

UNIVERSIDADE  
ESTADUAL DE  
CAMPINAS

*mestrado*

INSTITUTO DE FÍSICA "GLEB WATAGHIN"

UNICAMP

2004

Dissertação de Mestrado

# INTERAÇÕES MAGNÉTICAS DIPOLARES ENTRE FIOS E MICROFIOS MAGNÉTICOS

Rafael Piccin

Banca examinadora:

- Prof. Dr. Marcelo Knobel (Orientador) - UNICAMP
- Prof. Dr. Luiz Carlos Sampaio Lima - CBPF
- Prof. Dr. Sérgio Gama - UNICAMP

Este exemplar corresponde à  
revisão final da dissertação de  
mestrado defendida pelo aluno  
Rafael Piccin e aprovada pela  
Comissão Julgadora.

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

INSTITUTO DE FÍSICA "GLEB WATAGHIN"

Campinas, São Paulo

*Luiz C. L.*  
13/05/04

UNIDADE	IFGW
Nº CHAMADA	IM
	P581i
V	EX
TOMBO BC/	59557
PROC.	16-2117104
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	11,00
DATA	14/09/2004
Nº CPD	

IF/426

CM00199627-2

BibId 321214

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DO IFGW - UNICAMP

P581i

Piccin, Rafael

Interações magnéticas dipolares entre fios e microfios magnéticos / Rafael Piccin. – Campinas, SP : [s.n.], 2004.

Orientador: Marcelo Knobel.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Física "Gleb Wataghin".

1. Magnetismo. 2. Interações dipolares.  
I. Knobel, Marcelo. II. Universidade Estadual de Campinas. Instituto de Física "Gleb Wataghin".  
III. Título.

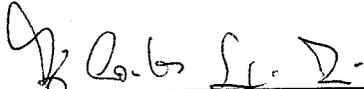
(vsv/ifgw)

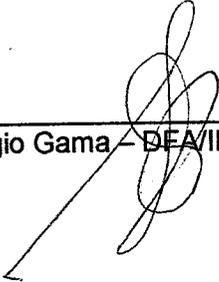
 UNICAMP	 PÓS PÓS-GRADUAÇÃO	 IFGW	C.P. 6165 CEP: 13083-970 Tel. (19) 3788-5305 e-mail: secpos@ifi.unicamp.br
--	---	---	---

MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA TESE DE MESTRADO DE RAFAEL PICCIN – RA 981964 APRESENTADA E APROVADA AO INSTITUTO DE FÍSICA “GLEB WATAGHIN”, DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS, EM 05 / 03 / 2004.

**COMISSÃO JULGADORA:**

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Marcelo Knobel (Orientador do Candidato) –  
DFMC/IFGW/UNICAMP

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Luiz Carlos Sampaio Lima – CBPF

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Sérgio Gama – DEAF/IFGW/UNICAMP

## **Agradecimentos**

Sou imensamente grato a meus colegas do Laboratório de Materiais e Baixas temperaturas do IFGW/UNICAMP. Suas idéias, discussões e incansável companheirismo em muito me ajudaram. Alberto E. P. Araújo, Gerivaldo S. Duque, Juliano C. Denardin, Leandro M. Socolovsky, Ana Lúcia Brandl, Fernando Ferrari, Wallace Nunes e Wagner O. Rosa, vocês formam um excelente time. Agradeço também ao Fábio César S. Silva e ao Kleber R. Pirola, que mesmo à distância deram importantes contribuições.

Em especial, gostaria de agradecer ao meu orientador, Prof. Marcelo Knobel, por sempre acreditar no meu trabalho e por me ajudar a vencer as dificuldades que apareceram ao longo do projeto.

Ao ótimo corpo técnico-administrativo do LMBT: Adelino, Salles, Cleusa, Célia, Cristina e especialmente ao Walter. Ao Eng. Ângelo Gobbi do Lab. de Microfabricação do LNLS. Aos amigos de que fiz durante e curso, em especial ao Odilon D. D. Couto Jr, Paulo C. Dainese Jr, Rafael Bonato, Oswaldo Cruz Jr, Paulo F. Gomes, David S. L. Figueira, Francisco Paulo M. Rouxinol, Rodrigo G. Pereira, Thiago R. Oliveira, Lázaro A. Padilha Jr, Luciana C. M. F. Diógenes, Daniela O. Maionchi, David E. Occhioni, Gilberto J. Jacob, Wendel L. Moreira, Carlos H. Grossi, André O. Guimarães, Cris Adriano e Marina H. Magalhães. Aos amigos do GEEU, em especial ao Saúde, Angel, Tatai, Tony, Antonio e Flávia. A todos vocês, meus sinceros agradecimentos pela simpatia e disposição com qual sempre me ajudaram.

Meu muito obrigado especial a Tereza C. G. Corsini, pelo amor e pela imensa disposição para me ajudar em todos os momentos.

Gostaria de agradecer também à FAPESP pela sustentação financeira ao longo destes dois anos.

## Resumo

Nesta dissertação de mestrado são apresentados resultados do efeito do campo dipolar magnético em conjuntos formados por fios e microfios ferromagnéticos amorfos de composição  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{15}$ . Devido à estrutura de domínios peculiar destes fios magnéticos, eles podem ser, em princípio, aproximados a dipolos magnéticos, permitindo a análise destes campos magnetostáticos nestas estruturas macroscópicas. Os estudos foram realizados em conjuntos de fios colocados lado a lado. As curvas de magnetização foram medidas variando-se o número de elementos. Além disso, no caso de dois fios, medidas em função da separação entre os dois elementos foram realizadas. Estas medidas magnéticas foram feitas empregando um magnetômetro desenvolvido durante o projeto e também utilizado um magnetômetro SQUID. Os resultados são explicados considerando o campo dipolar gerado por cada fio do conjunto, que altera os valores do campo de inversão da magnetização e faz com que platôs sejam observados nas curvas de magnetização.

Os efeitos do campo dipolar também foram observados em medidas de magnetoimpedância, onde a presença do fio rico em Fe desloca as curvas de magnetoimpedância de um fio amorfo base Co, de modo análogo a um campo *bias*.

## Abstract

The results of the magnetic dipolar field in an array of amorphous ferromagnetic wires and microwires of composition  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{15}$  are presented in this dissertation. Due to their peculiar domain structure, in principle, they can be approximated to magnetic dipoles, allowing the analysis of the magnetostatic field among these macroscopic entities. The studies were carried out in arrays of wires placed side by side. The magnetic loops were measured changing the number of elements. Moreover, in the case of two parallel wires, measurements as function of the distance between the wires were performed. The magnetic measurements were carried out in an inductive magnetometer developed during this project and also using a SQUID magnetometer. The results are explained considering the dipolar field created by each wire in the array. The dipolar field changes the reversal field of the wires, allowing the appearance of plateaus during the demagnetization.

The effects of the dipolar field were also observed in magnetoimpedance measurements when a Fe-rich wire is placed near an amorphous Co-based wire, its presence dislocates the Co-based wire magnetoimpedance curves, analogously as a bias field.

# Conteúdo

1. Introdução .....	1
2. Fios Amorfos .....	5
2.1 Apresentação e características básicas .....	5
2.1.1 Técnica de fabricação de fios amorfos .....	6
2.1.2 Técnica de fabricação de microfios amorfos com capa de vidro .....	7
2.2 Anisotropias Magnéticas .....	9
2.2.1 Anisotropia Magnetocristalina .....	10
2.2.2 Anisotropia de Forma .....	10
2.2.3 Anisotropia Magnetoelástica .....	11
2.3 Tensões internas e estrutura de domínios magnéticos.....	12
2.4 Processo de magnetização axial. ....	15
2.5 Modelo: acoplamento dipolar entre momentos. ....	18
3. Técnicas Experimentais .....	23
3.1 Medidas Magnéticas .....	23
3.2 Magnetômetro de indução .....	24
3.2.1 Geração de Campo Magnético .....	26
3.2.1.a Bobina de Helmholtz .....	26
3.2.1.b Solenóide .....	28
3.2.2 Sistema de Detecção.....	30
3.2.3 Controle do Sistema.....	33
3.3 Suportes para alinhamento.....	35
3.3.1 Microfios .....	35
3.3.2 Fios .....	37
4. Resultados: Microfios Amorfos.....	39
4.1 Introdução .....	39
4.2 Resultados Experimentais e Discussão .....	39
5. Resultados: Fios Amorfos .....	44
5.1 Introdução .....	44
5.2 Resultados Experimentais e Discussão .....	45
5.3 Campo Dipolar em função da distância.....	54

6.	Outros Resultados.....	56
6.1	Efeitos em baixas temperaturas.....	56
6.1.1	Introdução.....	56
6.1.2	Resultados e Análise.....	57
6.1.3	Conclusões.....	65
6.2	Magnetoimpedância Gigante e Interações Magnetostáticas.....	66
6.2.1	Introdução.....	66
6.2.2	Considerações Gerais.....	66
6.2.3	Técnicas Experimentais.....	68
6.2.4	Resultados e discussão.....	69
6.2.5	Conclusões e Perspectivas.....	74
7.	Conclusões e Perspectivas.....	75
8.	Referências.....	77

## 1. Introdução

As interações entre elementos magnéticos são amplamente estudadas, pois seus resultados fornecem importantes contribuições para o avanço da ciência básica e para o desenvolvimento de novos dispositivos magnéticos voltados para aplicações. Além das interações que ocorrem na escala atômica, tais como as interações de troca e RKKY (acoplamento entre spins do caroço e da camada de valência), no estudo de materiais magnéticos amorfos e magnetocristalinos, temos que considerar as interações entre entidades magnéticas bem maiores. Estas entidades podem ser grãos magnéticos que aparecem numa dada liga granular, ou pequenas estruturas magnéticas fabricadas através de técnicas avançadas, ou mesmo um conjunto de fios, microfios ou nanofios magnéticos que constituem algum tipo de rede.

Um dipolo magnético é a entidade mais básica do magnetismo. Qualquer cálculo ou simulação utilizados para descrever o comportamento magnético de um dado sistema emprega este conceito. Sendo assim, num sistema composto por elementos magnéticos, as interações dipolares entre eles têm um papel importante no processo de magnetização de todo o conjunto, pois o campo magnetostático gerado por cada dipolo influencia o comportamento dos dipolos vizinhos durante esse processo. Além disso, diversos parâmetros estruturais do sistema a ser estudado também influenciam seu comportamento magnético, tais como o ordenamento das entidades magnéticas e seus respectivos tamanhos.

O notável avanço da nanotecnologia traz consigo sofisticadas técnicas de fabricação (incluindo processos químicos, eletrodeposição e litografia) que possibilitam a construção de sistemas nanoestruturados com propriedades físicas muito interessantes. Em particular, atualmente é possível construir conjuntos de fios magnéticos com diâmetro de poucos nanômetros. Em tais sistemas, assim como em outros que poderão vir a ser idealizados, a regularidade dos dipolos permite que os efeitos causados por suas características estruturais sejam calculados através de modelos já existentes. Portanto, o conhecimento dos efeitos das interações magnetostáticas torna-se fundamental para o entendimento do processo de magnetização de tais estruturas.

Um obstáculo intrínseco no estudo experimental das interações magnéticas é a extrema dificuldade de isolar um único ente magnético, mesmo utilizando as mais sensíveis técnicas. Por outro lado, a comparação dos dados medidos com simulações numéricas é bastante complicada, trazendo a necessidade de introduzir muitas aproximações nos problemas modelados. No entanto, um análogo macroscópico para os momentos magnéticos foi recentemente encontrado: conjuntos formados por diversos fios magnéticos, que são os objetos principais do estudo desta dissertação de mestrado. Os campos locais dos fios acoplam suas magnetizações, alterando o estado magnético de cada elemento do conjunto. Em princípio, este sistema pode ser descrito experimentalmente e teoricamente. Esses resultados podem ser comparados com simulações obtidas pelo método Monte Carlo ou por simulações micromagnéticas. Embora estes sistemas pareçam simples demais, eles mostram uma vasta gama de propriedades interessantes que podem ser estendidas a outros sistemas.

O interesse na interação entre dipolos nas matrizes de nanofios magnéticos tem se tornado cada vez mais intenso nos últimos anos, devido à sua importância nos sistemas de gravação magnética. A formação cilíndrica afeta fortemente a anisotropia de forma, fazendo com que os fios nanométricos magnéticos sejam estáveis mesmo em temperatura ambiente. Além das dificuldades nos processos de leitura, uma desvantagem significativa deste sistema é a presença das interações dipolares, que podem ter um papel preponderante nos processos de magnetização devido às pequenas distâncias entre os elementos magnéticos. Desta forma, é preciso estudar seu comportamento para tentar evitar seus efeitos ou, ao menos, controlá-los.

Embora uma matriz composta por poucos fios ferromagnéticos pareça em princípio um problema bastante simples de ser estudado e modelado, é impressionante verificar o quão complicado se torna o estudo deste problema. Algumas investigações recentes têm tratado da dinâmica do processo de magnetização, que pode incluir excitações localizadas e/ou em modos coletivos, independentemente da paridade do sistema [1]. A dinâmica da magnetização também apresenta aspectos caóticos [2-4] e, além disso, é possível acompanhar o valor da coercividade [5,6]. A complicação no estudo das interações dipolares se deve ao fato de que os campos magnéticos resultantes dependem do estado magnético de cada entidade, que, por sua vez, depende do campo efetivo dos elementos

vizinhos. Nesse contexto, simulações numéricas empregando o algoritmo de Monte Carlo são frequentemente utilizadas na análise das configurações destes sistemas em termos de aproximações teóricas bem estabelecidas (Modelos de Ising e Heisenberg) [1,7-8].

Sabe-se que as interações dipolares afetam consideravelmente o comportamento magnético de sistemas compostos por fios e nanofios. Recentemente, Gérardin *et al.* [9] mostraram os cálculos para o caso de fitas muito estreitas de Permalloy que incluíam interações dipolares. Eles encontraram uma concordância muito boa dos dados experimentais de dependência da frequência com a susceptibilidade no regime linear. No caso de nanofios de Co, uma notável inversão no eixo fácil de magnetização é observada quando estudam-se esses fios. Esse fato também é atribuído aos efeitos de interações dipolares, campo desmagnetizante e anisotropia magnetocristalina [10]. Raposo *et al.* desenvolveram cuidadosamente simulações que levam em conta as interações dipolares entre nanofios de Co produzidos por eletrodeposição [7].

