS, 29 rue Jeanne Marvig, B.P. 94347, F-31055 Toulouse Cedex, France.

Producto #2

Tipo de producto:	Artículos en revistas (publicado)
Nombre General:	Journal of Superconductivity and Novel Magnetism https://doi.org/10.1007/s10948-018-4661-4
Nombre Particular:	Exchange Coupling in MnAlC/ α -Fe Nanocomposite Magnets
Ciudad y fechas:	https://doi.org/10.1007/s10948-018-4661-4
Participantes:	J.S. Trujillo Hernandez, F. Maccari, L.G. Marshall, J.A. Tabares, G.A. Pérez Alcázar, <i>J. Supercond. Nov. Magn.</i> 31 (2018) 3941.
Sitio de información:	https://doi.org/10.1007/s10948-018-4661-4



Formas organizativas:	Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase. Departamento de Física, Universidad del Valle, Meléndez, A.A. 25360, Cali.
-----------------------	--

Producto #3

Tipo de producto:	Artículo en revista (publicado)
Nombre General:	Journal of Magnetism and Magnetic Materials 473 (2019) 221–227 https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.10.069
Nombre Particular:	Evidence of exchange coupling in τ -MnAlC/FeCo system
Ciudad y fechas:	Received 13 June 2018; Received in revised form 14 October 2018; Accepted 15 October 2018 Available online 16 October 2018 0304-8853/ © 2018 Elsevier B.V. All rights reserved.
Participantes:	H. Martinez Sanchez, L.E. Zamora Alfonso, J.S. Trujillo Hernandez, G.A. Perez Alcazar.
Sitio de información:	https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.10.069
Formas organizativas:	Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase. Departamento de Física, Universidad del Valle, Meléndez, A.A. 25360, Cali.

Producto #4

Tipo de producto:	Artículos en revistas (a someter)
Nombre General:	Journal Physics of Condensed Matter.
Nombre Particular:	Optimized route for the fabrication of MnAlC permanent magnets by arc melting.
Ciudad y fechas:	XXXXXXX
Participantes:	J.D. Gamez, H. Martínez-Sánchez, J.L. Valenzuela, L. Marín, L.A. Rodríguez, E. Snoeck, L.E. Zamora, G.A. Pérez Alcázar, J.A. Tabares
Sitio de información:	Artículo en etapa de revisión del borrador. Se adjunta borrador en el formato de la revista.
Formas organizativas:	Departamento de Física, Universidad del Valle, A.A. 25360 Cali, Colombia Centro de Excelencia en Nuevos Materiales, Universidad del Valle, A.A. 25360 Cali, Colombia CEMES-CNRS, 29 rue Jeanne Marvig, B.P. 94347, F-31055 Toulouse Cedex, France.

Producto #5

Tipo de producto:	Estudiante de pregrado (Trabajo de Grado)
Nombre General:	Formación de recurso Humano
Nombre Particular:	Estudio y caracterización magnética de películas delgadas de MnAl por evaporación en alto vacío.
Ciudad y fechas:	27/04/2020
Participantes:	Juan D. Alvarez Gamez,
Sitio de información:	Estudiante de Ingeniería de Materiales
Formas organizativas:	Departamento de Física, Universidad del Valle, A.A. 25360 Cali, Colombia Grupo de Metalurgia Física Y Teoría de Transiciones de Fase

Producto #6

Tipo de producto:	Ponencias
Nombre General:	Productos de divulgación
Nombre Particular:	<i>IX CONGRESO INTERNACIONAL DE MATERIALES – CIM 2017 14 al 16 de Noviembre.</i> ESTUDIO DE RECUBRIMIENTOS DE MnAlC MEDIANTE LA TÉCNICA DE EVAPORACIÓN TÉRMICA Y SU POSIBLE APLICACIÓN EN IMANES PERMANENTES
Ciudad y fechas:	Barranquilla, 14 al 16 de Noviembre 2017.
Participantes:	Juan David Álvarez Gámez, Jeferson Piamba, Carolina Ortega, Juan González, Héctor Sánchez Sthepa, German Pérez and Jesús Tabares
Sitio de información:	Abstract del evento. De adjunta.
Formas organizativas:	Departamento de Física, Universidad del Valle, A.A. 25360 Cali, Colombia Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase.

