

## Desenvolvimento de um magnetômetro de gradiente alternado de campo para nanoestruturas magneticamente macias

Anderson Gomes Vieira, Diego Ernesto González Chávez e Rubem Luís Sommer

*Laboratório de Magnetismo Aplicado, Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas -  
CBPF/MCTI Rua Dr. Xavier Sigaud 150, Urca, 22290-180 Rio de Janeiro RJ, Brasil*

Este trabalho relata o desenvolvimento de um magnetômetro de gradiente de campo alternado ou AGFM (*Alternating Gradient Field Magnetometer*) com sensibilidade adequada à caracterização magnética de nanoestruturas típicas fabricadas no LABNANO/CBPF. O magnetômetro desenvolvido apresenta alta resolução em campo magnético, sensibilidade de momento magnético de aproximadamente  $10^{-7}$  emu e opera em temperatura ambiente. Foram testados vários tipos de sensores piezoelétricos e hastes para uso no cabeçote de medida (sistema eletromecânico ressonante). Os melhores resultados foram obtidos com haste de comprimento 90 mm e diâmetro 0,8 mm operando em 2,164 kHz.

This work reports the development of an Alternating Gradient Field Magnetometer (AGFM) with sensitivity suitable to characterize the typical magnetic nanostructures produced at LABNANO/CBPF. The developed magnetometer has high resolution in magnetic field and it is capable of measuring magnetic moments as low as  $10^{-7}$  emu at room temperature. Several kinds of piezoelectric sensors and glass/quartz rods were tested in order to use them in the measuring head (resonant electromechanical unit). The best results were obtained with 90 mm long, 0.8 mm diameter rods operating at 2.164kHz.

### 1. INTRODUÇÃO

A caracterização magnética de filmes finos e nanoestruturas demanda instrumentos com alta sensibilidade em momento magnético como os magnetômetros do tipo SQUID (Superconducting Quantum Interference Device) ou de amostra vibrante (VSM). Estes magnetômetros são tipicamente projetados para operar em baixas temperaturas e campos máximos de até 90 kOe, produzidos por bobinas supercondutoras e todo o conjunto fica instalado em um grande criostato. Em algumas configurações, o VSM pode ser montado sobre um eletroímã com núcleo de material magnético macio capaz de para aplicar campos até no máximo 25 kOe na amostra em estudo. Neste caso, a variação de temperatura (acima ou abaixo da temperatura ambiente) é obtida com um criostato ou forno acoplado ao magnetômetro em si. A caracterização magnética típica de um material sintetizado em laboratório, para estudos em física básica, consiste em obter sua curva de magnetização em função do campo externo ( $M \times H$ ) a uma dada temperatura ou uma curva da magnetização em função ou temperatura a um dado valor de campo externo. Muitas vezes é necessária a variação de ambos os parâmetros. Os magnetômetros convencionais tem um problema intrínseco que é o tempo necessário para realizar uma medida, tipicamente de 1 ou 2h. Não são raros os casos em que uma medida dura 12 ou 24h. Isso limita fortemente o número de amostras que podem ser medidas por dia por equipamento. Por outro lado, é comum qualquer projeto de pesquisa em física aplicada levar à produção de um número grande de amostras nanoestruturadas cuja caracterização necessita ser realizada em temperatura ambiente. Muitas vezes não são necessários campos maiores do que algumas poucas centenas de Oersted ( $1 \text{ Oe} = 79,8 \text{ A/m}$ ). Nestas circunstâncias, é possível utilizar um circuito magnético baseado em

bobinas de Helmholtz para aplicação de campo, que por sua vez pode ser variado muito rapidamente. Para detecção do momento magnético, uma montagem comum é o uso de um magnetômetro de amostra vibrante que tipicamente produz bons resultados até  $10^{-5}$  emu ( $1 \text{ emu} = \text{A} \cdot \text{m}^2$ ). Outra abordagem, adotada neste trabalho, consiste em melhor que os 16 bits da fonte Kepco utilizada. A vantagem é, além da velocidade maior do que num VSM, pode-se atingir sensibilidades tão altas como  $10^{-8}$  emu, comparável aos melhores magnetômetros do tipo SQUID existentes no mercado. Neste trabalho, descrevemos o desenvolvimento de um magnetômetro de gradiente alternado de campo com sensibilidade de  $10^{-7}$  emu, capaz de realizar medidas de  $M \times H$  muito rápidas em temperatura ambiente e campos até  $+/- 300 \text{ Oe}$ . A velocidade de media permite aumentar a capacidade de caracterização magnética de laboratórios acadêmicos ou industriais de magnetismo. O equipamento pode ter sua sensibilidade posteriormente aumentada até o limite conhecido de  $10^{-8}$  emu eliminando as fontes de erro relatadas no trabalho.