Em linhas gerais, existe uma extensa literatura onde o efeito das interações dipolares se mostra evidente, principalmente no caso de sistemas de escala nanométrica. No entanto, é bem difícil reproduzir perfeitamente microfios orientados, com uma estreita distribuição de diâmetros e distâncias, o que pode ocultar os efeitos das interações magnetostáticas. Assim, é muito conveniente estudar um modelo do sistema, o qual pode ser facilmente construído e modificado, e que suas propriedades magnéticas possam ser medidas por técnicas convencionais. Estas características são encontradas em fios e microfios amorfos, que possuem dimensões apropriadas para favorecer a confecção de conjuntos onde os efeitos da interação dipolar podem ser estudados, sendo possível o teste das previsões da teoria e das simulações para verificar as melhores condições que otimizam o comportamento magnético macroscópico para aplicações específicas.

Nesta dissertação, uma breve revisão das características magnéticas dos fios amorfos é apresentada no capítulo 2, tais como as principais anisotropias envolvidas no processo de magnetização, sua estrutura de domínios e o campo dipolar gerado por estes elementos. No capítulo 3 é feita a descrição detalhada do sistema experimental desenvolvido para realizar as análises necessárias nos sistemas estudados. Os resultados para fios e microfios amorfos são mostrados respectivamente nos capítulos 4 e 5, onde são apresentadas curvas de magnetização de conjuntos formados por estes elementos. O capítulo 6 mostra o

comportamento magnético dos microfios amorfos em baixas temperaturas, assim como os efeitos da interação dipolar em medidas de magnetoimpedância em fios amorfos. As principais conclusões e perspectivas para futuros trabalhos nesta linha de pesquisa são descritas no capítulo 7.

## 2. Fios Amorfos

### 2.1 Apresentação e características básicas

As ligas magnéticas amorfas surgiram em 1967 e são comumente fabricadas a partir de técnicas de solidificação rápida da fase líquida [11]. Os avanços neste campo têm sido orientados para a descoberta de novos materiais magnéticos e efeitos físicos, com ênfase na possibilidade de aplicações tecnológicas. O estudo de tais materiais tem sido um tópico importante da física do estado sólido e é do interesse de físicos, cientistas de materiais e engenheiros em geral.

Os fios amorfos tiveram suas propriedades estruturais, mecânicas e elétricas amplamente estudadas em muitos trabalhos a partir dos anos 70 [12-15]. Por outro lado, as propriedades magnéticas só passaram a ser amplamente investigadas com a descoberta das características magnéticas peculiares dos fios amorfos [16]. Além disso, a descoberta da magnetoimpedância gigante [17,18] também renovou o interesse em pesquisas sobre esses materiais.

Ao contrário de um material cristalino, os átomos em uma estrutura amorfa não apresentam simetria translacional de longo alcance. Os estudos teóricos iniciais nesta área buscavam entender como a ausência de uma estrutura cristalina orientada afeta suas propriedades magnéticas. Nos materiais magnéticos amorfos é possível encontrar uma ordem magnética de longo alcance, embora a ordem de longo alcance não exista na distribuição dos átomos constituintes, que é o fator diferencial dos materiais amorfos e desordenados. Todo material amorfo é desordenado do ponto de vista dos átomos constituintes mas, por outro lado, pode ser muito bem ordenado do ponto de vista magnético, ou seja, os momentos magnéticos dos átomos constituintes estão organizados de alguma maneira. Já os materiais magnéticos cristalinos possuem uma ordem de longo alcance com relação aos constituintes atômicos, mas podem ser absolutamente desordenados com relação aos momentos magnéticos, como no caso das soluções sólidas de elementos magnéticos onde as posições atômicas podem ser fixadas pela estrutura cristalina enquanto a magnitude e direção dos momentos magnéticos varia de forma aperiódica e aleatória [11].

Materiais magnéticos amorfos são produzidos nas mais variadas formas tais como maciços (*bulk*), filmes finos, fitas, fios, microfios cobertos com vidro e em forma de pó [19]. As aplicações tecnológicas envolvendo tais materiais se baseiam em suas características mecânicas, elétricas, magnéticas e químicas. Mas as aplicações mais relevantes levam em conta suas características magnéticas "doces" (alta permeabilidade magnética – em torno de  $10^5$ , baixo campo coercivo – da ordem de alguns A/m e alta magnetização de saturação). Tais características fazem com que esses materiais sejam os mais "doces" dentre os utilizados em aplicações tecnológicas [20]. São exemplos dessas aplicações os sensores magnéticos, cabeças de gravação magnética, blindagens magnéticas, sistemas magnéticos de segurança contra roubo (livros e CD's), etc. A alta resistividade (geralmente bem maior do que o material cristalino correspondente) torna os materiais magnéticos amorfos ideais para aplicações em circuitos magnéticos como motores ou transformadores, pois as perdas por correntes parasitas (*eddy currents*) são fortemente reduzidas.

Nas próximas seções, serão apresentados, de forma breve, os processos de fabricação de fios e microfios amorfos, uma revisão sobre as anisotropias magnéticas mais importantes nesses tipos de materiais, as estruturas de domínios formadas e o processo de magnetização dos fios amorfos ricos em Fe.

### 2.1.1 Técnica de fabricação de fios amorfos

Fios amorfos são obtidos pela chamada "*in-rotating-water quenching technique*" introduzida originalmente por Masumoto *et al.* em 1981 [21]. Tal técnica consiste em fundir a liga, através de uma bobina de indução, em uma atmosfera de argônio e, pela ação de um pistão de ar, ejetá-la por um capilar de rubi, fixo na extremidade de um tubo de quartzo, em uma calota com água fria que está girando em alta velocidade. O líquido ejetado é rapidamente solidificado na forma de um fio contínuo. A Figura 2-1 ilustra esquematicamente essa montagem. O disco giratório tem tipicamente 50 cm de diâmetro e sua velocidade de rotação é da ordem de algumas centenas de rpm. Na Figura 2-2 temos uma fotografia ilustrativa do sistema. A profundidade da água refrigerante é em torno de alguns cm. As taxas de resfriamento conseguidas com esta técnica podem chegar a  $10^5$  K/s.

Maiores informações e detalhes a respeito da técnica podem ser encontrados no trabalho original de Masumoto *et al.*, na Ref. [21].

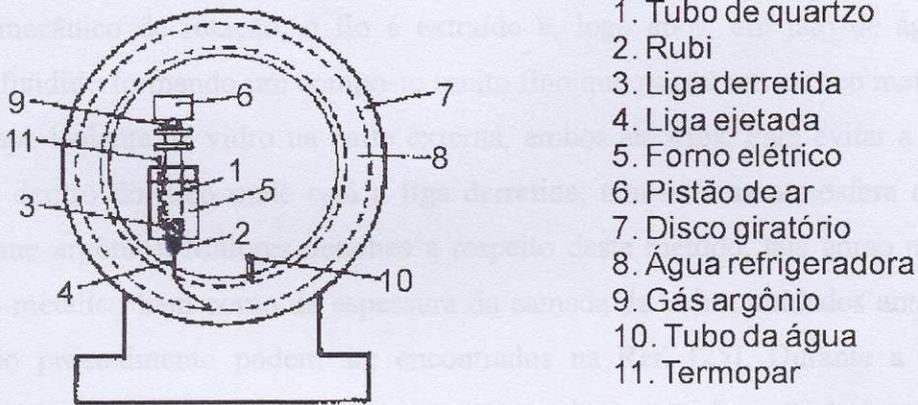


Figura 2-1: Ilustração esquemática do aparato de *in-rotating-water quenching technique* [21].



Figura 2-2: Fotografia do sistema de fabricação de fios amorfos. Créditos Unitika Co (Japão).

### 2.1.2 Técnica de fabricação de microfios amorfos com capa de vidro

Com o desenvolvimento de novas técnicas de fabricação, em particular o método Taylor-Ulitovsky [22-24], surgiu uma nova família de fios amorfos: microfios amorfos com capa de vidro. Estas amostras são formadas por um núcleo metálico amorfo e por uma capa de vidro que envolve o núcleo. Esta proteção de vidro é colocada durante o processo de fabricação, que é ilustrado na Figura 2-3. No método em questão, os constituintes metálicos

que irão se transformar no caroço metálico do microfio são colocados dentro de um tubo de vidro *pyrex* ( $\text{SiO}_2$ , 80,1%;  $\text{B}_2\text{O}_3$ , 12,3%;  $\text{Na}_2\text{O}$ , 5,3%;  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 2,1%;  $\text{CaO}$ , 0,3%) com uma extremidade selada. Um forno de indução a alta frequência funde quase que simultaneamente tanto os constituintes metálicos quanto o tubo de vidro. Através de um sistema mecânico de rotação, o fio é extraído e, logo após, um jato de água resfria o material fundido formando um composto muito fino que possui um caroço metálico interno e uma capa isolante de vidro na parte externa, ambos amorfos. Para evitar a oxidação do material, dentro do tubo onde está a liga derretida, tem-se uma atmosfera de gás inerte (geralmente argônio). Maiores detalhes a respeito deste método, tais como o controle do diâmetro metálico bem como da espessura da camada de vidro, cuidados antes, durante e depois do procedimento podem ser encontrados na Ref. [25]. Durante a fabricação é produzido um fio uniforme que pode ter centenas de metros de comprimento. O diâmetro do centro metálico está faixa de 1 a 35  $\mu\text{m}$  enquanto que a espessura da camada de vidro está no intervalo entre 5 e 25  $\mu\text{m}$ , sugerindo assim, a denominação de microfios. A capa de vidro garante isolamento elétrico e protege a parte metálica da corrosão.

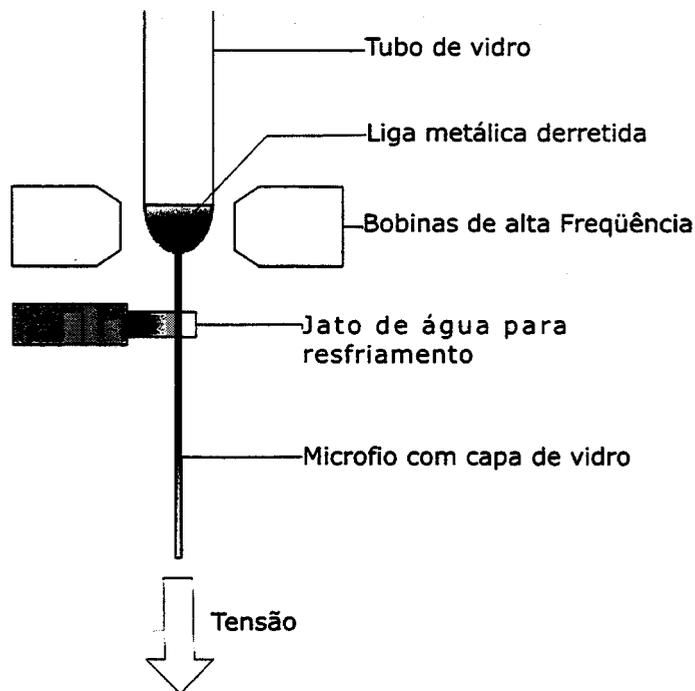


Figura 2-3: Esquema do processo de fabricação dos microfios amorfos com capa de vidro usando a técnica Taylor-Ulitovsky [22-24].

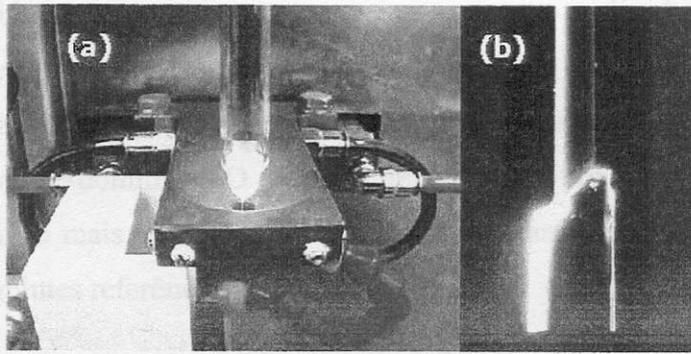


Figura 2-4: (a) Sistema de fabricação de microfios amorfos [26]. (b) imagem de microscopia eletrônica de um microfio amorfo com sua capa de vidro, aumentada 300 vezes.

## 2.2 Anisotropias Magnéticas

Os processos de magnetização de amostras ferromagnéticas dependem da resposta da estrutura de domínios magnéticos com o campo magnético aplicado, resultando assim na forma da curva de magnetização até atingir a saturação. Esta estrutura de domínios está associada à distribuição de direções preferenciais locais na amostra, conhecidas como anisotropias magnéticas, as quais são representadas por suas energias correspondentes. A minimização da soma dessas energias resulta na formação dos domínios presentes no material.

As anisotropias podem ter diversas origens. No caso de sólidos cristalinos, temos a contribuição dos efeitos da simetria do cristal, que é denominada de anisotropia magnetocristalina. Para materiais amorfos, a ausência da ordem de longo alcance permite desprezar a anisotropia magnetocristalina. Em materiais onde existe um acoplamento elástico entre tensões ou torções aplicadas por um agente externo ou que são inerentes de seus processos de fabricação, teremos a chamada anisotropia magnetoelástica, também conhecida como anisotropia magnetostritiva, que tem papel muito importante na análise de materiais magnéticos de ligas amorfas.

Outras fontes de energia magnética também podem dar contribuições significativas nas respostas magnéticas de sólidos amorfos ou cristalinos. Podemos citar a energia magnetostática resultante do acúmulo de pólos magnéticos nas extremidades de uma amostra saturada, anisotropias induzidas por tratamentos térmicos com ou sem campo aplicado e energias associadas às paredes de Bloch. Devido à complexidade dos termos

envolvidos e seus diferentes comportamentos com o campo aplicado, o processo de magnetização depende fortemente das características do material estudado.

Nas seções seguintes é feita uma breve descrição dos termos mais importantes na formação da estrutura de domínios. O sistema de unidades *cgs* foi empregado nestas deduções. Uma descrição mais extensa e detalhada sobre as anisotropias magnéticas pode ser encontrada nas seguintes referências: [27,28].

