

TESE DE MESTRADO

**“MEDIDAS DE HISTERESE EM ABDOMENS DE
ABELHAS *APIS MELLÍFERA*”**

Bruno Erbisti Garcia

**Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas
Fevereiro de 2000**

Agradecimentos

Gostaria de deixar aqui registrado os mais sinceros agradecimentos à minha orientadora, Darci M. S. Esquivel, por toda a orientação, discussão e interesse neste trabalho, à Eliane Wajnberg e ao Daniel Acosta-Avalos pelo apoio constante e pelas produtivas discussões teóricas, ao Geraldo Cernicchiaro pela orientação na utilização do magnetômetro SQUID, à CAPES pelo financiamento de recursos, sem o qual seria impossível a concretização deste trabalho por mim, e ao grupo de biofísica e CBPF por toda a excelente infra-estrutura do curso de mestrado, e sobretudo, na área de instrumentação, aonde foi possível a utilização do magnetômetro SQUID, um dos mais modernos e avançados sistemas de medidas existentes hoje. E à minha mãe, meus irmãos e a toda minha família, por todo o apoio e amparo nas situações críticas que vivi.

Resumo

Obtivemos neste trabalho sequências de histereses realizadas em abdomens de abelhas *Apis Mellifera* em diversas temperaturas, variando entre 5K e 310K, utilizando para isto um magnetômetro dotado de interferômetro quântico supercondutor (SQUID). Os resultados foram obtidos com os abdomens de abelhas em posição perpendicular e paralela ao campo magnético aplicado pelo magnetômetro SQUID. A partir desses resultados, fizemos as curvas de dependência da temperatura em função do campo coercivo, em função da magnetização remanente, e em função da magnetização de saturação. Essencialmente estas curvas indicam uma organização do material magnético nos abdomens destas abelhas, visto que os valores obtidos na disposição paralela são significativamente maiores que os obtidos na disposição perpendicular destes abdomens em relação ao campo magnético aplicado. Análises desses resultados foram feitas levando-se em conta os modelos propostos de magneto-recepção por Gould e Schiff.

Introdução

Nas últimas décadas, o magnetismo em seres vivos tem sido amplamente estudado em diferentes espécies, e experiências tem confirmado que o campo magnético terrestre afeta o comportamento e conseqüentemente a orientação de uma grande variedade animal.

Em 1975, Blakemore^[1] observou pela primeira vez, em amostras de bactérias, a presença de partículas com propriedades magnéticas, que possibilitam à estas seres a movimentação e deslocamento através da influência do campo magnético terrestre. Nestes organismos a presença de material magnético produz uma orientação magnética passiva, assim como em uma bússola. Estudos com diversas espécies de seres vivos ainda mais complexos que os unicelulares, como aves^[2,3], peixes^[4,5], e diversos insetos como formigas^[6,7] e cupins^[8] e abelhas^[9,10], até seres humanos^[11,12,30], tem mostrado influências no comportamento, na orientação e navegação como respostas ao campo magnético terrestre. Nestes animais a influência do campo magnético terrestre ocorre de forma mais complexa, através de magneto-receptores^[13], dispositivos capazes de detectar a presença do campo magnético externo, bem como de suas alterações locais e temporais. Dentre os insetos que sofrem influências do campo magnético terrestre, podemos destacar as abelhas da espécie *Apis mellifera* como o mais estudado. Estudos mostraram^[9] que o comportamento destas abelhas é muito influenciado pelo campo magnético externo aplicado, tanto na sua direção e intensidade, como na sua variação temporal, durante sua busca por alimentos.

O objetivo deste trabalho é a realização de medidas e análise de histereses magnéticas em temperaturas entre 5K e 310K, em amostras de abdomens de abelhas *Apis mellifera* basicamente orientados paralelo e perpendicularmente em relação ao campo aplicado em um magnetômetro dotado de um interferômetro quântico supercondutor (SQUID), e demonstrar a possível correlação entre estes resultados e a presença de material ferromagnético responsável pela magneto-recepção em abelhas *Apis mellifera*, dentro dos modelos propostos por Gould^[10] e Schiff^[27].

O dispositivo SQUID é um amplificador de sinal quântico^[14] supercondutor, hoje amplamente utilizado em medidas diretas de magnetização e é um dos dispositivos capazes de obter resultados com grande sensibilidade e precisão, em sistemas biológicos^[15].

Medidas de histerese realizadas em SQUID com abdomens de *Apis mellifera*, não foram encontradas na literatura até o momento presente.

Este trabalho está dividido em quatro capítulos. No primeiro, discutimos o campo magnético terrestre e a influência deste campo na orientação das abelhas *Apis mellifera*, sendo a seguir apresentados os mais aceitos modelos de sistemas biológicos magneto-receptores para estas abelhas. No segundo capítulo, são apresentados os materiais e métodos, uma ampla discussão sobre o sistema experimental utilizado, o magnetômetro à SQUID, e o tratamento dado às amostras utilizadas. No terceiro capítulo são apresentados os resultados experimentais obtidos, juntamente com uma discussão e análise do assunto. Por fim, no quarto capítulo, são apresentadas as conclusões e as sugestões para próximos trabalhos.

Índice

Agradecimentos	I
Resumo	II
Introdução	III
 Capítulo I – Mecanismos de Orientação através do Campo Magnético	
I.1 - O Campo Geomagnético	1
I.2 - Mecanismos de Orientação Magnética em Seres Vivos	9
I.3 - Modelos de Magnetorrecepção em Abelhas Apis Mellifera	11
 Capítulo II – Técnicas de Medidas e Preparação das Amostras	
II.1 – Descrição Geral do Magnetômetro à SQUID	13
II.2 – Dispositivo de Medida SQUID e gradiômetro supercondutor	15
II.3 – Controle de temperatura e Campo magnético	23
II.4 – Preparação das amostras para medidas	27
II.5 – Calibração dos Parâmetros de Medida para Obtenção dos Resultados	29
 Capítulo III - Resultados Experimentais	
III.1 – Medidas de Histerese e tratamento de erros	31
III.2 – Medidas de Magnetização Remanente com a Temperatura	41
III.3 – Medidas de Campo Coercivo com a Temperatura	44
III.4 – Medidas de Magnetização de Saturação com a Temperatura	48
III.5 – Comportamento e Distribuição de T_B em função do Campo Coercivo	51
 Capítulo IV - Discussões e Conclusões	 56
Referências	60

Capítulo I

Mecanismos de Orientação através do Campo Magnético

I.1 - O Campo Geomagnético Terrestre

O campo geomagnético se encontra presente neste planeta há bilhões de anos, e muito provavelmente já existia antes da origem da vida na Terra. Ele faz parte do ambiente em que todos os seres vivos do planeta vivem, agindo permanentemente. Mesmo bactérias anaeróbicas ou peixes habitantes das profundezas do oceano vivem num ambiente influenciado pelo campo magnético. Hoje têm-se evidências que a formação da vida pode ter se dado nas profundezas de pântanos e em ambientes anaeróbicos, talvez com pouca luz solar. Assim como o campo gravitacional da Terra, que teve presença em toda a formação da vida no planeta, o campo geomagnético também esteve presente na formação da vida terrestre^[16]. Este fato pode ter influenciado a formação de vida no planeta, e talvez possa constituir-se em um meio de orientação e percepção para diversas espécies.

Em uma primeira aproximação, podemos comparar o campo geomagnético à um campo provocado por um grande dipolo magnético, no interior do planeta passando pelo seu centro e uma corrente efetiva em sentido anti-horário (figura I.1.1), com a direção deste dipolo não coincidente com o eixo de rotação terrestre, formando um ângulo α , chamado de ângulo de

declinação, que representa o desvio do campo magnético em relação ao eixo de rotação terrestre. A declinação é mostrada na figura I.1.2.

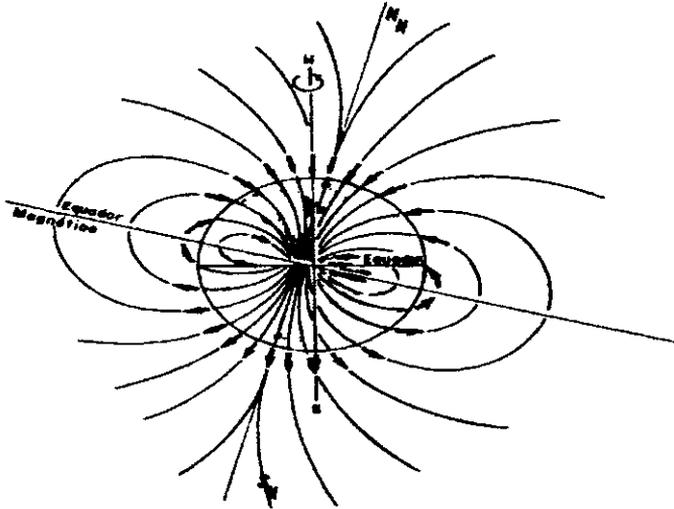


Figura I.1.1: Modelo do campo magnético ao considerá-lo um grande dipolo magnético^[16]. O ângulo formado pelo eixo N (polo norte) e um ponto na superfície da esfera é o ângulo azimutal (latitude). A longitude é o ângulo polar em torno do eixo N^[6].

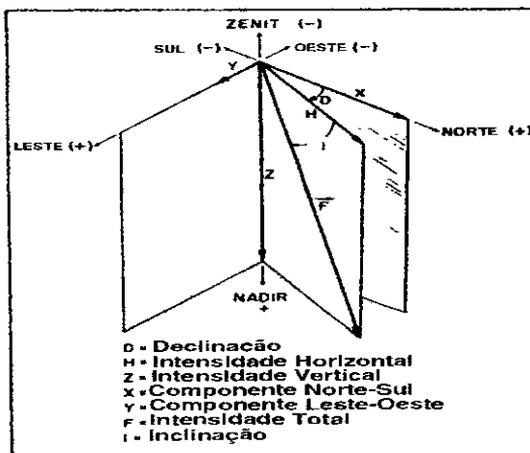


Figura I.1.2 – No esquema acima, são mostrados os valores de inclinação e declinação do campo magnético terrestre, além das componentes de campo na superfície da terra.(Intensidade vertical, intensidade horizontal, componentes norte-sul e leste-oeste e intensidade total do campo geomagnético terrestre.)

No modelo simples citado acima, esta declinação tem uma distribuição que varia como uma função polar do ângulo de rotação em coordenadas esféricas (fig. I.1.3), o que não é verdade para o caso real.

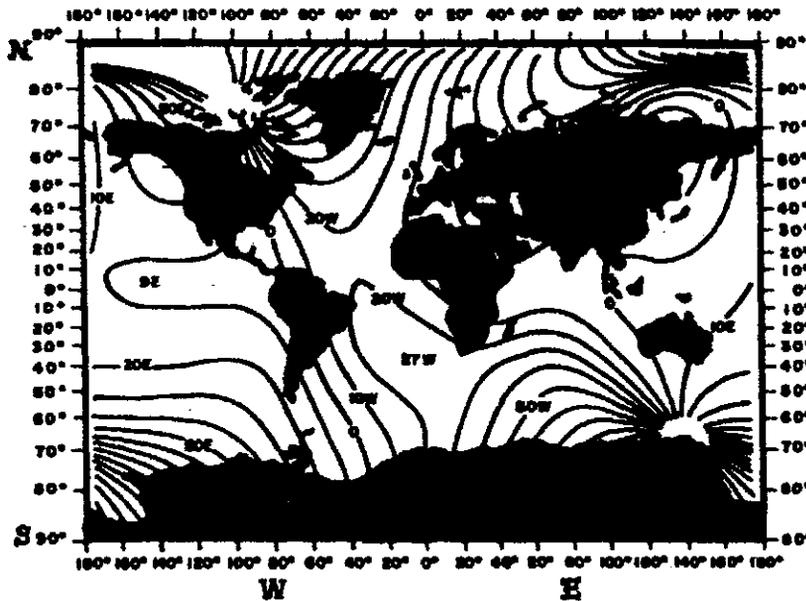


Figura I.1.3 – Gráfico mostrando as linhas de declinação magnética em função do ângulo polar (longitude) e do ângulo azimutal (latitude).

A inclinação magnética é o ângulo entre o campo magnético e a superfície local (Figura I.1.2). No modelo dipolar, é uma função do ângulo azimutal (latitude) e do ângulo polar (longitude) em coordenadas esféricas. Podemos considerar uma melhor aproximação para o campo geomagnético e para os valores de inclinação, considerando o momento magnético da Terra como uma distribuição volumétrica e homogênea efetiva de dipolos magnéticos sobre uma esfera.

Nesta nova aproximação, as linhas de campo magnético passam a ser mais razantes à superfície da Terra, se aproximando mais da realidade.

Na figura I.1.4 observamos os valores de inclinação do campo magnético terrestre em função da latitude e longitude. Podemos perceber que a inclinação se aproxima um pouco do modelo teórico para as escalas consideradas, pois tem uma fraca dependência do ângulo polar. O campo magnético terrestre também apresenta alterações nos valores de intensidade absoluta de campo em função da sua latitude e longitude terrestre. Os valores de sua intensidade podem variar de 0,25 até 0,68 Gauss, aproximadamente, ou seja, sua variação pode ser de quase 300% do seu valor mínimo. Na figura I.1.5 observamos um mapeamento de intensidade de campo magnético realizado em 1971^[17] aonde podemos observar que o Rio de Janeiro se situa em uma região de campo magnético que tem valor mínimo. Este fenômeno é conhecido como Anomalia do Atlântico Sul. Por este motivo, aproximações e modelos mais diferentes de um dipolo não podem considerar distribuições homogêneas de dipolo. Além disso existem outros fatores que influenciam no campo magnético (relevo, características geológicas, etc.). Nem todas as camadas terrestres são responsáveis por um momento magnético efetivo, pois em determinadas condições de temperatura e pressão o material ferromagnético realiza uma transição de fase magnética, e deixa de ser ferromagnético. Na pressão atmosférica chamamos esta temperatura de transição de *temperatura de Curie*^[42], que primeiro observou e estudou este tipo de transição de fase magnética.

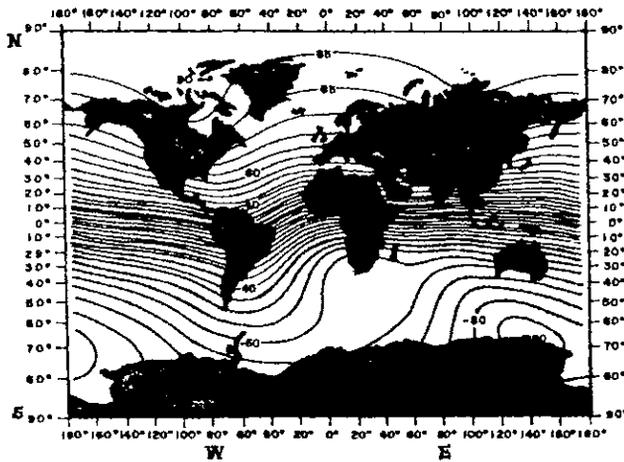


Figura I.1.4 – A inclinação magnética em função da latitude e da longitude no planeta^[17].

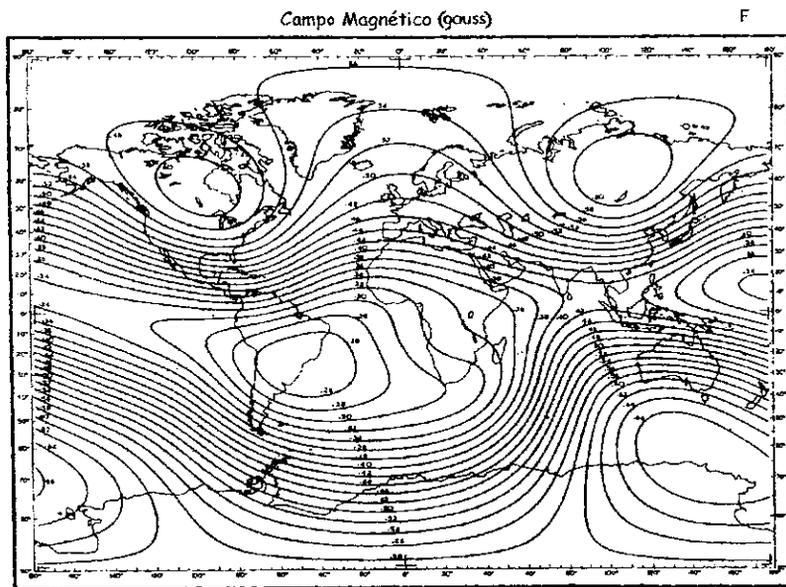


Figura I.1.5 – O mapeamento da intensidade de campo magnético terrestre. Uma das regiões de anomalia se situa no Brasil, Rio de Janeiro^[17].

