



Universidade Federal de Santa Maria
Centro de Ciências Naturais e Exatas
Programa de Pós-Graduação em Física

Construção de um susceptômetro *AC* e a susceptibilidade magnética de microfios amorfos recobertos por vidro. †

Dissertação de Mestrado

Rafael Cabreira Gomes

Dissertação realizada sob orientação do Prof. Dr. Marcos André Carara e apresentada ao Curso de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal de Santa Maria como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Física.

Santa Maria, RS, Brasil

2010

†Trabalho parcialmente financiado pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul (FAPERGS).

**Construção de um susceptômetro AC e a
susceptibilidade magnética de microfios amorfos
recobertos por vidro.**

por

Rafael Cabreira Gomes

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal de Santa Maria como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Física**

Orientador: Prof. Dr. Marcos André Carara

Santa Maria, RS, Brasil

2010

©2010

Todos os direitos reservados a Rafael Cabreira Gomes.

A reprodução de parte ou do todo deste trabalho só poderá ser realizada com autorização por escrito do autor.

Endereço: Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos, Departamento de Física, Centro de Ciências Naturais e Exatas, Universidade Federal de Santa Maria, Faixa de Camobi, km 9, Santa Maria, RS, CEP 97105-900.

Telefone: +55(55)3220-8618

E-mail: rafael.fsc@gmail.com

L^AT_EX

**Universidade Federal de Santa Maria
Centro de Ciências Naturais e Exatas
Programa de Pós-Graduação em Física**

A Comissão Examinadora, abaixo assinada, aprova a Dissertação:

**Construção de um susceptômetro AC e a
susceptibilidade magnética de microfios amorfos
recobertos por vidro.**

elaborada por

Rafael Cabreira Gomes

como requisito parcial para a obtenção do título de
MESTRE EM FÍSICA

COMISSÃO EXAMINADORA:

Prof. Dr. Marcos André Carara - Orientador, UFSM

Prof. Dr. Celso Arami Marques da Silva, UFSM

Prof. Dr. Valdemar das Neves Vieira, UFPel

Santa Maria, 2010.

À meus Pais Darci e Ivonete *in memoriam*, irmã Cíntia e a namorada Roseline .

Agradecimentos

Primeiramente gostaria de agradecer a UFSM, especialmente a coordenação da pós-graduação em Física, pela infra-estrutura e pelo auxílio durante esses anos.

A Roseline, pelo carinho e companheirismo e que mesmo longe é o pilar que me sustenta, ajudando e incentivando.

Gostaria de agradecer especialmente ao professor Marcos Carara pelas horas dedicadas, paciência, e ótima orientação.

Especialmente também estendo aos amigos Felipe Bohn, Fábio Beck, Kelly Sossmeier pela ajuda nesse trabalho, discussões e auxílio.

Aos professores Aguinaldo, Ana Augusta, Antônio Marcos (Teco), Carmem, Lúcio, Schelp, Rubem Sommer pela amizade e pelos ensinamentos.

Aos colegas do Laboratório: João Tiburcio, Marcio, Calegari, Claudiosir, Josué, Luciane, Veridiana, Paula, Luiz Adolfo (Jaguari), Gazola, Diego e Manuela pela amizade.

Aos colegas e amigos: Dieivase (Chefe dos IC), Matheus Gamino (Golimar), Rafael Della Pace (Banana Joe), Thiago Mori (Litrão), Luiz Eugênio (Uruguaiana) pela amizade e pelos momentos inesquecíveis .

As amigas especiais: Vivian (que esgotamento!) e Paloma (ohhhhhhhhhhh) pela amizade.

A minha família em especial a meus pais, pela educação e incentivo para a realização dos meus sonhos.

"... minha saúde não é de ferro, mas meus nervos são de aço..."

Rita Lee

Resumo

Dissertação de Mestrado
Programa de Pós-Graduação em Física
Universidade Federal de Santa Maria

Construção de um susceptômetro AC e a susceptibilidade magnética de microfios amorfos recobertos por vidro

AUTOR: RAFAEL CABREIRA GOMES
ORIENTADOR: MARCOS A. CARARA

Microfios amorfos recobertos por vidro são materiais com propriedades magnéticas macias adequadas para várias aplicações tecnológicas, especialmente sensores magnéticos. Uma das principais características desses microfios com magnetostricção negativa é a sua estrutura de domínios magnéticos, que é alvo de diversos estudos em centros de pesquisa pelo mundo. Nesse trabalho foi desenvolvido e construído um susceptômetro para medidas de susceptibilidade magnética AC em temperatura ambiente e um outro para operar em temperaturas criogênicas. Para o caso de materiais magnéticos, a técnica de susceptibilidade AC traz informações de relevância sobre os processos de magnetização, como a dinâmica dos momentos magnéticos e processos dissipativos que ocorrem no interior da amostra. Em particular, foram estudadas amostras de microfios amorfos recobertos por vidro com composição nominal de $Co_{68.25}Fe_{4.25}Si_{12.5}B_{15}$. Esses microfios amorfos ricos em cobalto exibem uma estrutura de domínios magnéticos denominada como *bamboo*, estrutura essa que corresponde a um núcleo magnetizado longitudinalmente envolto por um domínios magnetizados circunferencialmente. O estudo da susceptibilidade magnética trouxe informações de relevância sobre essas amostras, onde conseguimos constatar principalmente que com o aumento da tensão mecânica externa, há um aumento volumétrico dos domínios com magnetização circunferencial às custas do volume do núcleo magnetizado axialmente. Verificou-se ainda com esse estudo, que esses microfios exibem um comportamento magnético em função da temperatura muito parecido com o comportamento magnético frente a tensão mecânica externa. Isso é fruto de uma competição entre as energias magnetoelástica e magnetostática, que são as principais energias envolvidas nesses materiais.

Palavras-chave: microfios amorfos magnéticos; susceptibilidade magnética.

Abstract

Dissertação de Mestrado
Programa de Pós-Graduação em Física
Universidade Federal de Santa Maria

Development of an *AC* susceptometer and magnetic susceptibility of glass covered amorphous microwires

AUTHOR: RAFAEL CABREIRA GOMES
ADVISOR: MARCOS A. CARARA

Glass covered microwires are materials with soft magnetic properties suitable to several technological applications, specially in magnetic sensors. The main feature of these wires, with negative magnetostriction, is the magnetic domain structure, which are studied in several research centers. In this work it was developed an AC susceptometer capable to operate at room temperature at different applied fields and stress and another one to operate in cryogenic temperatures. The AC susceptibility technique carry out information either about the dynamic magnetic processes as the dissipative one that occur into the samples. In particular, microwires samples with nominal composition of $Co_{68.25}Fe_{4.25}Si_{12.5}B_{15}$ were studied. These Co-rich microwires exhibit the bamboo-like domain structure, meaning an axially magnetized core surrounded by a circumferentially magnetized shell. The AC susceptibility study on these samples give us information as, for example, that with the increase of the applies stress, there is an increase of the volume of the circumferentially magnetized shell at expenses of the inner core volume. It was also verified that, the magnetic behavior with the reduction of the temperature is similar to that observed when the microwires are axially stressed. This fact is due to the competition between the maganetoelastic and magnetostatic energies.

Keywords: Magnetic microwires; Magnetic Susceptibility.

Sumário

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Introdução | 11 |
| 2 | Conceitos Fundamentais | 13 |
| 2.1 | Campo e Momento Magnéticos | 13 |
| 2.2 | Susceptibilidade e Permeabilidade Magnéticas | 15 |
| 2.3 | Caracterização Magnética dos Materiais | 18 |
| 2.3.1 | Materiais Diamagnéticos | 18 |
| 2.3.2 | Materiais Paramagnéticos | 18 |
| 2.3.3 | Materiais com Magnetismo Coletivo | 20 |
| 3 | Energia Livre Magnética e Formação dos Domínios Magnéticos | 23 |
| 3.1 | Energia Livre Magnética | 23 |
| 3.1.1 | Energia de Troca (Exchange) | 25 |
| 3.1.2 | Energia Magnetostática | 25 |
| 3.1.3 | Energia Magnetoelástica | 26 |
| 3.1.4 | Paredes de Domínios Magnéticos | 28 |
| 3.2 | A Curva de Magnetização | 30 |
| 3.2.1 | Deslocamento de Paredes de Domínios Magnéticos | 32 |
| 3.2.2 | Rotação da Magnetização | 34 |
| 4 | Microfios Amorfos Recobertos por Vidro | 36 |
| 4.1 | Materiais Amorfos | 36 |
| 4.2 | Microfios Amorfos | 37 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 4.2.1 | Fabricação | 38 |
| 4.3 | Estrutura de Domínios Magnéticos e Distribuição de Tensões Internas em Microfios Amorfos Recobertos por Vidro | 39 |
| 4.4 | Indução de Anisotropias em Microfios Amorfos | 41 |
| 4.4.1 | Tratamento Térmico em Microfios por Aquecimento Joule | 42 |
| 4.4.2 | Aplicação de Tensão Mecânica | 45 |
| 5 | Construção de um Susceptômetro AC | 48 |
| 5.1 | Revisão sobre Susceptômetros | 48 |
| 5.2 | Descrição do Equipamento Construído | 49 |
| 5.3 | Susceptibilidade <i>vs.</i> Campo Magnético $\chi(H)$ | 52 |
| 5.4 | Susceptibilidade à Baixas Temperaturas | 54 |
| 5.4.1 | O Controle de Temperatura | 54 |
| 5.4.2 | O Susceptômetro para Baixas Temperaturas | 55 |
| 5.5 | Medidas de Susceptibilidade AC | 57 |
| 5.6 | Composição da Medida | 59 |
| 6 | Resultados e Discussão | 61 |
| 6.1 | Avaliação da Magnetostricção | 61 |
| 6.2 | Avaliação da Estrutura de Domínios | 64 |
| 6.3 | Avaliação das Amostras Tratadas Termicamente | 68 |
| 6.4 | Análise à Baixa Temperatura | 70 |
| 7 | Conclusões e Perspectivas | 73 |
| | Referências Bibliográficas | 75 |
| | Apêndice A – Projeto de construção dos solenoides dos susceptômetros AC | 78 |
| A.1 | Susceptômetro a temperatura ambiente | 78 |

| | |
|--|-----------|
| A.2 Susceptômetro para baixas temperaturas | 79 |
| Apêndice B – Softwares desenvolvidos | 84 |

1 Introdução

A susceptibilidade magnética (χ) é uma das mais importantes grandezas físicas do ponto de vista do magnetismo. É uma grandeza que pode ser determinada experimentalmente e a maneira mais simples de fazê-la é através da técnica de susceptibilidade AC, onde os relatos de sua utilização já ultrapassaram 50 anos [1]. Sua determinação pode revelar características intrínsecas do material estudado e/ou fenômenos, tais como a ocorrência de transições de fase de naturezas variadas. Por este motivo, essa técnica é muito usada nos estudos de supercondutores de alta temperatura crítica e de materiais magnéticos metaestáveis.

Além disso, se a susceptibilidade for medida de forma vetorial, como é o caso desse trabalho, suas componentes real e imaginária fornecem informações diferentes e complementares, onde a parte real traz informações de processos que ocorrem em fase com o campo AC e a componente fora de fase traz informações sobre processos dissipativos no material.

Tendo em vista a capacidade da técnica na caracterização magnética, o objetivo principal desse trabalho foi construir um susceptômetro que consiga dar informações relevantes dos mais variados materiais investigados e acabe por acrescentar mais uma técnica ao Laboratório de Magnetismo (LMMM/UFSM).

Como testes de avaliação do equipamento construído, analisamos a susceptibilidade magnética de microfios amorfos recobertos por vidro. Essas amostras são constituídas de um núcleo metálico coberto por uma fina camada de vidro que o protege da oxidação [2]. Além disso, são amostras com volume de material magnético relativamente pequeno e com indução magnética na ordem de 10^{-4} emu.

No processo de fabricação desses microfios, são armazenadas tensões mecânicas proveniente da diferença entre os coeficientes de expansão térmica do núcleo metálico e do vidro, que associadas à magnetostricção, levam a uma interessante estrutura de domínios magnéticos composta de um grande domínio com magnetização axial envolto por uma

casca de domínios com magnetização orientada circunferencialmente. Como a anisotropia predominante nesse sistema é de origem magnetoelástica, tratamentos térmicos e tensões mecânicas adicionais podem modificar a estrutura de domínios do material, bem como seu comportamento frente a campos magnéticos aplicados.

Assim, o uso da técnica de susceptometria *AC* nessas amostras permite o entendimento dos processos de magnetização e da dinâmica de paredes de domínio, o que é interessante como fonte de informações sobre magnetismo básico e também de interesse tecnológico, em especial para aplicações em sensores magnéticos [3-6].

Nesta dissertação serão apresentados os detalhes da construção e desenvolvimento de dois susceptômetros *AC*: o primeiro para trabalhar a temperatura ambiente e com possibilidade de aplicação de tensão mecânica na amostra e o segundo dedicado a medidas à baixas temperaturas. Serão descritos também alguns resultados obtidos em microfios com o primeiro e de supercondutividade com o segundo aparato. Dessa maneira, a dissertação terá uma abordagem dos conceitos físicos envolvidos na construção e no funcionamento do susceptômetro, assim como o entendimento dos processos de magnetização que ocorrem nas amostras estudadas. A dissertação está dividida da seguinte forma:

No capítulo dois (Conceitos fundamentais) será feita uma revisão dos fundamentos básicos de magnetismo e em especial sobre a susceptibilidade magnética.

O capítulo três (Energia livre magnética e a formação dos domínios magnéticos) está dedicado ao estudo das energias magnéticas associadas as anisotropias que são relevantes para a formação da estrutura de domínios magnéticos dos microfios amorfos.

No capítulo quatro (Microfios amorfos) é feita uma revisão sobre os microfios amorfos recobertos por vidro, abordando a sua fabricação, suas características magnéticas bem como sua estrutura de domínios magnéticos. Neste, ainda fez-se uma revisão sobre a indução de anisotropias nos microfios, bem como uma descrição da modificação da anisotropia pela aplicação de tensão mecânica e tratamentos térmicos por aquecimento Joule.

O quinto capítulo (Construção do susceptômetro *AC*) é uma breve revisão sobre susceptômetros e explica detalhadamente o funcionamento do susceptômetro tanto em função do campo magnético quanto em função da temperatura. Também são apresentadas as medidas de susceptibilidade, a composição das curvas de $M \times H$ e as informações que podem ser extraídas destas curvas.

Os capítulos seis e sete (Resultados e Conclusões) trazem os resultados das análises dos gráficos para os microfios amorfos e as conclusões do trabalho.

2 Conceitos Fundamentais

Nos últimos anos vem crescendo a produção de materiais magnéticos para a aplicação em diversas áreas. Porém, para esses materiais serem desenvolvidos é preciso um entendimento de cunho elementar, tanto da organização topológica quanto das propriedades magnéticas básicas. Com o intuito de estudar estas propriedades, a susceptibilidade magnética é uma ferramenta importante que contribui para o entendimento de processos decorrentes de fenômenos físicos tais, como supercondutividade e dinâmica da magnetização. Neste capítulo será apresentada uma breve revisão teórica sobre fundamentos físicos como: momento magnético, magnetização, susceptibilidade entre outros.

2.1 Campo e Momento Magnéticos

Fenômenos que envolvem campos magnéticos são observados na natureza em uma ampla escala de comprimento, isto é, desde a escala nanoscópica até à astronômica. Esses campos magnéticos podem ser observados em torno de ímãs permanentes ou fios percorridos por correntes elétricas, provocando efeitos diversos sobre cargas em movimento e materiais magnéticos.

Oersted observou que uma corrente elétrica fluindo por um fio condutor produz um efeito magnético, mudando a orientação da agulha de uma bússola colocada próxima a esse fio. Esse fenômeno foi explicado mais tarde por Ampère, que relacionou a densidade de corrente elétrica ao campo magnético \mathbf{B} (indução magnética ou densidade de fluxo),

$$\nabla \times \mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{J}. \quad (2.1)$$

Após a descoberta dos efeitos magnéticos das correntes, foi sugerido por Ampère que a magnetização dos materiais teriam origem nas correntes microscópicas intrínsecas do material (correntes amperianas) [8]. Especificamente dentro da amostra, pode-se pensar que essas correntes elétricas internas circulam em espiras de corrente.

A partir dessa definição, pode-se explicar o que chamamos de momento magnético \mathbf{m} . Assumindo que uma corrente elétrica i percorre uma dessas espiras internas com área infinitesimal $d\mathbf{A}$, o momento magnético $d\mathbf{m}$ de uma espira pode ser quantificado como :

$$d\mathbf{m} = i d\mathbf{A} \quad (2.2)$$

e a sentido do vetor área \mathbf{A} depende do sentido da corrente elétrica na espira. Imaginando a espira de corrente no plano da página, se o sentido da corrente for horário o vetor momento magnético aponta para dentro da página.

Assim, a soma dos momentos magnéticos $d\mathbf{m}$ desses pequenos laços de corrente, é o momento magnético \mathbf{m} , que para uma espira de tamanho finito, é dada pela expressão:

$$\mathbf{m} = i \int d\mathbf{A}, \quad (2.3)$$

que considera que as correntes que fluem pelos pequenos laços de corrente no interior do material cancelam-se mutuamente, levando a corrente à percorrer o perímetro externo da espira de tamanho finito, que engloba todos os menores, ver figura 2.1.

O momento magnético de uma espira de corrente, no limite de uma pequena área e com momento finito, é similar as de um dipolo magnético e sua energia pode ser quantificada como:

$$E = -\mu_0 \mathbf{m} \cdot \mathbf{H} = -\mu_0 [mH \cos(\theta)], \quad (2.4)$$

onde θ é o ângulo entre o momento magnético \mathbf{m} e o campo magnético externo \mathbf{H} e μ_0 é a permeabilidade magnética no vácuo [9].

Nos materiais magnéticos esses dipolos têm origem no momento angular orbital e de *spin* dos elétrons associados aos íons ou átomos que formam a matéria, portanto depende da distribuição eletrônica dos átomos e/ou moléculas.

Cada material pode responder de uma maneira diferente à presença de campo magnético. Isso ocorre de acordo com as propriedades de seus átomos e moléculas individuais, além das interações entre estes. A resposta do material ao campo magnético está relacionada à magnetização \mathbf{M} , definida como a soma dos momentos de dipolo magnético total por unidade de volume da amostra e expressa por:

$$\mathbf{M} = \lim_{\Delta V \rightarrow 0} \frac{1}{\Delta V} \sum_i \mathbf{m}_i, \quad (2.5)$$

onde ΔV é um pequeno volume e m_i é o momento magnético do átomo de índice i e a soma se estende a todos os átomos do volume ΔV [10].

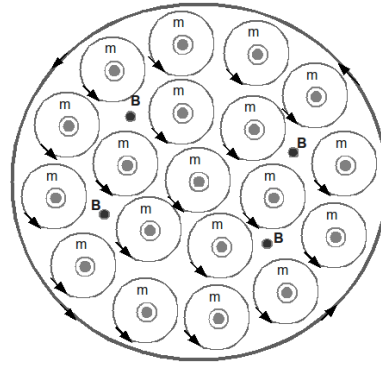


Figura 2.1: Curvas amperianas de corrente e seus respectivos momentos magnéticos. As setas indicam o sentido das correntes.

Os fenômenos magnéticos podem ser expressos por duas grandezas: o vetor intensidade de campo magnético \mathbf{H} e o vetor indução magnética \mathbf{B} (ou densidade de fluxo magnético). Enquanto \mathbf{H} está relacionado a corrente que gera o campo magnético (corrente de condução), \mathbf{B} depende tanto da corrente de condução quanto da magnetização do meio (correntes amperianas) [8].

Pode-se relacionar \mathbf{B} e \mathbf{H} com a magnetização \mathbf{M} por:

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M}) \quad (2.6)$$

As relações entre \mathbf{B} , \mathbf{M} e \mathbf{H} definem a permeabilidade e a susceptibilidade magnética:

$$\mathbf{B} = [\mu]\mathbf{H} \quad e \quad \mathbf{M} = [\chi]\mathbf{H}, \quad (2.7)$$

que substituídas na equação 2.6, permitem escrever:

$$[\mu] = \mu_0(1 + [\chi]) \quad (2.8)$$

onde $[\mu]$ e $[\chi]$ são os tensores permeabilidade magnética e susceptibilidade magnética, respectivamente [10].

2.2 Susceptibilidade e Permeabilidade Magnéticas

Quando submetemos um material a um campo magnético externo \mathbf{H} , a sua magnetização \mathbf{M} pode ser modificada. A susceptibilidade magnética pode ser tratada como uma função resposta entre \mathbf{H} e \mathbf{M} .

Considerando um material isotrópico e linear, os tensores permeabilidade e suscep-

tibilidade podem ser expressos na forma escalar, mas podem, no entanto, depender de \mathbf{H} . Por esse motivo, é importante considerar os efeitos de não linearidade da resposta magnética do sistema em estudo à aplicação do campo magnético, sendo assim devemos escrever μ e χ como funções de \mathbf{H} .

Então, para o material isotrópico considerado, as relações que melhor expressam a permeabilidade e a susceptibilidade, são:

$$\mu = \mu(H) = \frac{\partial B}{\partial H} \quad (\text{permeabilidade diferencial}) \quad \text{e} \quad (2.9)$$

$$\chi = \chi(H) = \frac{\partial M}{\partial H} \quad (\text{susceptibilidade diferencial}). \quad (2.10)$$

Considerando que o mesmo material magnético isotrópico é submetido a um campo magnético H , que é uma superposição de campos magnéticos colineares que tem a forma, $H = H_{DC} + h$ onde $H_{DC} \gg h$. Esse problema pode ser abordado escrevendo o $B(H)$ como uma série de Taylor em torno de H_{DC} e pode ser escrito como:

$$B(H) = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{n!} \left(\frac{\partial^n B}{\partial H^n} \right)_{H_{DC}} (H - H_{DC})^n \quad (2.11)$$

$$= B_{DC} + \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n!} \left(\frac{\partial^n B}{\partial H^n} \right)_{H_{DC}} (H - H_{DC})^n. \quad (2.12)$$

Usando a definição da permeabilidade diferencial, expressa anteriormente pela equação 2.9, teremos:

$$\mu = \frac{\partial B}{\partial H} = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{(n-1)!} \left(\frac{\partial^n B}{\partial H^n} \right)_{H_{DC}} (H - H_{DC})^{n-1}. \quad (2.13)$$

Como definimos que o $h \ll H_{DC}$, isto nos leva a garantir que $H \geq H_{DC}$ e podemos reduzir a equação acima ao termo de primeira ordem:

$$\mu(H_{DC}) = \left. \frac{\partial B}{\partial H} \right|_{H_{DC}} = \left. \frac{\partial B(H_{DC})}{\partial h} \right|_{h_0}. \quad (2.14)$$

Da mesma, forma a susceptibilidade magnética diferencial pode ser definida por:

$$\chi(H_{DC}) = \left. \frac{\partial M}{\partial H} \right|_{H_{DC}} = \left. \frac{\partial M(H_{DC})}{\partial h} \right|_{h_0}. \quad (2.15)$$

As equações 2.14 e 2.15 são validas para qualquer material e as grandezas μ e χ podem ser obtidas a partir destas equações desde que a dependência de \mathbf{B} e \mathbf{M} em função de \mathbf{H} seja conhecida.

Considerando que o campo h é um campo magnético alternado na direção z , expresso por $\mathbf{h} = h_0 \cos(\omega t) \frac{\mathbf{z}}{z}$, e superposto a um campo magnético H_{DC} , o campo H pode ser expresso na forma da equação $H(t) = H_{DC} + h_0 \cos(\omega t)$. A magnetização do material tentará acompanhar o campo magnético oscilante, podendo ocorrer um atraso na magnetização M em relação ao campo H , ou seja:

$$\begin{aligned} M(t) &= M_0 + m_0 \cos(\omega t - \varphi) \\ &= M_0 + m_0 [\cos(\omega t) \cos(\varphi) + \sin(\omega t) \sin(\varphi)], \end{aligned} \quad (2.16)$$

onde M_0 é o valor da magnetização para o campo H_{DC} e φ representa o atraso de \mathbf{M} em relação ao campo magnético externo. Essas equações estão escritas na forma escalar pelo fato dos campos \mathbf{H}_{DC} e \mathbf{h} serem paralelos. Entretanto, $\cos(\omega t) = h/h_0$ e $\sin(\omega t) = -\frac{1}{\omega h_0} \frac{\partial h}{\partial t}$, ou seja, $M(t)$ tem uma componente em fase com h e outra em fase com $\frac{\partial h}{\partial t}$.