### 2.2.1 Anisotropia Magnetocristalina

Considerando um sólido cristalino, o processo de magnetização apresenta campos de saturação diferentes para cada direção medida, sendo assim, podemos definir a anisotropia magnetocristalina.

A energia associada a esta anisotropia pode ser escrita em termos das constantes fenomenológicas do material ( $K_1$  e  $K_2$ ) e dos cossenos diretores entre a magnetização e os eixos cristalinos ( $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ ). No caso de uma estrutura cúbica temos, por exemplo:

$$\varepsilon_K = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_1^2\alpha_3^2) + K_2(\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2) + \dots \quad (2-1)$$

### 2.2.2 Anisotropia de Forma

Num sólido composto por grãos policristalinos sem direção preferencial de orientação (sem anisotropia magnetocristalina), pode-se verificar que sua curva de magnetização depende da forma geométrica deste sólido. Por exemplo, em um experimento onde são comparadas as curvas de magnetização axiais de dois cilindros de mesmo volume e diferentes razões diâmetro por comprimento, pode-se verificar que o cilindro mais longo é magnetizado mais facilmente. Essa diferença é atribuída ao campo gerado pelos pólos magnéticos que aparecem nas extremidades do cilindro. Este campo se opõe à magnetização no interior do mesmo e é conhecido como campo desmagnetizante, dado por:

$$\vec{H}_D = -N_D \vec{M}, \quad (2-2)$$

onde  $N_D$  é o fator desmagnetizante que depende somente da geometria da amostra.

Da mesma maneira que o campo aplicado se acopla com a magnetização (efeito Zeeman), o campo  $\vec{H}_D$  tem também sua energia associada, conhecida com energia magnetostática ou auto energia:

$$\varepsilon_{ms} = -\frac{1}{2} \vec{H}_D \cdot \vec{M}. \quad (2-3)$$

O fator  $\frac{1}{2}$  aparece porque cada spin é contado duas, uma vez como fonte de campo e outra sujeito ao campo. Quando a amostra está saturada,  $\vec{H}_D$  e  $\vec{M}_S$  são antiparalelos, logo:

$$\varepsilon_{ms} = -\frac{1}{2} N_D \cdot M_S^2. \quad (2-4)$$

O campo desmagnetizante é uniforme somente em amostras com formas de elipsóide, onde os fatores desmagnetizantes associados a seus eixos principais podem ser avaliados. Aproximações devem ser introduzidas em outras geometrias ou quando a amostra não está saturada. No caso dos fios e microfios estudados nesta dissertação, que sempre são magnetizados axialmente, o fator desmagnetizante é dado por [29]:

$$N_D = \frac{4r^2}{L^2} \left( \ln\left(\frac{L}{r}\right) - 1 \right), \quad (2-5)$$

onde  $L$  e  $r$  são respectivamente o comprimento e o raio do fio. Usando valores típicos para esses tipos de amostras (fios:  $r = 100 \mu\text{m}$ ,  $L = 10 \text{ cm}$ ; microfios:  $r = 5 \mu\text{m}$ ,  $L = 5 \text{ mm}$ ), temos um fator desmagnetizante da ordem de  $10^{-5}$ .

### 2.2.3 Anisotropia Magnetoelástica

A magnetostricção é um fenômeno relacionado à variação das dimensões lineares do material em função de sua magnetização local. O coeficiente de magnetostricção,  $\lambda$ , é definido como a variação do comprimento da amostra magnetizada dividida pelo seu comprimento quando não magnetizada:

$$\lambda = \frac{\Delta L}{L}. \quad (2-6)$$

Os comprimentos devem ser medidos na direção da magnetização. Esta grandeza é geralmente considerada isotrópica no caso de materiais amorfos e depende fortemente de sua composição. Este coeficiente varia com o campo aplicado e na saturação  $\lambda = \lambda_S$ .

Quando aplicamos tensões mecânicas nas amostras, temos o efeito recíproco, que provoca mudanças na magnetização do material. Estas mudanças são interpretadas à luz da chamada anisotropia magnetoelástica. Considerando a tensão externa aplicada,  $\sigma$ , e que  $\lambda_S$  é independente das direções, a energia magnetoelástica é dada por [27]:

$$\varepsilon_{\sigma} = -\frac{3}{2}\lambda_s \sigma \cos^2 \theta, \quad (2-7)$$

onde  $\theta$  é o ângulo entre a tensão aplicada e a magnetização. Vale a pena observar que, dependendo do sinal de  $\lambda_s$ , a magnetização pode ser favorecida ou dificultada com a aplicação de tensões externas. O efeito oposto ocorre na aplicação de pressões sobre a amostra.

Este tipo de anisotropia é extremamente importante em amostras amorfas que foram fabricadas com técnicas de resfriamento rápido, as quais induzem altas tensões residuais no interior da amostra. Além disso, devido à ausência da anisotropia magnetocristalina, esse termo geralmente domina os processos de magnetização. Neste tipo de material podemos utilizar a equação (2-7), considerando as tensões internas da amostra. Existem na literatura diversos trabalhos apresentando o cálculo das tensões internas de sólidos amorfos. Para o caso particular de microfios com capa de vidro: [30,31].

### **2.3 Tensões internas e estrutura de domínios magnéticos**

Com já foi dito anteriormente, a anisotropia magnetocristalina pode ser desprezada quando consideramos sólidos amorfos de alta permeabilidade magnética [20]. Portanto, as principais anisotropias consideradas nesses tipos de amostra são a anisotropia magnetoelástica e a de forma. Esta última, em função da geometria dos fios e microfios, favorece a magnetização na direção axial, permitindo a formação de um monodomínio central.

Por outro lado, as altas taxas de resfriamento do processo de fabricação dos fios e microfios deixam fortes tensões residuais no interior das amostras. Devido ao acoplamento entre essas tensões e a magnetostricção, a anisotropia magnetoelástica tem destaque na formação da estrutura de domínios magnéticos destes materiais. Sendo assim, dependendo da magnitude e do sinal da constante de magnetostricção de saturação,  $\lambda_s$ , teremos uma resposta magnética diferente.

Feitas estas considerações, para podermos explicar o comportamento magnético derivado das estruturas de domínios propostas por vários autores, o conhecimento das tensões internas presentes nos fios e microfios se torna absolutamente necessário. Tal investigação, do ponto de vista teórico e experimental, tem sido objeto de vários trabalhos

ao longo dos últimos vinte anos, como pode-se comprovar nas referências [32,33], no caso dos fios amorfos e nas referências [30,31,34,35], no caso dos microfios com camada de vidro. Em particular, este último caso, é mostrado na Figura 2-5, foi considerado um microfio rico em Fe com  $\lambda_S = 2 \cdot 10^{-5}$ , com diâmetro do núcleo metálico igual a  $7,3 \mu\text{m}$  e com espessura da capa de vidro igual a  $7,5 \mu\text{m}$  (Ref. [30]). As componentes das tensões internas foram calculadas numericamente usando as características físicas dos microfios e os parâmetros do processo de fabricação para determinar os gradientes de temperatura durante a solidificação do microfio. Como, nesse caso, a constante de magnetostricção de saturação,  $\lambda_S$ , é positiva, numa região onde a tensão é positiva, teremos uma direção de fácil magnetização associada à direção da tensão. Na Figura 2-5 temos o valor das componentes das tensões em função da coordenada radial ( $r$ ). Podemos observar que a tensão axial ( $\sigma_{zz}$ ) predomina até aproximadamente  $r = 3,0 \mu\text{m}$ . No intervalo compreendido entre  $3,0$  e  $3,2 \mu\text{m}$  a tensão radial ( $\sigma_{rr}$ ) predomina. Para  $r > 3,2 \mu\text{m}$  até o limite do núcleo metálico, as componentes axial ( $\sigma_{zz}$ ) e azimutal ( $\sigma_{\theta\theta}$ ) são as mais intensas. Entretanto, como estas últimas são negativas e possuem intensidades aproximadamente iguais, a direção fácil associada a essa região é ortogonal a estas componentes, ou seja, radial. Os resultados desse cálculo estão de acordo com os dados experimentais.

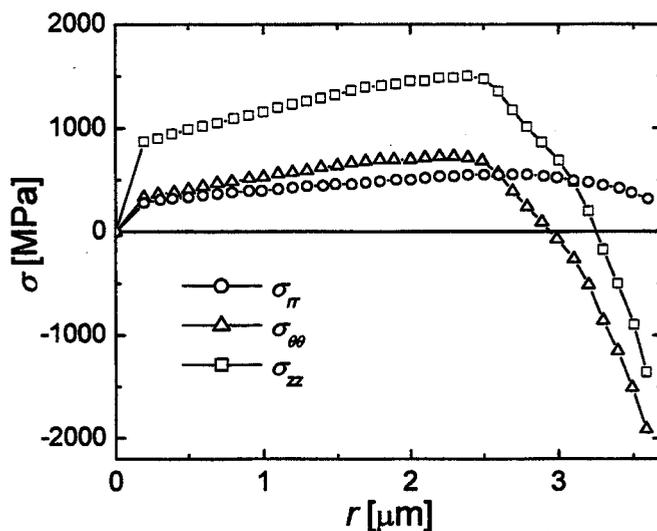


Figura 2-5: Cálculo numérico das componentes axial ( $\sigma_{zz}$ ), radial ( $\sigma_{zz}$ ) e azimutal ( $\sigma_{\theta\theta}$ ) das tensões internas de um microfio base Fe [30].

No caso de fios ricos em Co, que possuem  $\lambda_S < 0$  (e  $\lambda_S \approx 0$ ), a estrutura de domínios resultante é semelhante, pois o núcleo central aparece novamente. Entretanto, os domínios da região mais externa possuem agora direções circulares, estrutura conhecida com “domínios tipo bambu”. A Figura 2-6 [36] mostra, simplificadamente, as estruturas de domínios resultantes para os casos onde  $\lambda_S > 0$  e  $\lambda_S < 0$ . Vale destacar que até hoje não existe uma comprovação experimental direta dessas estruturas de domínios, e portanto, as estruturas mostradas na Figura 2-6 são meramente esquemáticas, e representam o melhor modelo para descrever as propriedades magnéticas desses sistemas.

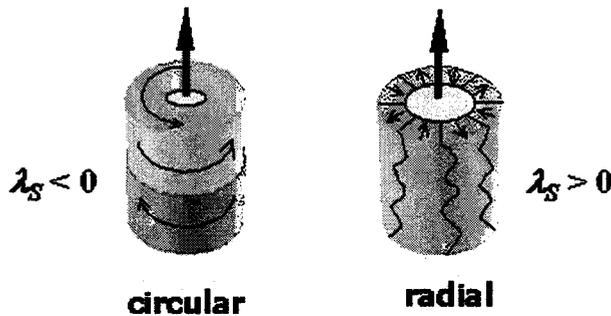


Figura 2-6. Diagrama simplificado da estrutura de domínios pelo modelo "caroço-camada" para fio de magnetostricção ( $\lambda_S$ ) positiva e negativa [36].

Na Figura 2-7 são mostradas as diferenças entre curvas de magnetização entre fitas (a), fios (b) e microfios (c), todos produzidos a partir de uma liga amorfa rica em Fe. Os dois últimos possuem curvas de histerese aproximadamente quadradas. Esse formato da curva está associado à presença de saltos Barkhausen gigantes do monodomínio central mostrado anteriormente. Este comportamento também é conhecido como bi-estabilidade magnética, uma vez que a magnetização do fio (ou microfio) sempre está entre seus dois estados remanentes. No caso dos microfios (Figura 2-7-c), o campo coercivo é aproximadamente uma ordem de grandeza superior do que no caso dos fios (Figura 2-7-b). Essa diferença é resultante das altas tensões internas induzidas durante seu processo de fabricação dos microfios, que são maiores do que as induzidas nos fios.

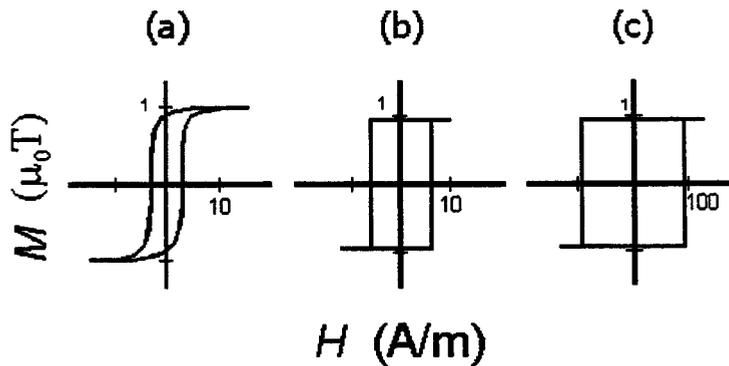


Figura 2-7: Comparação entre as curvas de histerese para amostras amorfas típicas ricas em Fe: (a) fita, (b) fio e (c) microfio.

Nas extremidades dos fios e microfios, devido ao acúmulo de cargas magnetostáticas, uma estrutura de domínios de fechamento se estende para o interior do fio por uma distância efetiva  $L_F$ . Esta estrutura aparece para minimizar a energia magnetostática associada à concentração dos pólos magnéticos. A distância  $L_F$  pode ser interpretada como o comprimento de correlação entre as energias magnetostática e magnetoelástica. A existência desta estrutura de fechamento nas extremidades do fio determina um comprimento crítico  $L_C$ , definido como sendo o dobro de  $L_F$  ( $L_C = 2 L_F$ ), para que se possa observar o comportamento magnético bi-estável das amostras, já que tal comportamento exige a existência de um monodomínio [20]. No caso onde o comprimento do fio é inferior ao comprimento crítico, as estruturas de fechamento se superpõem e a bi-estabilidade magnética não é observada.

## 2.4 Processo de magnetização axial.

A bi-estabilidade magnética é observada espontaneamente em amostras caracterizadas por uma forte anisotropia magnetoelástica com eixo fácil longitudinal, isto é, para uma combinação de altos valores de magnetostricção ( $|\lambda| > 10^{-6}$ ) [37] e tensões internas. Tais características são encontradas em fios amorfos a base de Fe ou de Co com alta magnetostricção, independentemente de seu sinal. Para microfios amorfos (cobertos por vidro), a bi-estabilidade é observada em amostras a base de Fe com magnetostricção positiva mesmo

quando o valor desta é muito pequeno ( $\approx 10^{-8}$ ) [22]. Isto se deve às altas tensões internas provenientes do método de fabricação que tais microfios apresentam.