Observamos na figura I.1.3 e na figura I.1.2 que as variações locais do campo magnético são consideráveis. Uma característica importante do campo magnético terrestre é o fato deste ser um campo com grande variação relativa. Seus valores podem variar de aproximadamente 0.25 Gauss (no Rio de Janeiro) até 0.68 Gauss (nos pólos magnéticos terrestres). No entanto, estas variações estão apresentadas em escalas da ordem de milhares de quilômetros. Existem ainda alterações locais no campo magnético, que não podem ser vistas nos gráficos mostrados anteriormente, que ocorrem em menores distâncias. Estas variações na ordem de dezenas de γ ($1 \gamma = 10^{-4}$ gauss) podem ocorrer devido à alterações locais do ambiente, como mudanças de relevo, composição do solo local, e ainda alterações ligadas à variações temporais do campo magnético, que será discutida no próximo tópico. Estas variações ocorrem com menos intensidade relativa em intervalos de tempos curtos (dias, meses, anos) menor do que as variações locais, mas a variação temporal do campo magnético terrestre também é significativa e dependente do intervalo de tempo considerado, apresentando-se na maioria das vezes de forma cíclica.

O campo magnético da Terra apresenta também mudanças de inclinação e declinação em uma mesma localidade, que podem ocorrer de diferentes formas em relação ao intervalo de tempo considerado. As primeiras observações dessas mudanças foram feitas por Graham em 1722. Utilizando uma bússola e um microscópio ele pôde observar que em alguns dias as variações da declinação magnética eram regulares (variações diárias) e em outros dias as variações eram maiores e irregulares (tempestades magnéticas). As variações diárias do campo magnético são regulares e ocorrem tanto na declinação e inclinação do campo magnético como no seu valor de intensidade, que varia na ordem de dezenas de γ ($1 \gamma = 10^{-4}$

gauss). Estas variações são cíclicas, e com periodicidade aproximadamente diária, e por serem pequenas variações com período relativamente pequeno, acredita-se não serem provocadas pelo interior da Terra, mas pela radiação eletromagnética solar. As variações bruscas de direção e intensidade de campo magnético são irregulares e provocadas por tempestades magnéticas, provavelmente no interior da crosta terrestre^[16,17].

Na figura I.1.5 podemos observar a provável variação temporal do campo magnético nos últimos milhares de anos. Estes resultados são obtidos de experiências sucessivas de resfriamento e aquecimento de amostras minerais dos materiais magnéticos presentes na Terra. As variações se devem aos movimentos no interior da Terra, e às ondas de calor nas camadas profundas.

Outro importante fenômeno de variação temporal do campo terrestre é a “Deriva para Oeste”. Em intervalos de tempo da ordem de milhares de anos (variações seculares) observa-se que os valores de inclinação e declinação de campo magnético realizam uma volta completa na Terra, pela direção e sentido oeste do eixo magnético terrestre (sentido horário). Esta variação cíclica é relativa à uma localidade específica, como pode ser observado na figura I.1.6.

Ao considerar as variações temporais do campo geomagnético em um modelo teórico, podemos introduzir o conceito de distribuição de momentos de dipolo magnético variáveis no tempo para um melhor entendimento dos fenômenos de campo geomagnético. Um modelo teórico de distribuição de dipolos magnéticos variáveis com o tempo se aproxima um pouco da realidade, mas se torna bastante complicado, e não satisfaz plenamente os resultados experimentais, pois existem muitas contribuições de fenômenos e processos naturais internos e externos à Terra na formação do campo geomagnético.

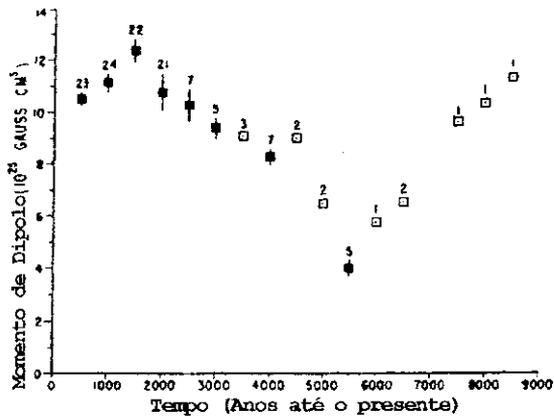


Figura I.1.5 – Gráfico mostrando as variações na intensidade do campo geomagnético durante os últimos milhares de anos. Percebe-se uma variação significativa nos seus valores para tempos da ordem de milhares de anos^[17].

Mudança Secular do Campo Magnético Total (gammas/ano)

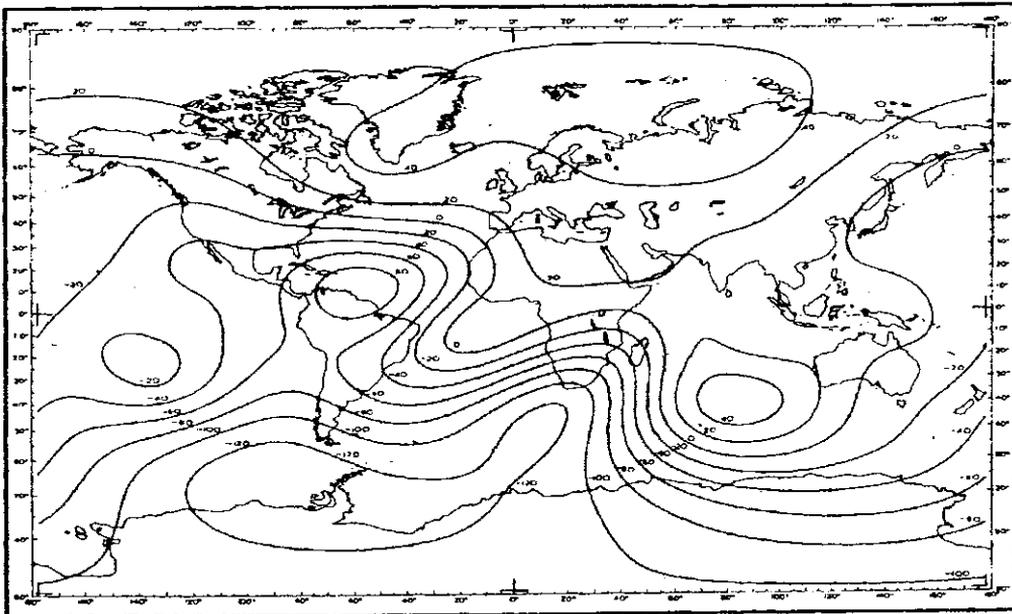


Figura I.1.6 – A variação secular do campo magnético em função da localidade terrestre^[17].

I.2 – Mecanismos de orientação magnética em seres vivos

Há muito se conhece a influência do campo geomagnético nos seres vivos, mas somente há cerca de três décadas, tem sido estudada pela ciência a influência do magnetismo terrestre em diversas espécies. A magnetotaxia, uma forma de interação magnética foi descoberta por Blakemore^[1] em 1975. Ao observar determinadas espécies de bactérias notou-se que estas respondiam diretamente ao campo geomagnético. Esta forma de resposta passiva foi amplamente estudada e é encontrada em uma diversidade de espécies de microorganismos. A partir de então, observou-se que muitos seres vivos sofrem influências advindas do campo geomagnético através de processos desconhecidos de magneto-recepção. Estas observações do comportamento com o campo magnético tem sido feitas em diversas espécies de animais, entre eles, aves^[2,3,18,19], mamíferos^[13], crustáceos^[20], etc. e insetos^[21], dentre eles os insetos sociais, onde se incluem formigas^[6,7,22], cupins^[8], borboletas^[23] e as abelhas^[9,24,25,26,27,28]. Fenômenos de comportamento influenciado pelo campo magnético também foram observados e discutidos mesmo em seres humanos^[30,54].

Resultados recentes em cupins^[8] e formigas^[22] têm indicado a presença de partículas de magnetita, um óxido de ferro fortemente magnético. A magnetita (Fe_3O_4) é o composto ferromagnético mais encontrado em sistemas biológicos^[13], e apresenta uma diversidade de formas cristalinas^[53], além de propriedades físicas características. Alterando-se artificialmente ou naturalmente a intensidade de campo magnético do meio, insetos sofrem uma mudança na sua orientação .

Entre os insetos mais estudados até hoje está a abelha *Apis mellifera*. O seu comportamento e sua orientação espacial têm sido documentado em função das alterações temporais e locais do campo magnético^[9,13]. A alteração na direção de vôo das abelhas em função de alterações do campo magnético juntamente com resultados mostrando a presença de magnetita no abdomen é uma forte evidência de que este inseto possui um sistema proprioceptor de natureza magnética. Diversos estudos realizados por Gould^[10], Kirschvink^[24], Lindauer et al.^[9], demonstraram a correlação do vôo das abelhas com um sistema de orientação ótico, baseado na luz solar, conjuntamente com um sistema de orientação gravitacional e magnético. A abelha encarregada de procurar comida, depois de encontrar uma fonte de alimentos, retorna à colméia para guiar as abelhas operárias até a fonte de alimento. Neste vôo, a abelha parte de sua colméia em uma direção inicialmente vertical, que forma um ângulo característico com o sol. Como a fonte de alimento permanece fixa e o sol muda de posição angular em relação à Terra durante o dia, o ângulo entre o sol e a direção de vôo da abelha também se modifica durante o dia. A alteração na direção de angulo de vôo das abelhas em função da hora do dia não se dá de forma precisa. Isto sugeria fortemente que algum outro fator, além da fonte luminosa solar pudessem interferir no seu mecanismo de orientação de vôo. Inicialmente Lindauer^[17] propôs que este tipo de erro poderia se dar por causa de uma não linearidade do proprioceptor responsável pelo senso gravitacional das abelhas. No entanto, não se mostrou nenhum tipo de relação com o campo gravitacional, através de observações experimentais, pois variações no campo gravitacional não provocavam alterações no comportamento das abelhas. Além disso, o campo gravitacional da Terra é estável o suficiente para não permitir muitas variações locais, e este nível de percepção seria muito difícil.

De fato, experiências sucessivas realizadas por Lindauer e Martin^[9], mostraram que outro fator poderia influenciar o mecanismo de orientação das abelhas. Para tentar observar alguma relação entre o erro no vôo das abelhas e o campo magnético terrestre, utilizaram-se de uma bobina de Helmholtz compensatória, de forma a anular o campo terrestre. Dessa forma, descobriram que após 45 minutos com campo nulo, as abelhas realizam o vôo sem praticamente nenhum erro na sua direção para a fonte de alimento.

I.3 – Modelos de magneto-recepção em abelhas *Apis mellifera*

A magneto-recepção em abelhas *Apis mellifera* vem sendo bastante estudada e vários modelos tem sido propostos sem no entanto se chegar à esta compreensão^[31,32,33].

Mecanismos de resposta magnética passiva dos microorganismos^[1] tem sido quanto aos seus aspectos físicos, bastante compreendida. Existem diversas hipóteses para explicar modelos magneto-receptores^[34], entre eles, algumas propõem até mesmo mecanismos químicos^[3] para explicar as interações provocadas com o campo geomagnético. Um dos modelos mais aceitos e discutidos é o que considera o sistema magneto-receptor dos seres vivos composto de um sistema estruturado e organizado de partículas magnéticas que interagem com o campo magnético terrestre. Baseados neste modelo, tem se buscado material magnético biomineralizado sendo a magnetita o mais encontrado. Dentre os modelos propostos para sistema magneto-receptor, destacamos os modelos de Gould^[10] e o modelo de Schiff^[35]. No modelo de Gould, um sistema de partículas superparamagnéticas^[36,37] à temperatura ambiente localizadas no interior do abdomen das abelhas *Apis mellifera* e dispostas com seu eixo magnético principal na direção paralela ao

eixo axial das abelhas seria responsável pela percepção de intensidade magnética, com uma grande resolução. Neste sistema estariam cerca de 10^8 partículas superparamagnéticas atuando como sensores de intensidade de campo magnético. Partículas de monodomínios poderiam atuar como sensor direcional de campo, assim como pequenas bússolas e teriam uma concentração inferior, cerca de 10^2 partículas. Estas partículas teriam diâmetros da ordem de centenas de angstrom para a captação do sinal geomagnético^[38,39,40]. Estas partículas superparamagnéticas e monodomínios à temperatura do corpo estariam em contato com o sistema nervoso central. No modelo de Schiff a existência destas partículas também é admitida, variando apenas na sua possível disposição no abdômen das abelhas. Schiff acredita que as partículas superparamagnéticas estejam nos pêlos do abdômen, cobrindo a ponta de um dendrito, parte de uma célula do sistema nervoso.

O objetivo do nosso trabalho é estudar as propriedades magnéticas do material magnético presente em abelhas *Apis mellifera* possivelmente responsável pela magneto-recepção produzido no interior de abelhas, sob a visão do modelo de partículas superparamagnéticas e de monodomínios, analisando as possíveis correlações entre estas propriedades magnéticas com o mecanismo de orientação espaço-temporal destas abelhas.

Capítulo II

Técnicas de Medidas e Preparação das Amostras

II.1 - Descrição Geral do Magnetômetro à SQUID

O sistema de medidas que foi utilizado para a obtenção das curvas de histerese é o Sistema MPMS (Magnetic Property Measurement System) da empresa Quantum Design. Este dispositivo consiste de um criostato de metal aonde se insere o dispositivo para medidas, um console contendo a eletrônica digital, o compressor e a fonte de corrente do sistema, um dispositivo SQUID, um eletroímã supercondutor e o sistema de controle de temperatura, além da interface com o usuário (computador PC e software) Este conjunto forma o magnetômetro à SQUID capaz de realizar medidas com campos magnéticos de intensidade nula até 5,5 Tesla e temperaturas que variem de 2K até 400K. O controle de temperatura é obtido através do criostato de metal, alimentado com hélio líquido, e aquecedores (heaters) na região da amostra, combinado com o controle de fluxo de hélio no interior da região da amostra. O dispositivo também possui um eletroímã supercondutor que é capaz de gerar campos magnéticos como dito acima, da ordem de 5 Tesla, e é alimentado por uma fonte de corrente externa. Devido às características da bobina supercondutora, isto é possível com

um consumo mínimo de energia, e em regime de correntes confinadas no interior do eletroímã supercondutor, proporcionando maior estabilidade e baixo ruído de campo magnético nas medidas.

As principais características do dispositivo são a sua sensibilidade e sua precisão em medidas de momento magnético. Isto é possível graças ao seu amplificador operacional supercondutor, o SQUID.

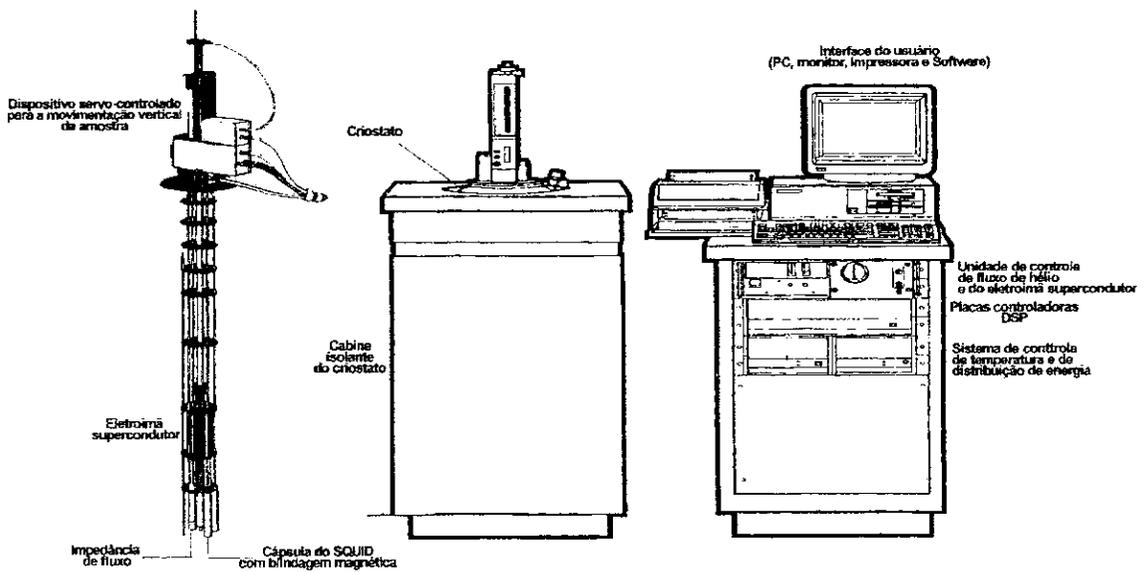


Figura II.1.1 – Esquema simplificado de componentes do magnetômetro à SQUID, com o módulo de medidas, o criostato e o console de controle.

No primeiro dispositivo mostrado na figura são colocadas as amostras para medir através de uma haste flexível que se insere no topo do dispositivo. As amostras de medidas são inseridas por intermédio de um tubo plástico descartável fixado na base da haste. Neste

módulo se encontram os principais componentes da eletrônica do magnetômetro, como por exemplo, o anel SQUID supercondutor, o gradiômetro e o eletroímã supercondutor.

O segundo dispositivo da figura é o criostato, que apresenta dupla blindagem à vácuo e opera unicamente com até 55 litros de hélio líquido. O último dispositivo é o sistema de controle geral do magnetômetro. Este console opera a unidade controladora de temperatura e o bombeamento de hélio na região da amostra, a intensidade de campo magnético, e o motor servo-controlado para os modos de medida de extração e de amostra vibrante, e é responsável pelo interfaceamento do dispositivo ao usuário, que é feito através de um computador PC, monitor e impressora.

