



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA

– **TELECOM** ESCUELA
TÉCNICA **VLC** SUPERIOR
DE INGENIERÍA DE
TELECOMUNICACIÓN

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

Escuela Técnica Superior de Ingeniería de
Telecomunicación

Estudio, fabricación y caracterización de sensores basados
en fibra óptica con una FBG recubierta de Galfenol o
Terfenol.

Trabajo Fin de Grado

Grado en Ingeniería de Tecnologías y Servicios de
Telecomunicación

AUTOR/A: García Barrena, Jara

Tutor/a: García Miquel, Ángel Héctor

CURSO ACADÉMICO: 2021/2022

Resumen

Este trabajo de final de grado tiene como objetivo el estudio, fabricación y diseño de un sensor de campo magnético basado en fibra óptica con una FBG recubierta por un material de alta magnetostricción. Para conseguirlo, se han realizado numerosos procesos experimentales como el sputtering, el niquelado químico o la electrodeposición del material que se quiere depositar en la muestra. Además, se han realizado estudios complementarios como la medida de los ciclos de histéresis con un sistema de bobinas fabricado en el laboratorio.

Se hará un estudio exhaustivo de la electrodeposición de los materiales magnetostrictivos para saber las condiciones óptimas con las que se obtiene una capa depositada que de buenos resultados de porcentaje de compuestos y, por consiguiente, magnetostricción.

Finalmente, al aplicar un campo magnético a la muestra con material magnetostrictivo, se obtendrá una deformación en la FBG que provocará una variación de la longitud de onda proporcional al campo aplicado, con lo que se podrá estudiar la corriente o campo magnético que detecta el sensor. La medida de la magnetostricción se ha realizado usando un interrogador óptico.

Palabras clave: FBG, sensor, electrodeposición, magnetostricción, Galfenol, Terfenol-D

Resum

Aquest treball de final de grau té com a objectiu l'estudi, fabricació i disseny d'un sensor de camp magnètic basat en fibra òptica amb una FBG recoberta per un material d'alta magnetostricció. Per aconseguir-ho, s'han realitzat nombrosos processos experimentals com el sputtering, el niquelat químic o la electrodeposició del material que es vol depositar en la mostra. A més, s'han realitzat estudis complementaris com la mesura dels cicles d'histéresis amb un sistema de bobines fabricat en el laboratori.

Es farà un estudi exhaustiu de la electrodeposició dels materials magnetostrictiu per a saber les condicions òptimes amb les quals s'obté una capa depositada que de bons resultats de percentatge de compostos i, per consegüent, magnetostricció. Finalment, en aplicar un camp magnètic a la mostra amb material magnetostrictiu, s'obtindrà una deformació en la FBG que provocarà una variació de la longitud d'ona proporcional al camp aplicat, amb el que es podrà estudiar el corrent o camp magnètic que detectar el sensor. La mesura de la magnetostricció s'ha realitzat usant un interrogador òptic.

Paraules clau: FBG, sensor, electrodeposició, magnetostricció, Galfenol, Terfenol-D

Abstract

This final degree work aims to study, fabricate and design a magnetic field sensor based on optical fiber with a FBG coated by a high magnetostriction material. To achieve this, several experimental processes such as sputtering, electroless nickel plating or electrodeposition of the material to be deposited on the sample have been carried out. In addition, complementary studies have been carried out, such as measuring hysteresis cycles with a coil system manufactured in the laboratory.

An exhaustive study of the electrodeposition of magnetostrictive materials will be carried out to know the optimum conditions to obtain a deposited layer that gives good results in terms of compound percentage and, consequently, magnetostriction.

Finally, by applying a magnetic field to the sample with magnetostrictive material, the FBG will deform that, which will cause a variation of the wavelength proportional to the applied field so that the current or magnetic field detected by the sensor can be studied. The magnetostriction measurement was performed using an optical interrogator.

Key words: FBG, sensor, electrodeposition, magnetostriction, Galfenol, Terfenol-D

Agradecimientos

A mis padres, a mis hermanas, y a Nani, por darme siempre ánimos a modo espartano y ser mis mayores fans. Sin vuestra energía alternativa todo hubiese sido más difícil.

A Jose y a Carlos, por su cariño y apoyo en los momentos buenos y malos.

A Héctor García y a todos los profesionales de la UPV que me han aconsejado y guiado durante la realización de este trabajo y mi carrera, allanándome el camino.

A todos ellos, **gracias** por ayudarme a alcanzar mis objetivos, metas y sueños.

Índice

I Memoria

1. Introducción	1
1.1. Estado del Arte	1
1.2. Objetivos	2
1.3. Metodología y Fases del Proyecto	2
2. Marco Teórico	5
2.1. Fibra óptica monomodo	5
2.2. Redes de Difracción de Bragg	6
2.3. Proceso de fabricación de una FBG	7
2.4. Aplicación de una FBG al sensado	9
2.5. Magnetostricción	11
2.6. Galfenol	13
2.7. Terfenol-D	14
2.8. Ciclos de histéresis magnética	15
3. Procesos Experimentales	19
3.1. Sputtering	19
3.2. Niquelado Químico	22
3.3. Electrodeposición	23
3.4. Fabricación de un sistema de medida de ciclos de histéresis magnética	30
4. Caracterización morfológica y estructural de muestras	39
4.1. Introducción	39
4.2. Desarrollo de la caracterización de muestras	39
5. Análisis de un sensor de campo magnético	61
5.1. Adquisición de datos	64
6. Resultados y Conclusiones	73
7. Trabajo Futuro	75
Bibliografía	77

II Anexos

A. Procesos Experimentales	83
A.1. Proceso Niquelado Químico	83
A.2. Características técnicas OP27	84
A.3. Caracterización del sistema de bobinas para la medición de ciclos de histéresis . .	85
A.4. Material utilizado en el Laboratorio de Microscopía	86

Índice de figuras

1.1. Diagrama de Gantt que plasma la organización de las tareas de este proyecto. . . .	3
2.1. Estructura interna y capas de una fibra óptica.	5
2.2. Representación de la Ley de Snell en distintos casos, incluyendo la reflexión total interna (ángulo crítico) [12].	6
2.3. Esquema del funcionamiento de una FBG.	7
2.4. Esquema de los parámetros importantes en la fabricación de la rejilla con máscara de fase en una FBG.	8
2.5. Esquema de la rotación de partículas en un material magnetostrictivo al aplicar un campo magnético externo [21].	11
2.6. Representación que relaciona el esfuerzo aplicado a un material elástico típico con la deformación que sufre en consecuencia.	12
2.7. Gráfica Magnetostricción vs. porcentaje de Galio en muestras con GaFe templado (azul) y electrodepositado en películas delgadas (rojo) [25].	13
2.8. Gráfica del diagrama de fases electroquímicas que muestra las regiones del porcentaje de Galio y densidades de corriente que producen Galfenol u otras fases [25].	14
2.9. Gráfica de la Magnetostricción vs. Campo magnético aplicado a una pieza de Terfenol-D [29].	15
2.10. Ejemplo de un ciclo de histéresis y sus fases.	17
2.11. Ciclos de histéresis de materiales magnéticos de tipo: a) No biestable. b) Biestables.	17
3.1. Esquema explicativo del proceso de Sputtering.	19
3.2. Sistema LEICA EM MED020, en la UPV.	20
3.3. Módulo de vacío en el que se introducen las muestras para hacer sputtering con el sistema LEICA EM MED020.	20
3.4. Monitor con los datos que muestra el sistema mientras se lleva a cabo el proceso de sputtering.	21
3.5. Detalle de 3 FBGs (situadas en los recuadros amarillos) con sputtering de níquel, colocadas en la máscara, con un grosor final de 500nm.	21
3.6. Niquelado químico de muestras. a) Disolución acuosa preparada y puesta a calentar hasta alcanzar la temperatura necesaria y poner las muestras dentro. b) Control de temperatura de la disolución. En la imagen, se encuentra ya a la temperatura idónea.	23
3.7. Detalle de las fibras con niquelado químico.	23
3.8. Esquema del proceso de la electrodeposición con 2 electrodos.	24
3.9. Esquemático de la fuente de corriente diseñada para electrodeposición de Galfenol.	25

3.10. Compuestos químicos utilizados junto con báscula usada con el fin de medir las cantidades necesarias, para llevar a cabo la disolución empleada en la electrodeposición de Galfenol.	26
3.11. a) Electrodo de Calomel utilizado en el laboratorio para hacer las mediciones del potencial b) Esquema del funcionamiento del electrodo de Calomel (técnica de los 3 electrodos).	27
3.12. Esquemático de la fuente de voltaje diseñada para electrodeposición de Terfenol-D.	27
3.13. Protoboard con las fuentes (en rojo de corriente, en azul de voltaje) utilizadas para la Electrodeposición.	28
3.14. Compuestos químicos utilizados para llevar a cabo la disolución utilizada en la electrodeposición de Terfenol.	29
3.15. Electrodeposición de 3 muestras en el laboratorio, con la fuente de corriente montada en una protoboard y los botes de disolución de Galfenol elaborada con dos electrodos.	29
3.16. Esquema del sistema de bobinas para la medición de ciclos de histéresis.	30
3.17. Bobina excitadora con características: $N_1=140$, $N_2=11$, $l=14\text{cm}$	31
3.18. Proceso de caracterización de la bobina excitadora. a) Gaussímetro utilizado para medir la inducción de la bobina excitadora b) Bobina excitadora caracterizada.	32
3.19. Gráfica que muestra la inducción del sistema de bobinas para la medición de los ciclos de histéresis.	32
3.20. Bobinas captadoras con características: $N=1000$, posicionadas en un tubo de cristal que será introducido en la bobina excitadora para guiar la muestra a su interior.	33
3.21. Esquema general de la estructura del sistema completo utilizado para obtener los ciclos de histéresis de una muestra magnética.	34
3.22. Sistema de medida y montado en el laboratorio con el fin de obtener y capturar los ciclos de histéresis magnética de las muestras fabricadas.	35
3.23. Gráfica mostrada en el osciloscopio que muestra la búsqueda del 0 antes de medir los ciclos de histéresis.	35
3.24. Gráfica mostrada en el osciloscopio que muestra la señal senoidal de la entrada del sistema (CH1), junto con la señal de salida del sistema de bobinas antes de integrarla (CH2).	36
3.25. Gráfica mostrada en el osciloscopio que muestra la señal senoidal de la entrada del sistema (CH1), junto con la señal sacada del sistema de bobinas después de integrarla (CH2) con el integrador.	36
4.1. Imágenes obtenidas con el Microscopio FESEM de la muestra 001B. a) Detalle del grosor de la capa depositada: $124\mu\text{m}$ de radio, diámetro total (contando con la fibra) de $430\mu\text{m}$. b) Detalle de la capa de níquel depositada con el niquelado químico, $3.4\mu\text{m}$ de grosor.	40
4.2. Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra 001B.	40
4.3. Datos de la muestra FP003B. a) Detalle del grosor de la capa depositada: $440\mu\text{m}$ de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de $1000\mu\text{m}$. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FP003B.	41
4.4. Datos de la muestra FP003C. a) Detalle del grosor de la capa depositada: $424\mu\text{m}$ de radio, diámetro total (contando con la fibra) de $1100\mu\text{m}$. b) Gráfica Densidad de Corriente vs. % Galio en la muestra FP003C.	42

4.5. Datos de la muestra FP003D. a) Detalle del grosor de las capas depositadas a diferentes corrientes: 534 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 1150 μm . b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FP003D.	42
4.6. Datos de la muestra FPH4. a) Detalle del grosor de las capas depositadas a diferentes corrientes: 198 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 531 μm . b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FPH4, a ph=4.	43
4.7. Datos de la muestra FPH45A. a) Detalle del grosor de las capas depositadas a diferentes corrientes: 200 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 535 μm . b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FPH45A, a pH=4.5.	44
4.8. Datos de la muestra FPH45B. a) Detalle del grosor de las capas depositadas a diferentes corrientes: 174 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 483 μm . b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FPH45B, a pH=4.5.	44
4.9. Datos de la muestra FPH5A. a) Detalle del grosor de las capas depositadas a diferentes corrientes: 209 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 553 μm . b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FPH5A, a pH=5.	44
4.10. Comparación de la uniformidad de la superficie depositada a diferentes pHs con imágenes obtenidas con el Microscopio Óptico, de las muestras a) FPH45A b)FPH5A.	45
4.11. Imagen detallada de la muestra FPH45B, observación de la uniformidad en la capa depositada.	46
4.12. Gráficas de los ciclos de histéresis de las muestras a) FPH45A b) FPH45B.	46
4.13. Motor introducido en la disolución para hacer electrodeposición.	47
4.14. Datos de la muestra TCUG1. a) Detalle del grosor de las capa depositada: de 105 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 1210 μm . b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra TCUG1.	47
4.15. Foto detallada de la muestra TCUG1, observación de la uniformidad en la capa depositada.	48
4.16. Gráfica con el ciclo de histéresis de la muestra TCUG1.	48
4.17. Datos de la muestra FBG-GA005. a) Detalle de la fibra en el Microscopio FESEM. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FBG-GA005.	49
4.18. Comparación del ciclo de histéresis de la muestra FBG-GA005, antes y después de calentarla pasando una corriente a través de ella, con el objetivo de rotar su imanación.	50
4.19. Datos de la muestra FBG007C. a) Detalle de la fibra en el Microscopio FESEM. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FBG007C.	50
4.20. Gráfica con el ciclo de histéresis de la muestra FBG007C.	51
4.21. Datos de la muestra FBG10A. a) Detalle del grosor de las capa depositada: de 238 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 611 μm (en la parte de la FBG). b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FBG10A.	51
4.22. Datos de la muestra FBG10B. a) Detalle del grosor de las capa depositada de 255 μm de radio, diámetro total (contando con la fibra) de 645 μm (en la parte de la FBG). b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FBG10B.	52
4.23. Detalle en el Microscopio Óptico de la parte de una fibra con FBG depositada con Galfenol.	52

4.24. Comparación de la medición de ciclos a distintas frecuencias a) 14Hz b) 28Hz c) 43Hz.	52
4.25. Datos de la muestra F1. a) Detalle del grosor de las capa depositada: de $209.5\mu m$ de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de $554\mu m$ (en la parte de la FBG). b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra F1.	53
4.26. Detalle en el Microscopio Óptico de la deposición de la muestra F1.	53
4.27. Gráfica con el ciclo de histéresis de la muestra F1.	54
4.28. Datos de la muestra F4. a) Detalle del grosor de las capa depositada: de $73\mu m$ de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de $218\mu m$ (en la parte de la FBG). b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra F4.	54
4.29. Detalle en el Microscopio Óptico de la deposición de la muestra F4, donde gracias a una rotura en la deposición, puede distinguirse también la fibra óptica.	55
4.30. Electrodeposición de una muestra en Terfenol-D con plataforma calentadora, a $45^{\circ}C$	56
4.31. Datos de la muestra TCU005A, fabricada a potencial constante. a) Detalle de la capa depositada en el cable de cobre, vista en el microscopio. b) Espectro de análisis de EDX de los porcentajes de elementos en la muestra.	56
4.32. Dependencia de la variación del porcentaje atómico de los elementos depositados con respecto al potencial aplicado en el electrodo de trabajo [9].	57
4.33. Electrodo de Calomel utilizado como electrodo de referencia para controlar el el voltaje entre dicho electrodo y la muestra (electrodo de trabajo).	58
4.34. Datos de la muestra TF1, fabricada a potencial constante. a) Detalle de la capa depositada en el cable de cobre, vista en el microscopio. b) Espectro de análisis de EDX de los porcentajes de elementos en la muestra.	59
4.35. Detalle en el Microscopio Óptico de la deposición de la muestra TF1.	59
4.36. Datos de la muestra TF2, fabricada a potencial constante. a) Detalle de la capa depositada en el cable de cobre, vista en el microscopio, con lente de detección de elementos según la energía. b) Espectro de análisis de EDX de los porcentajes de elementos en la muestra.	60
4.37. Detalle en el Microscopio Óptico de la deposición de la muestra TF2.	60
5.1. Interrogador óptico estático sm125.	61
5.2. Máquina que une la FBG a un conector con el objetivo de poder analizarla con el interrogador óptico.	62
5.3. Bobina de $18.9 KA/m \cdot A$ de sensibilidad con bomba de refrigeración por agua, utilizada para crear el campo magnético de excitación mientras se estudia un FBG con el interrogador óptico.	63
5.4. Sistema preparado con conexiones correctas entre el ordenador, el interrogador y el Software ENLIGTH, para la toma de datos con FBGs.	63
5.5. Espectro de una FBG con deposición de Galfenol en ENLIGTH.	64
5.6. Señal cuadrada (filtrada en rojo y sin filtrar en morado) de $7.5A$ a $12.5mHz$, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra FBG-GA005.	64
5.7. Señal triangular (filtrada en rojo y sin filtrar en morado) saturada de $7.5A$ a $20mHz$, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra FBG-GA005.	65
5.8. Señal triangular (filtrada en rojo e ideal en azul) saturada de $7.5A$ a $20mHz$, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra FBG-GA005.	65

5.9. Señal triangular (filtrada en morado, la cual es ascendente por el efecto de la temperatura, e ideal en azul) de 1A a 100mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra F1.	66
5.10. Señal triangular (filtrada en morado e ideal en azul) de 3A a 100mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra F1.	67
5.11. Señal triangular (filtrada en morado e ideal en azul) de 7A a 100mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra F1.	67
5.12. Caracterización de un sensor de campo magnético según la deformación sufrida por la FBG (muestra F1) aplicada una corriente.	68
5.13. Muestra formada por una FBG pegada a una barra de Terfenol-D puro.	69
5.14. Señal triangular de 1A a 20mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la FBG con una barra de Terfenol-D.	69
5.15. Señal triangular de 3,5A a 20mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la FBG con una barra de Terfenol-D.	70
5.16. Señal triangular de 5A a 20mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la FBG con una barra de Terfenol-D.	70
5.17. Señal triangular saturada de 14A a 20mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la FBG con una barra de Terfenol-D.	71
5.18. Caracterización de un sensor de campo magnético según la deformación sufrida por la FBG pegada a una barra de terfenol, aplicada una variación de corriente.	71
A.1. Corriente de corto-circuito Vs. Tiempo.	84
A.2. Microscopio FESEM en Microscopía, UPV.	86
A.3. Microscopio Óptico Lupa en Microscopía, UPV.	86

Índice de tablas

3.1. Tabla de componentes y cantidades necesarias para obtener la disolución con la que hacer el niquelado químico.	22
3.2. Tabla de componentes y cantidades necesarias para obtener la disolución para electrodepositar Galfenol [23].	25
3.3. Tabla de componentes y cantidades necesarias para obtener la disolución para electrodepositar Terfenol-D [9].	28
4.1. Tabla con las condiciones iniciales de los métodos probados para conseguir una electrodeposición de Terfenol-D.	55
4.2. Porcentajes de los elementos depositados (hierro, terbio y disprosio) en la muestra fabricada TCU005A.	57
4.3. Porcentajes de los elementos depositados (hierro, terbio y disprosio) en la muestra fabricada TF1.	58
4.4. Porcentajes de los elementos depositados (hierro, terbio y disprosio) en la muestra fabricada TF2.	60
5.1. Características más importantes del interrogador estático sm125-500 utilizado. . .	62
5.2. Variación de la longitud de onda a distintas corrientes en la muestra F1.	66
5.3. Variación de la longitud de onda a distintas corrientes en la FBG con una barra de Terfenol-D.	69
A.1. Datos tomados con el Gaussímetro, con el fin de medir el campo magnético de la bobina sometida a distintas corrientes de excitación.	85

Parte I

Memoria

Capítulo 1

Introducción

1.1. Estado del Arte

En la actualidad, el avance de la tecnología y la curiosidad natural del ser humano por los cambios en su entorno, han conducido a analizar la mayoría de las variaciones que se pueden percibir a nuestro alrededor. Por ello, los sensores han tomado un valor significativo hoy en día, pudiendo encontrarse en numerosas aplicaciones.

El descubrimiento y utilización de la fibra óptica ha supuesto grandes avances, tanto en los procesos de intercambio de información, que constantemente se producen hoy en día, como en la medición de magnitudes. Haciendo uso de la fibra óptica estándar en vez de cable de cobre, se han solventado y mejorado muchos problemas (tanto de pérdidas de señal como de ruido) introducidos por los primeros sensores, los cuales eran eléctricos.

Hasta la fecha, los sensores ópticos más utilizados son los basados en las redes de difracción de Bragg (FBG). Una FBG tiene características únicas que permiten utilizarla como sensor [1]. Con ellas, pueden detectarse cambios en las características de los materiales, siendo la deformación y temperatura las más importantes, entre otras [2].

Una de las ramas de investigación más interesantes que se llevan a cabo con los sensores basados en FBGs es el estudio de la magnetostricción. La magnetostricción es una propiedad que poseen los materiales ferromagnéticos que hace que un material se deforme al interactuar con un campo magnético. Utilizando algunos de los materiales magnetostrictivos más importantes, como son el Terfenol-D o el Galfenol (de los que se hablará a lo largo de este trabajo), y depositándolos en variadas superficies como películas finas [3, 4, 5], nanohilos [6, 7] o cantiléveres [8, 9], se ha podido saber más sobre el comportamiento de esta característica, con el objetivo de descubrir aplicaciones evolucionadas en microaccionadores y sensores avanzados como los MEMS.

1.2. Objetivos

El objetivo principal de este proyecto se basa en conseguir una electrodeposición de un material magnetostrictivo en fibras ópticas y FBGs, de manera que sirva para caracterizar sensores de corriente o campo magnético.

Con el fin de conseguir dicho resultado final, se han planteado una serie de objetivos y pasos individuales:

- Documentación y recopilación de información de fuentes fiables (artículos científicos, libros, experimentos...) sobre las investigaciones llevadas a cabo de los procesos que se van a realizar y los sensores basados en FBGs.
- Realización de Sputtering sobre las muestras para poder hacer el niquelado.
- Realización de Niquelado Químico sobre las muestras con el fin de hacerlas conductoras de corriente.
- Realización de electrodeposición de un material magnetostrictivo sobre las muestras (en primer lugar, en fibras monomodo, y tras afianzar la técnica, en FBGs).
- Fabricación de un sistema de medida de ciclos de histéresis para medirlos en las muestras fabricadas.
- Caracterización de las muestras fabricadas, análisis de composición y medida de la magnetostricción conseguida. Para ello, se hará uso del interrogador óptico y el software asociado (programa ENLIGHT).

1.3. Metodología y Fases del Proyecto

La metodología que se ha seguido para alcanzar cada uno de los objetivos explicados en el apartado anterior ha sido la siguiente:

Documentación y Bibliografía

- Búsqueda de información sobre sensores basados en FBGs.
- Búsqueda de información en proyectos y experimentos sobre las propiedades de los materiales magnetostrictivos a utilizar: Galfenol y Terfenol.
- Búsqueda de información sobre electrodeposición de compuestos y medidas de magnetostricción.

Procesos experimentales y fabricación de muestras

- Fabricación de las muestras utilizando diversos procesos experimentales (sputtering, niquelado, electrodeposición...).
- Control diario de muestras durante el desarrollo de fabricación de muestras para asegurar que el proceso se está llevando a cabo correctamente, y análisis posterior de compuestos (EDX) de la deposición en las fibras.
- Fabricación y caracterización de un sistema de bobinas para la medida de los ciclos de histéresis de las muestras.

Caracterización de un sensor basado en una FBG

- Aprendizaje del manejo del interrogador óptico para realizar las medidas sobre la FBG.
- Medida de magnetostricción con el interrogador óptico a distintas corrientes inducidas

Redacción

- Redacción de la memoria del proyecto, la cual plasme todo el trabajo realizado que lo forma.
- Procesamiento de datos y elaboración de gráficas para complementar las explicaciones de la memoria, haciendo uso de un software específico, OriginLab.

En el siguiente Diagrama de Gantt, puede observarse un diagrama temporal de las tareas distribuidas a lo largo de los meses en los que se ha trabajado en este proyecto.

MES			FEBRERO				MARZO				ABRIL				MAYO				JUNIO							
SEMANA			1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4				
TAREAS	FECHA INICIO	FECHA FINAL																								
Bibliografía	10/02/2022	22/04/2022																								
Experimentación	10/02/2022	06/06/2022																								
Análisis de Fabricación	14/02/2022	06/06/2022																								
Caracterización Sensor	22/03/2022	22/06/2022																								
Medidas Ciclos Histeresis	10/03/2022	22/06/2022																								
Interrogador Óptico	01/04/2022	22/06/2022																								
Redacción	12/04/2022	22/06/2022																								

Figura 1.1: Diagrama de Gantt que plasma la organización de las tareas de este proyecto.

Capítulo 2

Marco Teórico

2.1. Fibra óptica monomodo

La fibra óptica es un medio de transmisión de datos. El núcleo, compuesto de óxido de silicio y germanio de alto índice de refracción, es el responsable de transmitir la luz [10]. En este trabajo se han utilizado fibras ópticas monomodo estándar peladas (el revestimiento de plástico es quitado de la fibra, pues sirve para proteger las capas interiores, pero no conduce, ver Fig. 2.1) para realizar las primeras pruebas de electrodeposición. El núcleo de las fibras es de $10\mu\text{m}$, aunque dicho tamaño puede variar hasta los $100\mu\text{m}$, dependiendo de los modos que la fibra sea capaz de transmitir.

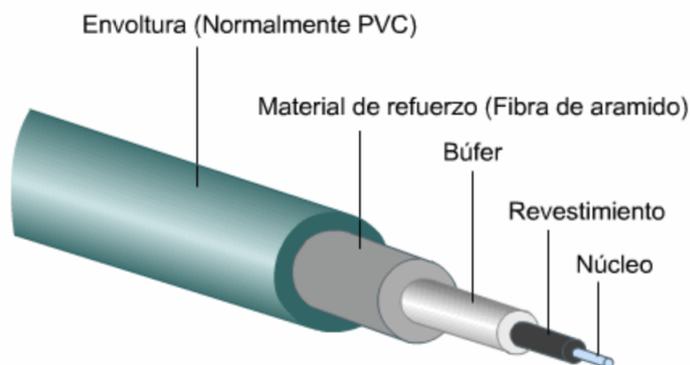


Figura 2.1: Estructura interna y capas de una fibra óptica.

El principio fundamental de la transmisión de luz por la fibra óptica se basa en la diferencia del índice de refracción entre las capas de la fibra, lo cual queda representado a través de la ley de Snell [11, 12].

Dicha ley expresa que, en el caso de que existan dos medios semi-infinitos con índices de refracción distintos (n_1 y n_2 , siendo $n_2 > n_1$), un rayo de luz que pase a través del medio 1 con un ángulo incidente de θ_1 , al medio 2, verá parte de su energía reflejada de nuevo hacia el medio 1 con el mismo ángulo θ_1' . Aparte, se refractará al medio 2 con un ángulo de θ_2 (ver ec. 2.1). En el caso de las fibras ópticas, se busca llegar a un determinado ángulo que permita que todo el rayo sea reflejado y no transmitido hacia el medio 2, con el fin de evitar posibles pérdidas de la luz que transmite la fibra. Dicho ángulo se llama el ángulo crítico (ver ec. 2.2).

$$\frac{\sin(\theta_1)}{\sin(\theta_2)} = \frac{n_2}{n_1} \quad (2.1)$$

$$\theta_{critico} = \arcsin\left(\frac{n_2}{n_1}\right) \quad (2.2)$$

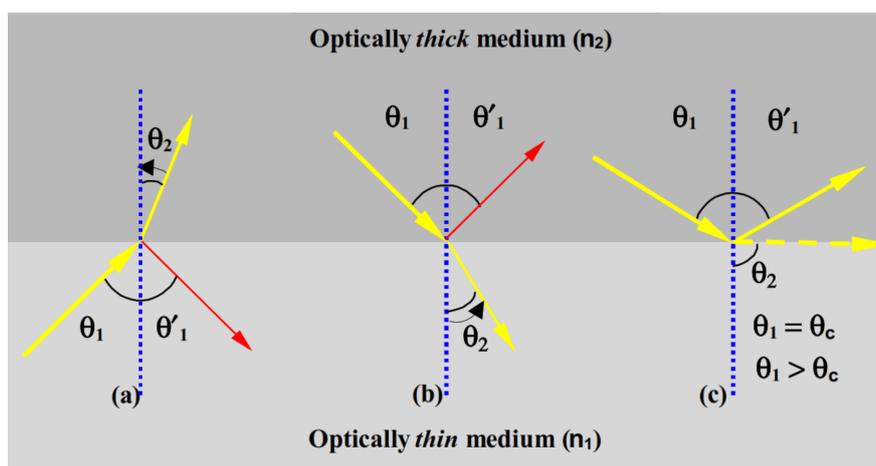


Figura 2.2: Representación de la Ley de Snell en distintos casos, incluyendo la reflexión total interna (ángulo crítico) [12].

2.2. Redes de Difracción de Bragg

Una FBG es una estructura basada en una variación periódica del índice de refracción, situada en un segmento de fibra óptica monomodo estándar reducido (del orden de unos centímetros). Se caracteriza por ser periódica, resonante y espacial. Además, modifica el índice de refracción en el núcleo de la fibra, donde existen múltiples interfases entre las zonas que tienen distinto índice de refracción. En cada una de dichas interfases, parte de la señal inyectada por la fibra se refleja (la FBG actúa como reflector óptico) y parte se transmite (la FBG actúa como filtro que bloquea ciertas longitudes de onda) [10].

A su vez, la FBG tiene unas características físicas estándar. Tiene un diámetro de $250 \mu m$ contando con el recubrimiento de plástico, y de $125 \mu m$ en la parte de la fibra pelada. El núcleo por el que se conduce la luz de manera fundamental se encuentra entre las 8 y las 10 micras.