Ao aplicar um campo magnético longitudinal e antiparalelo à magnetização de remanência, os domínios de fechamento já existentes nos extremos do fio, crescem para o centro do mesmo. Quando o campo aplicado toma o valor do chamado campo de reversibilidade da magnetização (*switching field*) uma das duas paredes de domínios das estruturas de fechamento se desprende e se move irreversivelmente para o outro extremo do fio, dando origem a uma repentina e brusca mudança no valor da magnetização. A velocidade de propagação da parede depende da intensidade da anisotropia axial e toma valores típicos da ordem de 50-500 m/s [38]. Durante a propagação, a parede toma forma quase-planar [39] ou cônica [40]. Maiores detalhes a respeito da propagação de tal parede de domínio bem como sobre a dinâmica da propagação podem ser encontrados nas referências [41,42]. A Figura 2-8 mostra esquematicamente a estrutura de domínios durante o processo de magnetização reversa dentro do caroço interno do fio.

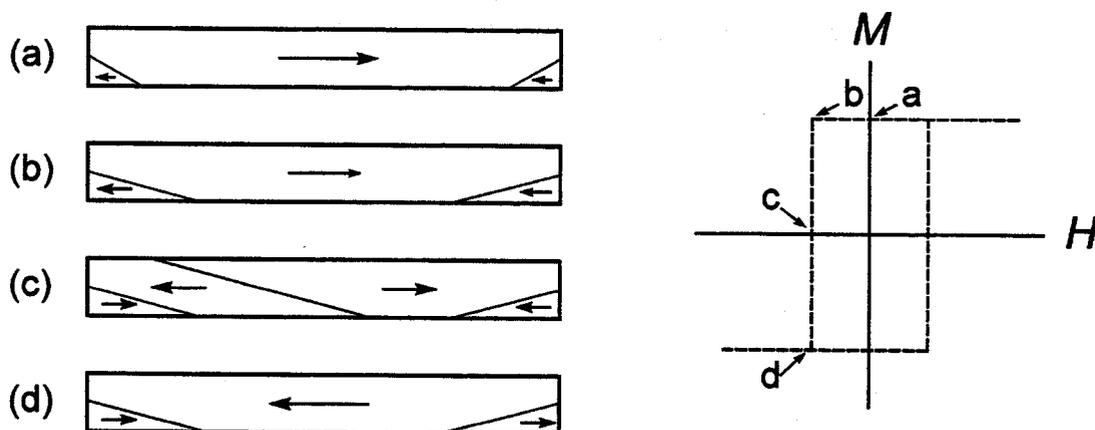


Figura 2-8. Representação esquemática da estrutura de domínios (as setas indicam a orientação da magnetização em cada domínio) do caroço interno para os diferentes estágios do processo de magnetização e os correspondentes estágios na curva de histerese [20].

A bi-estabilidade magnética aparece em amostras com um caroço interno magnetizado axialmente muito bem definido. O valor particular do campo de reversibilidade,  $H^*$ , depende tanto da história térmica do material quanto da eventual aplicação de tensão mecânica externa [43]. Tem sido provado que tal campo depende da

densidade de energia armazenada nas paredes que definem a estrutura de fechamento de domínios nas extremidades do fio e também do campo desmagnetizante efetivo,  $H_d$  [44], ou seja:

$$H^* = \gamma (AK)^{1/2} - H_d, \quad (2-8)$$

onde  $\gamma$  é um fator geométrico relacionado com as paredes,  $A$  é a constante de troca e  $K$  é a constante de anisotropia que determina a energia armazenada na parede.

Em resumo, a existência da biestabilidade magnética axial requer uma anisotropia magnetoelástica suficientemente forte, com eixo fácil na direção axial. Tal exigência não é satisfeita em dois casos: (i) em fios amorfos com magnetostricção muito baixa, para os quais a fraca anisotropia magnetoelástica axial permite facilmente a formação de uma estrutura de multidomínios no caroço interno [45], e (ii) em microfios amorfos cobertos por vidro com alta magnetostricção negativa. Neste caso a alta anisotropia magnética circular não permite a formação de um caroço interno suficientemente volumoso com magnetização axial [22]. Nestes casos, o processo de magnetização axial é dominado pelas rotações das paredes de domínios que formam a estrutura de domínios transversal da camada externa. Tal processo de magnetização é caracterizado por uma curva de histerese quase linear que apresenta um campo de saturação equivalente ao campo de anisotropia transversal da camada metálica próxima à superfície do fio. Um exemplo de curva de histerese característica de um microfio coberto por vidro a base de Co (magnetostricção negativa) é mostrado na Figura 2-9.

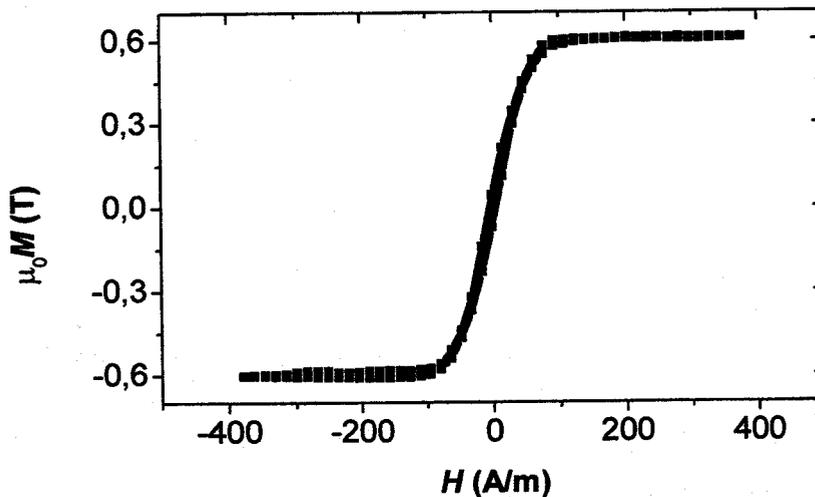


Figura 2-9: Curva de histerese típica de um micro fio amorfo coberto por vidro. Composição:  $\text{Co}_{68,35}\text{Fe}_{4,4}\text{Si}_{12,25}\text{B}_{15}$ , como fabricado, com  $\lambda_s \approx -5 \times 10^{-7}$ .

## 2.5 Modelo: acoplamento dipolar entre momentos.

Devido à presença do monodomínio central, um fio ou micro fio ferromagnético bi-estável pode ser considerado como um dipolo magnético. Cada estado da magnetização do fio bi-estável corresponde a uma orientação do dipolo magnético em relação ao campo aplicado. Com o intuito de estudar o processo de magnetização de um conjunto de diversos fios, o campo gerado por cada dipolo é calculado nesta seção. Este campo dipolar, como será mostrado nos capítulos 4 e 5, é o responsável pelo aparecimento de saltos Barkhausen gigantes em diferentes valores do campo aplicado durante o processo de magnetização de um conjunto de  $N$  fios bi-estáveis. Entre estes saltos, regiões bem definidas onde a magnetização é praticamente constante são observadas. Tais regiões serão denominadas de platôs e estão associadas às configurações dos estados magnéticos do conjunto de dipolos.

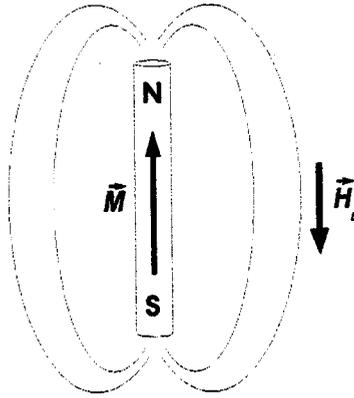


Figura 2-10: Ilustração do campo gerado por um dipolo magnético.

A Figura 2-10 apresenta a ilustração de um dipolo magnético perfeito. A aproximação dos fios (ou microfios) a esta entidade é justificada pela concentração de pólos magnéticos nos extremos dos fios. Desta forma, o campo gerado pelos mesmos pode ser calculado facilmente. Em um ponto de observação a distância  $r_{ij}$  do dipolo  $i$  e na linha perpendicular ao seu eixo, o campo dipolar,  $H_{D,i}$ , é dado por [27]:

$$H_{D,i} = -K_{i,j} M_i, \quad (2-9)$$

$$\text{sendo } K_{i,j} = \frac{V_i}{\left(r_{i,j}^2 + \frac{L_i^2}{4}\right)^{3/2}},$$

onde  $V_i$ ,  $L_i$  e  $M_i$  são respectivamente volume, comprimento e magnetização do fio  $i$ .

No processo de magnetização de um sistema composto por vários fios, com magnetizações  $M_1, M_2, \dots, M_N$ , dispostos paralelamente, além do campo aplicado,  $H_A$ , o campo dipolar gerado por cada fio do conjunto deve ser considerado. Sendo assim, cada fio estará sob a ação de um campo efetivo:

$$\begin{aligned} M_1 &= M_1(H_A + H_{D,2} + H_{D,3} + \dots + H_{D,N}) \\ M_2 &= M_2(H_A + H_{D,1} + H_{D,3} + \dots + H_{D,N}) \\ &\vdots \\ M_N &= M_N(H_A + H_{D,1} + H_{D,2} + \dots + H_{D,(N-1)}). \end{aligned} \quad (2-10)$$

Se o comportamento magnético de cada fio for conhecido previamente, este sistema de equações pode ser resolvido iterativamente [2]. Este modelo não é válido quando  $r_{ij} \rightarrow 0$  e

se  $L_i$  é menor do que o comprimento crítico para a existência da bi-estabilidade. Nesta seção, será considerado que as curvas de magnetização dos fios são perfeitamente quadradas, definidas somente pelos parâmetros  $M_i$  e  $H_i$ , respectivamente, magnetização de saturação e campo de inversão do fio  $i$ .

No caso particular de um sistema de dois fios paralelos e de mesmo comprimento, o sistema de equações (2-10) é reduzido à:

$$M_1 = M_1(H_A + H_{D,2}) \quad (2-11)$$

$$M_2 = M_2(H_A + H_{D,1}) .$$

Considerando  $M_1 = M_2$  (portanto  $K_{1,2} = K_{2,1}$ ), então a ordem dos saltos dos fios será dada pela diferença entre seus campos de inversão, denominados  $H^*_1$  e  $H^*_2$ , com  $H^*_1 < H^*_2$ . Sendo assim, são esperados três estados magnéticos para este tipo de sistema. Dependendo do campo aplicado, a magnetização total destes três estados será:  $2M_1$ , 0 ou  $-2M_1$ . Num experimento onde o campo varia de seu valor máximo positivo para o máximo negativo, o primeiro salto, do estado de magnetização máxima ( $2M_1$ ) para o de magnetização nula,  $H_2^i$ , ocorre quando:

$$H_2^i = H^*_1 - K_{1,2} M_2 . \quad (2-12)$$

O segundo salto, de magnetização nula para seu valor máximo negativo ( $-2M_1$ ),  $H_2^{ii}$ , ocorre assim que:

$$H_2^{ii} = H^*_2 + K_{1,2} M_1 . \quad (2-13)$$

Os sub-índices 2 nos valores dos saltos correspondem ao número de fios do conjunto.

Subtraindo a equação (2-13) da equação (2-12), podemos calcular a largura do platô com magnetização nula que aparece na curva de magnetização do sistema:

$$P_2 = 2 K_{1,2} (M_1) + H^*_2 - H^*_1 . \quad (2-14)$$

Se a condição  $H^*_1 = H^*_2$  fosse satisfeita neste mesmo caso, em função da simetria do sistema (2-11), os fios saltariam simultaneamente e o platô onde a magnetização total é nula não seria observado. Como o aparecimento dos platôs dependem das assimetrias no sistema (2-11), nos casos onde existem diferenças entre os valores da magnetização de cada fio, os platôs também são observados.

A Figura 2-11 mostra o resultado da solução do sistema (2-11), resolvido iterativamente. Para isso, foi empregado o software *Mathematica*, onde foi considerado que

ambos os dipolos estavam inicialmente orientados com um campo magnético positivo. Este campo era reduzido de um dado passo de campo em cada iteração, na qual o campo dipolar e as magnetizações eram calculados respectivamente com as equações (2-9) e (2-11). Quando o campo máximo negativo é atingido, o sinal do passo de campo é invertido e calcula-se novamente o campo dipolar e as magnetizações até o campo máximo positivo, fechando assim a curva de histerese simulada deste sistema. Os parâmetros usados nesta simulação são mostrados na Figura 2-11. As setas sobre as regiões onde a magnetização é constante correspondem às configurações magnéticas. Unidades arbitrárias foram empregadas para simplificar os parâmetros.

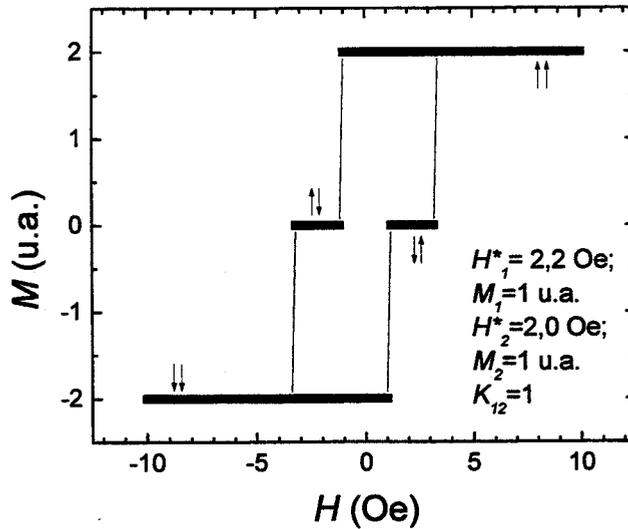


Figura 2-11: Simulação da curva de magnetização de dois fios colocados paralelamente. Setas correspondem às configurações magnéticas.