É mais apropriado usar a notação complexa, tal que:

$$\begin{aligned} h(t) &= h_0 \left[e^{-i\omega t} \right] \\ M &= M_0 + m_0 \left[e^{-i(\omega t + \varphi)} \right] \\ &= M_0 + \frac{m_0}{h_0} e^{-i\varphi} h \end{aligned} \quad (2.17)$$

e a susceptibilidade magnética diferencial será escrita como:

$$\chi = \frac{\partial M}{\partial H} = \frac{\partial M}{\partial h} = \frac{m_0}{h_0} e^{i\varphi} = \chi' + i\chi'' \quad (2.18)$$

No limite de frequências baixas, a magnetização descrita em 2.17 consegue acompanhar o campo magnético oscilante e a susceptibilidade magnética é igual χ' . Na medida em que aumenta-se a frequência do campo alternado, a magnetização M começa ter uma defasagem em relação ao campo magnético H , originando uma componente imaginária χ'' .

Tanto χ' quanto χ'' dependem da frequência ω , bem como a magnitude do campo h_0 , visto que a magnetização depende desses valores. A dependência de χ' com ω é chamada de *dispersão paramagnética* e a dependência de χ'' com ω é proporcional à energia absorvida pelo material [10].

2.3 Caracterização Magnética dos Materiais

O comportamento magnético dos materiais pode ser classificado segundo sua susceptibilidade magnética χ , como: ferromagnéticos, antiferromagnéticos, ferrimagnéticos, paramagnéticos ou diamagnéticos. Esses comportamentos estão descritos a seguir:

2.3.1 Materiais Diamagnéticos

O diamagnetismo é uma propriedade que está presente em todos os materiais. Os materiais que possuem esse comportamento são repelidos na presença de campos magnéticos fortes e isso pode ser explicado pela razão de os dipolos magnéticos induzidos no material serem orientados antiparalelos ao campo magnético externo aplicado.

Este comportamento pode ser explicado pela Lei de *Faraday-Lenz*, que afirma que uma espira de corrente submetida a um campo magnético variável gera um campo magnético que se opõe à variação desse campo externo. No material, esse campo é representado por um momento de dipolo magnético orientado no sentido oposto ao do campo magnético externo.

Nesses materiais, os dipolos elementares não são permanentes, não são afetados por variações na temperatura e o valor da sua susceptibilidade magnética é tipicamente pequeno e negativo:

$$\chi^{dia} = constante < 0 \quad (2.19)$$

Como exemplos de materiais diamagnéticos, podemos relacionar os materiais orgânicos, metais como o Mercúrio, além de supercondutores, que são materiais diamagnéticos perfeitos ($\chi = -1$), pois exibem o efeito *Meissner* (expulsão total das linhas de campo magnético do interior do material).

2.3.2 Materiais Paramagnéticos

Os materiais que apresentam comportamento paramagnético possuem dipolos magnéticos intrínsecos permanentes, que não interagem entre si e estão orientados aleatoriamente, mas que podem ser orientados por um campo magnético externo (\mathbf{H}). Na ausência de campo externo o momento magnético líquido é zero [9].

A susceptibilidade de materiais paramagnéticos é caracterizada por ser pequena, po-

sitiva, e dependente da temperatura:

$$\chi^{para} = \chi^{para}(T) > 0. \quad (2.20)$$

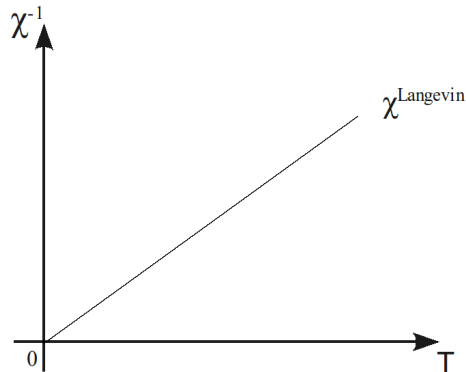


Figura 2.2: O gráfico mostra a susceptibilidade de Langevin.

Os momentos magnéticos que dão origem ao paramagnetismo podem vir tanto de momentos localizados quanto itinerantes:

→ Momentos localizados : são causados por elétrons de camadas internas que são parcialmente completas. Como exemplos, podemos citar:

- i. elétrons da camada 4f, no grupo dos metais terras raras;
- ii. elétrons da camada 5f, no grupo dos actínídeos.

Materiais com essa origem dos momentos magnéticos exibem o que chamamos de paramagnetismo de *Langevin*, na qual χ é dependente da temperatura, ver figura 2.2. Para altas temperaturas, podemos relacionar a susceptibilidade de *Langevin* com a Lei de *Curie* por:

$$\chi^{Langevin}(T) = \frac{C}{T}, \quad (2.21)$$

onde T é a temperatura e C é a constante de *Curie*, que expressa a medida do módulo do momento angular total dos átomos.

→ Momentos itinerantes: elétrons quase-livres na banda de valência causam um momento magnético permanente. A este efeito, chamamos de Paramagnetismo de *Pauli* e sua susceptibilidade é quase-independente da temperatura [9].

$$\frac{\partial \chi^{Pauli}}{\partial T} \approx 0. \quad (2.22)$$

Comparando as susceptibilidades verificamos que:

$$\chi^{Langevin} \gg \chi^{Pauli}. \quad (2.23)$$

2.3.3 Materiais com Magnetismo Coletivo

Para os casos de magnetismo coletivo, designado desta forma por ser o resultado de uma interação de longo alcance entre os momentos de dipolos magnéticos, a susceptibilidade magnética não é linear, como no dia e no paramagnetismo, mas sim um funcional que depende das características de cada material, dado por:

$$\chi^{col} = \chi^{col}(T, \mathbf{H}). \quad (2.24)$$

Para os materiais que exibem este tipo de magnetismo coletivo, há uma temperatura crítica (T^*), abaixo da qual os dipolos magnéticos exibem uma orientação que não é imposta por campos magnéticos externos.

Os materiais que exibem magnetismo coletivo podem ser separados em pelo menos em três classes:

- i. Ferromagnéticos: a susceptibilidade é positiva e possuem momentos magnéticos quase alinhados, fruto da interação de troca. Nestes materiais, a dependência de χ com a temperatura é descrita pela equação de *Curie-Weiss* (equação 2.25), onde é introduzido o conceito de temperatura de ordenamento ou Temperatura de *Curie* (T_C), acima da qual o material deixa de ser ferromagnético, ou seja:

$$\chi = \frac{c}{T - T_C}, \quad (2.25)$$

para temperaturas entre 0 e T_C há uma orientação preferencial dos momentos e, no estado fundamental, todos os momentos estão alinhados(ver figura 2.4(c)).

- ii. Antiferromagnéticos: os materiais que exibem antiferromagnetismo possuem uma estrutura de ordenação de spins semelhante aos ferromagnetos, porém os spins alinham-se antiparalelamente resultando em um momento magnético total nulo.

$$\mathbf{m}_A = -\mathbf{m}_B \neq 0 \quad \text{para } T < T_N. \quad (2.26)$$

Os materiais antiferromagnéticos apresentam uma temperatura crítica acima da qual não se aprecia o antiferromagnetismo, a chamada temperatura de *Neel* (T_N).

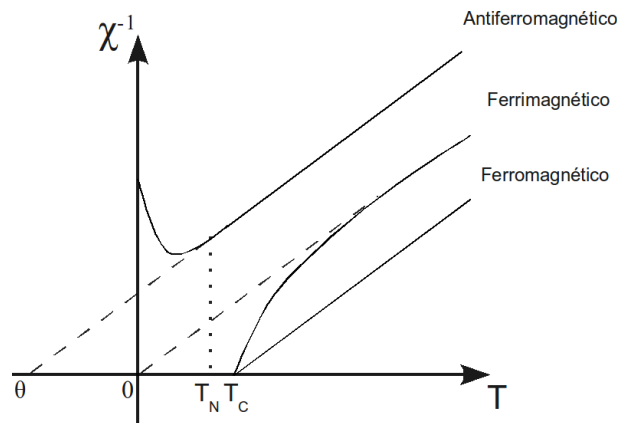


Figura 2.3: Dependência do inverso da susceptibilidade com temperatura para os materiais com diferentes tipos magnetismo coletivo

A dependência de χ com a temperatura para esses materiais está representado na figura 2.3.

A equação 2.27 representa o comportamento da χ para temperaturas maiores que T_N , onde percebe-se um comportamento parecido com a lei de *Curie-Weiss*:

$$\chi = \frac{C}{T + \theta}, \quad (2.27)$$

onde θ é a constante de *Weiss*.

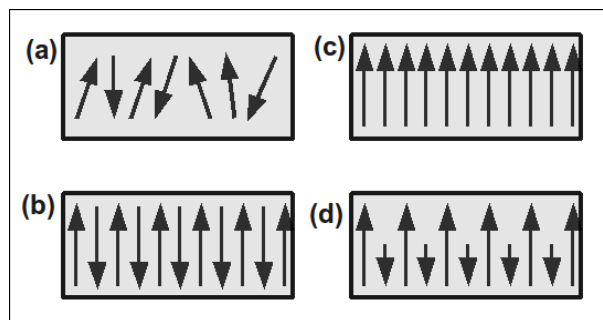


Figura 2.4: Esquema representativo exemplificando os sistemas: (a) paramagnético, (b) antiferromagnetismo, (c) ferromagnético e (d) ferrimagnético.

A tabela 2.1 mostra as temperaturas de Curie e Néel para alguns elementos e compostos.

- iii. Ferrimagnéticos: estes materiais exibem um fenômeno muito parecido com o antiferromagnetismo, onde os spins estão orientados antiparalelamente. Exemplificando, há duas redes, A e B , com magnetizações diferentes, na qual a magnetização \mathbf{M}

total é não nula

$$|\mathbf{M}_A| \neq |\mathbf{M}_B| \quad (2.28)$$

resultando em

$$\mathbf{M} = \mathbf{M}_A + \mathbf{M}_B \neq 0 \quad \text{para } T < T_c. \quad (2.29)$$

O comportamento da χ com a temperatura também está representado na figura 2.3.

Tabela 2.1: Temperatura de Curie dos ferro e ferrimagnéticos e a Temperatura da Néel para os antiferromagnetos

| Material | T_C (K) | T_N (K) |
|------------------|-----------|-----------|
| Fe | 1043 | |
| Ni | 627 | |
| Gd | 293 | |
| Dy | 88 | |
| CrO ₂ | 387 | |
| Cr | | 311 |
| CoO | | 293 |
| NiO | | 525 |

3 Energia Livre Magnética e Formação dos Domínios Magnéticos

A anisotropia é a falta de simetria de alguma grandeza em relação a um referencial [11]. Dizer que um material magnético é anisotrópico, significa que as propriedades magnéticas dependem da direção em que são medidas [12]. A densidade de energia livre magnética possui vários termos que estão associados a diferentes contribuições. Alguns destes termos são: energia de anisotropia cristalina, energia de troca, energia magnetoelástica, energia magnetostática e a energia *Zeeman*. Da competição entre essas energias surgem as estruturas de domínios magnéticos, que são pequenas regiões onde a magnetização de cada uma é igual a magnetização de saturação. Assim, o conhecimento dessas energias traz informações sobre os processos de magnetização do material [13]. A seguir serão comentadas as energias magnéticas e as estruturas de domínios dos materiais estudados.

3.1 Energia Livre Magnética

A estrutura de domínios de um material ferromagnético é determinada pela minimização de sua energia livre magnética total (W), dada por:

$$W = \int dv[\epsilon_{ms} + \epsilon_{me} + \epsilon_k + \epsilon_{ex} - \mu_0 M(r)H] \quad (3.1)$$

onde ϵ_{ms} , ϵ_{me} , ϵ_k , ϵ_{ex} são respectivamente as densidades de energias magnetostática, magnetoelástica, magnetocristalina e de troca, que serão descritas nas seções subsequentes. Essa minimização resulta em uma distribuição da magnetização dentro do material em regiões com $M = M_s$, orientadas de tal forma que todo o fluxo magnético oriundo da magnetização é fechado dentro do material [12].

Na figura 3.1(a), tem-se uma amostra magnetizada em uma única direção, formando um monodomínio. Nessa região surgem polos magnéticos nas extremidades, resultando em uma ϵ_{ms} interna. Na parte (b) da figura 3.1, a amostra é dividida em dois domínios

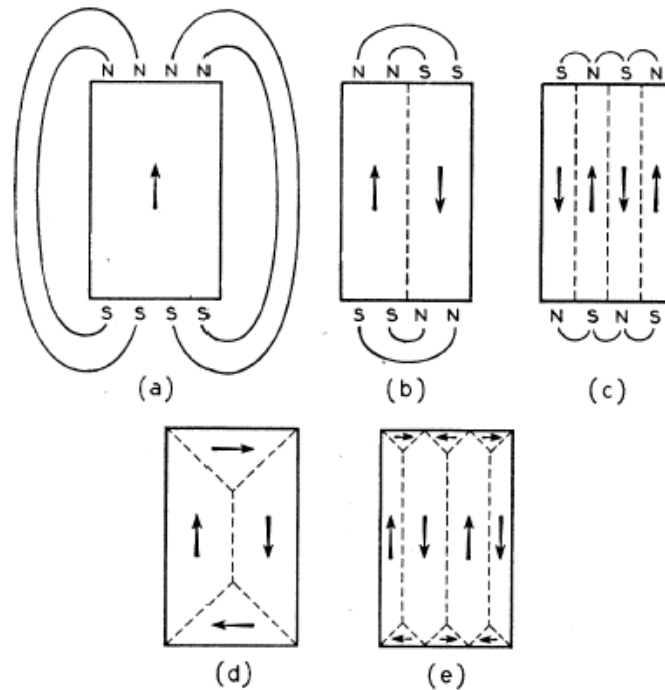


Figura 3.1: Origem dos domínios magnéticos. (a) Amostra espontaneamente magnetizada, monodomínio; (b) e (c) formação dos domínios magnetizados em direções opostas; (d) e (e) exemplos de estrutura de domínios de fechamento.

magnetizados em sentidos opostos e assim a energia magnetostática, maior responsável pelo surgimento dos domínios magnéticos, é reduzida à metade ($\frac{1}{2}N_dM$). A parte (c) da figura 3.1, mostra a mesma amostra, agora com N domínios, onde a energia magnetostática irá reduzir-se a aproximadamente $1/N$ da energia magnetostática da configuração inicial, mostrada em (a), isto ocorre devido à redução espacial do campo magnético fora do material.

Essa divisão em domínios não pode acontecer indefinidamente, pois no limite a amostra teria momentos magnéticos antiparalelos, o que resultaria em uma energia de troca muito alta.

Por outro lado é possível estabelecer arranjos de domínios onde a energia magnetostática é zero, conforme mostra a figura 3.1(d) e (e). Nesses arranjos surgem estruturas chamadas de domínios de fechamento, que são domínios triangulares perto das extremidades da amostra e que fecham o circuito magnético.

3.1.1 Energia de Troca (Exchange)

Em um material magnético, a energia de troca é a responsável pelo alinhamento entre os momentos magnéticos. Para explicar essa contribuição levaremos em consideração um particular par de átomos, situados a uma certa distância um do outro. Estes se atraem devido à uma força eletrostática entre elétrons e prótons, mas também há repulsão eletrostática devida às interações entre elétron-elétron e próton-próton, segundo a Lei de Coulomb [14]. Ainda pensando nesses elétrons, há uma força que depende da orientação dos *spins*, chamada interação de troca ou *exchange*, consequência do princípio de exclusão de *Pauli*. Para isso, os elétrons só podem ter a mesma energia se os spins estão em oposição de fase, ou seja, podem ter as mesmas coordenadas espaciais, mas as coordenadas de spin devem ser diferentes. Se tivermos dois spins paralelos esses elétrons tendem a se afastar.

O termo troca (*exchange*) surge quando consideramos, por exemplo, dois átomos adjacentes. Podemos considerar um elétron i movendo-se em torno do íon i , e um elétron j movendo-se em torno do íon j . Como os elétrons são partículas indistinguíveis, consideramos que os elétrons podem trocar de lugar no espaço, ou seja, o elétron i movendo-se em torno do íon j e o elétron j em torno do íon i . Essas considerações introduzem um termo adicional, a energia de troca E_j na energia total entre dois átomos.

Esse termo está relacionado com o ordenamento magnético e, em última instância, é responsável pelo ferromagnetismo. Se os átomos i e j têm associados momentos de *spin* totais $\mathbf{S}_i h/2\pi$ e $\mathbf{S}_j h/2\pi$, respectivamente, então, a energia associada à esta interação é chamada de energia de troca e é dada por:

$$\varepsilon_{ex} = -2J_{troca} \mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j, \quad (3.2)$$

onde J_{troca} é chamada de integral de troca. Se J_{troca} é positivo, a ordem é ferromagnética, e a ε_{ex} é mínima quando os *spins* estão paralelos. Se J_{troca} for negativo, o caráter é antiferromagnético, e a ε_{ex} é mínima quando os *spins* estão antiparalelos [12]. Logo, a energia de troca tende a induzir um alinhamento paralelo ou antiparalelo dos *spins* para minimizar a energia livre magnética (W).

3.1.2 Energia Magnetostática

A energia magnetostática é a principal responsável pelo aparecimento da estrutura de domínios magnéticos em materiais ferromagnéticos e está associada à geometria do material. A modificação na magnetização \mathbf{M} do material devido a aplicação de um campo mag-

nético \mathbf{H} irá produzir polos magnéticos em suas extremidades dando origem a um campo interno, chamado de campo desmagnetizante (\mathbf{H}_d), contrário ao sentido do primeiro e que tende a reduzir seus efeitos, ou seja tentando desmagnetizar o material [2, 15, 16]. O campo \mathbf{H}_d é proporcional à magnetização que o criou e é dado pela seguinte relação

$$\mathbf{H}_d = -N_d\mathbf{M}, \quad (3.3)$$

onde N_d é o fator desmagnetizante que depende principalmente da forma da amostra [11, 12, 17]. N_d é tanto menor quanto menor for a razão entre o diâmetro e o comprimento, no caso de uma amostra cilíndrica.

3.1.3 Energia Magnetoelástica

A energia magnetoelástica está intimamente ligada à propriedade denominada de magnetostricção (λ), nome dado à dependência das dimensões de um material ferromagnético com a magnitude de um campo magnético externo aplicado [11]. A magnetostricção é definida por:

$$\lambda = \frac{\Delta L}{L}, \quad (3.4)$$

onde L e ΔL são os comprimentos da amostra representados na figura 3.2. Quando as comparações de comprimento forem relativos ao estado saturado da amostra essa constante recebe o nome de magnetostricção de saturação λ_s . Embora as variações das dimensões dos materiais sejam muito pequenas (da ordem de 10^{-6} no caso de materiais amorfos), os valores de λ_s podem ser positivos, negativos e até mesmo zero, dependendo da composição da amostra.

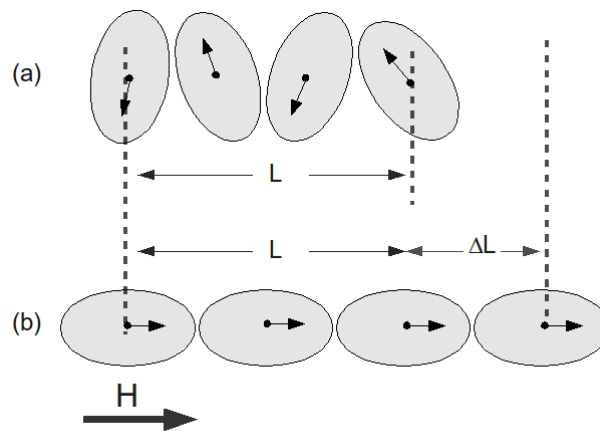


Figura 3.2: Esquema representando o aumento nas dimensões da amostra, desde o (a) caso onde o campo magnético é nulo até a (b) saturação magnética da amostra.

Levando em conta a magnetostricção, podemos produzir alterações significativas na estrutura de domínios magnéticos quando submetemos a amostra à tensões mecânicas (σ). Com aplicação de tensão podemos controlar a modificação na anisotropia magnetoelástica e, conseqüentemente, propriedades como a remanência magnética e a permeabilidade.

Uma expressão simples relacionando λ_s com σ pode ser obtida quando a magnetostricção é isotrópica, como ocorre em materiais amorfos [11]. Neste caso a energia magnetoelástica ε_{me} , é dada por

$$\varepsilon_{me} = -\frac{3}{2}\lambda_s\sigma\cos^2\theta, \quad (3.5)$$

onde θ é o ângulo entre M e σ , conforme figura 3.3.

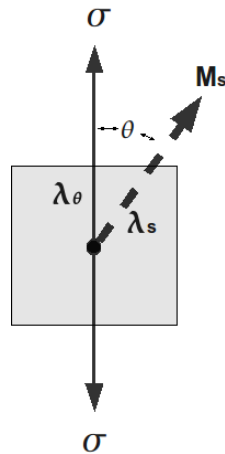


Figura 3.3: Esquema representativo da direção da aplicação de tensão σ diferente da direção da magnetização de saturação M_s .

A maneira como o material magnético responde à tensões mecânicas depende do resultado do produto entre a magnetostricção (λ_s) e a própria tensão, tanto aplicado quanto induzidos por processos de fabricação e/ou de tratamentos térmicos.

No caso de materiais onde $\lambda_s > 0$, quando submetidos a uma tensão externa de estiramento $\sigma > 0$, a anisotropia magnetoelástica será orientada preferencialmente na direção da tensão aplicada, conforme figura 3.4(b).

No caso de $\lambda_s < 0$, o material ao ser submetido à mesma tensão externa positiva, terá sua anisotropia magnetoelástica orientada preferencialmente na direção perpendicular à direção da tensão aplicada, conforme figura 3.4(c). Em suma, a aplicação de tensão externa, tanto de estiramento quanto compressão $\sigma < 0$ sobre materiais magnéticos alterara a distribuição de anisotropia podendo até criar novas direções de fácil magnetização.

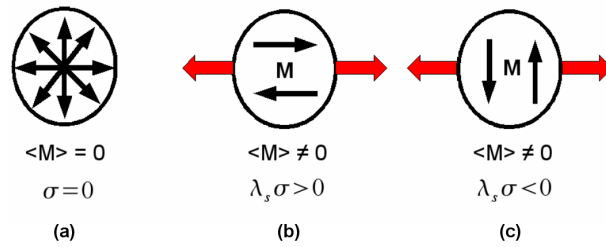


Figura 3.4: Esquema representativo da direção da magnetização sob efeito de tensões externas. Em (b) $\lambda_s > 0$ e em (c) $\lambda_s < 0$

3.1.4 Paredes de Domínios Magnéticos

Geralmente os materiais ferromagnéticos exibem uma magnetização total nula para um campo magnético externo nulo. Isto se deve ao fato de o material estar internamente dividido em domínios magnéticos, os quais fecham o fluxo magnético internamente resultando em uma magnetização nula.

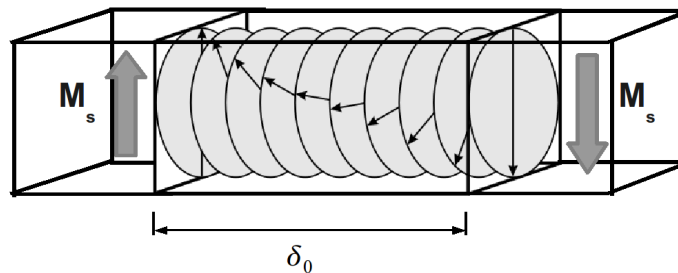


Figura 3.5: Parede de domínio de 180° , onde δ_0 corresponde a largura da parede.

A configuração topológica dos domínios magnéticos é chamada de estrutura de domínios e pode ser diferente para cada amostra. Essa depende da forma da amostra, da temperatura, fase cristalográfica e do campo magnético ao qual ela está submetida, mas sempre minimizando a energia magnética livre.