II.2 - Dispositivo de Medida SQUID e Gradiômetro Supercondutor

Para compreender a fenomenologia aplicada ao anel supercondutor SQUID, é necessária uma breve introdução para explicativa da supercondutividade e do tunelamento Josephson. A supercondutividade em certos materiais a temperaturas suficientemente baixas foi observada pela primeira vez em 1911 por Bardeen, Cooper e Schrieffer^[14]. A teoria da supercondutividade leva em consideração as interações quânticas entre os átomos da rede cristalina e os elétrons de condução. Estas interações eram desprezadas nas teorias de descrição dos metais e semicondutores. De acordo com a teoria da supercondutividade, é possível a atração fraca entre um par de elétrons, provocada por um phonon, que pode ser emitido ou absorvido pelo par de elétrons. Este par de elétrons é denominado par de Cooper^[14]. No caso de um condutor, os elétrons interagem com a rede cristalina, e isto

altera o momentum total dos pares, que só podem ser mantidos unidos caso seja dada constantemente energia aos elétrons, e no caso de um supercondutor, os elétrons interagem entre si, e as interações com a rede cristalina são insuficientes em determinadas temperaturas, para transmitir um quanta de energia e mudar o momento dos pares de Cooper, e portanto, não há redução da corrente eletrônica. Este efeito é observado macroscopicamente como uma queda brusca na resistividade do material para zero, em uma determinada temperatura, chamada de temperatura crítica. Para que um material permaneça em estado supercondutor, a densidade de momentum dos pares de Cooper formados não pode superar um valor limite, caso contrário, a quebra desses pares pode ocorrer. Isto implica que a densidade de corrente em um supercondutor tem um valor limite, denominado densidade de corrente crítica do material supercondutor. Para valores de densidade de corrente maiores que a densidade crítica, o material retorna ao seu estado normal. Isto tem como consequência, que um campo magnético externo pode cancelar o estado de supercondutividade, à medida que, na sua presença, correntes surgem na superfície do supercondutor, tendendo a cancelar o campo externo. Da mesma forma, a temperatura e a geometria do material têm grande influência sobre o estado de supercondutividade, pois a densidade eletrônica e a quantidade de energia da rede determinam se o sistema pode ou não manter este estado.

Uma importante característica dos supercondutores vem da Lei de Lenz, aplicada em circuitos fechados sem resistência: Qualquer fluxo magnético que atravessa um circuito fechado permanece constante no supercondutor. Se o fluxo magnético externo muda, correntes induzidas tendendo a manter o fluxo anterior aparecem. Em materiais fora do estado de supercondutividade, estas correntes são dissipadas rapidamente pelos efeitos resistivos da rede, mas nos supercondutores elas permanecem. Este fenômeno leva à um

efeito importante; qualquer que seja o fluxo magnético no interior de um material supercondutor, este será sempre nulo, e este fenômeno é conhecido como efeito Messner . Sabemos que no interior de um condutor, o fluxo magnético provocado pela corrente suas correntes de indução é nulo. No supercondutor, o fluxo magnético no seu interior será sempre nulo, mesmo que exista um fluxo magnético externo, pois a corrente de indução sempre será para anular o fluxo externo.

O SQUID (Superconducting Quantum Interference Device - ou simplesmente Interferômetro Quântico Supercondutor) é um dispositivo que se baseia em circuitos supercondutores fechados e em barreiras de potencial bem pequenas, denominadas junções Josephson^[14]. Basicamente, o SQUID é composto de um anel supercondutor de indutância L , interrompido por uma ou duas junções Josephson. Estas junções são pequenas o suficiente para permitir o tunelamento quântico dos pares de Cooper, mas têm uma densidade de corrente crítica inferior ao restante do anel supercondutor. Estas junções podem ser produzidas como uma micro junção no material, de dimensão menor que a secção do fio do anel, ou como uma fina camada de material semiconductor ou condutor. Os SQUID's podem ter uma junção (SQUID AC ou RF) ou duas junções (SQUID DC)^[41]. A diferença entre eles está na forma de alimentação do sistema, que pode ser através de corrente contínua ou através de rádio frequência. O SQUID utilizado pelo magnetômetro MPMS é do tipo RF.

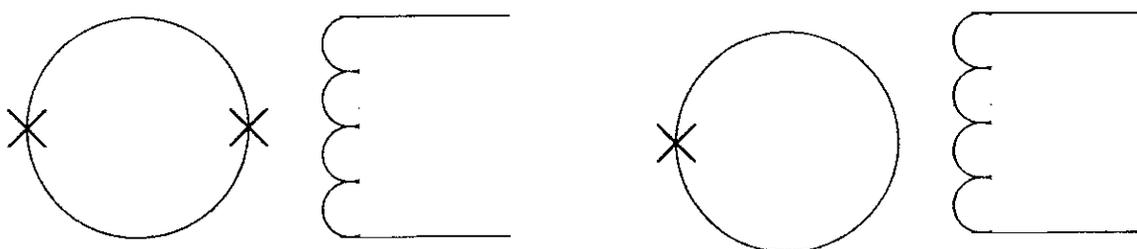


Figura II.2.1 – Representação esquemática de um SQUID DC (esquerda) e um SQUID AC (direita). Ambos operam com um acoplamento indutivo para a saída de sinal.

A existência de uma função unívoca e quantizada de fluxo magnético em um anel fechado, aliada à uma barreira de potencial que produz uma diferença de fase na função de onda eletrônica dos pares de Cooper que atravessam o anel, produz um fenômeno de dependência da corrente com o fluxo magnético que atravessa o SQUID. A corrente eletrônica que passa através do anel supercondutor SQUID é dada pela equação^[14]:

$$J = J_c \operatorname{sen} \left(2\pi \frac{\Phi}{\Phi_0} \right) \quad \text{Eq. II.2.1}$$

Onde J_c é a corrente crítica, que dependerá das propriedades da junção Josephson e $\Phi_0 = h/2e$ é o *quantum* de fluxo magnético ($2,07 \times 10^{-7} \text{ G.cm}^2$). Podemos perceber por esta equação, que a corrente tem seu valor crítico a cada variação de 1 unidade de quantum magnético no fluxo que atravessa o SQUID. No SQUID RF, é possível detectar uma corrente $I_0 \operatorname{sen}(\omega.t)$ provocada pela variação de fluxo no anel (Eq. II.1), através de um circuito ressonante acoplado. Esta corrente pode ser associada à uma amplitude $V_0 \operatorname{sen}(\omega.t)$, devido à impedância da junção Josephson. Embora o SQUID possa ser usado como dispositivo digital, na prática, o SQUID RF opera geralmente de forma analógica com uma fonte de rádio frequência ressonante acoplada e um realimentador (feedback). Desta forma, o circuito realimentador detecta e amplifica as variações de voltagem no anel SQUID e a fonte RF envia então um sinal idêntico e invertido ao SQUID de forma a anular a variação de corrente induzida no anel, mantendo o fluxo no SQUID constante. Utilizando a

eletrônica associada ao SQUID, pode-se associar a amplitude V_0 deste sinal de radio frequência com uma função extremamente linear e proporcional da variação da corrente que atravessa o anel, e por isso os SQUID's se comportam como conversores extremamente sensíveis de variação de fluxo magnético em tensão.

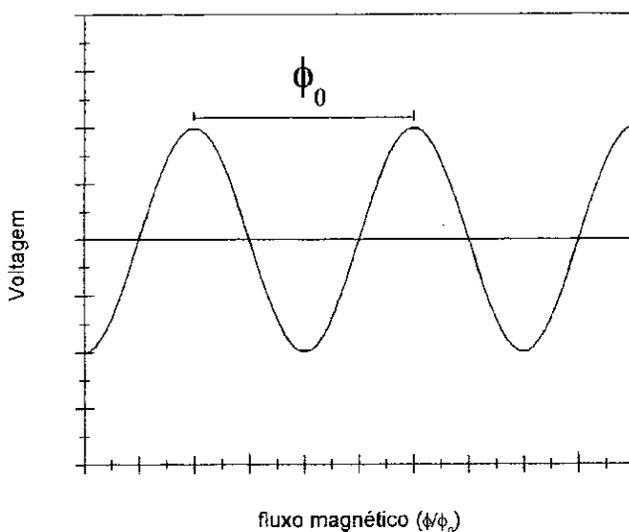


Figura II.2.2 - Voltagem de saída em função da variação de fluxo magnético no SQUID.

A precisão na medida realizada em um anel SQUID está ligada à energia de ruído^[15] ϵ que o anel SQUID é capaz de captar. Quanto menor a energia de ruído captada, mais preciso será o dispositivo SQUID. Esta energia é dada pela equação:

$$\epsilon \approx k_B T (LC)^{1/2} \quad \text{Eq II.2.2}$$

Pela equação II.2.2, observamos que esta precisão nas medidas realizadas em SQUID será maior utilizando anéis tão pequenos quanto possível (indutâncias menores) e temperaturas

baixas. Junções Josephson com barreiras de pequena dimensão também contribuem para valores de capacitância menores, e conseqüentemente, com maior precisão. Assim, para aumentar esta precisão o SQUID é colocado em uma cápsula supercondutora, tendo contato externo apenas através da sua eletrônica e do transformador de fluxo do gradiômetro. Pelo efeito Meissner, o fluxo magnético no interior de um supercondutor fechado é nulo, e a cápsula fará o papel de blindagem magnética para o SQUID, o que assegura que não haverá entrada de fluxo magnético indesejado no compartimento aonde ele se encontra. Devido às pequenas dimensões do SQUID, ele não é usado diretamente para captar o fluxo indutivo provocado pela amostra que será medida no sistema, mas sim acoplado indutivamente através de um transformador de fluxo em um circuito fechado, com um gradiômetro, ou “bobina de pick up” na outra extremidade. O gradiômetro, dispositivo responsável pela captação do fluxo magnético da amostra, tem uma configuração geométrica que assegura que todo o campo magnético resultante que atravessar o gradiômetro será provocado unicamente pela amostra colocada no seu interior, sem nenhuma contribuição dada pelo campo magnético aplicado à amostra. Sempre que a amostra estiver posicionada no centro do gradiômetro, que é seu centro de simetria, esta oferecerá uma contribuição nula ao fluxo magnético total. É uma característica do gradiômetro, que o fluxo magnético em função da posição da amostra seja uma função par, ou seja:

$$\phi(x) = -\phi(x)$$

Eq. 11.2.3

A medida de fluxo magnético e conseqüentemente da magnetização da amostra, não pode ser realizada experimentalmente apenas com a captação do fluxo magnético provocado pela

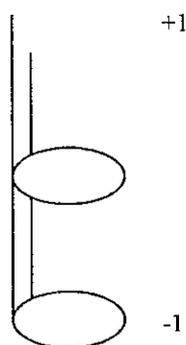
amostra, e é necessária a movimentação da amostra no gradiômetro, a fim de se observar as variações de fluxo mensuráveis pelo dispositivo experimental. Pela Lei de Faraday:

$$E = - \frac{\partial \phi(x(t))}{\partial t} \quad \text{Eq. II.2.4}$$

Esta tensão induzida é muito pequena e não pode portanto ser medida por meios convencionais. Esta variação do fluxo magnético no interior do gradiômetro será induzida no SQUID, que converterá a variação de fluxo em variação de corrente. Esta corrente poderá ser associada à uma tensão, mediante o uso da eletrônica acoplada ao SQUID. Por esta razão, podemos dizer que o dispositivo magnetômetro não faz medidas diretas de momento magnético, mas sim de uma tensão induzida nos terminais de um voltímetro de grande sensibilidade, através de um processo onde o SQUID é fundamental^[42]. Existem diversos tipos de gradiômetros, classificados de acordo com sua geometria e sensibilidade, e os mais utilizados são os gradiômetros de primeira e segunda ordem. O gradiômetro de primeira ordem é um dispositivo constituído de duas espiras enroladas em sentidos contrários. O gradiômetro de segunda ordem é composto de quatro anéis, sendo dois destes enrolados em sentido contrário aos outros. É mais sensível, e por esta razão, mais suscetível à interferências externas. O esquema dos dispositivos de primeira e segunda ordem pode ser observado na figura II.2.3. O gradiômetro utilizado pelo magnetômetro onde medimos é de segunda ordem, com cerca de 20cm de comprimento e 3 cm de diâmetro. Pelo fato de estar acoplado ao SQUID e do equipamento usado possuir grande sensibilidade, o gradiômetro é feito de liga supercondutora, tal que induza toda a supercorrente sem perdas resistivas. O circuito do gradiômetro é fechado, e na outra extremidade se encontra o transformador de

fluxo, que transfere indutivamente o fluxo magnético ao SQUID. Esta configuração permite uma grande flexibilidade na acomodação das amostras e na conversão de fluxo, além do controle de temperatura e campo magnético externo, já que a amostra não tem nenhuma interação direta com o SQUID.

Gradiômetro de primeira ordem
(diagrama esquemático)



Gradiômetro de Segunda Ordem

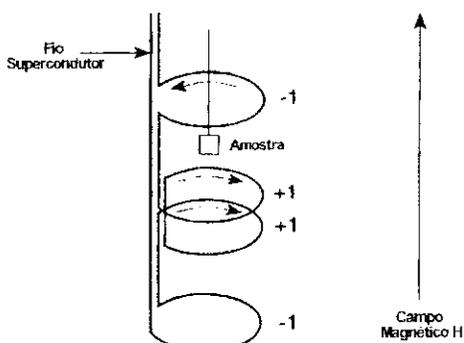


Figura II.2.3 – Diagrama mostrando o gradiômetro de primeira e segunda ordem. A amostra oscila em torno da posição de equilíbrio no centro do anel.

Para fazer oscilar a amostra em torno da posição de equilíbrio, é usado um motor de precisão controlado digitalmente. Este é um dispositivo importante, e qualquer ruído na forma da oscilação da amostra pode provocar um erro sistemático no processo de medida, pois toda a eletrônica envolvida está preparada para interpretar o movimento da amostra como uma oscilação harmônica, no caso do uso do sistema RSO de medidas, ou como uma onda quadrada, no caso de medidas DC. As medidas em modo RSO são mais rápidas e também eficazes, pois são realizadas sincronamente com o sistema de vibração da amostra. Estas medidas utilizam um detetor de fase síncrona (lock in) para reduzir a incidência de

ruídos nas medidas. Como falamos acima, qualquer imperfeição no movimento da amostra será atribuída à uma variação de fluxo que modificará o comportamento da curva de voltagem de saída no sistema SQUID, e podem ser interpretadas como erros de medida. Esta é uma importante consideração, pois o motor trabalhará no modo RSO de forma melhor em frequências de oscilação pequenas^[42], (em torno de 1,0Hz) conjuntamente com amplitudes de oscilação da amostra que não excedam à 5,0cm. Dessa forma, estaremos limitando a velocidade do motor e com isso assegurando menor quantidade de ruído mecânico no processo de medida.

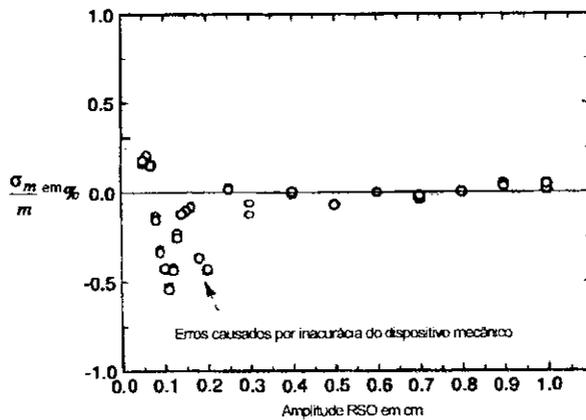


Figura II.2.4 – Gráfico mostrando o desvio padrão em medidas de pequena amplitude, em modo normal. Para valores de amplitude muito pequenas ou muito grandes, a imprecisão do motor servo controlado é significativa^[42].

II.3 – Controle de Temperatura e Campo magnético

O sistema de magnetometria à SQUID empregado neste trabalho tem um sofisticado sistema de controle de temperatura e campo magnético, cada qual operando independentemente.

O sistema de medida de temperatura opera com dois diodos sensores de temperatura, colocados acima e abaixo da região de medição da amostra. Estes diodos enviam ao sistema de controle do magnetômetro os valores de corrente que são então associados à temperatura, fazendo a média entre os valores medidos pelos dois diodos. O dispositivo de medida de temperatura opera associado com o controlador de temperatura, que se utiliza do valor da temperatura medido em um instante, para calcular o acréscimo ou decréscimo na energia térmica que será dado ao sistema, a fim de estabelecer a temperatura da amostra nos valores desejados, usando um algoritmo do tipo PID (Proporcional, Integral, e Diferencial) para ajustar a temperatura de equilíbrio. Este algoritmo é baseado em constantes proporcionais à diferença entre a temperatura inicial e final, à sua integral e à sua derivada. O sistema de controle mede o valor da temperatura em um instante, utiliza este valor para calcular o incremento de energia térmica, e após injetar este incremento de energia, volta a medir a temperatura da amostra, usando então o novo valor para calcular o novo incremento. Este método depende de constantes PID iniciais, que não são fornecidas pelo usuário neste magnetômetro.