Este trabalho está estruturado com o segue: na Seção 2, apresentamos o princípio de funcionamento do magnetômetro de gradiente de campo alternado; na Seção 3, descrevemos detalhes da montagem desenvolvida, na Seção 4 apresentamos os resultados obtidos com diversas hastes e materiais analisados e discutimos as fontes de erro nas medidas. Na Seção 5 apresentamos as conclusões e considerações finais do trabalho.

### 2. PRINCÍPIO DE FUNCIONAMENTO DO AGFM

O magnetômetro de gradiente de campo alternado é um instrumento baseado em três partes: (1) um circuito magnético capaz de gerar campos magnéticos uniformes e com

valor controlável na região da amostra. Este circuito pode ser do tipo aberto, produzido por solenóides ou bobinas de Helmholtz, ou do tipo semi-fechado, como o obtido com um eletroímã. Para isto é necessário uma fonte de corrente ou tensão controlável e um medidor de campo magnético para completar o circuito magnético [1,2]. (2) Um sistema de bobinas para produção de um gradiente de campo. Alimentando-se estas bobinas com um gerador de funções, o gradiente passa a ser um gradiente de campo alternado, com frequência e magnitude controláveis [1,2]. (3) O sistema eletromecânico (ver Figura 1 abaixo) constituído por uma haste de quartzo ou vidro com um porta-amostras em uma das extremidades e um sensor piezoelétrico planar em outra. O sensor é conectado, por sua vez, a uma massa inercial e sistema de conectores para extração do sinal. Quando a haste é flexionada, um sinal aparece nos terminais do sensor piezoelétrico. Quando uma amostra é montada no porta-amostras e magnetizada pela aplicação do campo magnético, esta adquire um momento magnético efetivo  $\mathbf{m}$ . Com a circulação de uma corrente alternada nas bobinas de gradiente, a amostra sofrerá a ação de uma força definida pela expressão (1) abaixo. Se a frequência do gradiente alternado for igual ou próxima à frequência natural do sistema eletromecânico (similar a um pêndulo de torção), podemos observar que mesmo uma força magnética pequena (gradiente pequeno e/ou momento magnético pequeno) produzirá uma oscilação observável no sistema *piezo+haste+porta amostra*, que poderá ser facilmente medida por um voltímetro sensível à fase (amplificador lock-in) [3]. A Figura 2 mostra a voltagem rms medida em um sistema eletromecânico típico de um AGFM, onde pode ser observada a ressonância do sistema.

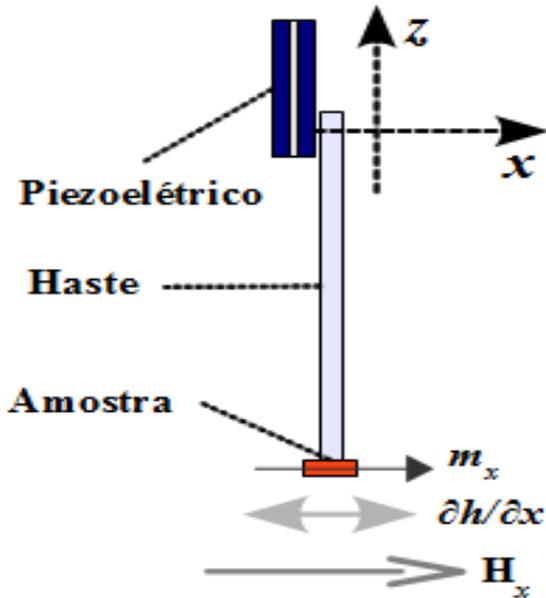


Figura 1: Sistema eletromecânico básico do AGFM. A amostra com momento magnético  $\mathbf{m}$  orientado ao longo do eixo  $x$  da figura sofre a ação de uma força oscilante de frequência  $f$ . Se o conjunto porta-amostras+haste+piezoelétrico tiver uma frequência de ressonância próxima o igual, a oscilação será fortemente amplificada.