A transição da direção da magnetização de um domínio para outro domínio adjacente deve ser contínua, ou seja, existe uma região de transição chamada de parede de domínio (DW) que tem uma largura finita δ_0 e, portanto, possui uma estrutura interna na qual a magnetização afasta-se da orientação da magnetização de um dos domínios e gradativamente aproxima-se da orientação da magnetização do outro domínio adjacente, como ilustrado na figura 3.5. Este fato foi descrito por Bloch em 1932, quando mostrou que a parede de domínio é uma estrutura que minimiza a energia magnética livre do

ferromagneto (fig. 3.5).

As paredes de domínio podem ser classificadas quanto ao ângulo entre os vetores \mathbf{M}_s dos domínios adjacentes podendo ser de 180° ou 90° como ilustrado na figura 3.6.

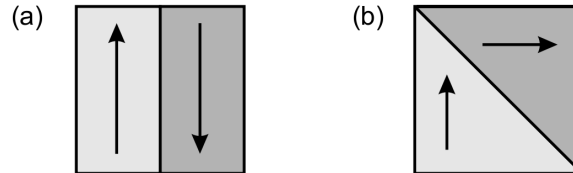


Figura 3.6: Paredes de domínios de (a) 180° e (b) 90° [9].

As paredes de domínio de 180° podem ser do tipo *Bloch* ou *Néel* conforme o plano de rotação dos momentos relativo ao plano das paredes:

- i. parede de Bloch: caso a rotação da magnetização ocorra no plano paralelo ao plano da parede de domínio; e
- ii. parede de Néel: caso a rotação da magnetização ocorra no plano perpendicular ao plano da parede.

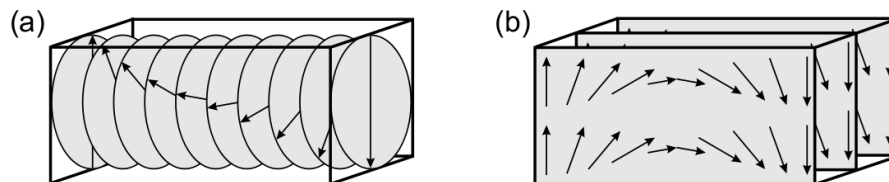


Figura 3.7: Rotação da magnetização através de paredes de domínios tipo (a) Néel e (b) Bloch [9].

Uma parede de domínio resulta da minimização da energia livre magnética. Se a transição de um domínio magnético para o outro fosse dada por uma transição abrupta, de 180° por exemplo, certamente a energia de troca seria extremamente alta devido aos *spins* adjacentes na parede estarem antiparalelos em uma configuração ferromagnética.

Um modelo teórico, proposto por F. Bloch em 1932, mostrou que a energia de troca seria minimizada se a transição fosse feita de uma maneira mais suave, como mostrado na figura 3.7(a). Assim, a parede seria formada por n planos de átomos com as direções dos *spins* mudando gradualmente e fazendo um ângulo ϕ com o plano adjacente, onde o valor médio de ϕ é dado por π/N .

Para um caso mais simples, o de uma parede de 180° em um material com anisotropia uniaxial, o comprimento da parede pode ser expresso por:

$$\delta_0 = \pi \sqrt{\frac{A}{K_u}} \quad (3.6)$$

onde A é a constante de troca e K_u é a constante de anisotropia.

3.2 A Curva de Magnetização

Quando um campo magnético é aplicado em uma amostra ferromagnética, inicialmente desmagnetizada (figura 3.8(a)), sua estrutura de domínios vai se modificando, isto é, as paredes de domínios se deslocam e os domínios com direção favorável a H aumentam de volume resultando em uma magnetização não nula, figura 3.8(b).

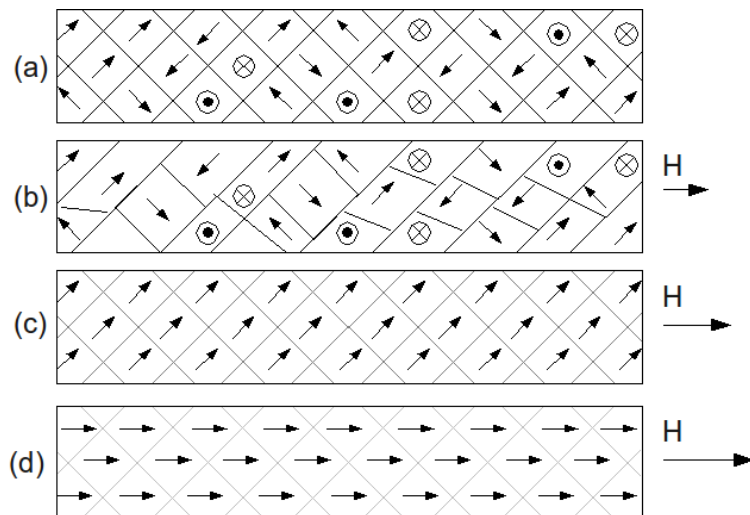


Figura 3.8: Representação esquemática do efeito do campo magnético sobre um material ferromagnético composto por domínios magnéticos. Em (a) sem aplicação de campo H ; em (b) os domínios com magnetização paralela ao sentido da aplicação do campo H aumentam às custas do volume dos outros domínios; em (c) a saturação técnica na direção de uma direção de fácil magnetização; e (d) para campos altos onde a magnetização gira no interior dos domínios [7]. As linhas tracejadas em (c) e (d) evidenciam as posições iniciais dos domínios.

Se o campo magnético continua aumentando, as direções dos momentos magnéticos aproximam-se da direção de H através de um processo de rotação (figura 3.8(c)) até que o material atinja o estado de saturação, quando todos os momentos estão alinhados na direção do campo magnético H aplicado.

Este ciclo corresponde a curva virgem do ciclo de histerese mostrado na linha tracejada da figura 3.9, que é uma parte do gráfico que apresenta o ciclo completo de magnetização de um material ferromagnético.

A curva virgem pode ser dividida em três regiões que demonstram diferentes mecanismos de magnetização. Na região I, a curva de magnetização apresenta uma inclinação aproximadamente constante e reversível. É nesta região que ocorrem os movimentos reversíveis das paredes de domínios, ou seja em qualquer ponto desta região e a magnetização da amostra retorna a zero (estado desmagnetizado) com a retirada do campo.

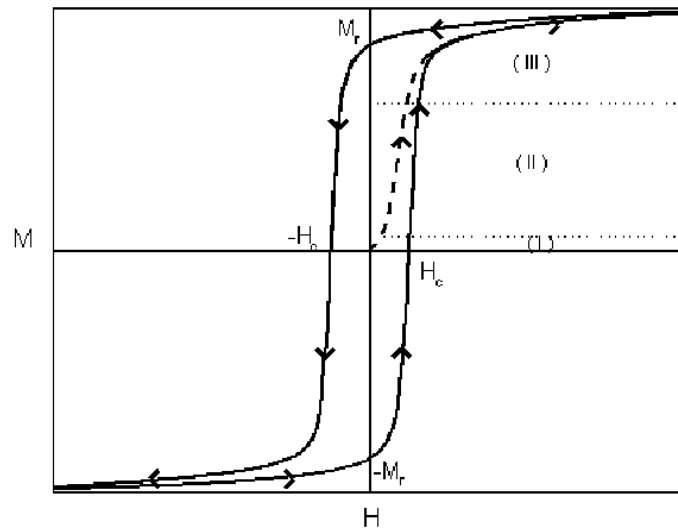


Figura 3.9: Processos de magnetização em uma curva de magnetização típica para um material ferromagnético. As regiões descritas são: I - movimentos reversíveis de paredes de domínio; II - movimentos irreversíveis de paredes de domínio; e III - rotação da magnetização figura retirada de referência [12]

Na região II, ocorrem tanto movimentos reversíveis como irreversíveis das paredes de domínios.

Na região III, chamada região de saturação, a magnetização muda por um processo de rotação dos momentos magnéticos até que ocorra a saturação. Nesse caso, mesmo aumentando o campo, a magnetização não varia. Diminuindo o campo após a saturação, a magnetização continua a diminuir seu valor passando por um valor de campo chamado de campo *coercivo* e saturando na direção oposta à inicial. Diminuindo a intensidade do campo magnético a zero, a magnetização atinge a remanência negativa e, aumentando-se o campo no sentido positivo, a magnetização passa por zero atingindo o valor de saturação na direção inicial, assim fechando o ciclo completo que apresenta uma histerese magnética.

Ciclos subsequentes são superpostos ao ciclo de histerese e a curva virgem de magnetização não será mais observada, a menos que a amostra seja submetida a algum processo de desmagnetização.

Nas secções seguintes serão abordados os processos de rotação da magnetização e deslocamento de paredes de domínio magnéticos.

3.2.1 Deslocamento de Paredes de Domínios Magnéticos

Se considerarmos um material composto por dois domínios de volume V_1 e V_2 , separados por uma parede de domínio de 180° com as magnetizações $M_1 = M_s$ e $M_2 = -M_s$, o momento magnético total para esse sistema pode ser expresso por:

$$\mathbf{m} = V_1\mathbf{M}_s - V_2\mathbf{M}_s. \quad (3.7)$$

Aplicando um campo magnético \mathbf{H} na amostra, o domínio que está no mesmo sentido do campo crescerá as custas do volume do outro e assim o momento magnético da amostra mudará para \mathbf{m}' e a energia magnética associada ao campo será:

$$E_m = -\mathbf{m}' \cdot \mathbf{B} = -\mu_0 m' H \cos\theta, \quad (3.8)$$

onde θ é o ângulo entre M e H .

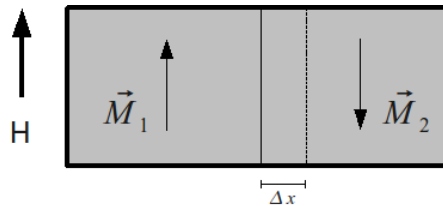


Figura 3.10: Dois domínios separados por uma parede de 180° que desloca-se com a aplicação de um campo magnético externo.

De outro modo, a aplicação do campo H desloca a parede de área A em Δx (figura 3.10) e o momento magnético resultante será:

$$m' = M_s[(V_1 + \Delta V) - (V_2 - \Delta V)] = 2M_s\Delta V. \quad (3.9)$$

A energia total é a soma da energia magnética com a energia potencial $\epsilon_p(x)$ associada a defeitos e impurezas sempre presentes nos materiais (figura 3.11). Logo, a variação da energia com o deslocamento da parede pode ser expressa por:

$$\begin{aligned} \Delta E &= E_p(x + \Delta x) - 2\mu_0 M_s H \Delta V \cos\theta \\ &= E_p(x + \Delta x) - 2\mu_0 H A \Delta x \cos\theta. \end{aligned} \quad (3.10)$$

No limite quando $\Delta x \rightarrow 0$, temos:

$$\frac{\partial E}{\partial x} = \frac{\partial E_p(x)}{\partial x} - 2\mu_0 M_s A H \cos\theta, \quad (3.11)$$

dividindo ambos os lados pela área A e tomando $\partial\varepsilon = \partial E/A$, teremos :

$$\frac{\partial\varepsilon}{\partial x} = \frac{\partial\varepsilon_p(x)}{\partial x} - 2\mu_0 M_s H \cos\theta, \quad (3.12)$$

que tem dimensões de pressão. No regime estacionário, onde $\frac{\partial\varepsilon}{\partial x} = 0$, temos:

$$\frac{\partial\varepsilon_p(x)}{\partial x} = 2\mu_0 M_s H \cos\theta \quad (3.13)$$

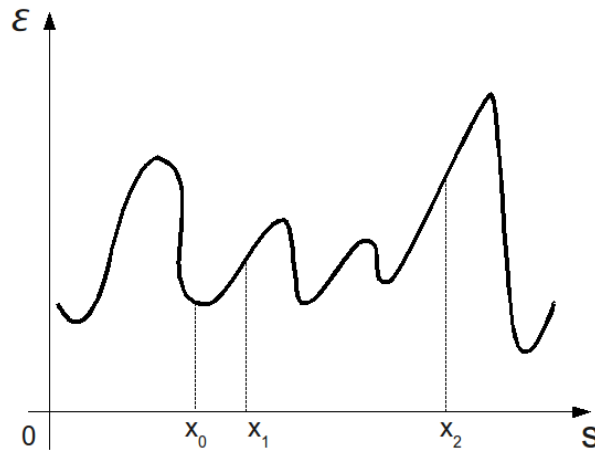


Figura 3.11: O gráfico mostra a energia de uma parede de domínio em função da posição em um material cristalino.

Dessa expressão podemos concluir que a parede é equilibrada pelo campo H e pela derivada do potencial ε_p . Esse potencial é proveniente de impurezas, rugosidades, tensões residuais e anisotropias provenientes da fabricação do material, que pode aprisionar as paredes de domínio durante o processo de magnetização [18]. A energia da parede de domínio $\varepsilon(x)$, relativa a essas diversas contribuições, pode ser caracterizada como um potencial do tipo mostrado na figura 3.11.

Observando a figura 3.11, pode-se pensar que uma parede de domínio está na posição x_0 , sem campo magnético aplicado. Sob ação de um campo H , a parede de domínio desloca-se para a posição x_1 e se H for aumentado, só haverá equilíbrio para um valor maior de $\frac{\partial\varepsilon}{\partial x}$, por exemplo o ponto x_2 . Se desse ponto o campo magnético for diminuído, a parede move-se para o mínimo mais próximo e, como podemos ver na figura, não retorna para x_0 . De x_0 para x_1 o deslocamento seria reversível e de x_1 para x_2 seria irreversível.

3.2.2 Rotação da Magnetização

Para discutir o processo de irreversibilidade associado à rotação da magnetização, é conveniente usar o exemplo de um monodomínio, pois este não possui interações entre domínios nem paredes de domínio. Quando um campo H aplicado gira a magnetização da amostra que estava em uma direção fácil, essa rotação ocorre contra uma força restauradora, que no caso pode ser qualquer uma das anisotropias. Pode-se usar a anisotropia de forma para explicar tal fenômeno, já que as outras podem estar contidas nesta.

Considerando um esferoide prolato, onde o eixo de revolução é o eixo de fácil magnetização, a energia de anisotropia ε é dada por:

$$\varepsilon = K_u \text{sen}^2 \theta, \quad (3.14)$$

onde K_u é a constante de anisotropia e θ é o ângulo entre o campo e o eixo de fácil magnetização, que para esse caso é o eixo de anisotropia uniaxial.

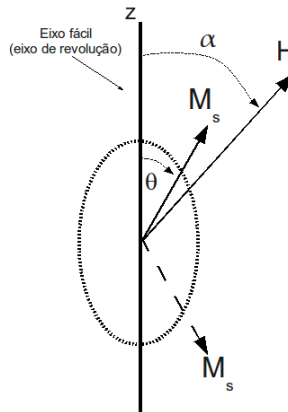


Figura 3.12: Monodomínio girando sob ação de um campo magnético em um processo irreversível.

Agora, considerando que o campo aplicado sobre o monodomínio faz um ângulo α com o eixo fácil, temos a energia potencial como:

$$E_p = -HM_s \cos(\alpha - \theta), \quad (3.15)$$

onde a energia total E será:

$$E = E_a + E_p = K_u \text{sen}^2 \theta - HM_s \cos(\alpha - \theta). \quad (3.16)$$

A posição de equilíbrio é dada por:

$$\frac{dE}{d\theta} = 2K_u \sin\theta \cos\theta - HM_s \sin(\alpha - \theta) = 0 \quad (3.17)$$

e a componente da magnetização na direção do campo é dada por $M = M_s \cos(\alpha - \theta)$. Supondo que o campo é normal ao eixo fácil, isto é $\alpha = 90^\circ$, então:

$$2K_u \sin\theta \cos\theta = HM_s \cos\theta, \quad (3.18)$$

e descobrimos que a magnetização é da forma $M = M_s \sin\theta$.

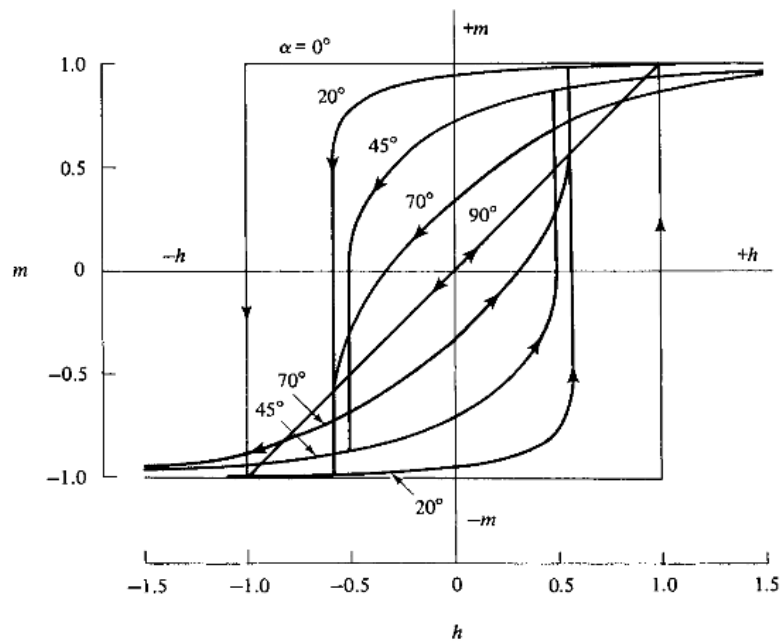


Figura 3.13: Laço de histerese para domínios de partícula única com anisotropia uniaxial; α é o ângulo entre o campo H e o eixo de fácil magnetização.[12]

A figura 3.13 mostra laços de histerese calculados para vários valores de α . Em geral, esses laços são compostos por porções de processos reversíveis e irreversíveis, onde esses últimos são compostos por grandes saltos *Barkhausen*. Nisso, vimos que as alterações reversíveis e irreversíveis da magnetização podem ocorrer por rotações de domínios, bem como por movimentos de paredes de domínio.

A porção de toda a mudança em m , devido a saltos irreversíveis, varia de um máximo quando $\alpha = 0^\circ$ até zero quando $\alpha = 90^\circ$. O valor crítico de redução do campo coercivo H_c , no qual o vetor de magnetização muda de uma orientação para outra, diminui de 1 para $\alpha = 0^\circ$, até um mínimo de 0,5 quando $\alpha = 45^\circ$, e acrescenta de 1 quando se aproxima de $\alpha = 90^\circ$ [12].

4 Microfios Amorfos Recobertos por Vidro

Microfios amorfos recobertos por vidro são alvo de pesquisas científicas por apresentarem características marcantes, como alta permeabilidade magnética e magneto impedância gigante (GMI), já tendo uso em dispositivos sensores de campo como: bússolas eletrônicas e acelerômetros [19, 20]. Esses materiais tem uma estrutura de domínios peculiar gerada pelo tensor de stress residual, resultante do processo de fabricação da amostra, somada à anisotropia uniaxial. Nesse capítulo faremos uma revisão sobre os microfios amorfos recobertos por vidro com magnetostricção negativa, estabelecendo alguns conceitos e características dessas amostras. Esse tipo de material foi utilizado para os testes e verificações do susceptômetro construído.

4.1 Materiais Amorfos

Materiais amorfos são caracterizados pela ausência de ordem topológica (translacional) de longo alcance. No entanto, podem existir materiais amorfos que apresentam ordem de curto alcance orientadas aleatoriamente, onde esse ordenamento local explica o comportamento ferromagnético [21]. Como consequência da ausência de ordem cristalina, em geral estes materiais apresentam comportamento magnético macio, isto é, têm alta permeabilidade magnética, baixa coercividade e baixas perdas por histerese magnética. Os materiais amorfos têm como características:

- i. ausência de anisotropia cristalina, que explica características como a permeabilidade magnética elevada e força coerciva pequena;
- ii. resistividade elétrica mais elevada do que em um material cristalino, isso reduz as perdas por micro-correntes de *Foucault* ou *Eddy currents*;
- iii. preparação relativamente fácil de ligas com diferentes composições;

- iv. ausência de fronteira de grãos, o que contribui para a redução do ruído magnético;
- v. dureza e rigidez mecânica elevadas, que aumentam a resistência do material ao desgaste;

Em outras palavras, uma característica importante dos materiais magnéticos amorfos é a possibilidade de manipulação de suas propriedades magnéticas através da indução de anisotropias específicas. Nestes materiais, a ausência de ordem topológica de longo alcance permite-nos desconsiderar a anisotropia magnetocristalina.

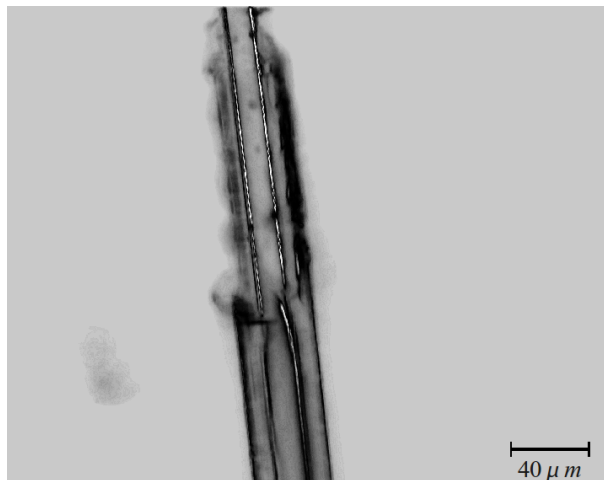


Figura 4.1: Imagem de microscopia ótica de um microfio recoberto por vidro. Fonte: LaPISC/UFSM.

4.2 Microfios Amorfos

A ideia original da preparação de fios foi apresentada por Taylor em 1924 [22]. Ele obteve uma variedade de fios metálicos cristalinos compostos de Ferro, Cobre, Alumínio, Prata e Estanho. Depois de diversos aprimoramentos, os microfios amorfos recobertos por vidro que conhecemos hoje, com núcleo metálico variando entre 10 e 20 μm de diâmetro, foram preparados pela primeira vez por volta de 1974 por Weisner e Schneider utilizando o método chamado de *glass-coated melt spinning* [23, 24].

Atualmente existem diversos centros de pesquisa e indústrias produzindo e estudando propriedades magnéticas como, por exemplo, a biestabilidade magnética e a magnetoimpedância gigante. Dentre muitas aplicações especuladas, esses fios amorfos fornecem a oportunidade de miniaturização de sensores e transdutores de campo magnético.

4.2.1 Fabricação

Os microfios revestidos por vidro são fabricados utilizando o método de *Taylor-Ulitovski*, também conhecido por *glass-coated melt spinning*. Neste método, os constituintes metálicos que irão formar o núcleo do microfio são colocados no interior de um tubo de vidro com uma das extremidades fechada. Uma bobina indutora produz um alto campo magnético alternado, com frequência muito elevada, que funde o vidro e o metal simultaneamente. O microfio extraído por um sistema mecânico, é resfriado imediatamente por um jato de água a fim de conservar a fase amorfa do núcleo do material. A figura 4.2 esquematiza o processo de fabricação dos microfios.

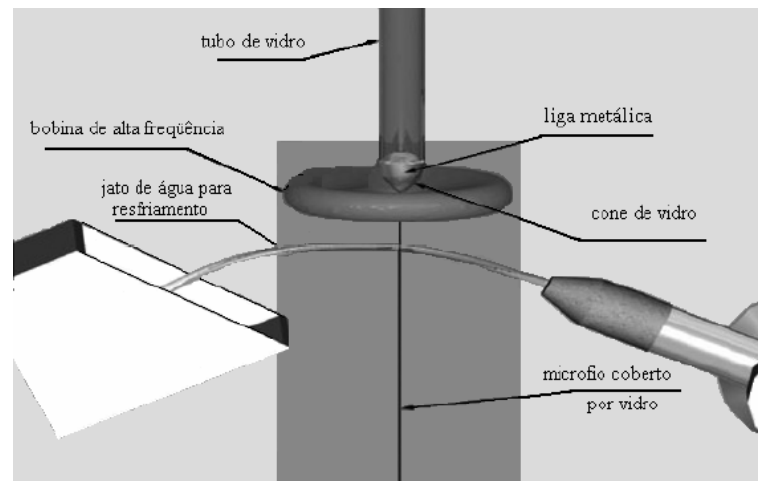


Figura 4.2: Diagrama esquemático da técnica de fabricação do microfios pelo Método de Taylor-Ulitovisky. Figura adaptada ref.[25].