Para injetar o incremento (positivo ou negativo) de energia térmica na amostra, é necessário um outro dispositivo que possa fazer este papel. Neste sistema, são utilizados dois sistemas em conjunto que permitem um controle mais rápido e eficaz da temperatura: o aquecedor (heater) e o controle de fluxo de hélio.

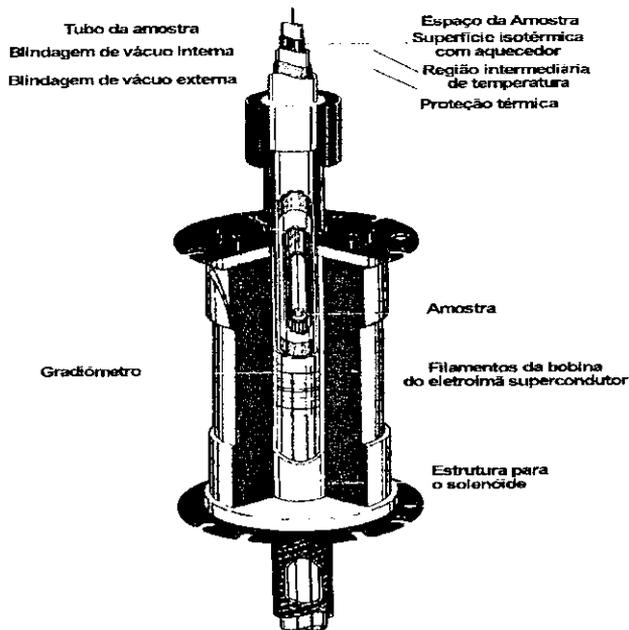


Figura II.3.1 – Diagrama mostrando a localização da amostra e a estrutura do eletroímã e heater. Na parte inferior se encontra a impedância de fluxo de hélio.

Os filamentos do heater são conduzidos axialmente à haste do dispositivo e isolados termicamente, à fim de não conduzir calor ao reservatório de hélio. Isto é feito através da duas regiões de proteção por isolamento à vacuo. O heater conduz calor apenas à região da amostra. O outro dispositivo consiste em uma impedância de fluxo de hélio, que permite o contato de hélio gasoso à baixa temperatura na região da amostra. Este dispositivo é essencial para um incremento negativo da energia calorífica na região da amostra. Através da base do dispositivo de medida o hélio passa através de uma pequena válvula composta de uma barreira metálica (impedância), podendo ser então bombeado por um compressor externo na região da amostra. Este procedimento é feito na região interna, localizada na

haste da amostra e implica em valores de temperatura que podem chegar até 2K, ou seja, um valor menor que a temperatura do hélio líquido contido no reservatório (aprox. 4K)

O Campo magnético provido pelo sistema é produzido por uma bobina supercondutora de nióbio, que pode ser observada na figura II.3.1, em torno da região da amostra, fica em contato com o hélio líquido e é alimentada por uma fonte de corrente externa. O controle desta fonte é feito de modo semelhante ao controle de temperatura. Este sistema pode funcionar em dois modos distintos: No modo constante, a fonte de corrente estabiliza a corrente alvo no eletroímã supercondutor e a seguir, fecha este circuito no interior do criostato, produzindo assim um circuito supercondutor fechado. Para condições de campo constante, esta é a forma mais própria de uso. No modo variável, a fonte de corrente está em constante interação com o eletroímã, alterando o valor de corrente a cada instante. Nesta forma de operação a precisão das medidas é muito prejudicada, pois correntes anômalas e interferências surgem no circuito da bobina, embora seja útil em medidas de histerese, porém não deve ser utilizada em medidas que necessitem de grande sensibilidade e precisão. A precisão do sistema pode ser reduzida à valores entre 10^{-6} até 10^{-3} para sistemas usando o modo variável de controle de campo ^[42].

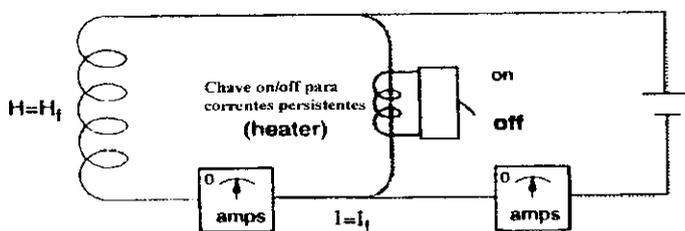


Figura II.3.2 – Diagrama do circuito da bobina supercondutora. Os amperímetros interno e externo medem a diferença entre as correntes a fim de controlar o incremento de campo. O heater desempenha o papel de chave para abrir ou fechar o circuito supercondutor (modo constante ou variável do sistema).

II.4 -Preparação das Amostras

Foram utilizadas neste trabalho duas amostras distintas de abelhas *Apis mellifera*, ambas coletadas em 30 de junho de 1996, na região de Itaboraí (RJ). Estas amostras permaneceram em solução de álcool 70% até pouco antes das datas das primeiras medidas. Como dito antes, optamos pela não utilização de substâncias químicas de conservação que pudessem eventualmente alterar a composição físico-química do material biológico. Pouco antes das datas das medidas, as abelhas foram retiradas da solução de álcool e secas naturalmente, e ao fim do processo de secagem natural, postas em estufa por algumas horas à 50°C. Com este processo fica assegurada a ausência de cristais de gelo no interior das amostras, quando medidas em baixas temperaturas. Após este processo, as abelhas foram cortadas com bisturi de aço inoxidável em três regiões distintas: cabeça, tórax e abdomen. Utilizamos neste trabalho apenas o abdomen destas abelhas, cortados a partir do segundo segmento abdominal, pois é uma região aonde pode se encontrar algum tipo de magneto-receptor^[33,43], e também a região de maior sinal magnético. Observamos nas figuras II.4.1a e II.4.1b a região de corte abdominal utilizado neste trabalho.

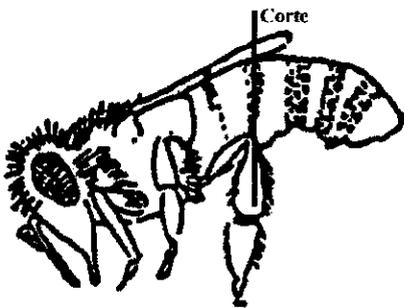


Figura II.4.1- a) Figura mostrando a região de corte transversal da região abdominal usada no trabalho. b) A mesma região, mostrada em vista superior numa foto de abelha *Apis mellifera*.

O momento magnético estimado para cada abdomen está em torno de 10^{-8} emu para campo zero, na temperatura ambiente. Por este motivo, não podemos realizar medidas de momento magnético no magnetômetro SQUID com boa precisão e sensibilidade usando apenas um abdomen. Utilizamos 8 (oito) abdomens dispostos de forma organizada no interior de uma cápsula de amostra, com cerca de 5 mm de diâmetro e 10 mm de altura, tal que possamos obter resultados que possam relacionar a organização de material magnético em relação ao eixo do corpo da abelha, e conseqüentemente relacionar possíveis respostas de comportamentos correlacionados à disposição de partículas magnéticas ordenadas no interior do abdomen destas abelhas. Neste trabalho, utilizamos duas disposições para os abdomens no interior do porta amostras: perpendicular ao campo magnético externo e paralelo ao campo magnético externo. Na figura II.4.2 podemos observar a configuração do porta amostra, com os oito abdomens dispostos ordenadamente e fixados com graxa de vácuo.



Figura II.4.2 – Disposição dos abdomens no interior do porta amostras. As linhas tracejadas representam o eixo longitudinal dos abdomens

II.5 - Calibração do Sistema Experimental

Novas técnicas de medida, como a magnetometria SQUID, tem sido bastante empregada nos últimos anos em sistemas biológicos^[15]. Para a adequação das condições técnicas existentes para realização de medidas nas amostras de abelhas, foram necessários ajustes específicos nos parâmetros de medição do sistema experimental.

Um destes ajustes é quanto ao tamanho da amostra, significativamente maior que o padrão empregado neste tipo de equipamento. Este sistema, quando pronto para medidas, considera a amostra com uma partícula pontual, e ajusta sua curva de resposta magnética como um dipolo pontual de momento magnético igual ao da amostra. As medidas são feitas correlacionando a curva teórica obtida por um dipolo magnético no interior do sistema de medidas, com a curva da amostra. Este procedimento é razoável na maioria das experiências realizadas no SQUID não trazendo nenhum problema. Para as amostras biológicas utilizadas, esta condição trouxe algumas dificuldades, pois além da variação no tamanho da amostra provocada pela dilatação térmica em diferentes faixas de temperatura houve também dificuldades na manutenção da centralização da amostra, em temperaturas acima de 250K. Além disso, na redução da temperatura, a amostra se contrai, saindo da posição central do sistema de medidas, e é preciso então reajustar a posição entre as sequências de histereses realizadas, sem comprometimento das sequências.

Para minimizar as discrepâncias entre o modelo de dipolo pontual empregado no sistema e a dimensão da amostra, utilizamos o sistema de medidas em modo RSO (oscilatório) com amplitude 5cm, em modo completo de varredura, valor este relativamente grande para

medidas, mas cujo objetivo é compensar o tamanho da amostra. Para não sobrecarregar o motor servo controlado usamos uma frequência de 1,0 Hz.

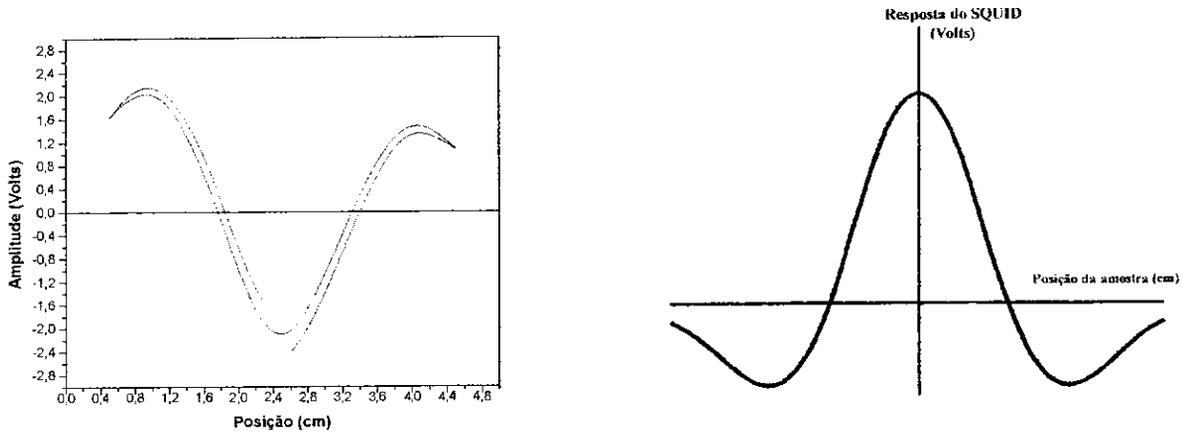


Figura II.5.1 –Varredura da amostra em modo RSO realizada com centralização incorreta da amostra, enquanto a forma correta é mostrada à direita. O sistema ajusta a curva experimental como uma função de um dipolo oscilante no gradiômetro de segunda ordem. O aspecto das curvas de uma amostra centralizada deve se aproximar ao máximo da curva à direita (modo RSO).

Uma última consideração deve ser feita em relação à medidas em curvas de histerese. Devido à variação de campo necessária para as curvas de histerese, a fonte de corrente deve estar constantemente conectada ao eletroímã supercondutor, nas forma padrão de medida. Isto reduz sensivelmente a precisão das medidas feitas no magnetômetro SQUID, em até 10^4 vezes ^[42]. Por este motivo, utilizamos o modo constante de campo, desconectando a fonte de corrente do eletroímã, por um período de 20 até 60 segundos. Assim conseguimos um aumento significativo da precisão das medidas, que pôde ser realizada com precisão comparada à medidas de campo constante.

Capítulo III

Resultados Experimentais

III.1 – Medidas de histerese e tratamento de erros

Neste capítulo abordamos os resultados experimentais obtidos, bem como o tratamento e a análise destes dados quanto ao comportamento magnético das amostras. Embora as duas amostras utilizadas nas medidas sejam de uma mesma coleta realizada em 30/06/1996, como mencionado anteriormente, as medidas foram feitas com duas amostras distintas de material, e faremos esta distinção das amostras utilizadas, chamando-as de **amostra 1** ou de **amostra 2**. A primeira série de medidas (série a), é uma sequência de histereses completas nas temperaturas de 250K, 150K, 100K, 60K, 35K e 10K com a amostra 1 em disposição paralela.

Como optamos por realizar as medidas de magnetização das abelhas em uma situação mais próxima possível daquela encontrada na natureza, por se tratar de uma amostra biológica fizemos um tratamento químico mínimo, com apenas o necessário para a conservação das amostras, e é esperado que estas medidas de magnetização realizadas contenham também sinais espúrios aos objetivos da detecção e uma diversidade de sinais magnéticos provocados pela complexa composição bioquímica do material estudado, como é observado em nossas curvas de histerese sem um tratamento preliminar, diferindo daquele esperado por uma amostra ferri ou ferromagnética padrão.

A figura III.1.1 mostra as curvas sem tratamento preliminar, obtidas na série a. Esta medida foi realizada com a amostra 1, paralela ao campo magnético.

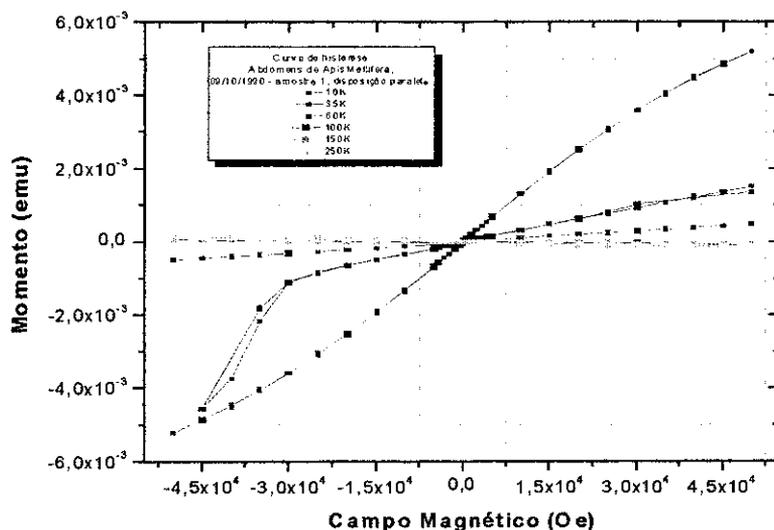


Figura III.1.1 - 1ª sequência de dados sem tratamento (série a), obtidos no magnetômetro SQUID, com abdomens de abelhas *apis mellifera* em disposição paralela ao campo magnético. Em T=35K, observamos problemas na região inferior da curva de histerese.

As curvas de histerese obtidas não se aproximam daquelas esperadas para um composto ferromagnético. Como a amostra estudada contém sinais de diversos compostos bioquímicos de comportamentos magnéticos diferentes, podemos tratar a magnetização total da amostra como uma soma da magnetização das diversas espécies de magnetização e analisar separadamente a contribuição de cada espécie magnética. Assim:

$$M_T = M_{fer} + M_{para} + M_{dia} \quad (\text{Eq III.1.1})$$

onde M_T é o momento magnético total da amostra, M_{fer} é a contribuição devido ao material ferromagnético, M_{para} é a contribuição paramagnética e M_{dia} é a contribuição diamagnética.

Para uma amostra diamagnética, temos que:

$$M_{dia} = -\mu_{dia} H \quad (\text{Eq. III.1.2})$$

onde μ_{dia} é o módulo da suscetibilidade diamagnética da amostra. Para o paramagnetismo temos:

$$M_{para} = \mu_{para}(T) \bullet H \quad (\text{Eq. III.1.3})$$

onde $\mu_{para}(T)$ é a suscetibilidade paramagnética do material, positiva, que varia com a temperatura do material. Entre o material paramagnético podem estar também partículas superparamagnéticas^[36,37], que embora tenham um comportamento magnético descrito pelo paramagnetismo de Langevin, são formadas de material ferromagnético. Nas partículas superparamagnéticas, o material ferromagnético não possui uma organização cristalina e há “competição” entre energia térmica e energia magnética, e por isso sua fenomenologia pode ser tratada com a estatística de Boltzmann.

Para uma dada temperatura podemos observar apenas a soma das duas contribuições paramagnéticas e diamagnéticas simultâneas e não cada uma individualmente, já que ambas as contribuições não variam com o campo magnético. Para uma dada temperatura, podemos representar a suscetibilidade magnética de ambas as contribuições como:

$$\mu_{dia+para} = \mu_{dia} + \mu_{para} \quad (\text{Eq. III.1.4})$$

$\mu_{\text{dia+para}}$ é a suscetibilidade magnética provocado pelo diamagnetismo e pelo paramagnetismo em conjunto. Dessa forma podemos escrever a função de magnetização da curva de histerese com temperatura constante como:

$$M_{\text{Total}} = \mu_{\text{fer}}(H) \bullet H + \mu_{\text{dia+para}} \bullet H \quad (\text{Eq. III.1.5})$$

onde μ_{fer} é uma função de H apenas para determinados intervalos de M_{fer} e H.

