



CENTRO BRASILEIRO DE PESQUISAS FÍSICAS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**DESENVOLVIMENTO DE UM MAGNETÔMETRO DE GRADIENTE  
DE CAMPO ALTERNADO DE ALTA SENSIBILIDADE**

**Anderson Gomes Vieira**

**Orientador: Rubem Luis Sommer**

Rio de Janeiro, 19 de Julho de 2013

*Aos meus pais, irmãos e a minha linda esposa*

## **Agradecimentos**

Primeiramente a Deus, por ter me dado vida e saúde, que me concedeu a capacidade para conclusão deste curso.

Em segundo lugar agradeço meus amados pais Venceslau e Deuseni pelo sacrifício e dedicação para que eu pudesse estudar. Aos meus queridos sete irmãos – Antônio Jadson, Aylana Keith, Ana Kelly, Allesson Bruno, Antônio Alexandre, Jady e Andy – pelo carinho, pelo apoio e incentivo dado a mim.

A minha esposa Daniele, sem você minha vida não seria tão bela quanto é agora, pelo amor sincero e verdadeiro que suportou os momentos difíceis ao meu lado e soube me alegrar quando estava deprimido.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Rubem Luis Sommer, a quem sou grato pela oportunidade dada de trabalhar no grupo de Magnetismo Aplicado, pela compreensão e paciência durante este período de trabalho.

E a todos os professores que tive até esta data, pois cada um contribuiu de alguma forma para que eu chegasse até aqui.

Também a todos os amigos do grupo de Magnetismo Aplicado: Roberta, Diego, Marcos, Bruno, Tatiana, Wagner, Gomes e Denise pelo auxílio, por estarem sempre disponíveis quando precisei e por me ensinar o caminho das “pedras” do mestrado.

A todos os amigos do CBPF: as pessoas que trabalham na mecânica, na vidraria e no laboratório de filmes finos. Um sincero obrigado pelas sugestões, e discussões que contribuíram para realização deste trabalho.

## Resumo

Esta dissertação relata o desenvolvimento de um magnetômetro de gradiente de campo alternado ou AGFM (sigla em inglês para: “*Alternating Gradient Field Magnetometer*”) com sensibilidade adequada à caracterização magnética das nanoestruturas típicas fabricadas no LABNANO/CBPF. O magnetômetro desenvolvido apresenta alta resolução em campo magnético e sensibilidade de momento magnético de aproximadamente  $10^{-7}$  emu e opera em temperatura ambiente. Foram utilizados dois tipos de sensores piezoelétricos e desenvolvida o cabeçote de medida e hastes com compõem o sistema eletromecânico ressonante. Os melhores resultados foram obtidos com haste de comprimento 90 mm e diâmetro 0.8 mm operando em 2.164 kHz.

## **Abstract**

This work reports the development of an Alternating Gradient Field Magnetometer with sensitivity suitable to characterize the typical magnetic nanostructures produced at LABNANO/CBPF. The developed magnetometer has high field resolution and is capable of measuring magnetic moments as low as  $10^{-7}$  emu at room temperature. At least two kinds of piezoelectric sensors were used during the project, in order to develop the measuring head and resonant electromechanical unit which were completed by glass or quartz rods. The best results were obtained with 90 mm long, 0.8 mm diameter rods operating at 2.164 kHz.

## Lista de Figuras

<b>Figura 2.1.</b> Momento magnético devido momento angular orbital e intrínseco do elétron [2]. .....	14
<b>Figura 2.2.</b> (a) Amostra ferromagnética. Campo magnético homogêneo atuando sobre uma amostra com momento magnético (b) paralelo e (c) não paralelo. (d) Amostra em um gradiente de campo.....	18
<b>Figura 2.3.</b> (a) Amostra com um domínio e campo magnético ao redor, (b) a mesma com dois domínios e campo diminuindo. (c) Amostra com vários domínios e sem campo.....	19
<b>Figura 2.4.</b> (a) Domínios magnéticos aleatoriamente distribuídos sem campo aplicado e (b) domínios orientados por um campo magnético externo.....	19
<b>Figura 2.5.</b> Curva de magnetização inicial de um ferromagnético. (1-2) movimento reversível e (3) irreversível das paredes de domínios. (4) Rotação coerente da magnetização. ....	20
<b>Figura 2.6.</b> Curva de magnetização de uma amostra ferromagnética e seus parâmetros [2].	21
<b>Figura 2.7.</b> Componentes básicos do VSM. ....	22
<b>Figura 2.8.</b> Componentes de um magnetômetro a Extração montado em um criostato [4]. ...	23
<b>Figura 2.9.</b> Diagrama de blocos de SQUID <i>dc</i> comercial [12]. ....	24
<b>Figura 2.10.</b> Montagem de um magnetômetro de Torque [1]. ....	25
<b>Figura 2.11.</b> Diagrama de blocos da montagem de um Kerr com configuração polar [4]. ....	26
<b>Figura 3.1.</b> Componentes básicos do magnetômetro AGFM [19].-----	28
<b>Figura 3.2.</b> Diagrama com os componentes básicos que compõem o “ <i>Vibrating Reed Magnetometer</i> de Zijlstra”, o primeiro AGFM que se tem notícia [20].....	30
<b>Figura 3.3.</b> Ilustração extraída de “ <i>An Alternating Force Magnetometer</i> ” mostrando o equipamento montado por Reeves, em 1971 [21]. ....	30
<b>Figura 3.4.</b> Diagrama de blocos do até então “ <i>Vibrating Reed Magnetometer</i> ” construído por Roos <i>et al.</i> [18]. ....	31
<b>Figura 3.5.</b> Desenho da visão geral do magnetômetro montado por Flanders e detalhes do sensor de vibração contendo amostra, haste, piezoelétrico, eletrodos e grampo para fixação [15]. ....	32
<b>Figura 3.6.</b> O magnetômetro AGM modelo da série 2900, imagem retirada do catálogo da <i>Princeton Measurements Corp.</i> [26]. ....	33
<b>Figura 3.7.</b> Gráfico da frequência de ressonância fundamental das hastes em função do comprimento das mesmas, com três materiais diferentes. ....	34

<b>Figura 3.8.</b> Gráfico da frequência de ressonância fundamental dos transdutores piezoelétricos (PZT-5J e PZT-5H) em função do comprimento. ....	35
<b>Figura 3.9.</b> Comportamento da frequência ressonante do conjunto amostra, haste e piezoelétrico com o aumento da razão de massa da amostra e da haste pela massa do piezoelétrico.....	36
<b>Figura 3.10.</b> Típica voltagem de saída em fase e quadratura em função da frequência do gradiente de campo alternado sobre a amostra, durante uma ressonância [15, 27].....	38
<b>Figura 3.11.</b> Gráfico contendo as interferências e ruídos elétricos presentes em qualquer medição que envolve sinais eletromagnéticos [28]. ....	40
<b>Figura 3.12.</b> Dimensões das bobinas de Helmholtz, com vista frontal e lateral.....	41
<b>Figura 3.13.</b> Bobinas de Helmholtz com detalhes de sua montagem. As setas verdes mostram os sentidos dos campos magnéticos nas bobinas, quando as correntes elétricas estão no mesmo sentido. ....	43
<b>Figura 3.14.</b> Diagrama contendo as bobinas de Helmholtz e os componentes necessários para sua caracterização. ....	43
<b>Figura 3.15.</b> Gráfico que compara valores calculados (em preto) e medidos (em vermelho) do campo magnético produzido pelas bobinas de Helmholtz em função da corrente elétrica. ....	44
<b>Figura 3.16.</b> Campo magnético ao longo do eixo que passa pelo centro das duas bobinas. ...	44
<b>Figura 3.17.</b> Gráfico do campo magnético medido ao longo do eixo que passa pelo centro das duas bobinas. ....	45
<b>Figura 3.18.</b> Fonte de corrente utilizada para gerar e controlar o campo magnético uniforme. ....	46
<b>Figura 3.19.</b> Dimensões das bobinas campo magnético alternado, as setas verdes apontam os sentidos dos campos magnéticos gerados pelas bobinas. ....	47
<b>Figura 3.20.</b> Gráfico que apresenta a produção de campo de uma bobina de gradiente, tanto a calculada quanto à encontrada medida. ....	48
<b>Figura 3.21.</b> O Comportamento do gradiente de campo em função da posição em relação às bobinas de excitação. ....	49
<b>Figura 3. 22.</b> Diagrama simplificado do amplificador lock-in [32]. ....	50
<b>Figura 3.23.</b> Diagrama de bloco do funcionamento do amplificador lock-in SR830 [31]. ....	51
<b>Figura 3.24.</b> As dimensões de um filme fino de <i>permalloy</i> com seu substrato de silício (100). ....	52

<b>Figura 3.25.</b> As espessuras de uma amostra com multicamadas de filmes com a composição de Ta(2 nm)/[Py(10 nm)Ag(0,5 nm)]x50/Ta(2 nm).....	53
<b>Figura 3.26.</b> Primeiro transdutor piezoelétrico (PZT-5H) utilizado neste trabalho, todas as dimensões na figura estão em mm. (a) As dimensões de comprimento e largura, já (b) contém a espessura os dados dos fios [34].....	53
<b>Figura 3.27.</b> Segundo 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 [34]. .....	54
<b>Figura 3.28.</b> (a) O bimorfo está sendo sujeitado a uma deformação e que a tal está associada uma voltagem. (b) É aplicada uma voltagem ao bimorfo que produz uma deformação. ....	54
<b>Figura 3.29.</b> As hastes não magnéticas utilizadas durante a montagem do AGFM. Todas são de vidro borossilicato. ....	56
<b>Figura 3.30.</b> O cilindro amarelo (de latão) e o cilindro cinza (de aço inox não magnéticas) são necessários para unir o suporte do piezoelétrico aos posicionadores.....	57
<b>Figura 3.31.</b> Medidas físicas do suporte do piezoelétrico (de latão). Foram construídos dois iguais para serem utilizados alternadamente. ....	58
<b>Figura 3.32.</b> Posicionador modelo translador horizontal TX2-120.40 da OPTRON, que são usados na montagem.....	58
<b>Figura 3.33.</b> Diagrama de blocos da montagem completa do AGFM, com destaque aos componentes (caixa de areia, rack e cordas) que protegem da ação de sinais espúrios. ....	59
<b>Figura 3.34.</b> Fotografia da versão definitiva do AGFM.....	60
<b>Figura 3.35.</b> Fluxograma do programa de controle do magnetômetro AGFM. ....	62
<b>Figura 4.1.</b> Varredura em frequência de 1 até 1000 Hz, com o passo de 0,1 Hz. Usando H1 e o PZT-5J. ....	64
<b>Figura 4.2.</b> Varredura em frequência de 390 até 400 Hz, com passo de 0,1 Hz. Da primeira haste com o piezoelétrico PZT-5J. ....	65
<b>Figura 4.3.</b> Varredura em frequência de 1 até 1000 Hz, com o passo de 1 Hz. Usando H2 e o PZT-5H.....	66
<b>Figura 4.4.</b> Varredura em frequência de 90 até 110 Hz, com passo de 0,1 Hz. Da H2 com o piezoelétrico PZT-5H. ....	66
<b>Figura 4.5.</b> Varredura em frequência de 1 até 5000 Hz, com o passo de 0,1 Hz. Usando H3 e o PZT-5J. ....	67

<b>Figura 4.6.</b> Varredura em frequência de 2000 até 2200 Hz, com passo de 0,5 Hz. Da H3 com o piezoelétrico PZT-5J.....	67
<b>Figura 4.7.</b> Medida do momento magnético em função do campo aplicado na multicamada com espessura total de 500 nm de Py e área 3,35x2,9mm <sup>2</sup> , com o sistema 1. ....	68
<b>Figura 4.8.</b> Medida do momento magnético em função do campo aplicado na multicamada com espessura total de 500 nm de Py e área 3,35x2,9mm <sup>2</sup> , com o sistema 2. ....	69
<b>Figura 4.9.</b> Medida do momento magnético em função do campo aplicado na multicamada com espessura total de 500 nm de Py e área 3,35x2,9mm <sup>2</sup> , com o sistema 3. ....	69
<b>Figura 4.10.</b> Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 50 nm e área 3,2x2,7mm <sup>2</sup> , com o sistema 1.....	70
<b>Figura 4.11.</b> Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 50 nm e área 3,2x2,7 mm <sup>2</sup> , com o sistema 2.....	71
<b>Figura 4.12.</b> Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 50 nm e área 3,2x2,7mm <sup>2</sup> , com o sistema 3.....	71
<b>Figura 4.13.</b> Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 5 nm e área 2,8x2,1 mm <sup>2</sup> , com o sistema 1.....	72
<b>Figura 4.14.</b> Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 5 nm e área 2,8x2,1 mm <sup>2</sup> , com o sistema 2.....	72
<b>Figura 4.15.</b> Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 5 nm e área 2,8x2,1 mm <sup>2</sup> , com o sistema 3.....	73
<b>Figura 4.16.</b> Curva de histerese de um SAF. Tempo de medida: 16 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V. Número de pontos: 402.....	74
<b>Figura 4.17.</b> Curva de histerese de uma válvula de spin com duas camadas de 20 nm de Py. Tempo de medida: 16 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V. Número de pontos: 392. ....	75
<b>Figura 4.18.</b> Curva de histerese de uma válvula de spin com duas camadas de Py: uma de 20 nm e outra de 10nm. Tempo de medida: 16 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V. Número de pontos: 392.....	75
<b>Figura 4.19.</b> Curva de magnetização de estrutura de microdiscos. Número de pontos: 802. Tempo de medida: 52 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V.....	76
<b>Figura 4.20.</b> Curva de magnetização obtida de estrutura de microelipses. Número de pontos: 802. Tempo de medida: 52 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V.	76

<b>Figura 4.21.</b> Curva de magnetização com um filme de 3 nm de espessura de Py realizada com um AGFM comercial [26]. .....	77
<b>Figura 4.22.</b> Medida de magnetização com um filme de 5 nm de espessura de Py realizada com o AGFM construído, a área da amostra é 5,88 mm <sup>2</sup> . Número de pontos: 81. ....	78
<b>Figura 4.23.</b> Medida para calcular a sensibilidade do AGFM. ....	79

## Lista de Tabelas

<b>Tabela 2.1.</b> Os principais comportamentos magnéticos com suas respectivas susceptibilidade e permeabilidade [5, 6]. .....	17
<b>Tabela 2.2.</b> Grupos de Magnetômetros e os seus respectivos membros [4]. .....	21
<b>Tabela 3.1.</b> Lista de enumerada dos autores dos magnetômetro citados na tabela 3.2, seguindo uma ordem cronológica. ....	29
<b>Tabela 3.2.</b> Lista de alguns de tipos de AGFM desenvolvidos e suas características principais, que podem ser encontrados na literatura [15, 18, 20, 21, 17, 22, 23, 24]......	29
<b>Tabela 3.3.</b> Valores de pressão sonora com seus respectivos níveis em decibéis, quanto maior a pressão sonora maior o ruído sonoro sobre o sensor de vibração [6]. .....	39
<b>Tabela 3.4.</b> Especificações Básicas da Fonte KEPCO [30]......	45
<b>Tabela 3.5.</b> Dados elétricos e dimensionais das bobinas de gradiente montadas para o AGFM. ....	47
<b>Tabela 3.6.</b> Especificações do amplificador Lock-in SR830 [31]......	50
<b>Tabela 3.7.</b> Especificações e propriedades dos piezoelétricos utilizados [34]. ....	55
<b>Tabela 7.1.</b> Relação das unidades magnéticas presentes no SI e no CGS. ....	84
<b>Tabela 7.2.</b> Propriedades sobre os piezoelétricos utilizados.....	85

# Índice

RESUMO	3
ABSTRACT	4
LISTA DE FIGURAS	5
LISTA DE TABELAS	10
<b>1 Introdução</b>	<b>12</b>
<b>2 Magnetismo e Magnetometria</b>	<b>14</b>
2.1 Momento magnético e magnetização .....	14
2.2 Campos magnéticos e tipos de materiais magnéticos .....	15
2.3 Interação entre o campo magnético e a amostras magnéticas.....	17
2.4 Domínios magnéticos.....	18
2.5 Medidas magnéticas .....	19
2.6 Magnetômetros .....	21
<b>3 Montagem do Magnetômetro de Gradiente de Campo Alternado (AGFM)</b>	<b>27</b>
3.1 AGFM e seus componentes .....	27
3.2 Componentes e características .....	40
3.3 Software de controle .....	60
<b>4 Resultados e Discussões</b>	<b>63</b>
4.1 Medidas de frequências ressonantes .....	63
4.2 Teste de sensibilidade .....	68
4.3 Medidas de amostras diversas .....	73
4.4 Comparação com um AGFM comercial .....	77
<b>5 Conclusões e perspectivas para a continuação do trabalho</b>	<b>80</b>
<b>6 Referências Bibliográficas</b>	<b>81</b>
<b>7 Anexos</b>	<b>84</b>
7.1 Anexo 1: Unidades Magnéticas .....	84
7.2 Anexo 2: Dados dos Piezoelétricos .....	85

# 1. Introdução

Uma caracterização magnética dos filmes finos produzidos no CBPF faz-se necessário o uso de instrumentos com alta sensibilidade de momento magnético, tais como o SQUID e o PPMS/VSM. Porém, estes exigem muito tempo de medida e ainda possuem outro fator de complicação que é a dependência de refrigeração por Hélio líquido (He), elevando assim o custo de manutenção e operação já que o Hélio líquido é um insumo de difícil aquisição. Por este motivo há uma limitação na utilização destes instrumentos, tornando necessária a obtenção de um novo magnetômetro capaz de realizar medidas com sensibilidade de momento magnético próximo a  $10^{-10}$  A.m<sup>2</sup> (ou  $10^{-7}$  emu) e sem uso de líquidos criogênicos – Hélio e Nitrogênio – para refrigerá-lo em temperatura ambiente.

O desenvolvimento de um magnetômetro AGFM que consiga realizar medições com sensibilidade magnética operando com temperatura ambiente, tornou-se uma opção interessante e com boas chances de êxito por causa do baixo custo que a construção do AGFM, principalmente em laboratório de pesquisa em magnetismo, já que este possui boa parte dos módulos necessários.

O AGFM possibilita a realização de medidas de propriedades magnéticas de filmes finos com baixo momento magnético  $10^{-10}$  A.m<sup>2</sup> ( $10^{-7}$  emu), com significante velocidade (poucos minutos) e sem as limitações dos magnetômetros SQUID e PPMS/VMS.

Este trabalho tem por objetivo construir um Magnetômetro Gradiente de Campo Alternado, com sensibilidade de momento magnético de  $10^{-10}$  A.m<sup>2</sup> ( $10^{-7}$  emu) e operando em temperatura ambiente, para fim de obter propriedades magnéticas de amostras nanoestruturadas confeccionadas pelos laboratórios do CBPF.

Caso seja alcançado o objetivo, apenas magnetômetros SQUID comerciais terão maior sensibilidade que o AGFM construído.

Esta dissertação está organizada como segue:

No capítulo 2 são revisados conceitos básicos sobre campos magnéticos, magnetismo na matéria, medidas magnéticas e magnetômetros. No capítulo 3 apresentamos o magnetômetro AGFM com seus componentes, a teoria necessária para realizar as medidas com ele e o software preparado para as medidas no magnetômetro. No capítulo 4 são apresentados e discutidos os resultados obtidos com o AGFM, como as frequências de

ressonância e medidas de filmes finos nanoestruturados. No capítulo 5 apresentamos as conclusões do trabalho e as perspectivas para continuação do trabalho. Nos anexos apresentamos dados complementares como unidades magnéticas, estimativa de custos para montagem do instrumento e detalhes do software de controle do AGFM.

## 2. Magnetismo e a Magnetometria

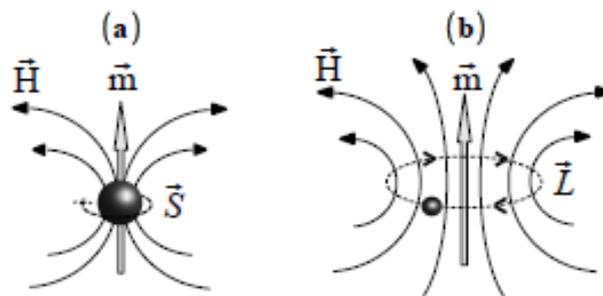
### 2.1 Momento magnético e magnetização

Propriedades magnéticas dos materiais estão diretamente relacionadas as estruturas atômicas dos mesmos, pois as partículas elementares (prótons, elétrons e nêutrons) possuem grandeza magnética chamada de momento de dipolo magnético (momento magnético). Momento magnético é conhecido como a porção magnética elementar, em física do estado sólido, que está associada à geração de campo magnético. Momentos magnéticos surgem por causa do momento angular intrínseco (spin) de cada elétron e do momento angular orbital dos elétrons desemparelhados [1,2]. A figura 1 mostra o spin e o momento orbital do elétron. O núcleo do átomo também possui momento magnético, mas é muito menor em relação ao momento magnético produzido pelo elétron [1,2]. As expressões para os momentos magnéticos de spin e orbital são dadas por:

$$\vec{m}_{spin} = - \left( \frac{e}{m_e} \right) \vec{S}, \quad (2.1)$$

$$\vec{m}_{orbital} = - \left( \frac{e}{2m_e} \right) \vec{L}, \quad (2.2)$$

onde  $e$  é a carga elétrica do elétron,  $m_e$  é a massa do elétron,  $\vec{S}$  é momento angular intrínseco e  $\vec{L}$  é o momento angular orbital. Segundo o Sistema Internacional de unidades (SI) momento magnético é representada pela razão A.m<sup>2</sup> (ampere vezes metro quadrado) e pelo sistema Gaussiano (CGS) emu é usada para expressar momento magnético [3, 4].



**Figura 2.1.** Momento magnético devido momento angular orbital e intrínseco do elétron [2].

O momento magnético total em um átomo resulta da soma dos momentos de spin e orbital. Macroscopicamente, uma amostra magnética tem um momento magnético total que é dado pela soma dos momentos magnéticos dos átomos  $\vec{m}_i$  distribuídos ao longo do seu volume  $V$  [5, 6, 7]:

$$\vec{m}_t = \sum \vec{m}_i, \quad (2.3)$$

Momento magnético é uma grandeza extensiva do ponto de vista da termodinâmica. A densidade de momentos magnéticos em um determinado volume é a grandeza magnética conhecida como magnetização. A magnetização  $\vec{M}$  é uma grandeza intensiva, que se relaciona ao momento por [5, 6, 7]:

$$\vec{M} = \frac{\vec{m}_t}{V}. \quad (2.4)$$

A unidade A/m é usada como padrão de medida de magnetização no SI, enquanto emu/cm<sup>3</sup> é utilizado como padrão no CGS.

## 2.2 Campos magnéticos e tipos de materiais magnéticos

O campo magnético é uma grandeza da física, em geral, descrita pelo conjunto de linhas de forças no espaço em torno da fonte de campo. As fontes de campo macroscópico são: momentos magnéticos (caso do ímã), que geram um campo permanente, e correntes elétricas em meios condutores, que geram campo controlável e diretamente proporcional a corrente elétrica envolvida. Três grandezas magnéticas estão relacionadas ao campo magnético em meios materiais: a intensidade de campo  $\vec{H}$ , a indução magnética  $\vec{B}$  e a magnetização  $\vec{M}$ .

Vetor intensidade de campo  $\vec{H}$  não depende do meio e o cálculo de  $\vec{H}$  produzido por um fio conduzindo uma corrente  $I$  é dado pela lei de Biot-Savart:

$$\vec{H} = \frac{I}{4\pi} \oint \frac{d\vec{l} \times \vec{r}}{|\vec{r}|^3}, \quad (2.5)$$

onde  $d\vec{l}$  é uma parte infinitesimal do fio e  $r$  é a distância entre o fio e o ponto de medida do campo. A unidade utilizada como padrão: no SI é ampere por metro (A/m) e no CGS é oersted (Oe).

Já o vetor indução magnética  $\vec{B}$  depende do meio e o cálculo de  $\vec{B}$  para um fio conduzindo corrente segundo a lei de Biot-Savart:

$$\vec{B} = \frac{\mu_0 I}{4\pi} \oint \frac{d\vec{l} \times \vec{r}}{|\vec{r}|^3}, \quad (2.6)$$

onde  $d\vec{l}$  é uma parte infinitesimal do fio e  $r$  é a distância entre o fio e o ponto de medida do campo. As unidades utilizadas como padrão: no SI é tesla (T) e no CGS é gauss (G).

A magnetização já foi vista na seção anterior. As três grandezas  $\vec{B}$ ,  $\vec{H}$  e  $\vec{M}$  em um meio estão associadas pelas equações:

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}), \quad (\text{SI}) \quad (2.7)$$

$$\vec{B} = \vec{H} + 4\pi\vec{M}, \quad (\text{CGS}) \quad (2.8)$$

Ao aplicar um campo magnético  $\vec{H}$  em uma amostra magnética, sua magnetização  $\vec{M}$  será proporcional ao campo  $\vec{H}$ , como mostra a equação [6]:

$$\vec{M} = \chi \vec{H}, \quad (2.9)$$

onde  $\chi$  é a susceptibilidade magnética da amostra. Além da susceptibilidade, outro parâmetro usado para a resposta magnética da matéria à presença de campo magnético é a permeabilidade magnética do meio  $\mu$ . Utilizando as equações (2.7) e (2.9) encontra-se a expressão de permeabilidade no SI [6]:

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) = \mu_0 (1 + \chi) \vec{H} \equiv \mu \vec{H}; \quad (2.10)$$

$$\mu = \mu_0(1 + \chi) \equiv \mu \rightarrow \mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} = 1 + \chi, \quad (2.11)$$

onde  $\mu_0$  é a permeabilidade magnética do vácuo e  $\mu_r$  é a permeabilidade relativa ao material que está relacionado a susceptibilidade como visto na (2.9). Todavia, adotando o sistema CGS, a relação entre  $\mu_r$  e  $\chi$  terá uma pequena mudança para  $\mu_r = 1 + 4\pi\chi$  [6].

A classificação dos materiais segundo suas propriedades magnéticas é feita com base na principalmente a susceptibilidade e permeabilidade magnética. A tabela 2.1 contém os três mais conhecidos tipos de materiais magnéticos encontrados na natureza [5, 6].