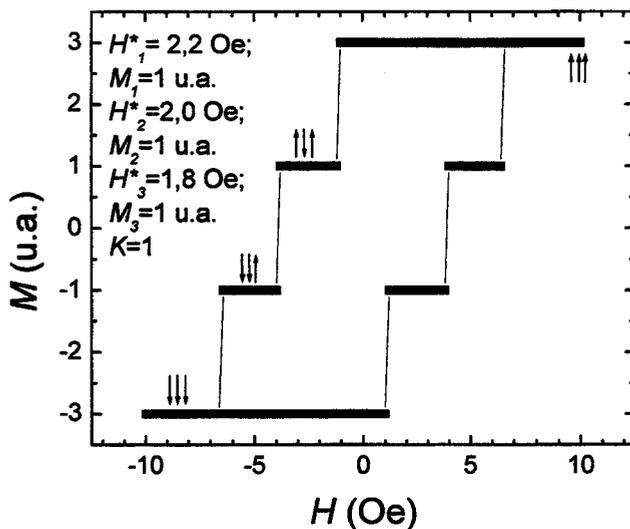


Figura 2-12: Simulação da curva de magnetização de três fios colocados paralelamente. Setas correspondem às configurações magnéticas.

Este desenvolvimento pode ser facilmente aplicado a configurações compostas por mais elementos. Na Figura 2-12 é apresentado o comportamento esperado para o caso de três dipolos, onde são observados três saltos durante o processo de inversão da magnetização. Nos capítulos 4 e 5 desta dissertação serão mostrados resultados experimentais de conjuntos de microfios e fios, respectivamente. Estes resultados serão interpretados com base no modelo apresentado nesta seção.

### 3. Técnicas Experimentais

#### 3.1 Medidas Magnéticas

Os fios e microfios estudados foram feitos a partir de ligas metálicas que são magneticamente doces, ou seja, atingem a saturação magnética com baixos campos aplicados ( $< 1000$  A/m), e apresentam poucas perdas por histerese. Sendo assim, o dispositivo mais versátil para traçar as curvas de histerese destas amostras é o magnetômetro de indução. O sistema desenvolvido tem sensibilidade suficiente para medir a maioria das amostras analisadas ( $10^{-2}$  emu) e possui uma resolução muito alta do campo aplicado (0,1 A/m). Além disso, é possível adaptar o conjunto para observar a magnetização longitudinal das amostras aplicando nelas tensão e/ou torção mecânica, corrente AC ou DC e durante medidas de magnetoimpedância. Todas estas medidas são feitas somente em temperatura ambiente. Resumidamente, para obter a magnetização, este sistema integra o sinal gerado, em modo quase-estático, em um par de bobinas compensadas (ligadas em série-oposição, com sinal nulo na ausência da amostra) que estão numa região onde o campo magnético, produzido a partir de bobinas convencionais, varia no tempo.

No caso específico dos microfios, que possuem diâmetros muito reduzidos, o sinal induzido nos terminais das bobinas sensoras é da ordem de poucos milivolts. Para conseguir uma boa relação sinal-ruído, fez-se necessária a confecção de bobinas sensoras com aproximadamente 1 mm de diâmetro e em torno de 6000 espiras. Estas bobinas foram montadas manualmente a partir de capilares de vidro. Tal tarefa exigiu muita paciência e atenção, mas por outro lado, rendeu importantes resultados para todo o trabalho desenvolvido.

Além do magnetômetro de indução, o magnetômetro SQUID (*Superconducting Quantum Interference Device*, MPMS XL7 - Quantum Designs) também foi empregado para medir as curvas de histerese dos elementos estudados. Com este equipamento é possível fazer medidas em temperaturas entre 2 e 380 K. As diferenças mais relevantes entre este equipamento e o magnetômetro de indução estão na sensibilidade de detecção do

momento magnético, resolução do campo aplicado e no tempo de medida. As curvas de histerese medidas no SQUID não exibem ruídos ou deslocamentos, que aparecem no fluxímetro, entretanto, uma única curva toma cerca de 1 hora, enquanto que o outro sistema leva aproximadamente 1 minuto. Além disso, o magnetômetro supercondutor requer He líquido para seu funcionamento. Na tabela 3-I é feita uma breve comparação entre os dois sistemas.

Tabela 3-I: Comparação entre os sistemas de medidas utilizados

Característica	SQUID	Histeresígrafo
Sensibilidade do momento medido	$1 \cdot 10^{-8}$ emu ( $H < 2500$ Oe) $6 \cdot 10^{-7}$ emu ( $H < 7$ T) <sup>1</sup>	$1 \cdot 10^{-2}$ emu
Sensibilidade do campo aplicado	0,5 Oe ( $\approx 40$ A/m)	0,1 A/m
Campo Máximo Aplicado	70 kOe	100 Oe
Comprimento máximo das amostras	9 mm	15 cm
Comprimento mínimo das amostras <sup>2</sup>	-	5 cm
Faixa de temperatura	2-380 K	Ambiente
Tempo de medida	1 hora <sup>3</sup>	1 minuto

1- Valores nominais.

2-O sinal detectado depende da área da amostra. O valor fornecido é para o caso de microfios base Fe medidos no modo DC.

3-Para uma curva de magnetização com 40 pontos.

Na próxima seção deste capítulo é feita uma breve revisão dos campos magnéticos gerados pelas bobinas empregadas e em seguida é descrito o funcionamento do sistema indutivo que foi montado para medir os laços de histerese das amostras estudadas nesta dissertação.

### 3.2 Magnetômetro de indução

A representação esquemática do magnetômetro de indução (histeresígrafo) apresentado na seção anterior é mostrada na Figura 3-1. Este sistema é basicamente dividido em três módulos: (1) Geração de campo, (2) Sistema de detecção e (3) Controle do Sistema. Tais módulos são explicados detalhadamente nas próximas sub-seções. Na lista a seguir são enumerados os equipamentos que foram utilizados em cada módulo.

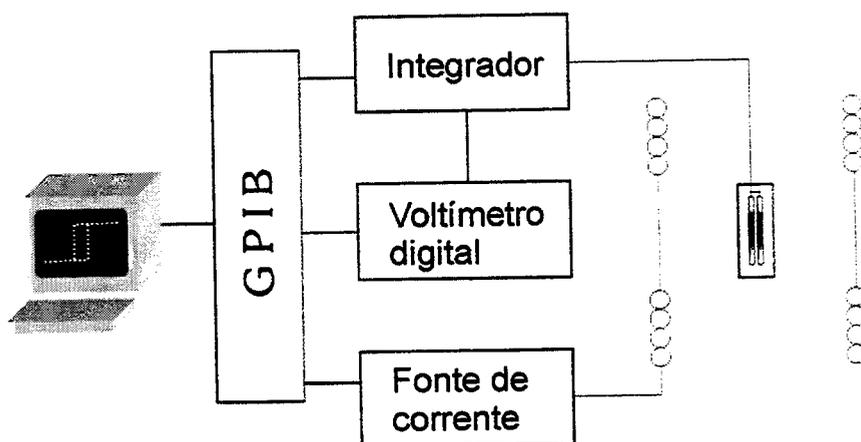


Figura 3-1: Representação esquemática do magnetômetro de indução.

### 1. Geração de Campo Magnético

- (a) Fonte de corrente: Kepco, modelo BOP 20-20 ( $\Delta I=5$  mA).
- (b) Bobina de campo Helmholtz com 74 espiras (diâmetro do fio = 2,15 mm), 6 camadas de 13 espiras cada e 12,5 cm de raio ( $\Delta H=0.5$  A/m) e fator de conversão corrente campo.
- (c) Solenóide com 18 espiras/cm dispostas em uma única camada; 32 cm de comprimento e 4 cm de diâmetro.
- (d) Gaussímetro LakeShore Model 460 3-Channels

### 2. Detecção

- (a) Integrador: Magnet Physik, modelo EF 4 com *drift* de  $10^{-7}$  Vs.
- (b) Voltímetro digital Keithley 6 ½ dígitos.
- (c) Bobinas sensoras (pares):
  1. 1300 espiras (diâmetro do fio 80  $\mu\text{m}$ ); 1,0 cm de raio; 1,0 cm de comprimento; 13 camadas com 100 espiras cada.
  2. 6000 espiras (diâmetro do fio 56  $\mu\text{m}$ ); 0,5 mm de raio; 16 cm de comprimento; 2 camadas de enrolamento.
  3. 1200 espiras (diâmetro do fio 56  $\mu\text{m}$ ); 0,5 mm de raio; 3,0 cm de comprimento; 2 camadas de enrolamento.
  4. 900 espiras (diâmetro do fio 56  $\mu\text{m}$ ); 4 mm de raio; 3,0 cm de comprimento; 2 camadas de enrolamento.

### 3. Controle

- (a) Interface de comunicação GPIB.
- (b) Programa de aquisição automatizado (LabView – National Instruments).

### 3.2.1 Geração de Campo Magnético

Como as amostras são fios com comprimento máximo de 12 cm e o campo magnético necessário para saturá-las é pequeno, podemos utilizar bobinas convencionais para conseguir os campos desejados e, escolhendo devidamente as dimensões da bobina, podemos garantir uma ótima homogeneidade ao longo de toda a amostra. Para isso foram confeccionadas bobinas de Helmholtz com raio de 12,5 cm e um solenóide com 32 cm de comprimento e 4 cm de diâmetro.

#### 3.2.1.a Bobina de Helmholtz

A bobina de Helmholtz é formada por dois grupos de espiras circulares ligadas em série. Estas espiras possuem raio  $a$  e estão dispostas num eixo comum. Os dois grupos de espiras estão separados pela distância  $a$  (Figura 3-2), que é escolhida para otimizar a homogeneidade do campo nas vizinhanças do centro do conjunto [46].

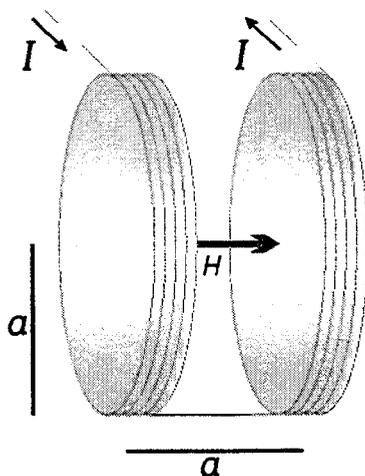


Figura 3-2: Esquema da bobina de Helmholtz.

O campo no eixo de simetria  $z$  gerado por cada espira com centro na coordenada  $z_0$  é dado por [46]:

$$\vec{H}(z, z_0, a) = \frac{I}{2} \frac{a^2}{\left[ (z - z_0)^2 + a^2 \right]^{3/2}} \vec{n}, \quad (3-1)$$

onde  $I$  é a corrente que passa pela espira (dada em Ampères),  $a$  é o raio da espira (dado em metros) e  $\bar{n}$  é o vetor unitário normal ao plano da espira.

Em bobinas onde temos muitas espiras, formando diversas camadas, devemos considerar o diâmetro  $d$  do fio usado. Portanto, em um par de bobinas de Helmholtz com raio  $a$ , que contêm  $m$  camadas e  $n$  espiras por camada, o módulo do campo total gerado é dado por:

$$H_{total}(z) = \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m \left[ H\left(z, \frac{-a - (n+1)d}{2} + id, a - \frac{(m+1)d}{2} + jd\right) + H\left(z, \frac{a - (n+1)d}{2} + id, a - \frac{(m+1)d}{2} + jd\right) \right]. \quad (3-2)$$

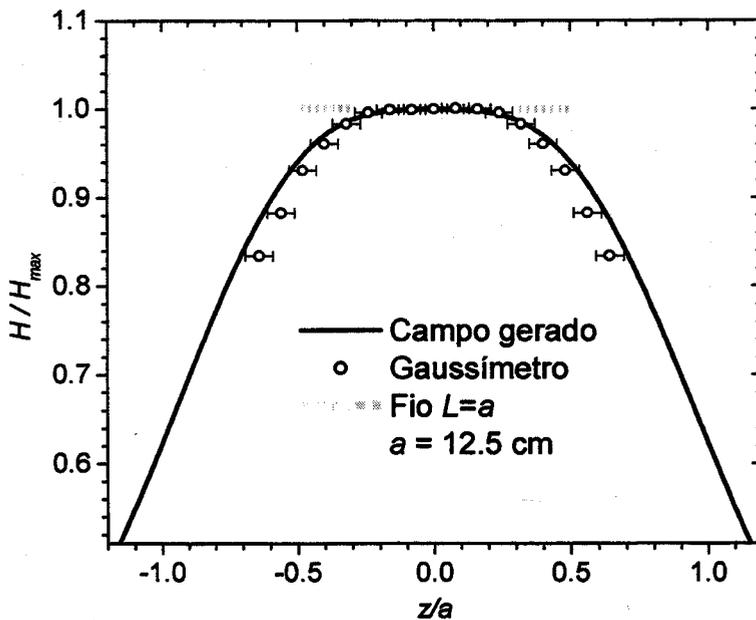


Figura 3-3: Perfil espacial do campo gerado pela bobina de Helmholtz usada no histeresígrafo. Sendo  $z$  a distância percorrida no eixo de simetria a partir do ponto médio e  $a$  o raio das espiras.

A bobina construída possui  $m = 6$ ,  $n = 13$ ,  $d = 2,15$  mm e  $a = 12,5$  cm. A Figura 3-3 mostra o perfil do campo gerado conforme equação (3-2). Observa-se que num fio de comprimento  $L$  igual ao raio da bobina, a variação da intensidade do campo é inferior a 6%. A mesma figura também mostra os valores de campo medidos com um gaussímetro

comercial, que foram usados para calibrar a bobina, pois o módulo do campo produzido é diretamente proporcional à corrente elétrica aplicada na mesma:

$$H = \lambda I . \quad (3-3)$$

A constante de proporcionalidade  $\lambda$  foi determinada experimentalmente usando um gaussímetro calibrado (LakeShore Model 460 3-Channel) e vale  $427,3 \pm 0,2 \text{ m}^{-1}$ . O erro na medida de  $H$  está diretamente associado ao erro na medida de corrente. A imprecisão na corrente é de  $0,1 \text{ mA}$ , o que proporciona um erro de  $\approx 0,05 \text{ A/m}$  no campo.