O piezoelétrico limita a oscilação ao eixo  $x$ , de forma que a força gerada pelo gradiente de campo nesta direção é dada

por [1,4]:

$$F_x = m_x \left( \frac{\partial h'_x}{\partial x} \right), \quad (1)$$

A relação entre voltagem  $V$  medida nos terminais do sensor piezoelétrico e a força  $F_x$  que age na amostra é dada por[1]:

$$\frac{V}{F_x} = 3 \cdot G \cdot (l_p + l_h) \cdot g_{31} \cdot \left[ \frac{\left( 1 - \left( \frac{\delta^2}{l_p^2} \right) \right)}{2 \cdot w_p \cdot t_p} \right], \quad (2)$$

onde

$$G(f) = \frac{f_0}{f_n} \left( \frac{Q}{(1 - A^2)} \right) \quad (3)$$

e

$$Q = \frac{f_0}{f_B - f_A} \quad (4)$$

Nas expressões (2-4),  $G$  é um ganho mecânico que vale 1 (um) quando as bobinas gradiente de campo estão alimentadas por corrente contínua e vale  $Q$  quando o sistema está na frequência de ressonância fundamental.  $Q$  é o fator de qualidade mecânica (vide a Figura 2),  $f_0$  é a frequência fundamental do conjunto (amostra, haste e piezoelétrico). As frequências  $f_A$  e  $f_B$  estão definidas na Figura 2 e correspondem às frequências nas quais a magnitude do sinal em fase é a metade do valor máximo [1].  $\delta$  é a espessura dos contatos do piezoelétrico,  $g_{31}$  é o módulo ou coeficiente piezoelétrico transversal de tensão,  $l_h$  é o comprimento da haste,  $l_p$  é o comprimento do piezoelétrico,  $w_p$  é a largura do piezoelétrico,  $t_p$  é a espessura total do piezoelétrico. Note-se que esta nomenclatura vale para piezoelétricos bimorfos que têm uma estrutura como a mostrada nas Figura 1 acima.

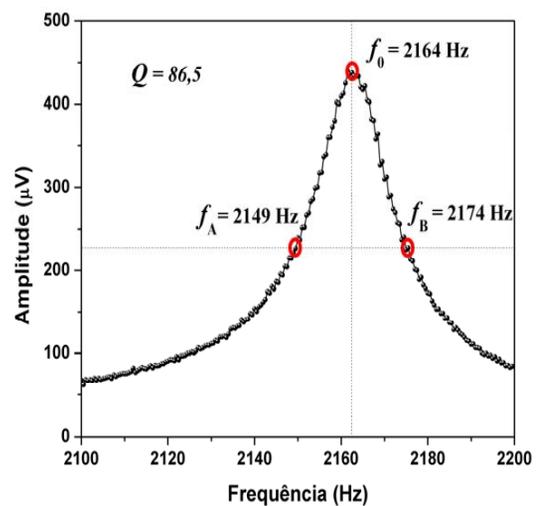


Figura 2: Voltagem de saída em fase em função da frequência do gradiente de campo alternado sobre a amostra, durante uma ressonância [1,4].

### 3. MONTAGEM EXPERIMENTAL

A Figura 3 mostra o diagrama de blocos da montagem do AGFM executada neste trabalho. O conjunto eletromecânico, bobinas de Helmholtz e bobinas de gradiente foram instalados no interior de um rack fechado de 19". O conjunto eletromecânico foi isolado das bobinas por uma suspensão especial constituída de uma massa inercial suspensa por cordas dinâmicas. O rack foi montado sobre uma caixa de areia. Todo este cuidado é necessário para minimizar ruídos acústicos captados pelo sensor piezoelétrico. Adicionalmente, o rack metálico tem um bom efeito de blindagem contra campos elétricos e magnéticos na frequência da rede elétrica. O amplificador de potência, o amplificador lock-in e o computador de controle foram instalados em outro rack de 19". Para alimentar as bobinas de gradiente, utilizamos o gerador senoidal interno do amplificador lock-in.