Durante a fusão, a fim de impedir a oxidação do material metálico, o tubo de vidro é mantido em vácuo ou atmosfera de gás inerte (argônio em geral). O revestimento de vidro no fio garante isolamento elétrico e previne contra corrosão no núcleo metálico. O diâmetro do núcleo metálico depende principalmente da velocidade com que o fio é extraído, sendo mais espesso quanto menor for a velocidade [23]. Há algumas características, que determinam a qualidade dos microfios, que são:

- i. o coeficiente de expansão térmica do vidro deve ser aproximadamente igual ou ligeiramente menor que o do metal, caso contrário as tensões térmicas geradas durante o resfriamento podem ser tão altas que o vidro se fragmenta, e então, não consegue-se a produção contínua do fio;
- ii. a viscosidade do revestimento de vidro deve alcançar um valor alto antes da solidificação do metal. Se o metal for solidificado e o vidro continuar a se estender o fio

metálico poderá se romper; e

- iii. as reações químicas entre o metal e o vidro, assim como as reações entre o metal e a atmosfera dentro do tubo de vidro, não devem ser significativas.

4.3 Estrutura de Domínios Magnéticos e Distribuição de Tensões Internas em Microfios Amorfos Recobertos por Vidro

A energia total, cuja minimização determina a formação da estrutura de domínios magnéticas, é dada por:

$$\varepsilon_T = \varepsilon_{me} + \varepsilon_{ms}, \quad (4.1)$$

onde ε_{me} é a energia magnetoelástica e ε_{ms} a energia magnetostática de desmagnetização. Para fios suficientemente longos pode-se negligenciar o segundo termo da energia, sendo a estrutura de domínios determinada somente pela minimização da energia magnetoelástica, que é dada pelo acoplamento entre as tensões internas induzidas durante a preparação e pela magnetostricção [26]. A tensão residual total em microfios pode ser considerada como a soma das tensões devido:

- i. à solidificação da liga metálica e do vidro; e
- ii. à diferença entre os coeficientes de expansão térmica do vidro e do metal;

A fim de encontrar como os domínios magnéticos se distribuem, é necessário avaliar como as tensões armazenadas estão distribuídas e qual a componente dominante ao longo do raio da amostra, pois o eixo fácil de anisotropia é determinado pelo acoplamento entre a magnetostricção de saturação e a maior componente da tensão armazenada. No trabalho de Chiriatic [27], podem ser encontrados detalhes sobre o cálculo da distribuição de tensões nos microfios recobertos por vidro. Como um exemplo, a Figura 4.3 apresenta a distribuição de tensões calculada para um microfio à base de Ferro com núcleo metálico de $3,65\mu m$ de diâmetro e espessura de vidro de $7,50\mu m$.

Chiriatic avaliou a distribuição das tensões armazenadas durante o processo de produção do microfio em função das dimensões características da amostra, considerando que o núcleo metálico consistia de sucessivas camadas concêntricas com volume infinitesimal. Além disso, somente as componentes da diagonal principal (radial σ_{rr} , circunferencial $\sigma_{\theta\theta}$

e axial σ_{zz}) do tensor de tensões armazenadas eram relevantes. Sua proposta para as componentes das tensões com o raio no fio pode ser vista na figura 4.3.

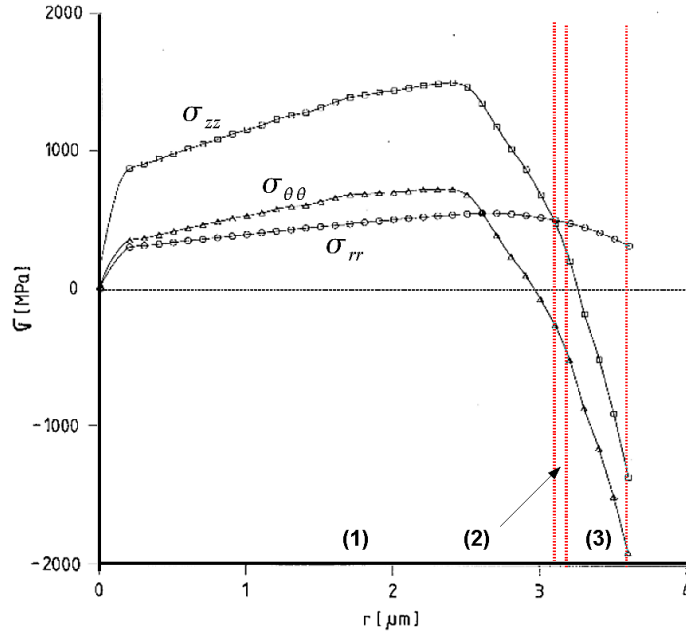


Figura 4.3: Distribuição das tensões armazenadas na parte metálica do microfio devido à solidificação e a diferença entre os coeficientes de expansão térmica do vidro e do metal. σ_{rr} (○), $\sigma_{\theta\theta}$ (△) e σ_{zz} (□) [27].

Da análise da figura 4.3 percebemos três regiões distintas:

- i. região 1: de $r = 0$ até r onde $\sigma_{zz} = \sigma_{rr}$, correspondendo a maior parte do microfio, nesta região σ_{zz} é dominante e positiva;
- ii. região 2: corresponde a uma região muito pequena onde a componente σ_{rr} é dominante e positiva; e
- iii. região 3: corresponde à casca externa do microfio, dominada por altos valores negativos (compressão) de σ_{zz} e $\sigma_{\theta\theta}$.

A distribuição de tensões acima, associada a uma magnetostricção positiva, conduz a uma estrutura de domínios com um núcleo interno magnetizado axialmente e a uma casca externa magnetizada radialmente, como mostra a Figura 4.4(a).

A alta energia desmagnetizante que surgiria de uma casca externa magnetizada radialmente é reduzida por domínios de fechamento axiais na superfície e próximos ao núcleo. A anisotropia magnética em ambas as regiões da estrutura de domínios é de origem magnetoelástica e o valor da constante de anisotropia é diretamente proporcional ao produto

entre a magnetostricção e as componentes do tensor que representa a tensão interna em uma determinada região do fio. Assim, o sinal e o valor da magnetostricção e das componentes do tensor das tensões internas são importantes, não somente do ponto de vista da formação da estrutura de domínios, mas também para as propriedades magnéticas do fio.

No exemplo de um fio com magnetostricção negativa, o acoplamento entre a magnetostricção e as tensões internas conduz a uma energia magnetoelástica cuja minimização determina uma estrutura de domínios com um núcleo interno magnetizado radialmente e uma casca exterior magnetizada circumferencialmente. Porém a magnetização radial do núcleo interno conduziria a uma elevação nas energias magnetostática e de troca, desfavorecendo esta configuração, conseqüentemente, a magnetização nesta região também é axial, pois $\sigma_{\theta\theta}$ e σ_{rr} também são relativamente grandes nessa região. A Figura 4.4(b) mostra a estrutura de domínios para o fio com magnetostricção negativa.

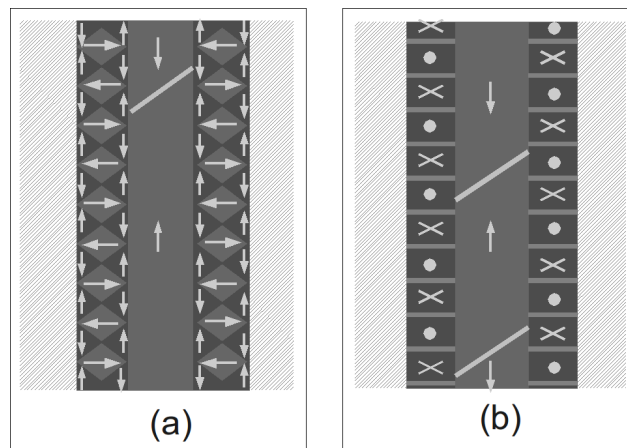


Figura 4.4: Estrutura de domínios dos microfios com (a) magnetostricção positiva e (b) negativa respectivamente.

4.4 Indução de Anisotropias em Microfios Amorfos

Os materiais magnéticos geralmente possuem eixos ou direções onde a magnetização \mathbf{M} é facilitada pelas energias de anisotropia. Nos microfios amorfos a anisotropia magnetoelástica, proveniente do tensor de tensão residual, privilegia uma magnetização do tipo núcleo casca, conforme descrito na secção anterior. Uma maneira de alterar as tensões armazenadas na amostra é aplicar esforço mecânico ao seu eixo longitudinal. Isso alterará as tensões mecânicas internas e conseqüentemente a anisotropia das amostras ou, então, realizar tratamentos térmicos que acabem relaxando essas tensões internas. Neste capítulo serão explicados alguns detalhes dessas técnicas.

4.4.1 Tratamento Térmico em Microfios por Aquecimento Joule

Uma das maneiras mais convenientes de tratamento térmico em microfios recobertos por vidro é através do aquecimento por efeito *Joule*. A cobertura de vidro impede que o material magnético fique exposto ao ambiente, prevenindo oxidações. Além disso, pode-se aplicar com facilidade esforços mecânicos simultaneamente ao tratamento térmico.

Como a amostra apresenta uma resistência elétrica, haverá uma dissipação de energia na forma de calor quando da passagem de uma corrente. Parte da energia elevará a temperatura da amostra e outra parte será trocada com o meio externo.

A conveniência do aquecimento Joule é clara, resta no entanto a determinação da temperatura para uma corrente aplicada.

Chiriac e colaboradores [28, 29] calcularam a distribuição radial da temperatura em fios amorfos e também em microfios amorfos revestidos por vidro para uma corrente aplicada. Eles consideraram um microfio amorfo revestido por vidro com núcleo metálico de raio a e raio total (metal + vidro) b , como mostra a figura 4.5 e assumiram que a transferência de calor relevante ocorre apenas na direção radial.

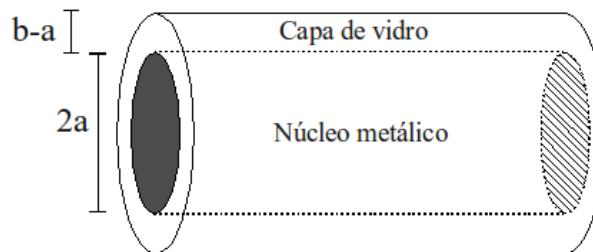


Figura 4.5: Diagrama esquemático de um microfio amorfo coberto por vidro, onde a é o raio do núcleo metálico e b é o raio total do microfio (metal + vidro).

A equação de condução de calor de Fourier para ambas as regiões do fio (metal e vidro) são dadas por:

i. para o metal ($0 \leq r \leq a$):

$$\frac{dT_m(r)}{dr} = -\frac{1}{2} \frac{j^2 \rho}{K} r; e \quad (4.2)$$

ii. para o vidro ($a \leq r \leq b$):

$$\frac{dT_g(r)}{dr} = \frac{B}{r}; \quad (4.3)$$

onde o índice m refere-se ao núcleo metálico e g à capa de vidro, j é a densidade de corrente aplicada ao fio metálico, ρ a resistividade e K sua condutividade térmica. B é

um coeficiente que depende do calor gerado no microfio devido ao efeito Joule. As soluções gerais para as expressões 4.2 e 4.3 em cada região é dada, respectivamente, por:

$$T_m(r) = C - \frac{1}{4} \frac{j^2 \rho}{K} r^2, e \quad (4.4)$$

$$T_g(r) = A + B \ln r, \quad (4.5)$$

onde A, B, C são coeficientes que podem ser determinados através das condições de contorno, ou seja, o calor na interface metal vidro deve ser contínuo:

$$k_m \frac{dT_m}{dr} = k_g \frac{dT_g}{dr}. \quad (4.6)$$

Além disso, na interface metal-vidro, as temperaturas de ambas regiões devem ser iguais:

$$T_m(a) = T_g(a). \quad (4.7)$$

Como a superfície externa do fio está em contato com o ambiente, as trocas de energia na forma de calor ocorrem apenas por radiação, ou seja:

$$\left. \frac{dT_m}{dr} \right|_{r=b} = -\frac{\sigma \varphi}{k_g} (T^4(b) - T_0^4), \quad (4.8)$$

onde σ é a constante de Stefan-Boltzmann, φ a emissividade e T_0 a temperatura ambiente. Desenvolvendo esta expressão (o que pode ser verificado em detalhes no trabalho [28]) chega-se à expressão para a temperatura, tanto para núcleo metálico quanto para a cobertura de vidro, em função dos parâmetros da amostra:

$$T_m(r) = \frac{I^2 \rho}{4\pi^2 a^2 k} \left[1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 + 2 \frac{k}{k_g} \ln \left(\frac{b}{a} \right) \right] + \left(T_0^4 + \frac{I^2 \rho}{2\pi a^2 b \sigma \varepsilon} \right)^{1/4}, e \quad (4.9)$$

$$T_g(r) = \frac{I^2 \rho}{2\pi^2 a^2 k_g} \ln \left(\frac{b}{r} \right) + \left(T_0^4 + \frac{I^2 \rho}{2\pi a^2 b \sigma \varepsilon} \right)^{1/4}, \quad (4.10)$$

onde $I = j\pi a^2$.

Astefanoaei [30] avaliou a evolução temporal das distribuições radiais das temperaturas para diferentes valores de correntes elétricas na amostra. O resultado pode ser visto na figura 4.6.

Nesta figura, observamos o aumento da temperatura com o tempo à medida que a

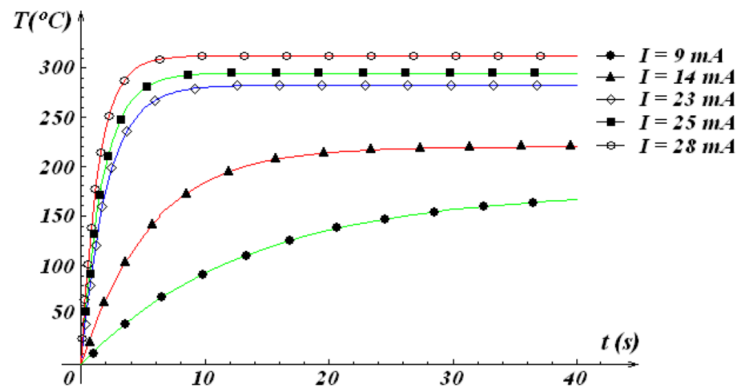


Figura 4.6: Evolução temporal da temperatura no centro do microfio amorfo recoberto por vidro [30].

corrente elétrica passa através da seção reta da amostra até alcançar o valor máximo de equilíbrio. Pode-se notar que para valores maiores de corrente, mais rápido a temperatura estimada para o tratamento alcança seu valor de equilíbrio. Além disso, em tempos relativamente curtos a temperatura de equilíbrio é atingida. Astefanoaei [30] também avaliou como as temperaturas se distribuem ao longo da seção reta da amostra, o que pode ser observado na figura 4.7.

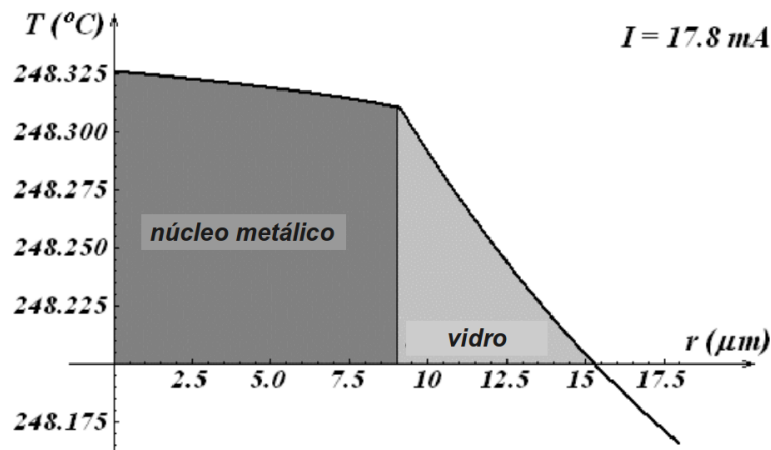


Figura 4.7: Distribuição das temperaturas no equilíbrio térmico para a seção transversal do microfio [30].

Verifica-se que a diferença entre as temperaturas do centro da amostra até a cobertura de vidro é muito pequena. Assim, podemos considerar que a temperatura é praticamente constante na seção transversal do microfio, garantindo a uniformidade do tratamento térmico.

A equação 4.9 permite determinar a temperatura de equilíbrio da amostra para uma determinada corrente aplicada. Ainda que possa haver diferença entre a temperatura real

da amostra e a calculada, testes das modificações magnéticas na amostra para diferentes correntes sempre podem ser feitos e a reprodutibilidade dos resultados atesta a aplicação do efeito Joule para o aquecimento de microfios recobertos por vidro.

Neste trabalho, para a realização dos tratamentos térmicos, as amostras são fixadas em um porta-amostras composto de uma pequena placa de fenolite para impressão de trilhas de cobre para circuitos eletrônicos. A fim de ser as conexões elétricas, remove-se o vidro das extremidades do microfio e fixa-se o mesmo à placa com tinta prata.

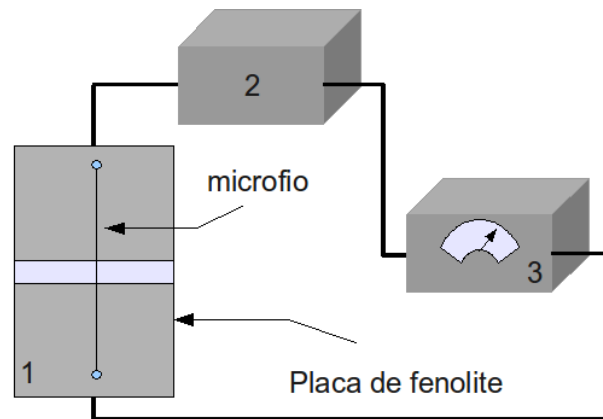


Figura 4.8: Diagrama de blocos, do sistema de tratamento térmico usado. O microfio está colado a uma placa de circuito impresso (1) por onde flui uma corrente gerada por uma fonte de corrente (2) e medida por um amperímetro (3).

Nesse sistema, utilizamos uma fonte de corrente *DC* com um amperímetro ligado em série com a amostra. Através do amperímetro monitoramos a corrente que passa pela amostra, como ilustrado na figura 4.8.

4.4.2 Aplicação de Tensão Mecânica

A fim de induzir anisotropias via magnetostricção, podemos aplicar diferentes tipos de esforço mecânico sobre amostras como, por exemplo, torção, compressão e extensão. No caso deste trabalho, foi escolhida a aplicação de esforço mecânico sobre o eixo longitudinal da amostra, ou seja, extensão. Com essa tensão mecânica aplicada sobre o microfio, consegue-se mudar a energia magnetoelástica e conseqüentemente a estrutura de domínios do material, influenciando por sua vez no processo de magnetização do material.

As amostras estudadas tem o produto da magnetostricção por tensão mecânica negativo ($\lambda_s \sigma < 0$) o que leva a uma estrutura de domínios de configuração do tipo núcleo-casca. O aumento da tensão axial produz um acréscimo no volume da casca com domínios circunferenciais.

Na figura 4.3, pode-se observar a distribuição das tensões mecânicas para um microfio amorfo. Com a aplicação da tensão externa há um aumento do σ_{zz} mas também de σ_{rr} e $\sigma_{\theta\theta}$, afim de manter o volume do fio constante. Isso por sua vez mudará o ponto de equilíbrio dessas tensões, deslocando-se no sentido do raio.

Como a energia de anisotropia é quem determina a largura da parede de domínios e essa energia, no caso, é a energia magnetoelástica, a largura da parede de domínio δ_0 e a energia associada ε_{180° podem ser reescritas em termos da tensão do microfio[31], como:

$$\delta_0 = \pi \sqrt{\frac{2A}{3\lambda_s\sigma}}, e \quad (4.11)$$

$$\varepsilon_{180^\circ} = 4\sqrt{\frac{3A\lambda_s\sigma}{2}}. \quad (4.12)$$

Destas expressões podemos observar que as tensões aplicadas ao material podem alterar tanto a largura da parede quanto a energia associada à mesma. Com o aumento da energia da parede, há uma diminuição do comprimento da parede de domínio L_w , porém, quanto menor for o comprimento maior será a energia magnetostática.

O L_w é determinado pelo equilíbrio energético entre a ε_{180° e ε_{ms} [31]. Sendo assim, podemos escrever uma expressão para ε_w em função do L_w , da seguinte forma:

$$\varepsilon_w(L_w) = \gamma_1\varepsilon_{180^\circ}L_w + \gamma_2/L_w, \quad (4.13)$$

onde γ_1 e γ_2 são constantes. A condição de equilíbrio, a qual minimiza ε_w a fim de determinar o comprimento da parede, é dado por $d\varepsilon(L_w)/dL_w = 0$. Sendo assim, temos que:

$$L_w \propto 1/\sqrt{\varepsilon_{180^\circ}} \propto \sigma^{-1/4}. \quad (4.14)$$

A expressão 4.14 mostra que à medida que aumentamos a tensão aplicada ao material o comprimento da parede de domínio decresce minimizando sua energia associada.

A figura 4.9 apresenta um esquema de como é aplicada a tensão mecânica na amostra. Para este procedimento, o primeiro passo é fixar a amostra em um fio inextensível, passá-lo pelo porta-amostras e posiciona-lá no centro de uma das bobinas sensoras.

Depois disso, fixa-se essa amostra ao porta-amostras que será levado a uma posição interna do solenoide *DC*, onde as bobinas sensoras e a amostra estarão imersas em um

campo magnético uniforme gerado pela bobina DC.

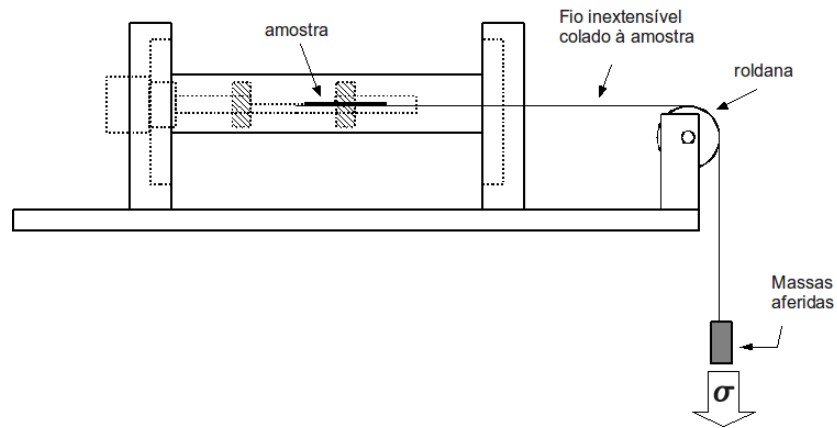


Figura 4.9: Esquema mostrando como é feita a aplicação de tensão mecânica no microfio.

Assim, corpos de massa aferida são adicionados ao fio causando a extensão da amostra e as propriedades magnéticas do fio são avaliadas com o susceptômetro.

5 Construção de um Susceptômetro AC

A implementação da técnica de susceptometria AC tem um baixo custo financeiro, é de fácil construção e mostra-se uma ferramenta poderosa para caracterização magnética tanto para materiais magnéticos quanto para supercondutores. Este capítulo explica detalhadamente a construção do aparato experimental, funcionamento e aquisição de dados.

5.1 Revisão sobre Susceptômetros

A técnica de susceptometria AC traz informações tanto da parte real quanto da parte imaginária da susceptibilidade magnética e estas estão relacionadas, respectivamente, a processos dinâmicos e de processos que envolvem dissipação de energia, que ocorrem no interior do material estudado. A técnica é útil para medir diversos fenômenos físicos como: relaxação spin-rede em materiais paramagnéticos, rotação da magnetização em ferrofluidos, dinâmica de vórtices em supercondutores e movimento de paredes de domínios em materiais magnéticos. Existem diversas técnicas de susceptometria como: método de força, indução e ressonância [12], que serão rapidamente abordados abaixo:

- i. método de força: como exemplo desse método podemos citar a balança de Faraday, que consiste em uma pequena balança onde a magnetização e a massa do material são contrabalanceadas por um pequeno gradiente de campo magnético. É especialmente usado para sólidos pulverizados, sais paramagnéticos e materiais diamagnéticos. Esses aparelhos tem a desvantagem da necessidade de sensores de pressão de alta resolução e ferromagnetos de alto campo, além de não possuírem a capacidade para medir processos de relaxação de magnetização;
- ii. indução: existem basicamente três tipos de medidas de susceptibilidade magnética por indução:

- corrente contínua: esse método consiste em um solenoide que gera um campo magnético de baixa magnitude e no interior deste há uma bobina sensora. A amostra é colocada no interior da bobina sensora e colocada em movimento periódico. Espera-se que esse movimento induza uma força eletromotriz na bobina sensora que será proporcional à susceptibilidade magnética por unidade de volume;
 - corrente alternada: neste método, um solenoide longo gera um campo magnético alternado de baixa magnitude, o qual substitui o movimento mecânico imposto à amostra, conforme descrito no método acima. Dentro deste solenoide há um par de bobinas sensoras ligadas em série e oposição de fase e a amostra deve ser posicionada no interior de uma das bobinas sensoras. A variação do fluxo magnético no interior do solenoide modificará a magnetização do material estudado e essa variação da magnetização induzirá uma força eletromotriz nos enrolamentos secundários (bobinas sensoras), que será proporcional à magnetização. Esse foi o sistema escolhido e será descrito neste capítulo;
 - radiofrequência: esse sistema é baseado em um circuito RLC de alta frequência. A medida de susceptibilidade é obtida da variação na frequência de ressonância do circuito quando coloca-se a amostra no interior do elemento indutivo do circuito RLC. A Limitação imposta a esse sistema está exatamente na estabilidade do oscilador;
- iii. ressonância: os métodos mais usados com essa técnica são a ressonância nuclear magnética (RMN) e ressonância magnética eletrônica (RPE).