### 3.2.1.b Solenóide

Algumas medidas em microfios foram feitas em amostras com comprimento maior do que  $12 \text{ cm}$ . Neste caso, para deixar o campo mais homogêneo ao longo das bobinas de sinal, substituiu-se a bobina de Helmholtz por um solenóide de  $32 \text{ cm}$  de comprimento. A Figura 3-4 mostra valores normalizados do campo magnético no eixo de simetria das respectivas bobinas. Estes dados foram medidos com um gaussímetro calibrado (LakeShore Model 460 3-Channel).

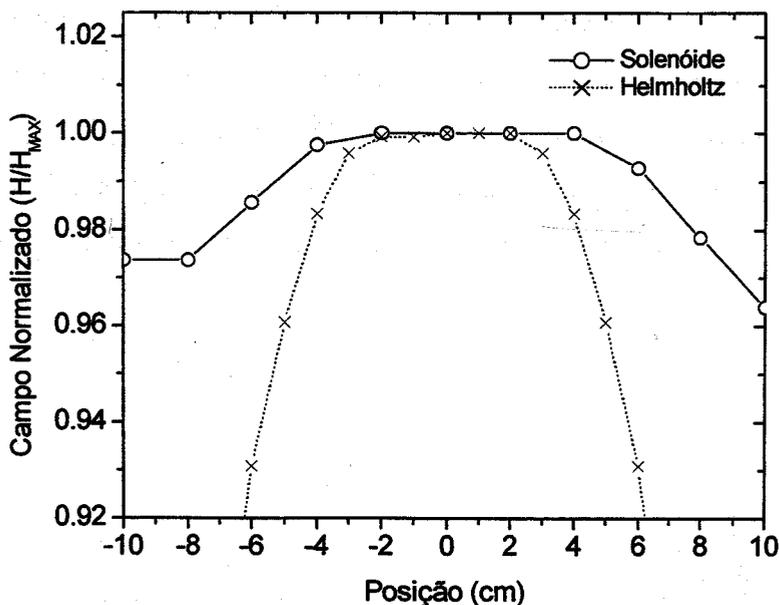


Figura 3-4: Perfil das bobinas de geração de campo magnético usando um solenóide e bobinas de Helmholtz.

Tabela 3-II: Fator de conversão das bobinas de geração de campo magnético. Os valores da última coluna são para as mesmas bobinas com um conjunto de resistores em paralelo ( $R_S=90\text{m}\Omega$ ).

<b>Bobina</b>	$\lambda \text{ (m}^{-1}\text{)}$	$\lambda \text{ (m}^{-1}\text{) com } R_S$
Helmholtz	$427,3 \pm 0,2$	$57,3 \pm 0,1$
Solenóide	$1970 \pm 2$	$32,2 \pm 0,1$

O solenóide possui um fator de conversão campo corrente,  $\lambda$ , cerca de quatro vezes maior, como mostra a tabela 3-II. Assim, usando a mesma fonte de corrente (Kepco BOP 20-20), temos a resolução do campo magnético diminuída quatro vezes, o que pode ocultar efeitos interessantes nas curvas de magnetização a serem medidas. Para resolver esse problema e aumentar ainda mais a resolução do sistema, pode-se adicionar um banco de resistores em paralelo ao solenóide. Estes resistores, dependendo de seus valores, desviam uma fração da corrente aplicada para gerar o campo. Desta forma, escolhendo apropriadamente as resistências, temos passos de corrente 50 vezes menores aplicados à bobina de campo, aumentando assim a qualidade das medidas. Esta técnica é análoga à utilizada para aumentar o fundo de escala de um amperímetro. Na Figura 3-5 temos a comparação dos resultados quando usamos o banco de resistores ( $R_S=90\text{m}\Omega$ ). Os degraus onde a magnetização é constante aparecem porque a resolução da fonte de corrente é inferior ao passo de corrente desejado. Assim, a corrente não varia e o fluxo também não, mantendo a magnetização constante. Os mesmos degraus são verificados quando é usado um sensor Hall para detectar o campo. Empregando-se o banco de resistores em paralelo, o passo de campo é diminuído, melhorando a resolução do sistema.

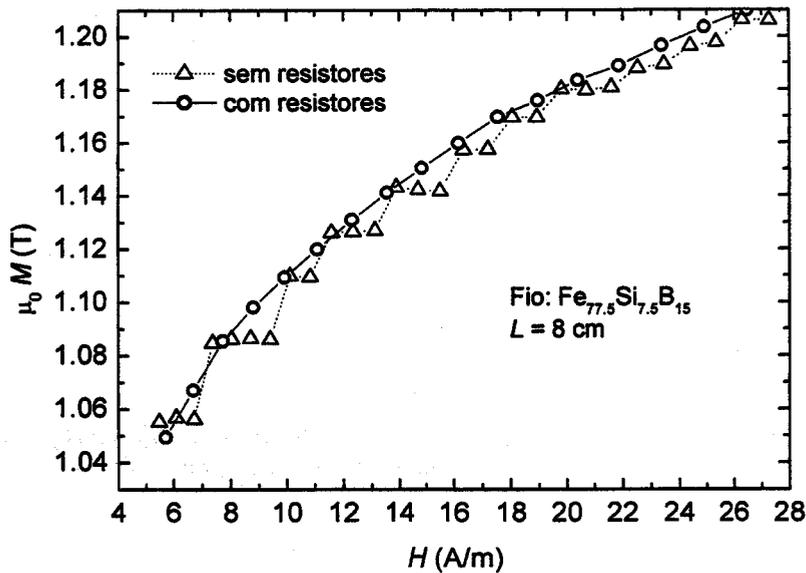


Figura 3-5: Curvas de magnetização em função do campo mostrando a melhora na resolução obtida com o uso do banco de resistores ( $R_S=90m\Omega$ ).

### 3.2.2 Sistema de Detecção

O sistema possui duas bobinas sensoras com mesmas dimensões e mesmo número de espiras. Estas bobinas estão ligadas em série-oposição (Figura 3-6), de modo a anular o fluxo magnético  $\phi$  através delas quando dispostas numa região onde o campo é uniforme:

$$\phi = N \left[ \int_{bobina1} \vec{B} \cdot \hat{n} da + \int_{bobina2} \vec{B} \cdot \hat{n} da \right] = 0, \quad (3-4)$$

sendo  $N$  o número de espiras em cada bobina sensora,  $\vec{B}$  o vetor de indução magnética,  $da$  o elemento de área e  $\hat{n}$  é o vetor unitário normal à seção transversal de cada bobina com sentido dado pelo enrolamento das bobinas.

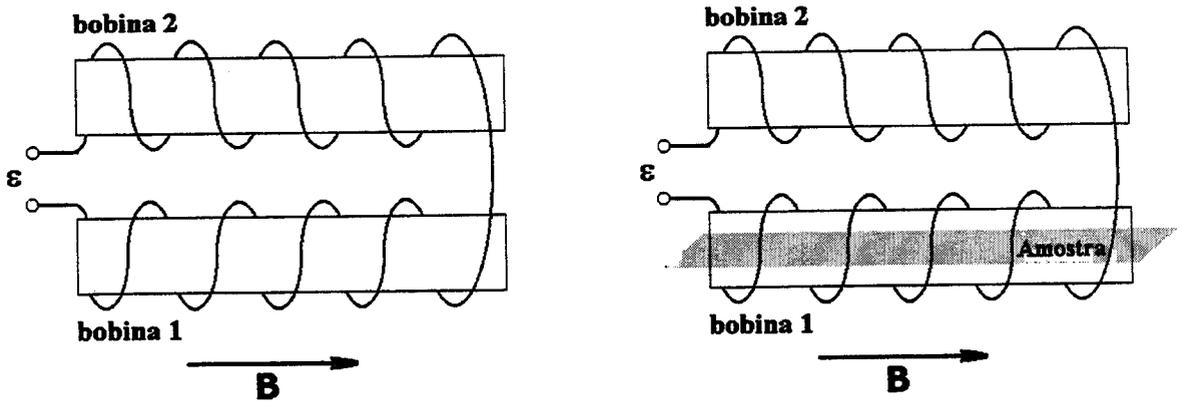


Figura 3-6: (a) esquema das bobinas sensoras mostrando o sentido do enrolamento de cada uma e como são conectadas. (b) bobinas sensoras com amostra

As bobinas sensoras possuem área de seção reta constante  $A_b$ . A introdução de um fio magnético longo na bobina 1 (Figura 3-6.b) com seção reta  $A_f$  e magnetização  $\vec{M}$  paralela à indução  $\vec{B}$  gera uma mudança no fluxo total:

$$\phi = \mu_0 N [H(A_b - A_f) + (H + M)A_f - H A_b] = \mu_0 N M A_f. \quad (3-5)$$

Da lei de Faraday, temos a força eletromotriz induzida  $\varepsilon$  nos terminais das bobinas sensoras:

$$\varepsilon = -\frac{\partial \phi}{\partial t} = -\mu_0 N A_f \frac{\partial M}{\partial t}. \quad (3-6)$$

A magnetização da amostra  $M$  é obtida através da integração de  $\varepsilon$  no tempo. Para isso é empregado o integrador comercial Magnet Physik modelo EF 4. Este passo também pode ser feito por integração numérica da força eletromotriz induzida nos terminais. Para isso é preciso digitalizar o sinal induzido usando um voltímetro bastante preciso conectado ao computador.

O sistema anteriormente disponível no LMBT possuía bobinas sensoras com o diâmetro de 20 mm e era empregado na medida de fitas amorfas. Comparando o diâmetro destas bobinas com o diâmetro dos fios a serem medidos, que estão no intervalo de 30 a 150 micrometros, temos um fator de preenchimento muito pequeno ( $\approx 10^{-5}$ ). Desta forma, o

sinal era muito fraco nas tentativas de medir os laços de histerese de tais amostras. A solução foi refazer as bobinas sensoras em capilares com diâmetros da ordem de 1 mm, sendo que com essas novas bobinas, o fator de preenchimento passou para a ordem de  $10^{-3}$ . O sinal induzido também depende diretamente do número de espiras da bobina sensora. Assim, as novas bobinas foram confeccionadas com número elevado de espiras (até 6000), para fazer com que o sinal induzido em seus terminais chegasse na ordem de dezenas de milivolts, possibilitando a integração analógica.

Diversas tentativas foram feitas para conseguir um grande número de espiras em um tubo extremamente sensível: em torno mecânico e manualmente. Além disso, para maximizar o número de espiras, o fio de cobre empregado no enrolamento tinha um diâmetro de 0,056 mm, o que também dificultava o manuseio durante a confecção das bobinas, e várias bobinas foram quebradas pelo simples manuseio.

As primeiras bobinas foram confeccionadas usando um torno mecânico, onde os extremos do capilar eram devidamente fixados no torno, e o fio de cobre era enrolado na região entre os pontos de fixação. Entretanto, dada a sensibilidade do capilar e a necessidade de uma tensão mínima no fio de cobre para organizar o enrolamento, não era possível enrolar bobinas com mais do que 4 cm de comprimento usando essa alternativa. Essas bobinas tinham por volta de 1000 espiras, que eram contadas com um sensor infravermelho ligado ao torno. Mas esse número ainda não era suficiente, pois os resultados das medidas apresentavam níveis consideráveis de ruído. A solução foi montar as bobinas manualmente em capilares de cerca de 20 cm de comprimento com 6000 espiras cada uma. Essas bobinas apresentaram um sinal mais intenso e possibilitaram a realização das medidas desejadas. A Figura 3-7 mostra essas bobinas sobre o suporte que se encaixa no interior da bobina de campo.

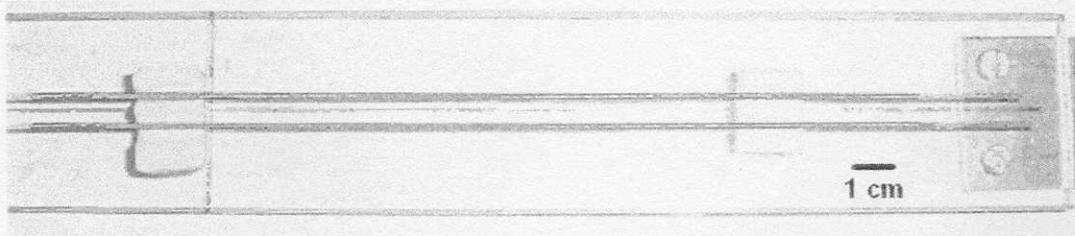


Figura 3-7: Ilustração das bobinas sensoras ligadas em série-oposição, ambas enrolamento com 16 cm de comprimento.

Vários pares de bobinas detectoras foram confeccionados a fim de estudar a magnetização de fios e microfios. Medidas com tensão mecânica aplicada também foram realizadas e além dessas, foram medidos laços de histerese simultaneamente com medidas de magnetoimpedância, acoplando as bobinas sensoras e o fluxímetro a outra montagem disponível no laboratório. Também foram feitas medidas onde as bobinas sensoras foram ligadas em série e no interior de cada uma foi colocado um fio base Fe bi-estável. Assim foi possível analisar efeitos de interação entre os fios variando-se a distância entre as duas bobinas sensoras. Todos esses tipos de medidas realizadas ilustram a grande versatilidade do sistema para analisar o comportamento magnético de fios.

### 3.2.3 Controle do Sistema

O histeresígrafo montado é automatizado e funciona através de um programa que controla os dispositivos por computador através da placa de comunicação padrão IEEE 488 (GPIB). Este programa foi desenvolvido usando-se a linguagem de programação LabView (National Instruments).

Para a obtenção da curva de magnetização ( $M$ ) em função do campo aplicado ( $H$ ), o sinal induzido nos terminais do integrador é medido por um multímetro digital durante a variação do campo aplicado [47]. Este sinal é proporcional a  $\int [\epsilon(t) + c] dt$ . A constante  $c$  é resultante das tensões residuais que surgem nos terminais do integrador. Para remover este deslocamento do nosso sinal, temos que subtrair a reta  $b + c t$ , onde as constantes são escolhidas de forma a simetrizar a curva de magnetização em relação ao eixo  $M$ . (Figura 3-8 a, b e c).