Material	Susceptibilidade $\chi$	Permeabilidade $\mu_r$
Diamagnético	$< 0$	$< 1$
Paramagnético	$> 0$	$> 1$
Ferromagnético	$\gg 0$	$\gg 1$

**Tabela 2.1.** Os principais comportamentos magnéticos com suas respectivas susceptibilidade e permeabilidade [5, 6].

### 2.3 Interação entre o campo magnético e amostras magnéticas

Amostras de material ferromagnético imersas em campo magnético interagem com o campo e isto acarreta na ação de forças ou torques sobre as amostras, de acordo com o formato do campo e a orientação do momento magnético. E as equações que descrevem as forças  $F_r$  e torques  $T_r$  que atuam na amostra são [1, 2]:

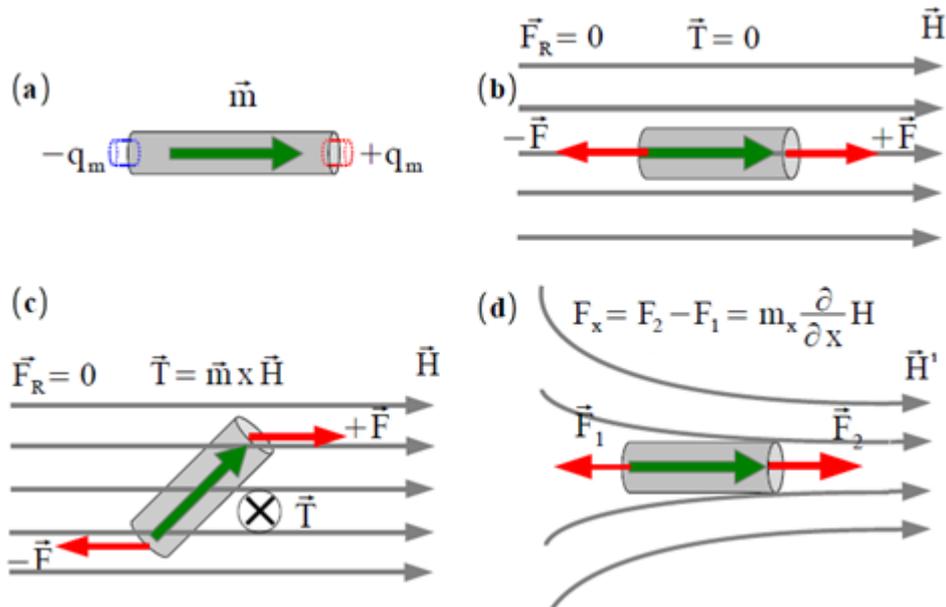
$$\vec{F}_r = \vec{\nabla}(\vec{m} \cdot \vec{H}), \quad (2.12)$$

$$\vec{T}_r = \vec{m} \times \vec{H}, \quad (2.13)$$

onde  $\vec{\nabla}$  é vetor gradiente,  $\vec{m}$  é momento magnético da amostra e  $\vec{H}$  é o campo magnético aplicado na amostra [1].

No caso de amostras cilíndricas (como aquelas presentes na figura 2.2(a)), a descontinuidade de material magnético nas pontas forma algo semelhante a cargas magnéticas  $+q_m$  e  $-q_m$  (apenas um conceito, já que não existe carga magnética monopolar) de mesmo

módulo. A figura 2.2 mostra uma amostra submetida a um campo magnético, com as respectivas forças atuando sobre a amostra nas diferentes situações. No caso da amostra cilíndrica imersa em um campo magnético não homogêneo  $\vec{H}'$ , ou seja, um gradiente de campo magnético ao longo do comprimento da amostra (ver figura 2.4(d)) [1, 2].

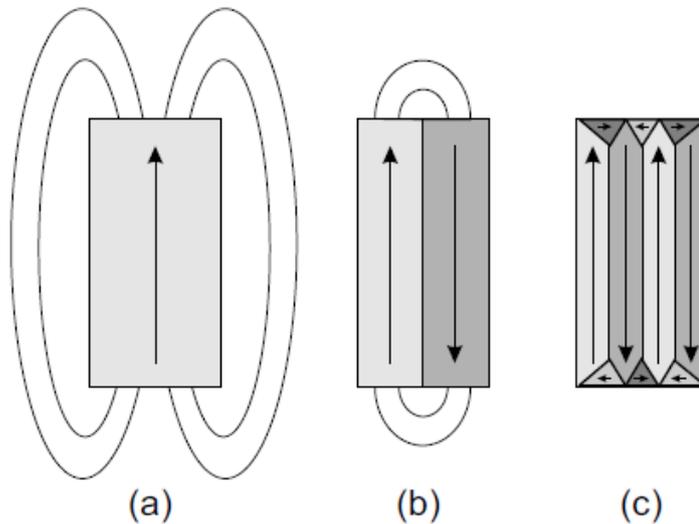


**Figura 2.2.** (a) Amostra ferromagnética. Campo magnético homogêneo atuando sobre uma amostra com momento magnético (b) paralelo e (c) não paralelo. (d) Amostra em um gradiente de campo.

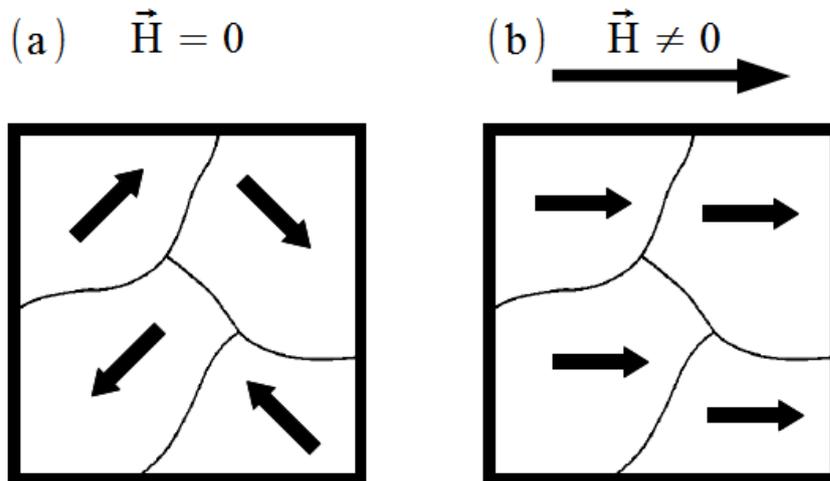
## 2.4 Domínios magnéticos

Materiais ferromagnéticos comportam-se como ímãs quando os momentos magnéticos presentes no seu volume estão alinhados em uma direção e sentido específicos. Quando os momentos estão aleatoriamente distribuídos os materiais não se comportam como ímãs (não apresentam campo magnético). Mesmo neste caso, os materiais ferromagnéticos possuem regiões magnetizadas uniformemente, cujos momentos magnéticos apontando na mesma direção, e são denominadas domínios magnéticos. Estas regiões são separadas por uma interface conhecida como paredes de domínios. Quando um domínio magnético tem orientação magnética diferente de um domínio vizinho, a soma vetorial dos dois domínios implica em uma magnetização global menor que as magnetizações individuais separadas. Deste modo, uma amostra desmagnetizada consiste de vários domínios desordenados (sem orientações preferenciais), sendo que a amostra não está sujeita a campo magnético externo

(ver a figura 2.3) [2]. Ao aplicar campo magnético em amostras desmagnetizadas seus domínios alinham-se na direção do campo aplicado, a figura 2.4 mostra uma amostra desmagnetizada sem e com campo magnético aplicado [2].



**Figura 2.3.** (a) Amostra com um domínio e campo magnético ao redor, (b) a mesma com dois domínios e campo diminuindo. (c) Amostra com vários domínios e sem campo.



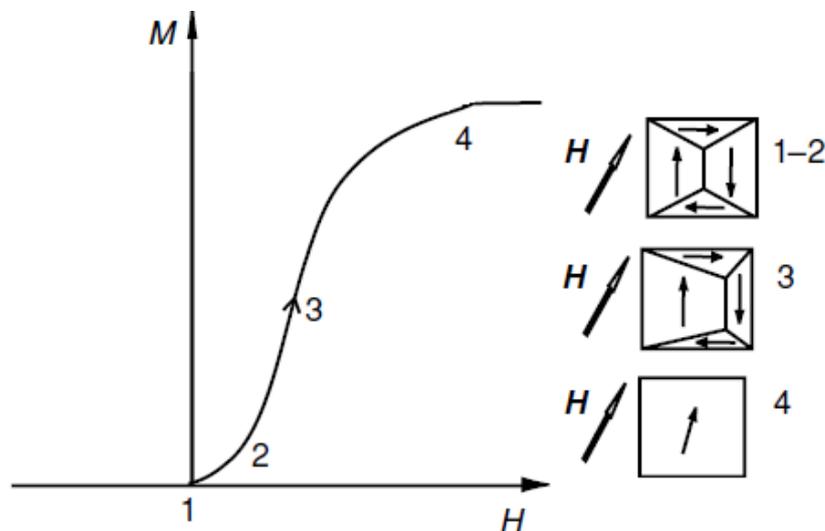
**Figura 2.4.** (a) Domínios magnéticos aleatoriamente distribuídos sem campo aplicado e (b) domínios orientados por um campo magnético externo.

## 2.5 Medidas magnéticas

Um dos métodos de se caracterizar magneticamente uma amostra de material magnético é obtendo a sua curva de magnetização  $\vec{M} \times \vec{H}$  ou também conhecida como o ciclo

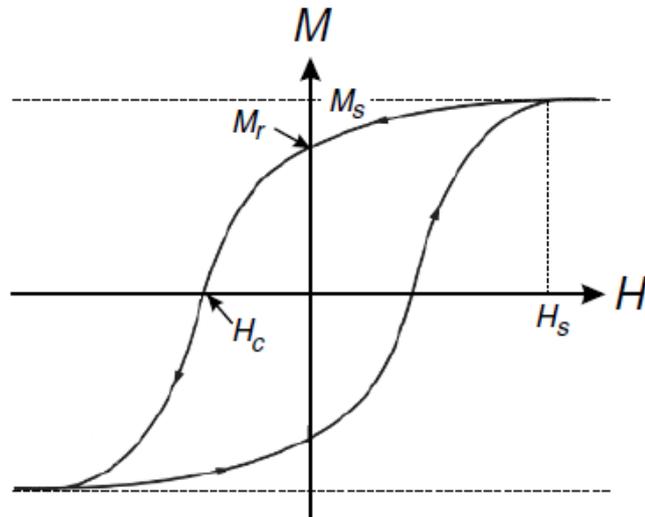
de Histerese, que mede a magnetização  $\vec{M}$  resultante da amostra com aplicação de campo magnético externo  $\vec{H}$  (com valores entre  $-H_{\text{máx}} \leq H \leq H_{\text{máx}}$ ) [1].

O campo magnético externo  $\vec{H}$  aplicado em uma amostra magnética interage com os domínios magnéticos existentes na amostra, o que pode resultar em uma mudança do vetor de magnetização da amostra em relação a sua magnetização anterior, podendo até girar completamente o sentido da magnetização (ver a figura 2.5) [3]. A medida que o campo externo aplicado em uma amostra aumenta, esta atinge um estado em que a configuração dos domínios sofre uma alteração irreversível. A partir deste ponto, por mais que campo diminua os domínios não vão reorganizar-se com a mesma configuração.



**Figura 2.5.** Curva de magnetização inicial de um ferromagnético. (1-2) movimento reversível e (3) irreversível das paredes de domínios. (4) Rotação coerente da magnetização.

Afigura 2.6 apresentam algumas características dos domínios ao longo da curva de magnetização: a primeira é o alinhamento completo dos domínios ou magnetização saturação ( $M_S$ ), isto é, a magnetização alcançou valor máximo; a segunda é a magnetização remanente ( $M_r$ ) que é valor de magnetização restante quando o não há campo externo ( $H=0$ ); a terceira refere-se ao caso em que se aplica um valor de campo  $H \neq 0$  e o valor da magnetização é nulo ( $M=0$ ), este chama-se campo de campo coercivo ( $H_C$ ); a quarta é o valor campo externo ( $H_S$ ) necessário para atingir a magnetização saturação [2].



**Figura 2.6.** Curva de magnetização de uma amostra ferromagnética e seus parâmetros [2].  $M_s$ : magnetização de saturação,  $M_r$ : magnetização remanente,  $H_c$ : campo coercivo e  $H_s$ : campo de saturação.

## 2.6 Magnetômetros

Para caracterizar propriedades magnéticas de materiais é necessário utilizar o instrumento chamado de magnetômetro, que mede o valor de magnetização em função do campo magnético aplicado ( $\vec{M}$  versus  $\vec{H}$ ) em uma determinada temperatura [3, 4].

Existem vários tipos de magnetômetros que possuem diferentes princípios de funcionamento, sensibilidade, velocidade e precisão com operação em temperatura ambiente ou em baixas ou altas temperaturas. Cada magnetômetro atende a uma determinada gama de amostras com respectivos intervalos de campo  $\vec{H}$  [4].

De acordo com o princípio de operação, os magnetômetros se dividem em três grupos: indução magnética, força magnética e outros métodos. Na tabela 2.3 estão separados conforme o grupo do qual cada magnetômetro pertence.

Indução Magnética	Força Magnética	Outros Métodos
VSM	Magnetômetro de Torque	Magnetômetro Kerr
SQUID	AGFM	Magnetômetro Hall
Magnetômetro a Extração	Balança de Faraday	-

**Tabela 2.2.** Grupos de Magnetômetros e os seus respectivos membros [4].

Nos próximos parágrafos segue uma breve descrição das características dos principais magnetômetros mais conhecidos:

### Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)

O princípio de funcionamento do VSM consiste em oscilar uma amostra com frequência e amplitude determinadas induzindo uma voltagem alternada entre bobinas de detecção na configuração de Mallinson [9]. A figura 2.6 mostra o diagrama de blocos de um VSM seguindo a montagem básica do instrumento. Geralmente, não necessita de fornecimento de fluido criogênico para uma operação à temperatura ambiente. É um instrumento versátil e adaptável para funcionar até temperaturas de Hélio líquido [10]. O VSM possui uma simplicidade de funcionamento e uma sensibilidade magnética de  $10^{-5}$  emu. Este magnetômetro foi criado por S. Foner em 1955 [10].

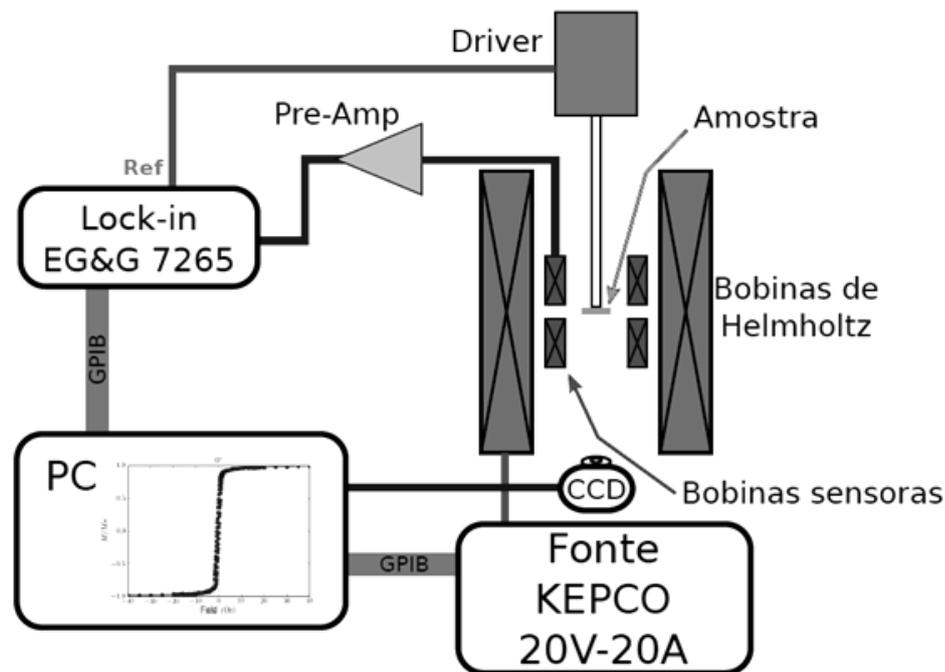
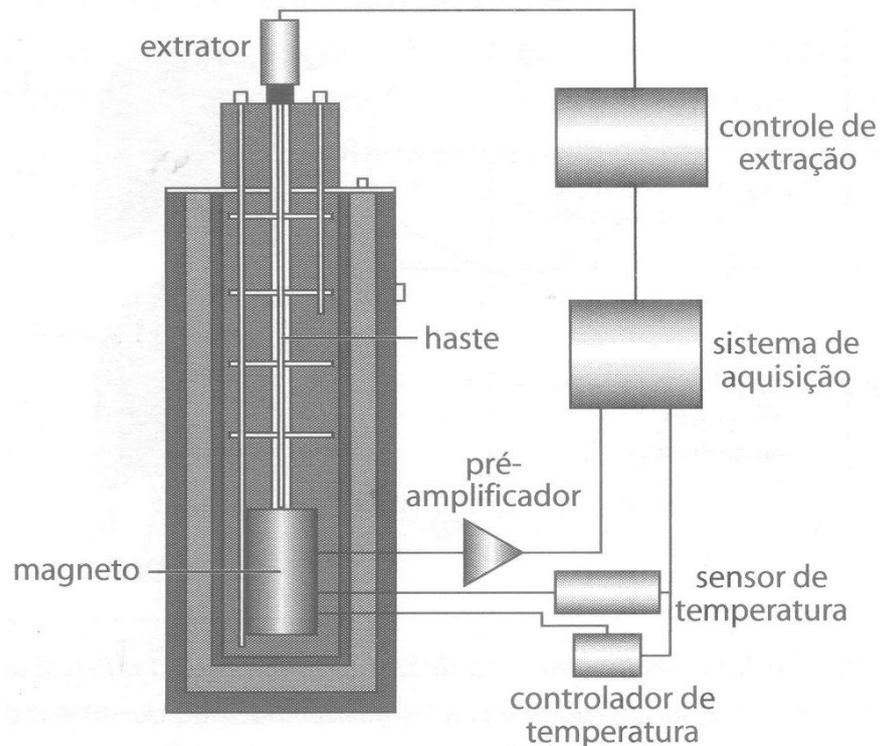


Figura 2.7. Componentes básicos do VSM.

### Magnetômetro de Extração

O princípio de funcionamento do magnetômetro de Extração consiste em deslocar uma amostra de material magnético, magnetizada por um campo magnético homogêneo, dentro das bobinas de detecção para gerar uma voltagem nelas. A voltagem gerada é integrada no tempo, por consequência a integral do fluxo induzido é proporcional ao momento magnético da amostra [4]. Este tipo de medida pode acabar detectando junto sinais espúrios, porém

utilizando a configuração correta das bobinas de detecção e adotando procedimentos de calibração como medir amostra padrão, seus efeitos são bem reduzidos. A sensibilidade máxima alcançada por esse magnetômetro é  $10^{-4}$  emu (ou  $10^{-7}$  A.m<sup>2</sup>). Tipicamente, esse instrumento completo possui uma configuração igual à apresentada na figura 2.7 [9].



**Figura 2.8.** Componentes de um magnetômetro a Extração montado em um criostato [4].

### Magnetômetro SQUID

Os Magnetômetros SQUID são instrumentos baseado no efeito Josephson e na quantização do fluxo magnético em um circuito supercondutor. Estes oferecem uma resolução muito maior que os demais equipamentos, com sensibilidade magnética de  $10^{-12}$  A.m<sup>2</sup> ( $10^{-9}$  emu, unidade no CGS). A sigla SQUID significa Superconducting Quantum Interference Device, isto é, um Dispositivo de Interferência Quântica Supercondutora que é o dispositivo de detecção do magnetômetro. O SQUID é um anel de material supercondutor contendo uma (SQUID *rf*) ou duas junções Josephson (SQUID *dc*). A figura 2.8 exibe o esquema simplificado da eletrônica utilizada em magnetômetro SQUID. Estes possuem uma pequena desvantagem: os custos de funcionamento são elevados devido à necessidade de um fornecimento contínuo de Hélio líquido para refrigerar a bobina supercondutora de campo homogêneo [11, 12].

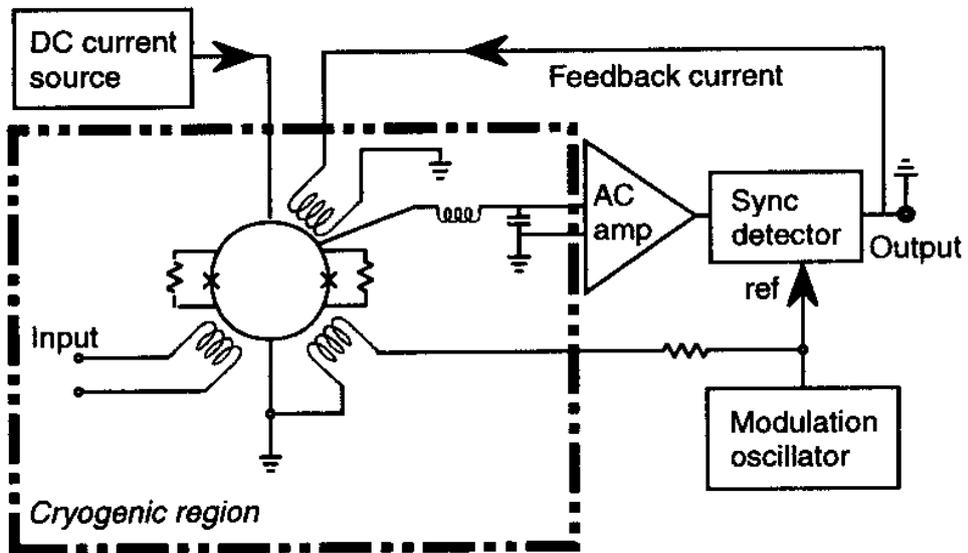


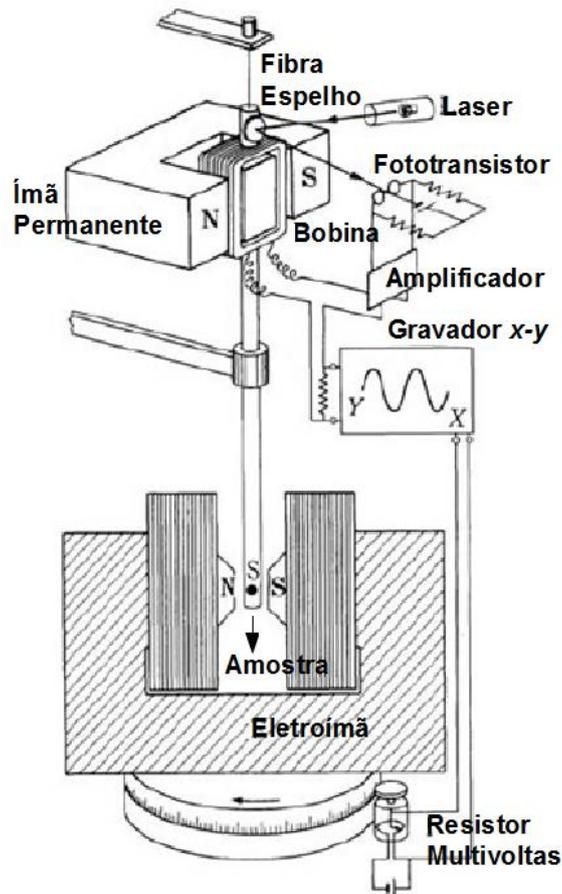
Figura 2.9. Diagrama de blocos de SQUID *dc* comercial [12].

### Magnetômetro AGFM

O AGFM será visto no capítulo 3 deste trabalho com todos os detalhes referentes ao equipamento, já que é objeto construtivo principal do trabalho.

### Magnetômetro de Torque

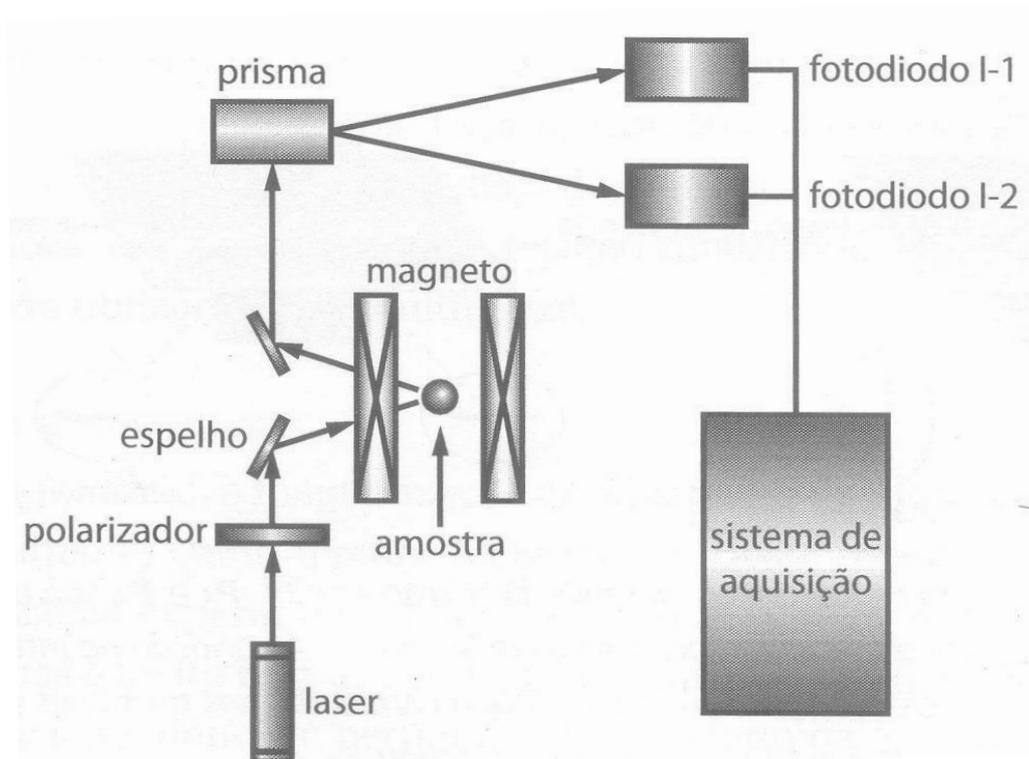
O princípio de funcionamento do magnetômetro de Torque baseia-se na medição do torque sofrida por uma amostra magnética posicionada em um campo magnético homogêneo. Este instrumento foi construído por R. P. Penoyer em 1959, o modelo de Penoyer é mostrado na figura 2.9, de tal modo que o torque exercido na amostra presa em uma haste (entre polos de um eletroímã) é compensado por uma corrente elétrica que alimenta uma bobina [4, 13]. Quase 10 anos depois, Aubert melhorou o desempenho desses magnetômetros ao substituir o sistema de rolamentos de Penoyer por uma fibra de torção e hoje em dia a maior parte dos magnetômetros de torque é baseada no seu modelo. A sensibilidade do magnetômetro de Aubert depende basicamente da constante elástica da fibra de torção, que menor a elasticidade da fibra mais sensível tende a ser o magnetômetro [4, 14].



**Figura 2.10.** Montagem de um magnetômetro de Torque [1].

### **Magnetômetro MOKE**

O magnetômetro baseado no efeito magneto-óptico. Quando um feixe de luz polarizada atinge um objeto de material magnético e o feixe refletido tem sua polarização alterada, tal fenômeno é conhecido como efeito Kerr. A montagem do magnetômetro Kerr depende basicamente da componente da magnetização de interesse, estas componentes são: polar, longitudinal e transversal. O Kerr é bastante usado para filmes finos de baixas espessuras (menores que 20 nm), porém ele apresenta uma pequena desvantagem porque sua medida de magnetização é apenas qualitativa. Os componentes que formam um magnetômetro Kerr com montagem polar estão na figura 2.10 [4].