Producto #7

Tipo de producto:	Ponencias
Nombre General:	Productos de divulgación
Nombre Particular:	CMD2020GEFES (31 de ago. de 2020 – 4 de sep. de 2020)
Ciudad y fechas:	On line (Madrid España) 31 agosto-4 septiembre 2020.
Participantes:	Juan David Alvarez, Luis A Rodriguez, Lorena Marín, Jesus A Tabares.
Sitio de información:	The conference combines the biennial meeting of the Condensed Matter Divisions of the <u>Spanish Royal Physics Society (RSEF-GEFES)</u> and of the <u>European Physical Society (EPS-CMD)</u> . It is the 28th in the series of Condensed Matter General conferences, held in Europe since CMD1 – Antwerp 1980.
Formas organizativas:	Departamento de Física, Universidad del Valle, A.A. 25360 Cali, Colombia Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase.

Producto #8

Tipo de producto:	Ponencias
Nombre General:	Productos de divulgación
Nombre Particular:	2020 Express Conference on the Physics of Materials and its application in Energy and Environment from August 17 to 19, 2020.
Ciudad y fechas:	On line Mexico-Santiago de Chile 17-19 septiembre 2020.
Participantes:	Juan David Alvarez, Luis A Rodriguez, Lorena Marín, Jesus A Tabares.
Sitio de información:	Sitio web del evento. Se adjunta poster.
Formas organizativas:	Departamento de Física, Universidad del Valle, A.A. 25360 Cali, Colombia Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase.

Producto #9

Tipo de producto:	Ponencias
Nombre General:	Productos de divulgación
Nombre Particular:	II Congreso Internacional de la Sociedad Dominicana de Física (CI-SoDOFi 2021) "Películas delgadas superparamagnéticas de τ -MnAlC crecidas por evaporación térmica en alto vacío". Ponencia oral.
Ciudad y fechas:	(On Line) Santo Domingo 18-22 de enero 2021.
Participantes:	Juan David Alvarez.
Sitio de información:	Se anexa resumen enviado.
Formas organizativas:	Departamento de Física, Universidad del Valle, A.A. 25360 Cali, Colombia Grupo de Metalurgia Física y Teoría de Transiciones de Fase.

4. Impactos actual o potencial

4.1 Impacto En Ciencia Y Tecnología

Se aporta a la comprensión del tipo de interacciones existentes a nivel micro estructural de los materiales producidos. Dichos resultados se han divulgado en diferentes encuentros científicos. Igualmente, han sido difundidos entre los estudiantes de nuestro grupo de investigación a través de los seminarios. Se ha establecido un método de producción de materiales magnéticos de MnAlC siguiendo una ruta verificada por el grupo de investigación que aporta al desarrollo de la tecnología de los imanes permanentes. Igualmente, de forma completamente inédita se han producido películas delgadas magnéticas por evaporación en alto vacío de las aleaciones épsilon y tau de MnAlC, estableciendo las características policristalinas de las películas y el carácter nanoestructurado del material formado como película.

4.2 Impacto En Ciencia Y Tecnología A Corto Plazo: Social

De una u otra forma, las actividades desarrolladas dentro del proyecto ha contribuido a la formación de estudiantes de pregrado, maestría y doctorado en las propiedades del sistema MnAlC. Se ha contribuido a la formación de estudiante de doctorado Jeferson Piamba (se anexa acta de grado), y al estudiante de pregrado Juan David Alvarez (se anexa copia del trabajo de grado realizado) y se ha profundizado en los conocimientos de materiales tipo imanes permanentes nanoestructurados a base de MnAlC, capacitando talento humano en un región importante en la actualidad para la participación en proyectos de energías renovables donde los materiales magnéticos competitivos contribuyen de forma decisiva.