En la Figura 2.3 puede observarse un esquema de los fundamentos de una red de difracción de Bragg explicados anteriormente; la rejilla formada por franjas, grabada en el núcleo de la fibra, y el cambio periódico de índice de refracción producido por dichas franjas. Además, pueden estudiarse los posibles fenómenos que experimenta una señal de ancho de banda grande. La FBG refleja una única longitud de onda, en este caso λ_B y, a su vez, transmite el resto de la señal óptica (como si filtrara una longitud de onda que se quisiera eliminar).

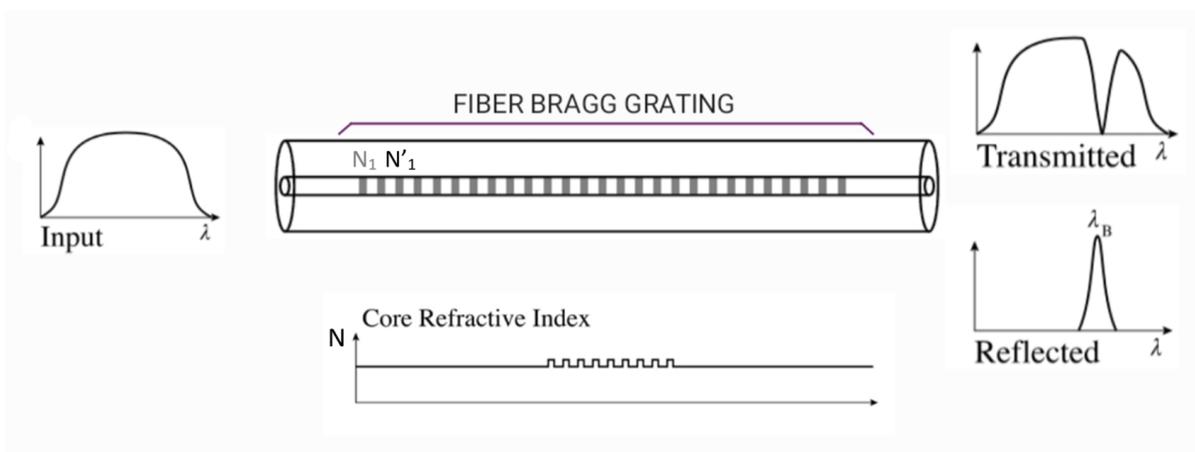


Figura 2.3: Esquema del funcionamiento de una FBG.

Cabe destacar que la longitud de onda de Bragg (λ_B , longitud de onda reflejada), se relaciona con el periodo de repetición de los índices (Λ), y con el índice efectivo del núcleo de la fibra (n , valor medio de los índices N_1 y N'_1), mediante la condición de Bragg [13]:

$$\lambda = 2n\Lambda \quad (2.3)$$

Las FBGs se utilizan en numerosas aplicaciones, principalmente por las grandes ventajas que ofrecen [14]:

- Proporcionan unas pérdidas de inserción reducidas al estar fabricadas en una fibra óptica [15].
- Al poseer una geometría cilíndrica, existe una independencia de la polarización.
- Son estructuras que llevan a cabo un filtrado muy selectivo de longitud de onda.
- Son sintonizables, tanto con deformación, como con temperatura, es decir, los cambios en dichas magnitudes afectan el índice de refracción de la FBG.
- Son inmunes a las interferencias electromagnéticas.

2.3. Proceso de fabricación de una FBG

El proceso de fabricación de una FBG es complejo, y ha ido evolucionando con el paso del tiempo. En primer lugar, se divide un haz láser de luz ultravioleta (UV) en dos haces iguales (misma intensidad periódica). Mediante una combinación de espejos colocados estratégicamente, se hacen coincidir los haces en un mismo punto; la máscara de fase. La máscara de fase es un elemento óptico en forma de lámina, que contiene un patrón de interferencia periódico grabado, y que se coloca entre el haz y la fibra óptica. Cuando el haz atraviesa la máscara, este se divide en dos, formando un ángulo determinado entre ellos. En la parte más próxima a la máscara existe una zona donde los dos rayos de luz que se han formado al partir del incidente se solapan, lo cual produce zonas de interferencia constructivas, en las que pasará la luz, y zonas de interferencia destructivas, en las que no se dejará pasar señal. De esta manera, se grabará en el núcleo de la fibra una copia escalada del patrón de la máscara de fase utilizada (ver Fig. 2.4).

Este proceso provoca un cambio en el índice de refracción del núcleo de la fibra y la longitud de Bragg (ver ec. 2.3).

Pueden existir distintos patrones de rejillas, siendo la distancia entre franjas igual en todas ellas, o variante. En el caso de este proyecto, las fibras utilizadas son de estructura apodizada, es decir, mismo espacio entre las franjas que forman la rejilla.

Haciendo un estudio teórico más detallado para entender mejor la formación de la rejilla y los parámetros que conciernen los rayos incidentes, se puede llegar a la conclusión de que el período de la máscara de fase Λ_{pm} (ver ec. 2.4) [16], se relaciona con la longitud de onda del haz UV incidente (λ_{uv}), el ángulo de orden difractado m ($\frac{\theta_m}{2}$, donde m dependerá de cómo incida el haz. Si incide de manera perpendicular, m solo podrá ser 0 o ± 1) y el ángulo de incidencia sobre la máscara (θ_i). A su vez, Λ_{pm} puede recogerse en una ecuación junto con el período de la modulación de índice generado en la fibra (Λ_{red}), con la longitud de onda de Bragg (λ_{Bragg}) y el índice efectivo de refracción del núcleo de la fibra de la siguiente manera (ver ec. 2.5):

$$\lambda_{pm} = \frac{\lambda_{uv}}{\sin \frac{\theta_m}{2} - \sin \theta_i} \quad (2.4)$$

$$\Lambda_{red} = \frac{\Lambda_{pm}}{2} = \frac{\lambda_{Bragg}}{2n_{eff}} \quad (2.5)$$

Para una mejor comprensión de los parámetros explicados anteriormente, puede consultarse la Figura 2.4 mostrada a continuación.

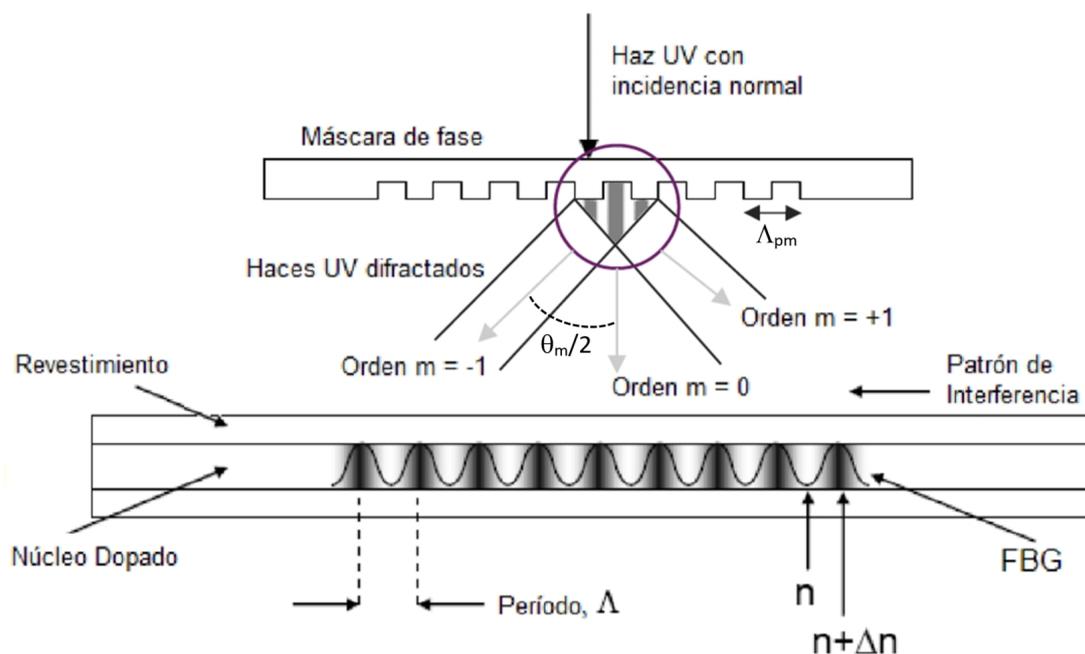


Figura 2.4: Esquema de los parámetros importantes en la fabricación de la rejilla con máscara de fase en una FBG.

Hoy en día existen varios métodos de fabricación. Sin embargo, la máscara de fase es ampliamente utilizada debido a que es un sistema simple, y ofrece mayor reproducibilidad en la grabación de las redes de difracción [17].

Las FBGs utilizadas a lo largo de este trabajo han sido fabricadas y proporcionadas por el "Photonics Research Labs (PRL)" del iTeam de la UPV.

2.4. Aplicación de una FBG al sensado

Los sensores basados en FBG han cobrado gran importancia dentro de la tecnología actual. Una de las principales causas es que las FBGs ofrecen un amplio abanico de aplicaciones diversas, como reflectores ópticos, filtros ópticos o, directamente, como un dispositivo óptico inscrito en una fibra óptica, de acuerdo con lo comentado en los anteriores apartados.

Si bien dichas aplicaciones se pueden encontrar, en su mayoría, en las comunicaciones ópticas, las FBGs aplicadas al sensado son también bastante comunes. Esto se debe a sus características únicas, ya que sirven como buenos sensores de temperatura y deformación. Por consiguiente, las magnitudes que provocan variaciones en temperatura y deformación también pueden ser medidas, como la presión, voltaje, corriente o humedad.

Como ya se ha visto en el apartado 2.3, una FBG se genera al cambiar, de forma periódica, el índice de refracción del núcleo de una fibra monomodo estándar, produciendo un cambio en la longitud de onda reflejada. Esta explicación se corresponde con lo mismo que expone la ecuación 2.3 [14]. Teniendo este concepto fundamental claro, es importante estudiar las condiciones externas que rodean la fibra que queremos usar como sensor. La temperatura y deformación influyen en el periodo de perturbación (Λ) y el índice de refracción efectivo del núcleo (n_{eff}), por lo que la condición de Bragg puede volverse a escribir, de manera que refleje este fenómeno:

$$\lambda_B(T, \epsilon) = 2n_{eff}(T, \epsilon)\Lambda(T, \epsilon) \quad (2.6)$$

En la ecuación anterior, la temperatura se expresa mediante T, y la deformación viene dada por ϵ . Cabe destacar que este último término se expresa como la variación de longitud con respecto a una longitud inicial, a la cual se ve sometida un objeto debido a una fuerza ($\frac{\Delta l}{l_0}$).

Si seguimos desarrollando, haciendo uso de derivadas parciales, obtenemos la variación de la longitud de Bragg expresada como suma de los efectos de las dos contribuciones explicadas anteriormente [13]:

$$\Delta\lambda_B = \frac{\partial\lambda_B}{\partial\epsilon}\Delta\epsilon + \frac{\partial\lambda_B}{\partial T}\Delta T \quad (2.7)$$

A su vez, si nos centramos en cada una de las distribuciones, podemos llegar al siguiente desarrollo:

$$\frac{\partial\lambda_B}{\partial\epsilon} = \lambda_B \left[1 - \frac{n_{eff}^2}{2}[\rho_{12} - \nu(\rho_{11} + \rho_{12})] \right] \quad (2.8)$$

$$\frac{\partial\lambda_B}{\partial T} = \lambda_B \left[\alpha_\Lambda - \frac{1}{n_{eff}} \frac{\partial n_{eff}}{\partial T} \right] \quad (2.9)$$

La ecuación 2.8 representa la dependencia del desplazamiento de la longitud de Bragg con respecto a una deformación externa, determinado no solo por dicha deformación, sino también por el índice

efectivo (n_{eff}), el coeficiente de Poisson (ν , representa la relación entre las deformaciones longitudinales que sufre el material, en este caso el sílice, en sentido perpendicular a la fuerza aplicada, y las deformaciones longitudinales que van en dirección de la fuerza aplicada sobre sí mismo) y las componentes del tensor elasto-óptico (ρ_{ij}).

La ecuación 2.9 representa la dependencia del desplazamiento de la longitud de Bragg con respecto a la temperatura, determinado igualmente por el coeficiente de expansión térmica (α_Λ) y el cambio en el índice efectivo debido a la temperatura ($\frac{\partial n_{eff}}{\partial T}$).

Por último, si combinamos las ecuaciones 2.7, 2.8 y 2.9, obtenemos [18]:

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = \left[1 - \frac{n_{eff}^2}{2}[\rho_{12} - \nu(\rho_{11} + \rho_{12})] \right] \epsilon_z + [\alpha_\Lambda + \alpha_n]\Delta T \quad (2.10)$$

La cual está formada por:

- λ_B : Longitud de onda de Bragg
- n_{eff} : Índice efectivo de refracción del núcleo
- ρ_{ij} : componentes del tensor elasto-óptico
 - Teniendo en cuenta que el coeficiente elasto-óptico es:

$$\rho_e = \frac{n_{eff}^2}{2}[\rho_{12} - \nu(\rho_{11} + \rho_{12})] \quad (2.11)$$

- $\nu = \epsilon_{transversal}/\epsilon_{axial}$: coeficiente de Poisson
- ϵ_z : deformación unitaria
- $\alpha_\Lambda = \frac{1}{\Lambda} \frac{\partial \Lambda}{\partial T}$: coeficiente de expansión térmica
- $\alpha_n = \frac{1}{n} \frac{\partial n}{\partial T}$: coeficiente termo-óptico
- ΔT : variación de temperatura

Tras haber estudiado la teoría que reside detrás de los sensores basados en FBGs, y en los parámetros en los que se basan, cabe destacar que este trabajo se centrará en la detección de la deformación física, considerando temperatura constante.

Por ello, y haciendo uso de la ecuación 2.11, la ecuación 2.10 se puede simplificar de manera que:

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = \left[1 - \frac{n_{eff}^2}{2}[\rho_{12} - \nu(\rho_{11} + \rho_{12})] \right] \epsilon_z \quad (2.12)$$

Si bien en este trabajo no se llegará a desarrollar, es interesante explicar de manera teórica que la manera más completa y fiel a la realidad de observar este fenómeno sería utilizar 2 FBGs para realizar las medidas. Por consiguiente, sería posible estudiar la deformación física con una de ellas, y la variación de temperatura con la otra.

2.5. Magnetostricción

En el año 1842, James Joule observó que una muestra compuesta de níquel cambiaba de longitud cuando se exponía a un campo magnético. Compuestos como el cobalto, el hierro y otras aleaciones, también cambiaban en longitud al magnetizarlos. Esta fue la primera vez que se estudió la magnetostricción y, desde entonces, esta propiedad ha tenido numerosas aplicaciones, desde los dispositivos sonar en la II Guerra Mundial, hasta las industrias aeroespacial o de automoción de la actualidad.

Más tarde, en los años 60, se comprobó que las aleaciones basadas en tierras raras (como el Terbio o el Disprobio) presentaban asimismo propiedades magnetostrictivas muy elevadas.

Las investigaciones de los sensores magnetostrictivos basados en FBGs son numerosas desde entonces, pues dichos sensores de campo magnético o corriente, son capaces de medir tanto corriente eléctrica y temperatura, como la propia magnetización. Cuando el material magnetostrictivo, como el Galfenol o el Terfenol-D, se magnetiza, sufre una deformación longitudinal que afecta al elemento en el que están depositados [19]. En el caso de este proyecto, la fibra se estira o se comprime junto con el compuesto, y la deformación de la FBG produce un cambio en el período y, en consecuencia, también en la longitud de onda de Bragg.

El mecanismo de la magnetostricción a nivel atómico es un tema relativamente complejo. Sin embargo, a nivel macroscópico puede dividirse en dos procesos distintos; el primer proceso, consiste en la deformación de las paredes de los dominios dentro del material en respuesta a los campos magnéticos externos. El segundo es la rotación de dichos dominios. Estos dos mecanismos permiten al material cambiar la orientación de los dominios, lo que a su vez provoca un cambio dimensional. Como la deformación es isométrica, se produce un cambio dimensional opuesto en la dirección ortogonal (ver Fig. 2.5). Aunque puede haber muchas vías para realizar la reorientación de los dominios, la idea básica consiste en que la rotación y el movimiento de los dominios magnéticos provoca un cambio físico o deformación en el material [20].

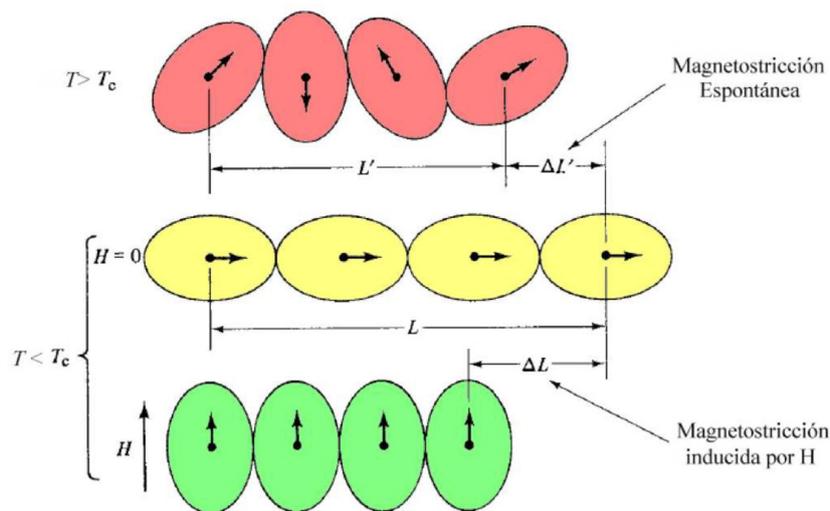


Figura 2.5: Esquema de la rotación de partículas en un material magnetostrictivo al aplicar un campo magnético externo [21].

Sabiendo qué es y qué supone la magnetostricción en un material, es interesante conocer la respuesta que muestra una FBG ante una deformación. En la Figura 2.6 se pueden observar las distintas zonas correspondientes a las fases que puede experimentar un material (incluyendo las FBGs) al someterse a una deformación. La primera parte de la curva es lineal hasta el límite elástico (punto Y). En esta parte, el trabajo se almacena en la fibra como energía potencial recuperadora, es decir, el esfuerzo que se realice en la fibra no provocará efectos irreversibles. A continuación, la curva disminuye su pendiente, indicando que el material se deforma con un aumento de carga mínimo (se deja de cumplir la ley de Hooke, ver ec. 2.13). En esta parte se encuentra el punto de fluencia (punto U), en el cual el esfuerzo realizado en la fibra provocará una deformación plástica, lo que conlleva a unos daños definitivos que podrían inutilizar a la FBG como sensor. Por último, si se sigue aplicando esfuerzo a la fibra después de superar la anterior región, la curva desciende hasta el punto F, o punto de ruptura, donde ocurre la fractura del material y, por consiguiente, de nuestra muestra.

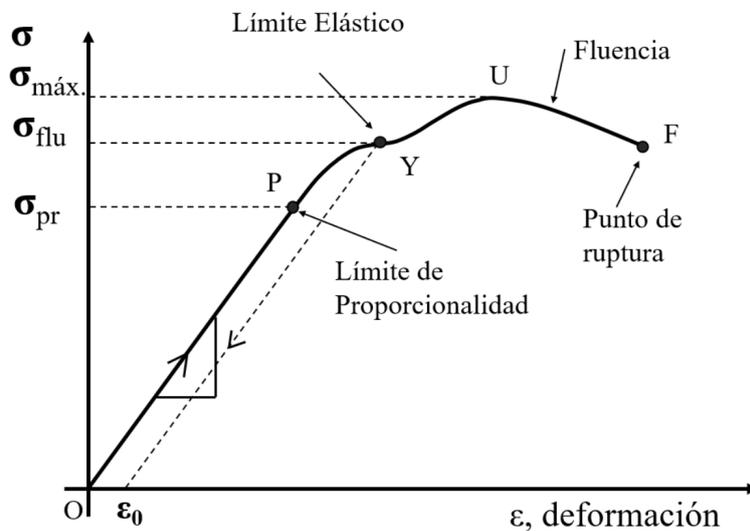


Figura 2.6: Representación que relaciona el esfuerzo aplicado a un material elástico típico con la deformación que sufre en consecuencia.

La ley de Hooke relaciona los parámetros que producen la curva anterior, siendo σ el esfuerzo o tensión aplicado en el material elástico, E el módulo de Young o módulo de elasticidad, y ϵ la deformación unitaria.

$$\sigma = E\epsilon \tag{2.13}$$

El límite de ruptura de una fibra óptica es de $1300\mu\epsilon$ aproximadamente.

2.6. Galfenol

El Galfenol ($\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$) es uno de los materiales magnetostrictivos más conocidos. Este compuesto es una aleación de hierro y galio, creado con el fin de obtener un material de alta magnetostricción, que tuviera unas buenas características y superara la magnetostricción de los materiales típicos con esta propiedad como el níquel, o el hierro (materiales con baja magnetostricción). Si bien las tierras raras ofrecen una alta magnetostricción (como las que forman el Terfenol-D), el Galfenol ofrece numerosas propiedades ventajosas con respecto a dichos materiales (que son más frágiles y poco flexibles), como una gran ductilidad y resistencia a la tracción, o campos de saturación bajos [22, 23].

Las numerosas investigaciones que se han llevado a cabo para estudiar este material han demostrado que la electrodeposición del Galfenol es compleja, ya que depende de varios factores, como el pH, la densidad de corriente, el tiempo de depositado, la disolución empleada... Por ello, se ha optado a depositar a corriente constante, ya que ofrece un seguimiento más controlado de la corriente y, por tanto, del rango de interés del porcentaje de Galfenol que se obtiene en la muestra para conseguir alta magnetostricción (entre 15 % y 30 % de Galio) [24, 25] (ver Fig. 2.7).

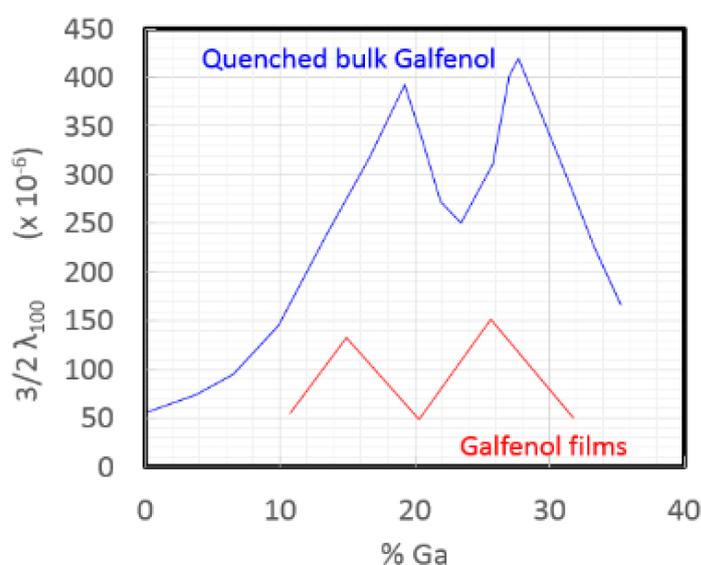


Figura 2.7: Gráfica Magnetostricción vs. porcentaje de Galio en muestras con GaFe templado (azul) y electrodepositado en películas delgadas (rojo) [25].

En la Figura 2.7 puede observarse que la máxima magnetostricción se consigue en dos puntos del eje del porcentaje de Galio; en un 19% y en un 27%, aproximadamente. Con la técnica de corriente constante, consultando otras gráficas de la documentación (ver Fig. 2.8), y llevando a cabo un estudio previo del comportamiento de las relaciones teóricas (ver ec. 2.14) entre dicha corriente que vamos a inducir ($I_{inducida}$), la densidad de corriente (ρ), el diámetro de la muestra (D), y su longitud (l), se ha podido llegar a la conclusión de cuál es la mejor densidad de corriente de partida. Se debe tener en cuenta que la densidad de corriente que se establezca con una determinada corriente constante irá variando a la vez que varíe el radio de la muestra en la que se esté realizando el proceso (ver 2.14).

$$I_{inducida} = \rho\pi D l \quad (2.14)$$

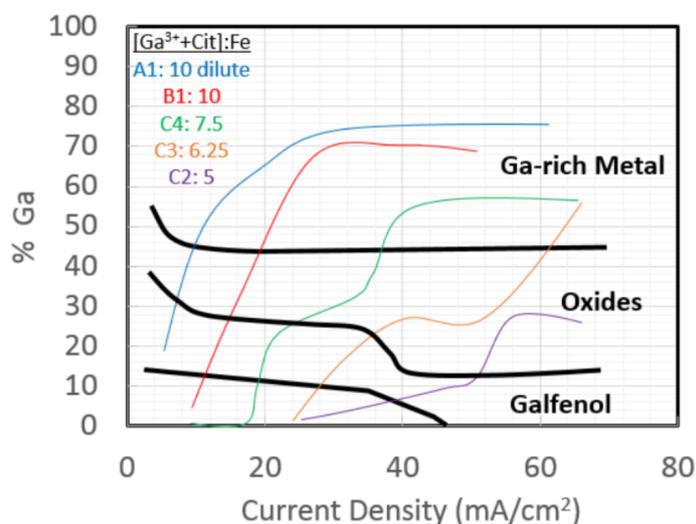


Figura 2.8: Gráfica del diagrama de fases electroquímicas que muestra las regiones del porcentaje de Galio y densidades de corriente que producen Galfenol u otras fases [25].

Teniendo en cuenta la composición de la disolución que se va a utilizar en este trabajo para hacer la electrodeposición de Galfenol (explicada más adelante, ver apartado 3.3), la zona que sería interesante observar es la que se encuentra entre la curva naranja y verde. Esto indica que la densidad de corriente que proporcionará un porcentaje de Galio óptimo estará en el rango de los 22 a los 30 mA/cm². Hay que tener en cuenta que la densidad de corriente bajará según crezca el radio (ver ec. 2.14), por lo que habrá que procurar mantener dicha densidad entre los 30 y los 10 mA/cm² en todo el proceso de electrodeposición para conseguir Galfenol (según el área que muestra la gráfica de la Fig. 2.8).

Teóricamente, debería ser posible alcanzar una magnetostricción de 300ppm en estas condiciones con niveles que se suponen óptimos, aunque actualmente no ha sido posible superar el umbral de 150ppm de deformación en microhilos.

2.7. Terfenol-D

El Terfenol-D ($Tb_xDy_{1-x}Fe_y$, donde x es aproximadamente 0.3 e y igual a 2) es conocido como un material que proporciona una magnetostricción gigante con una variación de longitud de onda (debido a la deformación sufrida al aplicar un campo magnético de saturación) de hasta 2000ppm [26], llegando a ser el que mayor magnetostricción ofrece.

Este material fue desarrollado por la Naval Ordnance Laboratory (NOL, de ahí su etimología) en la década de 1970 en Estados Unidos. A base de crear una aleación de tierras raras (el terbio, utilizado en las industrias de energía limpia, defensa e iluminación fluorescente [27] y el disprosio) y hierro, se consiguió un material que era capaz de expandirse o encogerse ante la exposición de un campo magnético, si bien no se consiguió la tecnología necesaria para producir eficientemente el

componente hasta 1980 (laboratorios Ames, armada estadounidense). Su aplicación inicial fue en sistemas de sonar en el ejército [28].

Actualmente se utiliza en numerosos campos, como en sensores, actuadores o en transductores acústicos y ultrasónicos. También se ha considerado usar en inyectores de combustible para motores diésel, debido a las altas tensiones que se pueden producir.

En este proyecto se ha hecho un estudio exhaustivo de la información, teoría, aplicaciones e investigaciones que se han llevado a cabo con este compuesto. Sin embargo, ha sido sorprendente la poca cantidad de artículos y trabajos que se han podido encontrar acerca del Terfenol-D y de su electrodeposición, a pesar de tener tan buenas características. Esto puede deberse al secretismo del ejército y la propiedad de la mayoría de las patentes del elemento (las demás las tienen empresas privadas como Etrema [29]), además de la dificultad de su electrodeposición.

Cabe destacar que los estudios encontrados se basan siempre en la aplicación de la precompresión (ver Fig. 2.9).

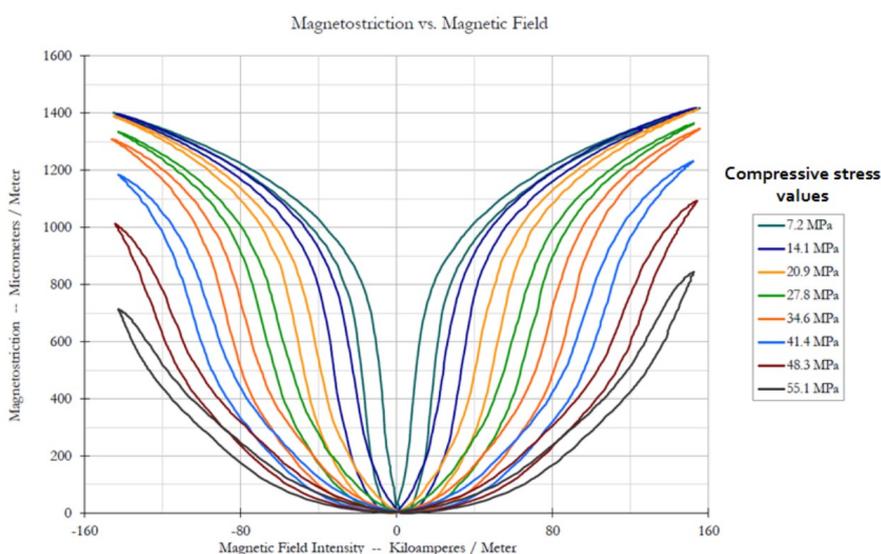


Figura 2.9: Gráfica de la Magnetostricción vs. Campo magnético aplicado a una pieza de Terfenol-D [29].