**Figura 2.11.** Diagrama de blocos da montagem de um Kerr com configuração polar [4].

### **3. Montagem do Magnetômetro de Gradiente de Campo Alternado (AGFM)**

Neste capítulo apresentamos o conceito e fundamentos do AGFM e ainda detalhamos os fatores relevantes na montagem e caracterização do instrumento.

#### **3.1 AGFM e seus componentes básicos**

O AGFM é um instrumento que mede o momento magnético de amostras magnéticas com valores pequenos de momento de saturação, compreendido de três partes.

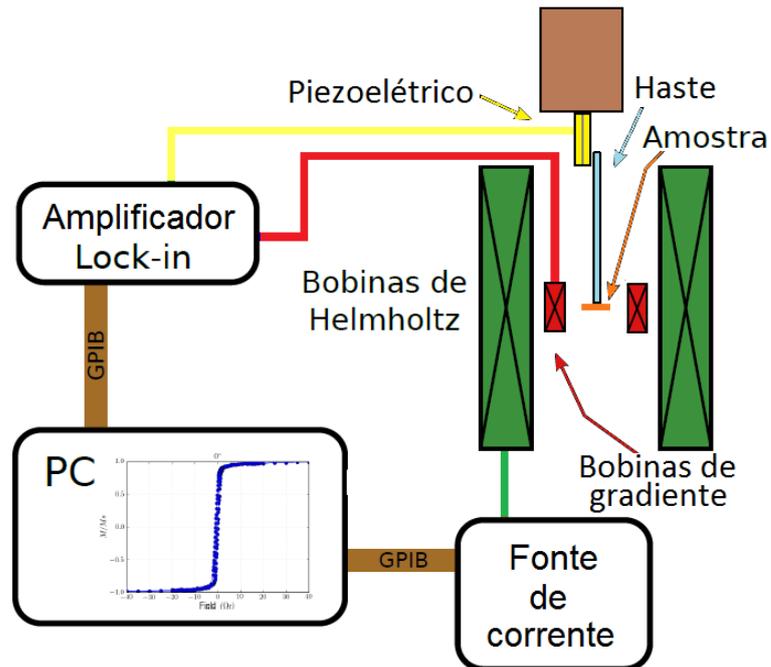
A primeira parte é um circuito magnético capaz de gerar campos magnéticos uniformes e estáveis conhecidos para a amostra, sendo esse as bobinas de Helmholtz (ou eletroímã) e o seu circuito de alimentação (uma fonte de corrente contínua) [3,1].

A segunda parte é um sistema de bobinas projetado para produzir um campo magnético de gradiente alternado conhecido sobre a amostra, com um gerador de funções com controle de amplitude e frequência. Isto tem sido convencionalmente conseguido com bobinas de geometria apropriada, transportando uma corrente alternada e alimentadas por um gerador senoidal do lock-in [3].

A terceira e última parte está relacionada à detecção da interação entre amostra magnética e o campo de gradiente alternado, que é realizada através da ligação da amostra a um sistema transdutor piezoelétrico móvel medindo a voltagem nos terminais do piezoelétrico devido à oscilação da amostra [15]. A máxima voltagem é obtida fazendo a amostra oscilar na frequência de ressonância fundamental [18].

m é medida: o lock-in que permite ajustar a fase do sinal medido em relação a uma referência.

Na Figura 3.1 observamos a montagem básica do magnetômetro AGFM [15]. Na seção 3.2 será visto que nem sempre os componentes básicos do AGFM foram os mesmos presentes na Figura 3.1 e o próprio nome do instrumento era diferente.



**Figura 3.1.** Componentes básicos do magnetômetro AGFM [19].

### 3.1.1 Histórico do AGFM

A primeira demonstração de funcionamento do magnetômetro AGFM foi descrita por Zijlstra, em 1970 [20], onde o instrumento consistia em uma amostra posicionada entre duas bobinas, as bobinas estavam no centro dos polos do eletroímã e presa a uma extremidade de um fio de ouro, enquanto a outra extremidade do fio estava fixa em um suporte imóvel (veja na figura 3.2). Uma força era exercida sobre a amostra pelo gradiente de campo magnético alternado (das bobinas), com isto ocorriam deflexões no fio observadas com um microscópio e com frequência de oscilação do gradiente de campo sincronizada a lâmpada do microscópio. Ele chamou o seu instrumento de *Vibrating Reed Magnetometer* (Magnetômetro de Haste Vibrante), só mais tarde o nome AGFM passou a ser adotado. Zijlstra projetou seu instrumento a fim de estudar as curvas de histerese de partículas microscópicas individuais com momento magnético de  $10^{-8}$  emu (ou  $10^{-8}$  erg/Oe) [20].

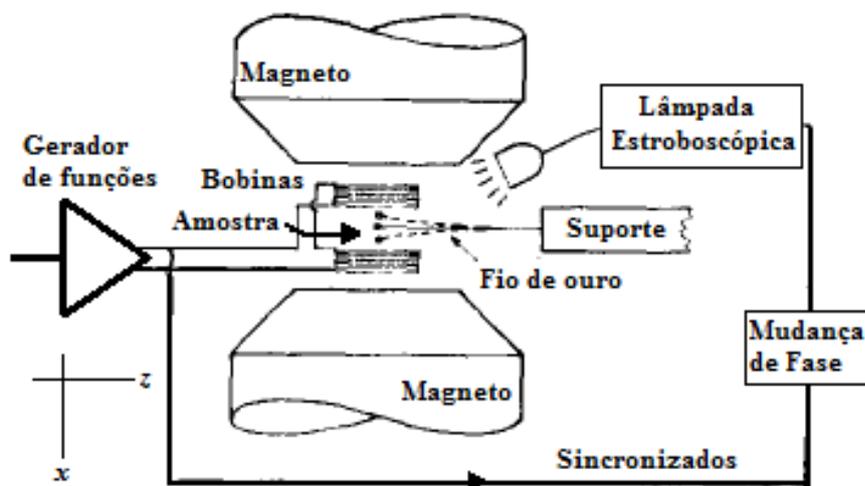
Os nomes dos autores dos trabalhos e os respectivos anos são enumerados na tabela 3.1. Já na tabela 3.2 verificamos uma lista de instrumentos com suas características: espessura da amostra, sensibilidade de momento magnético, método de detecção, material da haste, gradiente de campo alternado, e frequência ressonante.

N	1	2	3	4	5	6	7	8
Autor	Zijlstra [20]	Reeves [21]	Roos et al. [18]	Flanders [15]	O'Grady et al. [17]	Asti et al. [22]	Hill et al. [23]	Ashcroft [24]
Ano	1972	1980	1982	1988	1993	1996	1996	2006

**Tabela 3.1.** Lista de enumerada dos autores dos magnetômetro citados na tabela 3.2, seguindo uma ordem cronológica.

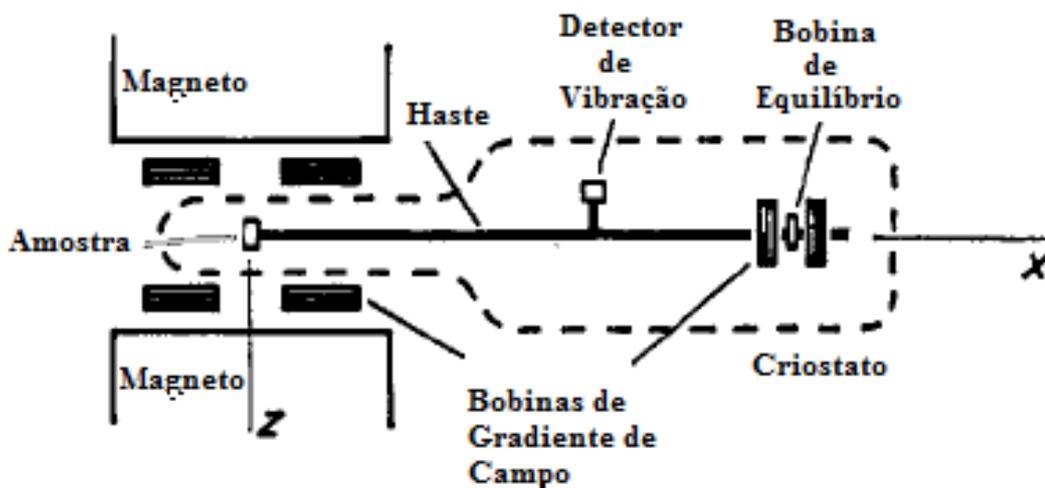
N	Espessura da amostra	Sensibilidade de momento magnético (A.m <sup>2</sup> )	Método de detecção	Material da Haste	Gradiente de campo alternado (Oe/mm)	Frequência ressonante (Hz)
1	~10 µm	10 <sup>-11</sup>	Estroboscópio	Fio de Ouro	50	170
2	Várias	2x10 <sup>-10</sup>	Bimorfo Piezoelétrico	Tudo de Sílica (não ressonante)	1	167
3	~10 µm	10 <sup>-11</sup>	Bimorfo Piezoelétrico	Fio de ouro + Capilar de Vidro	167	62
4	~0.5 mm	10 <sup>-11</sup>	Bimorfo Piezoelétrico	Várias	4	100 – 1000
5	100 mg	2x10 <sup>-11</sup>	Bimorfo Piezoelétrico	Capilar de Quartzo	4	500
6	~1µm	10 <sup>-14</sup>	Deflexão Óptica (PSD)	Fibra Óptica	0.01	~1000
7	Filmes Finos	3x10 <sup>-10</sup>	Deflexão Óptica (PSD)	Fio de Tungstênio	2	250
8	Várias	5x10 <sup>-11</sup>	Bimorfo Piezoelétrico	Capilar de Quartzo	150	40 – 95

**Tabela 3.2.** Lista de alguns de tipos de AGFM desenvolvidos e suas características principais, que podem ser encontrados na literatura [15, 18, 20, 21, 17, 22, 23, 24].



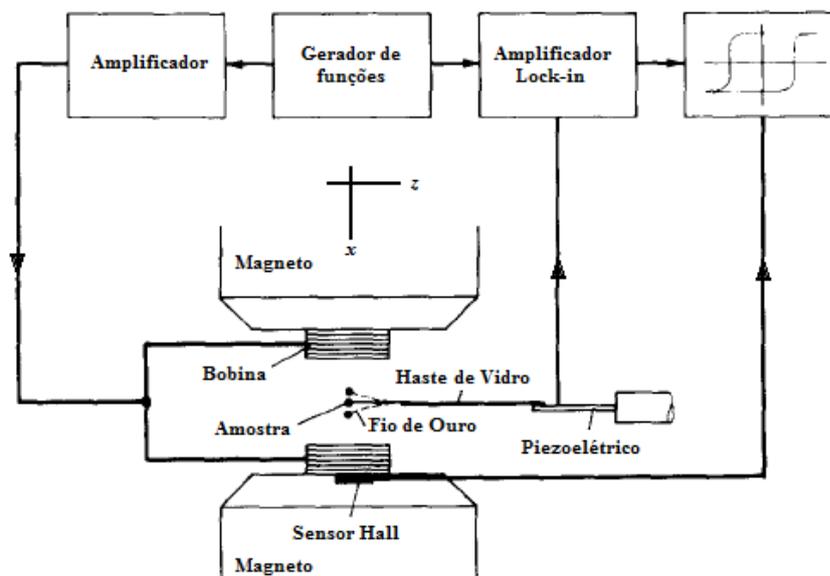
**Figura 3.2.** Diagrama com os componentes básicos que compõem o “*Vibrating Reed Magnetometer* de Zijlstra”, o primeiro AGFM que se tem notícia [20].

Tempos mais tarde, Reeves detecta a amplitude de vibração de tubo de quartzo com um piezoelétrico, porém o sensor era grudado de forma perpendicular ao eixo que passa pelo centro da haste  $x$  (detalhes na Figura 3.3). A amostra era mantida em posição fixa sobre a extremidade de uma haste que se movia para frente e para trás longitudinalmente por causa da força alternada sobre a amostra gerada pelas bobinas de gradiente de campo [21]. Quanto maior o movimento da amostra, maior era a deflexão da haste e, portanto, maior o sinal produzido pelo piezoelétrico. A fim de evitar problemas com vibrações sonoras o conjunto da amostra, haste, bobinas de equilíbrio e um par de bobinas de gradiente ficaram envolvidos por um criostato totalmente vedado [21].



**Figura 3.3.** Ilustração extraída de “*An Alternating Force Magnetometer*” mostrando o equipamento montado por Reeves, em 1971 [21].

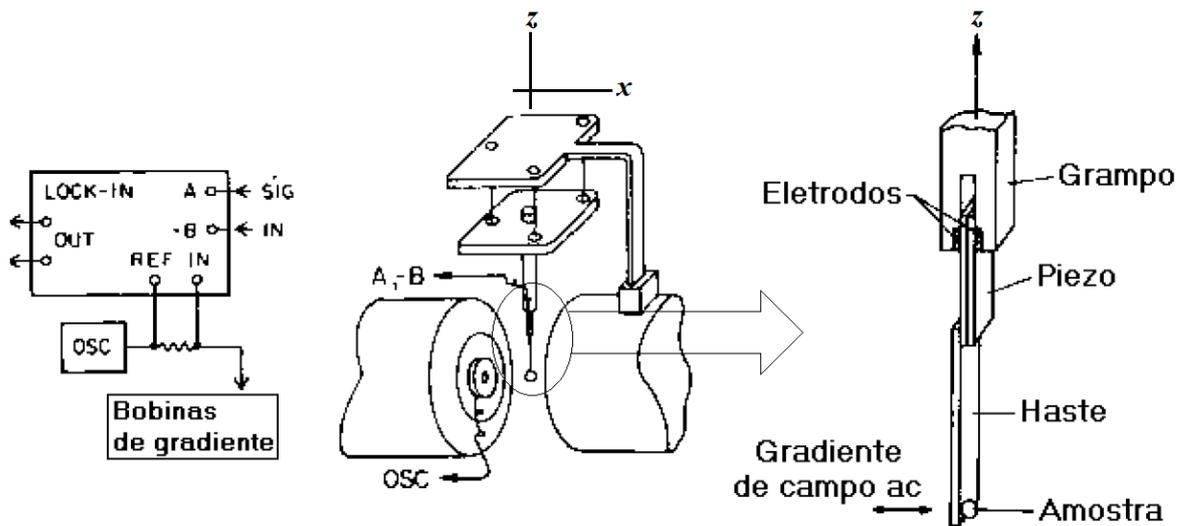
No ano de 1982, Roos *et al.* relata um montagem de equipamentos similar ao montado por Zijlstra (ver a Figura 3.4). Mas assim como Reeves, Roos também utilizou um transdutor piezoelétrico, porém este foi posicionado na extremidade da haste de vidro e paralelo ao eixo que passa pelo centro da haste, diferentemente de Reeves que posicionou de forma perpendicular [18]. Com a mudança, Roos conseguiu maior sensibilidade, conforme visto na Tabela 3.2. Na montagem de Roos o fio de ouro foi preso a uma haste de vidro que ficava grudada em uma das extremidades do piezoelétrico fixado em um suporte, enquanto Zijlstra prendeu o fio de ouro direto no suporte [18]. Os sinais produzidos no piezoelétrico seguiam para um amplificador lock-in conectado e sincronizado ao gerador de funções que alimentava as bobinas de gradiente de campo AC, o que resultou em melhor desempenho e menos interferências externas nos valores medidos [18].



**Figura 3.4.** Diagrama de blocos do até então “*Vibrating Reed Magnetometer*” construído por Roos *et al.* [18].

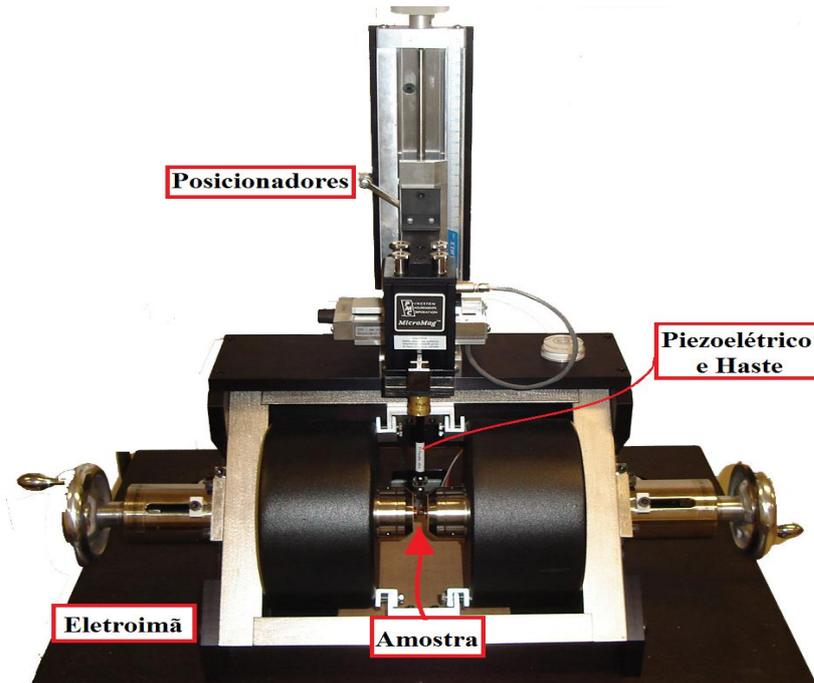
Baseado no modelo de Roos, Flanders montou um sistema mais robusto e versátil no que diz respeito à mudança de amostra, haste e piezoelétrico, como observamos na Figura 3.5. O instrumento utilizava um gradiente de campo alternado para produzir uma força periódica numa amostra magnética sendo magnetizada, essa força era proporcional à magnitude do gradiente de campo e ao momento magnético da amostra [15]. A frequência de operação era de 100 até 1000 Hz, com valores do fator de qualidade mecânica  $Q$  de 25 a 250. Ruídos mecânicos e acústicos no ambiente limitavam a sensibilidade magnética do equipamento,

como acontecia com os outros magnetômetro acima. Um ciclo de histerese completo sobre  $\pm 10$  kOe podiam ser feitos em cerca de 100 s. Além disto, esse magnetômetro era usado com variação de temperatura no intervalo entre 77 K e 400 K (de  $-196$  °C até  $127$  °C) [15]. Flanders batizou seu instrumento de *Alternating Gradient Magnetometer* (Magnetômetro de Gradiente Alternado, sendo base para o nome atual *Alternating Gradient Field Magnetometer*) [15].



**Figura 3.5.** Desenho da visão geral do magnetômetro montado por Flanders e detalhes do sensor de vibração contendo amostra, haste, piezoelétrico, eletrodos e grampo para fixação [15].

Estes desenvolvimentos efetuados por Flanders foram tão importantes na concepção do AGFM, que poucos anos depois o primeiro modelo comercial desse magnetômetro foi lançado contendo, em muitos aspectos, várias semelhanças com os desenvolvidos por ele [15, 25]. Isso ocorreu no final do ano 1989 quando a empresa *Princeton Measurements Corporation* iniciou a produção de magnetômetros AGFM comerciais [17]. Um estudo sobre a resolução e reprodutibilidade foi relatado, bem como o efeito do campo de gradiente alternado nas amostras, por O'Grady *et al.* utilizando o modelo M2900 (exibido pela Figura 3.6) da *Princeton Measurements Corp* [17]. O instrumento comercial apresenta atualmente as seguintes características: sensibilidade de  $10^{-8}$  emu ( $10^{-11}$  A.m<sup>2</sup>) e intervalo de variação de temperatura entre 10 K e 473 K (de  $-263$  °C até  $200$  °C). Não obstante, as medidas com baixas temperaturas introduzem ruído mecânico, devido ao fluxo contínuo de Hélio responsável por resfriar a amostra, a resolução do instrumento cai para  $10^{-5}$  emu ( $10^{-8}$  A.m<sup>2</sup>) a 5K ( $-262$  °C) [26].



**Figura 3.6.** O magnetômetro AGM modelo da série 2900, imagem retirada do catálogo da *Princeton Measurements Corp.*[26].

### 3.1.2 Teoria de funcionamento do AGFM

O funcionamento do AGFM consiste em posicionar uma amostra magnética em uma região entre duas bobinas, estas geram um gradiente de campo magnético alternado  $\nabla \vec{H}'$  sujeitando a amostra à ação de uma força  $\vec{F}$  na direção do gradiente de campo. A força é proporcional ao momento magnético  $m$  da amostra e ao gradiente de campo. Para medir essa força (figura 3.1), usamos uma haste e um sensor piezoelétrico, onde vemos nas equações [17]:

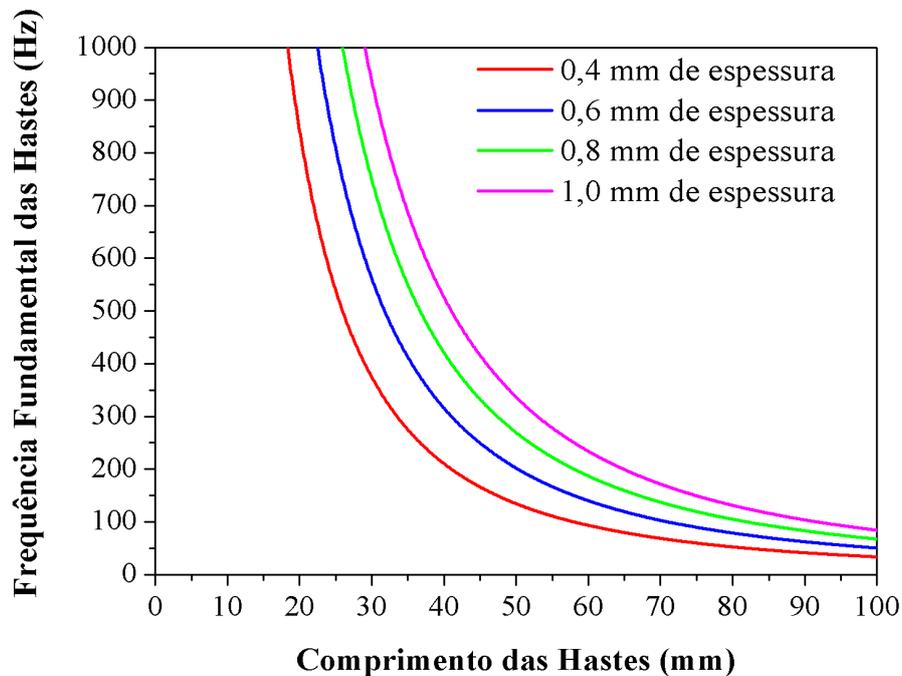
$$\vec{F} = \vec{m} (\nabla \vec{H}'), \quad (3.1)$$

$$F_x = m_x \left( \frac{\partial H'}{\partial x} \right). \quad (3.2)$$

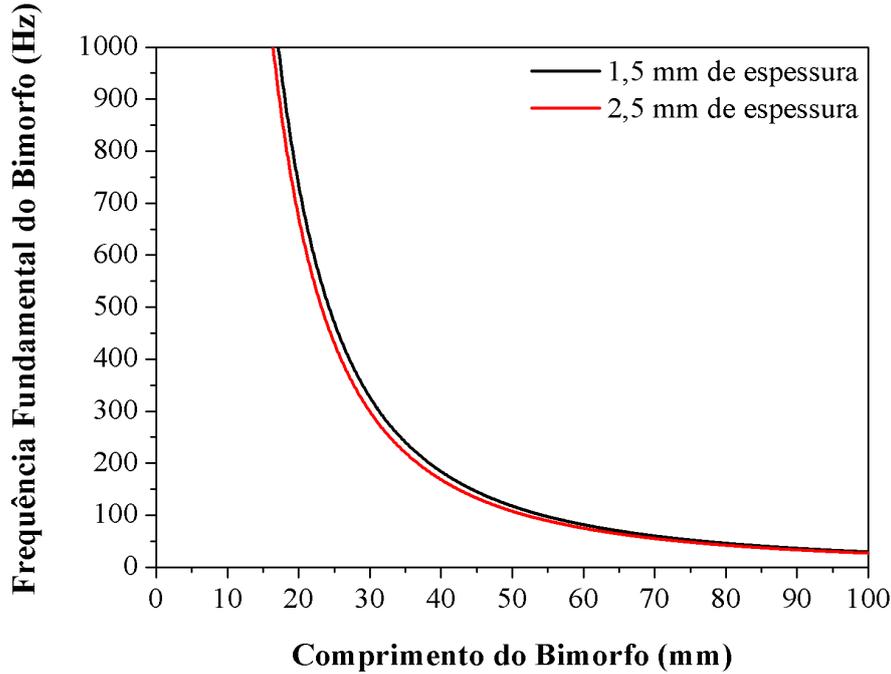
$$f_{0h} = \left( \frac{1}{2\pi} \right) \left( \frac{t_h}{l_h^2} \right) \left( \frac{Y_h}{\rho_h} \right)^{1/2}, \quad (3.3)$$

$$f_{0p} = \left(\frac{1}{2\pi}\right) \left(\frac{t_p}{l_p^2}\right) \left(\frac{Y_p}{\rho_p}\right)^{1/2} . \quad (3.4)$$

As figuras 3.7 e 3.8 mostram os gráficos das frequências de ressonância fundamental das hastes e do bimorfos piezoelétricos. Note que ambos seguem a mesma equação (3.3) e (3.4), porém os parâmetros são referentes a cada componente. A equação (3.3) possui os parâmetros hastes (de vidro), onde  $t_h$  é o diâmetro ou espessura (m),  $Y_h$  é o módulo de elasticidade (N/m<sup>2</sup>) e  $\rho_h$  é a densidade (Kg/m<sup>3</sup>) [4, 12]. A equação (3.4) possui os parâmetros das cerâmicas piezoelétricas PZT-5J e PZT-5H, onde  $t_p$  é a espessura (m),  $Y_p$  é o módulo de elasticidade (N/m<sup>2</sup>) e  $\rho_p$  é a densidade (Kg/m<sup>3</sup>) [15, 27].



**Figura 3.7.** Gráfico da frequência de ressonância fundamental das hastes em função do comprimento das mesmas, com três materiais diferentes.