O coeficiente $\mu_{\text{dia+para}}$ é obtido fazendo-se o ajuste linear das curvas de histerese sem tratamento (figura III.1.1), na região mais distal da curva, aonde esperamos que a magnetização de saturação do material ferromagnético já tenha sido alcançada. Nesta região M_{fer} é constante e o comportamento da curva é aproximadamente linear, e a reta ajustada M_A nessa região será da forma:

$$M_A = (M_S \pm \Delta M_S) + (\mu_{\text{dia+para}} \pm \Delta \mu_{\text{dia+para}}) \bullet H \quad (\text{Eq. III.1.6})$$

onde M_S é a magnetização de saturação ferromagnética da amostra, representada pela constante da reta de ajuste. Os valores ΔM_S e $\Delta \mu_{\text{dia+para}}$ são os erros no ajuste da reta para a curva de histerese.

As retas de ajuste para a série **a** na temperatura de 150K pode ser observada na figura III.1.2. Para uma maior precisão no ajuste linear, realizamos o ajuste em ambas as regiões distais da curva para obter uma média mais precisa do coeficiente $\mu_{\text{dia+para}}$, sendo este a média da suscetibilidade magnética do material de comportamento diamagnético e paramagnético.

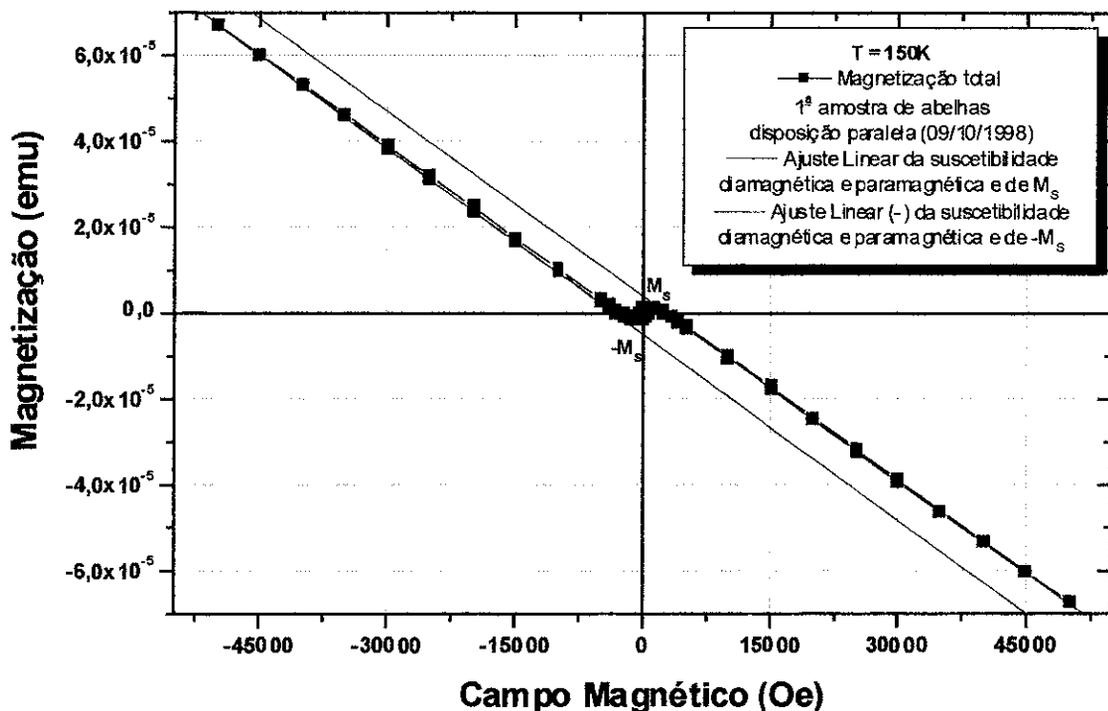


Figura III.1.2 - Gráfico de histerese sem nenhum tratamento preliminar à 150K para a sequência a (paralela), com as retas do diamagnetismo + paramagnetismo, ajustadas nos dois pontos distais da curva de histerese.

Subtraindo a componente linear da curva obtida, teremos a magnetização atribuída ao material ferromagnético, ou seja, a curva resultante representará então a curva de histerese ferromagnética do material presente na amostra. Observamos na figura III.1.2 uma curva de histerese típica, com suas características físicas. A figura III.1.3 mostra a curva M_{fer} versus H para a temperatura de 150K na série a.

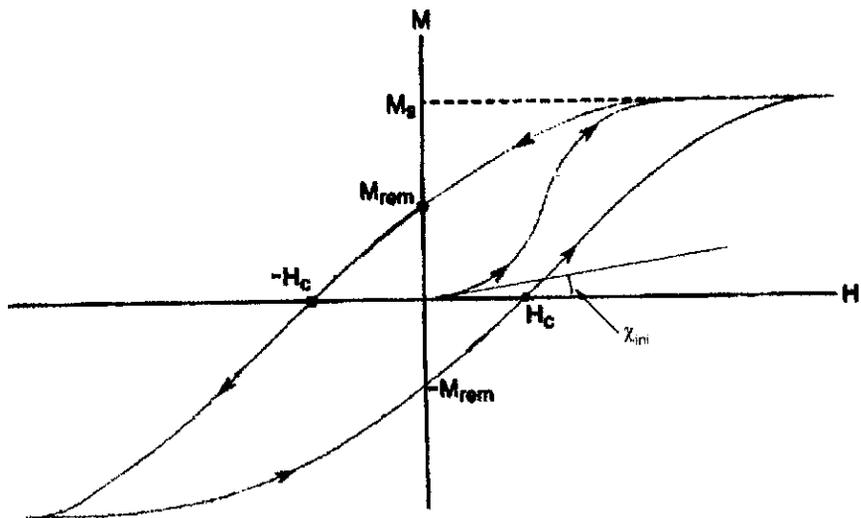


Figura III.1.2 - Histerese ferromagnética típica e seus parâmetros mais estudados. Estes parâmetros são propriedades físicas do material e podem definir a natureza do material ferromagnético.

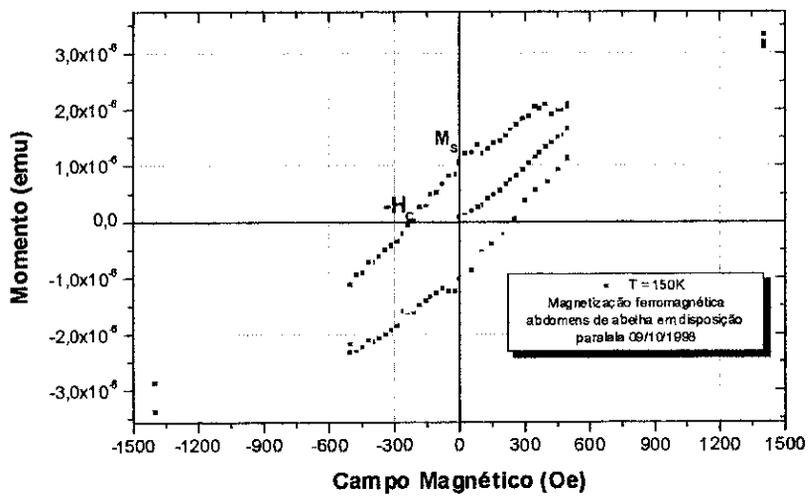


Figura III.1.3 - Histerese ferromagnética à 150K da primeira amostra estudada em disposição paralela (série a).

Na curva de histerese típica da fig. III.1.2, M_s (magnetização de saturação) é o valor máximo de magnetização obtido para o material ferromagnético. Esta situação ocorre quando temos um alinhamento total dos momentos magnéticos do material, que no nosso caso seriam as partículas ferromagnéticas. O valor M_{rem} (magnetização remanente) é o valor de magnetização remanescente no sistema, quando a amostra é submetida a um campo externo que depois é removido. H_c (campo coercivo) é o campo externo necessário para anular a magnetização remanente na amostra, e χ_{ini} é o valor da suscetibilidade inicial do sistema, pois para valores de campos aplicados bem pequenos podemos considerar a suscetibilidade aproximadamente constante^[53].

A segunda série de medidas foi realizada nas temperaturas de 10K, 60K, 150K e 250K, com a amostra 1, e com os abdomens de abelhas em posição perpendicular ao campo, (série b). Podemos observar na figura III.1.4 uma das curva de histerese ferromagnética da série b, em $T=60K$.

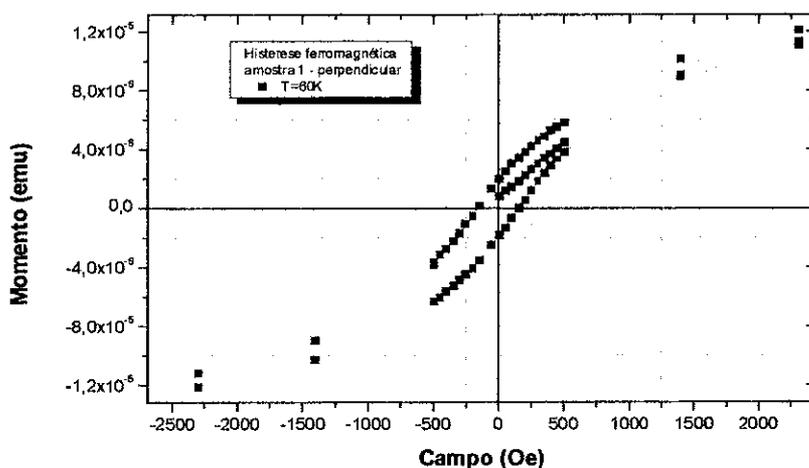


Figura III.1.4 - Histerese ferro magnética (série b), com os abdomens em disposição perpendicular, em $T=60K$.

Para estas duas séries de medidas, utilizamos sequências com poucas temperaturas distribuídas entre 10K e 250K, com curvas de histerese completas e por este motivo, não obtivemos uma quantidade de pontos suficientes nas curvas de forma que não pudemos obter valores confiáveis de suscetibilidade inicial (χ_{ini}). A quantidade de temperaturas medidas também não foi suficiente para nos fornecer melhores estimativas e comportamentos dos valores de M_s , M_{rem} , e H_c , embora foram medidas importantes para o desenvolvimento do trabalho, pois através delas pudemos estimar as temperaturas de maior importância no comportamento ferromagnético da amostra e reajustar as próximas sequências de medidas realizadas. A partir deste estudo pudemos também ajustar diversos parâmetros na utilização do magnetômetro à SQUID, como a frequência e amplitude de varredura RSO da amostra, bem como tempo de espera entre medidas para obtenção de bons resultados. Após alguns problemas técnicos com o sistema, obtivemos uma terceira série de medidas (série c), com a amostra 2 em disposição paralela ao campo magnético. Esta e todas as demais séries foram reajustadas para obter um número maior de pontos na região da histerese magnética aonde são obtidas a magnetização de saturação, a remanência e o campo coercivo, aumentando a série de temperaturas e o tempo entre medidas consecutivas. Consequentemente, isto induziu um tempo maior na obtenção dos resultados, o que foi relativamente contornado com a utilização de histereses incompletas nas sequências de medidas. Por problemas técnicos não foi possível concluir toda a série de medidas, tendo sido obtidas somente histereses em 310K, 250K, 200K e 160K.

Outra série idêntica à anterior (série d) foi repetida com a mesma amostra (amostra 2) agora com sequências de histereses em 12 temperaturas entre 10K e 310K com a amostra de abelhas em disposição paralela ao campo. Na figura III.1.5 podemos observar a série c de histereses ferromagnéticas incompletas. Nesta figura podemos ver a variação de M_S , M_{rem} , H_c com a temperatura.

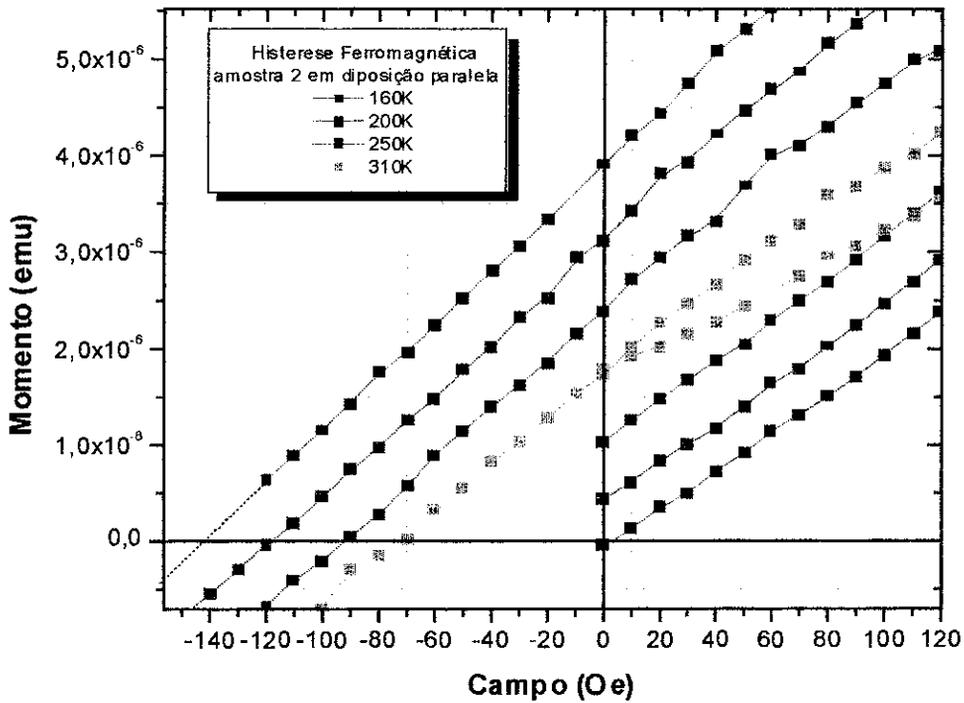


Figura III.1.5 - Detalhes ampliados das histereses ferromagnéticas da série c., mostrando os pontos de M_{rem} (eixo vertical) e H_c (eixo horizontal).

Uma última série de medidas (série e) com a amostra 1 em posição perpendicular, foi realizada histereses em 11 temperaturas entre 5K e 310K. O tratamento de erros foi

realizado em todos os resultados apresentados tal que, como não podemos estimar diretamente a imprecisão nos resultados experimentais, utilizamos como parâmetro de precisão, o desvio padrão do erro do sistema RSO calculado pelo sistema de magnetometria à SQUID. que é o desvio padrão da diferença entre os valores experimentais da curva RSO e os seus valores de ajuste teórico para um dipolo pontual. Esta medida tem valor estatístico e se refere meramente à qualidade do ajuste da amostra em relação à curva teórica não podendo relacionar com total fidelidade este erro estatístico com a imprecisão dos resultados.

A fim de se minimizar os erros provocados por problemas do dispositivo de medidas, determinamos um valor limite para a imprecisão no ajuste das curvas RSO do sistema e fixamos um valor de até 5% de erro no ajuste RSO como permitido. Os pontos das curvas com erro superior à 5% foram descartados. Mesmo assim, foi feita uma análise detalhada desses pontos e alguns deles, com erro não superior à 8% foram utilizados como referência para obtenção de M_{rem} , M_{sat} e H_{coerc} nos resultados obtidos na série **d**. Na tabela abaixo, fornecemos os valores para o coeficiente $\mu_{dia+para}$ obtido nas duas principais séries de medidas (série **d** e série **e**)

TEMPERATURA	$\mu_{dia+para}$ série d	$\mu_{dia+para}$ série e
5K		3,72E-8
10K	1,43E-7	--
15K	--	2,09E-8
20K	7,27E-8	--
30K	--	-6,39E-8
40K	-1,35E-8	--

50K	-1,84E-8	-7,14E-8
60K	-2,15E-8	--
70K	--	-7,27E-8
80K	-2,41E-8	-7,4E-8
100K	-2,53E-8	-7,57E-8
120K	--	-7,67E-8
130K	-2,76E-8	--
150K	--	-7,78E-8
160K	-2,79E-8	--
200	-2,85E-8	--
250	-3,22E-8	-7,86E-8
310	-3,26E-8	-8,14E-8

Tabela III.1.1 - coeficiente diamagnético e paramagnético em duas amostras distintas, d e e.

III.2 – Medidas de Magnetização Remanente com a Temperatura

A magnetização remanente em função da temperatura nas histereses ferromagnéticas como função da temperatura foi feita em dois gráficos distintos: No primeiro (III.2.1) observamos as duas primeiras séries de medidas (séries a e b, histereses completas), aonde apresentamos os valores absolutos de magnetização remanente para os dois pontos distintos de $H=0$ do gráfico. No segundo gráfico (III.2.2) temos os valores de magnetização remanente positiva, para as séries **c, d e e**.