2.8. Ciclos de histéresis magnética

La histéresis es una propiedad importante que poseen los materiales magnéticos en su comportamiento, la cual consiste en la capacidad o tendencia de un determinado material a no recuperar su forma inicial a la misma velocidad o manera con la que ha cambiado, al ser sometido a una fuerza que lo deforma.

El ciclo de histéresis magnética es el encargado de representar la dependencia no lineal de la inducción magnética con la intensidad en el campo magnético.

Puesto que en este trabajo se van a obtener muestras con materiales ferromagnéticos, se ha considerado interesante añadir el estudio de los ciclos de histéresis con el fin de observar dicho fenómeno con un sistema montado en el propio laboratorio.

Con el fin de entender la gráfica de histéresis que se va a obtener con las muestras fabricadas a lo largo de este proyecto, se ha llevado a cabo un breve estudio teórico y físico de los ciclos de histéresis.

La magnetización de la muestra (M) estará relacionada con el campo magnético (B) al que se someterá dicha muestra, así como con la excitación magnética (H) [30]:

$$B = \mu_o \cdot (H + M) = \mu_o \cdot (H + X_m \cdot H) = \mu_o \cdot (1 + X_m) \cdot H \quad (2.15)$$

Donde μ_o representa la permeabilidad del medio en el vacío (constante magnética), y hace referencia a la capacidad de un material para atraer y conducir líneas magnéticas de flujo. Por otra parte, la X_m representa la susceptibilidad magnética del material, la cual se refiere a la respuesta de un medio al campo magnético externo [31].

De esta manera, partiendo de la ecuación 2.15, se puede establecer una relación entre magnetización y excitación magnética (ver ec. 2.16). El interés de llegar a esta conclusión reside en que pueda expresarse el efecto de reorientación de átomos y moléculas (representado por la susceptibilidad magnética, X_m) según la orientación del campo, que reside en la magnetización de un material por medio de un campo magnético externo [32]. Este fenómeno podría llegar a recordar al mismo que ocurre con la magnetostricción (explicado en el apartado 2.5).

$$M = X_m \cdot H \quad (2.16)$$

En los materiales ferromagnéticos, tanto la X_m como la μ dependen de la excitación aplicada al material, tanto de los procesos pasados, como a los procesos a los que se vaya a someter, por lo que las relaciones antes explicadas no son lineales. En los ciclos de histéresis se representa $M = f(H)$ (ver Fig. 2.10), en los cuales se observa que, efectivamente, la tendencia no es lineal. En consecuencia de este fenómeno, la excitación magnética de la imanación de una muestra perdurará incluso después de que la excitación magnética que la causó, se haya detenido.

En la Figura 2.10 puede observarse un ejemplo de una gráfica de histéresis. En ella se pueden estudiar las diferentes fases por las que pasa un elemento con esta propiedad.

Cuando se aplica por primera vez un campo magnético creciente a la muestra, la imanación aumenta desde el punto 0 hasta la magnetización de saturación M_s . A partir de dicho valor, la imanación no crece más. Este fenómeno viene representado por la curva de primera imanación. A continuación, si el campo de excitación se hace disminuir, hasta anularlo de nuevo, la imanación no decrecerá con la misma pendiente con la que ha aumentado. Esto se debe a que la orientación de los dominios de vuelta a su estado inicial no es del todo reversible, como ya se ha explicado anteriormente, y se obtendrá una curva decreciente en la que se puede situar la imanación remanente, M_r , que queda residente en la muestra (aunque el campo magnético de excitación sea nulo). En el caso de volver a aumentar el campo de excitación, se conseguirá otra curva creciente de imanación que llegue de nuevo hasta la imanación de saturación, formando así, el ciclo de histéresis completo. Por último, es interesante remarcar que la imanación remanente podría verse anulada con un campo magnético coercitivo (sentido contrario de la excitación H_c), es decir, inverso al campo que se ha usado para excitar la muestra.

El área que engloba el ciclo es la energía disipada por el material en forma de calor en el proceso cíclico irreversible de imanación y desimanación al que se le ha sometido (a menor área, menos pérdidas de energía, lo que indica que el material es magnéticamente blando) [33].

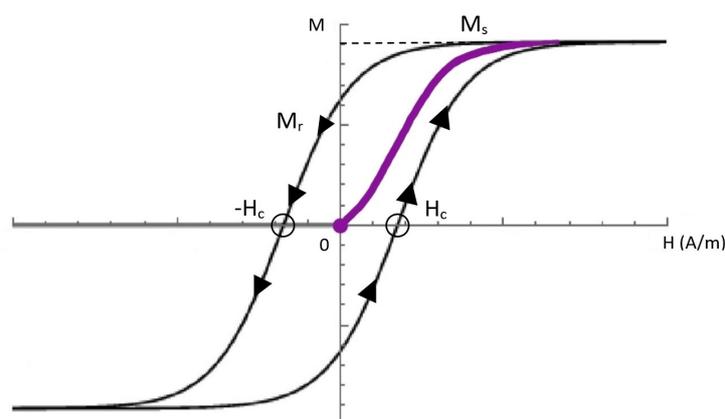


Figura 2.10: Ejemplo de un ciclo de histéresis y sus fases.

Por último, es importante tener en cuenta que, a partir de la forma del ciclo de histéresis que se obtenga de un cierto material, este puede clasificarse dentro de dos grandes grupos: materiales no biestables y materiales biestables. El ciclo de un material no biestable (ver Fig. 2.11a) crece y decrece con una cierta pendiente, dependiendo del campo magnético y excitación magnética, a la vez que de las características del material. Mientras tanto, el ciclo de un material biestable presenta un cambio brusco de sentido de la imanación, pasando de una zona de saturación a otra rápidamente (ver Fig. 2.11b).

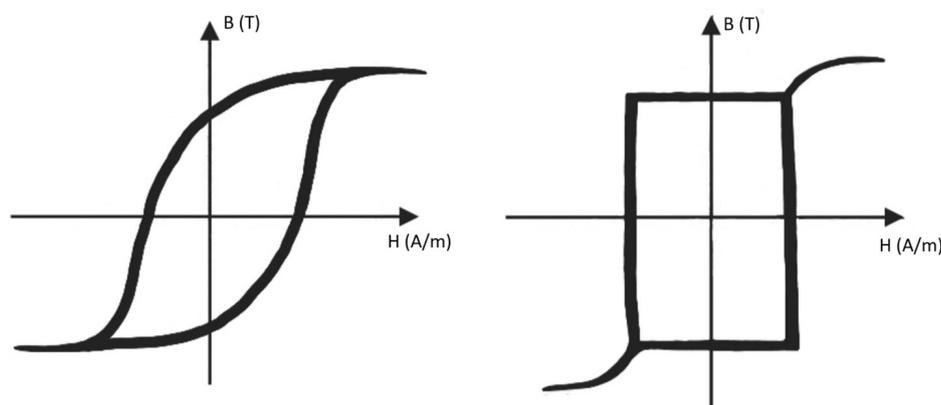


Figura 2.11: Ciclos de histéresis de materiales magnéticos de tipo: a) No biestable. b) Biestables.

En este proyecto, cabe esperar que las muestras fabricadas salgan biestables o casi biestables. Esto se debe a que al aplicar la corriente de excitación que cree el campo magnético que magnetice la muestra, este campo se distribuye de manera circular, pero al llevar a cabo el proceso de electrodeposición, es posible que el material sea amorfo, y que se magnetice axialmente por la anisotropía de la forma. Con el fin de obtener un buen valor de magnetostricción con las FBGs, estas deberían dar un ciclo de histéresis con una remanencia baja que indica una imanación axial. Con ello, se conseguiría que al aplicar un campo magnético axial, la muestra se deforme axialmente (anisotropía magnética circular). Para pasar de un ciclo biestable a un ciclo no biestable, es necesario rotar la imanación de la muestra para que el campo sea circular, y no axial, provocando un ciclo

con una remanencia lo menor posible. Dicha rotación puede provocarse con la aplicación de un campo magnético circular, calentando la muestra por encima de su temperatura de Curie, y luego disminuyéndola. El campo circular se consigue con la aplicación de una corriente, que genera un campo circular en el interior de la muestra. También puede conseguirse la rotación con la variación de longitud aplicando una fuerza que haga alargar la muestra (moléculas se redistribuyen).

En la documentación, el método que se utiliza para provocar este fenómeno es la precompresión (variación de longitud). En este trabajo se ha optado por investigar y experimentar con el campo magnético, lo cual es bastante novedoso, pues no se han encontrado artículos que demuestren de manera experimental este fenómeno. Teniendo esto en cuenta, la manera de intentar conseguir la rotación de la imanación será pasar por la muestra una corriente que genere un campo magnético circular y, al mismo tiempo, calentar la muestra, alcanzando una temperatura muy alta (la fibra se llegará a poner al rojo vivo, teniendo cuidado de que no se llegue a romper). En apartados posteriores, se mostrarán gráficas que demuestran los resultados de esta nueva técnica.

Capítulo 3

Procesos Experimentales

3.1. Sputtering

La pulverización catódica, también conocida como Sputtering, es un proceso físico en el que se bombardea, en vacío y a alta velocidad, un blanco de un determinado material con iones energéticos (normalmente argón con carga positiva, debido a que se trata de un gas pesado). Con ello se consigue la vaporización de átomos del material del blanco que, en este caso, irán a recubrir la fibra o FBG en la que se quiera hacer Sputtering (ver Fig. 3.1).

En el presente proyecto, se utiliza esta técnica para cubrir la FBG con una capa conductora que la convierta en un cátodo, necesario en la electrodeposición a corriente constante (proceso que se presentará más adelante, ver apartado 3.3).

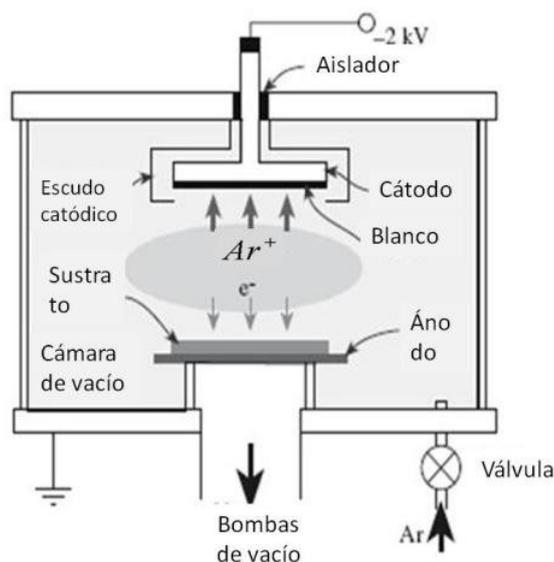


Figura 3.1: Esquema explicativo del proceso de Sputtering.

Con el fin de llevar a cabo este proceso en las muestras, se ha podido acceder al sistema LEICA EM MED020 (ver Fig. 3.2), recubridor de alto vacío especial para realizar Sputtering, gracias al servicio del Laboratorio de Microscopía Electrónica de la UPV.



Figura 3.2: Sistema LEICA EM MED020, en la UPV.

Para comenzar a realizar el sputtering en las muestras, se deben colocar en el módulo cilíndrico de vacío de la máquina (ver Fig. 3.3). La distancia entre el blanco y la muestra variará según el elemento que se quiera depositar. En este proyecto, se ha llevado a cabo el sputtering con níquel, cuyas condiciones son una distancia de las fibras al blanco de 5 centímetros y una intensidad aplicada de 90 miliamperios.



Figura 3.3: Módulo de vacío en el que se introducen las muestras para hacer sputtering con el sistema LEICA EM MED020.

Una vez colocadas las muestras en la máscara, se hace vacío cerrando el compartimento. Para conseguir unos resultados óptimos, debe controlarse que el valor de vacío se mantiene inferior a 10^{-5} milibares. En caso contrario, deberá repetirse el proceso hasta conseguir el valor óptimo.

Una vez conseguido el valor propicio del vacío, se deja entrar en la cápsula el gas argón, manteniendo la presión interior entre $2 \cdot 10^{-2}$ y $5 \cdot 10^{-2}$ milibares.

Por otra parte, la máquina marca el ritmo del proceso de deposición en nm/s. Sabiendo esto, es sen-

cillo calcular el tiempo que se deben de dejar las muestras haciendo sputtering. Al querer conseguir un grosor de capa de medio micrómetro aproximadamente, el tiempo total del proceso ha sido de 10 minutos (600 segundos) por cada lado. Esto se debe a que como las muestras son cilíndricas, se deben voltear y hacer el mismo proceso por ambas caras con el fin de conseguir un recubrimiento lo más homogéneo posible.



Figura 3.4: Monitor con los datos que muestra el sistema mientras se lleva a cabo el proceso de sputtering.

El resultado final del proceso se puede observar en la Figura 3.5. En dicha imagen, se muestra el sputtering en 3 FBGs en la máscara utilizada para delimitar la zona de sputtering. Además, se ha indicado el segmento de fibra óptica en donde se encuentran las FBGs (ver los recuadros amarillos). Por último, cabe destacar que como el proceso es largo, se instalan y accionan unas mangueras de agua que refrigeran la máquina para evitar que pueda llegar a un sobrecalentamiento.

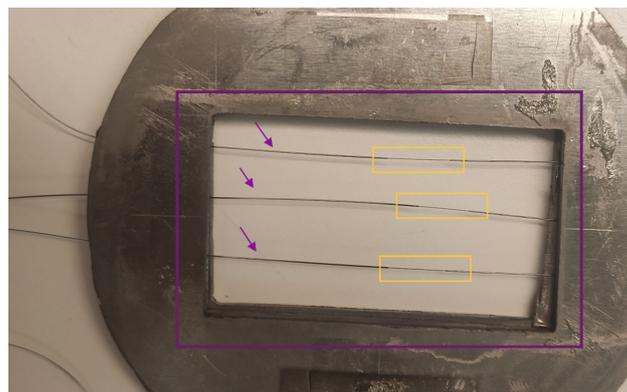


Figura 3.5: Detalle de 3 FBGs (situadas en los recuadros amarillos) con sputtering de níquel, colocadas en la máscara, con un grosor final de 500nm.

3.2. Niquelado Químico

El niquelado químico es un proceso que se basa en la deposición auto-catalítica, la cual utiliza una serie de reacciones químicas producidas en una disolución acuosa sin la necesidad de emplear una fuente de corriente externa. El objetivo de la técnica es depositar una capa de aleación de níquel y fósforo, a través de la reducción catalítica de iones de níquel (usando un agente reductor, en el caso de este trabajo, el hiposfítico sódico). Es posible obtener una deposición a distintos porcentajes de fósforo que varíen las propiedades metalúrgicas de la muestra [34].

El niquelado químico es ampliamente utilizado en el mundo de la industria y la ingeniería, debido a que se caracteriza por ofrecer unos resultados de capas uniformes y homogéneas, en una gran variedad de materiales (metálicos, plásticos...) y texturas (lisas, irregulares, interiores...).

A parte de la capa uniforme de níquel que proporciona, el niquelado químico provee a la muestra de otras numerosas ventajas [35]:

- Robustez y dureza.
- Resistencia a la corrosión y desgaste.
- Alta soldabilidad.
- Propiedades magnéticas y eléctricas ajustables.
- Deposición en numerosos materiales sobre la capa de níquel (conductores o no).

Como ya se explicó en el apartado 3.1, el sputtering de níquel proporciona una fina capa de partículas de níquel, si bien no tiene un grosor considerable como para hacer a la fibra suficientemente conductora. Por ello, se realiza posteriormente el niquelado químico con el fin conseguir una capa conductora en la muestra sobre la que queramos hacer electrodeposición.

Es importante añadir que no es posible hacer directamente el niquelado químico sobre la fibra, ya que el níquel necesita otras partículas de níquel para conseguir adherirse a una superficie.

En el Anexo A.1 puede consultarse el proceso detallado para llevar a cabo el niquelado químico. Además, en la Tabla 3.1 pueden verse recogidos los componentes y cantidades de una disolución acuosa de 250mL totales, que se han utilizado en el proyecto. Sin embargo, las composiciones son variadas y dependientes de la empresa e industria que utilice el proceso. Debido al difícil acceso a esta información, la técnica final en este trabajo se ha guiado por el estudio y evaluación teóricas de la disolución.

En general, es importante tener en cuenta que la mezcla debe encontrarse con un pH entorno a 8-9 (utilización de amoníaco para regular dicha característica), y la temperatura de trabajo será superior a los 90°C (puede verse el calentamiento de la disolución con un hornillo en la Fig. 3.6a).

Componente	Cantidad (g) en 250mL
Cloruro de Níquel ($NiCl_2$)	14
Citrato Sódico ($Na_3C_6H_5O_7$)	25
Hipofosfito Sódico ($NaPO_2H_2$)	22.5

Tabla 3.1: Tabla de componentes y cantidades necesarias para obtener la disolución con la que hacer el niquelado químico.

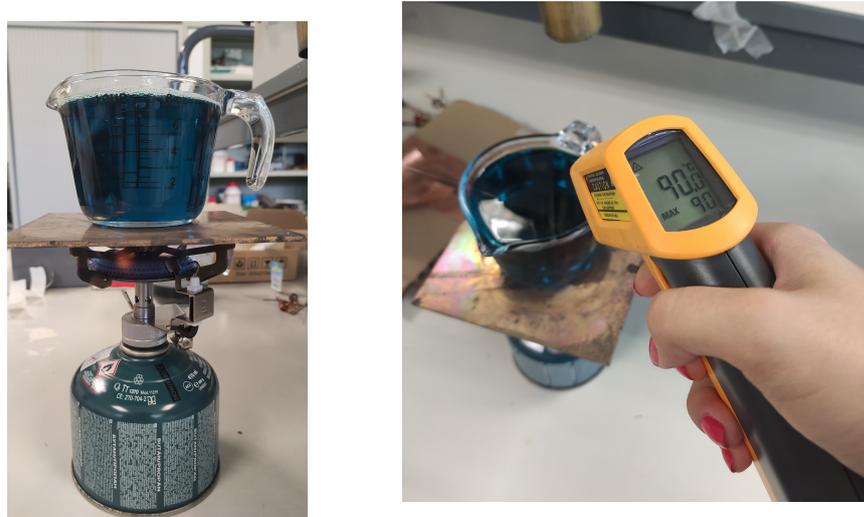


Figura 3.6: Niquelado químico de muestras. a) Disolución acuosa preparada y puesta a calentar hasta alcanzar la temperatura necesaria y poner las muestras dentro. b) Control de temperatura de la disolución. En la imagen, se encuentra ya a la temperatura idónea.

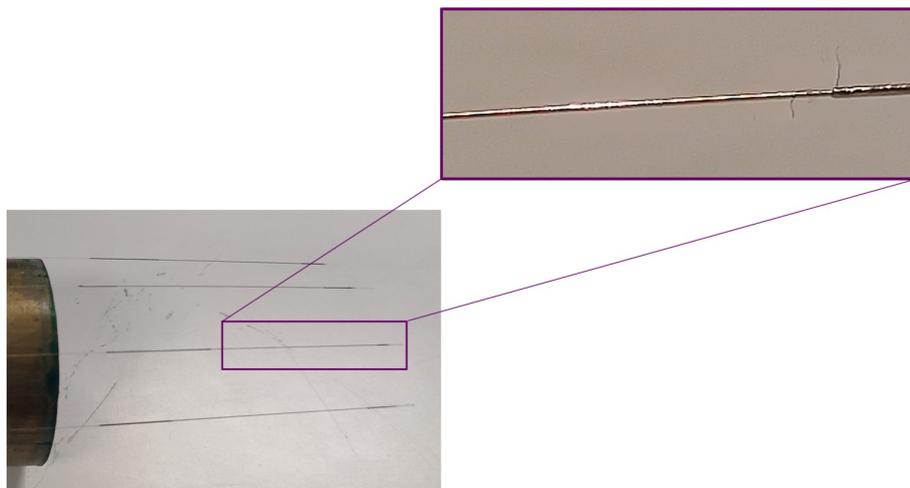


Figura 3.7: Detalle de las fibras con niquelado químico.

3.3. Electrodeposición

La electrodeposición química es un proceso electroquímico que tiene como objetivo cubrir una determinada muestra con una capa fina de un material, utilizado en numerosas aplicaciones industriales [3]. Para ello, se deben introducir dos electrodos, los cuales hacen de cátodo (negativo) y ánodo (positivo), en una disolución acuosa conductora de corriente, y que incluye iones del metal a depositar [36]. Haciendo pasar una corriente eléctrica a través de la disolución, se consigue una reducción de los cationes en el cátodo que hace que se precipiten y creen una fina capa sobre este. Por otro lado, el ánodo sufrirá un proceso de oxidación, cediendo electrones, y ayudando al proceso de reducción de iones (ver Fig. 3.8).

En el caso de este trabajo, el cátodo será la muestra de fibra óptica en la que se quiere depositar. Para el ánodo se utilizará un electrodo de platino.

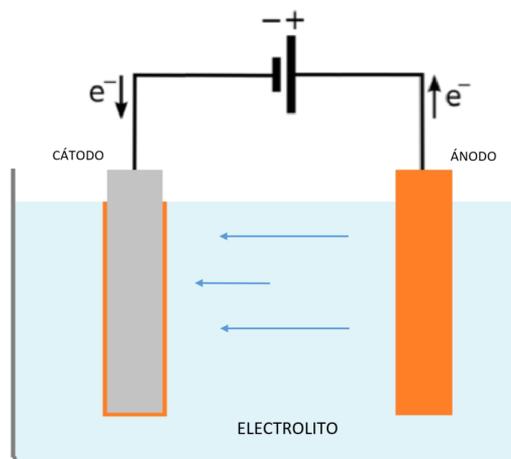


Figura 3.8: Esquema del proceso de la electrodeposición con 2 electrodos.

La técnica de electrodeposición que se ha llevado a cabo en la parte experimental de este proyecto puede dividirse en distintos procesos.

En la mayoría de los artículos científicos, utilizados como bibliografía, se explicaba que el proceso realizado para depositar en una muestra se basaba en el uso de 3 electrodos (usando el electrodo de referencia), haciendo un estudio del potencial entre ellos y manteniendo la densidad de corriente estable. Este método se ha seguido para realizar la electrodeposición de Terfenol-D, ya que al tener poca documentación, ha sido preferible intentar replicar en la medida de lo posible las condiciones de dichos artículos [9, 26]. En cambio, como se explicó en el apartado 2.6, se encontró interesante poder llevar a cabo esta técnica usando corriente constante en el caso de la electrodeposición del Galfenol, con el objetivo de controlar de manera más exacta la corriente (ya que la densidad de corriente controla el %Ga). Al ser una forma novedosa de llevar a cabo la electrodeposición, se ha necesitado hacer varios estudios anteriores antes de llevar a cabo la técnica en el laboratorio.

En primer lugar, se ha realizado un estudio previo del comportamiento de las relaciones teóricas (haciendo uso de la ecuación explicada en la teoría, ver ec. 2.14).

A continuación, se ha diseñado una fuente de corriente que proporcione, de forma constante, la corriente necesaria para obtener la electrodeposición en la muestra. De esta manera, se puede hacer un control más preciso y exacto de la densidad de corriente requerida. Como puede observarse en el esquemático de la Fig. 3.9, se ha optado por una fuente de corriente diseñada con un operacional OP27 (que se reproducirá en una protoboard tantas veces como muestras queramos poner a fabricar simultáneamente, ver Fig. 3.13, recuadro rojo), una resistencia variable que ajusta el rango de corriente de forma más precisa (una de ellas fija con la finalidad de elegir un rango de corriente de forma general, y el potenciómetro para hacer el ajuste final más fino), y cinco condensadores.

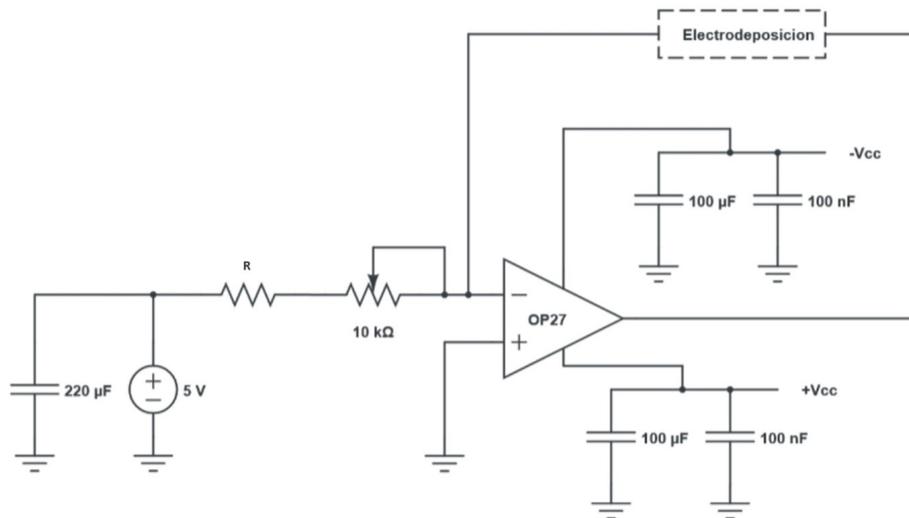


Figura 3.9: Esquemático de la fuente de corriente diseñada para electrodeposición de Galfenol.

Según sus especificaciones, este operacional es capaz de llegar a los 30mA como máximo (ver Anexo A.2). Sin embargo, hay que tener en cuenta que dicha corriente máxima vendrá limitada en nuestro circuito por la tensión de saturación del operacional. Esta tensión deberá ser inferior a la diferencia de potencial de los electrodos que constituyen la realimentación del operacional. De forma aproximada y estimada, la corriente máxima debería estar sobre los 20mA, sin llegar a superarlos para evitar problemas con la zona de saturación (tensión entre los electrodos inferior a la tensión de saturación del amplificador). Sabiendo esto, el rango de corriente y los respectivos valores de resistencias (se ha establecido la resistencia fija a 250Ω , para conseguir un máximo de corriente de 20mA, ver ec. 3.1) del circuito diseñado será:

$$I = \frac{V}{R} = \frac{5}{R_{fija} + R_{pot}} = \begin{cases} I_{minima} = 488\mu A, & \text{con } R_{pot} = 10k\Omega \\ I_{maxima} = 20mA, & \text{con } R_{pot} = 0 \end{cases} \quad (3.1)$$

Una vez montada la fuente de corriente, ya se puede empezar a fabricar las muestras. Para ello, se deberán realizar la disolución específica que permita depositar, en este caso, el Galfenol (ver Tabla 3.2), además de los cálculos de la corriente y densidad de corriente que se quiera hacer pasar por la disolución y los electrodos, de lo cual depende el crecimiento y la anchura de la capa depositada.

Componente	Concentración (M)	g para 150mL	g para 500mL
Sulfato de Galio ($Ga_2(SO_4)_3$)	0.06	3.85	12.83
Sulfato de Hierro ($FeSO_4$)	0.03	1.25	4.17
Ácido Bórico (H_3BO_3)	0.5	4.64	15.46
Citrato de Sodio ($Na_3C_6H_5O_7$)	0.15	5.92	19.74
Áido Ascórbico ($C_6H_8O_6$)	0.04	1	3.52

Tabla 3.2: Tabla de componentes y cantidades necesarias para obtener la disolución para electrodepositar Galfenol [23].



Figura 3.10: Compuestos químicos utilizados junto con báscula usada con el fin de medir las cantidades necesarias, para llevar a cabo la disolución empleada en la electrodeposición de Galfenol.

Por otro lado, se ha diseñado una fuente de voltaje que permita regular el voltaje necesario para la deposición de Terfenol-D. Para ello, es necesario entender cómo funciona el electrodo de Calomel que nos guiará por el proceso de ajuste de potencial. El electrodo de Calomel (ver Fig. 3.11a) es un electrodo de referencia basado en la reacción entre plata y cloruro de plata. Ambos reactivos, ganan o pierden electrones dependiendo del medio en que se sumerge el electrodo, creando una diferencia de potencial entre metal y electrolito, y permitiendo medir distintas características como el pH, la volumetría física, o el potencial, la cual, en nuestro caso, es la que nos interesa medir [37, 38]. Cabe destacar que el electrodo de Calomel original era de mercurio y, aunque siguen existiendo, se ha decidido utilizar el electrodo basado en plata debido a la alta toxicidad del mercurio.

En la Figura 3.11b puede observarse el esquema del funcionamiento de este electrodo. El electrodo de trabajo sería, en este caso, la muestra en la que se quiere hacer electrodeposición (cátodo). Entre dicha muestra y el electrodo de Calomel es donde se deberá fijar el potencial necesario para depositar Terfenol-D.

El valor óptimo de potencial de entrada para conseguir una máxima magnetostricción con la electrodeposición de Terfenol-D es -930mV (V_{in}), siendo posible que varíe en el rango de los -700mV a los -1055mV [9].

Se ha planteado una fuente de voltaje basada en un divisor de tensión con el que se pueda establecer el potencial que se quiera usar (ver Fig. 3.12).