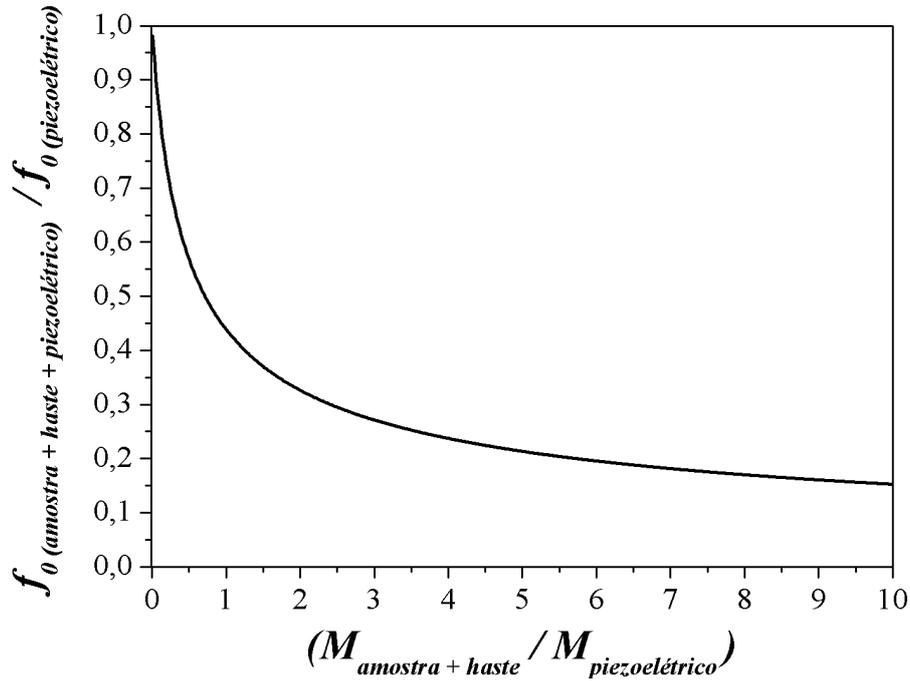
**Figura 3.8.** Gráfico da frequência de ressonância fundamental dos transdutores piezoelétricos (PZT-5J e PZT-5H) em função do comprimento.

Uma maneira de reduzir a frequência de ressonância é anexar uma massa na extremidade, algo que ocorre normalmente pelo posicionamento da amostra a ser medida, outra maneira acontece pela adição de uma haste, sendo opcional de acordo com a necessidade de cada montagem [15, 27]. O sistema composto por uma amostra de massa  $M_a$  (presa na extremidade inferior da haste), uma haste de massa  $M_h$  e um bimorfo piezoelétrico (preso na extremidade superior da haste) forma o sensor de vibração da amostra. Esta combinação possui frequência de ressonância  $f_{0_{a+h+p}}$  dada por:

$$\frac{1}{(f_{0_{a+h+p}}^2)} = \frac{1}{(f_{0_{h+a}}^2)} + \frac{1}{(f_{0_p}^2)}, \quad (3.5)$$

$$f_{0_{a+h+p}} = \frac{f_{0_h}}{\left[ \left( \frac{f_{0_h}}{f_{0_p}} \right)^2 + \left( \frac{(M_h + 4.2M_a)}{M_h} \right) \right]^{1/2}}, \quad (3.6)$$

através da figura 3.9 visualiza-se o comportamento do sensor de vibração (amostra+haste+piezoelétrico) com o aumento da massa da amostra [15, 27].



**Figura 3.9.** Comportamento da frequência ressonante do conjunto amostra, haste e piezoelétrico com o aumento da razão de massa da amostra e da haste pela massa do piezoelétrico.

A oscilação do conjunto amostra+haste+piezoelétrico é similar a um pêndulo de torção e pode ser medida através da propriedade do material piezoelétrico de transformar uma flexão mecânica em tensão elétrica proporcional, medida por um voltímetro ou osciloscópio ou amplificador lock-in. A medida de voltagem nos terminais do piezo elétrico é feita com uma frequência próxima à frequência ressonante mecânica do conjunto, com isto tem-se uma maior amplitude de sinal medido [4, 15].

A relação entre voltagem  $V$  detectada no piezoelétrico e a força  $F$  que age na amostra é dada por [15, 27]:

$$\frac{V}{F_x} = 3 \cdot G \cdot (l_p + l_h) \cdot g_{31} \cdot \left[ \frac{1 - \left(\frac{\delta^2}{t_p^2}\right)}{2 \cdot w_p \cdot t_p} \right], \quad (3.7)$$

$$Q = \frac{f_0}{f_B - f_A}, \quad (3.8)$$

onde  $G$  é um ganho mecânico que vale 1 (um) quando as bobinas de gradiente de campo estão alimentado por corrente contínua e é igual ao  $Q$  fator de qualidade mecânica quando o gradiente de campo está na frequência de ressonância fundamental do conjunto. As frequências  $f_A$  e  $f_B$  estão definidas na figura 3.10 e correspondem às frequências nas quais a magnitude do sinal em fase é a metade do valor máximo. As siglas referentes ao bimorfo piezoelétrico são:  $\delta$  é a espessura da parte metálica,  $l_p$  é o comprimento,  $w_p$  é a largura,  $t_p$  é a espessura e  $g_{31}$  é o módulo ou coeficiente piezoelétrico transversal de tensão. As siglas referentes a haste:  $l_h$  é o comprimento da haste [15, 27].

Os ganhos mecânicos  $G$  e  $G^*$ , para os sinais de saída em fase e quadratura, variam com a frequência segundo as equações [4, 15, 27]:

$$G(f) = f_0 \left( \frac{Q}{f_n(1 - A^2)} \right), \quad (3.9)$$

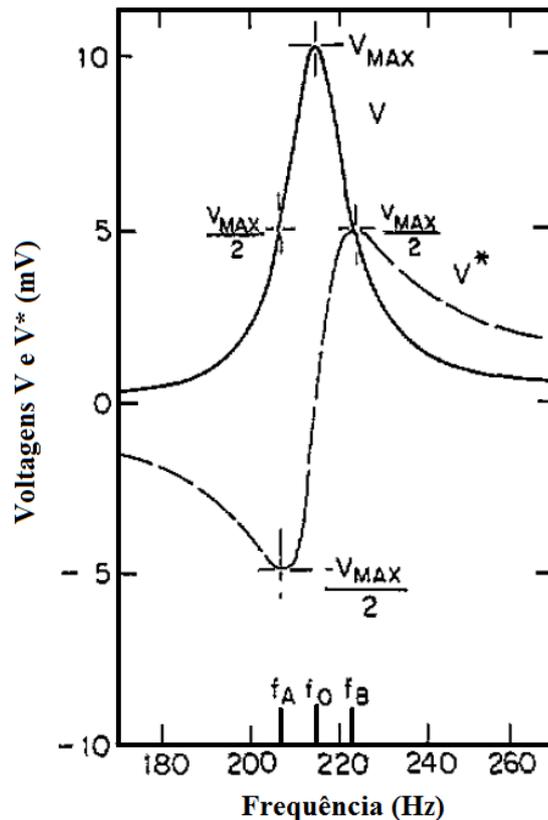
$$G^*(f) = f_0 A \left( \frac{Q}{f_n(1 - A^2)} \right), \quad (3.10)$$

$$A = \left( \frac{f}{f_n} - \frac{f_n}{f} \right) Q, \quad (3.11)$$

onde  $f_n$  é a frequência da bobinas de gradiente (Hz). Para medidas fora da frequência de ressonância o sinal em quadratura é  $A$  vezes o sinal em fase.

Então, combinando as equações (3.2) e (3.7) obtém-se a relação definitiva (3.11) entre a voltagem produzida no piezoelétrico de acordo com o momento da amostra a ser aferida, dada por [15]:

$$\frac{V}{m_x} = 3 \cdot G \cdot (l_p + l_h) \cdot g_{31} \cdot \left[ \frac{\left( 1 - \left( \frac{\delta^2}{t_p^2} \right) \right) \left( \frac{\partial h'_x}{\partial x} \right)}{2 \cdot w_p \cdot t_p} \right]. \quad (3.12)$$



**Figura 3.10.** Típica voltagem de saída em fase e quadratura em função da frequência do gradiente de campo alternado sobre a amostra, durante uma ressonância [15, 27].

Todas as equações tratam basicamente do aparato de detecção da ressonância mecânica, pois os detalhes da montagem dessa parte estão diretamente ligados à sensibilidade magnética que o sistema pode alcançar, sendo assim qualquer desatenção com os parâmetros presentes nas equações devem resultar em um magnetômetro com desempenho bem abaixo do esperado. Assim, mesmo nos casos em que tudo é feito com cuidado podem surgir outros fatores que reduzem a sensibilidade do AGFM, mais detalhes na seção 3.1.3.

### 3.1.3 Fontes de erro no AGFM

Os principais problemas para obter um AGFM com a sensibilidade magnética almejada ( $10^{-9}$  A.m<sup>2</sup> ou  $10^{-6}$  emu) são erros na medição provocados por fatores externos, tais como: os efeitos das vibrações mecânicas, os ruídos sonoros e os ruídos elétricos [4].

É praticamente impossível encontrar um local livre de fontes externas de ruídos sonoros e elétricos, dentro do laboratório, assim reduzir o máximo possível seus efeitos no instrumento faz-se necessário. Isto depende da frequência de operação e a largura de banda do

circuito de detecção (por exemplo, determinado pela constante de tempo de um amplificador lock-in).

Cada um dos três tipos de erros nas medidas de momento magnético tem origem distinta.

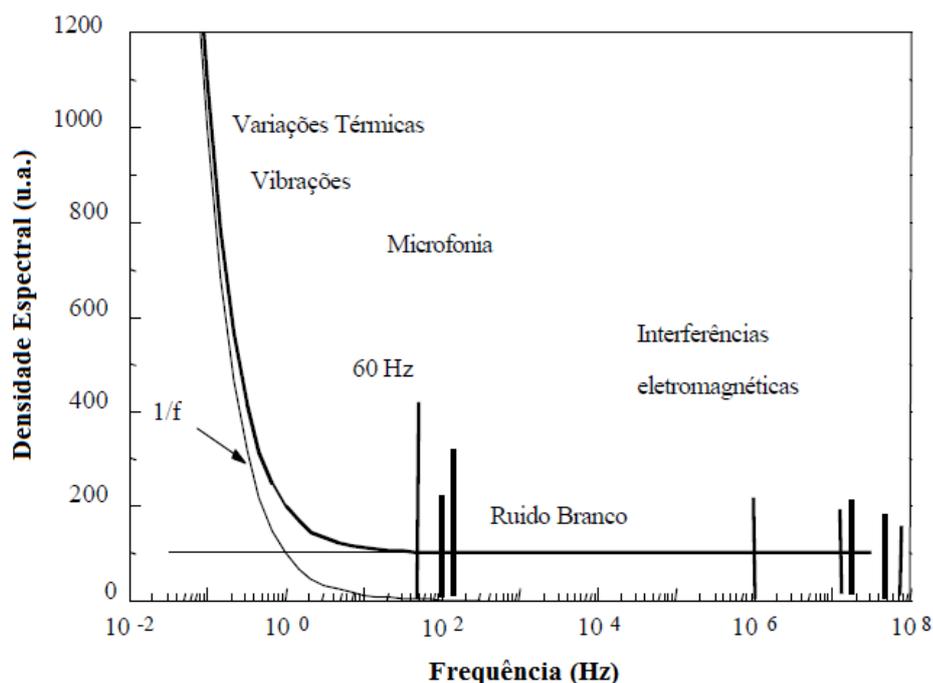
O primeiro tipo, as vibrações mecânicas, é causado pelas oscilações naturais da estrutura do edifício, pela passagem de veículos nas ruas próximas, pela circulação de pessoas em torno do aparelho. Estas vibrações agem na estrutura do magnetômetro como um todo e resultam em sinais elétricos danosos de baixas frequências, menores que 20 Hz [4, 15].

No segundo, os ruídos sonoros provêm dos diversos aparelhos ligados (por exemplo: fontes de corrente e ar-condicionado) e da fala das pessoas, ambos dentro do laboratório. Este afeta diretamente o sensor mecânico (amostra, haste e piezoelétrico) com sinais de frequências audíveis (de 20 Hz até 20 kHz), devido pressão da onda sonora (visualizar a relação entre os decibéis e pressão sonora na Tabela 3.3) [4, 21].

No terceiro e último tipo, os danos são causados pelos sinais elétricos oriundos da rede de distribuição elétrica (60 Hz e seus harmônicos) e outros ruídos elétricos presentes em quaisquer medidas com sinais elétricos, como mostrado pela Figura 3.11 [21].

<b>Pressão sonora (N/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Decibéis (dB)</b>
2E-4	20
0,002	40
0,02	60
0,2	80
2	100
20	120

**Tabela 3.3.** Valores de pressão sonora com seus respectivos níveis em decibéis, quanto maior a pressão sonora maior o ruído sonoro sobre o sensor de vibração [6].



**Figura 3.11.** Gráfico contendo as interferências e ruídos elétricos presentes em qualquer medição que envolve sinais eletromagnéticos [28].

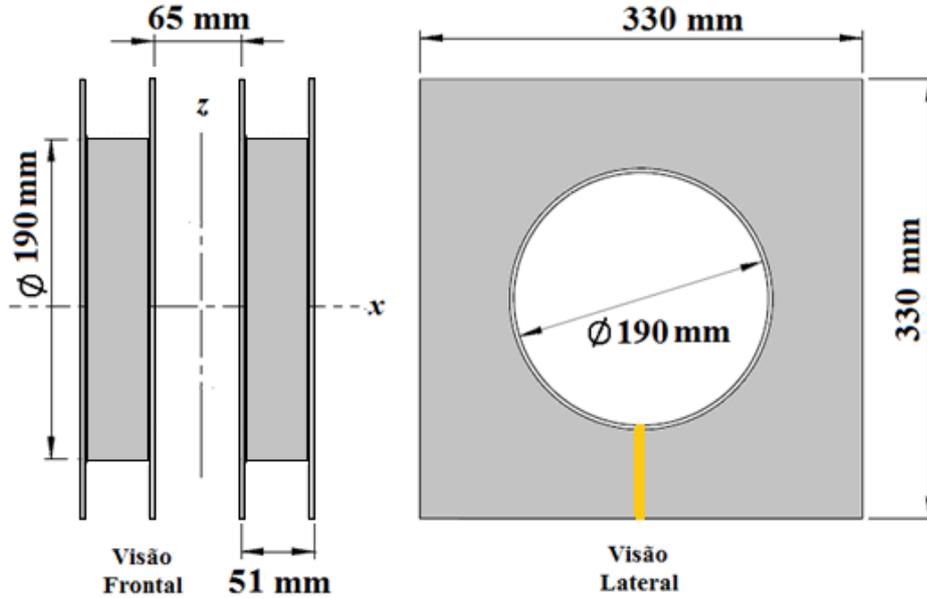
## 3.2 Componentes e suas características

O AGFM consiste dos seguintes componentes: uma fonte de campo magnético conhecido, uma fonte controlável de gradiente de campo magnético alternado e um método de detecção da oscilação da amostra [15, 28]. A seguir cada um dos componentes utilizados para a montagem será apresentado em detalhes.

### 3.2.1 Circuito magnético

#### Bobinas de Helmholtz

Para caracterizar amostras magnéticas é necessário produzir campos magnéticos uniformes para magnetizá-las em uma direção específica onde será efetuada a medição do momento magnético (eixo x). Adotou-se um conjunto de bobinas de Helmholtz como fonte de campo magnético e a Figura 3.12 apresenta o desenho das bobinas. Foi utilizado o fio de cobre 09 AWG num total de 28 kg para a confecção das bobinas, com cada bobina contendo 18 camadas de 14 espiras cada.



**Figura 3.12.** Dimensões das bobinas de Helmholtz, com vista frontal e lateral.

Segundo a lei de Biot-Savart, o campo magnético  $H$ , produzido em um ponto  $P$ , situado sobre o eixo central  $x$ , de uma espira circular é encontrado a partir da equação [5]:

$$\vec{H}(\mathbf{r}) = \oint d\vec{H} = \left(\frac{1}{4\pi}\right) \oint \left[ \frac{i d\mathbf{l} \times \hat{\mathbf{r}}}{|\mathbf{r}|^2} \right] = \oint (dH_x + dH_y), \quad (3.13)$$

$$\Rightarrow \oint dH_x = \oint dH \cos(\theta) \hat{\mathbf{x}} = \oint dH \left( \frac{R}{\sqrt{x^2 + R^2}} \right) \hat{\mathbf{x}}, \quad (3.14)$$

$$\Rightarrow \oint dH_y = \oint dH \sin(\theta) \hat{\mathbf{y}} = 0, \quad (3.15)$$

porque as componentes se cancelam. Calculando:  $|\mathbf{r}|^2 = |R \hat{\mathbf{r}} + x \hat{\mathbf{x}}|^2 = (R^2 + x^2)$  e  $|d\mathbf{l} \times \hat{\mathbf{r}}| = R d\theta$ , com os limites de integração de 0 a  $2\pi$  e substituindo estes resultados na equação (3.13), logo:

$$H_x = \left(\frac{i}{4\pi}\right) \int_0^{2\pi} \left[ \frac{R}{(x^2 + R^2)} \right] d\theta \left( \frac{R}{\sqrt{x^2 + R^2}} \right), \quad (3.16)$$

$$H_x = \frac{i}{4\pi} \left[ \frac{R^2}{(x^2 + R^2)^{3/2}} \right] \int_0^{2\pi} d\theta, \quad (3.17)$$

$$H_x = \left( \frac{i}{4\pi} \right) \left[ \frac{R^2}{(x^2 + R^2)^{3/2}} \right] (2\pi), \quad (3.18)$$

$$H_x = \frac{iR^2}{2(R^2 + x^2)^{3/2}}, \quad (3.19)$$

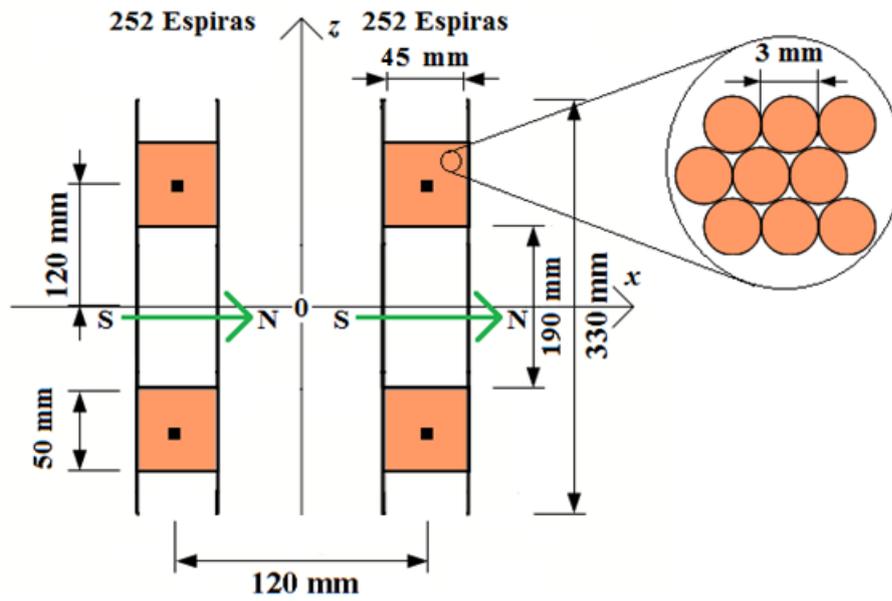
onde  $x$  é a distância entre o ponto  $P$  e o centro da espira [5] Por consequência, pode-se calcular o campo produzido por um solenoide de  $N$  espiras circulares com o mesmo raio a uma distância  $x$  da bobina com [29]:

$$H_x = \frac{NiR^2}{2} \left[ \frac{1}{(R^2 + x^2)^{3/2}} \right] \quad (3.20)$$

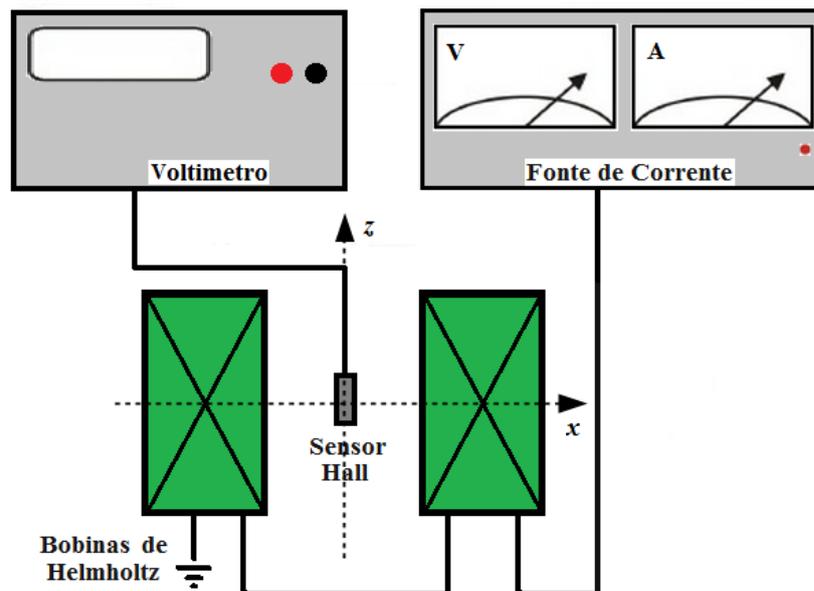
O campo magnético no centro das bobinas de Helmholtz é obtido pela equação (3.21), já que as duas bobinas estão com corrente elétrica circulando no mesmo sentido e separadas por uma distância  $a = R$ , que segue expressa por:

$$H_x = \frac{NiR^2}{2} \left[ \frac{1}{(R^2 + x^2)^{3/2}} \right] + \frac{NiR^2}{2} \left[ \frac{1}{(R^2 + (a - x)^2)^{3/2}} \right]. \quad (3.21)$$

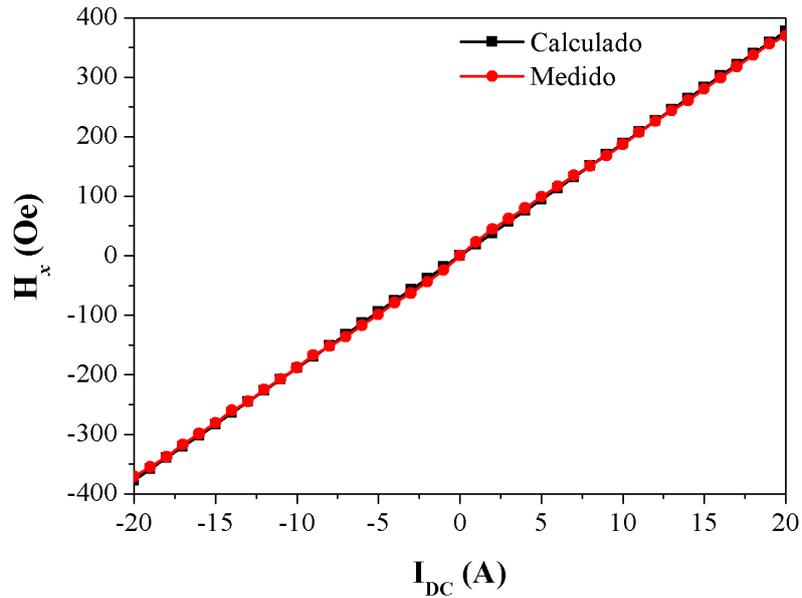
A figura 3.13 contém as dimensões utilizadas para montar as bobinas de Helmholtz. Enquanto que a figura 3.14 mostra a montagem para necessária para efetuar a medição da magnitude do campo magnético produzido em função da corrente de entrada no circuito magnético, o resultado é observado na figura 3.15. Esta montagem possui os seguintes componentes: um sensor Hall TMAG-01T, um voltímetro Keithley 181 e uma fonte de corrente KEPCO bipolar 20V-20A.



**Figura 3.13.** Bobinas de Helmholtz com detalhes de sua montagem. As setas verdes mostram os sentidos dos campos magnéticos nas bobinas, quando as correntes elétricas estão no mesmo sentido.

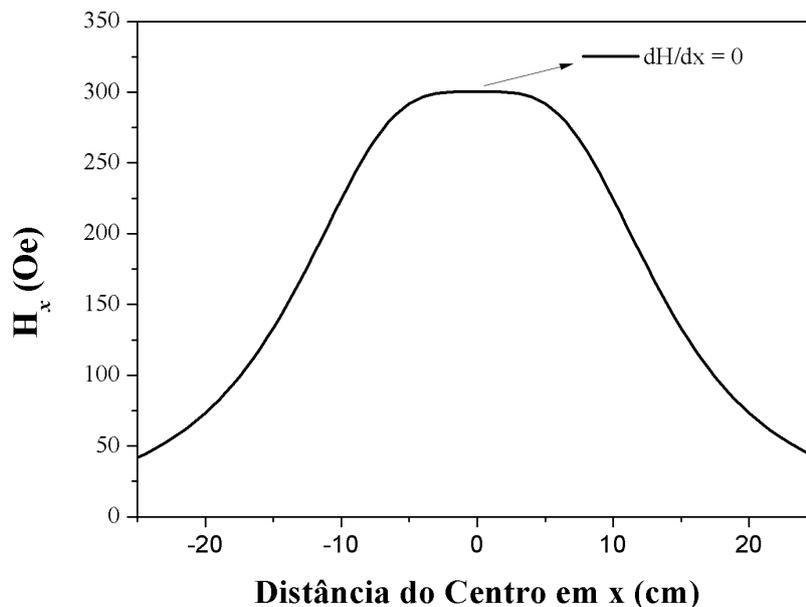


**Figura 3.14.** Diagrama contendo as bobinas de Helmholtz e os componentes necessários para sua caracterização.

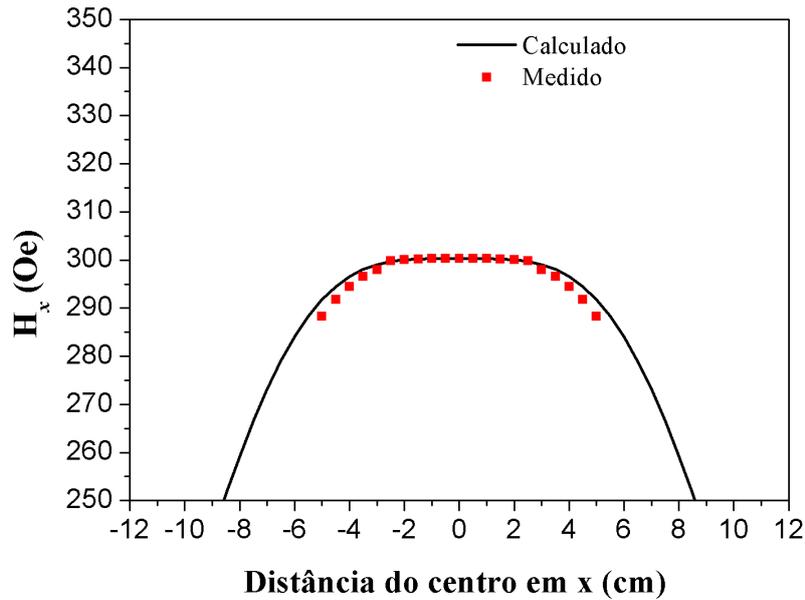


**Figura 3.15.** Gráfico que compara valores calculados (em preto) e medidos (em vermelho) do campo magnético produzido pelas bobinas de Helmholtz em função da corrente elétrica.

Uma característica importante do campo produzido pelas bobinas diz respeito à uniformidade no eixo que passa pelo centro delas (eixo  $x$  da figura 3.15), quanto maior a região de uniformidade do campo maior a garantia que as amostras estão magnetizadas por completo. Através dos gráficos exibidos nas Figuras 3.16 e 3.17, verifica-se a região de uniformidade obtida ao longo do eixo  $x$  destas bobinas.