5.2 Descrição do Equipamento Construído

O susceptômetro construído consiste basicamente de um enrolamento primário e duas bobinas secundárias, ver figura 5.1. Pelo enrolamento primário flui uma corrente elétrica alternada que gera um campo magnético AC de baixa magnitude, dado por:

$$h = h_0 \cos(\omega t), \quad (5.1)$$

onde h_0 é a amplitude e ω é a frequência desse campo magnético.

Dentro do enrolamento primário estão duas bobinas secundárias ligadas em série e em oposição de fase. Com a variação do fluxo magnético no interior da bobina primária, é induzida uma força eletromotriz (ϵ_s) nos terminais das bobinas sensoras.

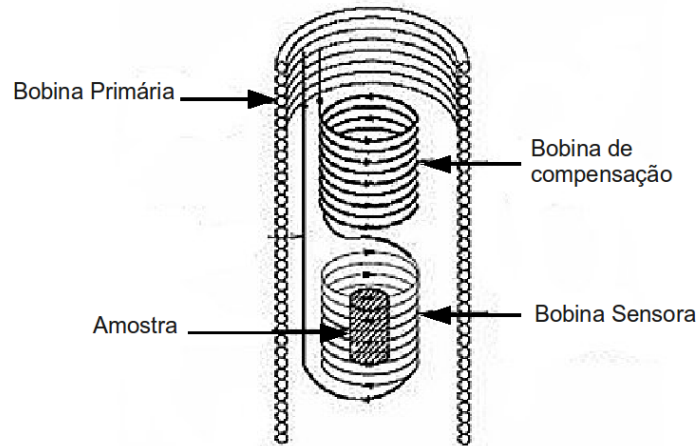


Figura 5.1: Esquema simplificado da composição de um Susceptômetro. A figura mostra a bobina primária de indução do campo AC, e as bobinas sensoras.

Esse sinal de voltagem é composto pela soma da tensão induzida na bobina sensora onde está posicionada a amostra e pela tensão na bobina que compensa a variação do fluxo magnético do campo alternado. Sabendo que essas tensões estão relacionadas à variação do fluxo magnético nas bobinas sensoras, a lei de *Faraday* pode ser escrita como:

$$\begin{aligned}
 \epsilon_s &= -\frac{d\phi_1}{dt} + \frac{d\phi_2}{dt} \\
 &= -nA_1 \left(\frac{dH}{dt} + \frac{dM}{dt} \right) + nA_2 \frac{dH}{dt} \\
 &= \underbrace{-nA_1 \left(\chi \frac{dH}{dt} \right)}_{\text{amostra}} + \underbrace{n(A_1 - A_2) \frac{dH}{dt}}_{\text{construção}}, \tag{5.2}
 \end{aligned}$$

onde ϕ_1 e ϕ_2 são os fluxos magnéticos nas bobinas sensoras. A amostra de magnetização M está posicionada no interior da bobina 1. A_1 e A_2 são as secções transversais das bobinas sensoras e n o número espiras que deve ser igual para as duas bobinas.

Assim, podemos ver que a f.e.m (ϵ_s) gerada nas bobinas sensoras depende tanto da construção do conjunto de bobinas como do sinal magnético da amostra. A fim de anular o segundo termo na equação 5.2, deve-se construir as bobinas secundárias o mais idênticas possível. Obviamente isso é difícil, pois dependem do fator de empacotamento, ou seja, as bobinas secundárias devem ter o mesmo número de camadas, o mesmo número de espiras, o mesmo comprimento e a mesma secção transversal.

Há ainda outros fatores que causam descompensação entre as bobinas, tais como flutuações de temperatura e variações da auto-indutância entre as bobinas primária e

secundárias. Essa descompensação inclui no sinal de voltagem captada pelas bobinas sensoras (ϵ_s) um resíduo de tensão, o qual chamamos de *offset*, que acaba levando a uma informação errônea do comportamento magnético da amostra estudada.

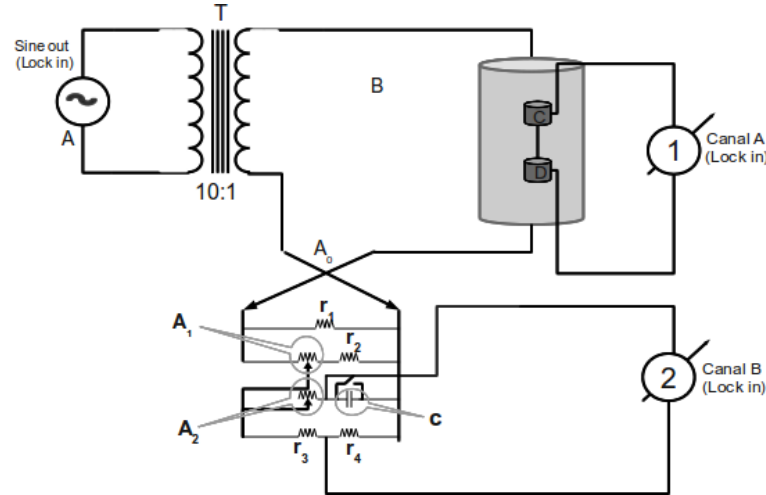


Figura 5.2: Esquema simplificado de como é feita ligação elétrica do susceptômetro ao circuito compensador

Com o intuito de cancelar esses efeitos indesejáveis, faz-se uso de um circuito de balanceamento proposto por Gelfuso e colaboradores [32] figura 5.3. Esse circuito passivo é derivado da ponte de Hartshorn [1], ou seja, um ramo em fase com a corrente de excitação e o outro em fase com sua derivada temporal, onde podemos ajustar o *offset* das componentes real e imaginária da f.e.m. O *offset* da componente real do sinal de voltagem captado pelas bobinas sensoras referente a χ' , está em fase com a corrente que flui pela bobina primária e para zerar essa componente é usado um dos ramos do circuito 5.2, que consiste no divisor de tensão formado por A_1 e r_2 . Para zerar a contribuição de *offset* referente a componente imaginária de χ , em fase com a derivada temporal da corrente que flui pelo primário, é usado o ramo em quadratura com o sinal formado pelo capacitor C e os resistores A_2, r_3 e r_4 .

A figura 5.2, mostra o esquema elétrico do susceptômetro AC com o circuito balanceador. O sinal alternado gerado pelo oscilador interno do amplificador *lock-in* passa por um transformador para desacoplar o circuito de terra e impedir que correntes parasíticas gerem ruídos indesejáveis. A corrente alternada que sai do secundário do transformador flui pelo enrolamento primário e pelo circuito balanceador, com isso é gerado um campo magnético oscilante que pode ser modulado de modo que a indutância mútua entre as bobinas primária e secundárias seja zero.

Então, a última providência antes de realizar as medidas é certificar-se que não há

qualquer fonte de campo magnético perto do sistema e colocar o amplificador *lock-in* configurado para o modo diferencial ($A - B$).

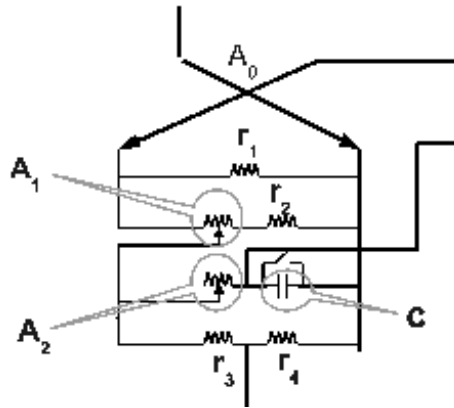


Figura 5.3: Inset da figura 5.2, mostrando o circuito passivo proposto por Gelfuso e colaboradores usado para reduzir os efeitos da construção das bobinas sensoras [32].

Nesse modo, o sinal do canal A proveniente das bobinas sensoras é subtraído do canal B, que está ligado ao circuito compensador, onde ajusta-se os resistores A_1 e A_2 , figura 5.2, de forma que os *offsets* das componentes real e imaginária, respectivamente sejam anulados. Com o sistema inicialmente zerado, isto é, livre de resíduos indesejáveis que podem interferir e levar a informações errôneas sobre o comportamento da amostra, pode-se aumentar o ganho do amplificador *lock-in*, que por sua vez aumenta a sensibilidade do sistema.

5.3 Susceptibilidade vs. Campo Magnético $\chi(H)$

Para executar medidas de susceptibilidade em função do campo magnético, usa-se basicamente o sistema de bobinas descrito na figura 5.1, envolto por uma bobina externa que gerará um campo magnético *DC*. A figura 5.4 mostra o diagrama de blocos do aparato experimental, que para ser explicado detalhadamente será separado em duas partes: a geração do campo magnético *DC* e a detecção do sinal proporcional à susceptibilidade.

O campo magnético *DC* é gerado pelo solenoide (1), que é alimentado por uma fonte de tensão (2) que por sua vez é comandada por uma das saídas de tensão auxiliares de um amplificador *lock-in* (3). O campo magnético gerado pelas bobinas é medido por um gaussímetro (4), que usa um sensor de campo magnético baseado em efeito Hall*(5).

*O efeito *Hall* foi descoberto em 1879 por E.H. Hall, que submeteu um condutor elétrico a um campo magnético perpendicular a direção da corrente elétrica. Hall verificou que uma diferença de potencial elétrico aparecia nas laterais deste condutor na presença do campo magnético.

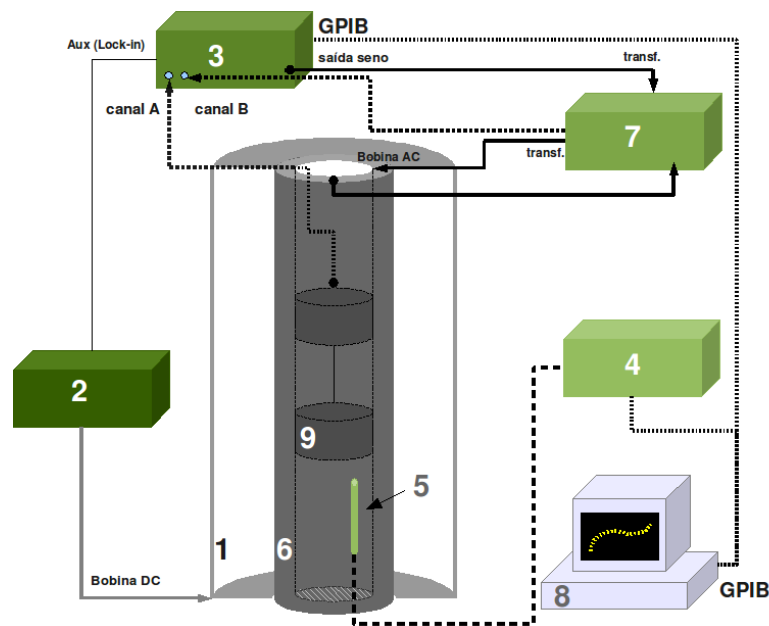


Figura 5.4: Diagrama de blocos que mostra detalhadamente todo o aparato experimental do susceptômetro em função do campo magnético em temperatura ambiente.

A segunda parte é composta pela bobina primária AC (6) ligada em série a um transformador desacoplador (7) e ao circuito compensador (7), ambos ligados à saída senoidal do *lock-in* (3) (conforme o diagrama da figura 5.2).

O sinal de tensão proporcional a susceptibilidade é medido pelo *lock-in* (3), que recebe dois sinais de tensão, no canal A a tensão das bobinas sensoras referente ao comportamento magnético da amostra e no canal B a correção do *offset* que vem do circuito compensador (7), ligados em forma diferencial $A - B$ com a malha de terra flutuante, isto é, as malhas dos cabos coaxiais são usadas como blindagens contra ruídos eletromagnéticos indesejáveis, mas não fazem parte do circuito elétrico sensor.

O amplificador *lock-in* e o gaussímetro estão interligados ao computador (8) através de uma interface GPIB. Um programa desenvolvido na plataforma *HPVee*[®] adquire os dados dos instrumentos, além de controlar o campo magnético.

Os parâmetros escolhidos para as medidas são: uma onda senoidal com frequência de 100Hz e amplitude de $0,5\text{V}$. Essa voltagem AC passa pelo transformador desacoplador e a parcela de voltagem que chega à bobina primária fica em torno de um décimo da voltagem inicial, gerando um campo magnético alternado com amplitude de aproximadamente $0,10e$. Os parâmetros como a sensibilidade e tempo de integração variam para cada amostra, ajustando-se a melhor combinação para cada medida.

O programa desenvolvido para realizar as medidas funciona da seguinte forma: é

estabelecido o valor de campo magnético que se deseja medir a χ e o programa eleva a tensão da saída auxiliar (por uma relação de Volt/Oe), que por sua vez controla a fonte de tensão.

Após o valor de campo desejado ter se estabilizado, a sonda Hall faz a leitura do campo. A seguir, é feita a leitura dos dados de tensão referente ao sinal de susceptibilidade pelo amplificador *lock-in* e os valores de campo magnético e tensão são salvos na memória do computador. Terminada essa etapa, o programa envia o próximo valor de campo para o *lock-in* e toda a rotina é novamente seguida até a curva de histerese ter sido concluída.

5.4 Susceptibilidade à Baixas Temperaturas

5.4.1 O Controle de Temperatura

Para realizar essas medidas, primeiramente a amostra precisa estar em contato com um reservatório térmico de baixa temperatura. A figura 5.5, mostra um esquema do criostato usado para esse tipo de medida, o qual é constituído de um reservatório de gás Hélio (He) e uma bomba mecânica que comprime esse gás. Na figura, podemos ver a entrada de gás Hélio que flui por um encanamento interno chegando ao chamado "dedo frio", localizado no centro da câmara de vácuo, onde ocorre a expansão livre do gás.

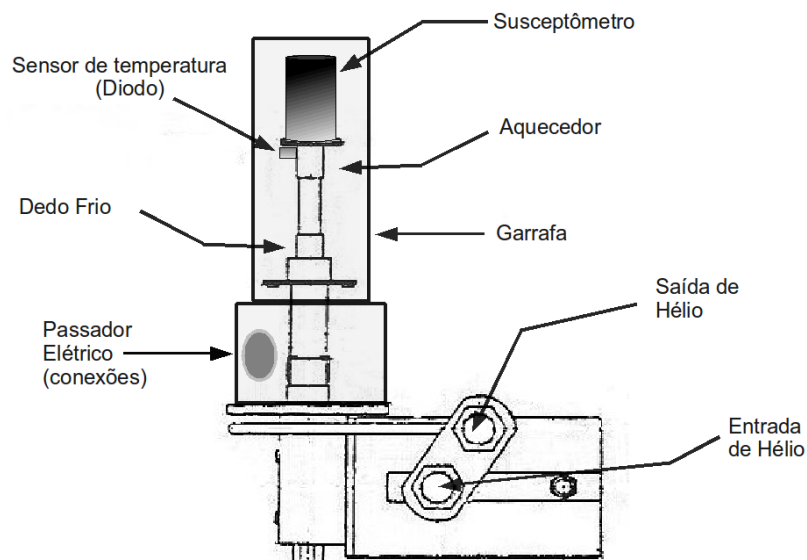


Figura 5.5: Esquema do criostato usado no trabalho, que mostra onde e como estão localizados os dispositivos internos e externos

O vácuo na câmara torna-se imprescindível para que o reservatório térmico não tro-

que calor com o meio por convecção e condução, garantindo que a temperatura chegue ao mínimo previsto para o sistema, de 8K. Como o criostato só resfria o sistema, no extremo superior do dedo frio foi instalado um aquecedor que está ligado a um controlador de temperatura através de um passador elétrico. O sucesso da medida em baixas temperaturas depende muito do controle da temperatura, pois se a variação da temperatura ocorrer abruptamente os detalhes do comportamento magnético que devem ser observados pela susceptibilidade serão perdidos.

Levando em conta a necessidade do controle de temperatura, fez-se uso de um controlador de temperatura comercial, que faz o controle de temperatura por método PID (proporcional, integral e derivativo). O controle PID calcula um valor de erro como diferença entre a variável do processo de medida e um valor desejado e tenta minimizar esse erro pelo ajuste dos controles de entrada.

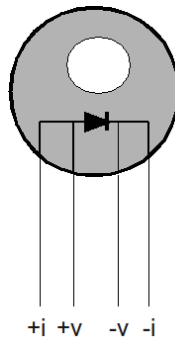


Figura 5.6: O esquema mostra o sensor de temperatura de estado sólido. O controlador injeta corrente por $+i$ e $-i$ e mede a ddp entre $+v$ e $-v$, onde esse Δv é proporcional à temperatura.

O controlador recebe informações sobre a temperatura dentro do criostato através da medida de tensão (4 pontas) em um sensor de temperatura de estado sólido (diodo), esquematizado na figura 5.6, e posicionado no dedo frio (ver figura 5.5). De posse desse sinal de tensão, o controlador faz o cálculo PID e manda pulsos de corrente para o aquecedor fixo ao extremo do reservatório térmico (*cold finger*).

Na figura 5.7, pode-se observar o resultado dessa competição entre o aquecimento gerado pelo resistor e o resfriamento proveniente da expansão do gás no "dedo frio". No caso da figura 5.7, a temperatura escolhida foi de 20 K e mostra que o controle é satisfatório.

5.4.2 O Susceptômetro para Baixas Temperaturas

O susceptômetro foi construído de forma que permitisse a realização de medidas à baixas temperaturas. Sendo assim, seu conjunto de bobinas, de tamanho reduzido, teve que

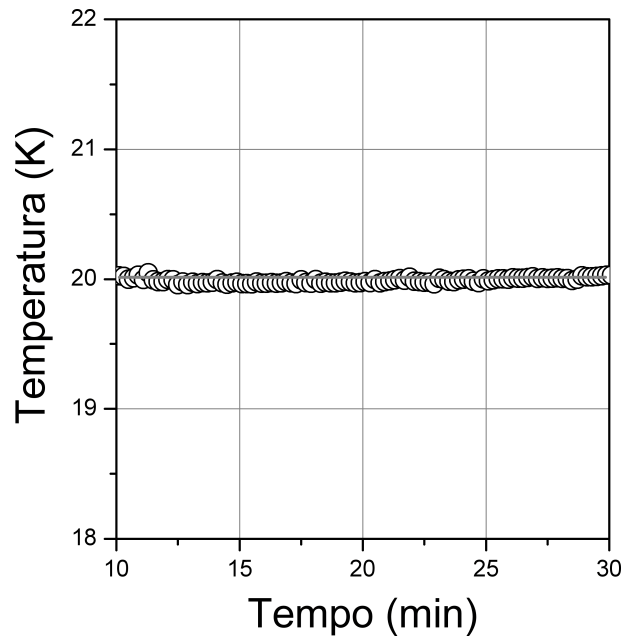


Figura 5.7: O gráfico mostra a variação temporal da temperatura no porta-amostras, que está localizado no "dedo frio".

ser confeccionado com um material que mantém suas dimensões praticamente constantes frente à variação da temperatura.

A figura 5.8 traz a vista em corte transversal das principais partes do susceptômetro para baixas temperaturas. A parte (a) mostra as bobinas secundárias (sensoras) ligadas em série e oposição de fase, constituídas com 3500 espiras de fio de cobre AWG44 e na figura 5.8(b) a bobina AC, com duas camadas de fio AWG16. Os carretéis dos dois conjuntos de bobinas foram construídos com Teflon[®].

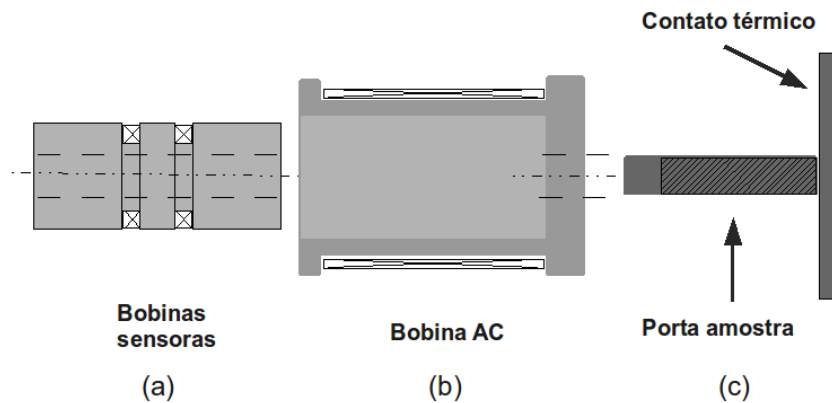


Figura 5.8: O esquema mostra como é montado o susceptômetro e o porta amostras.

A parte (c) da figura 5.8 exemplifica como é o porta-amostras. Ele é composto por uma região de grande área que faz contato com o reservatório térmico e por uma região que consta de um pequeno cilindro, onde a região hachurada representa um chanfro na

estrutura e designa a posição em que a amostra deve ser fixada. O porta-amostras, feito de latão preenche o interior das bobinas que formam o susceptômetro, levando a amostra até o centro de uma das bobinas sensoras.

Assim, como o porta-amostras está em contato com o dedo frio, ele entrará em equilíbrio térmico com o mesmo e por consequência a amostra também. Desta forma pode-se realizar dois tipos de medidas de susceptibilidade magnética:

- i. em função da temperatura com campo externo fixo; e
- ii. em função de um campo magnético externo na temperatura desejada.

A fim de aplicar campo à amostra adicionamos uma bobina externa ao criostato ligada a uma fonte de tensão.

Essas medidas de susceptibilidade em função do campo magnético externo a uma temperatura (T) traz informações complementares para outras pesquisas em desenvolvimento no Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM-UFSM).

Para esse tipo de medida, foi desenvolvido um programa adicional na plataforma *HPVee*[®] para controlar a temperatura. Esse programa comanda o controlador de temperatura e nele podemos inserir parâmetros como a temperatura desejada, a potência e o tempo para estabilizar a temperatura. Há também a possibilidade de fazer rampas de aquecimento, onde relacionamos a razão de aquecimento (K/min) e o controle PID fica encarregado de manter a temperatura o mais estável possível.

Essa rampa pode levar o aquecimento a uma situação quase-estática, onde determinando uma rampa de pequena razão, $1K/min$ por exemplo, podemos varrer os limites de temperatura ($8K < T < 350K$) em até 6 horas.

Com a temperatura estabelecida, a rotina para aquisição dos dados e controle do processo da medida é iniciado. Essa rotina de aquisição é a mesma desenvolvida para realizar as medidas a temperatura ambiente.

5.5 Medidas de Susceptibilidade AC

As medidas de susceptibilidade por método indutivo são ótimas ferramentas para o entendimento das propriedades magnéticas dos materiais. No método AC, a medida de susceptibilidade é uma medida da variação da magnetização em função de uma variável

extrínseca escolhida, como por exemplo, a temperatura, o campo magnético externo, a tensão mecânica, entre outras.

Tomando como exemplo uma medida da susceptibilidade em função do campo magnético externo, essa fornecerá informações sobre modificações na magnetização do material na forma da relação:

$$\chi(H) = \frac{dM}{dH}, \quad (5.3)$$

onde dM é a variação da magnetização do material com relação ao campo magnético aplicado.