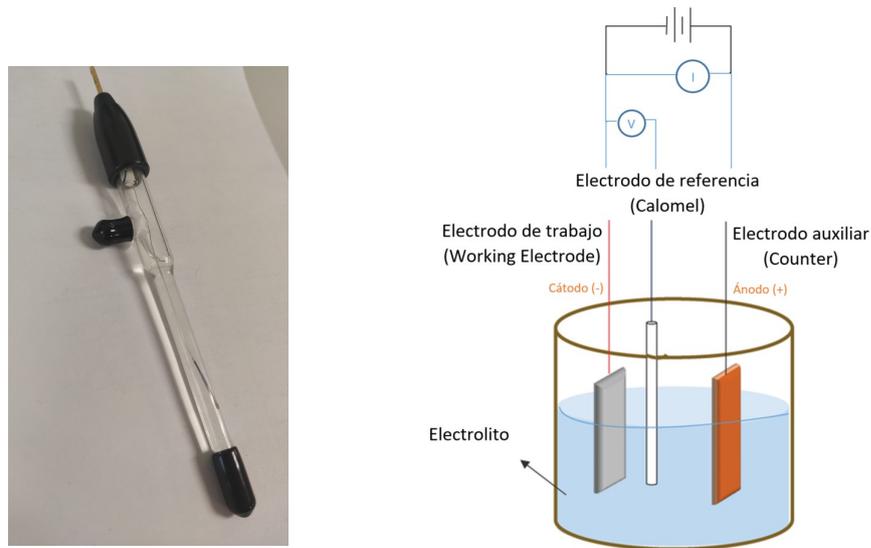


Figura 3.11: a) Electrodo de Calomel utilizado en el laboratorio para hacer las mediciones del potencial b) Esquema del funcionamiento del electrodo de Calomel (técnica de los 3 electrodos).

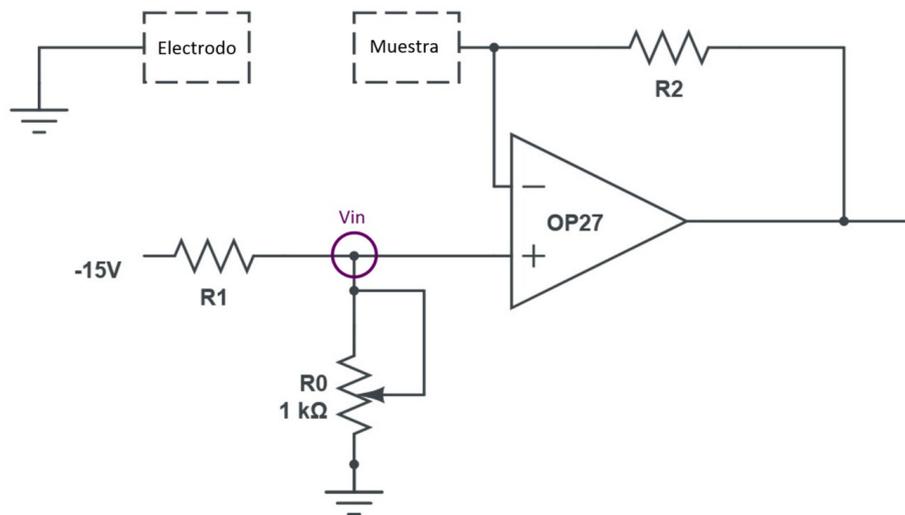


Figura 3.12: Esquemático de la fuente de voltaje diseñada para electrodeposición de Terfenol-D.

Para saber el valor de R_1 ha bastado con realizar los cálculos propios de un divisor de voltaje:

$$-930mV = -15000 * \frac{R_o}{R_o + R_1} \quad (3.2)$$

Despejando, $R_1=10.6k\Omega$. Por otra parte, para determinar R_2 basta con controlar que el amplificador no se sature, es decir, que llegue a las $\pm 15V$.

Cabe destacar que este circuito se reproducirá en una protoboard tantas veces como muestras queramos poner a fabricar simultáneamente (ver Fig. 3.13, ver recuadro azul).

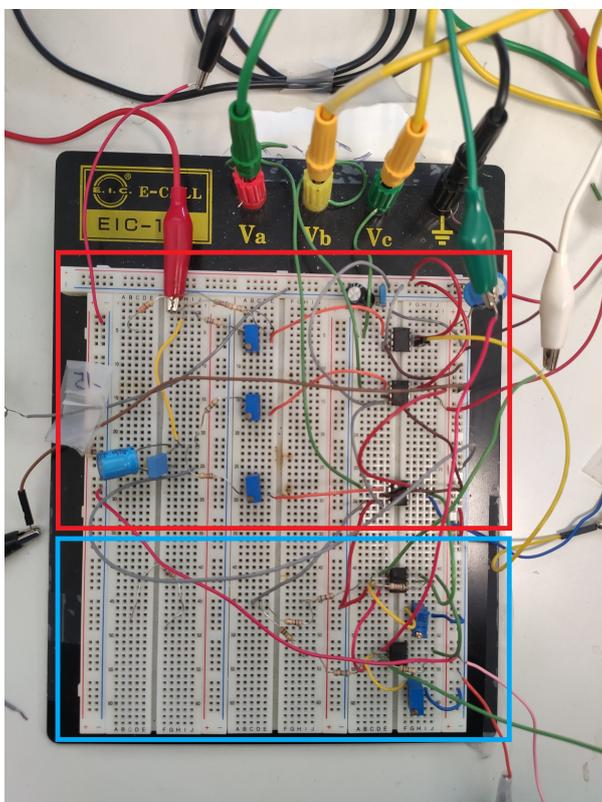


Figura 3.13: Protoboard con las fuentes (en rojo de corriente, en azul de voltaje) utilizadas para la Electrodeposición.

Montado el circuito puede llevarse a cabo la disolución en la que se realizará la electrodeposición de Terfenol. Tal y como se ha indicado con el Galfenol, en la Tabla 3.3 puede consultarse los compuestos y cantidades que se han utilizado en el caso del Terfenol.

Componente	g para 150mL	g para 100mL
Sulfato de Terbio ($Tb_2(SO_4)_3$)	0.3	0.2
Sulfato de Disprosio ($Dy_2(SO_4)_3$)	0.7	0.467
Cloruro de Hierro ($FeCl_3$)	0.5	0.34
Sulfato de Hierro ($FeSO_4$)	1.8	1.2
Ácido Tartárico ($C_4H_6O_6$)	3	2
Ácido Cítrico ($C_6H_8O_7$)	0.5	0.34
Cloruro de Potasio (KCl)	33	22
Hidróxido de Sodio ($NaOH$)	1.1	0.734

Tabla 3.3: Tabla de componentes y cantidades necesarias para obtener la disolución para electrodepositar Terfenol-D [9].

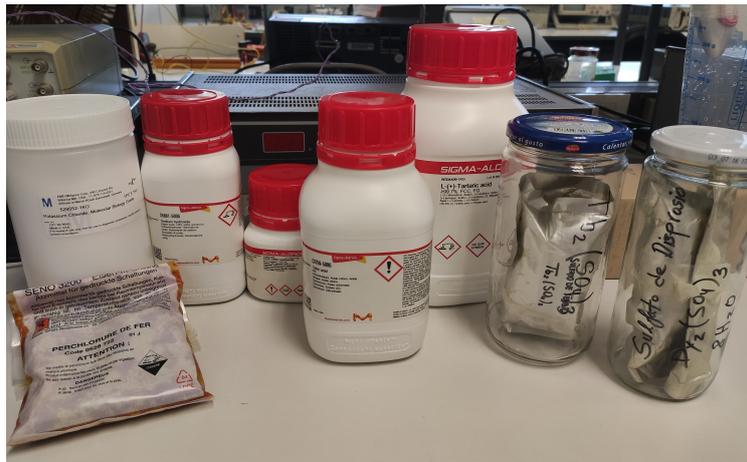


Figura 3.14: Compuestos químicos utilizados para llevar a cabo la disolución utilizada en la electrodeposición de Terfenol.

Para empezar con esta parte de la investigación, en la que llevamos a cabo un proceso costoso y complejo, hemos decidido utilizar fibra óptica monomodo estándar en primer lugar. Con ello, se podrá afianzar la técnica sin necesidad de malgastar FBGs (como ya se ha explicado, son difíciles de fabricar).

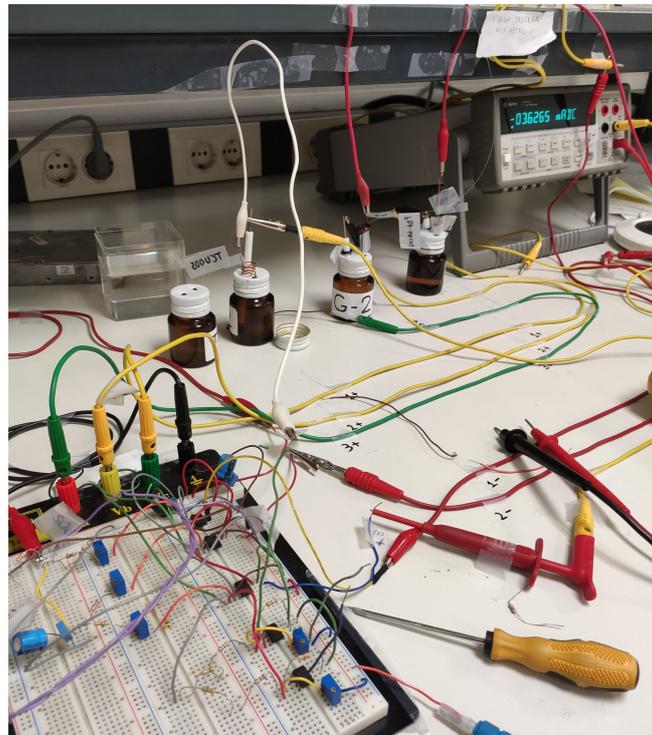


Figura 3.15: Electrodeposición de 3 muestras en el laboratorio, con la fuente de corriente montada en una protoboard y los botes de disolución de Galfenol elaborada con dos electrodos.

3.4. Fabricación de un sistema de medida de ciclos de histéresis magnética

Para la obtención de los ciclos de histéresis de las muestras, se ha elaborado un sistema de bobinas (ver Fig. 3.16). Dicho sistema está formado por una bobina externa, por la que se hará circular una corriente de excitación dando lugar a la aparición del campo magnético de excitación. Por ello, esta bobina se denominará excitadora. Además, el sistema contará con dos bobinas internas captadoras, más pequeñas, que se encargarán de medir las curvas de imanación mediante la contribución debida a la imanación de la muestra. Estas bobinas están colocadas en serie-oposición (la excitación debida al campo magnético se anulará con la debida al campo de la otra bobina al tener sentido opuesto). De esta manera, la muestra se hará pasar por una de las bobinas captadoras, provocando una fuerza electromotriz, mientras que la otra (sin muestra) será la encargada de compensar el campo. Por tanto, puede saberse a ciencia cierta que la tensión generada se deberá únicamente a la muestra. Cabe destacar que al utilizarse una sola bobina excitadora, habrá que tener especial cuidado en colocar las bobinas captadoras en su interior lo suficientemente lejos como para que no interfieran entre ellas, y el campo pueda ser compensado correctamente.

En la Figura 3.16 puede estudiarse el esquema general del sistema de bobinas que se ha explicado anteriormente. A continuación se presentará el desarrollo teórico que se ha llevado a cabo para obtener las bobinas y montar la estructura completa.

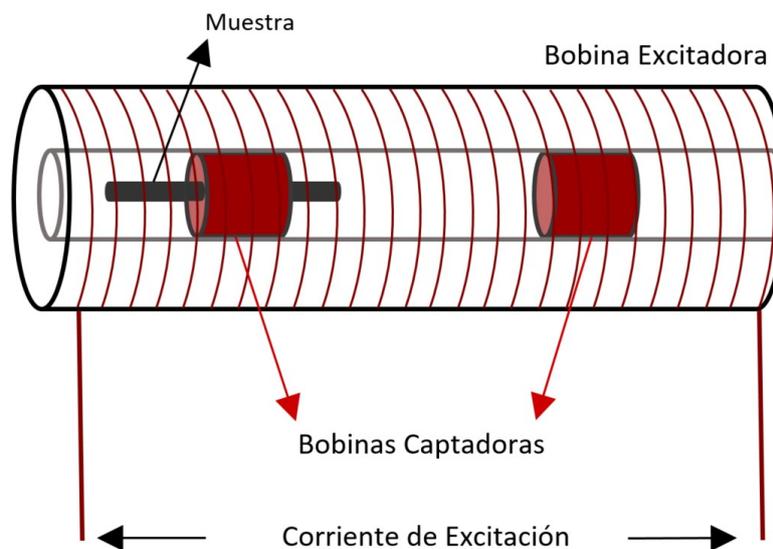


Figura 3.16: Esquema del sistema de bobinas para la medición de ciclos de histéresis.

La estructura de la bobina principal se compone de un cilindro de cerámica (conductor térmico) y 2 piezas de plástico suficientemente fuertes como para aguantar el bobinado que se realizará entre ellas.

Por otra parte, antes de realizar el bobinado, ha sido necesario desarrollar una serie de cálculos teóricos, con el fin de saber las características físicas que debe de tener la bobina excitadora (ver resultado en Fig. 3.17).

El campo magnético producido por una bobina en función del número de vueltas en longitud (N_1), el número de vueltas en grosor o capas (N_2), la corriente aplicada (I) y la longitud de la bobina (l), se representa como:

$$H = \frac{N_1 N_2 I}{l} \quad (3.3)$$

Como se va a utilizar un hilo de cobre de 1mm de diámetro (\emptyset_{hilo}), y anulando N_1 , se tiene:

$$H = \frac{N_1 N_2 I}{N_1 \emptyset_{hilo}} = \frac{N_2 I}{\emptyset_{hilo}} = \frac{N_2 I}{10^{-3}} = 10^3 N_2 I \quad (3.4)$$

En el caso de establecer una corriente máxima de 10A, se obtendrá:

$$H_{max} = 10^3 \cdot 10 \cdot N_2 = 10kA/m N_2 \quad (3.5)$$

Dependiendo de las capas de hilo de cobre que se pongan para formar la bobina, se obtendrá un campo magnético máximo diferente. Se ha decidido establecer $N_2=10$ como valor de partida, con posibilidad de añadir alguna capa más a la hora de hacer el bobinado (en el resultado final se llegaron a hacer 11 capas en total). Con ello, el campo máximo que tendremos será de 100kA/m. Por último, midiendo el cilindro cerámico en el que se hará el bobinado, se obtiene que tiene 14cm de longitud. Es fácil deducir que el número de vueltas que se hará en un capa, es decir, N_1 , será igual a 140.

La N total será de 1400.

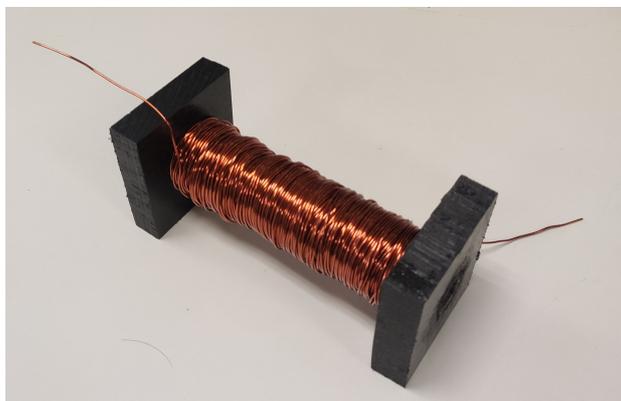


Figura 3.17: Bobina excitadora con características: $N_1=140$, $N_2=11$, $l=14$ cm.

Un vez montada la bobina excitadora, se ha caracterizado midiendo la relación entre el campo magnético y la corriente. Para ello, se ha utilizado un gaussímetro (ver Fig. 3.18a) para medir el campo magnético que se forma en el interior de la bobina. Midiendo a distintas corriente, se obtiene una gráfica lineal ascendente (ver Fig. 3.19, consultar anexo A.3 para ver la tabla completa de datos), la cual tiene sentido si se vuelve a estudiar la ecuación 3.3 (magnitudes directamente proporcionales). El pequeño desfase entre los valores de campo y corriente (a una corriente de 10A no se obtienen los 100kA/m calculados en las ecuaciones teóricas) se debe a que ha realizado el bobinado a mano, pudiéndose producir un pequeño error en la uniformidad de las capas.



Figura 3.18: Proceso de caracterización de la bobina excitadora. a) Gaussímetro utilizado para medir la inducción de la bobina excitadora b) Bobina excitadora caracterizada.

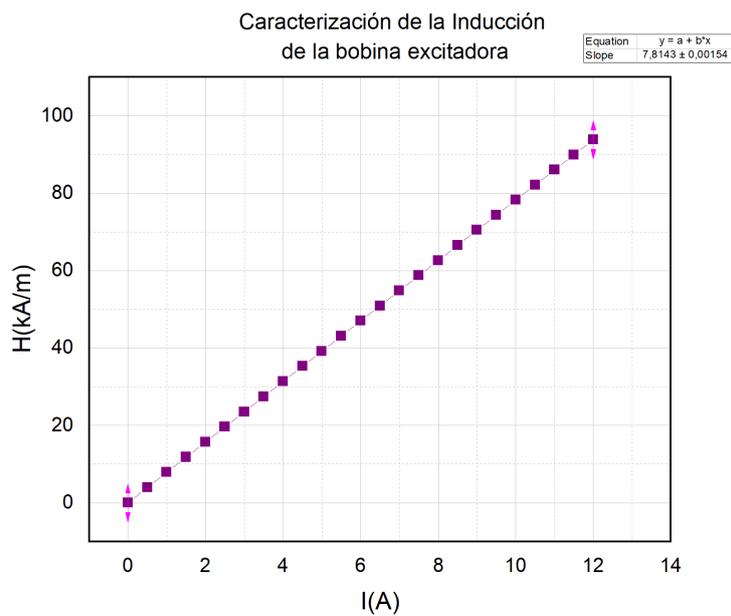


Figura 3.19: Gráfica que muestra la inducción del sistema de bobinas para la medición de los ciclos de histéresis.

En el caso de las bobinas captadoras (ver Fig. 3.20), se han utilizado unas piezas de plástico de dimensiones óptimas para su realización (diámetro exterior=5mm y diámetro interior=2mm). Con el fin de llenar la pieza con el bobinado, se ha utilizado un cable de cobre de diámetro = $100\mu\text{m}$ y se ha establecido una $N=1000$.

Para introducir las dos bobinas captadoras dentro de la excitadora, se ha utilizado un cilindro hueco de cristal, delgado, sobre el que se han colocado las bobinas a una distancia suficiente como para que no se afecten una a la otra. A su vez, servirá de guía para meter la muestra, de la cual se quieren obtener los ciclos de histéresis, en la bobina excitadora.

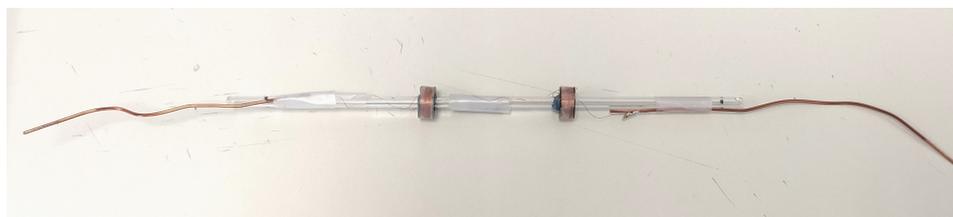


Figura 3.20: Bobinas captadoras con características: $N=1000$, posicionadas en un tubo de cristal que será introducido en la bobina excitadora para guiar la muestra a su interior.

Una vez montado el sistema de bobinas, es necesario idear otro sistema de medida en el que se puedan integrar la tensión inducida en las bobinas con el fin de obtener y visualizar los datos necesarios para capturar los ciclos de histéresis.

En la Figura 3.21 puede observarse el esquema diseñado para obtener el sistema de medida de ciclos completo. El sistema podría dividirse en dos partes importantes; el circuito por el circula la corriente de excitación y que pasa a través del sistema de bobinas, y la parte de adquisición de datos.

En primer lugar, se utilizará el generador de funciones BOP 72-14 MG Kepco para suministrar al circuito la corriente de excitación que creará el campo magnético necesario para magnetizar la muestra. Además, se conectará en serie a la bobina una resistencia baja, de 0.5Ω , ya que se hará pasar una corriente bastante elevada, del orden de 10A. Dicha resistencia se usará para obtener el valor de la corriente que pase por el sistema de bobinas a la hora de procesar los datos y elaborar las gráficas. Por último, el sistema de bobinas explicado anteriormente será el encargado de cerrar el circuito, y el cual proporcionará los datos necesarios para obtener los ciclos de histéresis.

Por otra parte, se deberán utilizar ciertos instrumentos de medida encargados de modificar y visualizar los datos de forma correcta. Primero, se hará uso de un integrador de señales [30] para integrar la tensión captada en el sistema. Dicha tensión (e), se define como el número de vueltas (N) por la derivada del flujo que pasa por ella con respecto al tiempo ($\frac{\partial\Phi}{\partial t}$), (ver ec. 3.6). Además, el flujo que pasa por la bobina vendrá definido por la integral de la inducción magnética (B) en función de la superficie (ver ec. 3.7). Teniendo en cuenta esto, y el desarrollo teórico explicado en el apartado 2.8 (ver ec. 2.15), se define la magnetización de la muestra que se quiere utilizar para formar la gráfica del ciclo de histéresis.

$$e = N \cdot \frac{\partial\Phi}{\partial t} \quad (3.6)$$

$$\Phi = \int B ds \quad (3.7)$$

Por último, se llevará el voltaje captado en la resistencia (señal de entrada) al canal 1 del osciloscopio, mientras que el voltaje integrado que se encuentra en la bobina se representará en el canal 2. El ciclo de histéresis se formará llevando a cabo la representación XY, situándose en el eje X la señal de entrada, y en el eje Y la integral del voltaje.

Cabe destacar que para obtener correctamente la excitación magnética en el eje Y (H) habrá que hacer una pequeña conversión. La excitación magnética tiene como unidad la corriente por metro ([A/m]). La corriente se podrá obtener con la división del voltaje medido en la resistencia (Ley de Ohm, ver ec. 3.8). A continuación, dicha corriente se deberá multiplicar por la relación entre la corriente y el campo de la bobina de excitación, obtenida de su caracterización (ver ec. 3.9). En la Figura 3.22 puede observarse el sistema real utilizado para medir los ciclos de histéresis.

$$I = \frac{V_{medida}}{R} \quad (3.8)$$

$$H[kA/m] = I \cdot A \cdot 7,7 \text{ kA/m} \cdot A \quad (3.9)$$

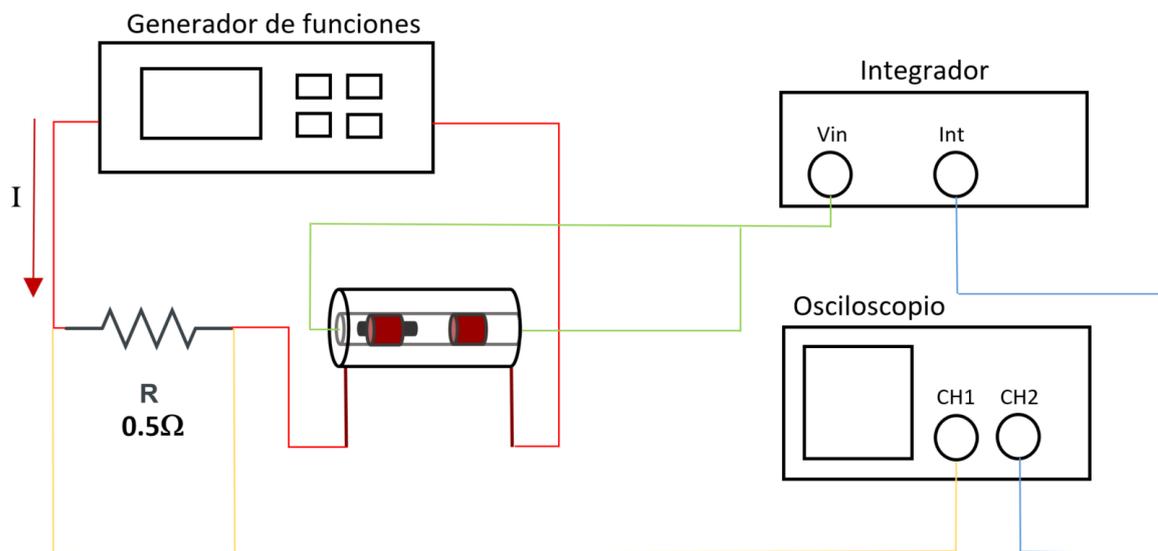


Figura 3.21: Esquema general de la estructura del sistema completo utilizado para obtener los ciclos de histéresis de una muestra magnética.

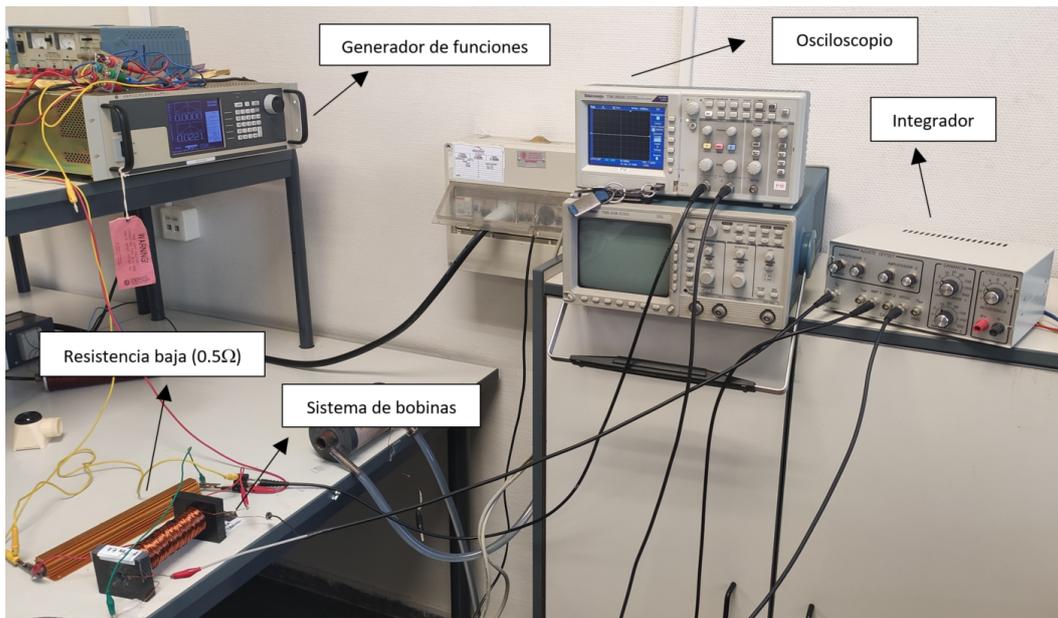


Figura 3.22: Sistema de medida y montado en el laboratorio con el fin de obtener y capturar los ciclos de histéresis magnética de las muestras fabricadas.

Con el objetivo de esclarecer la adquisición de datos de los ciclos de histéresis, se presenta a continuación las distintas gráficas que se obtienen en los diferentes punto de todo el sistema de medidas, hasta llegar a la formación final de los ciclos.

Antes de tomar medidas con las muestras, es necesario encontrar la posición exacta en la que el campo se anule, es decir, la compensación de las dos bobinas captadoras sea total. De esta manera, se asegurará que el ciclo de histéresis que se visualice sea el debido únicamente al campo magnético formado por la corriente aplicada (ver Fig. 3.23).

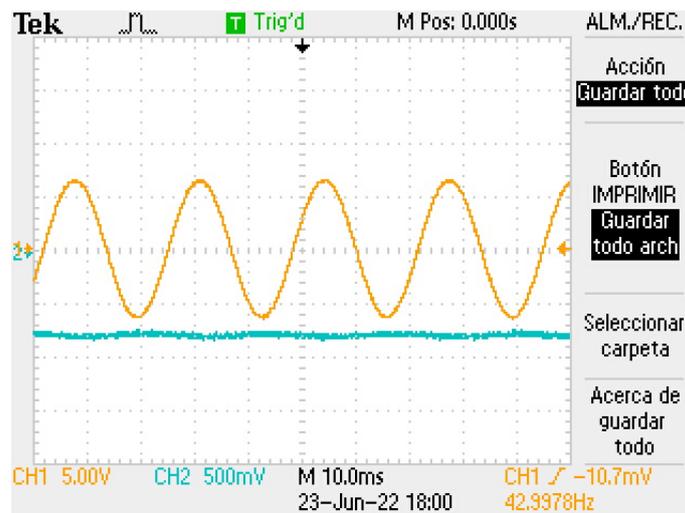


Figura 3.23: Gráfica mostrada en el osciloscopio que muestra la búsqueda del 0 antes de medir los ciclos de histéresis.

A continuación, si se visualiza la señal de salida del sistema de bobinas con la muestra introducida, se pueden observar unos picos que se corresponden a las zonas de saturación del ciclo de histéresis (ver Fig 3.24). Cabe destacar que cuanto más bruscos (incluso parecidos a dos deltas) sean dichos picos, más biestable saldrá el ciclo de histéresis de la muestra.

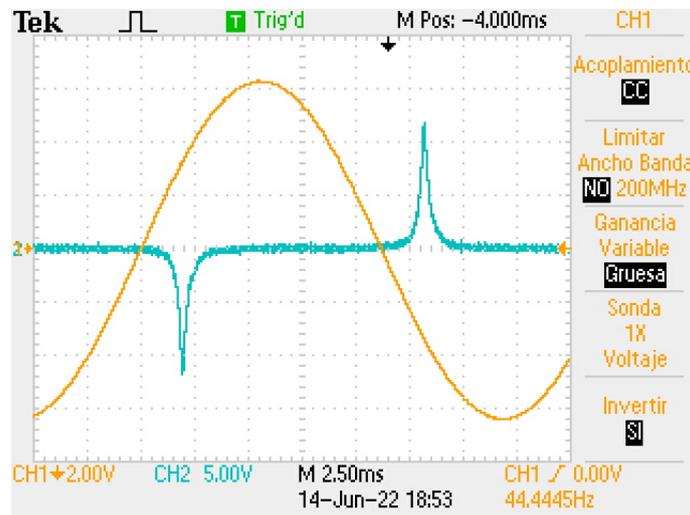


Figura 3.24: Gráfica mostrada en el osciloscopio que muestra la señal senoidal de la entrada del sistema (CH1), junto con la señal de salida del sistema de bobinas antes de integrarla (CH2).