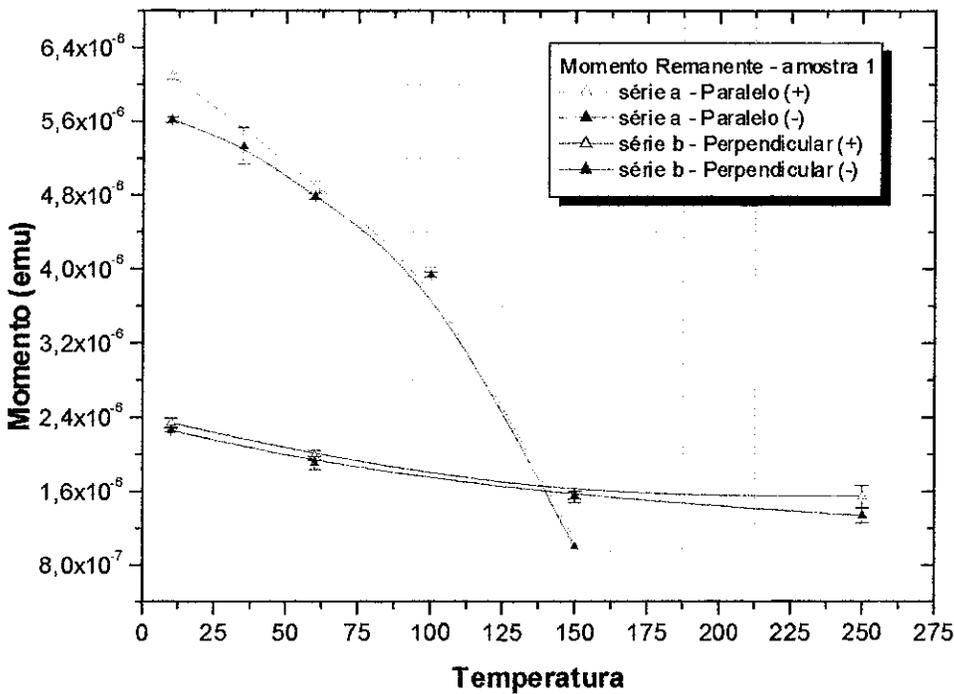


Figura III.2.1 - Magnetização remanente em função da temperatura para as séries a e b.

No gráfico da figura III.2.1 apresentamos a magnetização remanente obtida em dois pontos da curva visando uma possível anisotropia do material estudado. Em um material magneticamente isotrópico, a magnetização remanente positiva obtida no gráfico deve ser igual à magnetização remanente obtida na parte inferior do gráfico. Para valores significativamente diferentes encontrados, é possível que a amostra tenha alguma característica anisotrópica para a disposição geométrica utilizada na medida^[44,45], mas, pode também ser atribuída à incerteza na medida de magnetização da amostra, que está ligada ao desvio padrão do ajuste RSO da amostra, ou ainda, devido à diferença de campo magnético entre duas medidas consecutivas.

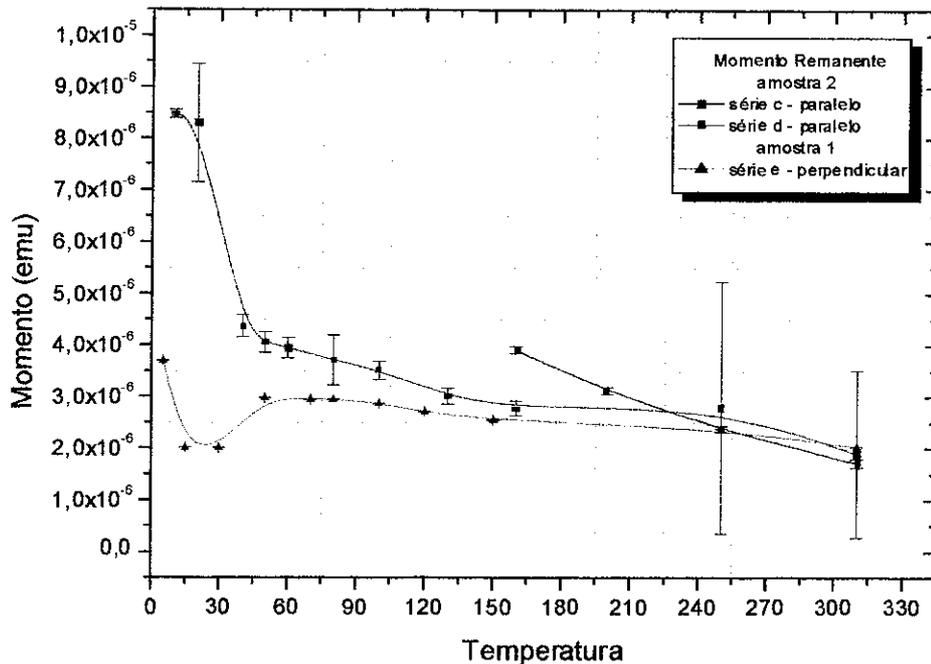


Figura III.2.2 - Magnetização remanente em função da temperatura para as séries c, d e e.

Quando não obtemos um ponto no valor $H = 0$, utilizamos a interpolação linear para obter o valor de magnetização remanente e a metade da diferença entre as medidas dos dois pontos consecutivos como a incerteza padrão da medida de magnetização. O ajuste do sistema SQUID também influencia na comparação entre remanências obtidas, e mesmo sendo um valor bem pequeno, pode levar à interpretações incorretas quanto à anisotropia da amostra. Levando em conta estes fatos e também devido à magnetização remanente possuir valores típicos em torno de 10^{-6} emu, que é um valor relativamente pequeno, não podemos de imediato afirmar que as diferenças nas medidas sejam provocadas por algum tipo de anisotropia do material, tanto na disposição paralela quanto na disposição perpendicular. Podemos observar que os valores típicos de magnetização remanente obtidos na amostra em disposição paralela ao campo magnético é maior para temperaturas menores que 150K do que quando a amostra é colocada em disposição perpendicular ao campo, levando em

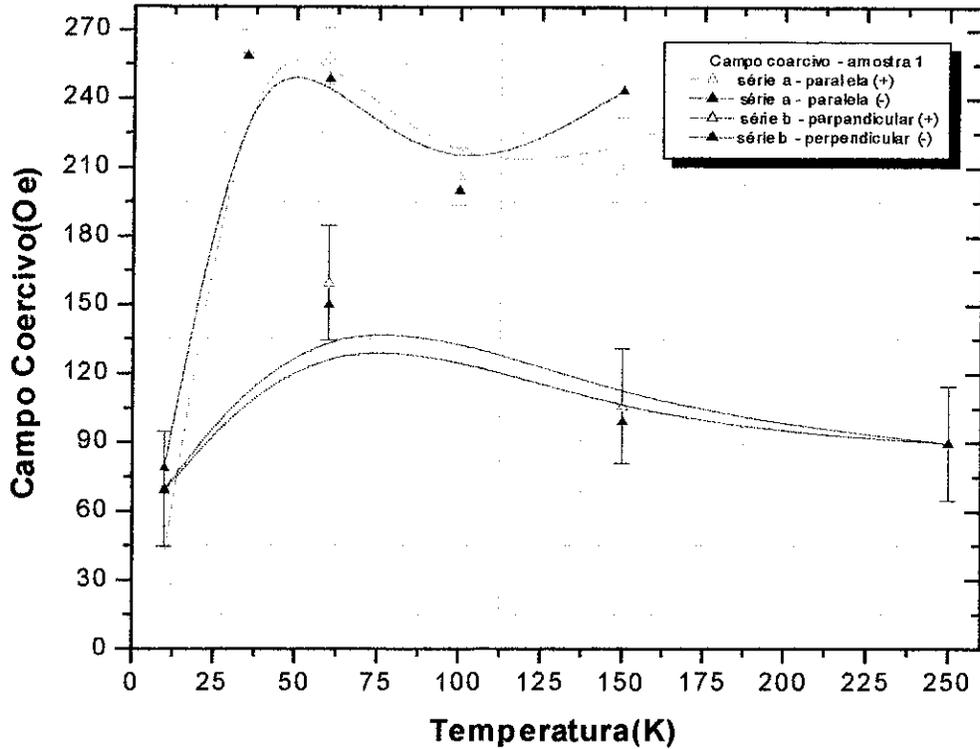


Figura III.3.1 - Variação do campo coercivo com a temperatura para as séries a e b.

Como podemos perceber na figura III.3.1, não foram constatadas diferenças relevantes no módulo do campo coercivo obtido do lado direito ou do lado esquerdo das curvas de histerese (série a).

O campo coercivo obtido no gráfico é resultado da interpolação numérica entre os dois valores de campo mais próximos que cruzam o eixo de magnetização da amostra e o erro da medida foi atribuído à metade da diferença destes valores.

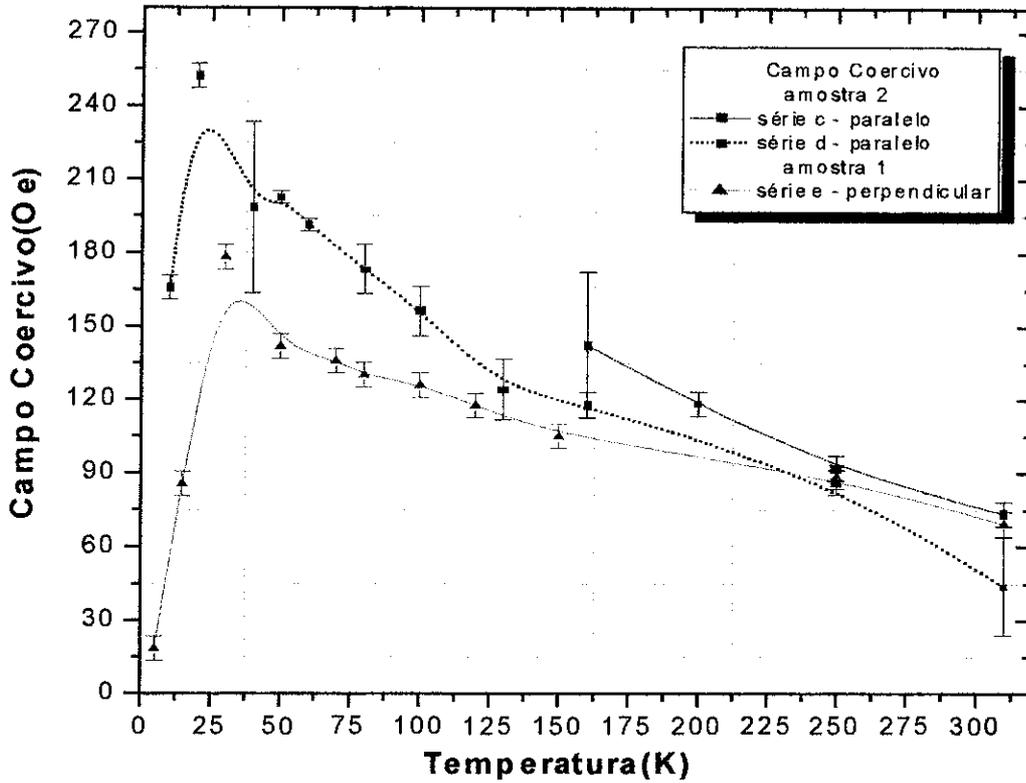


Figura III.3.2 - Variação do campo coercivo com a temperatura para as séries c, d, e e.

Uma das características observáveis em ambos os gráficos das figuras é a regularidade do comportamento das curvas de coercividade em todas as séries de medidas, o que indica que estes resultados são pouco influenciados pelas condições em que as medidas foram realizadas. Em geral, um sistema ferromagnético apresenta um aumento de campo coercivo com a redução de temperatura, uma vez que a redução na agitação térmica aumenta a organização e alinhamento dos cristais magnéticos do sistema. Apesar de observarmos este comportamento nos gráficos de coercividade de todas as séries de medidas, o

comportamento é atípico para temperaturas abaixo de $\approx 30\text{K}$, observando-se uma forte redução do campo coercivo.

Tal fenômeno ainda não é perfeitamente compreendido mas é encontrado em sistemas de nanopartículas ferromagnéticas^[46,47,48]. Nestes sistemas ainda é estudada a possibilidade de, para temperaturas suficientemente pequenas, a energia de interação magnética entre as partículas do sistema serem da mesma ordem da energia térmica^[46,48]. Nesse caso, a distância entre partículas seria de fundamental importância para determinar o equilíbrio magnético do sistema e conseqüentemente, a intensidade do campo coercivo. A energia de interação entre partículas magnéticas contribuiria para um equilíbrio magnético do sistema mais instável, e o campo coercivo sofreria uma redução em baixas temperaturas. Uma outra possibilidade é de ocorrer primeiramente uma transição de fase em partículas de compostos de ferro de um comportamento superparamagnético para monodomínios e posteriormente para multidomínios^[53].

Enquanto partículas superparamagnéticas não possuem campo coercivo por não apresentarem magnetização remanente, monodomínios ferromagnéticas apresentam campos coercivos de grande intensidade, e multidomínios possuem coercividade menor que partículas de monodomínio de mesmas dimensões. Observamos um ponto de máximo normalmente em torno de 30K , e nesta região, uma grande parte do sistema pode se apresentar como monodomínios, e para temperaturas inferiores à 30K , pode ocorrer transição de fase magnética de partículas de monodomínios para multidomínios^[53].

III.4 - Medidas de Magnetização de Saturação com a Temperatura

Para obter estes resultados, utilizamos o coeficiente linear do ajuste para o magnetismo paramagnético e diamagnético, (apresentado em III.1), e comparamos aos valores de saturação da própria curva de histerese ferromagnética obtida. A incerteza utilizada na magnetização de saturação foi a maior entre a incerteza do coeficiente linear da reta de ajuste e a incerteza medida diretamente na curva de histerese.

A magnetização de saturação é a medida obtida de maior variação entre todas as medidas de magnetização, na faixa de temperatura estudada. Ela representa a magnetização máxima do tipo ferromagnética obtida na amostra, em uma determinada temperatura.

Nos gráficos em menor escala das figuras III.4.1 e III.4.2 observamos que a faixa de variação da magnetização de saturação está entre 10^{-4} e 10^{-5} emu, aproximadamente. A maior variação do valor da magnetização de saturação ocorre apenas em baixas temperaturas (a partir de 30K). Acima deste valor, ela permanece aproximadamente constante. As figuras também mostram os gráficos em forma ampliada.

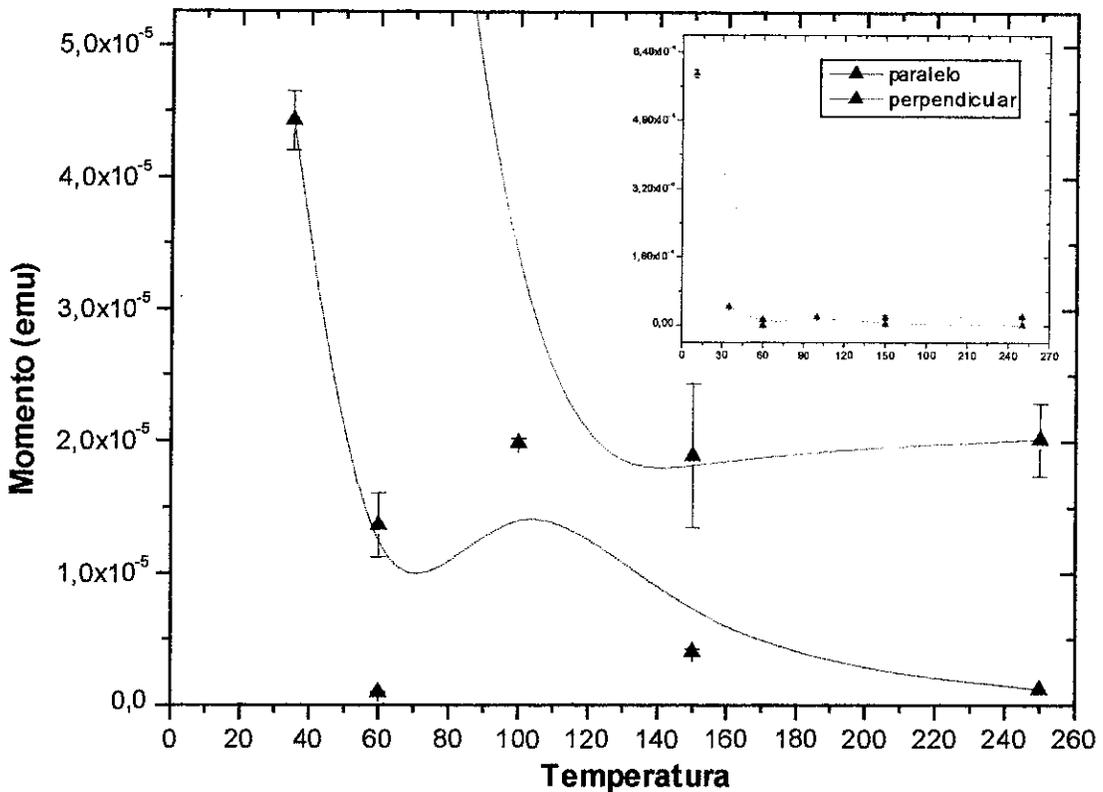


Figura III.4.1 - Magnetização de saturação em função da temperatura para as séries a, e b.