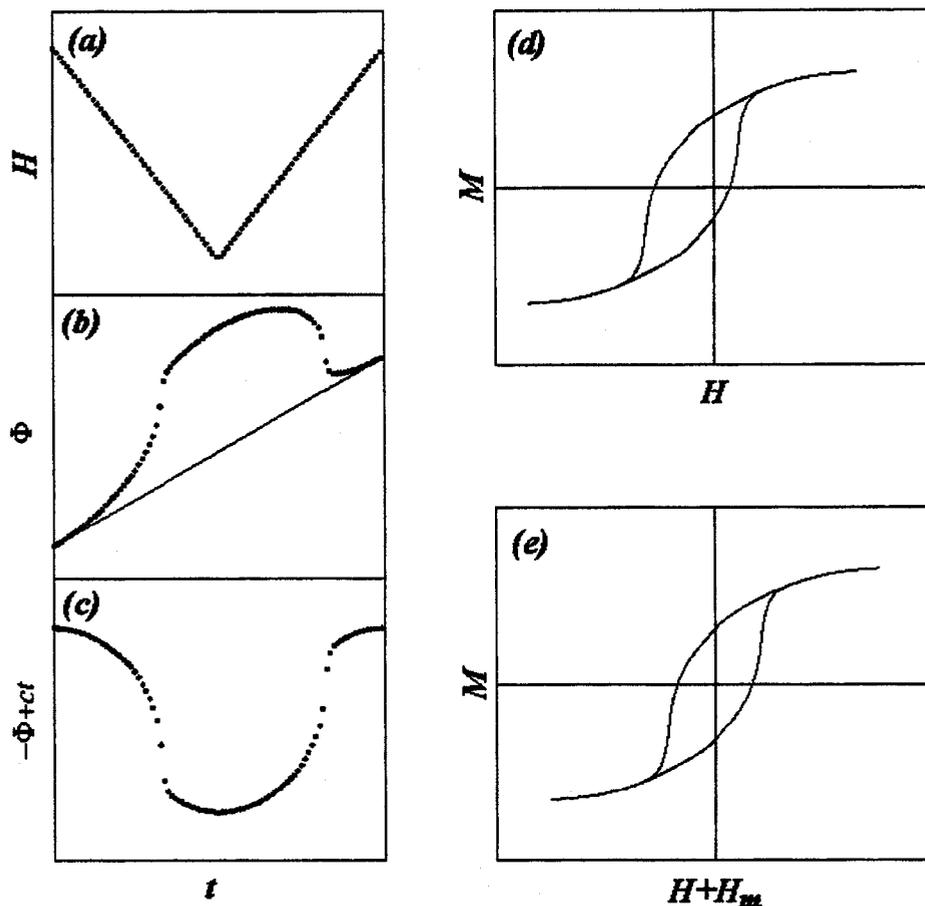


Figura 3-8: Etapas de tratamento dos dados: (a) campo  $H(t)$ , (b) medida de  $\Phi(t)$ , (c) correção do deslocamento 'drift' ( $c > 0$ ), (d) curva  $M \times H$  sem correção do campo da Terra ( $H_m$ ), (e) curva  $M \times H$  com correção do campo da Terra [47].

Também deve ser feito um ajuste no eixo  $H$  para remover o campo magnético terrestre ( $H_m$ ) e outros campos espúrios do laboratório. Para isso deslocamos toda a curva de forma a centralizar o ponto médio dos campos coercivos da curva original (Figura 3-8 (d) e (e)).

### 3.3 Suportes para alinhamento

#### 3.3.1 Microfios

Devido a suas dimensões reduzidas, e por suas tensões internas, o manuseio dos microfios é bastante complicado. Esse fato exigiu uma montagem especial para alinhar corretamente os fios. Esta montagem foi produzida com apoio do grupo do Laboratório de Microfabricação do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron. A Figura 3-9 ilustra simplificada uma montagem para o caso particular de três fios. A montagem é constituída de dois suportes que mantêm os microfios alinhados. Em cada suporte, são feitos furos micrométricos de acordo com o número de microfios e a configuração geométrica desejada.

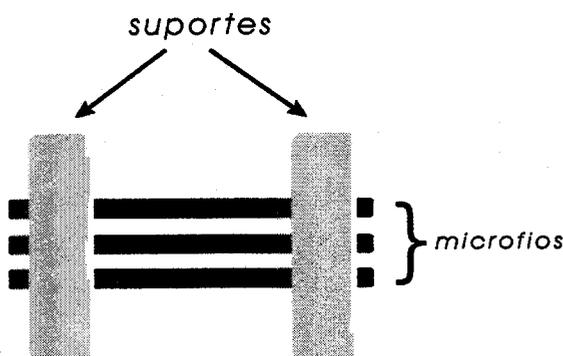


Figura 3-9: Representação de suportes para a confecção de um matriz com três microfios.

Na Figura 3-10 temos o exemplo de três fios equidistantes. Os microfios são passados pelos pequenos orifícios do suporte, que tem diâmetro de 50 micrometros. Estes suportes foram confeccionados a partir da resina fotossensível SU-8 sobreposta por uma máscara impressa num fotolito [48].

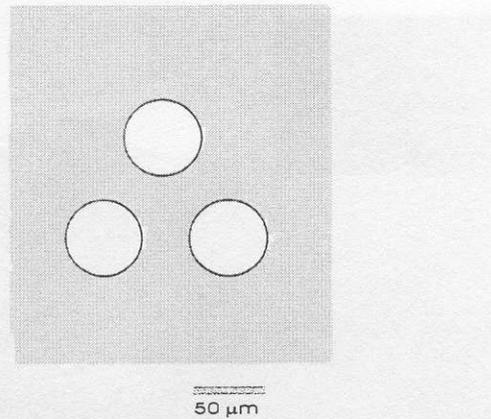


Figura 3-10: Idealização do suporte para alinhar equidistantemente 3 microfios.

Após a exposição e a revelação do material fotossensível, temos os suportes desejados. Na Figura 3-11 é mostrada a fotografia (ampliada 250 vezes) de um desses suportes. O diâmetro dos furos e a distância entre eles são de aproximadamente  $50\ \mu\text{m}$ . Esta distância é a menor conseguida devido à limitação imposta pela resolução da máscara disponível.

Com os suportes em mãos, os microfios eram passados cuidadosamente pelos orifícios. Para alinhar os dois suportes opostos, uma base metálica foi confeccionada de modo que estes suportes fiquem separados de 5 mm. A Figura 3-12 mostra toda a montagem. No detalhe desta ilustração são mostrados dois microfios dispostos paralelamente.

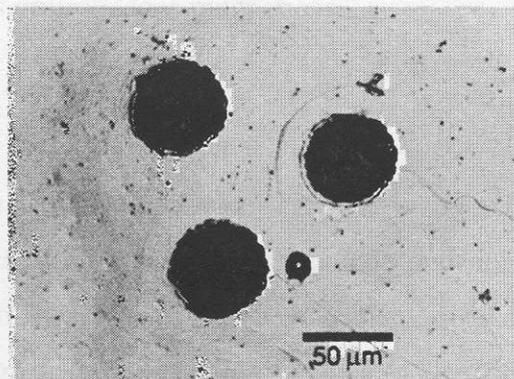


Figura 3-11: Fotografia dos suporte usado para montar uma matriz de três microfios. Dimensão dos orifícios  $\approx 50\ \mu\text{m}$ .

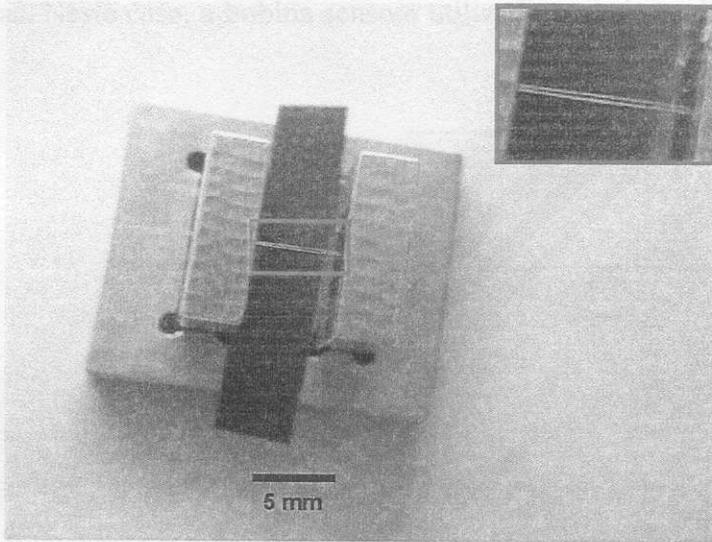


Figura 3-12: Fotografia da montagem empregada para alinhar dois microfios paralelos. Comprimento dos fios: 5 mm.

Com os microfios devidamente alinhados na montagem, aplica-se uma pequena quantidade de resina acrílica para fixar os microfios. Assim, é possível retirar os suportes, cortar as extremidades desalinhadas dos microfios e efetuar as medidas magnéticas desejadas.

A grande desvantagem do uso desses suportes é que é preciso gastar uma quantidade considerável de fio para prender suas extremidades. Além disso, uma outra complicação é que é preciso extremos cuidados para não tensionar em demasia os microfios, induzindo anisotropias e alterando suas propriedades magnéticas.

### 3.3.2 Fios

Os fios ferromagnéticos estudados possuem 132  $\mu\text{m}$  de diâmetro e comprimentos entre 8 e 12 cm. Por estas dimensões, o alinhamento de um conjunto formado por alguns fios no mesmo plano pode ser feito dispendo-os sobre uma placa delgada não-magnética, como ilustrado na Figura 3-13 para o caso de 5 fios. A fixação dos fios é feita através de fita adesiva em diversos pontos no decorrer do comprimento dos fios. A distância entre os fios é ajustada manualmente, e com o auxílio de um microscópio óptico é possível alinhar paralelamente todos os fios. Após o alinhamento, o conjunto todo é levado para o interior

das bobinas sensoras. Neste caso, a bobina sensora utilizada possui um diâmetro interno de 5 mm.

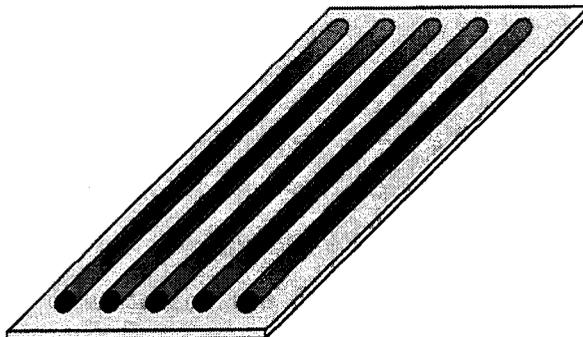


Figura 3-13: Ilustração esquemática para o alinhamento de um conjunto de fios.

Este procedimento permite um bom alinhamento dos fios e se faz necessário pelo fato dos fios estudados apresentarem uma suave curvatura resultante de seu processo de fabricação. Além disso, este suporte auxilia o posicionamento das amostras no interior das bobinas sensoras, fazendo que os fios fiquem sempre na mesma região, minimizando assim os erros relacionados a medições realizadas em diferentes pontos das amostras. Vale destacar também que os fios são bem mais resistentes que os microfios, facilitando bastante o manuseio dos mesmos.

## 4. Resultados: Microfios Amorfos

### 4.1 Introdução

Microfios ferromagnéticos amorfos apresentam propriedades magnéticas muito interessantes para o estudo de interações dipolares, pois graças à presença do monodomínio central remanente, um campo de acoplamento é gerado nas vizinhanças dos microfios. Sendo assim, como já foi visto no capítulo 2, estes elementos podem ser considerados como dipolos magnéticos. As propriedades magnéticas desse tipo de amostra dependem de suas características estruturais. A coercividade aumenta substancialmente (1 a 10 Oe) e a remanência diminui (1 a  $0,45 T/\mu_0$ ) quando a razão entre o raio do núcleo metálico e o raio total do fio diminui (0,63 a 0,16). A magnitude das tensões internas induzidas na fabricação dependem desta razão, e o eixo fácil da anisotropia magnetoelástica correspondente determinam o valor da coercividade (da ordem de centenas de Ampères por metro) e da remanência nestes microfios [49].

Os microfios utilizados nestes experimentos foram produzidos pelo Prof. M. Vázquez (CSIC – Madrid – Espanha) e gentilmente cedidos para estes estudos.

Nesta seção serão apresentados os resultados de medidas magnéticas feitas em microfios ferromagnéticos amorfos. A razão entre o raio do núcleo metálico e o raio total foi mantida fixa. A maioria das amostras tinha comprimento de 5 mm, sendo assim, as medidas foram realizadas no magnetômetro MPMS-XL7 (SQUID) da Quantum Design. Este magnetômetro foi empregado devido à falta de sensibilidade do histeresígrafo para medir amostras tão pequenas, apesar de inúmeros esforços que realizamos no sentido de melhorar a sensibilidade do sistema. Foram analisados conjuntos formados por mais de um microfio, onde o papel das interações entre os microfios é investigado.

### 4.2 Resultados Experimentais e Discussão

A Figura 4-1 mostra a curva de um microfio  $Fe_{77,5}Si_{7,5}B_{15}$  com comprimento  $L=5\text{mm}$ , diâmetro metálico  $d_m=9,2\ \mu\text{m}$  e espessura da capa de vidro  $t_g=9,7\ \mu\text{m}$ . Esta curva é um exemplo típico de uma curva de histerese quadrada com saltos Barkhausen gigantes

característicos. Este comportamento, denominado de bi-estabilidade magnética, é interpretado como o processo de magnetização do núcleo magnético entre dois estados remanentes [39]. Este núcleo magnético é constituído principalmente por um único domínio axial com uma estrutura de fechamento nas extremidades do fio. Para fios muito curtos (com comprimento inferior a um dado comprimento crítico  $L_C$ ), as estruturas de fechamento se sobrepõem, destruindo a bi-estabilidade magnética. O comprimento crítico para observar a bi-estabilidade nos microfios analisados é de aproximadamente 5 mm. Este valor depende da constante de magnetostricção e das características de fabricação de cada amostra. No caso apresentado na Figura 4-1 ainda observa-se a bi-estabilidade magnética, e portanto para os microfios aqui analisados  $L_C < 5$  mm. A aplicação de um campo magnético contrário à magnetização do microfio desprende a parede de domínio de uma das pontas da amostra, e esta se propaga rapidamente ao longo do fio, resultando no salto da magnetização [39].