Por último, si se integra dicha señal con el integrador utilizado en el sistema anteriormente explicado, obtendremos en el osciloscopio la gráfica mostrada en la Figura 3.25. De dicha gráfica se guardarán los datos vía USB con el fin de procesarlos en el ordenador, representando dichos datos en modo XY (el canal 1 se dispondrá como eje X, y el canal 2 que lleva la señal de las bobinas integrada, como eje Y).

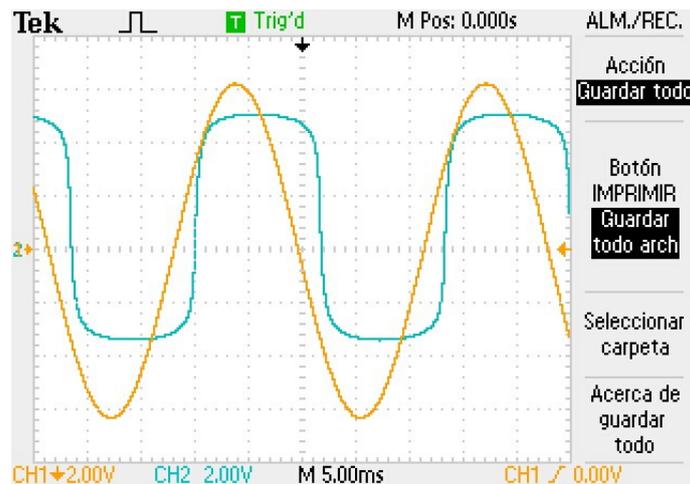


Figura 3.25: Gráfica mostrada en el osciloscopio que muestra la señal senoidal de la entrada del sistema (CH1), junto con la señal sacada del sistema de bobinas después de integrarla (CH2) con el integrador.

Al establecer el osciloscopio en el modo XY, es posible observar el ciclo de histéresis. No obstante, debido a la poca resolución que se conseguía con esa imagen, se ha decidido procesar los datos a partir de la última gráfica (Fig. 3.25) para conseguir unas gráficas más limpias.

Capítulo 4

Caracterización morfológica y estructural de muestras

4.1. Introducción

Una vez asentada la base de todos los procesos por los que va a pasar una muestra en este proyecto para ser estudiada, se va a explicar los resultados más significativos con los que se han sacado las conclusiones más importantes. Debido a que la fabricación de una sola muestra requiere un arduo trabajo y depende de muchos factores, se han ido probando distintas condiciones de trabajo con el fin de encontrar los resultados más favorables.

Los datos procesados y analizados en las muestras recogen información sobre el porcentajes de elementos depositados, los ciclos de histéresis o la apariencia de la capa depositada.

4.2. Desarrollo de la caracterización de muestras

Primeras muestras con Galfenol

Las primeras pruebas se basaron principalmente en la toma de contacto con los procesos. Se hicieron las primeras disoluciones, junto con los primeros cálculos de la corriente que era necesaria establecer (que se repetirán como el primer paso del proceso de electrodeposición de todas las muestras). Dichos cálculos conllevaron el uso de la ecuación 2.14, teniendo en cuenta las características de las fibras que se vayan a fabricar:

- Diámetro = $135 \cdot 10^{-4} \text{ cm} = 135 \mu\text{m}$
- Longitud = 3.2 cm
- Superficie = $\pi \cdot D \cdot l = 0,136 \text{ cm}^2$
- $\rho_{\text{inicio}} = 30 \text{ mA/cm}^2$
- $I_{\text{inicio}} = 2\pi r l \rho_{\text{inicio}} = 4 \text{ mA}$

Tras 3 días de electrodeposición, en una de las muestras se consiguió buenos resultados, tanto de apariencia (aspecto uniforme y brillante, ver Fig. 4.1a), como de porcentaje de Galio (ver Fig. 4.2).

Como puede verse en la gráfica, la densidad de corriente tiene como valor de partida los $26\text{mA}/\text{cm}^2$ aproximadamente, y su valor disminuye con respecto el tiempo de deposición. En cambio, el porcentaje de Galio describe una curva ascendente que alcanza su pico en 23 %, y vuelve a bajar. Una vez se ha conseguido depositar el Galio, el objetivo principal va a ser conseguir centrarse en los valores de porcentaje del elemento que consigan, más adelante, una magnetostricción alta.

Cabe destacar que para llevar a cabo el análisis de compuestos de la capa depositada, hemos llevado a cabo la espectroscopía por dispersión de energía de rayos X (EDX) en el Microscopio FESEM (ver Anexo A.4), el cual se encuentra en el Laboratorio de Microscopía Electrónica de la UPV.

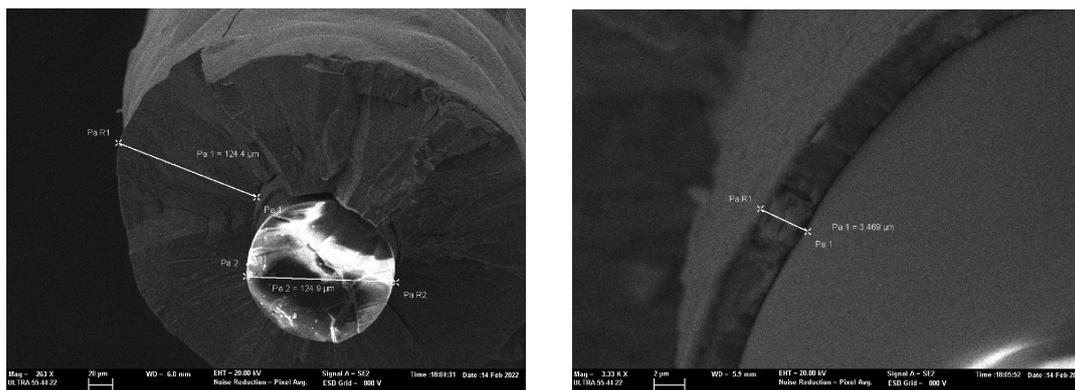


Figura 4.1: Imágenes obtenidas con el Microscopio FESEM de la muestra 001B. a) Detalle del grosor de la capa depositada: $124\mu\text{m}$ de radio, diámetro total (contando con la fibra) de $430\mu\text{m}$. b) Detalle de la capa de níquel depositada con el níquelado químico, $3.4\mu\text{m}$ de grosor.

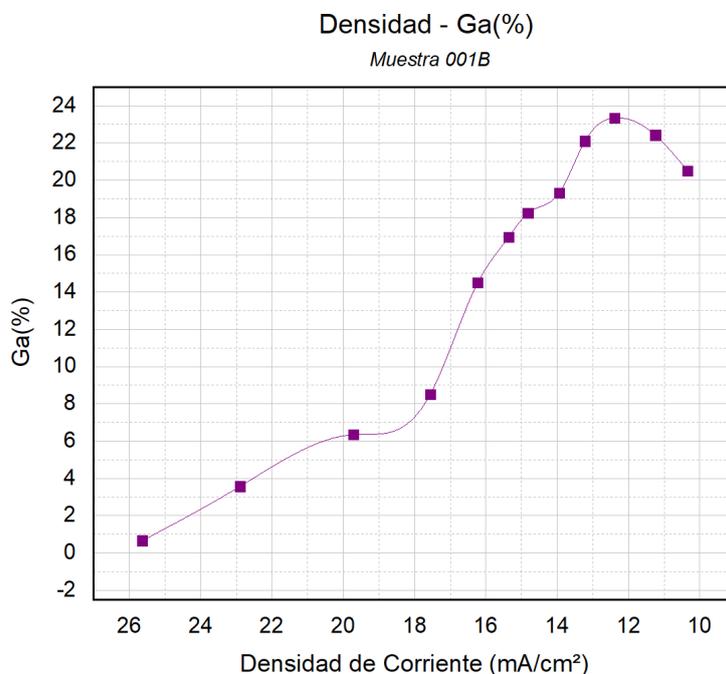


Figura 4.2: Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra 001B.

Estudio de la relación de la densidad de corriente y el radio

Con el fin de poder controlar los rangos de densidad de corriente que proporcionan los valores de porcentaje de Galio óptimos, se ha llevado a cabo un estudio de la densidad de corriente en relación con el crecimiento de la muestra. Se pusieron 3 muestras a fabricar siguiendo el siguiente procedimiento: en el momento que la densidad de corriente baja a un valor en el que ya no proporcione unos valores significativos de Galio, se volverá a poner el mismo valor inicial de densidad de corriente (subiendo la corriente de trabajo), teniendo en cuenta la variación del radio a la hora de rehacer los cálculos teóricos. Con ello, se podrá comprobar si la muestra crecerá siempre con el mismo valor de porcentaje de Galio, manteniéndose en valores altos, e independientemente del radio de partida.

La corriente inicial a la que se dejó fabricando las muestras fue de 2.5mA, la cual se corresponde con una densidad de corriente de $23.23\text{mA}/\text{cm}^2$. Observando la Figura 4.2, dicha densidad es equivalente a un valor de partida de 4% de Galio. Para controlar el proceso, se fueron midiendo los radios de las muestras diariamente, con el objetivo de que alcanzaran las $500\mu\text{m}$ de diámetro total, para subir la corriente, con el fin de volver a conseguir la densidad de corriente de partida del proceso. Todas las muestras han terminado siendo bastante uniformes en apariencia (ver Figs. 4.3a, 4.4a y 4.5a), y han crecido alrededor de las $1000\mu\text{m}$ en total.

También se quiso estudiar si la disolución perdía las cantidades de elementos necesarias tras varias deposiciones, ya que las disoluciones se reutilizan para hacer la electrodeposición de varias muestras. Por ello, se probó a añadir en alguna disolución una pequeña cantidad de sulfato de galio y hierro con el fin de compensar estas posibles degradaciones de la disolución.

Observando las gráficas, puede comprobarse que la disolución que no se ha tocado, en la muestra FP003B, es la muestra una gráfica más coherente y con valores favorables de porcentaje de Galio (la curva tiene sentido, pues al cambiar de corriente, no existen discontinuidades, ver Fig. 4.3b). Sin embargo, la muestra FP003C muestra una gráfica con valores de porcentaje de Galio peores, siendo su disolución modificada desde el inicio. La muestra FP003D, muestra una gráfica con valores aceptables en la primera corriente, pero al hacer la modificación de la disolución antes de cambiar la corriente, la gráfica empeora, mostrando valores por debajo de 10% (ver Fig. 4.5b).

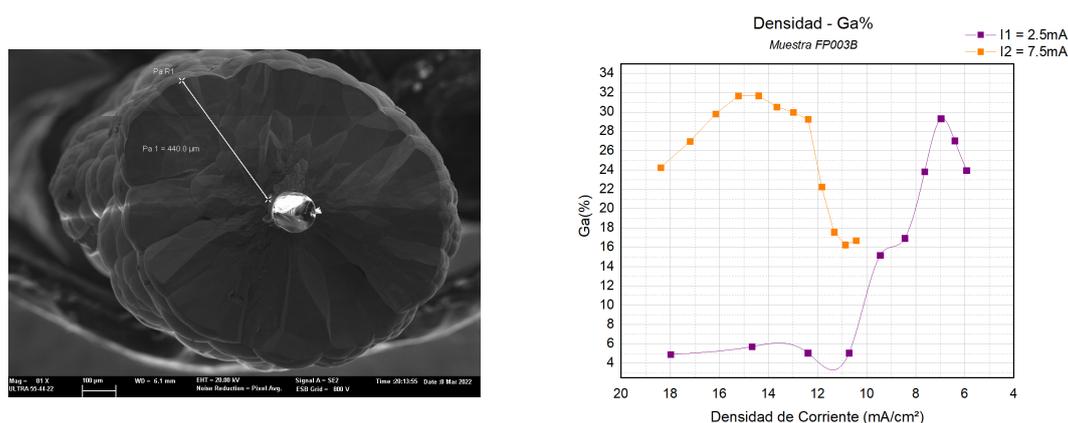


Figura 4.3: Datos de la muestra FP003B. a) Detalle del grosor de la capa depositada: $440\mu\text{m}$ de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de $1000\mu\text{m}$. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FP003B.

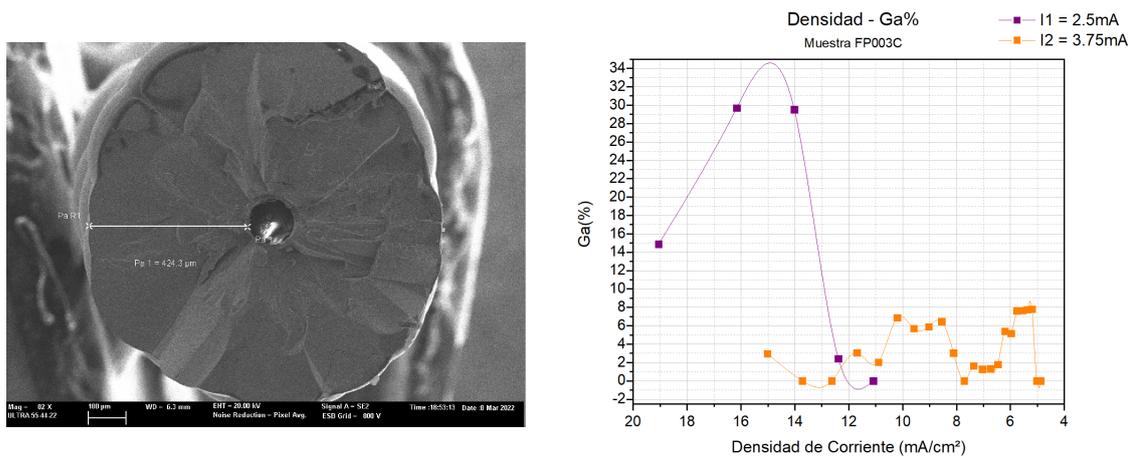


Figura 4.4: Datos de la muestra FP003C. a) Detalle del grosor de la capa depositada: $424\mu\text{m}$ de radio, diámetro total (contando con la fibra) de $1100\mu\text{m}$. b) Gráfica Densidad de Corriente vs. % Galio en la muestra FP003C.

Cabe destacar que en la imagen tomada con el microscopio mientras se analizaba la muestra (ver Fig. 4.5a) se pueden ver claramente diferenciadas las dos capas que se corresponden a las dos corrientes establecidas a lo largo del proceso de electrodeposición.

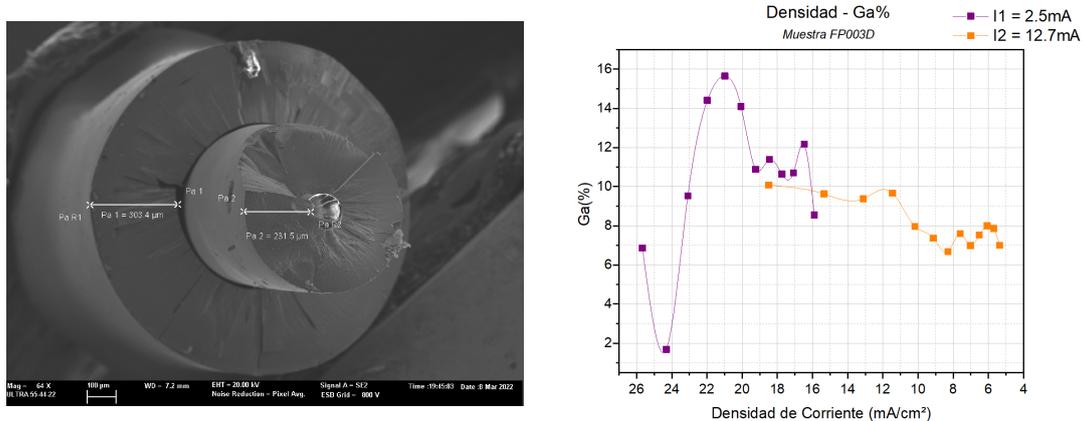


Figura 4.5: Datos de la muestra FP003D. a) Detalle del grosor de las capas depositadas a diferentes corrientes: $534\mu\text{m}$ de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de $1150\mu\text{m}$. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FP003D.

En resumen, la conclusión a la que se llegó observando los resultados es que modificar la disolución hace que no se deposite bien el Galio y que se forme una capa depositada compuesta de hierro principalmente. En las siguientes muestras se reutilizarán las disoluciones de una muestra a otra, o se harán nuevas para seguir con el proceso, pero nunca se volverá a modificar entre procesos.

Estudio de la influencia del valor del pH de la disolución en el proceso

El pH es una característica de las sustancias o disoluciones que mide su grado de acidez o alcalinidad, siendo el valor del pH neutro el 7, en su escala. Durante el proceso de la electrodeposición del Galfenol, se ha controlado que el pH no fuera demasiado ácido, manteniendo unos valores de entre 3 y 4. Sin embargo, se planteó la inquietud de que quizá fuera un factor más importante a tener en cuenta.

Considerando que las muestras que se encontraban en un pH más ácido, salían peor en su mayoría, decidimos poner a fabricar 5 muestras a distintos pHs y poder estudiar su resultado final, y el impacto que tenían sobre el porcentaje de Galio que obteníamos en la capa depositada.

Se volvieron a elaborar una nueva disolución, la cual se dispuso en distintos botes con diferentes pHs: 4, 4.5 y 5. Como ya se apuntó en el apartado 3.2, el pH se puede modificar, aumentando su valor, si se le añade a la disolución amoníaco.

La disolución con pH igual a 4 dio como resultado una muestra con una capa depositada uniforme, aunque al estudiar los valores del porcentaje de Galio, resultaron ser bastante bajos, no llegando a superar el 14%. Sin embargo, la gráfica se muestra ascendente (ver Fig. 4.6b), recordando otras gráficas que se han podido observar en otras muestras que han dado resultados óptimos. Se podría deducir que a valor más bajo de pH, más bajo será el rango del porcentaje de Galio que se obtendrá en la electrodeposición.

En las muestras puestas a depositar con pH igual a 4.5, se puede analizar que, efectivamente, el porcentaje de Galio ha subido en ambas pruebas (ver Figs. 4.7b y 4.8b). El hecho de que salgan distintas puede deberse a la conductividad de la muestra, o a la variabilidad de la cantidad de muestra sumergida en la disolución (puede haber un pequeño error entre muestras ya que se colocan de forma manual). De todas formas, los valores son buenos y superiores a los del anterior pH, como se esperaba.

Por último, el pH igual a 5 ha logrado alcanzar unos porcentajes de Galio mucho mayores que los demás pH, ascendiendo hasta un máximo de 37.8% (ver Fig. 4.9b).

Cabe destacar que las muestras se han puesto a fabricar a dos corrientes para evitar la degradación de la densidad de corriente durante el fin de semana en el que se dejaron depositando las muestras al final del proceso (no se puede hacer control diario).

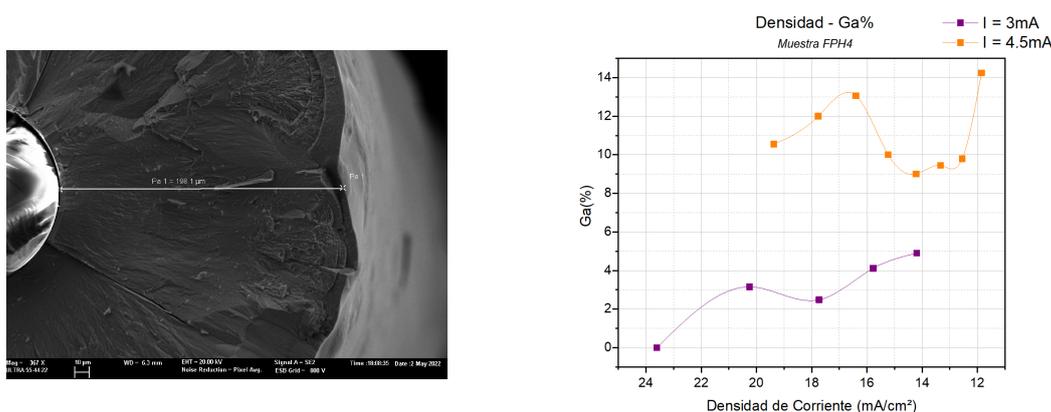


Figura 4.6: Datos de la muestra FPH4. a) Detalle del grosor de las capas depositadas a diferentes corrientes: 198 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 531 μm. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FPH4, a pH=4.

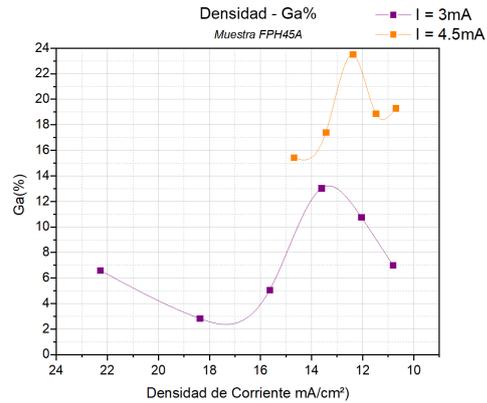
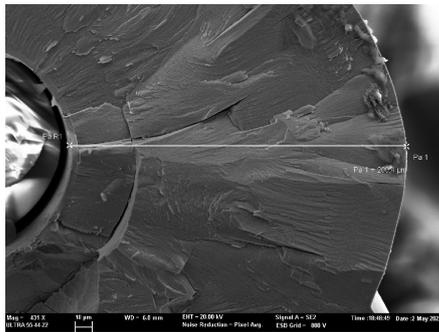


Figura 4.7: Datos de la muestra FPH45A. a) Detalle del grosor de las capas depositadas a diferentes corrientes: 200 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 535 μm. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FPH45A, a pH=4.5.

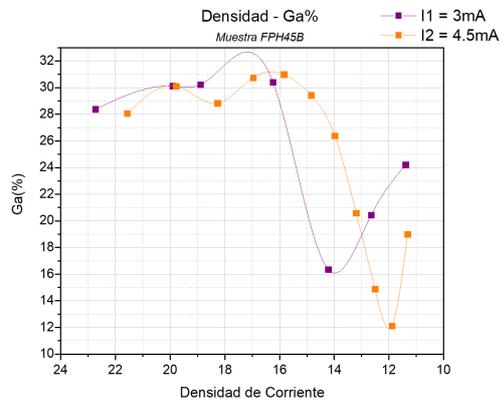
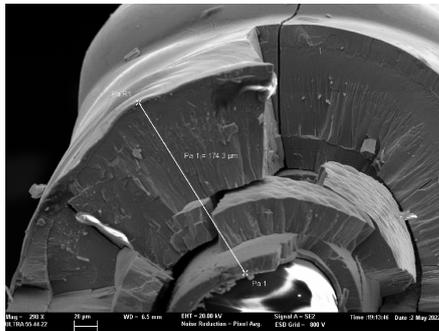


Figura 4.8: Datos de la muestra FPH45B. a) Detalle del grosor de las capas depositadas a diferentes corrientes: 174 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 483 μm. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FPH45B, a pH=4.5.

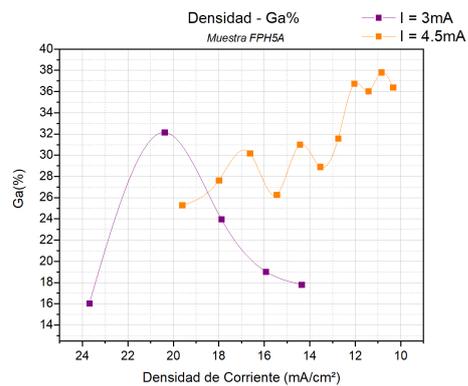
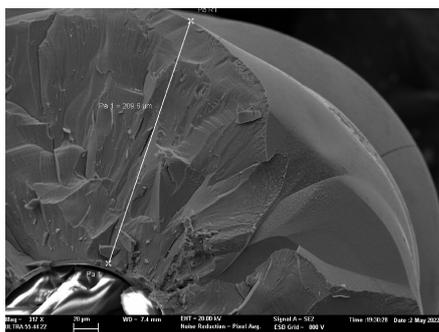


Figura 4.9: Datos de la muestra FPH5A. a) Detalle del grosor de las capas depositadas a diferentes corrientes: 209 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 553 μm. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FPH5A, a pH=5.

En conclusión, se ha comprobado que el pH afecta al rango de porcentaje de Galio que presentará la muestra tras el proceso de electrodeposición, siendo el pH, cuanto más alto, más alto el porcentaje, y cuanto más bajo, más se degrada. En las siguientes deposiciones se intentará mantener un pH entre 4.5 y 5, haciendo un control diario también de este para poder modificarlo con amoníaco en el caso de que este disminuya.

Al empezar a tener un proceso más desarrollado, y un estudio de las características de las muestras más amplio, se ha querido observar también el aspecto de la deposición de las muestras. Para ello, se ha utilizado el Microscopio Óptico del Laboratorio de Microscopía de la UPV (ver Anexo A.4, con el fin de poder obtener una vista más detallada de las muestras (las cuales presentan un tamaño demasiado reducido como para verse bien a simple vista o con una cámara de fotos).

Se han tomado imágenes de las 3 muestras que dieron resultados más favorables (pHs de 4.5 y 5). En general, las muestras presentan una apariencia metálica (todas son magnéticas), de un color oscuro pero brillante. La característica que más llama la atención es la aparición de protuberancias a lo largo de su superficie (en la imagen producen un efecto de "burbujas" a causa de la luz del microscopio). Esto podría deberse a varios factores. Observando las Figuras 4.10a, 4.10b y 4.11, da la sensación de que a mayor pH, más uniforme es la superficie de la muestra (comparar Fig. 4.10a con 4.10b). También podría deberse a la densidad de corriente dentro de la disolución en el proceso. Tendría sentido pensar que la parte de la muestra que se encuentra de cara al electrodo, y por lo tanto, que recibirá de forma directa la corriente, tendrá una leve variación de densidad de corriente con respecto a la parte contraria (la fibra es cilíndrica). En la Fig. 4.11 puede distinguirse que una parte de la fibra presenta un relieve menos uniforme que la parte opuesta, lo cual podría confirmar dicha teoría. Como ya se ha podido comprobar en las gráficas, este relieve no afecta a los resultados de la composición de la deposición obtenidos.



Figura 4.10: Comparación de la uniformidad de la superficie depositada a diferentes pHs con imágenes obtenidas con el Microscopio Óptico, de las muestras a) FPH45A b)FPH5A.

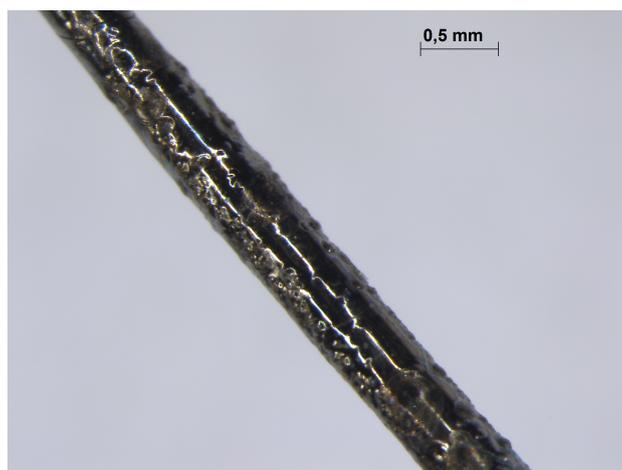


Figura 4.11: Imagen detallada de la muestra FPH45B, observación de la uniformidad en la capa depositada.

Además, se decidió comenzar a tomar medidas con el sistema de ciclos de histéresis con las muestras fabricadas aunque no fueran FBGs, ya que es posible sacar el ciclo de histéresis de toda muestra magnética (ver Figs. 4.12a y 4.12b). A una frecuencia de 43Hz se puede observar que la imanación es prácticamente axial y, por tanto, no se llegaría a obtener una magnetostricción axial.

Cabe destacar que se ha intentado suavizar la línea de datos con la herramienta software de procesamiento de datos OriginLab. Sin embargo, al haber tantos puntos guardados (un total de 2500) y que la resolución del osciloscopio utilizado es limitada, ha aparecido un poco de ruido en las formas de los ciclos de histéresis dibujados, aunque esto no impide que se pueda apreciar perfectamente la forma del ciclo correcta.

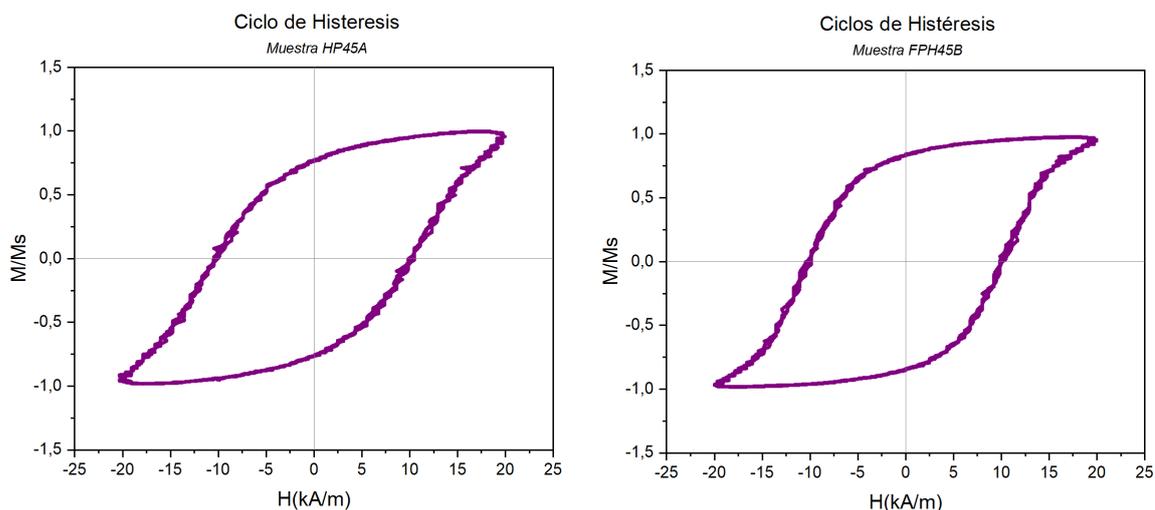


Figura 4.12: Gráficas de los ciclos de histéresis de las muestras a) FPH45A b) FPH45B.