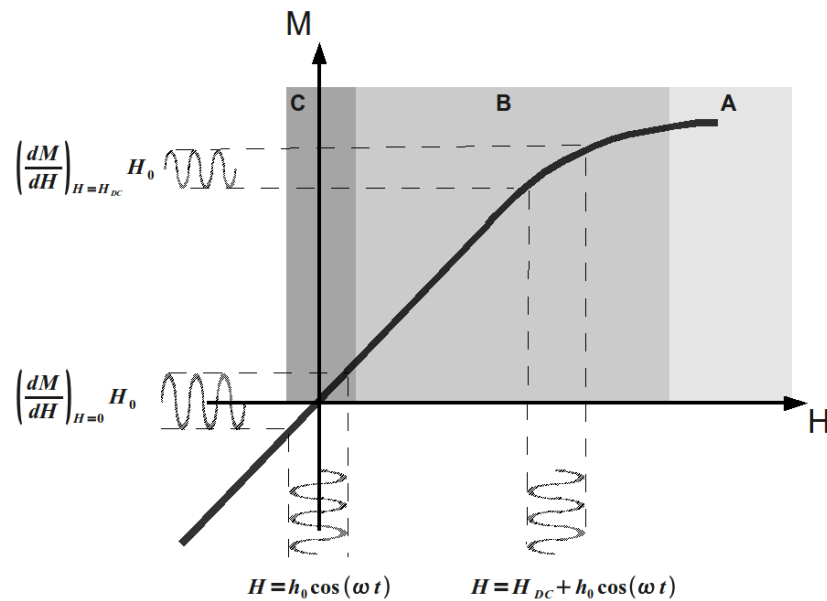


Figura 5.9: Esquema representando o sinal de susceptibilidade em função do campo magnético para uma amostra isotrópica.

Para elucidar como essa medida é feita, a figura 5.9 mostra graficamente o comportamento de uma amostra posicionada dentro de um susceptômetro AC imerso em um campo magnético externo DC . Partindo do caso em que a amostra está saturada magneticamente, região A da figura 5.9, pode-se imaginar os momentos magnéticos sujeitos a um campo magnético composto por uma parte alternada e uma parte contínua, ($H = H_{DC} + h_0 \cos(\omega t)$) e, embora as duas sejam paralelas, a amostra está saturada magneticamente e a variação de fluxo magnético causada pelo campo AC não consegue alterar a sua energia interna, conseqüentemente a magnetização não varia, resultando em uma $\chi \rightarrow 0$.

Reduzindo o campo aos poucos, exemplificado na região B da figura 5.9, a amostra começa a "sentir" a influência do campo alternado, o que gera uma pequena modificação da magnetização, aumentando χ .

Ainda há uma região de baixa indução, exemplificada pela região C da figura 5.9, onde ocorre uma grande influência do campo AC sobre os momentos. Pensando que a susceptibilidade pode ser descrita pela equação 2.18, pode-se fazer a referência de que há uma fração de momento magnético representado por χ' que acompanha o campo magnético oscilante e outra representada por χ'' que está em fase com a derivada temporal da corrente elétrica, sendo proporcional às perdas de energia do sistema e referentes a processos dinâmicos.

Nessa região de baixa indução, temos ainda informações sobre a magnetização remanente M_r e campo coercivo H_c da amostra estudada. Nesse caso a amplitude do campo alternado (h_0) é a chave para uma medida correta, pois se a amplitude do campo magnético AC for maior ou comparável ao campo coercivo H_c , essa medida trará uma informação errônea sobre esses parâmetros da amostra.

5.6 Composição da Medida

Conforme descrito anteriormente, o sinal da susceptibilidade é dividido em duas componentes: real (χ') e imaginária (χ'') e a susceptibilidade total é dada pela soma vetorial dos dois termos, assim:

$$\chi_T = \sqrt{(\chi')^2 + (\chi'')^2}. \quad (5.4)$$

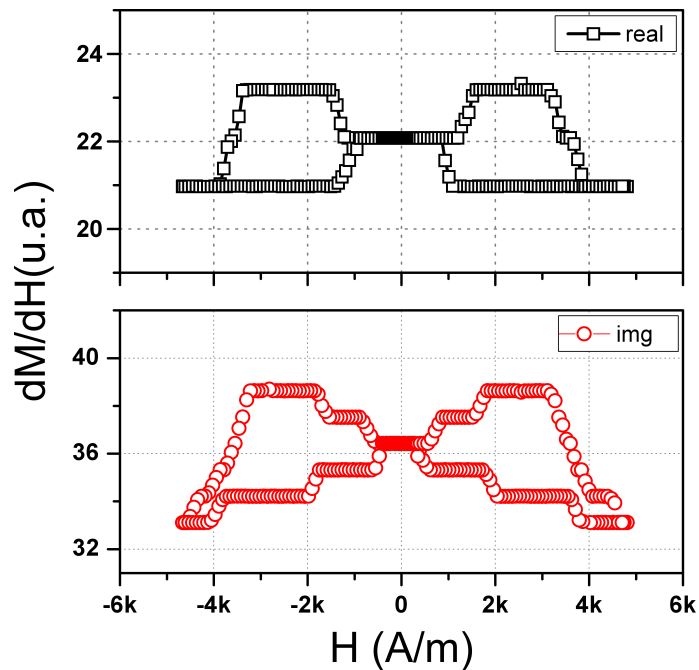


Figura 5.10: O gráfico mostra as componentes real e imaginária da susceptibilidade magnética em função do campo magnético de uma fita amorfa de Níquel.

Como exemplo, a figura 5.10 mostra as componentes real e imaginária da susceptibilidade magnética de uma fita amorfa de Níquel. Pode-se obter a curva de histerese magnética da amostra integrando o módulo quadrado (equação 5.4) da susceptibilidade:

$$M(H) = \int dM = \int \chi dH. \quad (5.5)$$

A parte superior da figura 5.11 apresenta o módulo quadrado da susceptibilidade magnética de uma fita amorfa de *Ni* enquanto a parte inferior da figura mostra o resultado da integração no campo de $\chi(H)$, que é a histerese magnética. A curva de histerese representa o modo mais convencional de se estudar o comportamento magnético de uma amostra magnética.

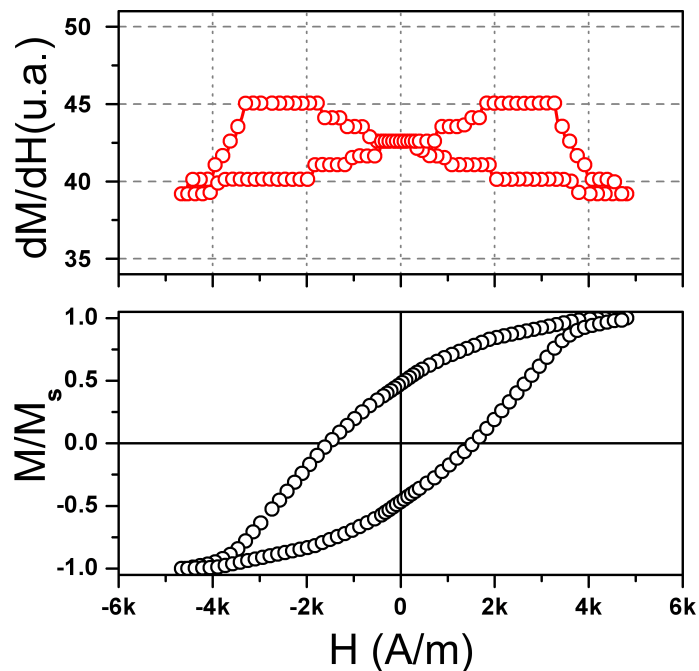


Figura 5.11: O gráfico mostra o comportamento magnético de uma fita amorfa de Níquel (Ni). A parte superior da figura mostra a susceptibilidade magnética e a parte inferior o laço de histerese magnética, calculado da integração da susceptibilidade magnética.

6 Resultados e Discussão

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados experimentais de susceptibilidade magnética em microfios amorfos recobertos por vidro, obtidos através do aparato experimental construído, a fim de avaliar sua sensibilidade. A composição nominal dos microfios estudados é $Co_{68,25}Fe_{12,25}Si_{4,5}B_{15}$ e $Fe_{77,5}Si_{4,5}B_{15}$, fios com magnetostricção negativa e positiva, respectivamente. Esses microfios tem diâmetros do núcleo metálico e espessura da cobertura de vidro variados trazendo uma gama de variáveis a serem estudadas, as quais são influenciadas por esses fatores, tanto a temperatura ambiente quanto à baixa temperatura. Na tabela 6.1 estão caracterizados os microfios estudados nesse trabalho.

Tabela 6.1: Microfios amorfos recobertos por vidro estudados

| microfio | composição nominal | diâmetro do núcleo Φ_m (μm) | diâmetro total Φ_t (μm) | razão entre os diâmetros do núcleo e total (δ) |
|----------|--------------------------------------|---|---|---|
| 1 | $Co_{68,25}Fe_{12,25}Si_{4,5}B_{15}$ | 25 | 43 | 0,58 |
| 2 | $Co_{68,25}Fe_{12,25}Si_{4,5}B_{15}$ | 17 | 43 | 0,39 |
| 3 | $Co_{68,25}Fe_{12,25}Si_{4,5}B_{15}$ | 10 | 25 | 0,4 |
| 4 | $Fe_{77,5}Si_{4,5}B_{15}$ | 25 | 47 | 0,53 |

6.1 Avaliação da Magnetostricção

Os microfios amorfos recobertos por vidro ricos em cobalto têm uma estrutura de domínios magnéticos conforme mostrada na figura 4.4(b). Alguns parâmetros ligados à fabricação dessas amostras, como o resfriamento imediato e a espessura da cobertura de vidro, levam a essa estrutura de domínios magnéticos também chamada de *bamboo* [24], que é uma maneira representativa de exemplificar o núcleo longitudinalmente magnetizado envolvido por uma casca de domínios circunferencialmente magnetizados.

Como esses microfios são amorfos, sua estrutura de domínios magnéticos é predominantemente provida pela competição entre as densidades de energia magnetoelástica

e magnetostática. Através da densidade de energia magnetostática (ϵ_{ms}), expressa pela equação 6.1, observamos que ela depende de parâmetros como a razão entre o raio e o comprimento do fio que leva ao fator desmagnetizante N da amostra e a magnetização de saturação M_s , independentemente de tensões mecânicas aplicadas [36].

$$\epsilon_{ms} = \frac{NM_s^2}{2\mu_0}. \quad (6.1)$$

Em contrapartida, a densidade de energia magnetoelástica é diretamente influenciada, pelas tensões as quais a amostra está sujeita, conforme a expressão:

$$\epsilon_{me} = \frac{3}{2}\lambda_s\sigma. \quad (6.2)$$

Os microfios possuem uma tensão residual (σ_0) proveniente do processo de resfriamento. Dessa forma, com a aplicação de um esforço mecânico adicional no eixo da amostra (σ_{app}) gera-se também um acréscimo de tensão no sentido radial e circunferencial, como se o fio estivesse sendo apertado, modificando o ponto de equilíbrio energético e, conseqüentemente, a estrutura de domínios magnéticos.

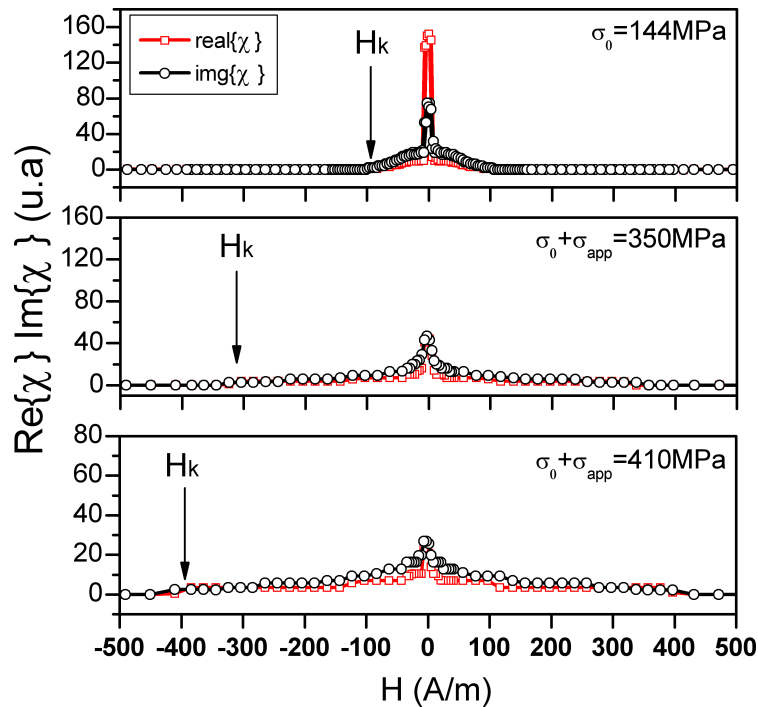


Figura 6.1: Evolução do campo de anisotropia (H_k) com a tensão mecânica (σ) e a sobreposição da parte imaginária (χ'') a parte real (χ'), evidenciando o aumento de processos de magnetização que ocorrem por rotação na amostra 2 de microfio amorfo com $17\mu m$ de diâmetro de núcleo metálico.

Microfios ricos em cobalto com $\lambda_s < 0$ possuem uma anisotropia predominantemente transversal, logo o campo magnético necessário para saturar o fio corresponde ao seu campo de anisotropia [37]. Pela susceptometria AC, podemos quantificar essa anisotropia

uniaxial (H_k) através de uma medida de susceptibilidade em função do campo magnético aplicado e o campo de anisotropia será aquele em que o sinal referente a susceptibilidade deixa de variar.

Na figura 6.1, podemos acompanhar a evolução do campo de anisotropia em função da tensão aplicada. Essa figura também mostra a mudança na estrutura de domínios magnéticos, ou seja, verifica-se um acréscimo da área abaixo curva correspondente a componente imaginária (χ'') que está relacionada a processos dissipativos ligados a magnetização por rotação em relação a componente real da susceptibilidade (χ') ligada a processos de deslocamento de paredes de domínios [38].

$$H_k = 3 \frac{\lambda_s}{M_s} (\sigma_0 + \sigma_{app}) \quad (6.3)$$

A partir da evolução de H_k com a σ , pode-se calcular a magnetostricção de saturação (λ_s) usando a expressão 6.3, ou seja, a magnetostricção da amostra é proporcional à inclinação da curva de $H_k \times \sigma$, conforme mostrado na figura 6.2. A linha na figura 6.2 representa o ajuste linear aos dados experimentais que estão mostrados em pontos quadrados. Os valores de magnetostricção dessas amostras podem ser comparadas com os valores apresentados na literatura [39] [36], que para essa estequiometria são negativos e próximos de zero.

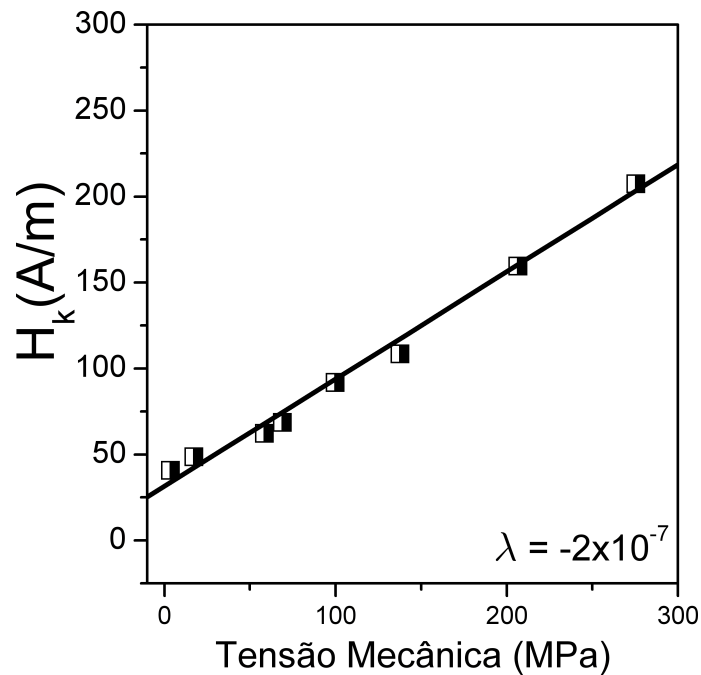


Figura 6.2: Gráfico do campo de anisotropia (H_k) pela tensão mecânica aplicada (σ_{app}) para o microfio 1, onde a inclinação da reta é proporcional à magnetostricção de saturação (λ_s), conforme equação 6.3.

De posse dos valores da magnetostricção e da magnetização de saturação ($M_s = 0.81T$) [24], pode-se calcular a tensão residual (σ_0), isto é, a tensão que o vidro exerce sobre o núcleo metálico. Os valores obtidos para amostras à base de cobalto estudadas estão apresentados na tabela 6.2.

Tabela 6.2: Tensão residual proveniente da fabricação dos microfios, calculada com a expressão 6.3.

| Microfio | $\Phi_m(\mu m)$ | $\Phi_t(\mu m)$ | δ | λ_s | $\sigma_0(MPa)$ |
|----------|-----------------|-----------------|----------|----------------------|-----------------|
| 1 | 25 | 43 | 0,58 | -2×10^{-7} | 54 |
| 2 | 17 | 43 | 0,39 | -3×10^{-7} | 144 |
| 3 | 10 | 25 | 0,4 | -3×10^{-7} | 41 |
| 4 | 25 | 47 | 0,53 | $2,5 \times 10^{-6}$ | 12 |

6.2 Avaliação da Estrutura de Domínios

Gudoshnikov e colaboradores [39] classificaram os microfios amorfos ricos em cobalto de acordo com o comportamento de suas curvas de histerese magnética. Segundo eles, existem os microfios ricos em cobalto do tipo A que exibem uma pequena remanência magnética, fruto de uma estrutura de domínios que privilegia a magnetização por rotação e os do tipo B, que possuem uma magnetização de remanência finita, típico de uma estrutura de domínios do tipo *bamboo* e, ainda, os do tipo C, que exibem um comportamento biestável. Esse comportamento é reportado a microfios com magnetostricção positiva, característica de fios ricos em ferro. Esse efeito pode ser explicado por uma variação local da composição química da amostra.

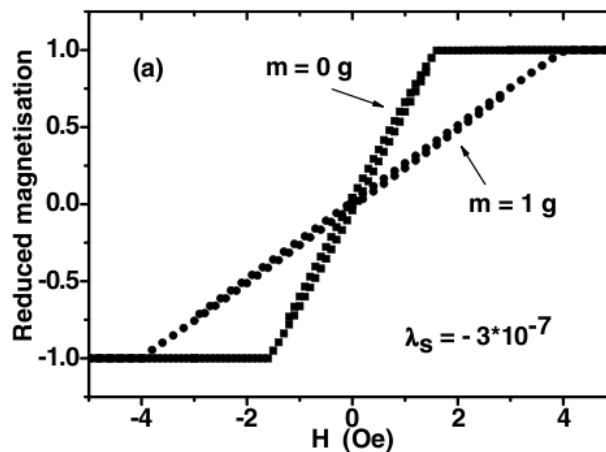


Figura 6.3: A figura mostra uma histerese magnética calculada para um microfio amorfo a base de cobalto de $8\mu m$ de núcleo metálico, onde a magnetização tem variação linear com o campo magnético. Figura retirada da referência [39].

Levando em conta essas informações, investigou-se os laços de histerese magnética dos microfios estudados, os quais foram obtidos através da integração no campo do sinal de susceptibilidade.

Abordando detalhadamente esses comportamentos, o primeiro tipo de microfio, chamado de tipo A, apresenta uma pequena magnetização de remanência e uma variação da magnetização quase linear com o campo magnético, ver figura 6.3. Esse comportamento é uma consequência do fato de os fios estarem magnetizados circunferencialmente na ausência de campo externo. Gudoshnikov constatou essa dependência linear de M com H em um fio com diâmetro metálico de $8\mu\text{m}$ e com uma tensão residual de aproximadamente 440MPa.

Avaliando o microfio 3, que possui $10\mu\text{m}$ de diâmetro de núcleo metálico, vemos que ele possui uma tensão residual de 41MPa, ver tabela 6.2. Verifica-se que ele apresenta comportamento de fios tipo A com um stress adicional σ_{app} de aproximadamente 310 MPa, ver figura 6.3.

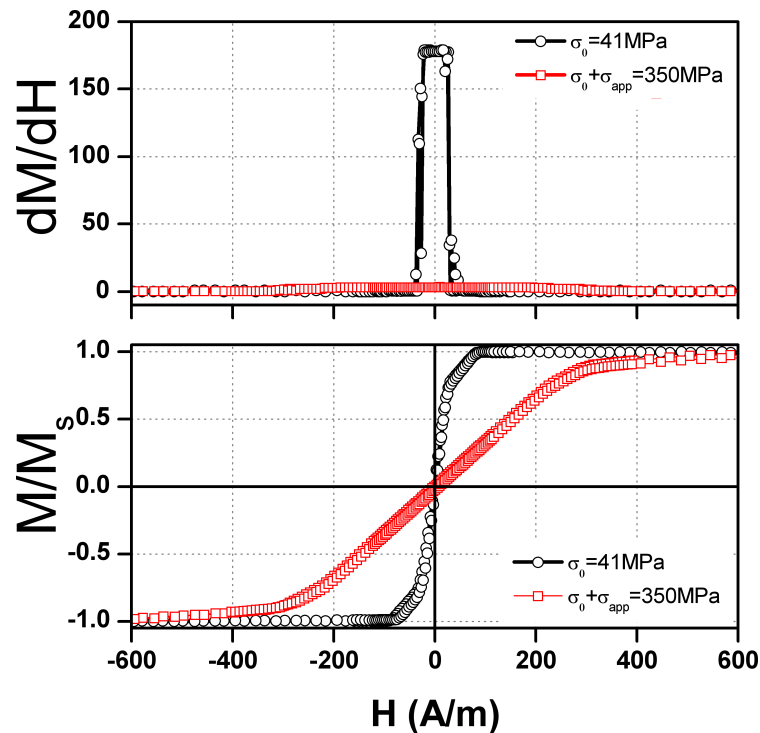


Figura 6.4: Comportamento magnético do microfio 3 obtido pela técnica de susceptometria AC, caracterizado por Gudoshnikov [39] como do tipo A.

Pode-se observar na figura 6.4, que para a amostra sem esforço mecânico (\circ) possivelmente há dois volumes compostos por magnetizações circunferenciais, caracterizados no laço de histerese magnética basicamente por rotação de magnetização ou, ainda na curva de $\chi(H)$ pelos patamares de χ constante. Pode-se observar na figura 6.4 que quando

adiciona-se carga no eixo da amostra, curva (\square), um dos volumes sobrepõe-se ao outro compondo um único volume com anisotropia perpendicular ao eixo da amostra.

Os microfios do tipo B apresentam remanência finita nos laços de histerese, consequência de um núcleo magnetizado longitudinalmente envolto por uma casca magnetizada circunferencialmente. A figura 6.5 exemplifica o mecanismo de magnetização de uma amostra do tipo B, onde a histerese magnética da amostra sem tensão mecânica (\circ) poderia ser composta por um processo de rotação de magnetização (região 1- acompanhando a seta da direita para a esquerda) e uma parcela por processos envolvendo dinâmica de paredes de domínio magnético (região 2).

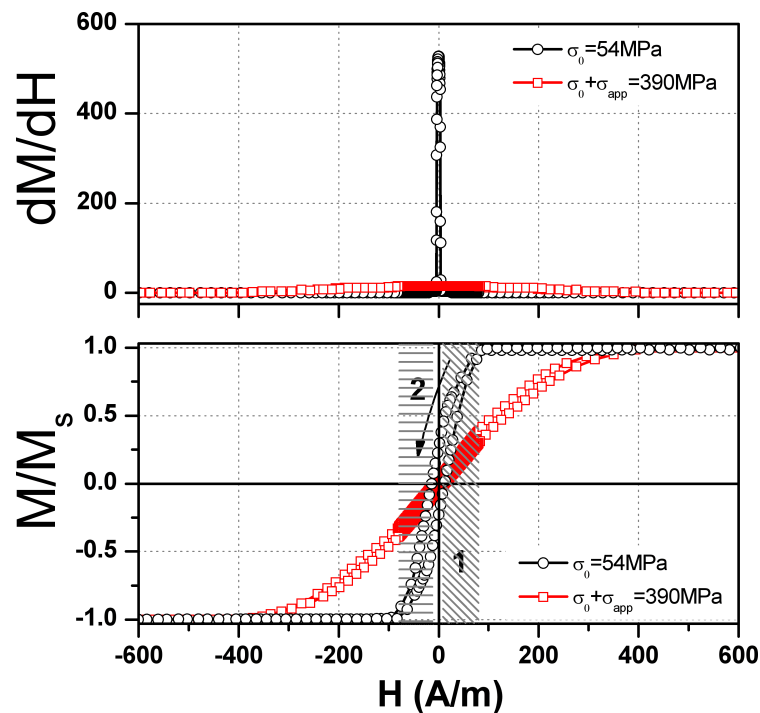


Figura 6.5: Comportamento magnético do microfio 1 obtido pela técnica de susceptometria AC, caracterizado por Gudoshnikov [39] como do tipo B.