**Figura 3.16.** Campo magnético ao longo do eixo que passa pelo centro das duas bobinas.



**Figura 3.17.** Gráfico do campo magnético medido ao longo do eixo que passa pelo centro das duas bobinas.

### Fonte de corrente

A fonte de corrente responsável por alimentar as bobinas de Helmholtz é a fonte programável de marca KEPCO modelo BOP 20-20M, presente na Figura 3.18. Esta fonte fornece voltagem de saída 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 e remotamente) tanto no modo voltagem quanto no modo corrente, de acordo com a necessidade [30].

Modelo da Fonte KEPCO	Voltagem Máxima (V)	Corrente Máxima (A)	Potência de Saída (W)	Taxa min. modo Voltagem (V/ $\mu$ sec)	Taxa min. modo Corrente (A/ $\mu$ sec)
BOP 20-20M	$\pm 20$	$\pm 20$	400	1.00	1.25

**Tabela 3.4.** Especificações Básicas da Fonte KEPCO [30].

Esta fonte permite que seja controlada remotamente via cabo GPIB ou RS232, através de linguagem de programação (tais como PYTHON 2.7.3 e C++) no computador. Na Tabela 3.4 encontramos especificações da fonte de corrente [30].



**Figura 3.18.** Fonte de corrente utilizada para gerar e controlar o campo magnético uniforme.

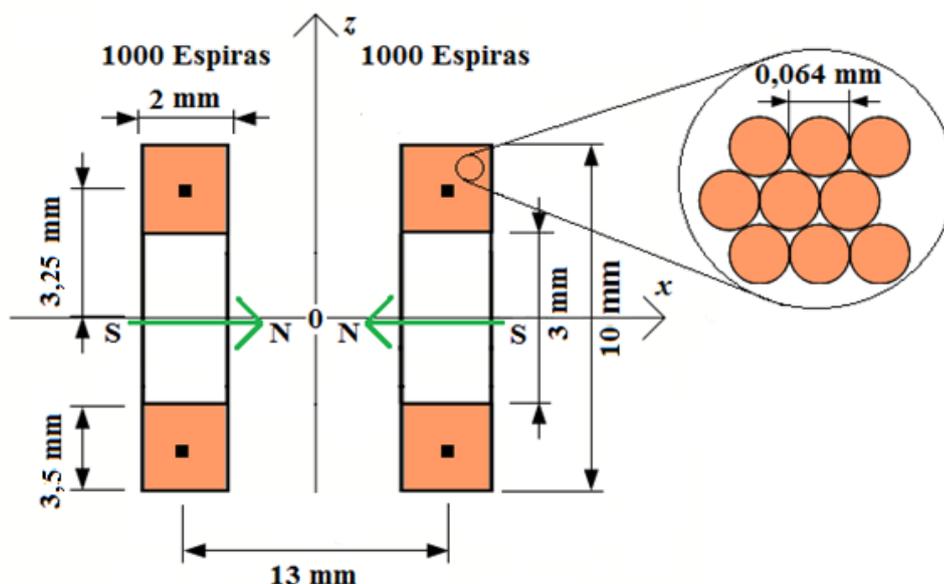
### 3.2.2 Circuito de gradiente de campo

#### As bobinas de campo AC

Na seção 3.2.1 está descrito o circuito magnético utilizado para aplicar o campo na amostra, como foi feito e como é controlado. Nesta seção será detalhado o circuito magnético de gradiente de campo alternado.

Ao contrário das bobinas de Helmholtz, as bobinas de gradiente são bem pequenas no que diz respeito as suas dimensões físicas, a forma e a magnitude do campo magnético gerado. Informações importantes das bobinas estão na tabela 3.5 e na figura 3.19 mostra as dimensões básicas das bobinas de gradiente.

Enquanto as bobinas de Helmholtz usam uma fonte de corrente DC (corrente contínua), as bobinas de gradiente são alimentadas de modo AC (corrente alternada). É possível fazer isto utilizando um gerador de frequência, para este fim utilizou-se o gerador embutido no amplificador Lock-in.

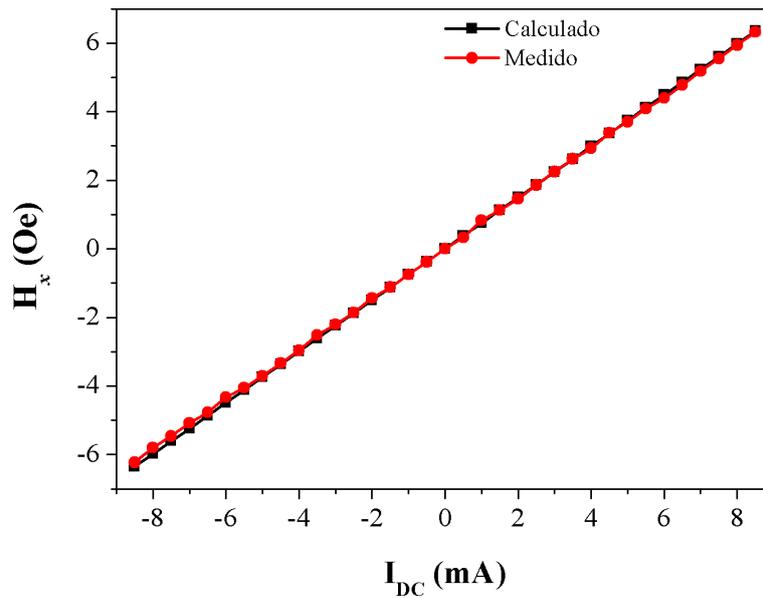


**Figura 3.19.** Dimensões das bobinas campo magnético alternado, as setas verdes apontam os sentidos dos campos magnéticos gerados pelas bobinas.

Características	Valores
Resistência Elétrica das bobinas em ( $\Omega$ )	226,6
Corrente máxima para o fio (mA)	9
Indutância das bobinas em série (mH)	12,84
Faixa de frequência das bobinas em série (kHz)	> 20
Distância entre as bobinas (mm)	13
Diâmetro total de cada bobina (mm)	10
Espessura de enrolamento de cada bobina (mm)	2
Raio médio do enrolamento (mm)	3,25
Gradiente de Campo com 1 V aplicado nas bobinas em série (Oe/mm)	0,365

**Tabela 3.5.** Dados elétricos e dimensionais das bobinas de gradiente montadas para o AGFM.

A fim de medir a capacidade das bobinas de gradiente em gerar campo magnético em função da corrente elétrica, que pode ser visto na Figura 3.20, utiliza-se a montagem da Figura 3.15 com duas diferenças: as bobinas de gradiente no lugar das bobinas de Helmholtz e uma fonte de corrente menor (com resolução de poucos mA) no lugar da fonte KEPCO 20-20.

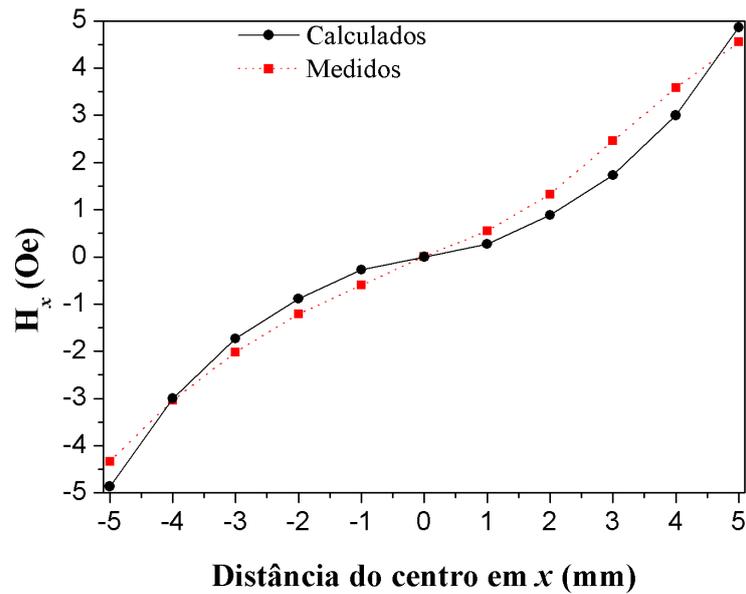


**Figura 3.20.** Gráfico que apresenta a produção de campo de uma bobina de gradiente, tanto a calculada quanto à encontrada medida.

Posicionando do sensor Hall ao longo do eixo  $x$ , obtém-se a figura 3.21 que é o gradiente de campo formado entre bobinas quando a corrente nos terminais delas é igual 8,5 mA. E os valores de gradiente esperado para esta montagem são calculados com a equação:

$$H_x = \frac{NiR^2}{2} \left[ \frac{1}{(R^2 + x^2)^{3/2}} \right] - \frac{NiR^2}{2} \left[ \frac{1}{(R^2 + (a - x)^2)^{3/2}} \right], \quad (3.22)$$

onde  $N$  é o número de voltas,  $i$  é a corrente  $dc$  aplicada nos terminais das bobinas,  $R$  é o raio médio das bobinas,  $a$  é a distância entre as bobinas e  $x$  distância entre a primeira bobina e o sensor Hall.



**Figura 3.21.** O Comportamento do gradiente de campo em função da posição em relação às bobinas de excitação.

### Amplificador lock-in

No AGFM, o amplificador lock-in alimenta as bobinas de gradiente com seu sinal de referência, com uma onda em forma de uma senoide e valores ajustáveis de tensão e frequência. O gradiente de campo alternado responsável pela força oscilatória na amostra e a vibração da amostra é transformada em sinal elétrico pelo piezoelétrico. Este sinal produzido pelo piezoelétrico é o sinal de entrada do amplificador Lock-in. A figura 3.22 mostra o diagrama simplificado do amplificador lock-in.

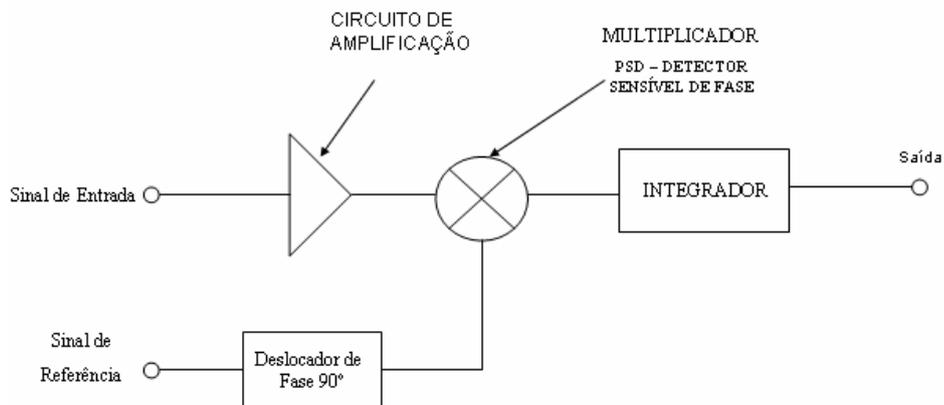
O amplificador lock-in modelo SR830 da *Stanford Research Systems* são, tipicamente, usados para detectar e medir sinais AC de baixa intensidade (poucos nanovolts) na presença de ruído. O lock-in permite separar e estudar sinais em fase e quadratura, além de utilizar uma técnica conhecida como detecção sensível de fase (*Phase-Sensitive Detection* ou PSD) [31].

O PSD permite realizar uma medida somente na frequência desejada de um sinal, filtrando as demais frequências. Isto é, possível por causa do método de detecção síncrona, que multiplica o sinal de entrada com o sinal de referência no PSD (escolhida pelo usuário) e depois integra, como observado nas figuras 3.12 e 3.13 [31]. A Tabela 3.6 mostra as informações básicas sobre lock-in SR830 contidas no manual do aparelho.

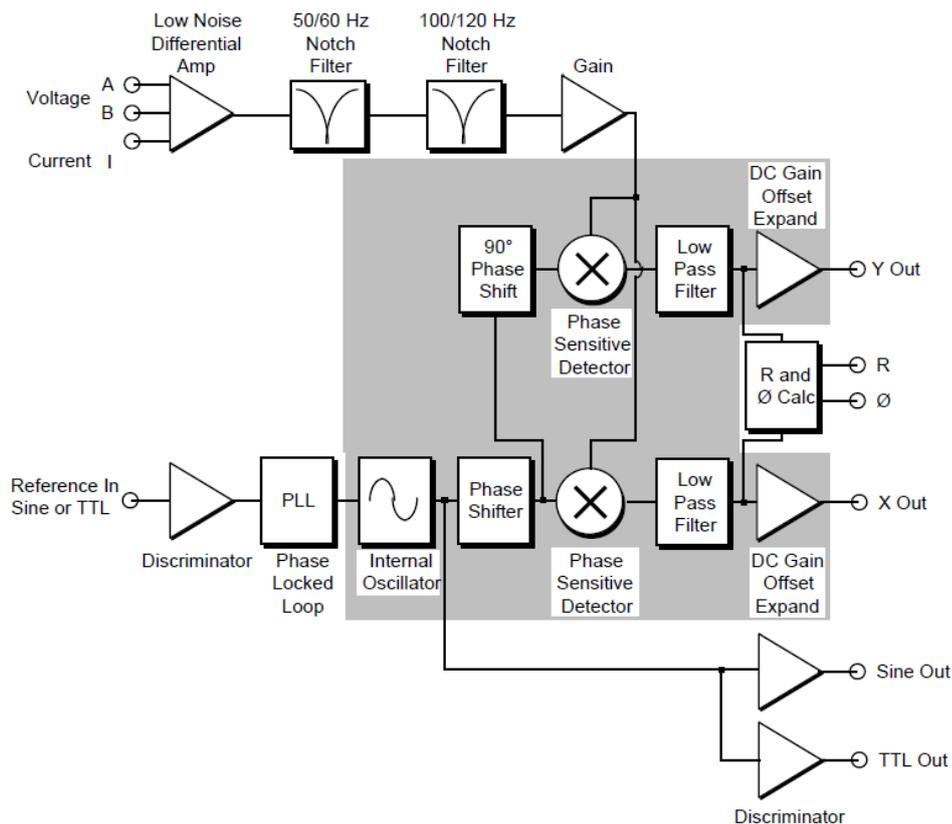
Assim como acontece com a fonte de corrente KEPCO, o amplificador também pode ser controlado remotamente pelo programa em Python desenvolvido durante esse trabalho, isto acarreta em um manuseio rápido e preciso do instrumento.

Parâmetros Básicos	Valores no SI
<b>Canais de Entrada</b>	
Intervalo de Sensibilidade	2 nV até 1 V
Impedância de Entrada	10 MΩ
Ruído de Entrada	6 nV/ $\sqrt{Hz}$
Distorção Harmônica	-80 dB
<b>Canal de Referência</b>	
Intervalo de Frequência	1 mHz até 102 kHz
Resolução de Frequência	0,1 mHz
Intervalo de Fase	0 ° até 360 °
Resolução de Fase	0,01 °
Amplitude de saída	4 mV até 5 V (rms)
Resolução de Amplitude	2 mV (rms)
Impedância de saída	50 Ω

**Tabela 3.6.** Especificações do amplificador Lock-in SR830 [31].



**Figura 3.22.** Diagrama simplificado do amplificador lock-in [32].



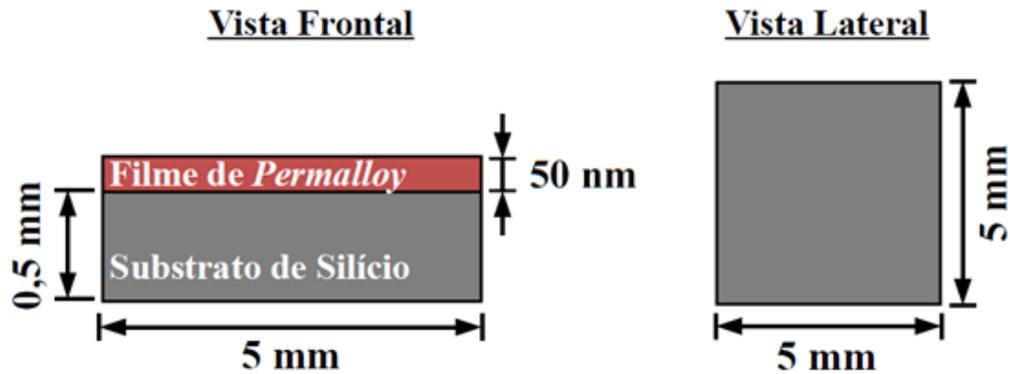
**Figura 3.23.** Diagrama de bloco do funcionamento do amplificador lock-in SR830 [31].

### 3.2.3 Sensor de vibração

Uma parte que necessita de atenção especial no AGFM é a preparação do conjunto piezoelétrico, haste e amostra devido as suas dimensões serem de fundamental importância para obtenção da resolução da medida do instrumento.

#### Amostras de Filmes Finos

As principais amostras magnéticas que necessitam de magnetômetros com alta sensibilidade (SQUID e AGFM) são os materiais nanoestruturados, ou seja, objetos que possuem pelo menos uma dimensão na escala nanométrica (de 1nm até 100 nm). Os filmes finos são produzidos através da técnica de deposição por desbaste iônico, tal técnica é conhecida como *sputtering*, que consiste em ionizar um gás inerte entre dois eletrodos para gerar um plasma sobre um alvo do material a ser depositado, com os íons do gás acelerados para colidirem com os átomos do alvo que se espalham pela superfície do substrato devidamente posicionado para receber os átomos do alvo. A Figura 3.24 contém um filme fino em um substrato silício [33].



**Figura 3.24.** As dimensões de um filme fino de *permalloy* com seu substrato de silício (100).

O nome *permalloy* é dado a uma liga metálica basicamente formada por 80% Níquel e aproximadamente 20% Ferro, na maioria dos casos. As propriedades magnéticas do *permalloy* são úteis em diversas aplicações como: sensores magnéticos, cabeça de leitura magnética, blindagem magnética e núcleo de transformadores. Estas propriedades tipicamente são: alta permeabilidade magnética, coercividade baixa, magnetostrição próxima de zero e magnetorresistência anisotrópica.

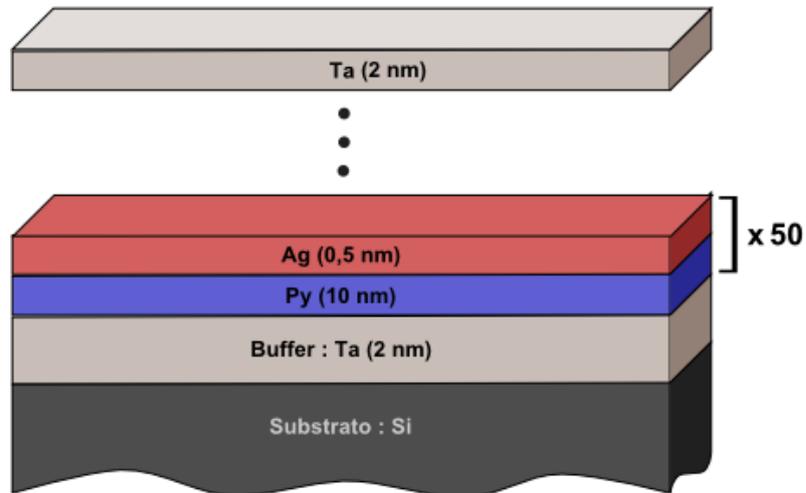
O valor esperado de momento magnético  $m_a$ , de uma amostra magnética, com elementos já previamente conhecidos, como é o caso do *permalloy*, precisa ser calculado através da equação:

$$m_a = M_{sat} V_a, \quad (3.23)$$

onde  $M_{sat}$  é magnetização de saturação das substâncias que compõem a amostra e  $V_a$  que é o volume da amostra. Como se pode verificar no cálculo do momento magnético da amostra presente na figura 3.24, sendo que o *permalloy* possui  $M_{sat} = 800 \text{ emu/cm}^3$  e o  $V_a = 1,25 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3$  [3], logo:

$$m_a = M_{sat} V_a = \left(800 \frac{\text{emu}}{\text{cm}^3}\right) \cdot (1,25 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3) = 10^{-3} \text{ emu}. \quad (3.24)$$

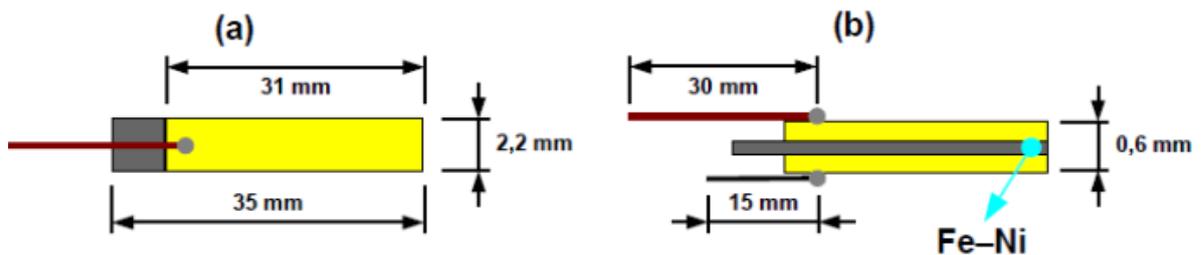
O cálculo do momento magnético em uma amostra que possui multicamadas de filmes, como a exibida na Figura 3.25, é realizado pela equação (3.22), só que leva em consideração as espessuras de materiais ferromagnéticos (por exemplo: *permalloy*).



**Figura 3.25.** As espessuras de uma amostra com multicamadas de filmes com a composição de  $Ta(2\text{ nm})/[Py(10\text{ nm})Ag(0,5\text{ nm})]x50/Ta(2\text{ nm})$ .

### Transdutores piezoelétricos utilizados

O elemento sensor do instrumento é composto de duas folhas de material piezoelétrico polarizado (normalmente cerâmica) separados por uma folha de metal fino (normalmente prata), todas as partes são isoladas eletricamente uma da outra. Neste trabalho utilizamos duas opções de sensores de cerâmica, um PZT-5J e um PZT-5H (Titanato Zirconato de Chumbo:  $PbZn_xTi_{1-x}O_3$ ). Ambos estão nas Figuras 3.26 e 3.27 com suas principais características físicas [34].

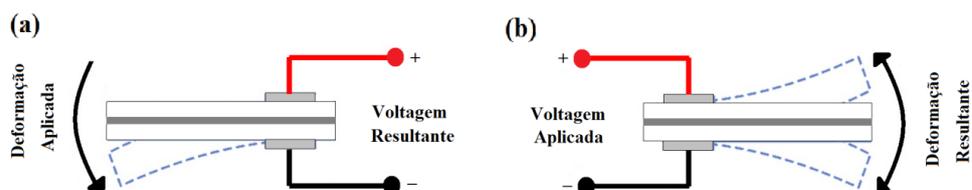


**Figura 3.26.** Primeiro transdutor piezoelétrico (PZT-5H) utilizado neste trabalho, todas as dimensões na figura estão em mm. (a) As dimensões de comprimento e largura, já (b) contém a espessura os dados dos fios [34].



**Figura 3.27.** Segundo 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 [34].

O piezoelétrico é um transdutor passivo que gera um sinal elétrico proporcional a um estímulo mecânico ou de modo recíproco quando recebe sinal elétrico responde com uma agitação mecânica correspondente, tal comportamento é visto na figura 3.28. Assim sendo, a piezoelectricidade é uma propriedade de transformar energia mecânica em energia elétrica ou vice-versa.



**Figura 3.28.** (a) Bimorfo sujeito a uma deformação que produz voltagem nos terminais. (b) É aplicada uma voltagem ao bimorfo que produz uma deformação.

Algumas informações importantes dos materiais piezoelétricos usadas neste trabalho estão presentes na Tabela 3.7.

<b>Propriedades e Especificações</b>	<b>PZT-5H</b>	<b>PZT-5J</b>
Densidade (Kg/m <sup>3</sup> )	7,8	7,8
Módulo de Elasticidade (x10 <sup>10</sup> N/m <sup>2</sup> )	7,2	7,4
Temperatura máxima para solda (° C)	300	270
Tempo máximo de solda (s)	3	3
Frequência de ressonância (kHz)	2	4
Resistência de isolamento (MΩ)	50	50
Constante Piezoelétrica g <sub>31</sub> (10 <sup>-3</sup> Vm/N)	-6,2	-10,4
Fator de qualidade mecânico	60	85
Deflexão máxima (mm)	1,3	1,3
Temperatura de operação (° C)	5 - 60	5 - 60
Sensibilidade (V/N)	220	225

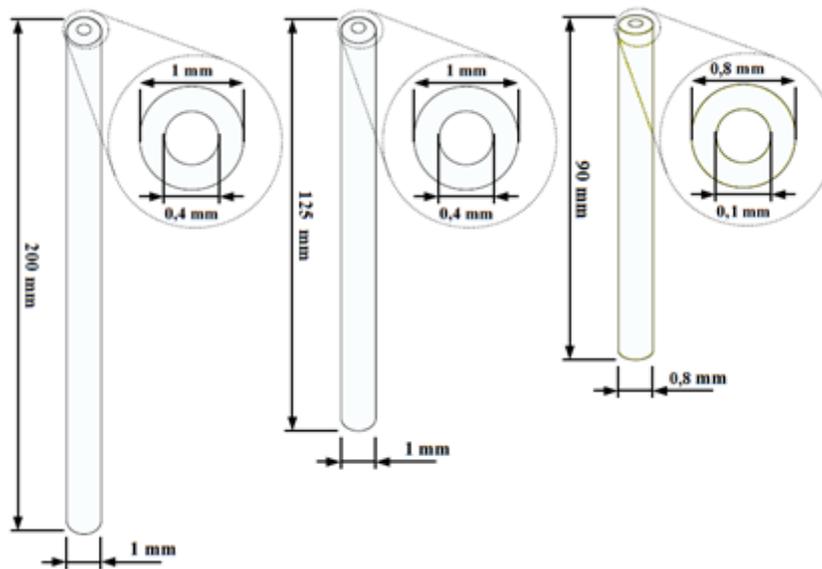
**Tabela 3.7.** Especificações e propriedades dos piezoelétricos utilizados [34].

### **Hastes utilizadas**

As hastes do AGFM devem ser compostas por materiais não magnéticos, geralmente elas são feitas de fibra de vidro, vidro ou quartzo. Se a haste for feita de um material condutor o campo alternado pode interagir com a haste, tal fato resulta em interferência na medida [4].

A figura 3.29 mostra as hastes utilizadas durante a montagem do AGFM. Foram utilizadas quatro hastes de vidro; estas possuem comprimentos iguais a 200 mm, 125 mm e 90 mm. As dimensões foram escolhidas com base no encontrado na bibliografia especializada [15, 20, 27].

A parte que está ligada a fixação da amostra, geralmente usa-se uma pequena quantidade de graxa de vácuo na ponta haste para mantê-la grudada, devido à haste ser muito fina para usar fita dupla face ou teflon.