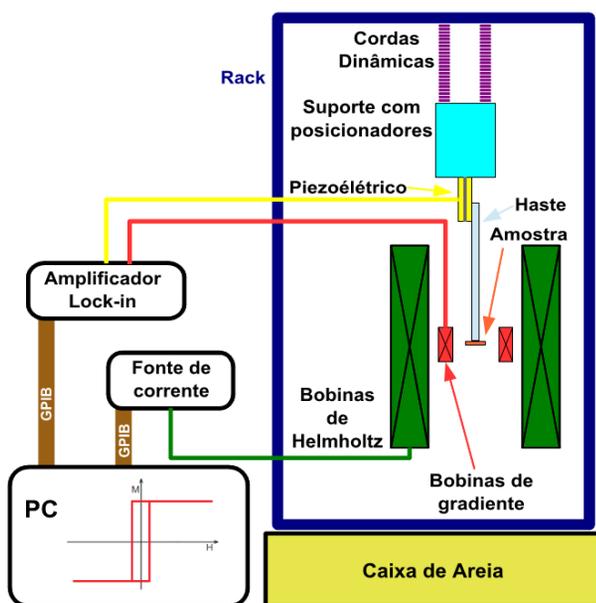


Figura 3: Componentes básicos do magnetômetro de gradiente de campo alternado montado neste trabalho.

As bobinas de Helmholtz utilizadas como fonte de campo magnético estão representadas na Figura 4. Para construí-las foi utilizado fio de cobre 09 AWG num total de 28 kg. Cada bobina foi construída com 18 camadas de 14 espiras enroladas em um carretel de alumínio com aproximadamente 3mm de espessura. Um corte foi realizado em cada carretel para evitar a circulação de corrente induzida pela variação de campo durante a medida. O corte foi preenchido com epóxi para garantir resistência estrutural ao conjunto. Detalhes adicionais são apresentados na Tabela 1.

Para as bobinas de gradiente foram usinados carretéis de fenolite com diâmetro externo 10 mm e espessura 2 mm. A Tabela 2 mostra as características básicas das bobinas de gradiente.

Para alimentar as bobinas de campo magnético, foi utilizada uma fonte de corrente programável da marca KEPCO modelo BOP 20-20M. Esta fonte fornece voltagem de saída

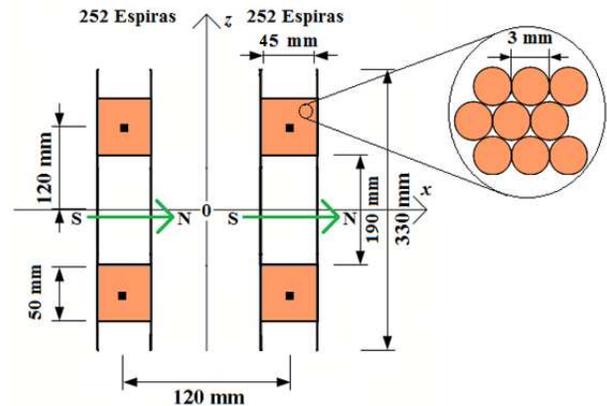


Figura 4: Bobinas de Helmholtz utilizadas no magnetômetro. As setas verdes mostram os sentidos dos campos magnéticos nas bobinas, quando as correntes elétricas estão no mesmo sentido.

Características	Valores
Resistência Elétrica das bobinas em ( $\Omega$ )	1,05
Corrente máxima para o fio (A)	20
Campo máximo com as bobinas em série (Oe)	340
Resolução em campo magnético aplicado (Oe)	0,1

Tabela 1: Características das bobinas de Helmholtz

Características	Valores
Resistência Elétrica das bobinas em ( $\Omega$ )	226,6
Corrente máxima para o fio (mA)	9,0
Indutância das bobinas em série (mH)	12,84
Capacitância das bobinas em série ( $\mu$ F)	1,45
Frequência de ressonância das bobinas em série (Hz)	1166,4
Gradiente de Campo com 1 V aplicado nas bobinas em série (Oe/cm)	3,65

Tabela 2: Características das bobinas de gradiente

entre -20 V até +20 V (com passo de 5 mV) e corrente de saída no intervalo de -20 a +20 A (com passo de 5 mA). Ela pode ser operada (manualmente ou via computador) tanto no modo voltagem quanto no modo corrente [5].