Uma vez que a magnetização de saturação é uma propriedade física de sistemas ferromagnéticos, aonde temos todos os momentos magnéticos do sistema alinhados numa mesma direção, uma mudança muito grande em uma pequena faixa de temperatura pode representar uma transição de fase do sistema como um todo.

Nanopartículas superparamagnéticas que não contribuem com magnetização ferromagnética em certas temperaturas podem passar a contribuir com uma mudança de estado, transformando-se em monodomínios ou multidomínios. Esta mudança de fase ocorre na temperatura T_B , (temperatura de bloqueio), e é dependente da dimensão, forma e constituição das partículas ferromagnéticas, além da técnica de medida utilizada^[36]

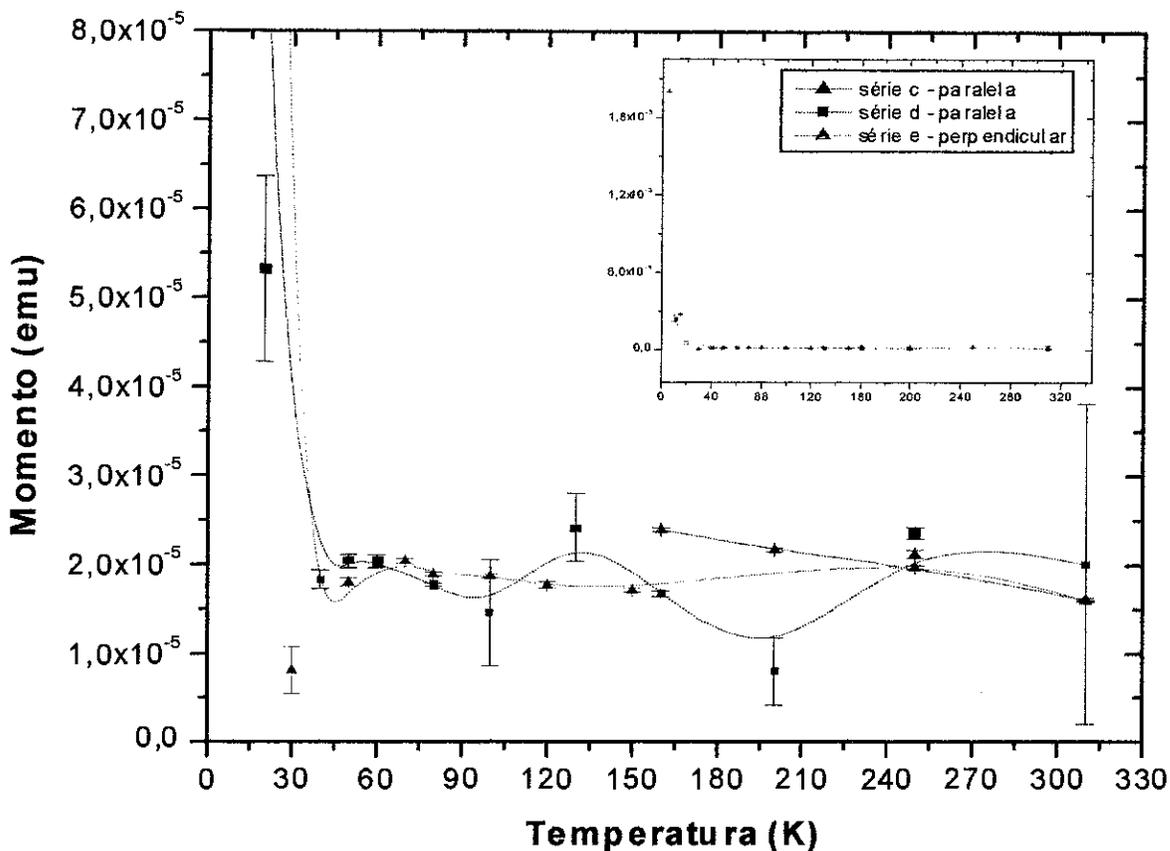


Figura III.4.2 - Magnetização de saturação em função da temperatura para as séries c, d, e e.

Podemos observar também um pequeno aumento na magnetização de saturação na região em torno de 120K. Este fato pode ocorrer devido à transição de fase magneto-cristalina da magnetita que ocorre nesta temperatura^[53]. Este aumento de M_S pode ser observado em ambas as séries paralelas (série a e d), mostradas em III.4.1 E III.4.2.

III.5 - Comportamento e Distribuição de Temperaturas de

Bloqueio em função do Campo Coercivo

Como pudemos observar no tópico III.3, a variação do campo coercivo com a temperatura apresenta características diferentes da maioria dos sistemas ferromagnéticos contendo magnetita, para temperaturas abaixo de 30K. Além disso, os resultados experimentais se encontram em concordância em todas as séries de medidas realizadas, e para valores acima 30K, observamos um comportamento que pode ser associado à um sistema ordenado de partículas magnéticas. Nesta região, consideramos que é possível que a maioria das contribuições magnéticas das partículas seja dada por monodomínios, possivelmente de magnetita^[29,43] e tentamos obter um ajuste de curva característica para monodomínios. Para esta condição, podemos representar a dependência do campo coercivo com a temperatura como^[44,49]:

$$H_C = H_C(0)(1 - AT^k) \quad \text{Eq. III.5.1}$$

onde $H_C(0)$ é o campo coercivo em $T=0K$ e $A=(1/T_B)^k$ onde T_B é a temperatura de bloqueio e k é um parâmetro de ordem do sistema. Para sistemas de monodomínios alinhados, $k=0,5$ e para sistemas com ordem aleatória $k=0,77$ ^[49]. Tentamos utilizar os dois valores para a curva de ajuste e obtivemos o melhor ajuste para $k=0,5$, ilustrados nas figuras III.5.1 e III.5.2, e o ajuste pode ser considerado razoável para esta faixa de temperatura (de 30K à 160K), o que sugere que o sistema possa ser comparado com um sistema de monodomínios alinhados na região em que foi realizado o ajuste.

Na região sem ajuste (acima de 160K) este não foi feito devido ao número reduzido de pontos na região. O valor obtido para $H_C(0)$ não é significativo fisicamente, pois ele representa uma extrapolação numa situação aonde não temos transição de fase para baixas temperaturas, o que parece não ser o caso destes resultados.

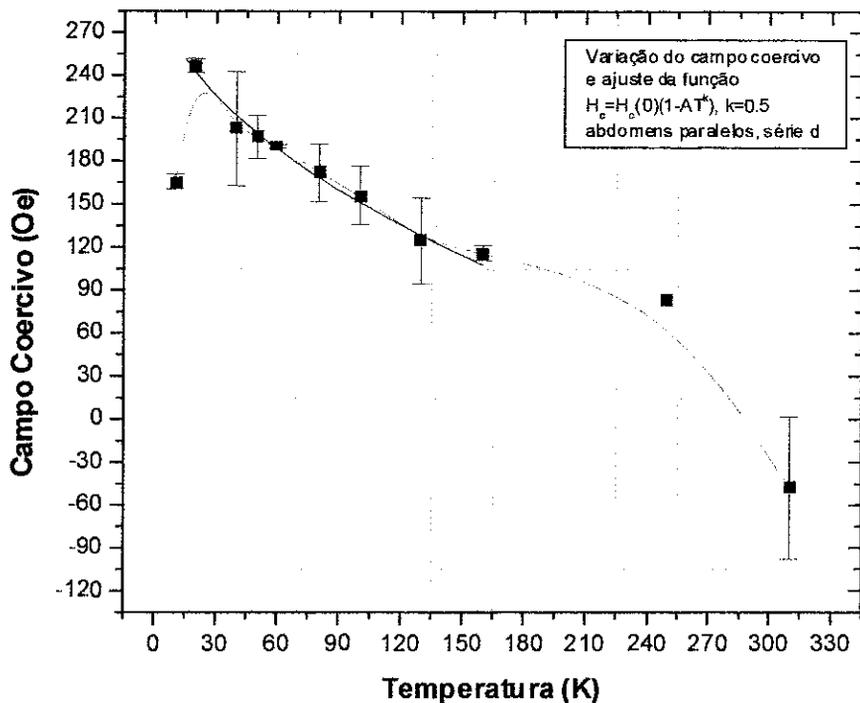


Figura III.5.1 - Gráfico mostrando o ajuste da equação III.5.1 para partículas de monodomínios alinhados aplicada à série d, entre 30 e 160K.

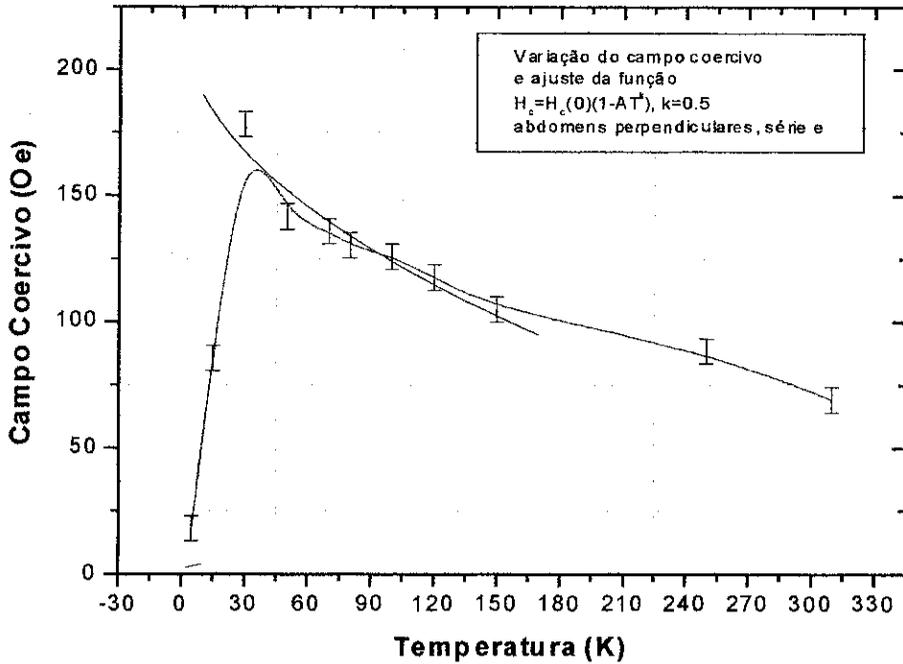


Figura III.5.2 - Gráfico mostrando o ajuste da eq. III.5.1 para monodomínios alinhados na série e, entre 30K e 160K.

Se o sistema que estudamos é composto de partículas finas de compostos de ferro (magnetita) biomineralizado^[29] com comportamento superparamagnético em determinadas temperaturas, podemos tentar obter a função de distribuição das temperaturas de bloqueio no sistema. Esta distribuição pode ser obtida da equação^[50]:

$$\overline{M}_R = \frac{1}{2} \int_{T_B / <T_B>}^{\infty} f(T_R) dT_R \quad \text{Eq. III.5.2}$$

Que pode ser escrita na forma diferencial como:

$$-\frac{2 d\overline{M}_R}{dT} = f(T_R) \quad \text{Eq. III.5.3}$$

Para aplicar esta equação, usamos apenas os resultados obtidos na série d e e, por serem seqüências de medidas em paralelo e perpendicular, respectivamente e que abrangem uma

maior quantidade de pontos de temperaturas, e obtemos os resultados mostrados na figura III.5.3 e III.5.4.

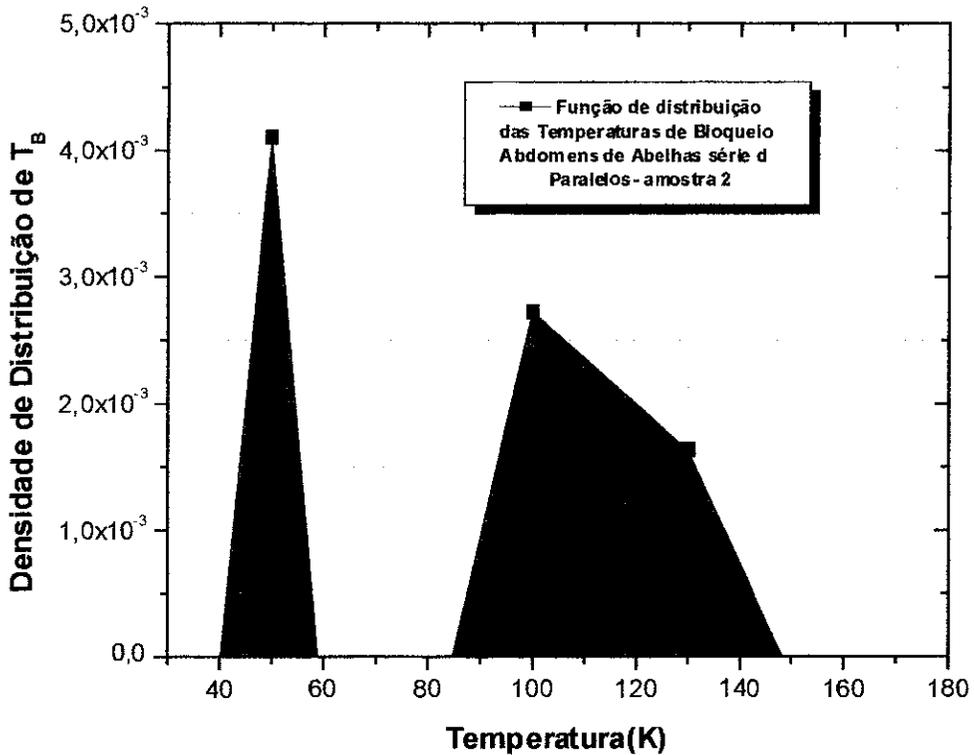


Figura III.5.3 - Gráfico aproximado da distribuição das temperaturas de bloqueio na série d.

Ainda que este tratamento dos dados das figuras III.5.3 e III.5.4 tenham sido feitos com os resultados das medidas de maior número de temperaturas, só podemos considerá-los como uma estimativa que indica as regiões de distribuição de T_B .

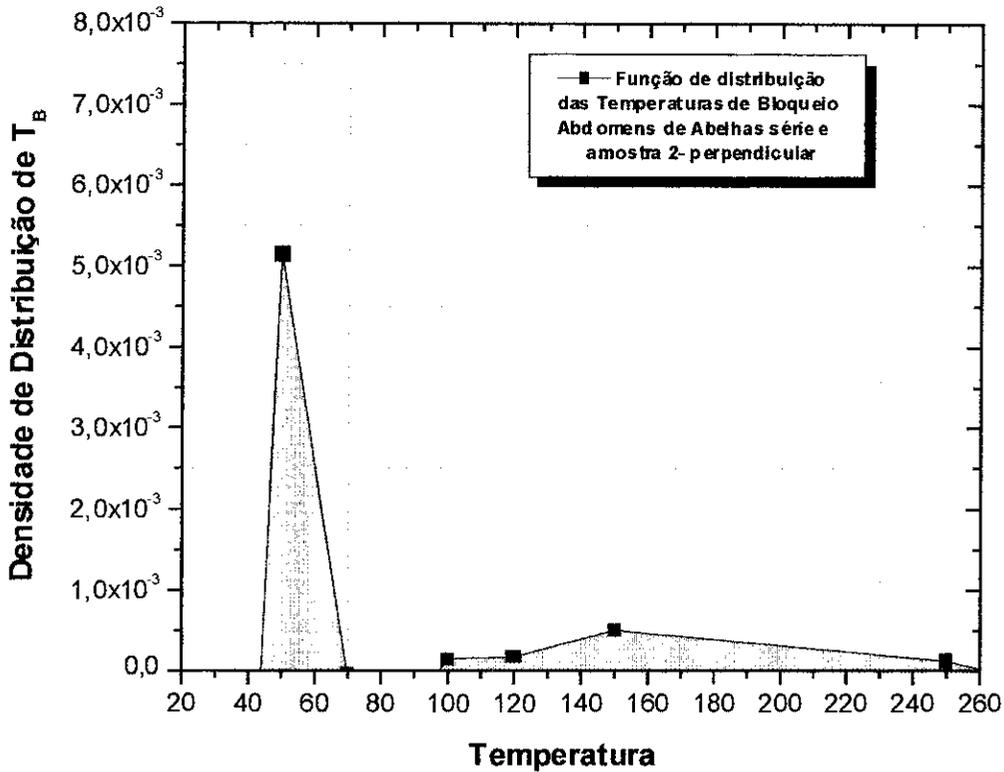


Figura III.5.4 - Gráfico aproximado da distribuição das temperaturas de bloqueio na série e.

Observamos nos gráficos que numa região entre 40K e 80K existe uma região de densidade de temperaturas de bloqueio. Estas temperaturas de bloqueio estão relacionadas proporcionalmente com o tamanho das partículas e sua energia de anisotropia K_m . Estes resultados confirmam uma possível distribuição de partículas superparamagnéticas e uma transição de estado para monodomínios na região entre 30K e 80K e acima de 100K.