Estudio de la uniformidad de la superficie de la deposición

Con el fin de confirmar la teoría propuesta en la observación de la superficie de las muestras utilizadas en el estudio del pH, que proponía que la densidad de corriente sufría una pequeña variación según cómo estuviera colocada la muestra con respecto al electrodo.

Para intentar conseguir que la densidad de corriente sea lo más parecido en toda la disolución y, por tanto, alrededor de la muestra, se ha hecho uso del motor de un espumador para poder agitar la disolución durante el proceso (ver Fig. 4.13). En una primera prueba se probó a meter una fibra, pero el movimiento de la disolución con el motor era demasiado fuerte, y hacía que la fibra se curvara peligrosamente, llegando a la posibilidad de partirla. Por ello, se optó a utilizar una barra de cobre de 1mm de diámetro.

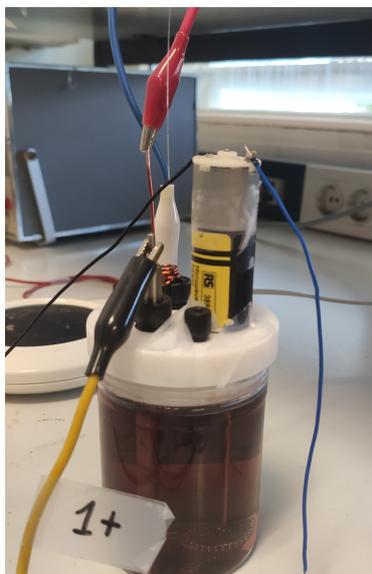


Figura 4.13: Motor introducido en la disolución para hacer electrodeposición.

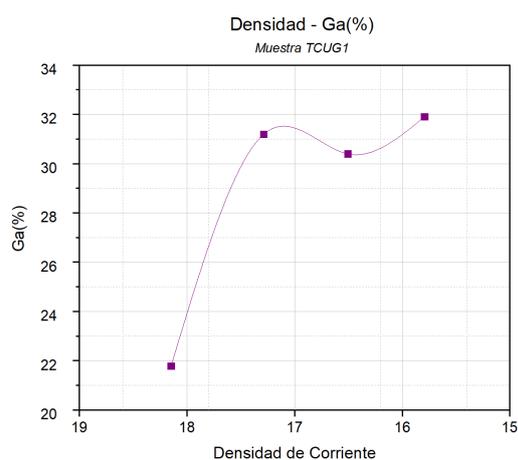


Figura 4.14: Datos de la muestra TCUG1. a) Detalle del grosor de las capa depositada: de 105 μm de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de 1210 μm. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra TCUG1.



Figura 4.15: Foto detallada de la muestra TCUG1, observación de la uniformidad en la capa depositada.

En primer lugar, y una vez finalizado el proceso de electrodeposición, se ha analizado la composición de la muestra para saber si los niveles de Galio depositados eran los convenientes, o la introducción del motor los había cambiado. En la Figura 4.14 puede comprobarse que los valores siguen siendo altos y óptimos (se parecen mucho a los de la Fig. 4.8b porque se ha hecho uso de la misma disolución, con pH igual a 4.5, por lo que tiene sentido).

Al observar la muestra con el microscopio óptico (ver Fig. 4.15), se puede ver que la superficie sí se muestra más lisa y uniforme, además de que no ha perdido el aspecto metalizado de las demás muestras.

Por otra parte, se ha estudiado el ciclo de histéresis de la muestra con el fin de completar los datos obtenidos de la misma. En la Figura 4.16 puede verse que el ciclo obtenido a 43Hz tiene una imanación bastante axial.

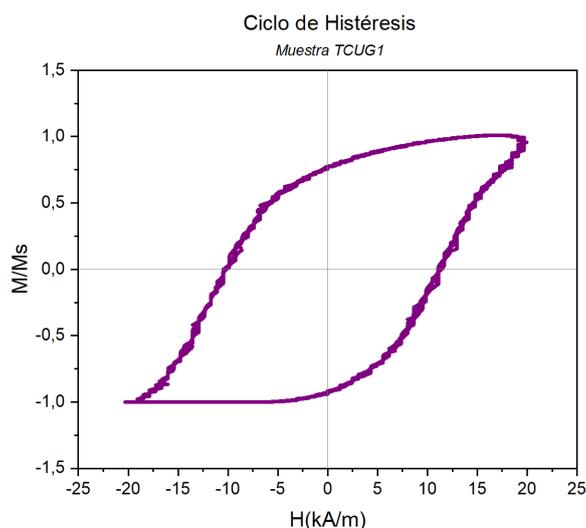


Figura 4.16: Gráfica con el ciclo de histéresis de la muestra TCUG1.

En conclusión, podría decirse que la pequeña variación de la densidad de corriente que puede encontrarse alrededor de la muestra mientras se deposita, sí que afecta al aspecto de la muestra. Como en posteriores muestras se trabajará con FBGs, las cuales son muy delicadas y tienen mayores posibilidades de romperse, se evitará el uso del motor para prevenir posibles roturas de las muestras, dejando como pendiente, la búsqueda de un sistema más sofisticado para mantener la disolución en movimiento durante el proceso de electrodeposición.

Muestras con FBGs

Una vez estudiadas las condiciones en las que se consiguen los resultados óptimos, se puede pasar a fabricar en FBGs. El trabajo es mucho más delicado, pues estas muestras son mucho más frágiles, y hay que tener cuidado siempre que se manipulen para evitar roturas (algunas de las muestras se rompieron al volverlas a meter en la disolución al hacer la revisión diaria, o al medirlas con el micrómetro, simplemente).

Se han realizado varias deposiciones en FBGs para poder tener más pruebas con las que estudiar la magnetostricción posteriormente. A continuación se exponen algunas de las más significativas.

Las primeras FBGs que se fabricaron dieron buenos resultados en su composición ya que se encontraban alrededor de los porcentajes de Galio que dan mayor magnetostricción (ver Figs. 4.17b y 4.19b), aunque la superficie no quedó del todo uniforme (como en la Fig. 4.17a, forma difusa). La primera FBG fabricada es en la única en la que se ha probado el método de rotación de imanación por corriente y campo magnético. En la Fig. 4.18 puede observarse una comparación del ciclo de histéresis de la muestra antes y después de calentarla con el paso de una corriente eléctrica. Utilizando una fuente de corriente, se inyectó a través de la muestra una corriente de 300mA durante 30 minutos y, a continuación, se logró subir la corriente a 400mA durante 30 minutos más. En la gráfica es posible ver claramente cómo el ciclo, medido a 22Hz, se ha vuelto mucho menos bies- tables después de este calentamiento, es decir, la imanación es muy circular, por lo que sí debería aparecer una buena magnetostricción.

De esta manera, podría empezar a quedar demostrado este novedoso método de rotación de imanación. Obviamente, se necesitaría un control más exacto y no tan experimental de los parámetro, además de un sistema más sofisticado con el cuidado de muestras, pues al probar con las demás, se terminaron rompiendo.

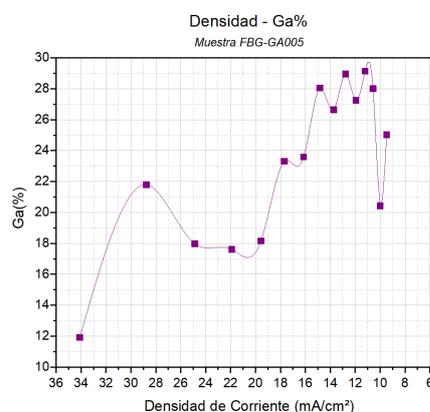
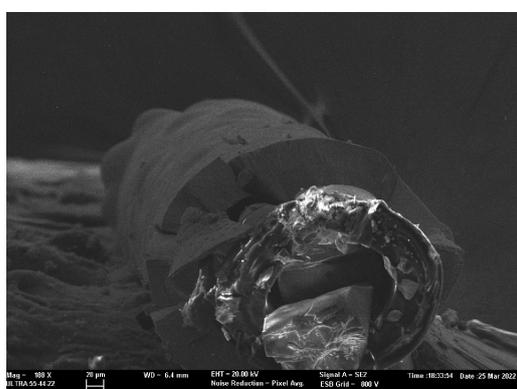


Figura 4.17: Datos de la muestra FBG-GA005. a) Detalle de la fibra en el Microscopio FE-SEM. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FBG-GA005.

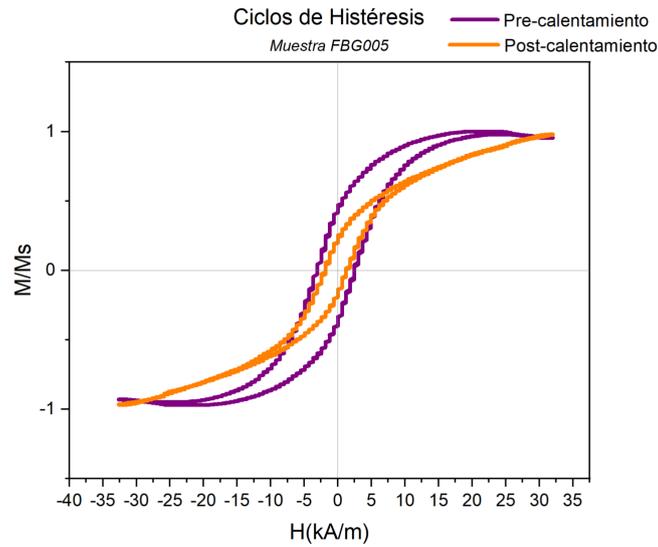


Figura 4.18: Comparación del ciclo de histéresis de la muestra FBG-GA005, antes y después de calentarla pasando una corriente a través de ella, con el objetivo de rotar su imanación.

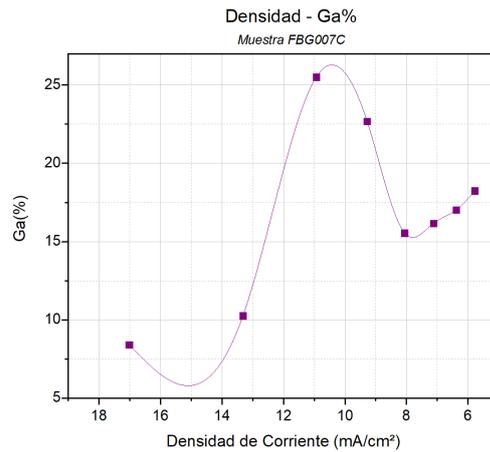
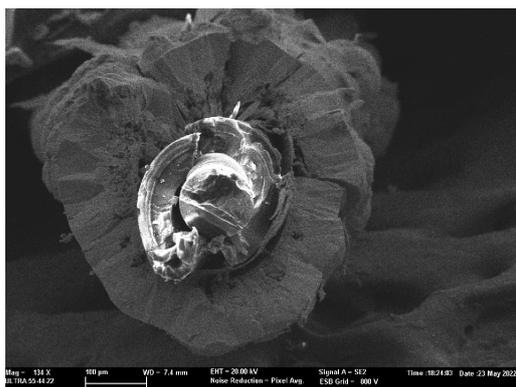


Figura 4.19: Datos de la muestra FBG007C. a) Detalle de la fibra en el Microscopio FESEM. b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FBG007C.

También se obtuvo el ciclo de histéresis a 22Hz de la otra muestra (ver Fig. 4.20), pudiendo observar que no es muy biestable (la distancia entre la remanencia y el centro de los ejes es pequeña).

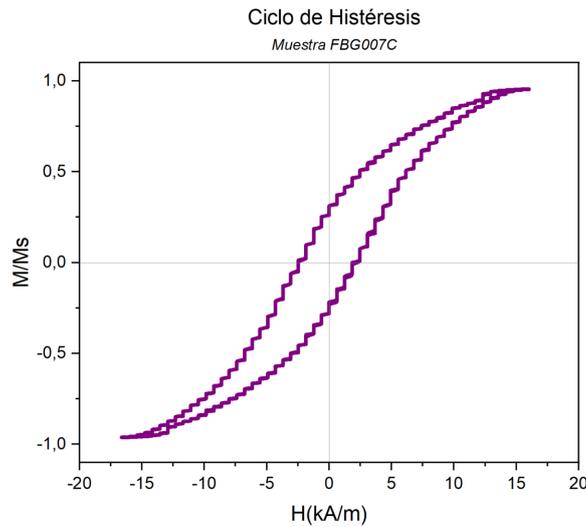


Figura 4.20: Gráfica con el ciclo de histéresis de la muestra FBG007C.

En otra fabricación de FBGs, se obtuvieron unos valores más inestables, tanto en la apariencia de la superficie de la FBG, como en los valores de Galio (ver Figs. 4.21 y 4.22). Por ello, se decidió, a partir de estos resultados, volver a hacer la disolución de Galfenol (puede haberse degradado después de varios usos, o con el pH no sea el correcto) para asegurar que las últimas muestras se fabricaban en una disolución de buenas características.

Es interesante observar la Figura 4.23, pues con el microscopio óptico, ha sido capaz de distinguirse la parte de fibra con FBG al detalle. Sin embargo, para aprovechar las muestras, se llevó a cabo un estudio de los ciclos de histéresis según la frecuencia de trabajo a la que se recogieran los datos (ver Fig. 4.24). Es interesante observar cómo cambia la forma según la frecuencia del campo magnético de excitación. La remanencia de los ciclos se aproxima mucho a magnetización de saturación (M_s), por tanto, no se presentará magnetostricción a no ser que se rote su imanación, con el fin de transformarla en imanación circular en vez de axial.

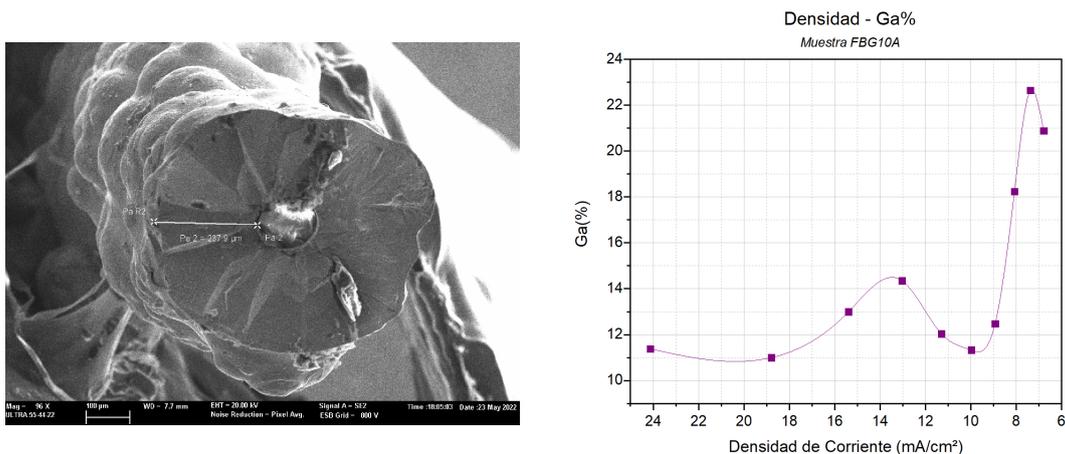


Figura 4.21: Datos de la muestra FBG10A. a) Detalle del grosor de las capa depositada: de $238\mu m$ de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de $611\mu m$ (en la parte de la FBG). b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FBG10A.

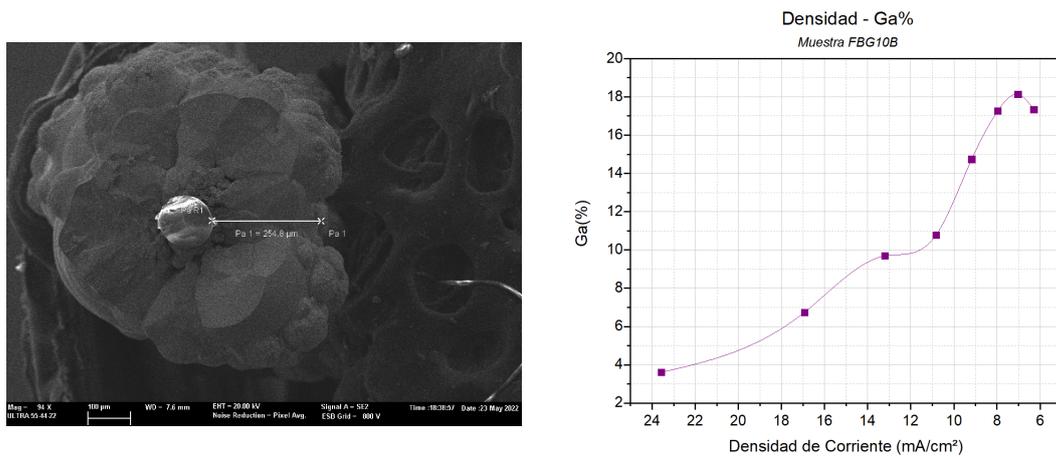


Figura 4.22: Datos de la muestra FBG10B. a) Detalle del grosor de las capa depositada de $255 \mu m$ de radio, diámetro total (contando con la fibra) de $645 \mu m$ (en la parte de la FBG). b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra FBG10B.



Figura 4.23: Detalle en el Microscopio Óptico de la parte de una fibra con FBG depositada con Galfenol.

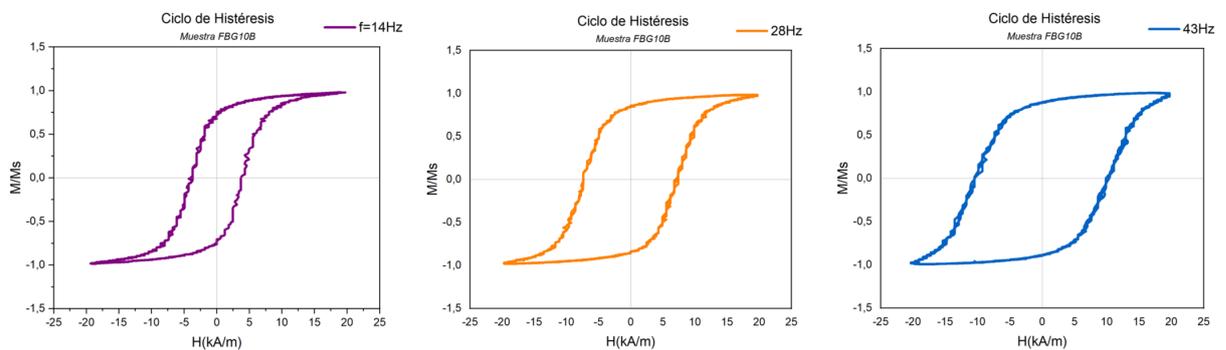


Figura 4.24: Comparación de la medición de ciclos a distintas frecuencias a) 14Hz b) 28Hz c) 43Hz.

Las últimas FBGs se fabricaron en una nueva disolución, y haciendo control diario para evitar que se estropearan en algún punto del proceso. Prestando atención en los valores del pH (el cual se mantuvo entre 4.5 y 5), la corriente, la conductividad de la muestra, y el crecimiento (midiendo su grosor), conseguimos unas muestras de buenas características, situándose, ambas, en unos valores de porcentaje de Galio óptimos.

Además, se han observado ambas muestras en el microscopio óptico para estudiar su aspecto. Es interesante observar la Fig. 4.29, donde gracias al microscopio, se pueden distinguir claramente la deposición y la fibra óptica a la vez.

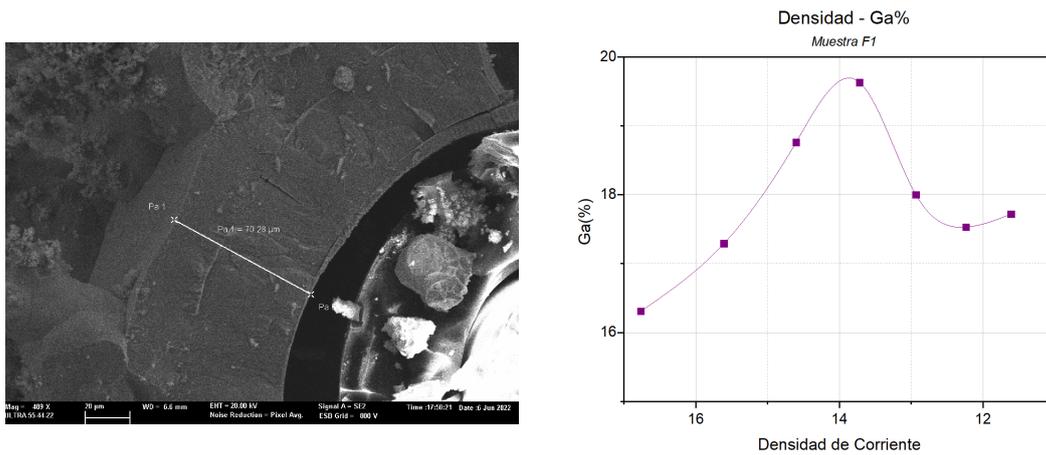


Figura 4.25: Datos de la muestra F1. a) Detalle del grosor de las capa depositada: de $209.5\mu\text{m}$ de grosor, diámetro total (contando con la fibra) de $554\mu\text{m}$ (en la parte de la FBG). b) Gráfica % Galio vs. Densidad de Corriente en la muestra F1.



Figura 4.26: Detalle en el Microscopio Óptico de la deposición de la muestra F1.



Figura 4.29: Detalle en el Microscopio Óptico de la deposición de la muestra F4, donde gracias a una rotura en la deposición, puede distinguirse también la fibra óptica.

Muestras con Deposición de Terfenol-D

El estudio de la electrodeposición de Terfenol-D se ha centrado mayoritariamente en conseguir una capa depositada con buenos porcentajes de los elementos que forman el Terfenol. Como ya se mencionó en el apartado 2.7, la bibliografía sobre este campo es muy escasa, lo que dificulta conseguir unos buenos resultados. A pesar de ello, se ha conseguido llegar a depositar una capa que contenga unos valores aproximados a los buscados.

En primer lugar, se decidió estudiar qué método era mejor para llevar a cabo la deposición de una capa de Terfenol-D; electrodeposición por tensión (como hemos encontrado en los artículos) o por corriente (como hemos realizado con el Galfenol). Las condiciones de cada uno de los métodos se recogen en la gráfica 4.1. La muestra fabricada a potencial se colocó en una plataforma calentadora para mantenerla a una temperatura de 45°C aproximadamente con el fin de mejorar su conductividad (siguiendo la información recogida en el artículo referente [9], ver Fig. 4.30).

Cabe destacar que, tras varias pruebas, la disolución se modificó, disminuyendo la cantidad de cloruro de potasio (KCl) de 33 gramos a 3.3 gramos, ya que en anteriores pruebas se formaba una capa de posos no diluida de dicho elemento.

Método Deposición de Terfenol-D	Potencial	Corriente
Entrada	-930mV	3.6 mA
Muestra	Cable de cobre	Cable de cobre
Temperatura	45°C	Ambiente

Tabla 4.1: Tabla con las condiciones iniciales de los métodos probados para conseguir una electrodeposición de Terfenol-D.

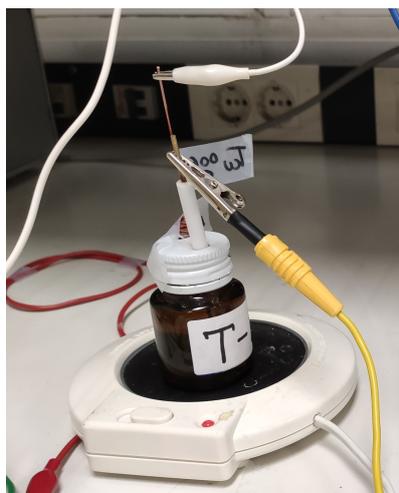


Figura 4.30: Electrodeposición de una muestra en Terfenol-D con plataforma calentadora, a 45°C.

Con el análisis EDX realizado en el laboratorio de Microscopía, se ha podido comprobar que el método que funciona mejor es el del potencial, ya que la muestra fabricada en corriente solo ha proporcionado resultados de hierro depositado, además de una capa muy fina.

En la Figura 4.31b pueden observarse los porcentajes de los elementos detectado en la muestra fabricada a potencial. Se cogieron varios puntos por toda la superficie, y todos los puntos daban unos resultados muy aproximados de porcentajes. En la tabla 4.2 pueden verse recogidos dichos datos.

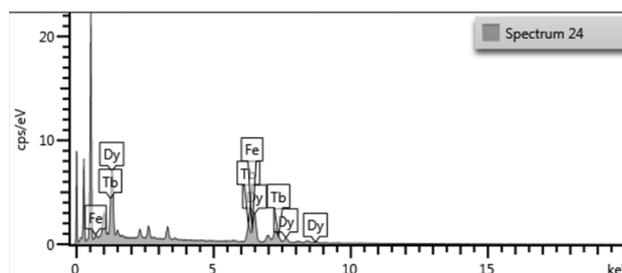
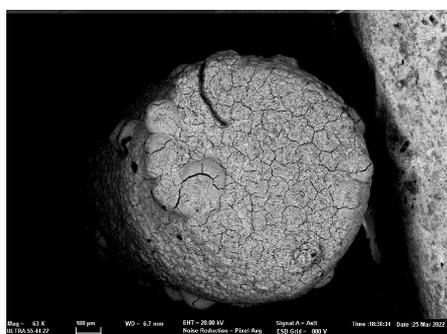


Figura 4.31: Datos de la muestra TCU005A, fabricada a potencial constante. a) Detalle de la capa depositada en el cable de cobre, vista en el microscopio. b) Espectro de análisis de EDX de los porcentajes de elementos en la muestra.

Por bibliografía sabemos que los valores del porcentaje atómico que debemos obtener de los elementos depositados Tb, Dy y Fe son 12.6, 22 y 65.4, respectivamente [9]. Esta composición se corresponde al $Tb_{0,36}Dy_{0,64}Fe_{1,9}$, es decir, Terfenol-D. Haciendo uso de la gráfica sacada de dicha documentación consultada (ver Fig. 4.32), se pueden consultar la dependencia de estos porcentajes atómicos con respecto al potencial aplicado al electrodo de trabajo. Sin embargo, conocida la tendencia de las líneas en la gráfica, se pueden alargar fuera de los límites, obteniendo un punto que coincide con los datos recogidos en esta muestra. La interpretación que se podría obtener de estos resultados es que la deposición de los elementos podría dar Terfenol-D, pero no se ha trabajado

con el voltaje propicio para ello (en este caso ha sido más bajo, entorno a los -900mV). En pruebas posteriores, se tendrá extremo cuidado en controlar dicho potencial ya que se ha podido comprobar que a pequeñas variaciones del voltaje de trabajo, se producen grandes variaciones de las líneas y porcentaje de elementos a obtener.

Elemento	Wt %	Wt % Sigma
Hierro	3,47	0,56
Terbio	33,07	0,78
Disprobio	63,45	0,83

Tabla 4.2: Porcentajes de los elementos depositados (hierro, terbio y disprobio) en la muestra fabricada TCU005A.

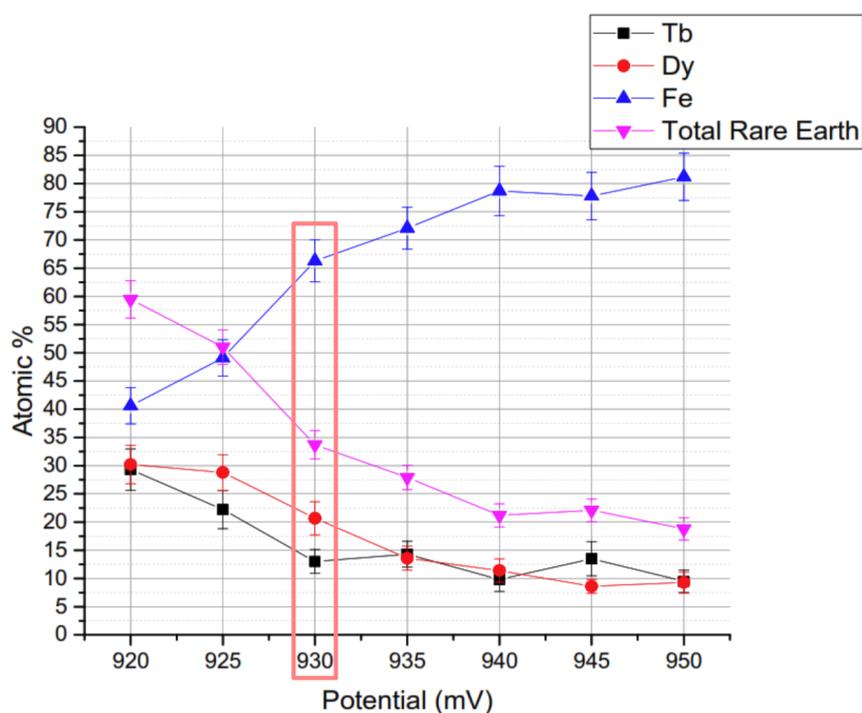


Figura 4.32: Dependencia de la variación del porcentaje atómico de los elementos depositados con respecto al potencial aplicado en el electrodo de trabajo [9].