Em outras palavras, o comportamento magnético da amostra pode ser explicado de forma que uma vez saturada magneticamente na direção do eixo longitudinal, conforme diminuirmos o campo magnético externo, os domínios circunferenciais que estavam saturados no sentido do eixo começam a voltar para suas posições iniciais (perpendiculares ao eixo longitudinal) e só depois há o movimento de paredes de domínios que estão situadas no núcleo axialmente magnetizado.

Na figura 6.5, a curva (\square) representa a mesma amostra sob tensão mecânica. Ela tem o mesmo comportamento da amostra tipo A. Com a tensão aplicada, cresceu o volume com magnetização circunferencial às custas de um volume interno com magnetização

longitudinal.

Finalmente para os microfios ricos em cobalto do tipo C, o comportamento magnético é reportado a um laço de histerese quadrado. Esse tipo de curva indica que o microfio tem um comportamento biestável. O processo de magnetização é dado por um grande salto Barkhausen (LBJ), ou seja, pelo movimento de uma única parede de domínio que se propaga de ponta a ponta do microfio.

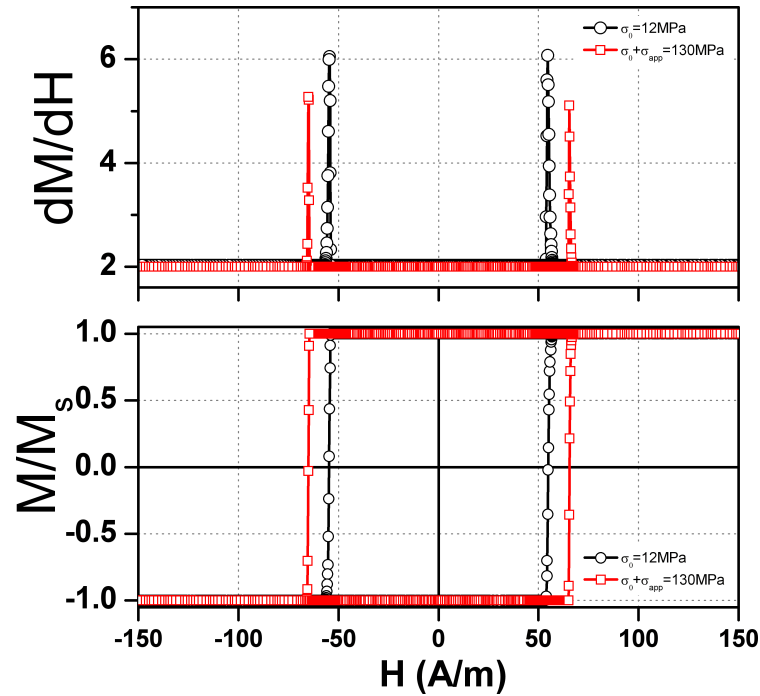


Figura 6.6: Comportamento magnético de um microfio 4, obtido pela técnica de susceptometria AC.

Geralmente essa característica é típica de microfios com composição a base de ferro ou $\lambda_s > 0$, mas também aparece em microfios com $\lambda_s < 0$. Uma possível explicação para esse fato é a não uniformidade da composição química nominal e então localmente a magnetostricção que é negativa e próxima de zero pode mudar de sinal, tornando-se positiva.

O comportamento dos microfios do tipo C geraram uma certa curiosidade, visto que não foram visualizados em nenhum dos grupos de amostras a base de cobalto estudadas. Então, para verificar tal comportamento, foi estudado um grupo de amostras de $Fe_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ com $25\mu\text{m}$ de diâmetro de núcleo metálico (amostra 4) e $\lambda > 0$.

Para o caso desses microfios à base de ferro, com o aumento de tensão mecânica (σ) no eixo da amostra, ocorre um aumento do núcleo magnetizado axialmente, comportamento contrário aos fios de cobalto. A figura 6.6 mostra as curvas de histerese magnética para o microfio a base de ferro.

Pode-se constatar que com o aumento de σ_{app} é aumentado o campo de anisotropia uniaxial, o que está ligado ao campo coercivo (H_c) da amostra.

A análise desses microfios de ferro foi se restrita a uma única amostra. Isso deu-se exclusivamente pela dificuldade da medida, imposta pelo comportamento magnético do microfio. Já que a magnetização é dada pelo movimento de uma parede de domínio que se desloca ao longo do microfio. A dificuldade está em medir esse instante em que a parede de domínio se propaga, uma vez que a medida de χAC é um método quasi-estático.

6.3 Avaliação das Amostras Tratadas Termicamente

As mesmas amostras que foram estudadas nos tópicos anteriores, foram também tratadas termicamente por aquecimento Joule, conforme descrito na secção 4.4.1. Para essas amostras, os parâmetros que corresponderam ao tratamento térmico realizado, podem ser vistos na tabela 6.3. Em suma, a proposta do tratamento térmico é avaliar as modificações na anisotropia quando tratadas a uma temperatura equivalente a 523 K (250°C) por 20 minutos .

Tabela 6.3: Parâmetros usados para os tratamentos térmicos e a variação da magnetostricção e da tensão interna com o tratamento térmico

| Microfio | 1 | 2 | 3 |
|-------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Φ_T (μm) | 43 | 43 | 25 |
| Φ_m (μm) | 25 | 17 | 10 |
| corrente DC (mA) | 23,0 | 18,6 | 10,0 |
| tempo (min.) | 20 | 20 | 20 |
| temperatura (K) | 523 | 523 | 523 |
| λ_s (como feita) | $-2,0 \times 10^{-7}$ | $-3,0 \times 10^{-7}$ | $-3,0 \times 10^{-7}$ |
| λ_s (tratada) | $-2,0 \times 10^{-7}$ | $-2,7 \times 10^{-7}$ | $-1,3 \times 10^{-7}$ |
| σ_0 (MPa) (como feita) | 54 | 144 | 41 |
| σ_0 (MPa) (tratada) | 14 | 101 | 148 |

A figura 6.7 é um gráfico comparativo entre a amostra 1 como feita (sem tratamento térmico) e tratada. Desse resultado percebe-se que o tratamento térmico a essa temperatura apenas relaxou parte das tensões residuais da amostra. Observa-se na própria figura 6.7 que os campos de anisotropia (H_k) em função da tensão diminuíram, mas a magnetostricção não foi alterada. Isso significa que depois do tratamento térmico a amostra precisa de um campo menor para saturar magneticamente, consequência de uma alteração da energia magnetoelástica interna $\epsilon_{me,int}$. Os valores de magnetostricção e σ_0 para as amostras como feitas e tratadas podem ser observados e comparados na tabela 6.3.

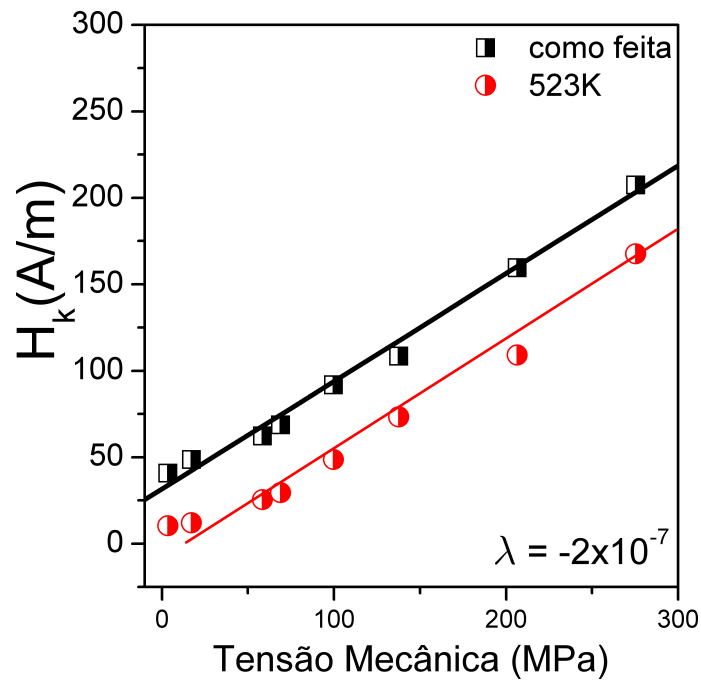


Figura 6.7: Gráfico do campo de anisotropia (H_k) pela tensão mecânica aplicada (σ_{app}) para o microfio 1 como feito e tratado termicamente.

Para as amostras 2 e 3, microfios com núcleo metálico de menor raio, o tratamento térmico foi mais efetivo no que diz respeito a modificação nas propriedades da amostra. O tratamento térmico além de relaxar as tensões mecânicas internas acabou influenciando também o λ_s dos microfios, isto é, com a mesma temperatura as amostras apresentaram mudanças mais severas, pois o produto $\lambda_s \sigma$, determina a estrutura de domínios apresentada pelas amostras.

A figura 6.8 mostra o primeiro quadrante do laço de histerese e a influência do tratamento térmico na amostra 2. Com o tratamento térmico houve uma leve modificação na magnetostricção, como pode-se observar na tabela 6.3.

Outra informação relevante que pode ser extraída dessa figura é que o campo de saturação diminui com o tratamento térmico. Para a amostra como feita (\square) o campo de saturação fica em torno de 160 A/m e para a amostra tratada termicamente (\circ) o campo de saturação cai para 40 A/m .

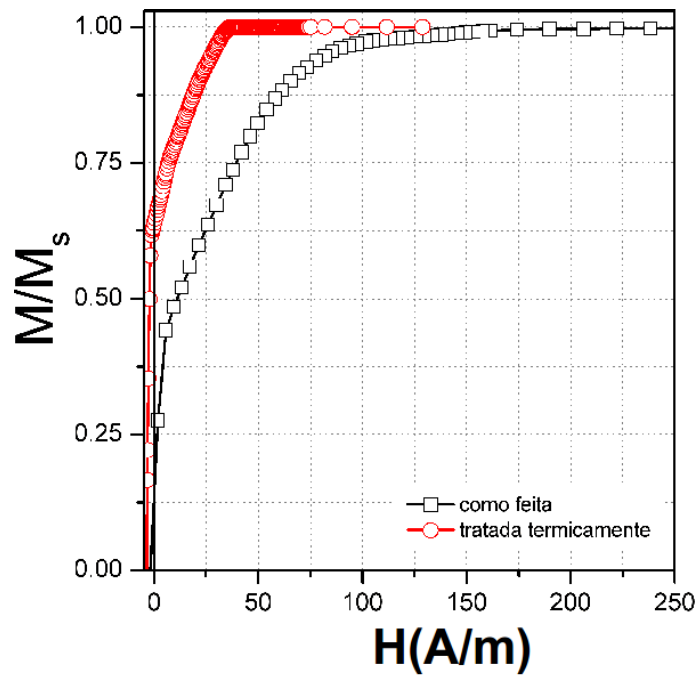


Figura 6.8: Primeiro quadrante do gráfico de $M \times H$ do microfio 2, onde pode-se comparar o comportamento magnético com tratamento térmico à 523K (\circ) e sem tratamento térmico (\square).

6.4 Análise à Baixa Temperatura

Depois de construído o sistema experimental para medidas de χ à baixas temperaturas, usamos uma amostra policristalina de $YBa_2Cu_3O_{7-d}$ cujo comportamento é conhecido, para avaliar o funcionamento do susceptômetro. Esses materiais são supercondutores de alta temperatura crítica, onde nessa temperatura há uma transição de fase magnética que pode ser descrita pela componente real χ' da susceptibilidade.

O gráfico 6.9 descreve a transição da fase paramagnética para fase diamagnética. Na fase paramagnética a susceptibilidade é positiva e bem próxima de zero e, com o resfriamento da amostra, na temperatura crítica o seu comportamento passa a ser diamagnético, caracterizado por ter susceptibilidade negativa, onde há expulsão total das linhas de campo que penetram o material, o chamado efeito *Meissner*.

Na figura 6.9, também ainda pode-se observar que a temperatura de transição é mais baixa que a conhecida para esses materiais. Na literatura a temperatura de transição fica em torno de 90K [12]. Esse comportamento possivelmente se deve a amostra estar degradada e com pouca oxigenação, o que não compromete o objetivo inicial que era avaliar a transição de fase.

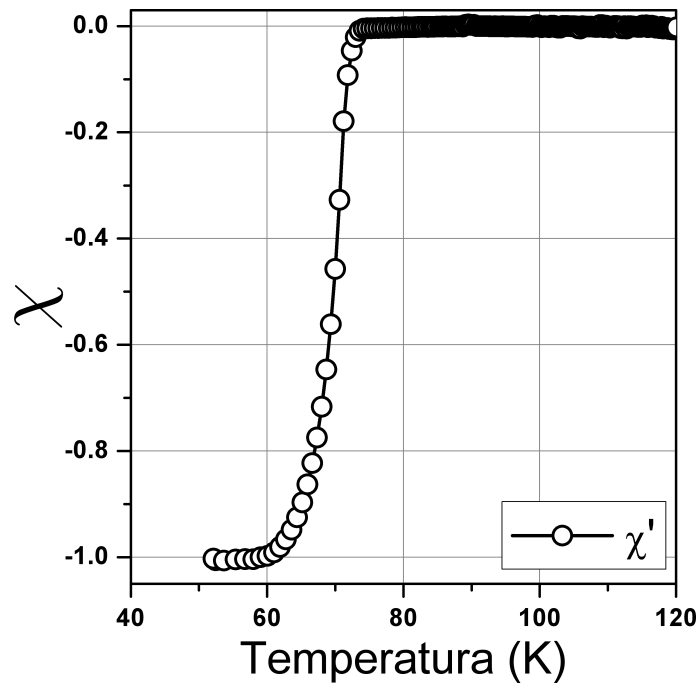


Figura 6.9: Susceptibilidade em função da temperatura para uma amostra de $YBa_2Cu_3O_{7-d}$, onde pode-se observar a transição supercondutora.

Quanto as medidas magnéticas, o objetivo principal é investigar a mudança na estrutura de domínios referente a variação de temperatura. Dessa forma, decidimos focar exclusivamente em medidas de susceptibilidade magnética χ à baixas temperaturas em função do campo magnético \mathbf{H} , em microfios amorfos recobertos por vidro.

O estudo da χ em baixas temperaturas com campo H revelou que os microfios exibiram um comportamento como se estivessem sendo tracionados mecanicamente. Esse comportamento pode ser observado na figura 6.10 e quando comparado com a medida representada na figura 6.4(b).

A curva (o), na figura 6.10 mostra a histerese referente ao comportamento magnético do microfio à temperatura ambiente e as curvas (\square, \triangle) são as medidas à baixas temperaturas, que mostram o comportamento magnético da amostra quando resfriada. Nelas, podemos observar o acréscimo do processo de rotação da magnetização evidenciado pelo aumento do campo de saturação da amostra e pela diminuição da magnetização de remanência M_r .

Esse comportamento mostra que a energia magnetoelástica, principal componente da anisotropia, aumenta com o decréscimo da temperatura. Esse resultado pode ser explicado pela diferença nos coeficientes de expansão térmica do metal e do vidro. Quando a amostra é resfriada o vidro contrai e aumenta as tensões radial e axial no núcleo, provocando as mudanças nas curvas de $M \times H$.

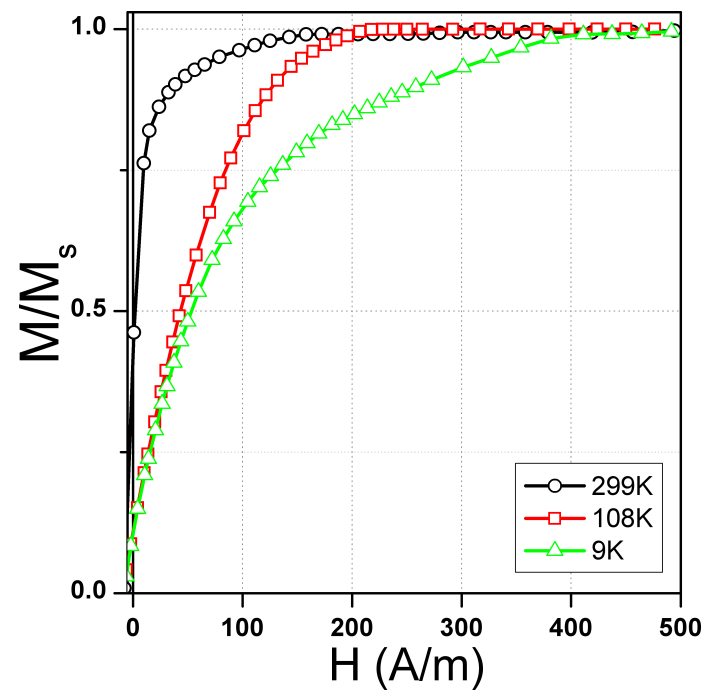


Figura 6.10: Evolução da magnetização com a temperatura para a amostra 1, onde pode-se ver que há um comportamento como se a amostra fosse tracionada mecanicamente.

7 Conclusões e Perspectivas

O primeiro grande objetivo deste trabalho foi construir um susceptômetro AC para aplicações diversas, a fim de adicionar ao laboratório de magnetismo (LMMM/UFSM) mais uma técnica de caracterização de materiais. O dispositivo foi construído e mostrou-se excelente para o que foi proposto, equiparando-se aos já publicados em termos da simplicidade de construção, da operação e da sensibilidade.

A construção do instrumento proporcionou um estudo profundo de conceitos físicos envolvidos na técnica, tanto de cunho experimental quanto de ordem de fenômenos envolvidos na caracterização das amostras. Com isso, podemos observar que esse método pode evidenciar a evolução de processos dinâmicos e dissipativos em função do campo magnético aplicado e com isso pode-se obter importantes informações a respeito da estrutura de domínios e dos processos de magnetização em materiais magnéticos macios. Em materiais supercondutores, a técnica acaba por evidenciar transições de fase magnética em função da temperatura.

Neste trabalho, os resultados mostraram a potencialidade do instrumento que ainda deve ser aperfeiçoado, tanto no sentido de aumentar a resolução quanto no sentido da sua exatidão. Embora o aparelho tenha trazido apenas informações de relevância qualitativa, trabalhos futuros poderão trazer uma nova perspectiva para o uso do susceptômetro, onde uma sistemática de calibração quantitativa tornará o instrumento melhor aproveitado.

Contudo, a simplicidade de operação aliada ao baixo custo de montagem desse equipamento, mostraram que o estudo da susceptibilidade magnética pode ser viabilizado em laboratórios e assim, complementando as informações magnéticas de um determinado sistema em estudo.

Quanto ao estudo da susceptometria AC à baixas temperaturas, ele acabou sendo pouco trabalhado pela demora na importação do controlador de temperatura. Em virtude disso, não podemos testá-lo com muitos materiais, mas mesmo assim os primeiros testes com esse instrumento superaram as expectativas. Em trabalhos futuros poderão

ser estudados tipos diferentes de amostras como materiais supercondutores e/ou materiais com transições de fase magnética entre 8K e 350K.

Quanto as amostras, o estudo sistemático concentrou-se em microfios amorfos. Essas amostras foram escolhidas por já terem sido estudadas no LMMM através de outras técnicas e pela possibilidade de modificação de suas propriedades com aplicação de tensões mecânicas externas e tratamentos térmicos.

Do ponto de vista do entendimento dos processos de magnetização que ocorrem nesse tipo de amostra, conseguiu-se caracterizar essas amostras conforme o esquema sugerido por Gudoshnikov [39], em que o comportamento é classificado em três tipos de curvas de histerese.

O estudo da susceptometria AC em função da tensão mecânica aplicada (σ) em temperatura ambiente, nos microfios amorfos ricos em cobalto, trouxe a confirmação de informações a respeito da sua estrutura de domínios, que é formada por uma estrutura núcleo-casca e que a influência do σ na sua configuração leva a um aumento do volume da casca que envolve o núcleo as custas do volume interno.

Com o tratamento térmico por aquecimento Joule esperávamos relaxar parcialmente as tensões internas provenientes da fabricação das amostras, o que acabou acontecendo para amostras mais espessas. O tratamento térmico refletiu em uma diminuição da magnetostricção média das amostras mais finas, levando a uma configuração que privilegia uma maior relevância de processos de rotação da magnetização.

Em baixas temperaturas o comportamento magnético dos microfios seguiu o modelo de aplicação de tensão, onde com o decréscimo da temperatura os processos de magnetização por rotação são privilegiados, conforme podemos ver pelos laços de histerese.

Esses resultados apresentados nessa dissertação trouxeram a informação de que o sistema à baixas temperaturas tem uma sensibilidade que garante medir amostras como os microfios amorfos e materiais que exibem transições supercondutoras.

Como trabalhos futuros, pode-se dizer que ainda faltam rotinas de calibrações para que os estudos tenham exatidão e quantifiquem as medidas. Em um futuro próximo, o estudo sistemático de filmes finos trará para o laboratório um novo horizonte, no que diz respeito ao entendimento dos processos de magnetização dos mais variados tipos de amostras.

Referências Bibliográficas

- [1] MAXWELL, E., Mutual Inductance Bridge for ac Susceptibility Measurements at Low Frequencies, **Journal of Scientific Instruments**, v.36, p.553, 1965.
- [2] VAZQUEZ, M.; ZHUKOV, A., Magnetic properties of glass-coated amorphous and nanocrystalline microwires, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 160, p. 223-228, 1996.
- [3] IPATOV, M; ZHUKOVA, V; ZVEZDIN, Z; A.K.; ZHUKOV, A, Mechanisms of the ultrafast magnetization switching in bistable amorphous microwires, **Journal of Applied Physics**, v. 106, p. 103902-1 - 103902-5, 2009.
- [4] ALLWOOD, D.A.; XIONG, G.; FAULKNER, C.C.; ATKINSON, D.; PETIT, D.; COWBURN, R.P., Magnetic domain-wall logic, **Science**, v. 309, p. 1688-1692, 2005.
- [5] PARKIN, S.S.P.; HAYASHI, M.; THOMAS, L., Magnetic Domain-Wall Racetrack Memory, **Science**, v. 320, p. 190-194, 2008.
- [6] CHIZHIK, A.; ZHUKOV, A.; GONZALEZ, J.; BLANCO, J.M., Control of domain nucleation in glass covered amorphous microwires, **Journal of Applied Physics**, v. 105, p. 123911-1 -123911-3, 2009.
- [7] GUIMARÃES, A.P., **Introdução ao magnetismo**, Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Rio de Janeiro, 2002
- [8] RIBEIRO, G.A.P., As propriedades magnéticas da matéria: um primeiro contato, **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 22, n. 3, Setembro, 2000.
- [9] GETZLAFF, M., **Fundamentals of Magnetism**, Springer, New York, 2008
- [10] de FARIA, C.C., de OLIVEIRA, A.J.A., ORTIZ, W.A., Estudo de Materiais pela técnica de susceptibilidade AC, **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 22, n. 3, Setembro, 2000.
- [11] CHIKAZUMI, C., **Physics of Magnetism**. Robert E. Krieger Publishing Company, Florida, 1964.
- [12] CULLITY, B. D., **Introduction to Magnetic Materials**. Addison-Wesley Publishing Company, 1972.
- [13] GESHEV, J.P., **III Escola Brasileira de Magnetismo**. IF - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2001.
- [14] HALLIDAY, D; RESNICK, R; WALKER, J., **Fundamentos de Física**. Livros Técnicos Científicos, v.3, quarta edição, 1996.