Capítulo IV

Conclusões e Sugestões

Neste último capítulo são apresentadas as conclusões sobre as medidas obtidas bem como sugestões para futuros trabalhos com abelhas *Apis mellifera*, envolvendo a magnetometria à SQUID.

Estas são as primeiras medidas de histerese variando com a temperatura realizadas em abdomens de abelhas dispostos de forma orientada que se tem conhecimento.

- As medidas de momento remanente obtidas nos mostram que seus valores são significativamente maiores nos casos em que dispomos os abdomens de abelhas em posição paralela ao campo magnético externo aplicado, principalmente na região onde as temperaturas são reduzidas. Este fato está em concordância com os modelos propostos neste trabalho para o mecanismo magnetoceptor de abelhas *Apis mellifera*, mas também observamos que os resultados obtidos para magnetização remanente diferenciam-se quantitativamente em função das condições de medidas, dentre elas, a sequência aplicada, e as condições de ajustes iniciais e manutenção do magnetômetro SQUID. Também, os valores obtidos para a magnetização remanente são da ordem de 10^{-6} até 10^{-7} emu, valores esses que estão próximos dos limites técnicos de detecção do magnetômetro SQUID.

- O campo coercivo obtido mostrou, em uma primeira análise, comportamento menos susceptível à alterações nas condições de medidas, como sequência utilizada e ajustes iniciais do equipamento. Estes resultados se mostraram próximos daqueles esperados por sistemas de monodomínios de magnetita, nas regiões de temperatura entre 40K e 120K,

aproximadamente. Apresentou também uma região de comportamento anômalo entre 5K e 30K, que pode ser associado à inversão do momento magnético em alguns agregados de material ferromagnético, minimizando assim a energia magnética do sistema. Este resultado pode sugerir também a formação de multidomínios magnéticos em regiões de temperatura abaixo de 30K. Estudos com nanopartículas ferromagnéticas de ferritina demonstraram comportamento semelhante^[47]. Em trabalhos posteriores é interessante que esta região seja estudada mais detalhadamente. No campo coercivo, os valores obtidos em abdomens de abelhas dispostos paralelamente ao campo magnético são maiores do que quando dispostos perpendicularmente. Novamente, estes resultados estão indicando um alinhamento e um momento magnético resultante maior na direção paralela ao eixo dos abdomens, do que na direção perpendicular. Ding et al.^[51] mostraram que sistemas de nanopartículas contendo óxidos de ferro apresentam campo coercivo e magnetização remanente com maiores intensidades quando dispostos em orientação de seu momento magnético paralelo ao campo magnético, assim como os resultados reproduzidos em nosso sistema.

- Para os valores de magnetização de saturação, observamos que seus valores são pouco variáveis para temperaturas acima de 20K aproximadamente. Entretanto, enquanto os resultados dos abdomens em disposição perpendicular não sofrem alterações significativas na magnetização de saturação acima de 30K, os resultados obtidos em disposição paralela tem pequeno aumento na magnetização de saturação em torno de 120K, na região próxima de uma possível transição magneto-cristalina^[53]. Abaixo desta temperatura, a magnetização de saturação sofre um aumento significativo, que pode estar associado à uma transição de fase de partículas paramagnéticas para monodomínios.

Lembrando que a incerteza nos resultados de magnetização de saturação está relacionada com a qualidade do ajuste da reta de magnetização dia e paramagnética, temos mais este

fator de imprecisão nos resultados. Em futuros trabalhos, este problema pode ser solucionado incluindo-se um número de pontos maior na região de baixa temperatura (abaixo de 30K) e em torno de 120K.

- A tentativa de relacionar os resultados experimentais obtidos com um sistema de monodomínios alinhados, para temperaturas entre 30K e ≈ 140 K, foi ligeiramente melhor sucedida, o que nos indica que este pode ser o caso do sistema estudado.

- Para a distribuição de temperaturas de bloqueio, observamos também em ambas as séries paralelas e perpendiculares, uma distribuição de T_B semelhantes, com pico em torno dos 50K e acima de 100K, que indicam uma possível transição de partículas superparamagnéticas. Este resultado é extremamente influenciado pelo aumento na magnetização de saturação e redução na coercividade, em baixas temperaturas. É interessante que estudos futuros possam incluir um maior número de pontos nestas regiões de temperaturas para maior detalhamento e precisão da distribuição de temperaturas de bloqueio. Com isto, se faz também necessário otimizar mais a sequência de medidas do sistema.

- Para uma boa precisão nos resultados, o sistema necessita de um tempo de latência entre medidas grande (cerca de 2 minutos), o que aumenta o tempo de utilização do sistema. Este tempo pode até mesmo ser aumentado em regiões próximas de campo nulo, mas outros fatores devem contrabalançar este fator. Sequências de histereses em diversas temperaturas podem transcorrer durante muitos dias, existindo grande dificuldade técnica quanto à isso, uma vez que o sistema é mantido à hélio líquido. Assim, é necessário um aumento no número de pontos da histerese em torno de $H=0$, na região de saturação e do campo coercivo.

- Uma redução de número de varreduras RSO no magnetômetro SQUID em amostras bem centralizadas também diminuem significativamente o tempo de medida. Estes procedimentos ajudariam um estudo mais detalhado das regiões citadas, além de possibilitar o estudo da suscetibilidade inicial, e a aplicação da equação de Block^[50] também pode ser tentada com sucesso em um sistema com maior número de temperaturas e uma magnetização de saturação mais precisa. Embora tenhamos utilizado o desvio padrão como erro no sistema de magnetometria SQUID, vimos anteriormente que este erro está ligado ao desvio RSO do sistema, o que não constitui o erro real do sistema SQUID. Para minimizar este problema, é interessante também que seja utilizado um número maior de amostras diferentes para a obtenção de resultados, bem como a comparação destes, visando assim respostas irrefutáveis quanto ao comportamento magnético obtido em abdomens de abelhas *Apis mellifera*. Além disso, as abelhas tem diferentes quantidades de material magnético entre elas, e as mais jovens têm menos material magnético, embora a produção deste material seja feita ainda no estado de pupa^[52] e o local e meio ambiente também influenciam nesta quantidade.

Referências

1. Blakemore, R. P. (1975) Magnetotactic Bacteria. *Science* 19: 377-379
2. Wiltschko, R. & Wiltschko, W. (1999) The effect of yellow and blue light on magnetic compass orientation in European robins, *Erithacus rubecula*. *J. Comp Physiol. A* 184: 295-299
3. Leask, M. J. M. (1977) A physicochemical mechanism for magnetic field detection by migratory birds and homing pigeons. *Nature* 267: 144-145
4. Sasaki, Y. , Kato, M. , Ogura, M. (1990) Possible mechanism of biomagnetic sense organ extracted from sockeye salmon. *IEEE Transactions on Magnetics* Vol. 26 5: 1554-1557
5. Mann, S. , Sparks, N. C. H. , Walker, M. M. , Kirschvink, J. L. (1988) Ultrastructure, morphology and organization of biogenic magnetite from sockeye salmon, *Oncorhynchus nerka*: implications for magnetoreception, *Journal exp. Biology* 140: 35-49
6. Anderson, J. B., Vander Meer, R. K. (1993) Magnetic orientation in the fire ant, *Solenopsis invicta*. *Naturwissenschaften* 80: 568-570
7. Esquivel, D. M. S. , Acosta-Avalos, D. , El-Jack, L. J. , Cunha, A. D. M. , Malheiros M. G. Wajnberg, E. (1999) Evidence for magnetic material in the feire ant *Solenopsis* sp. by electron paramagnetic resonance measurements, *Naturwissenschaften* 86: 30-32
8. Jacklyn, P. M. (1992) Solar engineering for the blind: “magnetic” termite mounds of the Top End. *Territory Naturalist* 13: 9-15

9. Lindauer, M. & Martin, H. (1972) Magnetics effects in on dancing bees. Animal orientation and Navigation, U.S. Government Printing Office, Washington D.C. pp 559-567
10. Towne, W. F. & Gould, J. L. (1985) Magnetic field sensivity in honeybees, Magnetic Biomineralization and Magnetoreception in Organisms, Plenum Press, pp 385-406
11. Kirschvink, J. L. , Kirschvink, A. K. , Woodford, B. J. (1992) Magnetite biomineralization in the human brain, Proc. Natl. Acad. Sci. USA, volume 26: 7683-7687
12. Fuller, M. D. , Dobson, J. , Wieser H. G. , Moser S. (1995) On the sensivity of the human brain to magnetic fields: Evocation of epileptiform activity. Brain Res. Bull 36: 155-159
13. Wiltschko, R. & Wiltschko, W. (1995) Magnetic orientation in animals. Springer Verlag
14. Clark, J. (1986) SQUIDS, Brains and gravity waves. Physics Today, march: 36-44
15. Fuller, M. , Gorre, W. S. , Goodman, W. L. (1985) An introduction to the use of SQUID magnetometers in biomagnetism, Magnetic Biomineralization and Magnetoreception in Organisms, Plenum Press, pp 103-154
16. Skiles, D. D. (1985) The geomagnetic filesd: its nature, history and biological relevance, Magnetic Biomineralization and Magnetoreception in Organisms, Plenum Press, pp 43-102
17. Zmuda, A. J. (1971) World magnetic survey 1957-1969. International Association of Geomagnetism and Aeronomy n° 28
18. Schmidt-Koenig, K. & Keeton, W. T. (1977) Animal migration, navigation, and homing, Springer-Verlag

19. Gould, J. L. (1980) The case for magnetic sensitivity in birds and bees (such as is it), *American Scientist*, volume 68: 256-267
20. Buskirk R. E. & O'Brien Jr, W. P. (1985) Magnetic remanence and response to magnetic fields in crustacea, *Magnetic Biomineralization and Magnetoreception in Organisms*, Plenum Press, pp 365-384
21. Vácha, M. (1997) Magnetic orientation in insects. *Biologia, Bratislava* 52/5: 629-636
22. Acosta-Avalos, D. , Wajnberg, E. , Oliveira, P. S. , Leal, I. (1999) Isolation of magnetic nanoparticles from *Pachycondyla marginata* ants, *The Journal of Experimental Biology* 202: 2687-2692
23. Etheredge, J. A. , Perez, S. M. , Taylor, O. R. , Jander, R. (1999) Monarch butterflies (*Danaus plexippus L.*) use a magnetic compass for navigation, *PNAS*, volume 96, 24: 13845-13846
24. Kirschvink J. L. , Padmanabha S. , Boyce C. K. , Oglesby J. (1997) Measurement of the threshold sensitivity of honeybees to weak, extremely low-frequency magnetic fields, *The Journal of Experimental Biology* 200: 1363-1368
25. Kirschvink, J. L. , Kuwajima, T. , Ueno, S. , Kirschvink, S. J. , Diaz-Ricci, J. , Morales, A. , Barwig, S. , Quinn, K. J. (1992) Discrimination of low-frequency magnetic fields by honeybees: biophysics and experimental tests, *The Rockefeller University Press*
26. Walker, M. M. & Bitterman, M. E. (1989) Honeybees can be trained to respond to very small changes in geomagnetic field intensity, *Journal exp. Biology* 145: 489-494
27. Schiff, H. (1991) Modulation of spike frequencies by varying the ambient magnetic field and magnetite candidates in bees (*Apis mellifera*), *Comp. Biochem. Physiol.* Volume 100A, 4: 975-985

28. Gould, J. L. , Kirschvink, J. L. , Deffeyes, K. S. , Brines, M. L. (1980) Orientation of demagnetized bees, *Journal exp. Biology* 86: 1-8
29. Walker, M. M. , Kirschvink J. L. , Perry, A. , Dizon A. E. (1985) Detection, extraction, and characterization of biogenic magnetite, *Magnetic Biomineralization and Magnetoreception in Organisms*, Plenum Press, pp 155-166
30. Dunn, J. R. , Fuller, M. , Zoeger, J. , Dobson, J. , Heller, F. , Hammann, J. , Caine, E. , Moskowitz, B. M. (1994) Magnetic material in the human hippocampus, *Brain Research Bulletin*, volume 36, 2: 149-153
Kirschvink J. L. , Walker M. M. (1985)
31. Wiltschko, R. & Wiltschko, W (1996) Magnetoreception: why is conditioning so seldom successful?, *Naturwissenschaften* 83: 241-247
32. Nichol, H. , Locke, M. (1995) Honeybees and magnetoreception, *Science*, volume 269: 1888-1889
33. Hsu, C. Y. & Li, C. W. (1994) Magnetoreception in honeybees, *Science* 265: 95-96
34. Shcherbakov, V. P. & Winklhofer, M. (1999) The osmotic magnetometer: a new model for magnetic-based magnetoreceptors in animals, *Eur. Biophys J* 28: 380-392
35. Schiff, H. & Canal, G. (1993) The magnetic and electric fields induced by superparamagnetic magnetite in honeybees, *Biological Cybernetics* 69: 7-17
36. Dormann, J. L. (1981) Le phénomène de superparamagnétisme, *Revue Physics Applied* 16: 275-301
37. Bean, C. P. & Livingston, J. D. (1959) Superparamagnetism, *Journal of Applied Physics*, volume 30, 4: 120S-129S
38. Kirschvink, J. L. & Walker, M. M. (1985) Particle-size considerations for magnetite-based magnetoreceptors, *Magnetic Biomineralization and Magnetoreception in Organisms*, Plenum Press, pp 243-256

39. Yorke, E. D. (1985) Energetics and sensitivity considerations of ferromagnetic magnetoreceptors, *Magnetic Biomineralization and Magnetoreception in Organisms*, Plenum Press, pp 233-242
40. Gould, J. L. (1978) Bees have magnetic remanence, *Science*, volume 201, 15: 1026-1027
41. Muck M. , Rogalla H. , Heiden, C. (1988) A frequency-modulated read-out system for DC SQUIDS, *Applied Physics A* 47: 285-289
42. MPMS Reciprocating Sample Option & Manual, Quantum Design, 1996
43. Kuterbach, D. A. & Walcott, B. (1996) Iron-containing cells in the honey-bee (*Apis mellifera*), *Journal exp. Biology* 126: 375-387
44. Martinez, B. , Roing, A. , Molins, E. , González-Carreño, T. , Serna, C. J. (1998) Magnetic characterization of γ -Fe₂O₃ nanoparticles fabricated by aerosol pyrolysis, *Journal of Applied Physics*, volume 83, 6: 3256-3262
45. Gangopadhyay, S. , Hadjipanayis, C. , C.M Sorensen, Dale. , Klabunde, K.J. (1992) Magnetic properties of ultrafine iron particles, *Physical Review B* volume 45, 17: 9778-9787
46. Bean, C. P. (1955) Hysteresis loops of mixtures of ferromagnetic micropowders, *Journal of Applied Physics*, volume 26, 11: 1381-1384
47. Makhlouf, S. A. , Parker, F. T. , Berkowitz, A. E. (1997) Magnetic hysteresis anomalies in ferritin, *Physical Review B*, volume 55, 22: 717-718
48. Bean C. P. & Jacobs, I. S. (1956) Magnetic granulometry and super-paramagnetism, *Journal of Applied Physics*, volume 27, 12: 1448-1452

49. Barra, A. L. , Chouteau, G. , Stepanov, A. , Rougier, A. , Delmas, C. (1999) High magnetic field properties and ESR of the $\text{Li}_{1-z}\text{Ni}_{1+z}\text{O}_2$ compounds, The European Physical Journal B 7: 551-562
50. Ding, J. , Reynolds, T. , Miao, W. F. , McCormick, P. G. , Street, R. (1994) High magnetic performance in mechanically alloyed Co-substituted Fe_3O_4 , Applied Physics Letter, volume 65, 24: 3135-3137
51. Chantrell, R. W. , El-Hilo, M. , O'Grady, K. (1991) Spin-glass behavior in a fine particle system, IEEE Transactions on Magnetics, volume 27. 4: 3570-3579
52. Loper, G. M. (1985) Influence of age on the fluctuation of iron in the oenocytes of honey bee (*Apis mellifera*) drones, Apidologie 16: 181-184
53. Banerjee, S. K. & Moskowitz, B. M. (1985) Ferrimagnetic properties of magnetite, Magnetic Biomineralization and Magnetoreception in Organisms, Plenum Press, pp 17-42
54. Baker, R. (1985) Human navigation: a summary of American data and interpretation, em Magnetic Biomineralization and Magnetoreception in Organisms, Plenum Press.

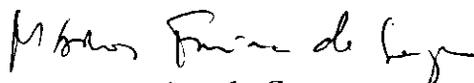
**“MEDIDAS DE HISTERESE EM ABDOMENS DE
ABELHAS APIS MELLÍFERA”**

Bruno Erbisti Garcia

Tese de Mestrado apresentada no Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, fazendo parte da Banca Examinadora os seguintes professores:



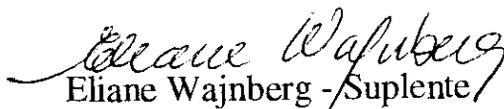
Darci Motta de Souza Esquivel - Presidente



Marcos Farina de Souza



Ivan dos Santos Oliveira Junior



Eliane Wajnberg - Suplente