Han sido muchas las pruebas que se han realizado para intentar conseguir una buena deposición de Terfenol-D. Muchas han resultado fallidas (solo se conseguía depositar hierro, pero no tierras raras) por diversos motivos; como la temperatura, las variaciones de voltaje, o la disolución. Al tener poca información, el proceso de experimentación ha sido más lento y costoso.

Finalmente, las últimas muestras consiguieron obtener unos resultados, si bien no óptimos, por lo menos de deposición de tierras raras positivos. Para ello, se decidió hacer un control exhaustivo con el electrodo de Calomel (ver Fig. 4.33), para poder verificar que el potencial de trabajo era el correcto.

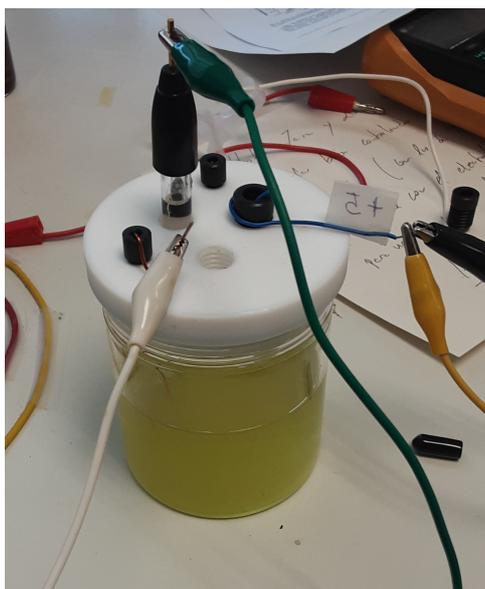


Figura 4.33: Electrodo de Calomel utilizado como electrodo de referencia para controlar el voltaje entre dicho electrodo y la muestra (electrodo de trabajo).

En la primera prueba que se llevo a cabo con el electrodo de Calomel mantenido en el proceso, se observó que el potencial tendía a bajar con el tiempo. Se fue regulando para mantener dicho potencial en los valores correctos (entre -700mV y -1055mV, ver apartado 2.7). El valor de tensión que se utilizaba como voltaje de entrada al sistema (producido por un generador de señales) se encontraba en el rango de 1.25V a 1.6V, para compensar la disminución del potencial proporcionado por el electrodo de Calomel.

En la Figura 4.34b pueden observarse los porcentajes de los elementos de dicha muestra. Se cogieron varios puntos por toda la superficie, en los cuales la mayoría daba solo porcentaje de hierro. Sin embargo, se encontraron algunos puntos que si dieron indicios de tierras raras (ver porcentajes de los compuestos en la Tabla 4.3), los cuales se aproximaban más a los valores correctos indicados en la Figura 4.32 estudiada.

También se quiso observar su aspecto en el microscopio óptico, brindando una visión más clara de la capa exterior depositada en la muestra (ver Fig. 4.35).

Elemento	Wt %	Wt % Sigma
Hierro	64,29	0,84
Terbio	11,51	0,76
Disprosio	24,2	0,75

Tabla 4.3: Porcentajes de los elementos depositados (hierro, terbio y disprosio) en la muestra fabricada TF1.

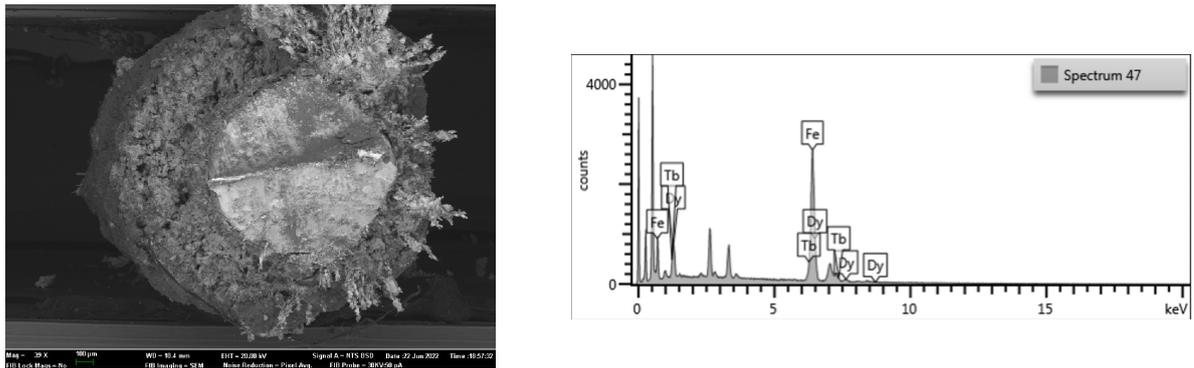


Figura 4.34: Datos de la muestra TF1, fabricada a potencial constante. a) Detalle de la capa depositada en el cable de cobre, vista en el microscopio. b) Espectro de análisis de EDX de los porcentajes de elementos en la muestra.

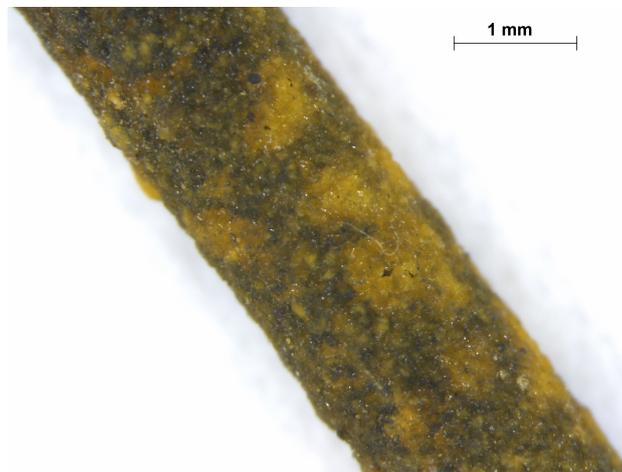


Figura 4.35: Detalle en el Microscopio Óptico de la deposición de la muestra TF1.

La otra muestra final, se fabricó de la misma forma, aunque sin modificar el voltaje de entrada (se mantuvo en un valor medio del anterior rango, situándolo en los 1.44V) para la compensación de la disminución del potencial. Gracias a ello, se encontraron muchos más puntos de deposición de los tres elementos (ver Fig. 4.36). Cabe destacar que para ver mejor dichos puntos, se utilizó en el microscopio una lente especial que detecta los distintos elementos según la energía que desprende cada uno (en keV). De esta manera, las partes que se ven más blancas son las que tienen depositado las dos tierras raras (ver Fig. 4.36a). Los porcentajes recogidos en la Tabla 4.4 muestran unos valores parecidos a los de la anterior muestra, aunque en este caso consiguiendo muchos más puntos donde hemos conseguido deposición de Terfenol. Es posible que esto se deba a que no se ha modificado tantas veces el voltaje de entrada, siendo más constante y pudiendo sentar mejor a la fabricación de la muestra.

Por último, se ha analizado el aspecto de la muestra en el microscopio óptico, siendo la deposición muy parecida a la de la anterior muestra (mismo color amarillento en la capa depositada).

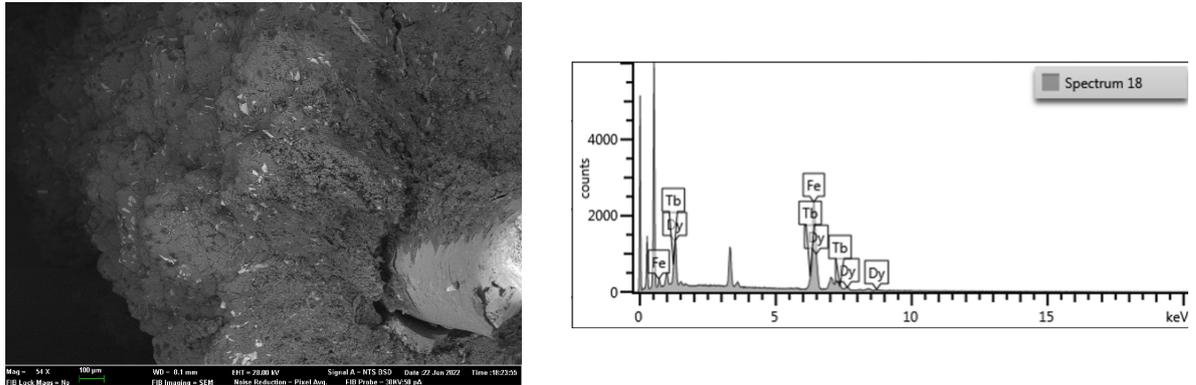


Figura 4.36: Datos de la muestra TF2, fabricada a potencial constante. a) Detalle de la capa depositada en el cable de cobre, vista en el microscopio, con lente de detección de elementos según la energía. b) Espectro de análisis de EDX de los porcentajes de elementos en la muestra.

Elemento	Wt %	Wt % Sigma
Hierro	54,42	0,75
Terbio	11,34	0,75
Disprobio	34,24	0,73

Tabla 4.4: Porcentajes de los elementos depositados (hierro, terbio y disprobio) en la muestra fabricada TF2.



Figura 4.37: Detalle en el Microscopio Óptico de la deposición de la muestra TF2.

Capítulo 5

Análisis de un sensor de campo magnético

Para finalizar con la parte experimental de este proyecto, se ha llevado a cabo un estudio de la magnetostricción de las muestras analizadas anteriormente, para poder hacer con una de ellas la caracterización de un sensor de campo magnético.

Dichas medidas se han realizado utilizando un interrogador óptico, proporcionado por el "Photonics Research Lab (PRL)", en el iTeam de la UPV. Un interrogador óptico es un instrumento de medida optoelectrónico capaz de medir la deformación o la temperatura detectadas por sensores en FBG, en aplicaciones de monitorización estáticas y dinámicas. Además, tiene incorporado un detector óptico que relaciona la potencia reflejada por la FBG con una longitud de onda. Dichos datos se pueden transferir por un cable de red RJ-45, desde puerto LAN del instrumento a un ordenador para poder procesarlos mediante el programa Software proporcionado directamente por el fabricante Micron Optics. Dicho programa se llama ENLIGTH, y se trata de un software de análisis que ofrece un conjunto de funciones para adquirir y procesar los datos detectados por el interrogador [39].

Algunas de las especificaciones más importantes y relevantes en este estudio que se han podido sacar del datahseet del instrumentos se muestran en la Tabla 5.1.



Figura 5.1: Interrogador óptico estático sm125.

Especificaciones	sm125-500
Número de canales ópticos	4 (hasta 16 posibles)
Frecuencia de Scan	2Hz
Rango de longitud de onda	1510-1590 nm
Resolución	1 pm
Rango dinámico	50dB
Conector óptico	FC/APC

Tabla 5.1: Características más importantes del interrogador estático sm125-500 utilizado.

Hay que tener en cuenta que las fibras que queramos analizar con el interrogador, deben llevar instalado un conector adecuado para poder unirlas al conector óptico del instrumento. Usando una máquina específica en el iTeam (ver Fig. 5.2a), ha sido posible colocar dichos conectores en las fibras fabricadas.



Figura 5.2: Máquina que une la FBG a un conector con el objetivo de poder analizarla con el interrogador óptico.

Para terminar de presentar el sistema de medida que se necesita para estos últimos análisis, cabe destacar que se hará uso de una bobina de 18.9 KA/m·A para meter la fibra mientras esté conectada al interrogador con el fin de crear el campo magnético de excitación. Además, se utilizará un tubo cilíndrico de vidrio para evitar alteraciones en la FBG por la imanación del campo producido. Por último, para que la bobina no se vea afectada por una subida extrema de la temperatura, se utilizará un bomba que refrigere la bobina mediante agua (ver Fig. 5.3).



Figura 5.3: Bobina de 18.9 KA/m·A de sensibilidad con bomba de refrigeración por agua, utilizada para crear el campo magnético de excitación mientras se estudia un FBG con el interrogador óptico.

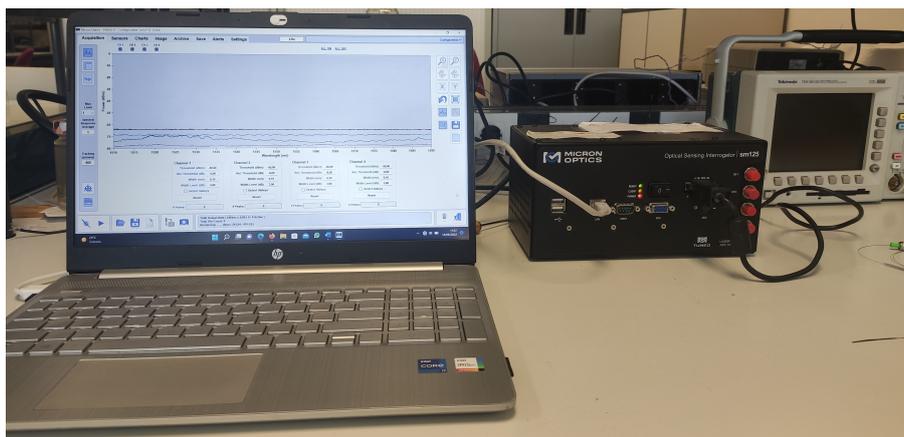


Figura 5.4: Sistema preparado con conexiones correctas entre el ordenador, el interrogador y el Software ENLIGHT, para la toma de datos con FBGs.

5.1. Adquisición de datos

Las primeras pruebas se llevaron a cabo con una FBG supusieron el aprendizaje del manejo del interrogador, el software, y la correcta interpretación de los datos que se estaban observando. A lo largo de este proceso, se ha trabajado con dos tipo de señales: una señal cuadrada que permite observar de forma directa (no hay deriva) el desplazamiento de longitud de onda que se produce a cierta corriente y una señal triangular que permitirá la caracterización posterior del sensor.

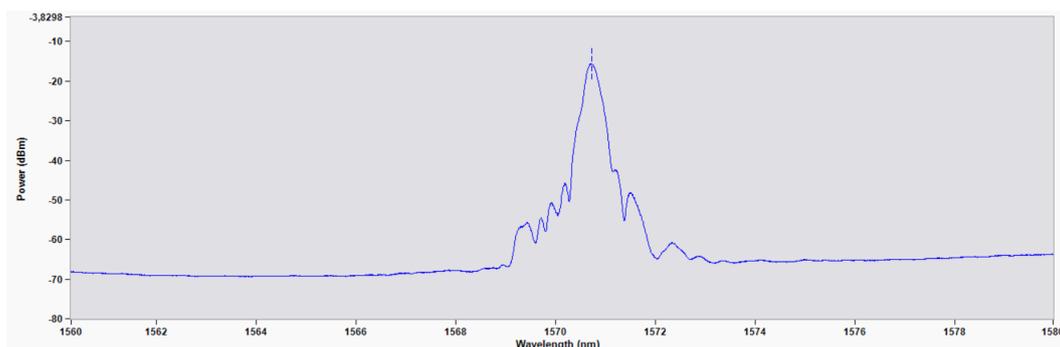


Figura 5.5: Espectro de una FBG con deposición de Galfenol en ENLIGTH.

Para una señal cuadrada de 7.5A a 12.5mHz, se obtiene una variación de longitud de onda de 10 pm (ver Fig. 5.6). El periodo es de 80 segundos aproximadamente, lo que coincide con la frecuencia establecida de la señal de entrada. La señal ha sido filtrada en OriginLab para obtener unos valores más claros.

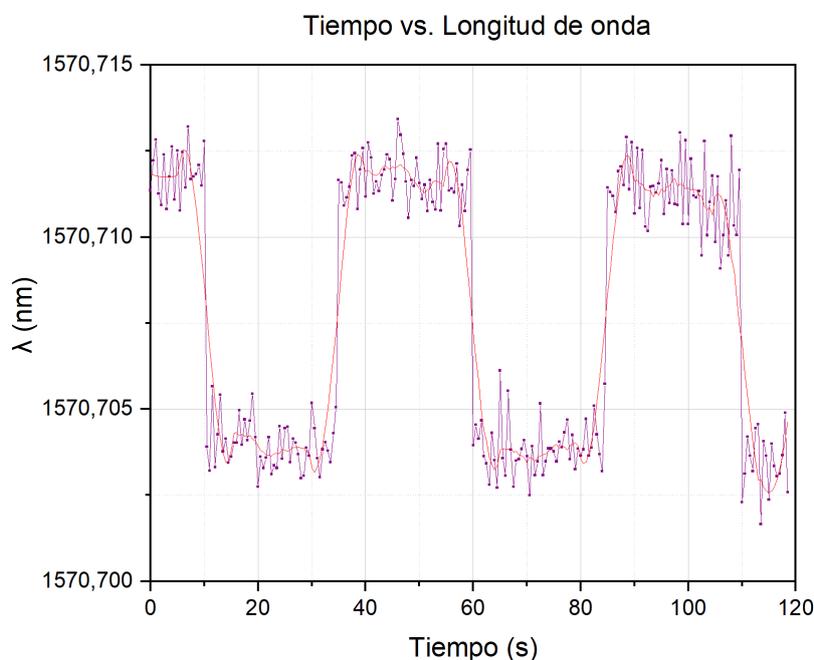


Figura 5.6: Señal cuadrada (filtrada en rojo y sin filtrar en morado) de 7.5A a 12.5mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra FBG-GA005.

Además, también se utiliza una señal triangular. La forma que muestra la Figura 5.7 se debe a que el material se satura debido a la imanación axial que tiene el Galfenol (no se ha producido la rotación de campo en estas medidas). Cuando la FBG llega al límite de deformación, la señal triangular no crece más, por lo que se mantiene constante hasta que se reanuda la deformación, esta vez en sentido contrario.

Como la saturación no permite observar bien la variación de la longitud de onda, se ha elaborado una gráfica que compara una señal triangular ideal con la obtenida en las medidas (ver Fig. 5.8). De esta manera, puede observarse que la variación de longitud de onda que se obtiene es de unos 10pm.

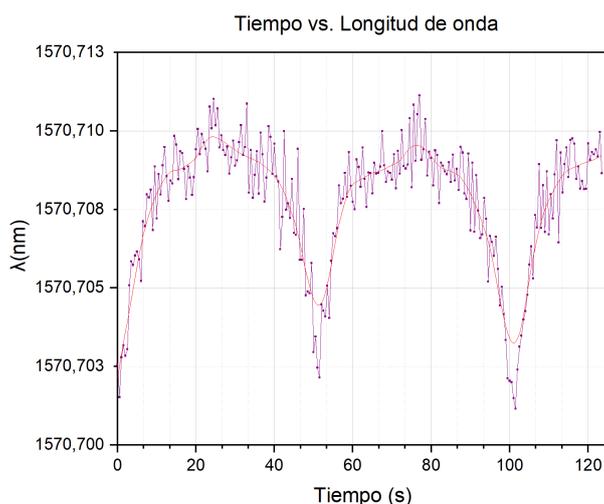


Figura 5.7: Señal triangular (filtrada en rojo y sin filtrar en morado) saturada de 7.5A a 20mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra FBG-GA005.

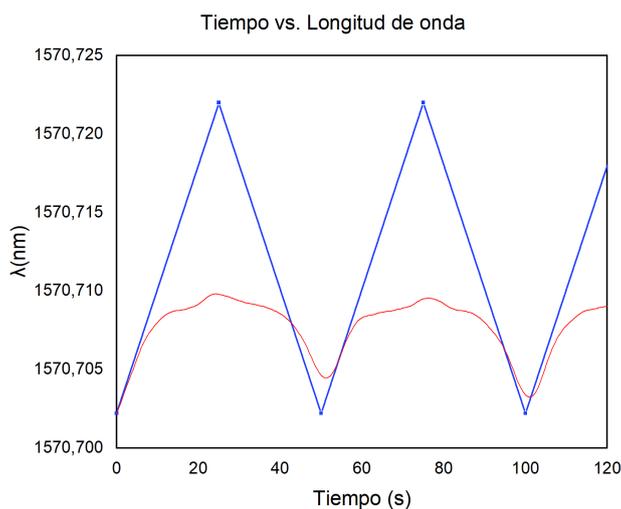


Figura 5.8: Señal triangular (filtrada en rojo e ideal en azul) saturada de 7.5A a 20mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra FBG-GA005.

Una vez entendidos los conceptos importantes de este apartado, puede pasarse a la caracterización como sensor de una de las últimas FBGs fabricadas. Se ha escogido la muestra F1 debido a que el porcentaje de Galio que mostraba su capa depositada se encontraba entorno al 18 %, el cual es uno de los picos en los que se consigue magnetostricción, como ya se ha estudiado en los apartados de teoría.

Para ello, se ha probado introducir una señal triangular de diferentes amplitudes para comprobar que con el aumento de amplitud de la señal de corriente se consigue más magnetostricción. Se ha representado la señal triangular recogida con el interrogador, junto con una señal ideal triangular para poder distinguir mejor las variación de la longitud de onda (ver Figs. 5.9, 5.10 y 5.11).

En la Tabla 5.2 se recogen dichas variaciones a las diferentes corrientes estudiadas.

Amplitud de corriente	$\Delta\lambda$
1A	3.5pm
3A	5pm
7A	7pm

Tabla 5.2: Variación de la longitud de onda a distintas corrientes en la muestra F1.

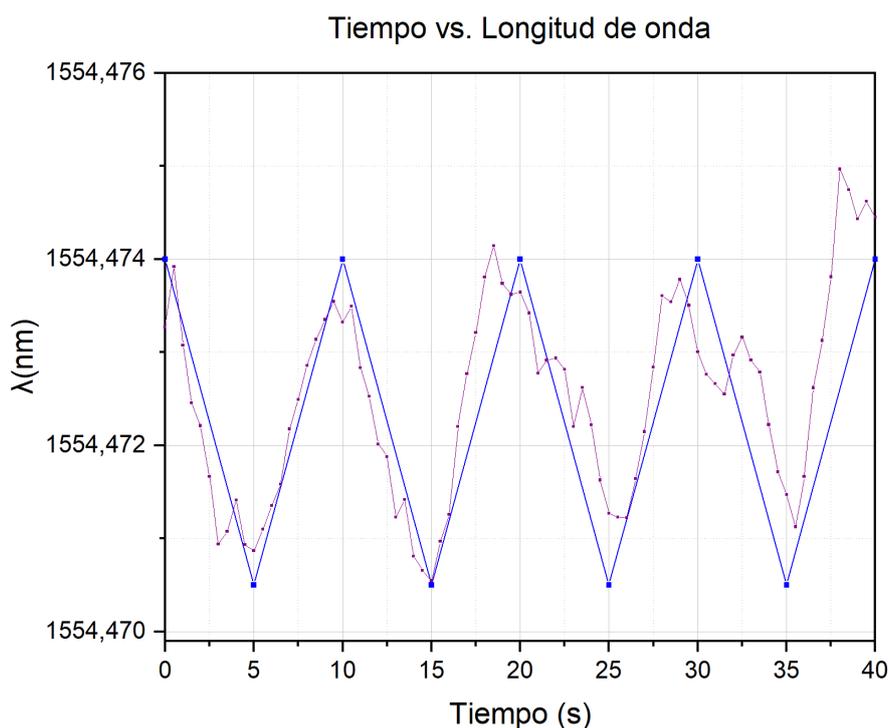


Figura 5.9: Señal triangular (filtrada en morado, la cual es ascendente por el efecto de la temperatura, e ideal en azul) de 1A a 100mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra F1.

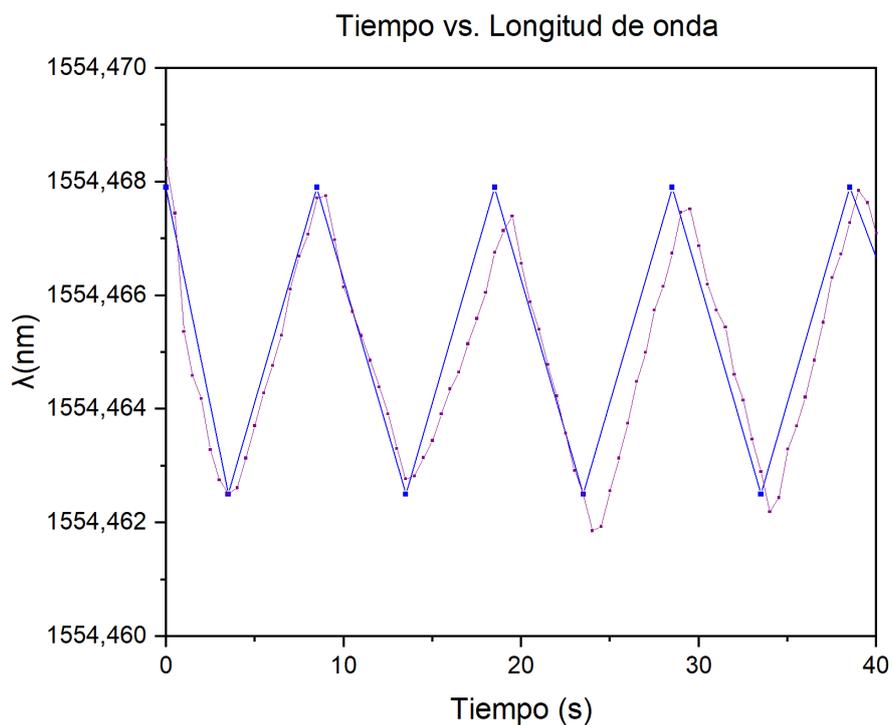


Figura 5.10: Señal triangular (filtrada en morado e ideal en azul) de 3A a 100mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra F1.

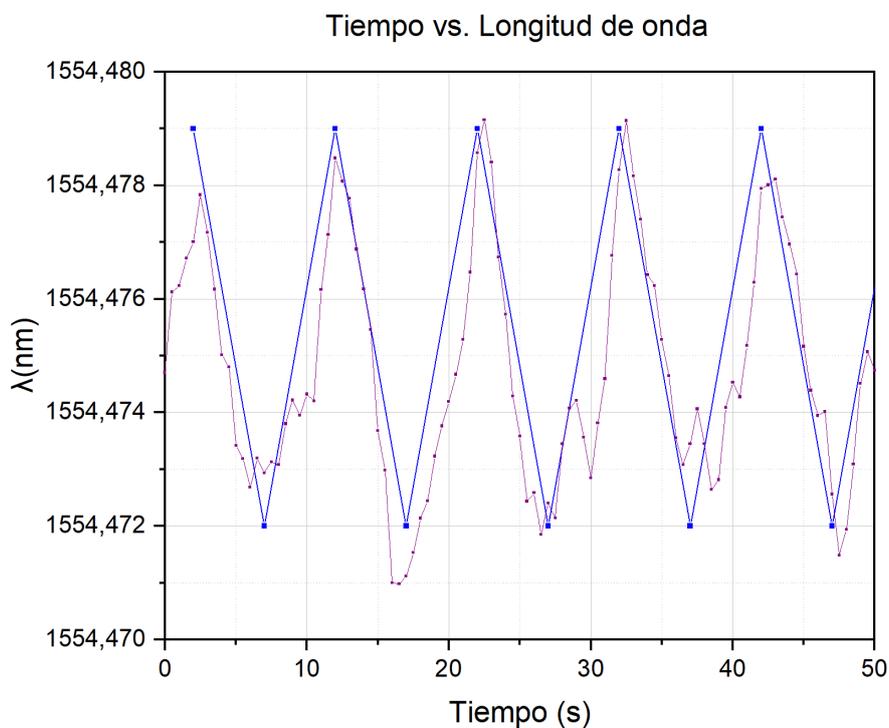


Figura 5.11: Señal triangular (filtrada en morado e ideal en azul) de 7A a 100mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la muestra F1.

No se hicieron más medidas, pues a partir de 7A la variación de la longitud de onda se mantenía constante (saturación de la fuente que excita la bobina debido a la limitación de tensión). Para poder estudiar definitivamente dicha variación con respecto al campo magnético aplicado, y así conseguir la caracterización de un sensor de campo magnético (ver Fig. 5.12), basta con utilizar la sensibilidad de la bobina utilizada en las medidas de forma que:

$$\text{sensibilidad}[kA/mA] \text{ corriente}[A] = \text{campomagnético}[kA/m] \quad (5.1)$$

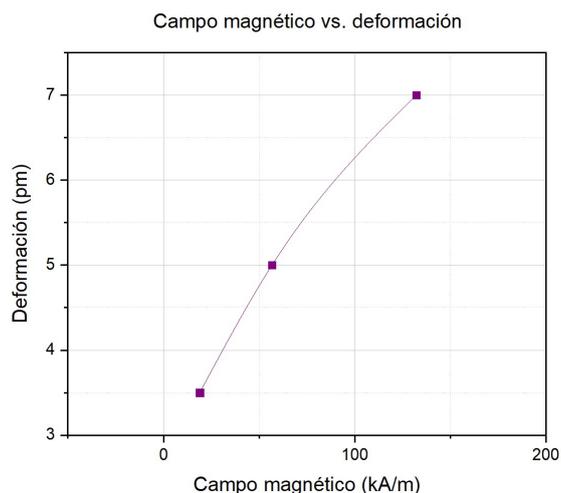


Figura 5.12: Caracterización de un sensor de campo magnético según la deformación sufrida por la FBG (muestra F1) aplicada una corriente.

Al obtener unos resultado tan bajos de magnetostricción, se ha decidido estudiar una FBG pegada a una barra de Terfenol-D puro (ver Fig 5.13), con el fin de observar una magnetostricción más grande (parecida a la que se esperaba con las muestras fabricadas) y aprovechar el uso del interrogador. Llevando a cabo el mismo procedimiento, e induciendo en la bobina utilizada distintas corriente, se ha podido trabajar con valores más altos de magnetostricción (ver Figs. 5.14, 5.15, 5.16 y 5.17). La forma de las gráficas obtenidas no es una triangular perfecta, debido a que cuando la fibra se encuentra en reposo (principio del movimiento), el movimiento no es lineal, pues está parado. Este fenómeno explica la curva inferior anterior a cada subida de la señal triangular. La parte donde la señal pasa de ser no lineal a lineal se correspondería con el valor de sensibilidad del sensor, ya que es el mínimo valor que puede llegar a medir. Estudiando las gráficas puede demostrarse que a mayor corriente, existe una mayor magnetostricción, pero hay que tener cuidado de que la señal no se sature debido a que la fuente que excita la bobina generadora de campo utilizada en estas medidas limita por tensión (ver Fig. 5.17). Cabe destacar que la saturación del terfenol puede llegar a los 2000pm.