A medida do sinal produzido pelo sistema eletromecânico foi feita por um Amplificador Lock-in digital modelo SR830 da empresa *Stanford Research Systems*. Ambos, amplificador lock-in e fonte de corrente, permitem o controle remoto via cabo GPIB, através das linguagens de programação PYTHON 2.7.3 ou C++ [5,6].

O sensor do magnetômetro montado neste trabalho é composto de duas folhas de material piezoelétrico cerâmico separados por uma folha de latão ou FeNi. Todas as partes são isoladas eletricamente uma da outra. Neste trabalho testamos dois tipos de sensores piezoelétricos bimorfos: PZT-5J e PZT-5H (PZT:  $PbZn_xTi_{1-x}O_3$  com  $0 < x < 1$ ), produzidos pela empresa Steiner & Martins Inc. Os melhores resultados foram obtidos com o sensor PZT-5J, mostrado na Figura 5[8].

A Figura 6 mostra a haste utilizada durante a montagem do

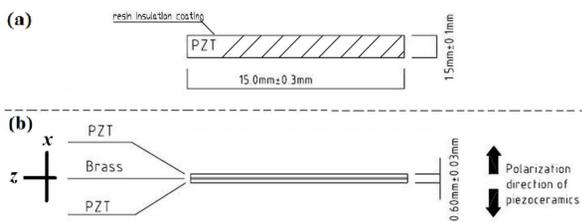


Figura 5: Transdutor piezoelétrico PZT-5J utilizado neste trabalho, todas as dimensões na Figura estão em mm. (a) As dimensões de comprimento e largura, já (b) contém a espessura e direção de polarização das cerâmicas[8].

magnetômetro. Várias dimensões de hastes foram utilizadas e os melhores resultados foram obtidos com as dimensões: 0,8 mm de diâmetro e 90 mm de comprimento conectada ao piezoelétrico PZT-5J por epoxi ou cola do tipo de secagem ultra-rápida. A amostra é fixada com graxa de vácuo, eventualmente reforçada com fita de teflon.

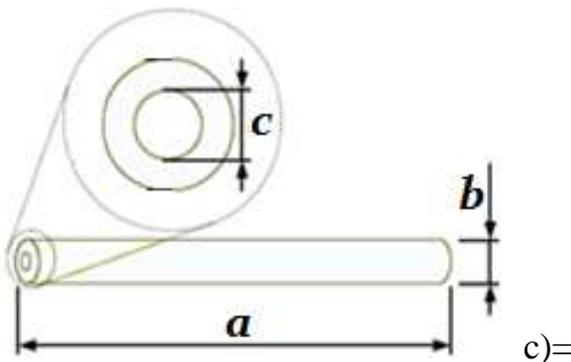


Figura 6: Haste não magnética utilizada, ela é feita de vidro borossilicato. Os melhores resultados foram obtidos com as dimensões (a, b, c) = (90 mm, 0,8 mm e 0,1 mm)

Com a montagem acima descrita foi realizada uma varredura em frequência na faixa 1 Hz-5 kHz para determinar as frequências de ressonância e escolher o ponto de operação do magnetômetro. O resultado é apresentado na Figura 7, na qual podem ser observados quatro picos de ressonância: 108 Hz, 356 Hz, 1.063 Hz e 2.164 Hz. Destes, o que apresenta mais estabilidade é o pico em 2.164 Hz, que atinge uma amplitude de sinal igual  $230 \mu\text{V}$  com um sinal de 1 Vrms aplicado nas bobinas de gradiente. Nesta frequência, a flutuação do sinal é menor do que 1% nas condições da montagem.

No inserto da Figura 7 podem ser observados mais detalhes do pico de ressonância em 2.164 Hz com dois valores de amplitude de onda senoidal aplicada sobre as bobinas de gradiente.

Para controlar o experimento, foi utilizado um software escrito na linguagem de programação Python 2.7.3, padrão de junho de 2011. Esta é uma linguagem orientada a objeto, sendo que em Python todos os dados são considerados objetos (ou seja, qualquer variável possui um valor e um conjunto de operações associadas)[9].