- [15] ZHUKOV, A.P.; VÁZQUEZ, M.; VELÁZQUEZ, J.; CHIRIAC, H.; LARIN, V.; The remagnetization process in thin and ultra-thin Fe-rich amorphous wires, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 151, p. 132-138, 1995.
- [16] VAZQUEZ, M., Soft magnetic wires, **JPhysica B**, v. 299, p. 302-313, 2001.
- [17] MAXWELL, J. M., **Treatise on Electricity and Magnetism**. Dover Publications, v.2, 1954.
- [18] GÜNDEL, A.; SANTI, L., GUIMARÃES, A. P., SOMMER, R.L., Effect of stress on the entropy calculated by applying the zipping method to Barkhausen noise, **Journal of Magnetism and magnetic materials**, v. 290-291, p. 1165-1167, 2005.
- [19] SQUIRE, P. T.; ATKINSON, D.; GIBBS, M.R.J.; ATALAY, S., Amorphous wires and their applications, **J. Magn. Magn. Mater.**, v. 132, p. 10-21, 1994.
- [20] VÁZQUEZ, M; HERNANDO, A., A soft magnetic wire for sensor applications, **J. Phys. D**, v. 29, p. 939-949, 1996.
- [21] SINNECKER, J. P., Materiais Magnéticos doces e materiais ferromagnéticos amorfos, **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 22, n. 3, Setembro, 2000.
- [22] TAYLOR, G. F., A Method of Drawing Metallic Filaments and a Discussion of their Properties and Uses, **Phys. Rev.**, v. 23, p. 655-660, 1924.
- [23] CHIRIAC, H.; ÓVARI, T. A., Amorphous glass-covered magnetic wires: preparation, properties, applications, **Progress in materials Science**, v. 40, pp. 333-407, 1996-1997.
- [24] CHIRIAC, H., Preparation and characterization of glass covered magnetic wires, **Materials Science and Engineering**, A 304-306, p. 166-171, 2001.
- [25] LARIN, V. S.; TORCUNOV, A. V.; ZHUKOV, A; GONZALEZ, J.; VAZQUEZ, M.; PANINA, L., Preparation and properties of glass-coated microwires **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 249, p. 39-45, 2002.
- [26] CHIRIAC, T; OVÁRI, T.; ZHUKOV, A., Magnetoelastic anisotropy of amorphous microwires, **Journal of Mag. and Magnetic Materials**, v. 254-255, p. 469-471, 2003.
- [27] CHIRIAC, H.; OVÁRI, T.; POP, Gh, Internal stress distribution in glass-covered amorphous magnetic wires, **Phys. Rev. B**, v. 52, n. 14, p. 10104-10113, 1995.
- [28] CHIRIAC, H.; KNOBEL, M.; OVARI, T. A., Temperature distribution in a Joule effect annealed amorphous glass-covered wire, **Mater. Sci. Forum**, v. 302, p. 239, 1999.
- [29] CHIRIAC, H.; ASTEFANOAEI, I., A model of the DC Joule heating in amorphous wires, **Phys. Stat. Sol.**, v. 153, p. 183,1996.
- [30] ASTEFANOAEI, I.; RADU, D.; CHIRIAC, H., Internal stress distribution in DC joule-heated amorphous glass-covered microwires, **J. Phys. Condens. Matter**, v. 18, p. 2689-2716, 2006.

- [31] CHEN, D.-X.; DEMPSEY, N. M.; VÁQUEZ, M.; HERNANDO, A., Propagating domain wall shape and dynamics in iron-rich Amorphous Wires, **IEEE Trans. Magn.**, v. 31, n. 1, p. 781-790, 1995.
- [32] GELFUSO, V. C., ORTIZ, W. A., Defasador de Amplitude Variavel: um Aparato Simples e Preciso Para Medidas de Suscetibilidade Magnetica, **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 22, n. 3, Setembro, 2000.
- [33] VARGA, R.; GARCIA, K. L.; ZHUKOV, A.; VÁZQUEZ, M.; IPATOV, M.; GONZALEZ, J.; ZHUKOVA, V.; VOJTANIK, P., Magnetization processes in thin magnetic wires, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 300, p. 305-310, 2006.
- [34] DURIN, G.; ZAPPERI, S., **The Science of Hysteresis**. Academic Press, New York, 2006.
- [35] SETHNA, J. P.; DAHMEN, K. A.; PERKOVIC, O., **The Science of Hysteresis**. Academic Press, New York, 2006.
- [36] CHIRIAC, H., CORODEANU, S., TIBU, M., ÓVÁRI, T. A. Size triggered change in the magnetization mechanism of nearly zero magnetostrictive amorphous glass-coated microwires **J. Appl. Phys.** v 101, 9N1161161, 2007
- [37] ANTONOV, A. S., BORISOV, V. T., BORISOV, O. V., PROKOSHIN, A. F., USOV, N. A., Residual quenching stresses in glass-coated amorphous ferromagnetic microwires **J. Phys. D: Appl. Phys.** v 33, p 1161, 2000
- [38] IPATOV, M.; VARGA, R.; ZHUKOV, A.; BLANCO, J. M.; GONZALEZ, J.; ZHUKOVA, V., Complex susceptibility measurements in amorphous glass-coated microwires, **Journal of non-Crystalline Solids**, v. 353, p. 928-930, 2007.
- [39] GUDOSHNIKOV, S.A., LJUBIMOV, B. YA., PALVANOV, P. S., PROKHOROVA, YU. V., SKOMAROVSKI, V. S., USOV, N. A., TORCUNOV, A. V., Influence of applied tensile stress on the magnetic behaviour of Co rich amorphous microwires **Phys. Status Solidi A** 206, V4, p 625-629, 2009

APÊNDICE A – Projeto de construção dos solenoides dos susceptômetros AC

Nesse apêndice são descritos os detalhes da construção dos dois susceptômetros desenvolvidos para medidas a temperatura ambiente e para medidas a baixas temperaturas.

Os dois possuem basicamente a mesma configuração, ou seja, um conjunto com três bobinas concêntricas: a primeira é a mais externa e capaz de aplicar o campo magnetizante, chamada de bobina *DC*; a segunda, intermediária é para gerar o campo alternado (bobina *AC*); e a terceira é o par de bobinas sensoras.

A.1 Susceptômetro a temperatura ambiente

A Bobina *AC* desse susceptômetro possui uma razão diâmetro comprimento pequena e é capaz de produzir um campo homogêneo em uma região relativamente grande, o que permite que amostras compridas sejam estudadas.

Ela é composta de onze camadas de enrolamentos feitos com fio de cobre 32AWG, sobre um carretel de PVC, conforme a figura A.3c). Foi feito um isolamento com papel vegetal e sobre ele enrolada a bobina *DC*. Os detalhes técnicos das bobinas estão na tabela A.1.

O campo magnético gerado por esse conjunto de solenoides pode ser observado na figura A.1. O campo H no interior do solenoide foi medido com um sensor de campo magnético baseado em efeito Hall e pode observar-se que ele produz um campo magnético homogêneo no seu interior em um comprimento de aproximadamente 12cm. De posse dessa informação procurou-se posicionar o porta amostra com as bobinas sensoras exatamente nessa região de campo homogêneo.

A figura A.3 (sem escala) mostra detalhadamente o projeto dos carretéis das bobinas do susceptômetro para temperatura ambiente e o porta-amostras. A figura A.3(a) mostra

o modelo dos carretéis das bobinas sensoras, feito de Teflon, que vai encaixado no porta-amostras, figura A.3(b).

Tabela A.1: Características técnicas do conjunto de solenoides construídos para medidas a temperatura ambiente

| Bobina <i>DC</i> | |
|--------------------------------|---------------|
| Fio | 26AWG |
| Diâmetro da secção reta do fio | 0.41mm |
| Camadas completas | 11 |
| Espiras por camada completa | 1153 |
| Resistência | 126 Ω |
| Indutância | 11mH |
| Bobina <i>AC</i> | |
| Fio | 32AWG |
| Diâmetro da secção reta do fio | 0.20mm |
| Camadas completas | 2 |
| Espiras por camada completa | 2200 |
| Resistência | 107 Ω |
| Indutância | 110mH |
| Bobinas sensoras | |
| Fio | 44AWG |
| Diâmetro da secção reta do fio | 0.05mm |
| Número de espiras | 3000 |
| Resistência | 3.5k Ω |

O porta-amostras foi confeccionado em nylon com chanfro na posição da amostra e vazada no eixo longitudinal. Por esse furo passam os fios para conexões elétricas das bobinas.

A amostra é posicionada no chanfro (figura A.3(b)) e, quando for o caso, os fios de tração mecânica saem no sentido contrário aos fios de conexão elétrica. Esse conjunto, porta-amostras e bobinas sensoras é montado de forma que as bobinas sensoras fiquem em uma posição no interior da peça (c) e em uma região de campo homogêneo. Esse arranjo pode ser visto na figura 4.9.

A.2 Susceptômetro para baixas temperaturas

O principal problema a ser resolvido nesse susceptômetro está relacionado com as dimensões do conjunto. Ele deve ser pequeno o suficiente para caber dentro do criostato, mas grande o suficiente para que amostras com dimensões razoáveis possam ser estudadas.

Afim de obter uma boa região com campo magnético *AC* homogêneo (o que vai deter-

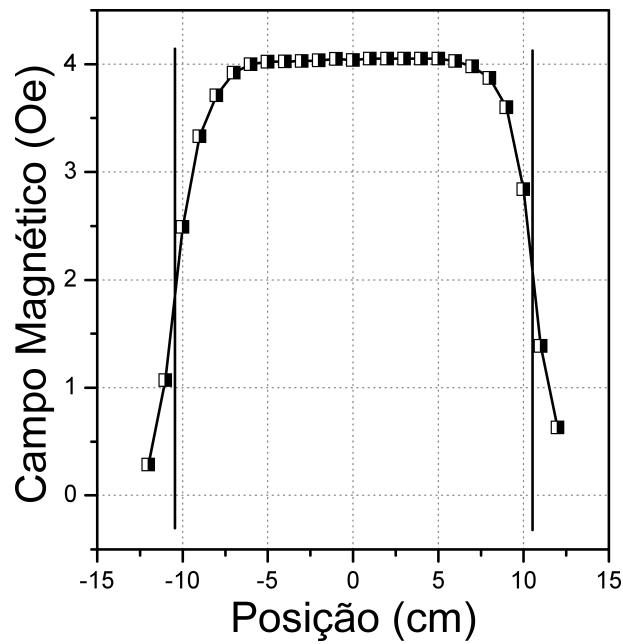


Figura A.1: A figura mostra o campo magnético em função da posição, varrido por um sensor de campo magnético baseado em efeito Hall. As barras verticais indicam os limites do solenoide.

miniar o tamanho das amostras) em um espaço limitado, a bobina *AC* teve enrolamentos adicionados nas bordas conforme a tabela A.2. A região de campo homogêneo produzida pela bobina *AC* ficou em aproximadamente 2cm, conforme a figura A.4(a).

Tabela A.2: Características técnicas do conjunto de solenoides construídos para medidas à baixas temperaturas.

| Bobina DC | |
|--------------------------------|--------------|
| Fio | 16AWG |
| Diâmetro da secção reta do fio | 1.3 mm |
| Camadas completas | 10 |
| Espiras por camada completa | 103 |
| Resistência | 4 Ω |
| Campo máximo | 350 Oe |
| Bobina AC | |
| Fio | 32AWG |
| Diâmetro da secção reta do fio | 0.20mm |
| Camadas completas | 2 |
| Espiras por camada completa | 220 |
| Resistência | 7 Ω |
| Camadas de borda | 10 ,4 ,2 |
| Bobinas sensoras | |
| Fio | 44AWG |
| Diâmetro da secção reta do fio | 0.05mm |
| Número de espiras | 3500 |
| Resistência | 3.5 Ω |

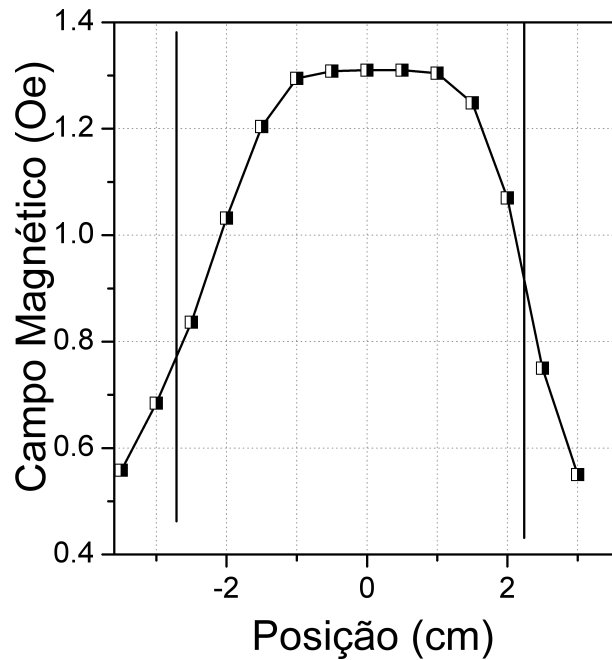


Figura A.2: A figura mostra o campo magnético em função da posição, varrido por um sensor de campo magnético baseado em efeito Hall. As barras verticais indicam os limites do solenoide.

A figura A.4 (sem escala) mostra em detalhes os carretéis e o porta-amostras do susceptômetro para o criostato. A parte (a) da figura A.4 mostra o carretel para as bobinas sensoras, feito de Teflon. A figura A.4(b) mostra o carretel da bobina AC. As bobinas sensoras são encaixadas na parte interna do carretel da bobina AC.

O porta-amostras foi confeccionado em latão conforme a figura A.4(c). A sua base é fixa ao "dedo frio" e o cilindro possui um chanfro que serve para acomodação da amostra. A figura A.4(d) mostra a bobina que gerará o campo DC. Ela é colocada por fora da região evacuada e submete tanto o susceptômetro quanto a amostra a um campo magnético constante e homogêneo.

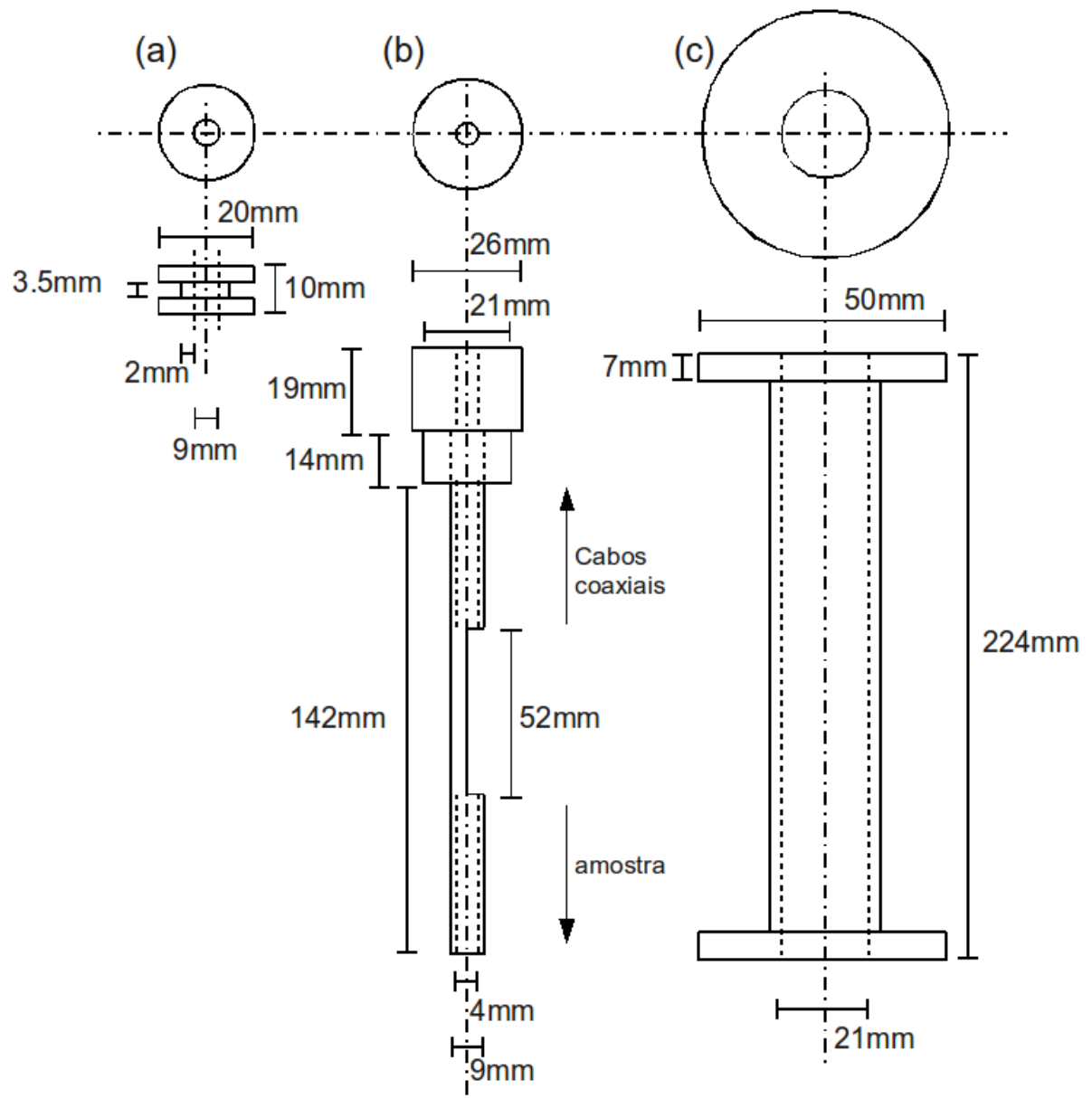


Figura A.3: Esquema das peças usadas para a fabricação do susceptômetro a temperatura ambiente. Onde (a) é o carretel das bobinas sensoras e vão encaixadas em (b) o porta-amostras que por sua vez vai introduzido no centro de (c) o carretel para as bobinas AC e DC.

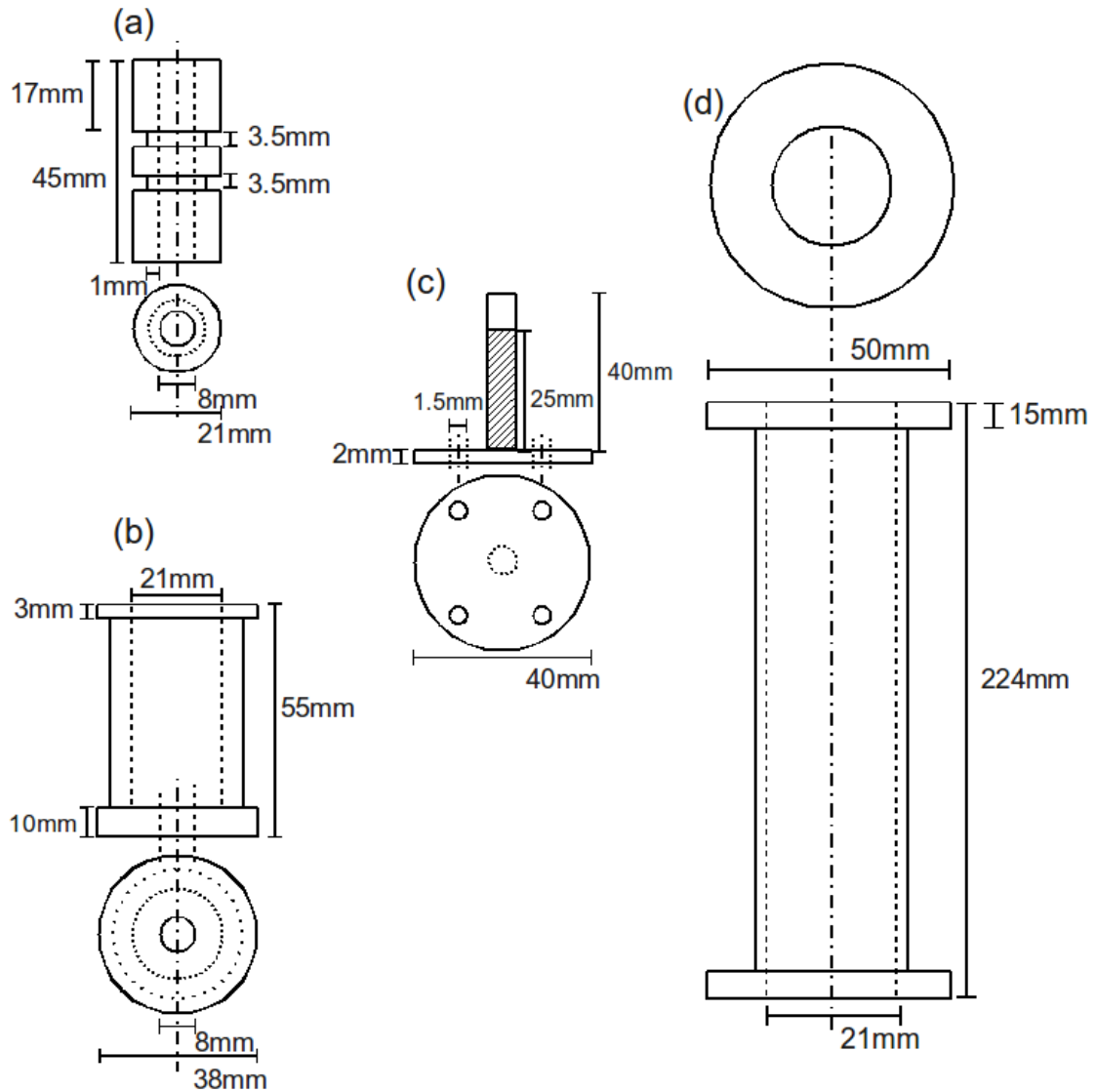


Figura A.4: Esquema do conjunto de peças usadas para a fabricação do susceptômetro à baixas temperaturas. Onde (a) é o carretel para as duas bobinas sensoras, onde essa peça vai introduzida no interior de (b) bobina AC. A amostra que será estudada é posicionada na área hachurada da peça (c) porta-amostras, onde essa é fixada no "dedo frio" introduzida no interior nas peças (a) e (b). A peça (d) envolve todo o criostato.

APÊNDICE B – Softwares desenvolvidos

Ao longo do período de mestrado foram desenvolvidos alguns programas na plataforma *HPVee*[®]. Estes tem como objetivo controlar instrumentos científicos e fazer a coleta de dados. Esses programas contribuem para as técnicas já existentes no LMMM, assim como para o instrumento construído.

O programa desenvolvido para realizar as medidas tem a seguinte sequência: são determinados os limites máximos de campo a serem aplicados na amostra, além de outros quatro intermediários. Isso permitirá que se defina as variações do campo magnético em faixas de campos diferentes (passo do campo magnético) e dessa forma adquirir mais medidas na região de campos próximos ao campo coercivo ou regiões de transição de fase, onde a variação da χ com o campo é maior.

A figura B1, mostra o "layout" do programa diretamente utilizados neste trabalho.

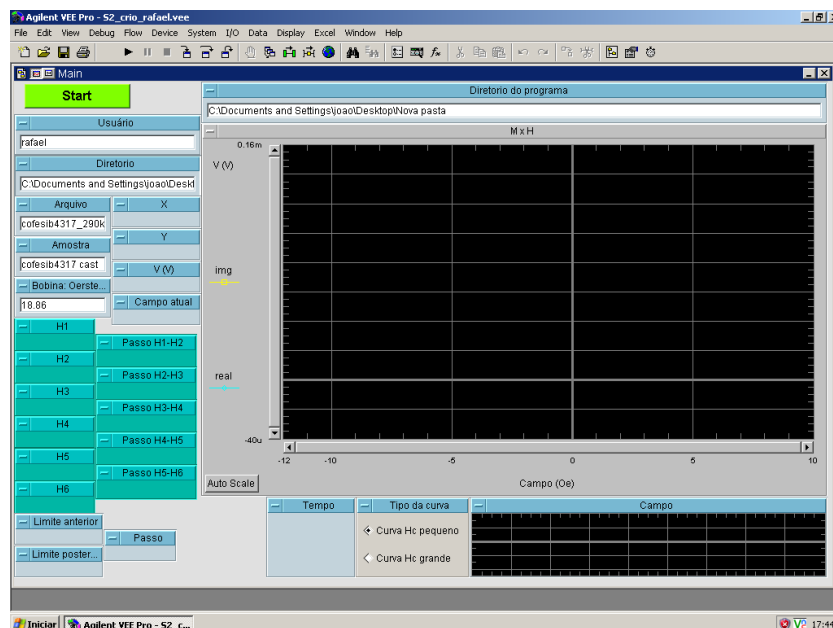


Figura B.1: "Layout" do programa usado para controlar e adquirir dados dos instrumentos usados para o susceptômetro.