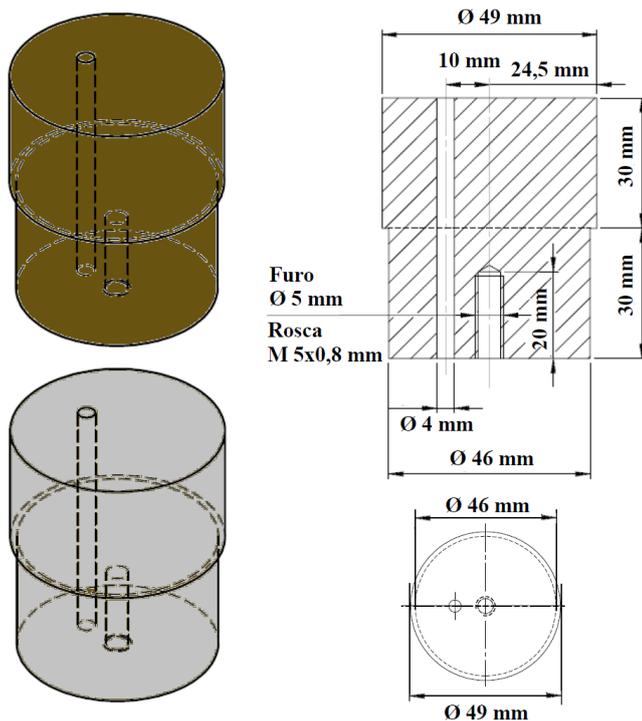
**Figura 3.29.** As hastes não magnéticas utilizadas durante a montagem do AGFM. Todas são de vidro borossilicato.

### 3.2.4 Partes complementares

#### Posicionadores e peças de suporte

O uso de posicionadores na montagem é necessário porque para se realizar uma medida em uma amostra magnética é preciso que ela esteja posicionada no centro das bobinas de gradiente de campo, sem esquecer que após realização da medida existe a necessidade de trocar de amostra e o fato de poder mover amostra com precisão milimétrica ajuda, e muito, neste momento.

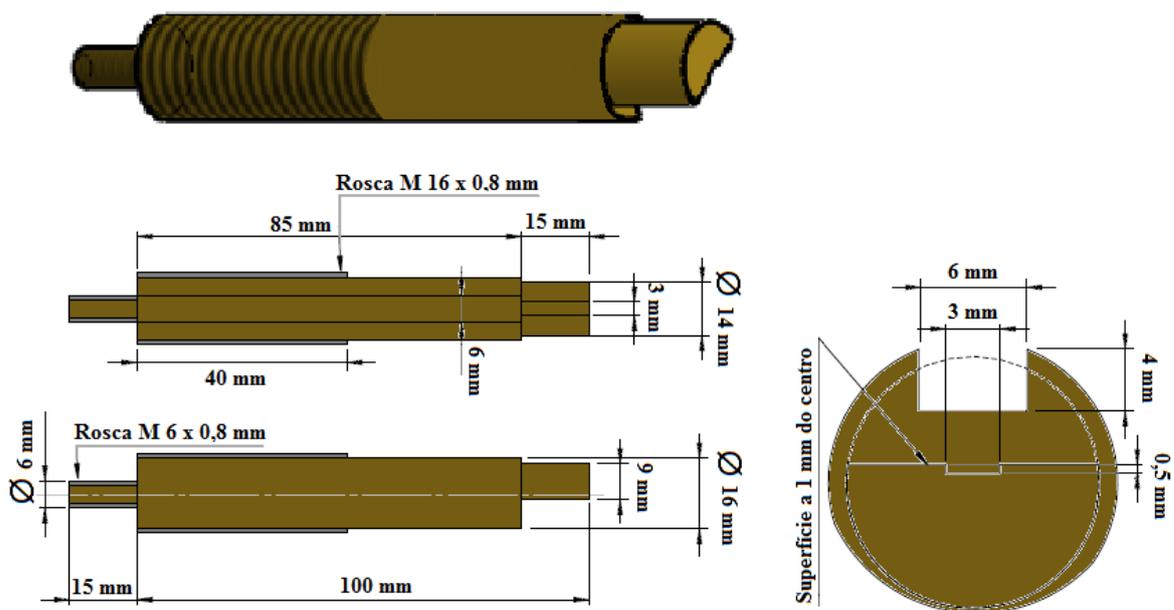
O piezoelétrico, a haste e a amostra são conectados ao posicionador (z) com o auxílio de peças confeccionadas especificamente para isto e ambas são exibidas com suas características nas figuras 3.30 e 3.31. As duas peças cilíndricas (figura 3.30) são utilizadas alternadamente, já que os posicionador só possuem espaço para uma peça de cada vez.



**Figura 3.30.** O cilindro amarelo (de latão) e o cilindro cinza (de aço inox não magnéticas) são necessários para unir o suporte do piezoelétrico aos posicionadores.

Para a peça de suporte do piezoelétrico, na Figura 3.31, é preciso ter um cuidado, porque ela precisa impedir o movimento do piezoelétrico em dois (em  $y$  e  $z$ ) dos três eixos ( $x$ ,  $y$  e  $z$ ) de direções. Caso não consiga, as medidas realizadas no experimento acabam sendo prejudicadas ou não será possível fazer a medida por causa de movimentos indesejados no sensor. Um modo de evitar esses movimentos indesejáveis é colar o piezoelétrico ao suporte ou travá-lo mecanicamente com o auxílio de um ou dois parafusos, sendo que não deve haver contato elétrico entre o suporte e o bimorfo piezoelétrico por que pode acarretar em um curto circuito, isto impede a medida diferencial dos terminais do bimorfo.

Na figura 3.31 note que ele possui 40 mm de rosca na parte superior, para que, caso haja necessidade, possa ser colocado um tubo de alumínio ou plástico para proteger o sensor.



**Figura 3.31.** Medidas físicas do suporte do piezoelétrico (de latão). Foram construídos dois iguais para serem utilizados alternadamente.

Os posicionadores x e y são do modelo translador horizontal TX2-120.40 da OPTRON que possuem cursor útil de 40 mm com precisão de 0,5 mm (mostrado na Figura 3.32 3.32), já o posicionador z é da *Bausch and Lomb*, modelo *MicroZoom Microscope*, um curso útil de 50 mm com precisão de 0,1 mm. A principal função deles é possibilitar o posicionamento da amostra no centro das bobinas de gradiente de modo preciso, com o ajuste fino.



**Figura 3.32.** Posicionador modelo translador horizontal TX2-120.40 da OPTRON, que são usados na montagem.

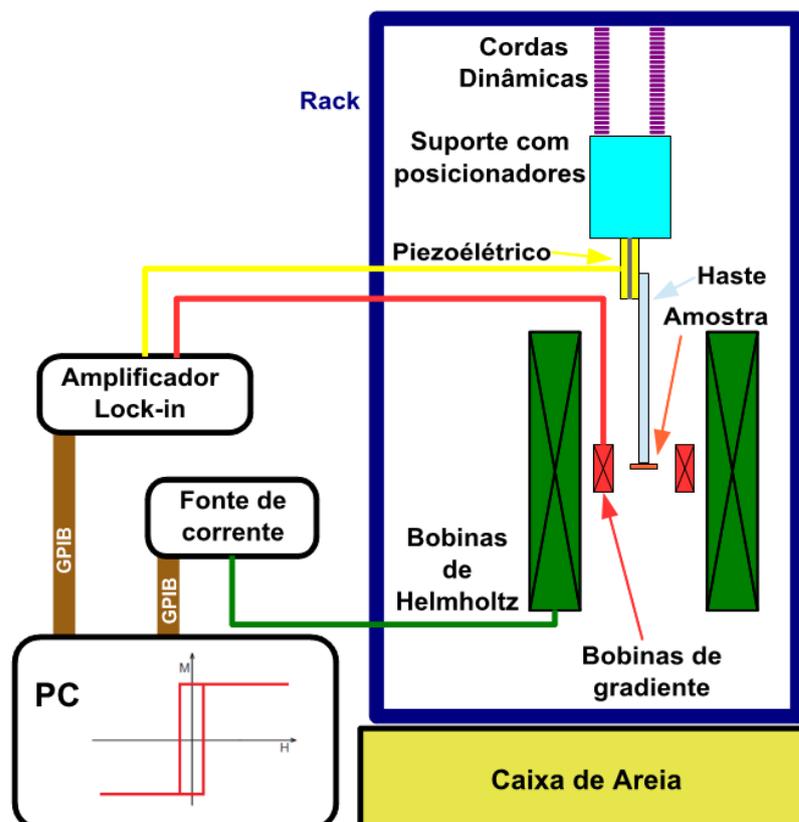
### 3.2.5 Conjunto redutor de ruídos

#### Caixa de areia, rack e cordas

Os próximos componentes apresentados estão diretamente relacionados com a atenuação das vibrações mecânicas e dos ruídos sonoros, por que sem esses componentes a sensibilidade do magnetômetro fica comprometida e a figura 3.33 mostra a montagem do AGFM com estes componentes.

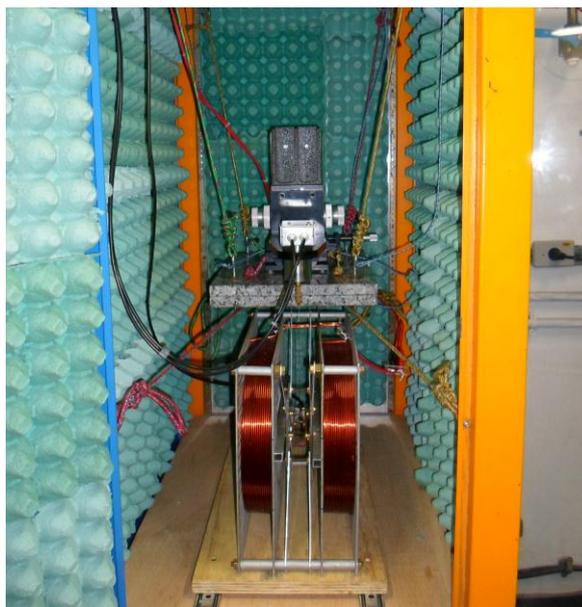
A caixa de areia serve para atenuar as vibrações mecânicas que podem chegar pelo solo, quando as vibrações chegam a areia elas são dissipadas pelo meio. Esta caixa tem as seguintes dimensões internas de 80 cm de comprimento, 80 cm de largura e 20 cm de altura. As físicas da caixa foram escolhidas para acomodar o rack que protege algumas partes do AGFM.

O rack possui a função básica de proteger o magnetômetro dos ruídos sonoros e do deslocamento de ar presente na sala, principalmente a parte do sensor de vibração. As dimensões físicas do rack devem abrigar todos os componentes presentes na Figura 3.33.



**Figura 3.33.** Diagrama de blocos da montagem completa do AGFM, com destaque aos componentes (caixa de areia, rack e cordas) que protegem da ação de sinais espúrios.

Outra forma de atenuar a ação das vibrações mecânicas sobre um objeto é feita ao suspender o objeto com de cordas dinâmicas ou molas, o objeto suspenso pelas cordas na montagem é conjunto de posicionadores, este método é baseado na montagem do AGFM vertical de Flanders [25]. A figura 3.34 mostra a montagem da versão definitiva do magnetômetro.



**Figura 3.34.** Fotografia da versão definitiva do AGFM.

### **3.3 Software de controle**

A linguagem de programação utilizada para montagem do software foi a Python 2.7.3, padrão de junho de 2011. Python 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) [35].

#### **3.3.1 Partes de software**

A lógica para montar o programa foi baseada nos procedimentos padrões de medida utilizados em um AGFM, ou seja, para controlar o campo magnético gerado pelas bobinas de Helmholtz tem que ter o controle das funções da fonte de corrente. Para controlar o gradiente de campo é necessário domínio sobre a amplitude, a frequência e a fase do sinal produzido no

gerador de funções do amplificador lock-in. O sinal produzido no piezoelétrico precisa ser medido pelo lock-in e armazenado em um arquivo no computador para verificar como ficou a medida de momento magnético da amostra.

O software está dividido em cinco partes ou cinco Classes – como é chamado um conjunto de funções em Python 2.7.3 [35] – elas são:

Classe 1 (KEPCO\_BOP\_20\_20) possui as funções e dados básicos para o controle da fonte de corrente, todas as informações contidas nesta classe foram extraídas do manual da fonte de corrente [20];

Classe 2 (SRS\_SR830) tem as funções e dados básicos para o controle do amplificador lock-in, toda a classe foi montada conforme as instruções presente no manual do amplificador lock-in SR830 [21];

Classe 3 (FieldControler) contém os comandos para o controle do campo magnético das bobinas de Helmholtz;

Classe 4 (AGFMControler) inclui os parâmetros de controle do gradiente de campo e dos parâmetros de sensibilidade do lock-in durante as medidas;

Classe 5 (AGFM) coordena o salvamento dos valores de campo magnético aplicado e voltagem durante a medida, com a opção de plotar o gráfico do momento magnético versus o campo H aplicado, em tempo real.

### **3.3.2 Procedimentos de medida**

A figura 3.35 mostra o fluxograma durante uma medição do AGFM:

Passo 1: ao selecionar a função de medir o momento magnético, o programa envia uma mensagem para a fonte de corrente;

Passo 2: a fonte de corrente alimenta as bobinas de Helmholtz de acordo com mensagem enviada pelo programa;

Passo 3: a fonte avisa o programa que está injetando a corrente necessária;

Passo 4: com a confirmação da fonte, o programa envia a mensagem ao amplificador lock-in para gerar um sinal senoidal com amplitude e frequência e fase especificada;

Passo 5: o sinal alimenta as bobinas de gradiente de campo, o gradiente vai gerar uma força oscilatória sobre a amostra magnética entre as bobinas;

Passo 6, o piezoelétrico detecta a oscilação da amostra e gera um sinal elétrico nos seus terminais;

Passo 7: o sinal gerado no piezoelétrico é medido no amplificador lock-in;

Passo 8: o amplificador envia ao programa qual foi o valor medido, com os dados da fonte e do amplificador o programa salva os dados em um arquivo txt e pode ou não plotar o gráfico da medida.

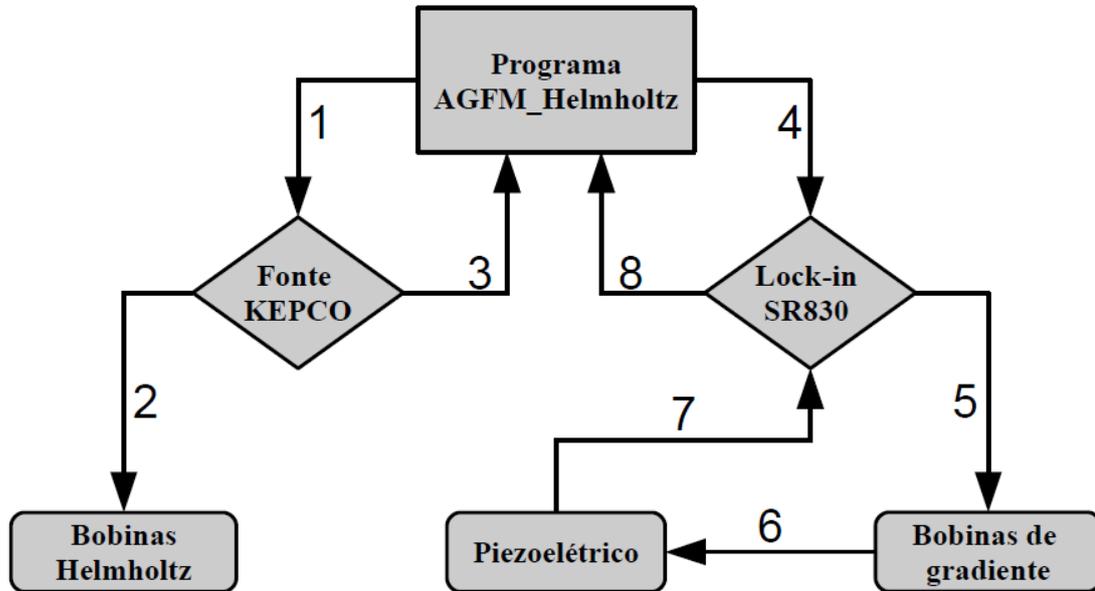


Figura 3.35. Fluxograma do programa de controle do magnetômetro AGFM.

## 4. Resultados e Discussões

### 4.1 Medidas de Frequências Ressonantes

O primeiro tipo de medida que se faz em um AGFM é varredura em frequência, para identificar qual é frequência de ressonância fundamental e seus respectivos harmônicos do conjunto: piezoelétrico, haste e amostra. E como mostra a seção 3.1.2 deste estudo, a frequência de ressonância do sensor de vibração depende principalmente de fatores como as características físicas do piezoelétrico e da haste utilizados na montagem do sensor. Para melhor entendimento são apresentados os resultados da varredura de três montagens ou sistemas trocando a haste (H1, H2 e H3) ou o piezoelétrico (PZT-5H ou PZT-5J). A amostra utilizada é a mesma nos três casos, para fim de comparação, ela possui dimensões 4,1 mm de comprimento e 3,8 mm de largura e uma multicamada de  $Ta(2\text{ nm})/[Py(10\text{ nm})Ag(0,5\text{ nm})]x50/Ta(2\text{ nm})$  com total de 500 nm de espessura de *permalloy* (Py). Conforme o cálculo apresentado na seção 3.2.3, o valor esperado de momento magnético é  $3,9x10^{-3}$  emu.

As condições de medida controladas pelo amplificador lock-in foram fixadas as mesmas para todas as varreduras, pois só assim vale a comparação entre os resultados. O tempo de integração foi fixado em 300 ms e amplitude de sinal senoidal de 1V (ou 2 V).

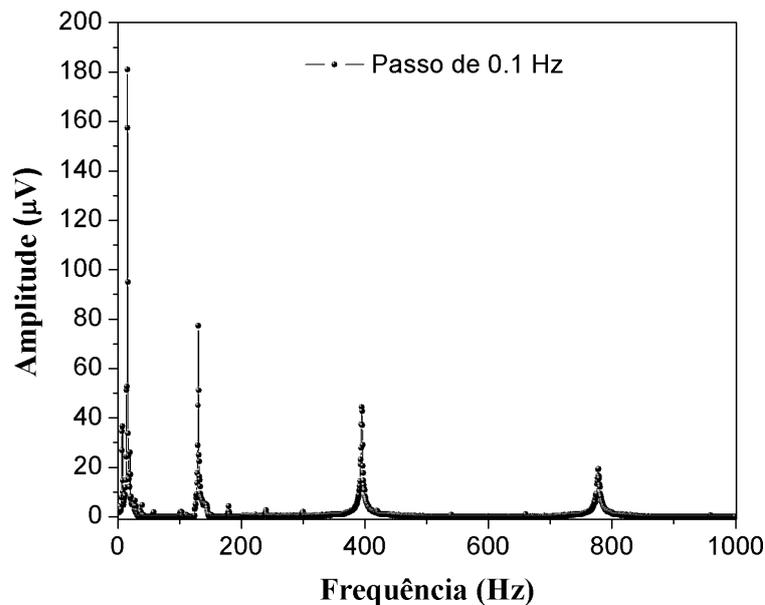
#### Sistema 1 (PZT-5J + H1)

A haste utilizada possui 1 mm de diâmetro e 200 mm de comprimento, já o piezoelétrico é o PZT-5J. A figura 4.1 apresenta o gráfico da varredura em frequência, de 1 a 1000 Hz com passo de 0.1 Hz, onde cinco picos destacam-se e são eles: 7 Hz, 15 Hz, 128 Hz, 395 Hz e 790 Hz. Entre os picos de ressonância o pico em 15 Hz alcança maior amplitude (180  $\mu$ V), porém não apresenta um sinal tão estável quanto o pico em 395 Hz que possui a melhor relação sinal-ruído de todos os picos. No AGFM para obter maior sensibilidade magnética é preciso ter a melhor relação de sinal-ruído. As bobinas de gradiente foram alimentadas por sinal amplitude de sinal de 1 V.

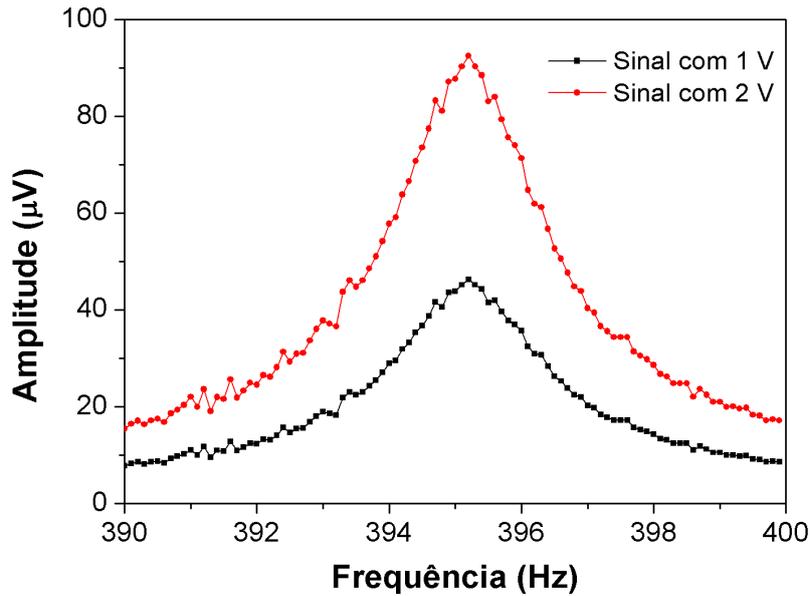
Na figura 4.2 observamos mais detalhes do pico de ressonância em 395 Hz e com o acréscimo de mais uma medida de varredura (linha vermelha), só que esta com o dobro do

sinal da primeira (linha preta) e isto ocorre por que a medida maior (linha vermelha) foi feita com um sinal senoidal de 2 V de amplitude. A diferença entre as duas medidas é diretamente proporcional à diferença de amplitude de sinal nas bobinas, ou seja, quando se aumenta a amplitude de sinal o gradiente de campo também aumenta entre as bobinas de gradiente, logo a força que atua sobre a amostra cresce proporcionalmente e por consequência o sinal produzido pelo piezoelétrico segue o mesmo aumento.

A dependência da amplitude do sinal produzido pelo piezoelétrico com a quantidade de gradiente de campo é utilizada para confirmar se o pico de ressonância é realmente magnético, pois caso não seja de origem magnética ele não deve seguir proporcionalmente ao aumento do gradiente de campo, isto é observado no pico de 60 Hz e seus múltiplos (já que possuem origem elétrica).



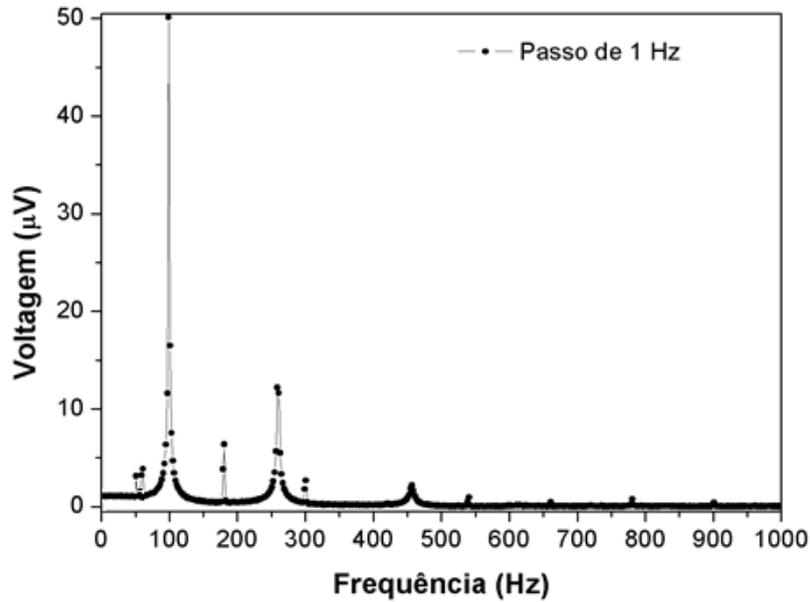
**Figura 4.1.** Varredura em frequência de 1 até 1000 Hz, com o passo de 0,1 Hz. Usando H1 e o PZT-5J.



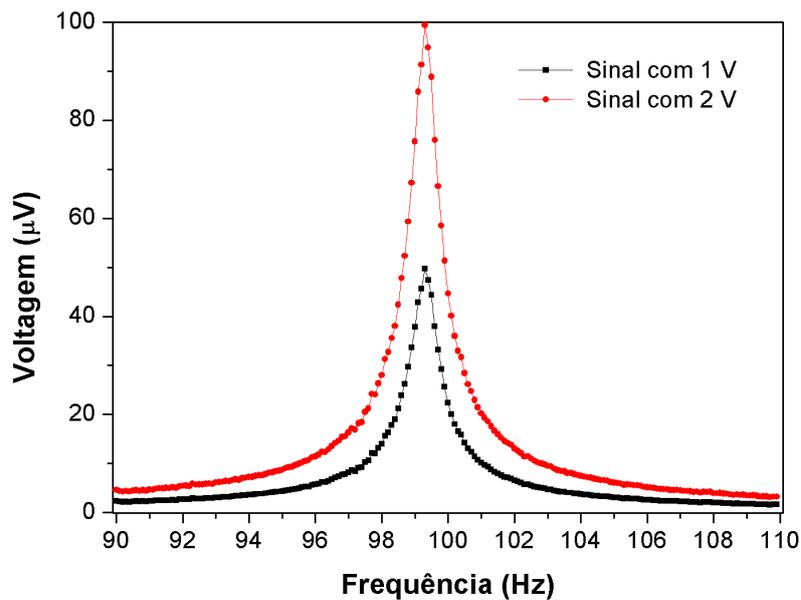
**Figura 4.2.** Varredura em frequência de 390 até 400 Hz, com passo de 0,1 Hz. Da primeira haste com o piezoelétrico PZT-5J.

### Sistema 2 (PZT-5H + H2)

Com a segunda haste foi usado o piezoelétrico - PZT-5H - e tem 1 mm de diâmetro e 125 mm de comprimento,. A figura 4.3 mostra o gráfico da varredura em frequência, de 1 a 1000 Hz com passo de 1 Hz, onde três picos destacam-se e eles são: 99 Hz, 180 Hz e 256 Hz. Sendo que o 180 Hz não pode ser usado, pois é um harmônico da rede. Entre os picos de ressonância o pico em 99 Hz alcança maior amplitude (50 µV), mesmo sendo o mais estável apresenta uma variação maior que 5% na amplitude. Igualmente na primeira haste, as bobinas de gradiente foram alimentadas por sinal amplitude de sinal de 1 V. Ao dobrar a quantidade de sinal para 2 V nas bobinas de gradiente, como apresenta a figura 4.4, o efeito foi o mesmo da figura 4.2.