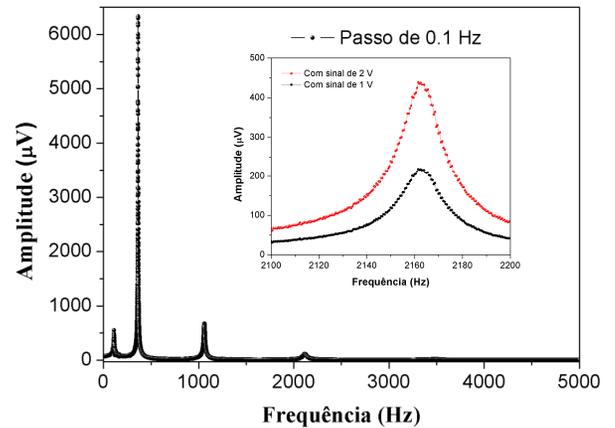


Figura 7: Varredura em frequência de 1 até 5.000 Hz, com o passo de 0,1 Hz

#### 4. RESULTADOS

Para testar o magnetômetro foram realizadas medidas de curvas de  $M \times H$  para uma série de amostras nanoestruturadas produzidas no CBPF. Para todas as medidas aqui apresentadas, foi utilizada uma varredura de campo  $+300\text{Oe} \rightarrow -300\text{Oe} \rightarrow +300\text{Oe}$ . No que segue, será feita uma breve descrição de cada amostra e apresentada a curva de magnetização correspondente.

**Amostra 1.** Multicamada magnética  $Ta(2 \text{ nm})/[Py(10 \text{ nm})Ag(0,5 \text{ nm})] \times 50/Ta(2 \text{ nm})$  sobre substrato de Si(100) com 0,50 mm de espessura. Esta amostra foi produzida no Laboratório de Superfícies e Nanoestruturas do CBPF. A espessura total de material magnético (Py=permalloy) é de 500 nm. A curva de  $M \times H$  para esta amostra está apresentada na Figura 8.

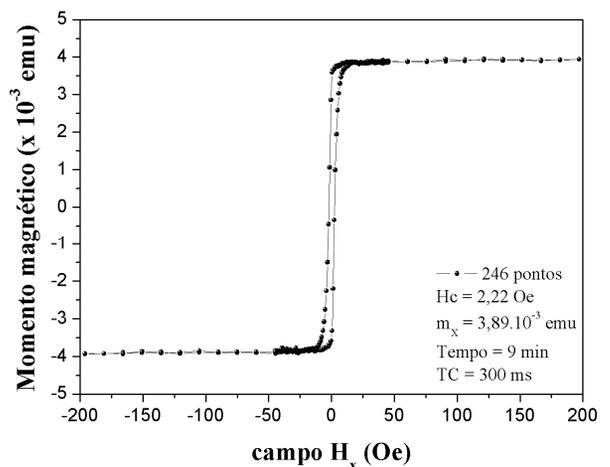


Figura 8: Curva de magnetização do filme com 500nm de espessura total de Py. O momento magnético de saturação é  $3,89 \times 10^{-3}$  emu. Tempo de medida: 9 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 1 V. Número de pontos: 246.

**Amostra 2.** Filme fino de Py(50 nm) sobre um substrato de Si(100) com espessura 0,50 mm. Dimensões: 3,2 mm de

comprimento e 2,75 mm de largura. A curva de  $M \times H$  para esta amostra está apresentada na Figura 9.

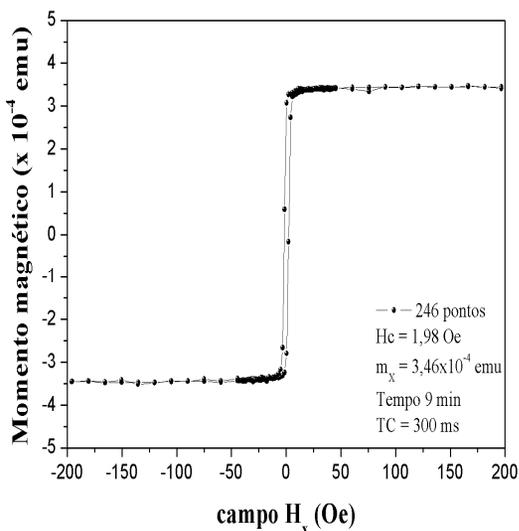


Figura 9: Curva de magnetização do filme com 50 nm espessura de permalloy. O momento magnético de saturação é  $3,46 \times 10^{-4}$  emu. Tempo de medida: 9 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 1 V. Número de pontos: 246

Amostra 3. Filme fino de permalloy com espessura 5 nm sobre um substrato de Si(100) de 0,50 mm de espessura. Dimensões: 2,8 mm de comprimento e 2,1 mm de largura. A curva de  $M \times H$  para esta amostra está apresentada na Figura 10.