En la Tabla 5.3 se recogen dichas variaciones a las diferentes corrientes estudiadas. Cabe destacar que los valores son considerablemente mayores.

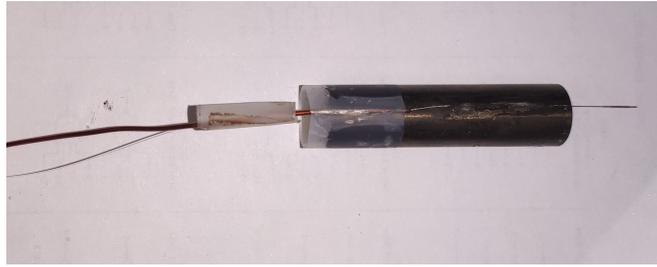


Figura 5.13: Muestra formada por una FBG pegada a una barra de Terfenol-D puro.

Amplitud de corriente	$\Delta\lambda$
1A	300pm
3,5A	450pm
5A	600pm
14A	700pm (limitación de la fuente)

Tabla 5.3: Variación de la longitud de onda a distintas corrientes en la FBG con una barra de Terfenol-D.

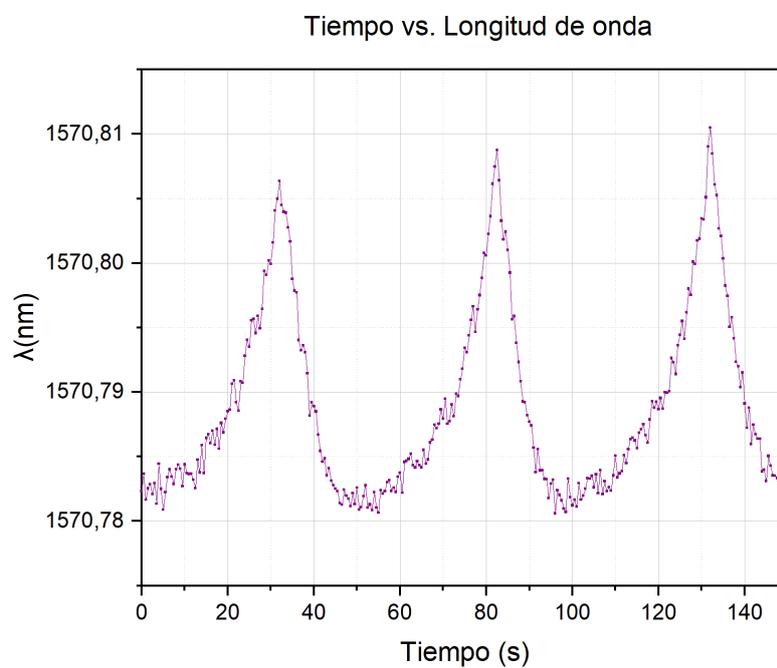


Figura 5.14: Señal triangular de 1A a 20mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la FBG con una barra de Terfenol-D.

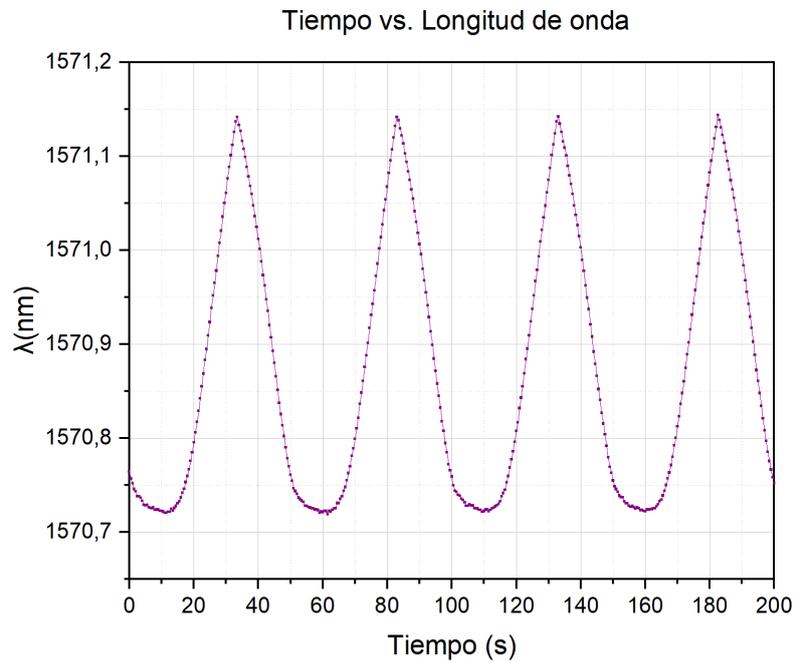


Figura 5.15: Señal triangular de 3,5A a 20mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la FBG con una barra de Terfenol-D.

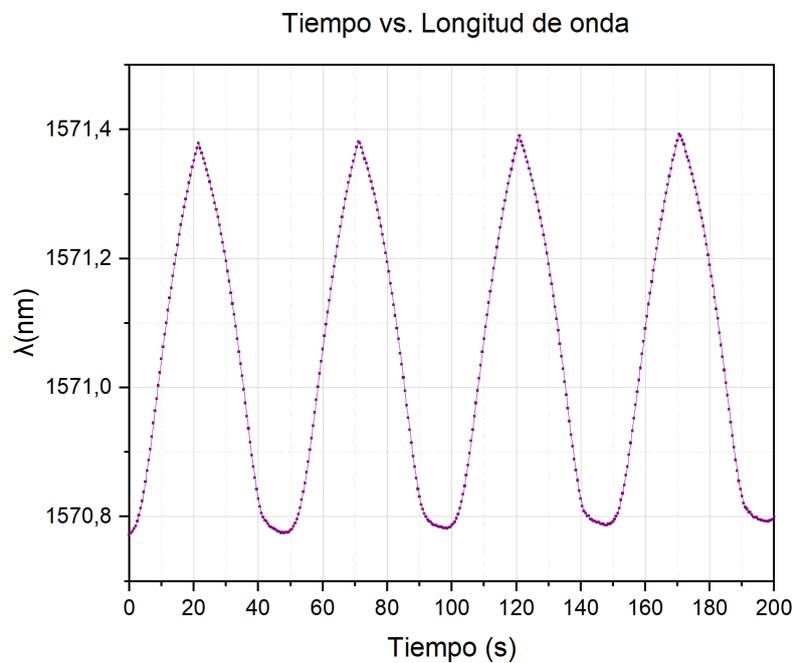


Figura 5.16: Señal triangular de 5A a 20mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la FBG con una barra de Terfenol-D.

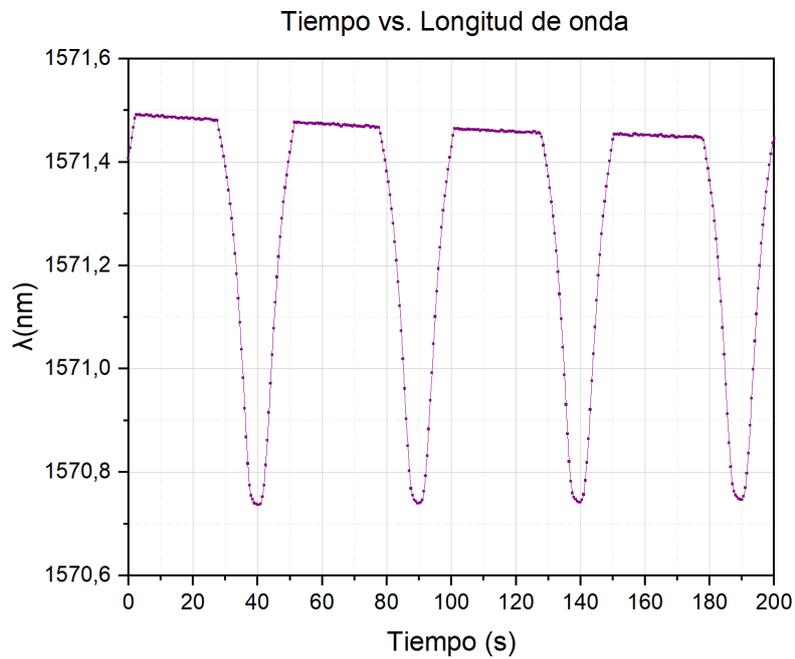


Figura 5.17: Señal triangular saturada de 14A a 20mHz, que muestra la variación de longitud de onda que se produce en la FBG con una barra de Terfenol-D.

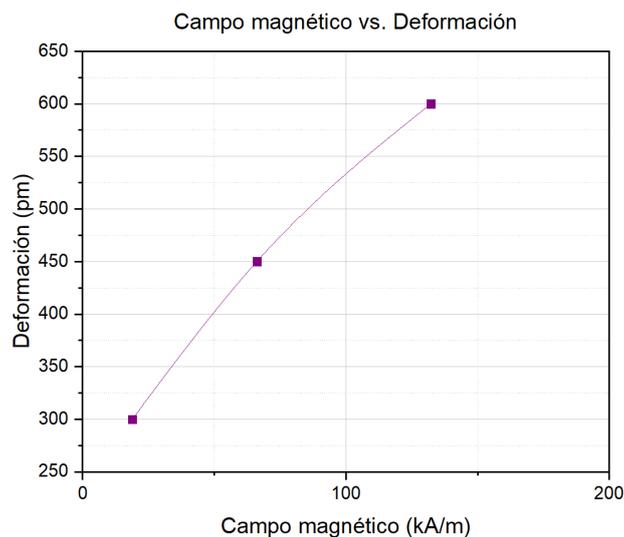


Figura 5.18: Caracterización de un sensor de campo magnético según la deformación sufrida por la FBG pegada a una barra de terfenol, aplicada una variación de corriente.

Para completar el estudio de esta muestra, puede llevarse a cabo el estudio de la caracterización de esta muestra pegada a una barra de Terfenol-D como sensor de campo magnético, utilizando de nuevo la ecuación 5.1 (tal y como se ha hecho con la anterior muestra fabricada, ver Fig. 5.18)). Otra forma de conseguir más puntos en la gráfica de caracterización, se basaría en coger directamente una parte lineal de una de las gráficas que muestra la deformación en función del tiempo transcurrido a una determinada corriente, y convertir el eje de tiempo por el de campo magnético (al saber la frecuencia y la corriente, sería posible convertirlo).

Capítulo 6

Resultados y Conclusiones

En este trabajo se ha diseñado un sensor de campo magnético. Para que esto fuera posible, se han tenido que realizar numerosos procesos experimentales (sputtering, niquelado, electrodeposición, análisis de EDX, medidas de ciclos, etc). Esto ha permitido enriquecer el aprendizaje en el laboratorio durante el proyecto, así como el constante contacto con diversas instituciones de investigación de la UPV (Laboratorio de Microscopía y PRL del iTeam).

Los compuestos con los que se ha trabajado han sido el Galfenol y el Terfenol-D debido a la alta magnetostricción que ofrecen en sus aplicaciones. El exhaustivo análisis de la electrodeposición de estos dos elementos ha permitido estudiar las propiedades con las que se obtienen los mejores resultados. La deposición de Galfenol a corriente constante ha resultado ser un método válido a la vez que novedoso, debido a que no se han encontrado más experimentos que hayan procedido de esta forma. Para conseguir una buena deposición, sería necesario controlar el pH de la disolución (no debería ser menor de 4.5), aunque es importante no modificar ningún parámetro más de la disolución. Además, lo óptimo sería trabajar con un motor que hiciera que la disolución estuviera en constante movimiento para obtener una capa depositada uniforme. En el caso del Terfenol-D, aunque no se han obtenido un gran número de buenos resultados, se ha podido conseguir la deposición de tierra raras en varios puntos de las muestras válidas, haciendo uso del electrodo de Calomel como electrodo de referencia para controlar el potencial de trabajo. Debido a la poca documentación que hay en este campo, esto es un comienzo.

Se ha fabricado un sistema de medida de ciclos de histéresis en el propio laboratorio, compuesto por una bobina excitadora con una sensibilidad de 7.7 KA/m·A (con su estudio de la caracterización comprobando que la relación entre corriente y campo es lineal) y dos bobinas captadoras. Esto ha permitido el estudio de los ciclos de histéresis magnética de las muestras, con lo que se ha aprendido a deducir el tipo de muestra según la forma del ciclo (biestable y no biestable). Algunas pruebas calentando las muestras han demostrado que se puede variar dicha forma al rotar la imanación.

Por último, se han realizado las medidas de magnetostricción. Para ello se ha utilizado una bobina de campo magnético de 18.9 KA/m·A y un interrogador óptico. Con la aplicación de dicho campo magnético se ha podido observar que las muestras sufren una deformación, la cual ha podido ser medida (en relación con la variación de longitud de onda) y, por consecuencia, el campo magnético. De esta manera, se ha conseguido fabricar un sensor de campo magnético, aunque con unas variaciones de longitud de onda muy bajas (el nivel máximo de magnetostricción que se ha conseguido ha sido de 10pm).

Capítulo 7

Trabajo Futuro

Al ser un trabajo elaborado, compuesto por numerosos procesos experimentales e innovadores, son muchos los puntos que se podrían seguir desarrollando en este proyecto.

En el Capítulo 4 se plantean numerosos estudios sobre las condiciones de la electrodeposición. En las muestras de Galfenol podría diseñarse un sistema más sofisticado para mantener la disolución en movimientos y obtener una capa depositada más uniforme y lisa, y que no haga peligrar a la muestra. También queda pendiente el desarrollo de una manera de calentar la muestra con el fin de conseguir una rotación de la imanación (pasando de un campo axial a un campo circular) con la que conseguir unos ciclos menos biestables (con lo que se llegará a una mayor magnetostricción). Esto conllevaría un novedoso avance ya que no se ha encontrado información sobre experimentos basados en la rotación de imanación por calentamiento (solo por precompresión).

Por otro lado, el estudio con Terfenol-D tiene mucho camino por recorrer, ya que tampoco hay mucha bibliografía al respecto. Aunque en este trabajo se haya conseguido la deposición de las tierras raras y el hierro que lo forman en pequeñas partes de la muestra, no se ha conseguido una cobertura uniforme (ya que las demás regiones de dicha cobertura se componían únicamente de hierro). Se podría probar a conseguir un potencial más estable y centrado en el valor correcto (-930mV, según la bibliografía encontrada) para intentar depositar una capa con porcentajes más exactos y correctos de los valores necesarios. Una vez conseguido esto, podría pasarse a estudiar dicha deposición en las fibras ópticas y, posteriormente, las FBGs, con el fin de comprobar si es posible obtener magnetostricción gigante.

Por otra parte, en el Capítulo 5, se han obtenido valores de magnetostricción muy bajos, lo que no cuadra con los valores normales que puede ofrecer el Galfenol. Esto podría arreglarse al conseguir rotar la imanación de la muestra (solución planteada en el apartado anterior) o asegurar que la capa depositada se encuentre bien aferrada a la muestra (si se encuentra un poco suelta, podría impedir que la FBG se deforme con ella, y no provocar valores altos de magnetostricción).

Bibliografía

- [1] H. García-Miquel y col. “Magnetic actuator based on giant magnetostrictive material Terfenol-D with strain and temperature monitoring using FBG optical sensor”. En: *Measurement* 80 (2016), págs. 201-206. ISSN: 0263-2241. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2015.11.035>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263224115006211>.
- [2] Héctor García-Miquel y col. “Current Sensor Based on a Fiber Bragg Grating Coated by Electroplated Magnetostrictive Material”. En: *2020 IEEE SENSORS*. 2020, págs. 1-4. DOI: 10.1109/SENSORS47125.2020.9278925.
- [3] Derang Cao y col. “Controllable magnetic and magnetostrictive properties of FeGa films electrodeposited on curvature substrates”. En: *Applied Physics A* 122 (oct. de 2016). DOI: 10.1007/s00339-016-0468-y.
- [4] Rocio Ranchal, Samuele Fin y D. Bisero. “Magnetic microstructures in electrodeposited Fe $1 - x$ Ga x thin films ($15 \leq x \leq 22$ at. %)”. En: *Journal of Physics D: Applied Physics* 48 (feb. de 2015), pág. 075001. DOI: 10.1088/0022-3727/48/7/075001.
- [5] Minghong Yang y col. “Optical fiber magnetic field sensors with TbDyFe magnetostrictive thin films as sensing materials”. En: *Opt. Express* 17.23 (nov. de 2009), págs. 20777-20782. DOI: 10.1364/OE.17.020777. URL: <http://opg.optica.org/oe/abstract.cfm?URI=oe-17-23-20777>.
- [6] Bethanie Stadler y col. “Galfenol Thin Films and Nanowires”. En: *Sensors* 18 (ago. de 2018), pág. 2643. DOI: 10.3390/s18082643.
- [7] P. D. McGary y B. J. H. Stadler. “Electrochemical deposition of Fe $1-x$ Ga x nanowire arrays”. En: *Journal of Applied Physics* 97.10 (2005), 10R503. DOI: 10.1063/1.1851435. eprint: <https://doi.org/10.1063/1.1851435>. URL: <https://doi.org/10.1063/1.1851435>.
- [8] R.R. Basantkumar y col. “Integration of Thin-Film Galfenol With MEMS Cantilevers for Magnetic Actuation”. En: *IEEE Transactions on Magnetics* 42.10 (2006), págs. 3102-3104. DOI: 10.1109/TMAG.2006.879666.
- [9] Hang Shim y col. “Magnetostrictive Performance of Electrodeposited Tb x Dy $(1-x)$ Fey Thin Film with Microcantilever Structures”. En: *MICROMACHINES* 11.5 (mayo de 2020). DOI: 10.3390/mi11050523.
- [10] Salvador Sales y Beatriz Ortega. *Apuntes de Comunicaciones Ópticas, Grado de Tecnologías y Servicios de Telecomunicación, UPV*. 2021.
- [11] AJOY AUTOR GHATAK y col. *An introduction to fiber optics*. Cambridge university press, 1998.

- [12] Mathematisch-naturwissenschaftlichen Fakultät. “Climatic Stability of Polymer Optical Fibers (POF)”. En: 2004.
- [13] H. García-Miquel y col. “Magnetic actuator based on giant magnetostrictive material Terfenol-D with strain and temperature monitoring using FBG optical sensor”. En: *Measurement* 80 (dic. de 2015). DOI: 10.1016/j.measurement.2015.11.035.
- [14] A. L. Ricchiuti y col. “Microwave Photonics Filtering Technique for Interrogating a Very-Weak Fiber Bragg Grating Cascade Sensor”. En: *IEEE Photonics Journal* 6.6 (2014), págs. 1-10. DOI: 10.1109/JPHOT.2014.2363443.
- [15] David Barrera y col. “Packaged Optical Sensors Based on Regenerated Fiber Bragg Gratings for High Temperature Applications”. En: vol. 12. 1. 2012, págs. 107-112. DOI: 10.1109/JSEN.2011.2122254.
- [16] Sergio B. Noriega Nélica A. Russo y Ricardo Duchowicz. “Optical System Development for Fiber Bragg Grating Writing”. es. En: *Información Tecnológica* 22 (de 2011), págs. 121-130. ISSN: 0718-0764. URL: http://www.scielo.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-07642011000200013&nrm=iso.
- [17] Esteban González Valencia. “Redes de Bragg en fibras ópticas microestructuradas”. Tesis doct. Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín Facultad de Ciencias, 2014.
- [18] Rafael Amat y col. “Magneto-Optical Sensor Based on Fiber Bragg Gratings and a Magnetostrictive Material”. En: *Proceedings of the 4th International Conference on Materials and Applications for Sensors and Transducers*. Key Engineering Materials. Trans Tech Publications Ltd, 2015. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.644.232.
- [19] VDI/VDE Technologiezentrum Informationstechnik GmbH. *European Concerted Action On Giant Magnetostrictive Materials And Applications (ECAMMA)*. Inf. téc. European Commission, 2005. URL: <https://cordis.europa.eu/article/id/80429-intensifying-development-of-giant-magnetostrictive-materials/en?format=pdf>.
- [20] CLARK A. E. “Ferromagnetic Materials”. En: *Magnetostrictive rare earth-Fe₂ compounds* (1980), págs. 531-589. URL: <https://cir.nii.ac.jp/crid/1572824499071217664>.
- [21] Rafael N. Giordano. “Aleaciones Ferromagnéticas con memoria de forma”. Tesis doct. Universidad Nacional De Córdoba. Facultad de Matemáticas, Astronomía y Física, 2012.
- [22] K. Sai Madhukar Reddy, Mazin M. Maqableh y Bethanie J. H. Stadler. “Epitaxial Fe(1-x)Gax/GaAs structures via electrochemistry for spintronics applications”. En: *Journal of Applied Physics* 111.7 (2012), 07E502. DOI: 10.1063/1.3670514. eprint: <https://doi.org/10.1063/1.3670514>. URL: <https://doi.org/10.1063/1.3670514>.
- [23] Jack H.-G. Ng y col. “Optimised co-electrodeposition of Fe-Ga alloys for maximum magnetostriction effect”. En: *Sensors and Actuators A: Physical* 223 (2015), págs. 91-96. ISSN: 0924-4247. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2014.12.014>. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924424714005214>.
- [24] Jonathon Duay y col. “Controlled electrochemical deposition and transformation of hetero-nanoarchitected electrodes for energy storage”. En: *Phys. Chem. Chem. Phys.* 15 (21 2013), págs. 7976-7993. DOI: 10.1039/C3CP50724F. URL: <http://dx.doi.org/10.1039/C3CP50724F>.
- [25] Bethanie Stadler y col. “Galfenol Thin Films and Nanowires”. En: *Sensors* 18 (ago. de 2018), pág. 2643. DOI: 10.3390/s18082643.

-
- [26] Hang Shim y col. “Magnetostrictive Performance of Electrodeposited TB X DY (1-X) FE Y Thin Filmevaluated from Microactuator”. En: jun. de 2019, págs. 1698-1700. DOI: 10.1109/TRANSDUCERS.2019.8808489.
- [27] Sanjeev Rayaprolu y Dev Chidambaram. “Electrochemical Deposition of Terbium from Molten Salts”. En: *ECS Transactions* 58.45 (abr. de 2014), págs. 51-66. DOI: 10.1149/05845.0051ecst. URL: <https://doi.org/10.1149/05845.0051ecst>.
- [28] Scott L. Wheeler. “PRC Espionage leads to ”Terf” war: investigators say China placed students in American universities to gain secret information about an exotic material with valuable industrial and military uses”. En: *Insigth on the news* (2012).
- [29] Inc. ETREMA Products. “TdVib, LLC Terfenol-D”. En: (2021).
- [30] José Manuel Sánchez Sánchez. “Sistema automatizado para la medida del ciclo de histéresis magnético”. Tesis doct. Universidad Politécnica de Valencia. Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Telecomunicaciones, 1999.
- [31] R.B. Leighton R.P. Feynman y The Feynman M. Sands. “Lectures on Physics”. En: Addison-Wesley, Reading, 1964, Chapter 37.
- [32] Christy R. W. Reitz J. R. Milford F. J. *Fundamentos de la Teoría Electromagnética*. Editorial Addison-Wesley Iberoamericana, 1996.
- [33] Yaakov Kraftmakher. “Hysteresis Loops of a Ferromagnet”. En: *The Physics Teacher* 43.7 (2005), págs. 439-441. DOI: 10.1119/1.2060641. URL: <https://doi.org/10.1119/1.2060641>.
- [34] C.A Loto. “Electroless Nickel Plating – A Review”. En: *Silicon* 8 (2016), págs. 177-186. URL: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s12633-015-9367-7.pdf>.
- [35] Wei Sha, Xiaomin Wu y Kim Ghee Keong. “Applications of electroless nickel-phosphorus (Ni-P) plating”. En: *ELECTROLESS COPPER AND NICKEL-PHOSPHORUS PLATING: PROCESSING, CHARACTERISATION AND MODELLING*. Woodhead Publishing in Materials. 2011, págs. 263-274. ISBN: 978-1-84569-808-9. DOI: 10.1533/9780857090966.2.263. URL: <https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/B9781845698089500153?token=1CAB2DE5FB4257B6F69B861325BC7A242415A242177A61FA2D0591170A%20%5C%5C%20EFFEAFEE0B5D743286AADE246E90156B95B92&originRegion=eu-west-1&originCreation=20220522111402>.
- [36] Giuseppe Schiavone y col. “Electrodeposited magnetostrictive Fe-Ga alloys for miniaturised actuators”. En: *2014 9th International Microsystems, Packaging, Assembly and Circuits Technology Conference (IMPACT)*. 2014, págs. 246-249. DOI: 10.1109/IMPACT.2014.7048373.
- [37] M. Garcia Banus. “A Design for a Saturated Calomel Electrode”. En: *Science* 93.2425 (1941), págs. 601-602. DOI: 10.1126/science.93.2425.601.b. URL: <https://www.science.org/doi/abs/10.1126/science.93.2425.601.b>.
- [38] Ives D. J. G. Hill G. J. “The Calomel Electrode”. En: *Nature* 165.4196 (1950), pág. 503. URL: <https://doi.org/10.1038/165530a0>.
- [39] *Optical Sensing Interrogator|sm125*. sm125-500. Rev. 1.2. Micron Optics, Inc. 2009.
-

Parte II

Anexos

Anexo A

Procesos Experimentales

A.1. Proceso Niquelado Químico

Descripción del proceso químico que se ha de seguir para conseguir la deposición química de una capa de níquel.

Para una disolución de volumen de 250ml

- 1 dedo de AGUA
- 14g de CLORURO DE NÍQUEL ($NiCl_2$). Diluir perfectamente.
- 25g de CITRATO SÓDICO ($Na_3C_6H_5O_7$). Diluir perfectamente.
- 2.5g de HIPOFOSFITO SÓDICO ($NaPO_2H_2$). Diluir perfectamente.
- Añadir AMONÍACO (NH_3) hasta alcanzar un pH de 8.9.
- Añadir el resto del agua.
- Establecer la temperatura al comienzo de la ebullición (unos $95^\circ C$).
- Mantener en este límite mientras se lleva a cabo la deposición, observando "burbujitas" en la disolución.

A.2. Características técnicas OP27

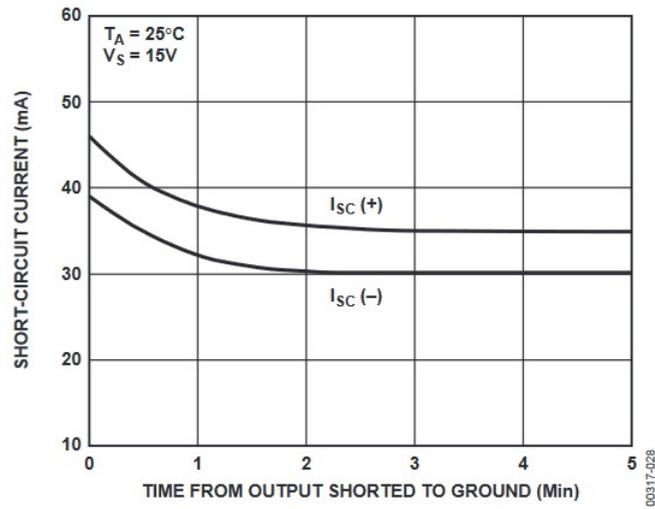


Figure 28. Short-Circuit Current vs. Time

Figura A.1: Corriente de corto-circuito Vs. Tiempo.

A.3. Caracterización del sistema de bobinas para la medición de ciclos de histéresis

I(A)	H(kA/m)
0.5	3.981
1	7.89
1.5	11.804
2	15.713
2.5	19.621
3	23.53
3.5	27.438
4	31.354
4.5	35.261
5	39.169
5.5	43.077
6	46.991
6.5	50.899
7	54.808
7.5	58.715
8	62.621
8.5	66.532
9	70.43
9.5	74.326
10	78.225
10.5	82.12
11	86.02
11.5	89.91
12	93.792
12.5	97.671

Tabla A.1: Datos tomados con el Gaussímetro, con el fin de medir el campo magnético de la bobina sometida a distintas corrientes de excitación.

A.4. Material utilizado en el Laboratorio de Microscopía

Microscopio FESEM

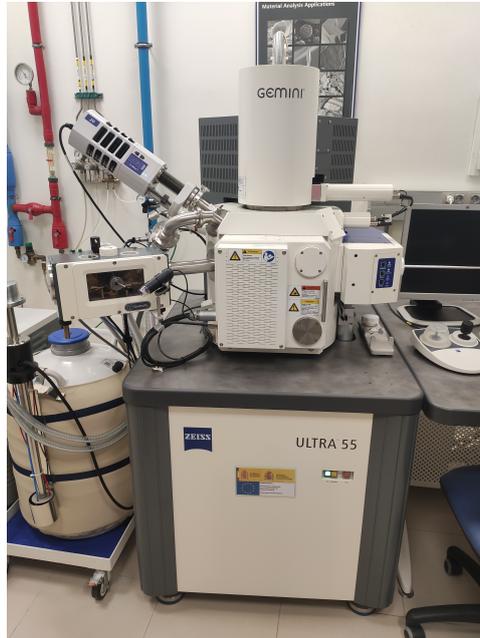


Figura A.2: Microscopio FESEM en Microscopía, UPV.

Microscopio Óptico



Figura A.3: Microscopio Óptico Lupa en Microscopía, UPV.