**Figura 4.3.** Varredura em frequência de 1 até 1000 Hz, com o passo de 1 Hz. Usando H2 e o PZT-5H.

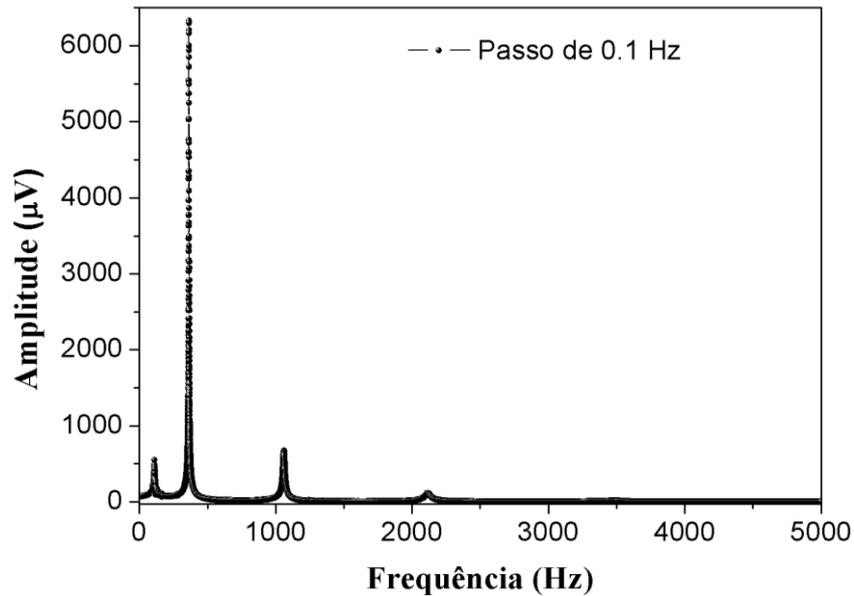


**Figura 4.4.** Varredura em frequência de 90 até 110 Hz, com passo de 0,1 Hz. Da H2 com o piezoelétrico PZT-5H.

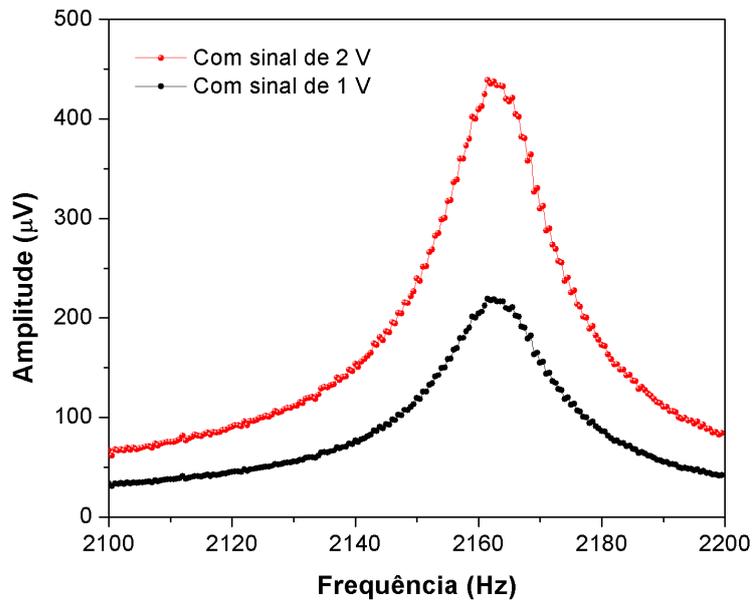
### Sistema 3 (PZT-5J + H3)

A H3 possui 0,8 mm de diâmetro e 90 mm de comprimento e foi unida ao piezoelétrico PZT-5J. Na figura 4.5, o gráfico da varredura em frequência de 1 a 5000 Hz com passo de 0.1 Hz destaca quatro picos de ressonância: 108 Hz, 356 Hz, 1063 Hz e 2164 Hz. Dos quatro o que apresenta mais estabilidade é o pico em 2164 Hz e atinge amplitude de sinal

igual  $23 \mu\text{V}$ , apresenta variação de sinal menor que 1%. Igualmente na primeira haste (seção 0), as bobinas de gradiente foram alimentadas por sinal amplitude de sinal de 1 V. Na figura 4.6 é mostrado que ao dobrar a quantidade de sinal nas bobinas de gradiente, o efeito foi o mesmo das figuras 4.2 e 4.4, pelos mesmos motivos citados com hastes anteriores.



**Figura 4.5.** Varredura em frequência de 1 até 5000 Hz, com o passo de 0,1 Hz. Usando H3 e o PZT-5J.



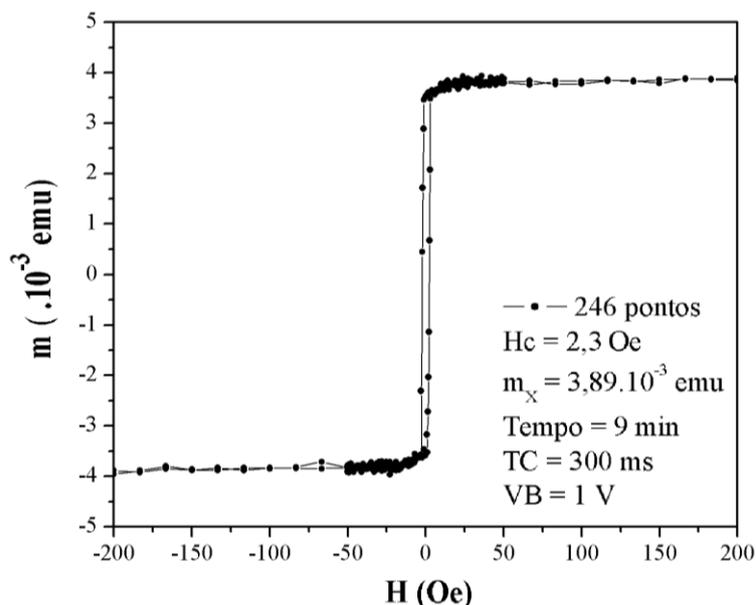
**Figura 4.6.** Varredura em frequência de 2000 até 2200 Hz, com passo de 0,5 Hz. Da H3 com o piezoelétrico PZT-5J.

## 4.2 Teste de sensibilidade

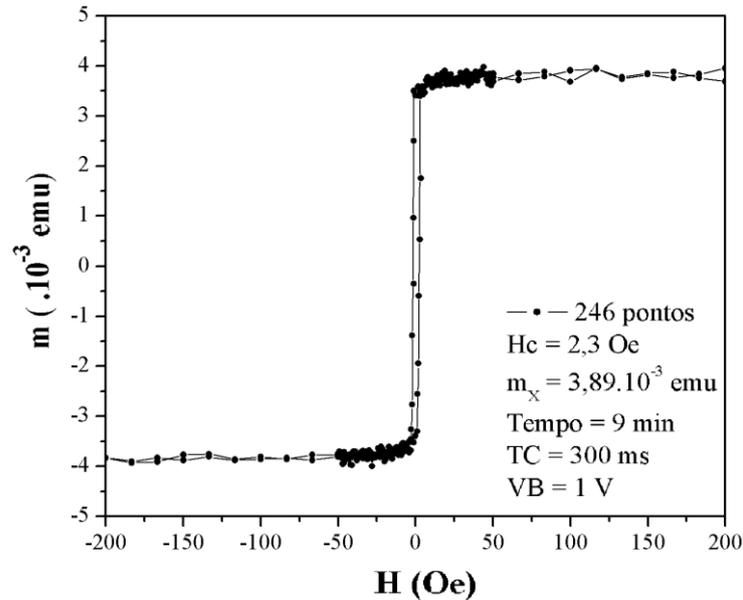
Nesta seção são exibidas curvas de histerese de filmes finos com diferentes espessuras, para analisar a sensibilidade magnética obtida pelo AGFM montado, para cada amostra é realizada a comparação entre os três sistemas eletromecânicos montados na seção 4.1.

### Multicamada de Filmes finos com 500 nm de espessura de *permalloy*

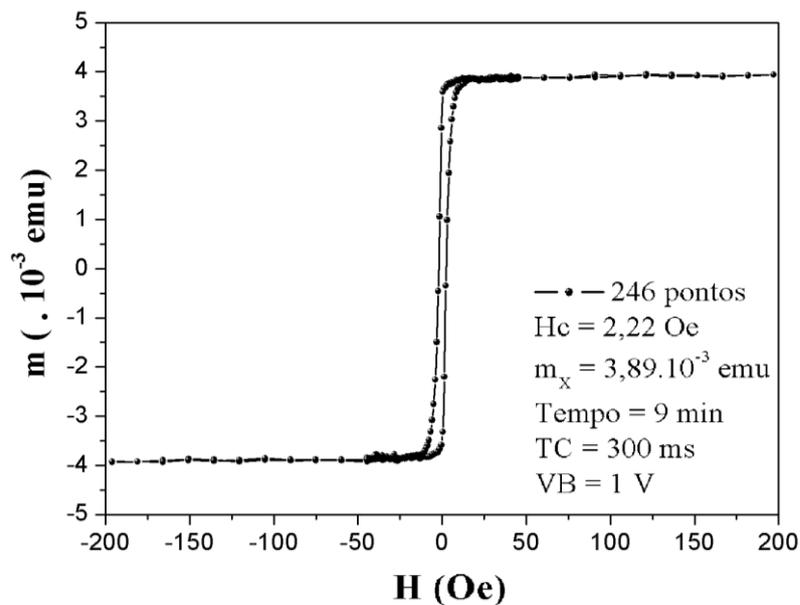
As figuras 4.7, 4.8 e 4.9 mostram as curvas de magnetização obtidas no AGFM, com o campo uniforme (H) aplicado variando de +300 Oe  $\rightarrow$  -300 Oe  $\rightarrow$  +300 Oe com total de 246 pontos, sendo 123 em sentido crescente e 123 em sentido decrescente. A maioria dos pontos (202) está concentrada entre -50 e 50 Oe, para uma melhor leitura do campo coercivo. Com isto o resultado encontrado é igual a 2,2 Oe de campo coercivo ( $H_C$ ). Para obter as figuras, os parâmetros do amplificador lock-in foram ajustados com: tempo de integração de 300 ms, voltagem de saída do gerador de funções em 1 V (rms), a frequência no gerador de funções em 2164 Hz e modo de medida diferencial (A-B), para os sinais vindos do piezoelétrico. O tempo de integração escolhido e o número de pontos (246) para as medidas resultou no tempo total de 9 min. O momento magnético da multicamada com 500 nm de espessura de Py é igual a  $3,89 \times 10^{-3}$  emu, sendo que o filme possui  $8,64 \text{ mm}^2$  de área.



**Figura 4.7.** Medida do momento magnético em função do campo aplicado na multicamada com espessura total de 500 nm de Py e área  $3,35 \times 2,9 \text{ mm}^2$ , com o sistema 1.



**Figura 4.8.** Medida do momento magnético em função do campo aplicado na multicamada com espessura total de 500 nm de Py e área  $3,35 \times 2,9 \text{ mm}^2$ , com o sistema 2.

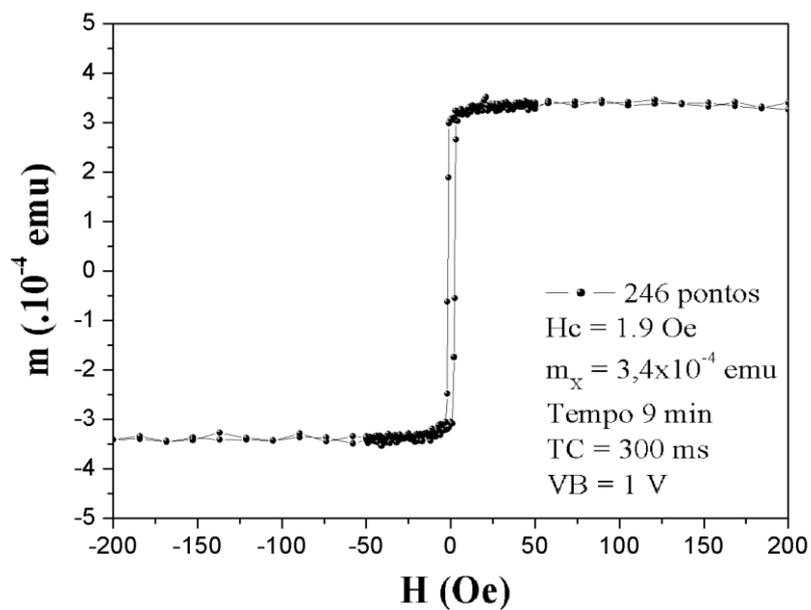


**Figura 4.9.** Medida do momento magnético em função do campo aplicado na multicamada com espessura total de 500 nm de Py e área  $3,35 \times 2,9 \text{ mm}^2$ , com o sistema 3.

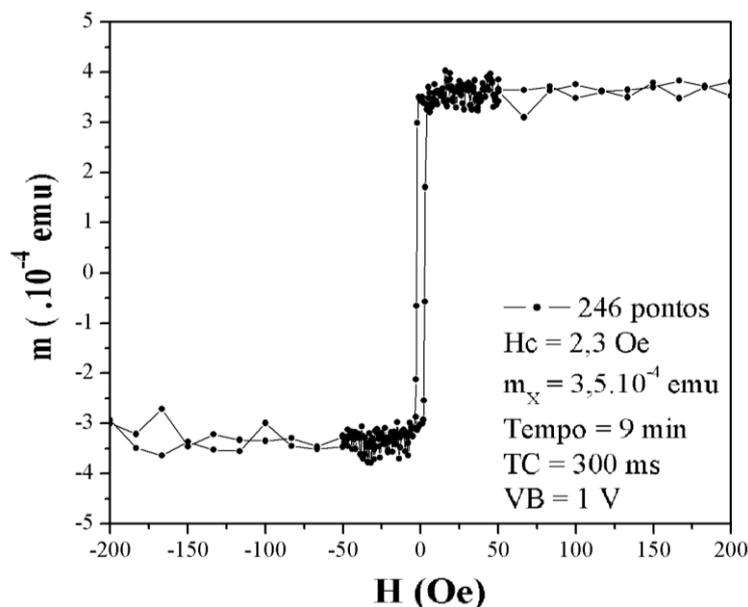
### Filmes com 50 nm de espessura

Quanto menor a quantidade de material magnético na amostra menor é o sinal produzido pelo piezoelétrico no AGFM, logo ao mudar a amostra de 500 nm de espessura de Py por uma de 50 nm de espessura também de Py o sinal diminui aproximadamente para um décimo do que era antes. A medida da amostra de 50 nm de Py é realizada diminuindo a

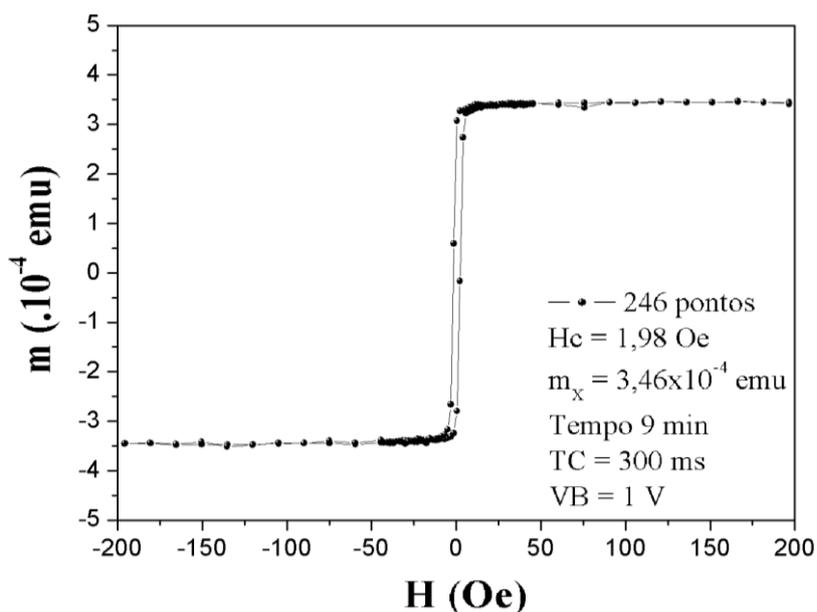
sensibilidade do lock-in, para uma escala 10 vezes menor, para que haja uma medição com precisão. Nas figuras 4.10, 4.11 e 4.12 temos as curvas de histerese magnética para o filme de 50 nm de espessura de Py com os três sistemas montados. Ao realizar uma comparação entre as figuras da subseção anterior com subseção atual, já que os parâmetros de controle do magnetômetro continuam os mesmos (tempo de integração, números de pontos da medida e voltagem nas bobinas de gradiente), esta análise mostra que os sistemas 1 e 2 apresentam medidas ruidosas em relação a medida do sistema 3. O momento magnético do filme de Py 50 nm de espessura é igual a  $3,4 \times 10^{-4}$  emu, sendo que o filme possui  $3,2 \times 2,7$  mm<sup>2</sup> de área.



**Figura 4.10.** Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 50 nm e área  $3,2 \times 2,7$  mm<sup>2</sup>, com o sistema 1.



**Figura 4.11.** Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 50 nm e área 3,2x2,7 mm<sup>2</sup>, com o sistema 2.

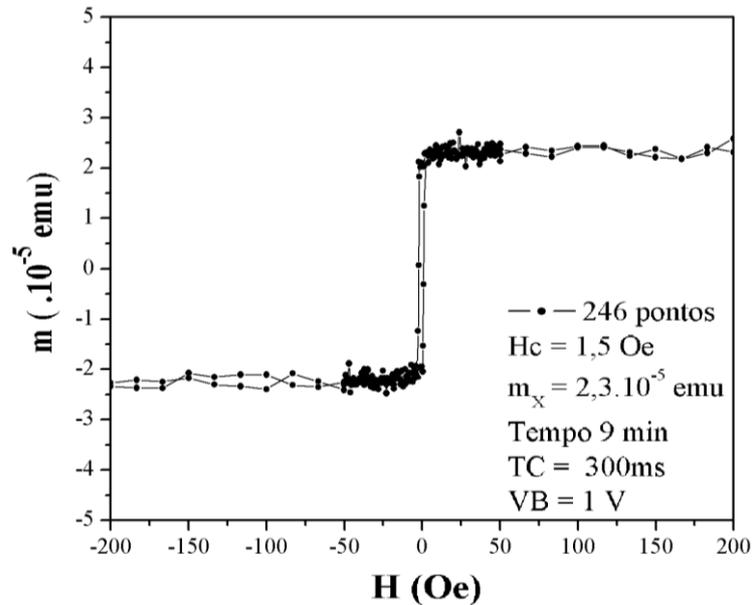


**Figura 4.12.** Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 50 nm e área 3,2x2,7mm<sup>2</sup>, com o sistema 3.

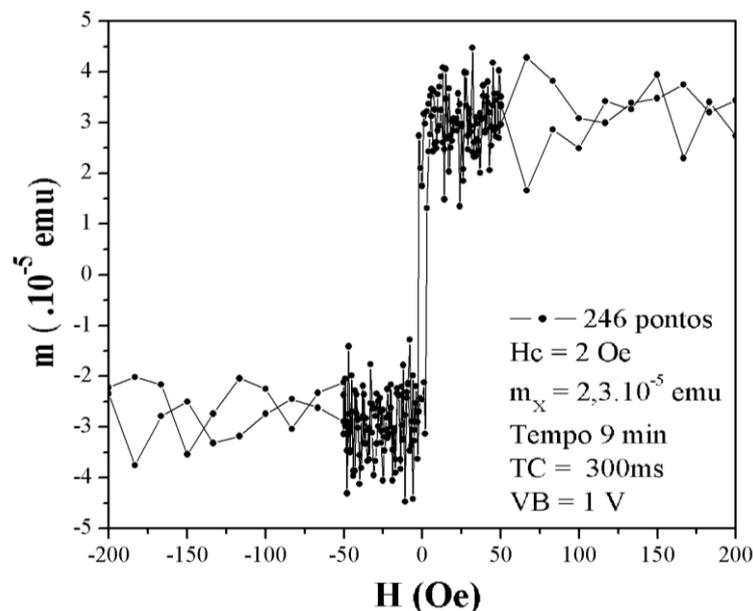
### Filmes com 5 nm de espessura

Outra amostra foi medida pelos três sistemas (ver as figuras 4.13, 4.14 e 15), mas agora é um filme de Py com 5 nm espessura e 2,8x2,1 mm<sup>2</sup>, isto é medida de quantidade dez vezes menor de material ferromagnético e, por consequência, de momento magnético total. Mais uma vez ao comparar os resultados encontrados temos que a medida mais clara é a

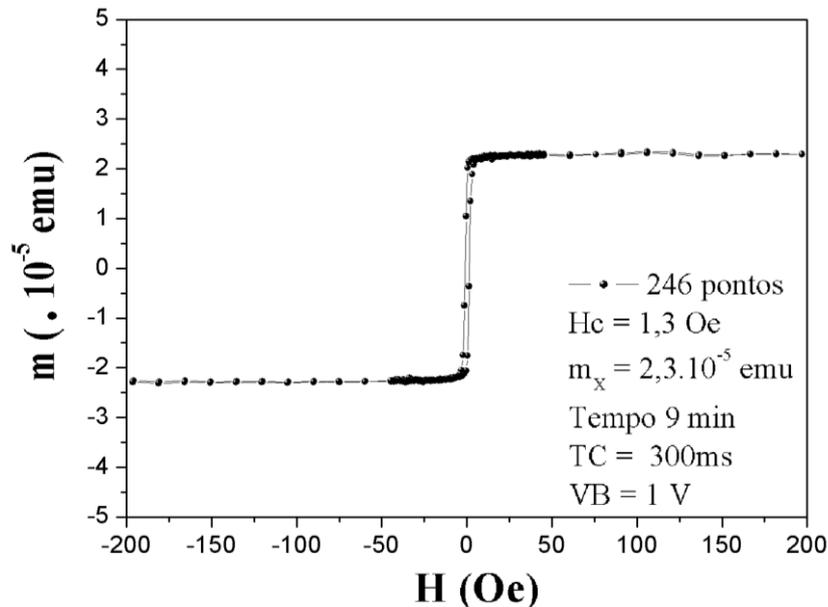
realizada pelo sistema 3, só que dessa vez são notórios os ruídos presentes nas medidas do sistemas 1 e 2. Quanto menor a quantidade de material ferromagnético maior deve ser a sensibilidade do sistema de medida para realizar uma medida clara, logo o sistema 3 possui maior sensibilidade que os demais. O momento magnético do filme de Py 5 nm de espessura é igual a  $2,3 \times 10^{-5}$  emu, sendo que o filme possui  $2,8 \times 2,1$  mm<sup>2</sup> de área.



**Figura 4.13.** Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 5 nm e área  $2,8 \times 2,1$  mm<sup>2</sup>, com o sistema 1.



**Figura 4.14.** Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 5 nm e área  $2,8 \times 2,1$  mm<sup>2</sup>, com o sistema 2.



**Figura 4.15.** Medida do momento magnético em função do campo aplicado no filme fino de Py com espessura 5 nm e área 2,8x2,1 mm<sup>2</sup>, com o sistema 3.

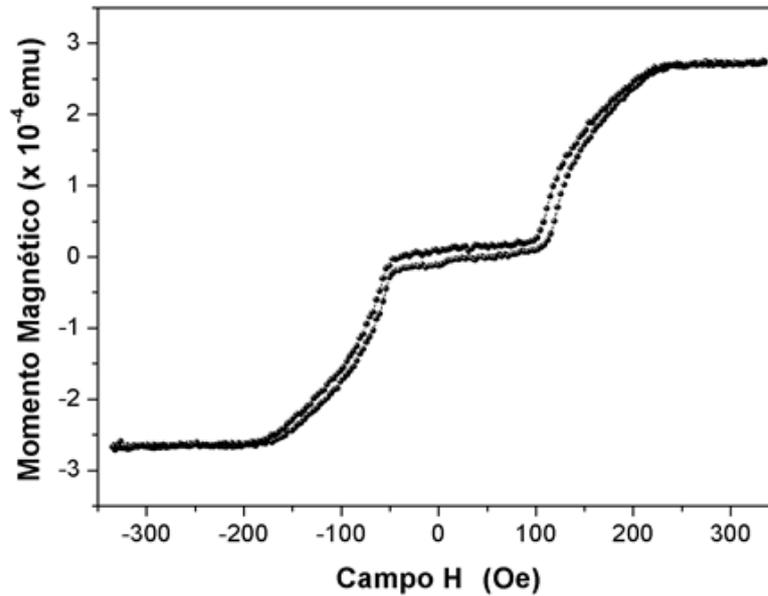
### 4.3 Medidas de amostras diversas

Um magnetômetro AGFM que possui sensibilidade de pelo menos  $10^{-6}$  emu consegue atender uma grande variedade de amostras magnéticas, como por exemplo: válvulas de spin, antiferromagnéticos sintéticos e redes de discos nanoestruturados.

#### Medida de um Synthetic-Antiferromagnetic (SAF)

Um SAF ou antiferromagnético sintético é uma estrutura de três camadas de filmes finos, sendo duas camadas de material ferromagnético (de 20, 30 ou 40 nm) separadas por uma camada ultrafina de Ru (menor que 1 nm), que se comporta como um material antiferromagnético. Como um SAF possui duas camadas nanométricas de material ferromagnético é possível fazer uma curva de magnetização com AGFM, já que o momento magnético total de um SAF corresponde cerca de  $10^{-4}$  emu [36, 37].

O SAF medido na figura 4.16 é composto pelas camadas de *Ta(2 nm)/Py(20 nm)/Ru(1 nm)/Py(20 nm)/IrMn(15 nm)/Ta (2 nm)*, onde a espessura total de material magnético é de 40 nm e a área de 8,75 mm<sup>2</sup> da amostra.



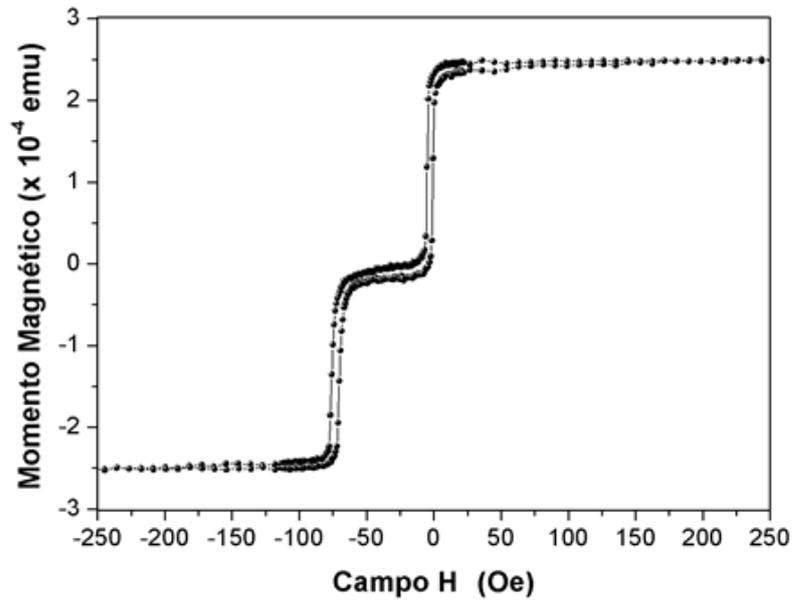
**Figura 4.16.** Curva de histerese de um SAF. Tempo de medida: 16 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V. Número de pontos: 402.