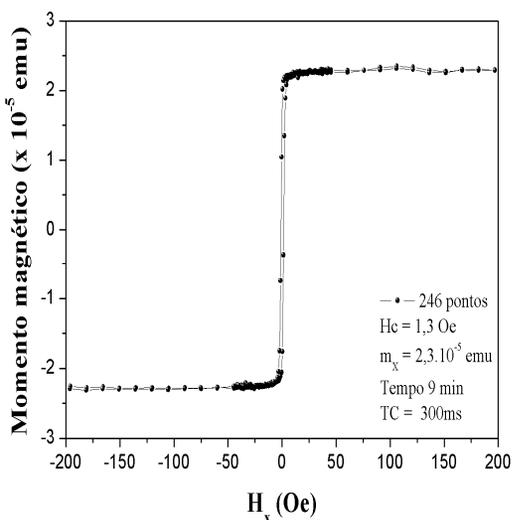


Figura 10: Curva de magnetização do filme de 50 nm de permalloy. O momento magnético de saturação é  $3,46 \times 10^{-4}$  emu. Tempo de medida: 9 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 1 V. Número de pontos: 246

Amostra 4. Válvula de spin com estrutura de  $Ta(2 \text{ nm})/Py(20 \text{ nm})/Cu(25 \text{ nm})/Py(20 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(2 \text{ nm})$  depositada sobre Si (100) com 0,50mm de espes-

sura. O resultado obtido para esta amostra está apresentado na Figura 11.

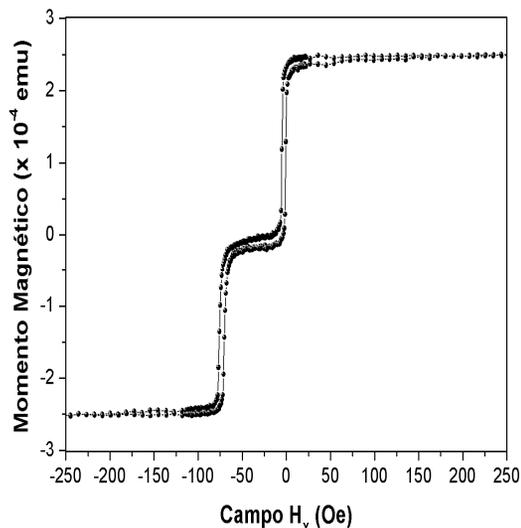


Figura 11: Curva de histerese de uma válvula de spin com duas camadas Py com 20 nm de espessura. Tempo de medida: 16 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V. Número de pontos: 392

Amostras 5 e 6. Redes de micro objetos magnéticos. Foram medidas duas estruturas deste tipo: um conjunto de discos (Figura 12) e um conjunto de elipses (Figura 13), que foram confeccionadas sobre substrato de  $Si/SiO_2$  com uma área  $4 \times 4 \text{ mm}^2$  através de litografia por feixe elétrons. Cada disco da rede possui diâmetro circular de  $1,224 \mu\text{m}$  com espessura 50 nm de Py e separados por 800 nm. Já as elipses têm dimensões de eixo maior  $2,557 \mu\text{m}$ , eixo menor  $1,474 \mu\text{m}$  e espessura de 50 nm de Py. As curvas de magnetização das amostras apresentam a assinatura da estrutura de vórtices magnéticos presentes neste tipo de material.