4.3 Impacto En Ciencia Y Tecnología A Mediano Plazo: Competitividad

Se ha incorporado a la formación doctoral un estudiante. Se espera sistematizar la producción de películas delgadas de imanes permanentes nanoestructurados y verificar sus características de acuerdo al espesor de la película variando la masa evaporada así como la producción de películas autosoportadas como medio de obtención de material magnético nanoestructurado.

Una vez hechas estas caracterizaciones se podrá patentar el producto (Competitividad). Para este propósito se ha presentado un proyecto a convocatoria de regalías, el cual fue bien calificado en un noveno lugar. Se anexa copia del proyecto presentado.

4.4 Impacto En Ciencia Y Tecnología A Largo Plazo: Productividad.

Se han formado estudiantes de pregrado y doctorado quienes se encargarán de divulgar los conocimientos adquiridos en sus lugares de trabajo y contribuirán a formar nuevos especialistas en el área. Una vez dominadas las técnicas de producción del material se puede estimular su producción a nivel industrial en empresas interesadas (Productividad). Se ha dado curso a la divulgación de la investigación en una excelente revista de gran impacto. Además, ha abierto una puerta de colaboración con grupos de otras instituciones lo que amplía el campo de acción de los grupos de nuestra facultad y universidad.

Eventos

1-. IX CONGRESO INTERNACIONAL DE MATERIALES CIM2017, realizado del 14 al 16 de Noviembre en Barranquilla, Colombia. Se anexa resumen enviado y poster presentado.

2-. CMD2020GEFES (31 de ago. de 2020 – 4 de sep. de 2020)

The conference combines the biennial meeting of the Condensed Matter Divisions of the Spanish Royal Physics Society (RSEF-GEFES) and of the European Physical Society (EPS-CMD). It is the 28th in the series of Condensed Matter General conferences, held in Europe since CMD1 –Antwerp 1980. CMD2020GEFES is an Europhysics Conference, as recognized by the Action Committee on Conferences of the European Physical Society. CMD2020GEFES was originally planned to take place in Madrid, but due to the COVID19 pandemic the event was held online. You have all the information under "Scientific program" in the menu. You can watch many of the sessions in the conference youtube channel. Se anexa resumen enviado.

3-. 2020 Express Conference on the Physics of Materials and its application in Energy and



Environment from August 17 to 19, 2020. A free on-line event

“We organize this conference as an effort to encourage the discussion and collaboration among the members of the scientific community in Latin America and renowned scientists from all over the world”. Se anexa resumen enviado.

4-. II Congreso Internacional de la Sociedad Dominicana de Física (CI-SoDOFi 2021)

18-22 de enero 2021. “Películas delgadas superparamagnéticas de τ -MnAlC crecidas por evaporación térmica en alto vacío”. Ponencia oral. Se anexa resumen enviado.

La presente versión del informe contiene las observaciones de los evaluadores:

Firma del investigador principal

VoBo. Vicedecano de Investigaciones

PERSPECTIVAS

Completar la elaboración de artículos derivados del trabajo

- a)** Deducción teórica del papel del C en la estabilización de la aleación MnAlC.
- b)** Review sobre el estado del arte de la aleación MnAlC (2021)

Proyecto

A-Películas delgadas MnAlC y espesor

Realizar un trabajo de investigación complementario de las propiedades de las películas de MnAlC y el espesor de las mismas.

B-Producción imanes por hot compression.

Implementar la técnica de producción de imanes permanentes mediante la compresión en caliente para conseguir mayores anisotropía en el material.

C-Proyecto películas autoportadas para proyecto Minciencias apoyo a las IES 2021.

Se colabora en la presentación y se participa en el proyecto mencionado para su financiación por parte de Minciencias. Ya fue seleccionado por la vicerrectoría de investigaciones para ser avalado por la universidad. En un evento anterior se había participado y el proyecto quedó de 9° a nivel nacional. Este proyecto será liderado por el profesor Luis Alfredo Rodríguez y al Doctora Lorena Marín, perteneciente al CENM.



VICERRECTORIA DE INVESTIGACIONES
División de Proyectos

**FORMATO PARA LA ELABORACIÓN
DE INFORMES FINALES -
PROYECTOS DE INVESTIGACIÓN**