### Medidas de válvulas de spin

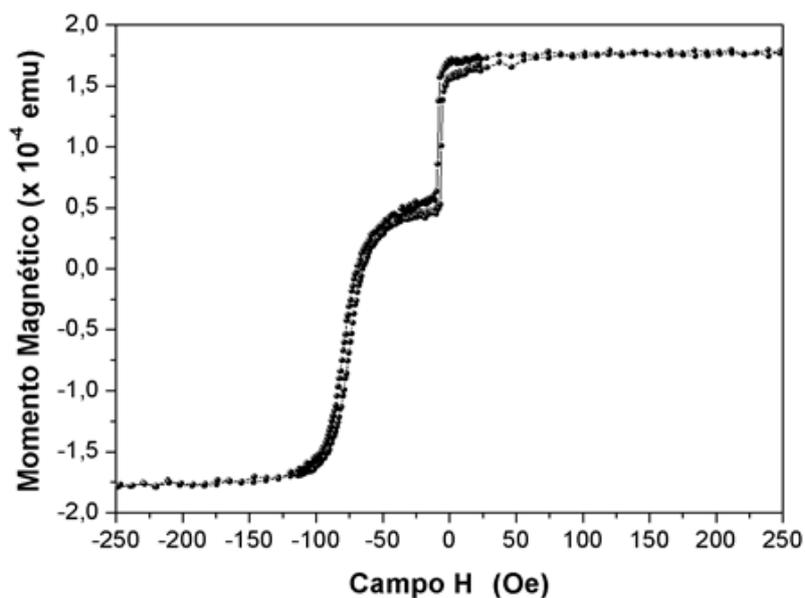
Uma válvula de spin é um dispositivo composto que consiste de duas camadas nanométricas (de material ferromagnético macio) separadas por uma segunda camada não magnética, a qual deve ser suficientemente espessa para impedir o acoplamento magnético entre as camadas ferromagnéticas. Enquanto a magnetização da camada macia é livre para se orientar, segundo o sentido do campo externo aplicado, a outra camada ferromagnética tem sua magnetização presa (ou pinada) devido ao efeito de *exchange bias* originado pelo acoplamento de uma camada ferromagnética com uma antiferromagnética [38, 39].

As válvulas de spin possuem uma indiscutível importância tecnológica por causa de suas aplicações em memórias magnéticas e sensores de campo magnético.

As figuras 4,17 e. 4.18 mostram as curvas magnetização de duas válvulas de spin obtidas pelo AGFM. A primeira válvula possui uma composição *Ta(2 nm)/Py(20 nm)/Cu (2,5 nm)/Py(20 nm)/IrMn(15 nm)/Ta (2 nm)*, enquanto que a segunda é composta por *Ta(2 nm)/Py(10 nm)/Cu(1,25 nm)/Py(20 nm)/IrMn(15 nm)/Ta (2 nm)*. As únicas camadas feitas de material ferromagnético são as de Py.



**Figura 4.17.** Curva de histerese de uma válvula de spin com duas camadas de 20 nm de Py. Tempo de medida: 16 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V. Número de pontos: 392.

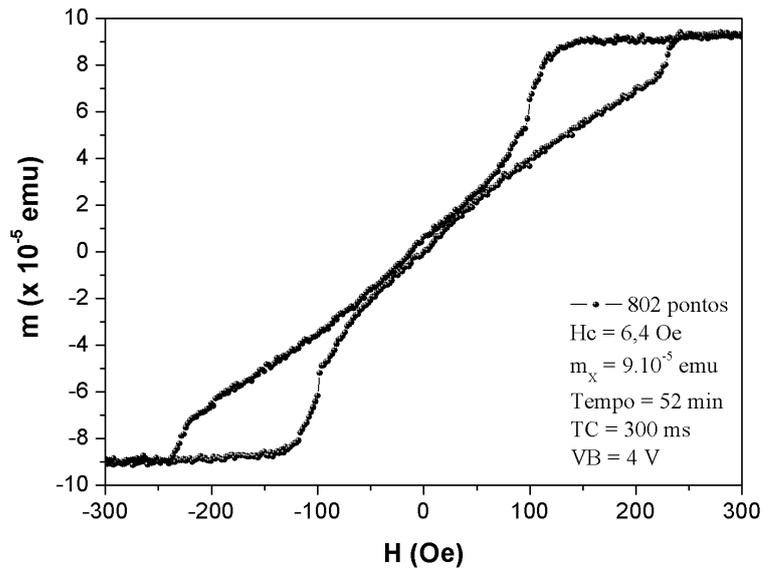


**Figura 4.18.** Curva de histerese de uma válvula de spin com duas camadas de Py: uma de 20 nm e outra de 10 nm. Tempo de medida: 16 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V. Número de pontos: 392.

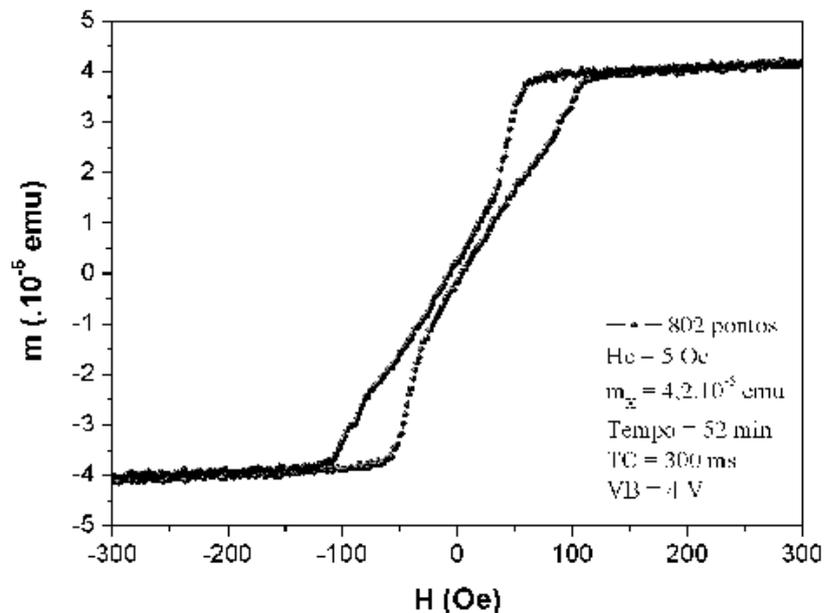
### Medidas de Redes de microobjetos magnéticos em forma de discos e elipses

Foram medidas duas estruturas deste tipo: um conjunto de discos (figura 4.19) e um conjunto de elipses (figura 4.20), que foram confeccionadas sobre substrato de Si/SiO<sub>2</sub> com uma área 4x4 mm<sup>2</sup> 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 4.19.** Curva de magnetização de estrutura de microdiscos. Número de pontos: 802. Tempo de medida: 52 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V.

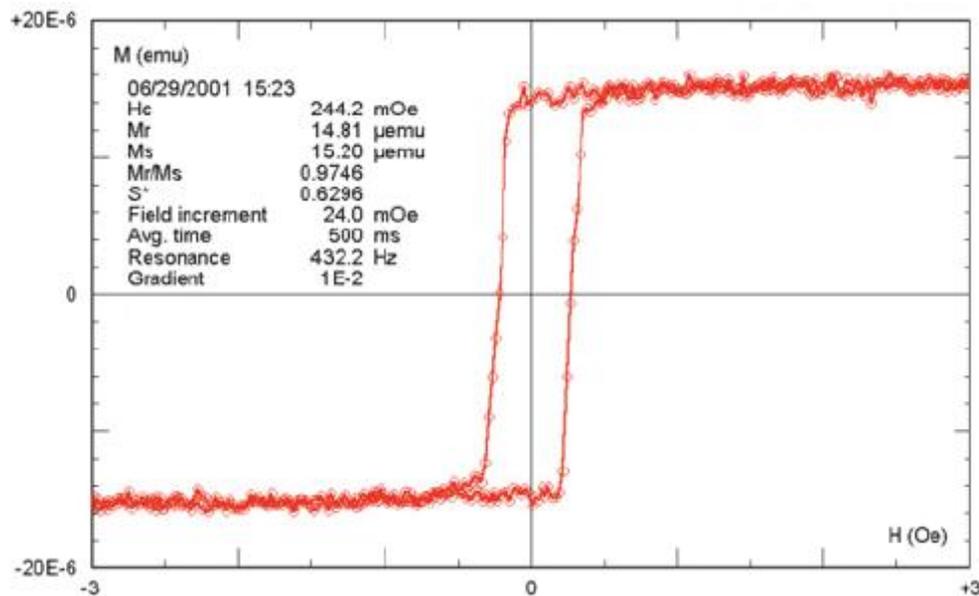


**Figura 4.20.** Curva de magnetização obtida de estrutura de microelipses. Número de pontos: 802. Tempo de medida: 52 minutos. Amplitude da excitação das bobinas de gradiente: 4 V.

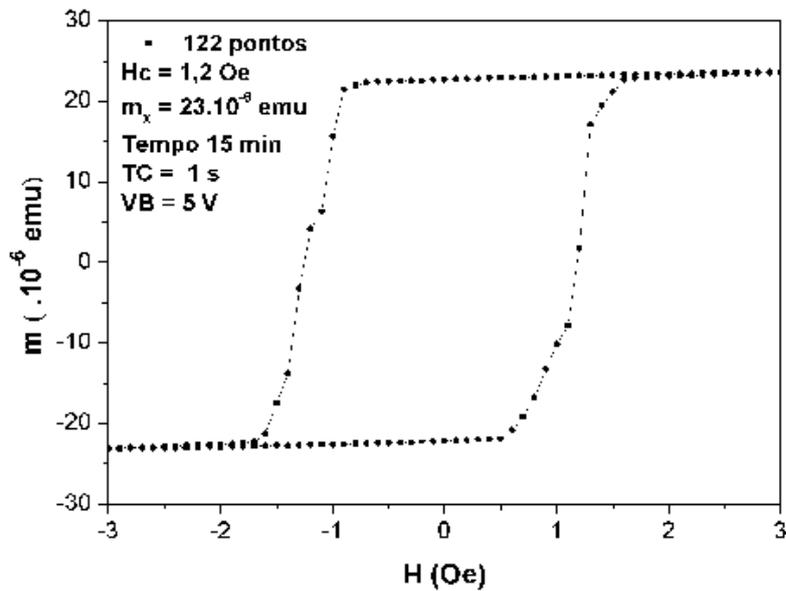
#### 4.4 Comparação com um AGFM comercial

Uma forma de analisar os resultados obtidos com o AGFM construído é compará-los com os resultados que alcançam um AGFM comercial. Para fazer isto há necessidade de obter uma curva de histerese realizada pelo AGFM comercial com as condições da medida e tipo de amostra, a fim de tentar realizar uma medida no AGFM construído com as condições mais próximas possíveis.

A Figura 4.21 mostra uma medida de magnetização realizada pelo AGFM modelo 2900 da *Princeton Measurements Corporation*, para um filme de *permalloy* com 5 nm de espessura e área de 6.4 mm<sup>2</sup>. Já na Figura 4.22 está a curva de magnetização realizada pelo AGFM construído em um filme de 5 nm de espessura de *permalloy* e área de 5,88 mm<sup>2</sup>. O tempo de integração do amplificador lock-in não são os mesmos (um 500 ms e o outro 300 ms) e as dimensões da amostra não são exatamente iguais. Apesar de não serem exatamente as mesmas condições estão muito próximas e os resultados obtidos, também, são bem próximos, tanto nos valores de momento magnético obtido, quanto no ruído presente na medida.

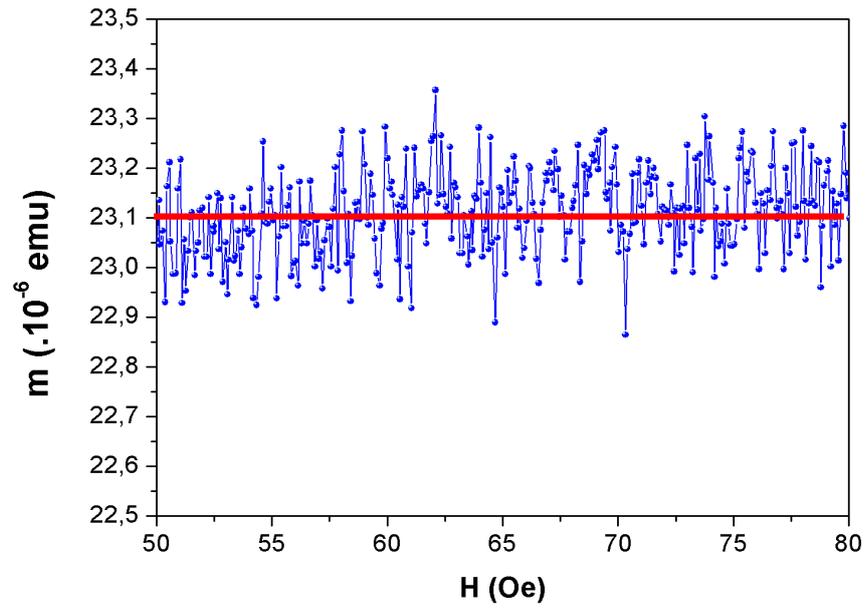


**Figura 4.21.** Curva de magnetização com um filme de 3 nm de espessura de Py realizada com um AGFM comercial [26].



**Figura 4.22.** Medida de magnetização com um filme de 5 nm de espessura de Py realizada com o AGFM construído, a área da amostra é 5,88 mm<sup>2</sup>. Número de pontos: 81.

Para ter ideia da sensibilidade alcançada pelo AGFM foi necessário calcular o desvio padrão na medida do filme fino de Py com espessura 5 nm e área 2,8x2,1 mm<sup>2</sup> com o sistema 3, sendo um trecho em que a amostra já está saturada e apenas com a medida com campo crescente (sem o retorno típico na histerese). O valor do desvio padrão ( $\sigma$ ) foi de  $8,6 \times 10^{-8}$  emu, por conveniência utiliza-se como padrão de sensibilidade três vezes o valor do desvio padrão e, portanto, a sensibilidade do AGFM é  $3\sigma = 2,58 \times 10^{-7}$  emu. A medida usada para realizar o cálculo é mostrada na figura 4.21.



**Figura 4.23.** Medida para calcular a sensibilidade do AGFM.

## 5 Conclusão e Perspectivas de Trabalhos Futuros

Nesta dissertação realizamos a montagem de um magnetômetro AGFM para obter propriedades magnéticas de amostras com baixo valor de momento magnético, baseado no magnetômetro montado por Flanders em 1988.

Os resultados obtidos no capítulo 4 indicam que o AGFM construído possui sensibilidade aproximada de  $3 \times 10^{-7}$  emu para medidas de momento magnético, com tal sensibilidade o AGFM foi utilizado para caracterizar filmes de *permalloy* com de 5 nm de espessura. Além de ter uma resolução em campo aplicado de 0,01 Oe devido ao uso de bobinas de Helmholtz como fonte de magnético. E ainda é capaz de fazer medidas rápidas, em torno de 10 minutos, com 250 pontos e precisas.

Com o magnetômetro AGFM conseguimos realizar medidas de estruturas magnéticas nanoestruturadas que só podem ser caracterizadas com magnetômetros comerciais do tipo SQUID e VSM de alta sensibilidade, que possuem um custo financeiro bem maior do que é necessário para construir um instrumento igual ao montado.

Por fim, tendo como base os resultados concluímos que os objetivos deste trabalho foram, quase totalmente, alcançados. Afinal temos um AGFM com sensibilidade de  $3 \times 10^{-7}$  emu, que é capaz atender boa parte da demanda de amostras magnéticas produzidas no grupo de Magnetismo Aplicado do CBPF.

Tendo em vista o prosseguimento deste trabalho ficam sugeridas as seguintes opções para melhorias no AGFM montado no laboratório de magnetismo aplicado:

- Realizar uma montagem do AGFM com um eletroímã que produza campo magnético próximos de 1 T, para aumentar o número de amostras que podem ser caracterizadas pelo magnetômetro;
- Fazer um estudo mais detalhado sobre o tipo e a montagem das bobinas de gradiente de campo;
- Efetuar novas montagens da dupla: piezoelétrico e haste. Para obter maior sensibilidade;
- Construir uma adaptação para realizar medida com variação de temperatura.

## 6. Referências Bibliográficas

- [1] S. Chikazumi, *Physics of Ferromagnetism*, 2ª ed., New York: Oxford University Press Inc., 1997, p. 665.
- [2] J. M. D. Coey, *Magnetism and Magnetic Materials*, New York: Cambridge University Press, 2010.
- [3] B. D. Cullity e C. D. Graham, *Introduction to Magnetic Materials*, John Wiley & Sons, 2009.
- [4] A. Y. Takeuchi, *Técnicas de Medidas Magnéticas, Coleção CBPF - Tópicos de Física*, São Paulo: Editora Livraria da Física, 2010.
- [5] A. T. Tipler, G. Mosca, “*Física para Engenheiros e Cientistas: Volume 2 Eletricidade, Magnetismo e Óptica*”, 6ª ed., LTC, 2009, p. 556.
- [6] H. M. Nussenzveig, *Curso de Física Básica: Volume 3 Eletromagnetismo*, 1ª ed., São Paulo: Edgard Blücher, 2006, p. 323.
- [7] M. Getzlaff, *Fundamentals of Magnetism*, Düsseldorf: Springer, 2008, p. 387.
- [8] A. Hubert e R. Schäfer, *Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures*, Berlin: Springer, 2009.
- [9] J. Mallinsson, “Magnetometer Coils and Reciprocity,” *Journal Applied Physics*, vol. 37, n. 6, p. 2514, 1966.
- [10] S. J. Foner, “The Vibrating Sample Magnetometer - Experiences of a Volunteer,” *Journal Applied Physics*, vol. 79, n. 8, pp. 4740 - 4745, 1996.
- [11] J. C. Gallop, “*The Josephson Effects and Superconducting Electronics - SQUIDS*,” olt, Rinehart e Winston, New York, 1976.
- [12] P. Ripka, *Magnetics sensors and magnetometers*, Boston: Artech House, 2001.
- [13] R. F. Penoyer, “Automatic Torque Balance for Magnetic Anisotropy Measurements,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 30, n. 8, pp. 711-714, 1959.
- [14] G. Aubert, “Torque Measurements of Anisotropy of Energy and Magnetization of Nickel,” *Journal of Applied Physics*, vol. 39, n. 2p1, p. 504, 1968.

- [15] P. J. Flanders, “An alternating gradient magnetometer (invited),” *J. Appl. Phys.*, vol. 63, n. 8, p. 3940, 1988.
- [16] J. A. C. Bland, M. J. Padgett, R. J. Butcher e N. Bett, “An Intensity-Stabilized He-Ne-Laser for measuring small Magnetic-Optic Kerr rotations from thin ferromagnetic-films,” *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, vol. 22, pp. 308-312, 1989.
- [17] K. O'Grady, V. Lewis e D. P. E. Dickson, “Alternating gradient force magnetometry: Applications and extension to low temperatures (invited),” *Journal Applied Physics*, vol. 73, n. 10, pp. 5068-56013, 1993.
- [18] W. Roos, K. A. Hempel, C. Voigt, H. Dererichs e R. Shippan, “High sensitivity vibrating reed magnetometer,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 51, n. 5, pp. 612-613, 1980.
- [19] M. Barbic, “Sensitive measurement of reversible parallel and transverse susceptibility,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 75, n. 11, pp. 5016-5021, 2004.
- [20] H. Zijlstra, “A Vibrating Reed Magnetometer for Microscopic Particles,” *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 41, n. 8, pp. 1241-1244, 1970.
- [21] R. Reeves, “An alternating force magnetometer,” *J. Phys. E*, vol. 5, pp. 547-552, 1972.
- [22] G. Asti e M. Solzi, “Vibrating wire magnetic susceptometer,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 67, p. 3543, 1996.
- [23] W. E. Hill, P. Nazran e P. Taylor, “A versatile vibrating reed and magneto-optic magnetometer,” *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 32, n. 5, pp. 4899-4091, 1996.
- [24] G. R. Ascroft e I. Terry, “Resonant properties of a Flanders alternating gradient field magnetometer,” *Measurement Science and Technology*, vol. 17, n. , pp. 2263-2268, 2006.
- [25] P. J. Flanders, “A vertical force alternating-gradient magnetometer,” *Review of Scientific Instruments*, vol. 61, n. 2, pp. 839-848, 1990.
- [26] MicroMag™ Magnetometers “Princeton Measurements Corporation,” [PDF Online] <http://www.princetonmeasurements.com/>. [Acessado em 12/12/ 2012].
- [27] P. J. Flanders e C. J. Graham, “DC and low-frequency magnetic measure techniques,” *Rep. Prog. Phys.*, vol. 56, n. 3, pp. 431-492, 1993.
- [28] G. R. Cernicchiaro, “VII Escola do CBPF,” 14 - 29 Julho 2008. [Online]. Available: <http://mesonpi.cat.cbpf.br/e2008/>. [Acessado em 05/10/2011].

- [29] Serway e Jewett, *Principles of Physics*, 4ª ed., Thomson, 2006.
- [30] KEPCO, *Operation and Service Manual - BOP Full Rack Power Supply*, Nova York, 1999.
- [31] Stanford Research Systems, *DSP Lock-In Amplifier - Model SR830*, Sunnyvale, California, 1993 (Revision 2006).
- [32] M. P. d. Albuquerque, L. C. Resende, J. L. Gonzalez, R. A. A. Nunes e M. Bochener, “O Amplificador Lock-in,” *Notas Técnicas do CBPF*, Rio de Janeiro, 2008.
- [33] R. V. Stuart, *Vacuum Technology, Thin Films and Sputtering*, Academic Press, 1983.
- [34] Steiner & Martins, “Stemic Piezoelectric Ceramic Solutions,” Steiner & Martins, [Online]. Available: <http://www.steminc.com/> [Acessado em 10/9/2011].
- [35] L. E. Borges, *Python para Desenvolvedores*, Rio de Janeiro, 2010.
- [36] H. V. d. Berg, W. Clemens, G. Gieres, G. Rupp, W. a. Schelter e M. Vieth, “GMR sensor scheme with artificial,” *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 32, n. 5, pp. 4624-4626, 1996.
- [37] J. L. L. a. M. H. Kryder, “Spin valves exchange biased by co/ru/co synthetic antiferromagnets,” *Journal of Applied Physics*, vol. 83, n. 7, pp. 3720 - 3723, 1998.
- [38] B. Dieny, V. S. Speriosu, S. S. P. Parkin, B. A. Gurney, D. R. Wilhoit, Mauri e D., “Giant magnetoresistive in soft ferromagnetic multilayers,” *Phys. Rev. B*, vol. 43, p. 1297–1300, 1991.
- [39] K.-f. Uji, “Large magnetoresistance of field-induced giant ferrimagnetic multilayers,” *J. Phys. Soc. Jpn*, vol. 59, n. 9, pp. 3061-3064, 1990.

## 7. Anexos

### 7.1 Anexo 1: Unidades Magnéticas

O Sistema Internacional de unidades (SI) aceitou oficialmente para medidas magnéticas a convecção de Sommerfeld, pela União Internacional de Física Pura e Aplicada, pouco depois de 1960. Mesmo sendo feito isto, ainda hoje podemos encontrar aparelho e bibliografias que usam exclusivamente o sistema CGS (Centímetro-Grama-Segundo), adotado em 1881 no Congresso de Internacional de Eletricidade em Paris. Os principais pontos dos dois sistemas de unidades estão resumidos na Tabela 7.1.

<b>Padrão</b>	<b>SI</b>	<b>CGS</b>
Campo magnético, $H$	$A.m^{-1}$	Oesterd
Campo de Indução, $B$	Tesla	Gauss
Magnetização, $M$	$A.m^{-1}$	$emu.cm^{-3}$
Fluxo magnético, $\Phi$	Weber (Vs)	Maxwell
Momento magnético, $m$	$A.m^2$	emu
Equação de campo	$B = \mu_0(H + M)$	$B = H + 4\pi M$
Susceptibilidade (volume)	$\chi = M/H$	$\chi = M/H$
Magneton de Bohr	$eh/(4\pi m)$	$eh/(4\pi mc)$

**Tabela 7.1.** Relação das unidades magnéticas presentes no SI e no CGS.

## 7.2 Anexo 2: Dados dos Piezoelétricos

A empresa que produz os bimorfos piezoelétricos oferece as informações sobre propriedades importantes de seus produtos, vide a Tabela 7.2.

PROPERTY	UNIT	SYMBOL	SM111	SM112	SM118	SM121	SM211	SM311	SM410	SM411	SM412
EQUIVALENCE			Modif. PZT-4	N/A	PZT-8	PZT-4	N/A	PZT-5H	PZT-5J	PZT-5J	PZT-5A
			N/A	N/A	Navy Type III	Navy Type I	N/A	Navy Type VI	Navy Type V	Navy Type V	Navy Type II
Electromechanical coupling coefficient		$K_p$	0.58	0.59	0.51	0.54	0.67	0.65	0.64	0.64	0.63
		$K_t$	0.45	0.46	0.40	0.43	0.35	0.37	0.45	0.45	0.42
		$K_{31}$	0.34	0.35	0.30	0.32	0.41	0.38	0.36	0.37	0.35
Frequency constant	Hz • m	$N_p$	2200	2150	2340	2290	1940	1980	2030	2060	2080
		$N_t$	2070	2050	2090	2080	1920	1950	2050	2000	2080
		$N_{31}$	1680	1600	1700	1690	1410	1450	1460	1500	1560
Piezoelectric constant	$\times 10^{-12} \text{m/v}$	$d_{33}$	320	360	250	300	650	600	500	500	450
		$d_{31}$	-140	-155	-100	-130	-320	-270	-210	-210	-190
	$\times 10^{-3} \text{Vm/N}$	$g_{33}$	25	24.7	25.6	26.4	13.6	19.4	23.3	24.2	25.6
		$g_{31}$	-11.0	-10.6	-12.5	-12.9	-6.7	-9.2	-10.3	-10.4	-12.6
Elastic Constant	$\times 10^{10} \text{N/m}^2$	$Y_{33}$	7.3	7.2	7.4	7.3	5.1	5.3	5.6	5.4	5.6
		$Y_{11}$	8.6	8.4	8.7	8.6	6.2	7.2	6.5	7.4	7.6
Mechanical Quality Factor	-----	$Q_m$	1800	1600	1200	1000	60	80	60	85	100
Dielectric Constant	@1KHz	$\epsilon^T_{33/\epsilon 0}$	1400	1600	1100	1300	5400	3500	2000	2100	1850
Dissipation Factor	%@1KHz	$\tan \delta$	0.4	0.6	0.2	0.4	3.0	2.5	2.0	2.0	1.2
Curie Temperature	$^{\circ}\text{C}$	$T_c$	320	320	300	320	165	220	320	320	320
Density	$\text{g/cm}^3$	$\rho$	7.9	7.9	7.6	7.8	7.8	7.8	7.7	7.8	7.8

**Tabela 7.2.** Propriedades sobre os piezoelétricos utilizados.