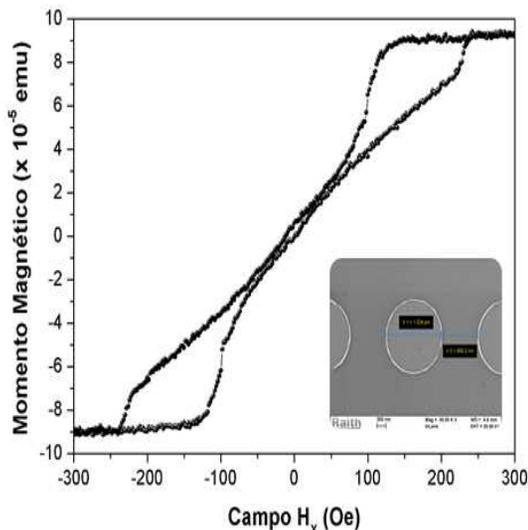


Figura 12: Curva de magnetização de vórtices obtida em uma estrutura de discos nanoestruturados de Py. Número de pontos: 802. Tempo de medida: 52 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V

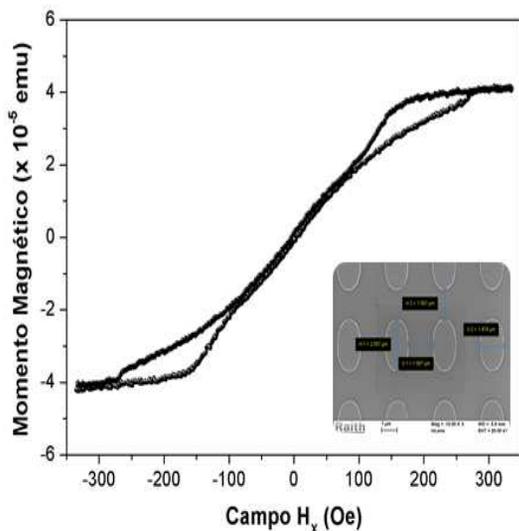


Figura 13: Curva de magnetização de vórtices obtida em estrutura de elipses nanoestruturadas de Py. Número de pontos: 802. Tempo de medida: 52 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V

## 5. DISCUSSÃO E CONCLUSÕES

Os resultados obtidos mostraram que o magnetômetro de gradiente alternado construído possui sensibilidade aproximada de  $10^{-7}$  emu para medidas de momento magnético e é capaz de realizar medidas nos materiais nanoestruturados com rapidez (tempo típico para obtenção de uma curva  $M \times H$  de cerca de 10 min) quando comparados com os tempos típicos para realização de medidas similares em magnetômetros do tipo VSM e SQUID. O circuito magnético com bobinas de Helmholtz permite a caracterização de materiais magnéticos macios e a determinação de campos coercivos com boa resolução. Esta pode ser melhorada utilizando-se conversores analógico-digitais com resolução melhor que os 16 bits da fonte Kepco utilizada. O circuito de excitação pode ainda ser substituído por um eletroímã, o que permite a caracterização de materiais nanoestruturados com campos coercivos e campos de saturação mais altos.

- 
- [1] FLANDERS, P. J. An alternating-gradient magnetometer (invited). *J. Appl. Phys.*, v. 63, n. 8, p. 3940, 1988.
- [2] TAKEUCHI, A. Y. *Técnicas de Medidas Magnéticas*, Coleção CBPF - Tópicos de Física. São Paulo: Editora Livraria da Física, 2010. ISBN 9788578610593.
- [3] ROOS, W. et al. High sensitivity vibrating reed magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, v. 51, n. 5, p. 612-613, 1980. ISSN 10.1063/1.1136264.
- [4] FLANDERS, P. J.; GRAHAM, C. D. J. DC and low-frequency magnetic measurement techniques. *Rep. Prog. Phys.*, v. 56, n. 3, p. 431-492, 1993. DOI: 10.1088/0034-4885/56/3/002.
- [5] KEPKO. Operation and Service Manual - BOP Full Rack Power Supply. New York: [s.n.], 1999. 70 p.
- [6] STANFORD RESEARCH SYSTEMS. DSP Lock-In Amplifier - Model SR830. Sunnyvale: [s.n.], 1993 (Revision 2006). 178p.
- [7] ALBUQUERQUE, M. P. D. et al. O Amplificador Lock-in. Rio de Janeiro. 2008.
- [8] STEINER & MARTINS. STEMIC PIEZOELECTRIC CERAMIC SOLUTIONS. <http://www.steminc.com/>. Acesso em: 10 Setembro 2011.
- [9] BORGES, L. E. Python para Desenvolvedores. 2ª ed. ed. Rio de Janeiro: 2010. ISBN 978-85-909451-1-6.