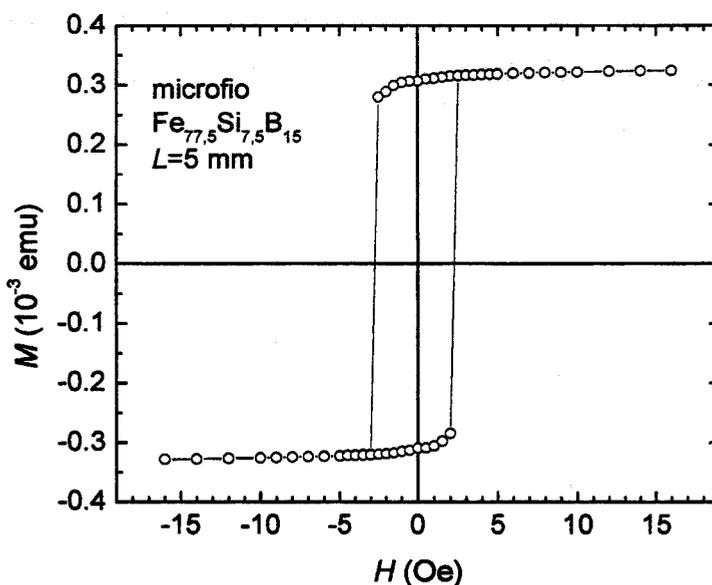


Figura 4-1: Curva de magnetização típica de um microfio  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{15}$  a temperatura ambiente.  $L=5$ mm,  $t_g=9,7$   $\mu\text{m}$  e  $d_m=9,2$   $\mu\text{m}$ .

O campo onde ocorre a inversão da magnetização ( $H^*$ ) é igual a 2,5 Oe ( $\approx 200$  A/m). Em diferentes medidas, até no caso de um mesmo fio, pequenas diferenças no campo de inversão são observadas quando o campo aplicado é positivo ou negativo. Existem diversas

justificativas para a origem destas flutuações. No caso de amostras diferentes, as diferenças em  $H^*$  podem estar associadas a diferentes anisotropias magnetoelásticas induzidas nas pontas dos fios quando foram cortados. Desta forma, como a inversão da magnetização se inicia nas paredes de domínio das extremidades, diferentes paredes alteram o valor do campo necessário para ocorrer o salto na magnetização. Além disso, outra fonte para diferentes valores de inversão é a influência das flutuações térmicas, que ocorrem mesmo quando um mesmo fio é medido diversas vezes. Outra possível origem dos desvios também pode ser a presença de campos magnéticos remanentes no sistema de medidas. Estes são minimizados no processo onde o campo é levado a zero no modo oscilante, entretanto, ocasionalmente pequenos campos residuais do magneto supercondutor resistem a essa técnica. Finalmente, temos que considerar também que após cada inversão da magnetização, os domínios das extremidades do fio assumem uma configuração diferente que também pode gerar flutuações no campo de inversão. De acordo com a referência [8], o valor das flutuações encontradas para o caso dos microfios  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$  é da ordem de 0,1 Oe. O estudo dessas flutuações não foi realizado no caso dos microfios devido ao considerável tempo gasto em cada curva de magnetização feita no magnetômetro SQUID. Esta mesma estatística poderia ter sido feita com um pedaço de microfio longo no histeresígrafo, mas isso influenciaria no valor de  $H^*$ , que varia com o comprimento da amostra [50]. Entretanto, tal estudo foi realizado para o caso dos fios ferromagnéticos que serão apresentados no próximo capítulo. Estes fios têm a mesma composição e possuem uma estrutura de domínios semelhante à dos microfios.

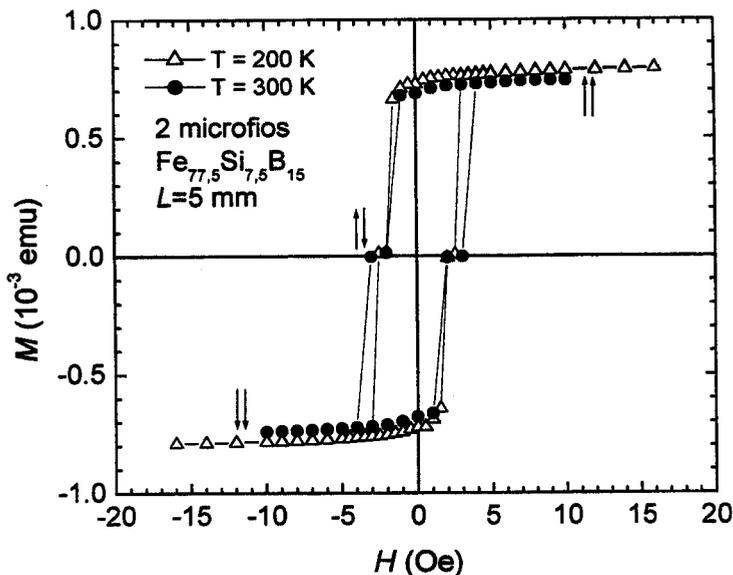


Figura 4-2: Curvas de magnetização de dois microfios em 300 K e 200 K. As setas ilustram a configuração magnética. Características dos fios: liga  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{15}$  com  $L=5\text{ mm}$ ,  $t_g=9,7\ \mu\text{m}$  e  $d_m=9,2\ \mu\text{m}$ .

Para o caso de dois fios paralelos, separados por uma distância igual ao dobro da espessura da camada de vidro ( $\approx 20\ \mu\text{m}$ ), a curva de magnetização é mostrada na Figura 4-2, onde aparecem dois platôs bem estreitos para as medidas realizadas em 300 K e 200 K. O laço de magnetização medido mostra dois saltos Barkhausen gigantes para cada direção do campo aplicado. Entre estes saltos existe uma região na qual a magnetização total é muito próxima de zero. O aparecimento desta região está associado à configuração onde as magnetizações dos fios são opostas. Além disso, podemos observar que o primeiro salto ocorre num campo inferior ao campo de inversão  $H^*$  (2,0 Oe @ 300 K) enquanto o segundo ocorre num campo maior que  $H^*$  (4,0 Oe @ 300 K). O aparecimento desses dois saltos está ligado a um acoplamento que ocorre entre os campos dipolares de cada elemento durante o processo de magnetização. Este resultado é também verificado em medidas semelhantes efetuadas em fios de mesma composição. No capítulo 5 serão mostrados esses resultados e será aplicado o modelo apresentado na seção 2.5, que considera o campo dipolar gerado pelos fios durante o processo de magnetização dos fios.

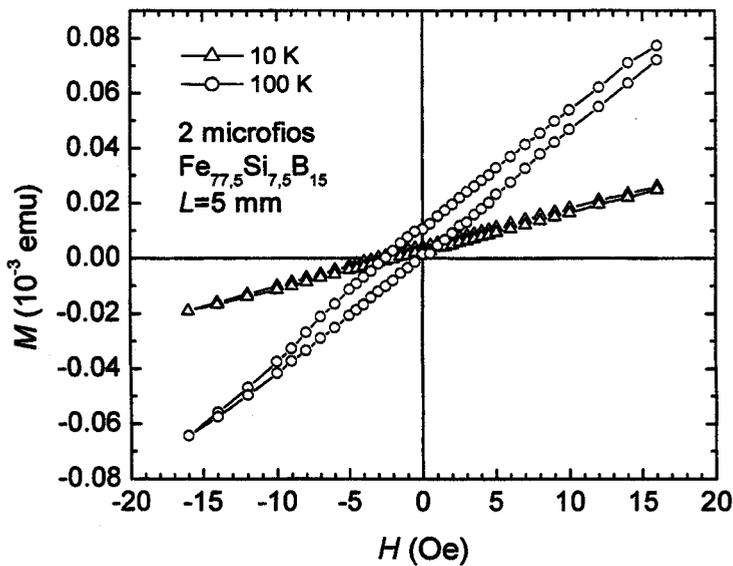


Figura 4-3: Curvas de magnetização de dois microfios em 100 K e 10 K. O comportamento bistável da magnetização desaparece e os platôs não são mais observados. Características dos fios: liga  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{15}$  com  $L=5$  mm,  $t_g=9,7$   $\mu\text{m}$  e  $d_m=9,2$   $\mu\text{m}$ .

Para temperaturas mais baixas do que 200 K, os fios perdem a bi-estabilidade e os platôs não são mais observados, pois o campo de acoplamento, que depende da magnetização dos fios, fica muito pequeno. A perda de bi-estabilidade ocorre em função da indução de tensões nas amostras pela diferença de coeficientes de expansão térmica entre a amostra e a fita que prende os fios. A Figura 4-3 mostra medidas de laços histerese feitas nessas temperaturas, onde as amostras não atingem mais a saturação magnética devido ao aparecimento de uma anisotropia induzida pela força resultante da diferença entre a dilatação dos fios e da fita adesiva. Em outras medidas feitas em função da temperatura, muitas vezes este comportamento atípico da magnetização dos fios era atribuído à diferença entre os coeficientes de expansão térmica do núcleo metálico e da capa de vidro dos microfios. Entretanto, uma investigação da magnetização em função da temperatura foi feita em fios onde a camada vítrea foi removida através de ataque químico. Os resultados mostraram que o comportamento da magnetização não muda. Esta análise será discutida na seção 6.1 desta dissertação.

## 5. Resultados: Fios Amorfos

### 5.1 Introdução

Assim como os microfios ricos em Fe discutidos no capítulo anterior, os fios amorfos ricos em Fe, também apresentam a bi-estabilidade magnética e podem ser empregados no estudo das interações dipolares. Além disso, em função de suas dimensões, o manuseio de tais amostras é bem mais fácil do que os dos microfios. Os resultados obtidos são bastante semelhantes aos dos microfios de mesma composição: saltos Barkhausen gigantes, baixos campos coercivos e valores elevados de magnetização de saturação.

As medidas magnéticas nestas amostras foram realizadas empregando o histeresígrafo desenvolvido durante o projeto. Este sistema basicamente faz a integração do sinal gerado em um par de bobinas compensadas durante a variação temporal do campo magnético aplicado. Uma descrição mais detalhada deste sistema é encontrada no capítulo 3.

Os fios estudados foram produzidos pela Unitika Co. (Japão) e doados pelos Prof. H. Chiriac (ITP – Iasi – Romênia). A composição dos mesmos é  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{12,5}\text{B}_{15}$  e estes possuem comprimentos maiores que 8 cm e diâmetro igual a 132  $\mu\text{m}$ . Como o comprimento crítico ( $L_C$ ) para o aparecimento da bi-estabilidade magnética é aproximadamente 8 cm [39], as características dos fios estudados proporcionam o comportamento bi-estável destas amostras (presença de dois estados remanentes) [20]. Esta característica peculiar, aliada a vantagens no manuseio das amostras e ao fato de produzirem campos dipolares mais intensos, sendo que a intensidade destes depende diretamente da magnetização [27], facilita o estudo do efeito das interações dipolares em uma cadeia de fios.

Neste capítulo são mostradas medidas de magnetização que foram realizadas em cadeias de fios iguais. O número de elementos nas cadeias variou de 2 até 7 fios. Estes resultados são discutidos levando-se em conta o campo de acoplamento dipolar gerado pelos fios, apresentado na seção 2.5. Todas as medidas de magnetização deste capítulo foram feitas com o campo aplicado na direção do eixo de simetria do fio e em temperatura ambiente.

## 5.2 Resultados Experimentais e Discussão

Na Figura 5-1 é mostrada a curva de magnetização de um fio amorfo  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$  com 10,5 cm de comprimento. Esta curva mostra o comportamento esperado para esse tipo de amostra: baixos campos de saturação e presença de salto Barkhausen gigante na inversão da magnetização, caracterizando uma curva de histerese aproximadamente quadrada. Além disso, também é observada uma ligeira diminuição da magnetização antes dos saltos Barkhausen gigantes. Considerando a estrutura de domínios proposta na seção 2.3, esta diminuição suave da magnetização está ligada à orientação dos domínios da estrutura de fechamento e da camada radial [44].

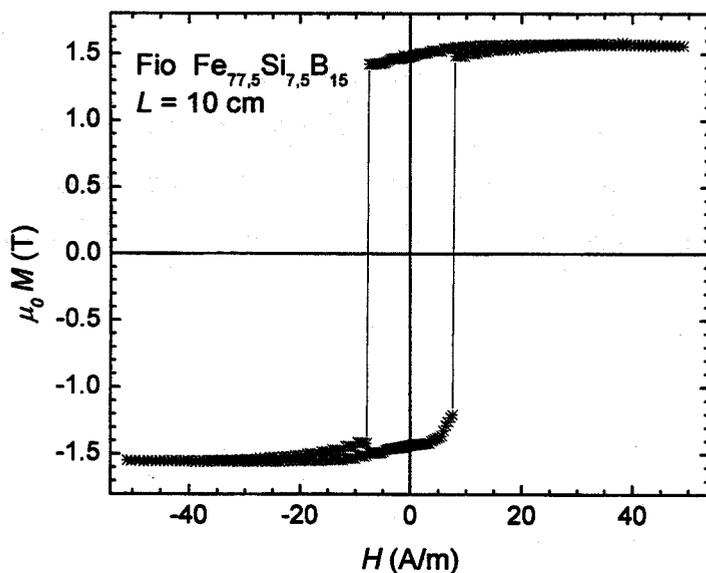


Figura 5-1: Curva de magnetização do fio amorfo de composição  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ , comprimento 10 cm e diâmetro 132  $\mu\text{m}$ .

A inversão da magnetização ocorre quando o campo aplicado é de aproximadamente 8 A/m, valor bem menor do que o observado para os microfios de mesma composição. Esta diferença, de acordo com as estruturas de domínios propostas, deve-se a diferentes tensões internas oriundas das diferentes técnicas de fabricação de cada tipo de amostra. Em diversos fios, cortados de um mesmo pedaço mais longo, foi verificado que o campo de inversão,  $H^*$ , apresenta flutuações de aproximadamente 5 A/m. Como foi dito no caso dos

microfios, estas flutuações aparecem principalmente devido à indução de anisotropias quando as amostras são cortadas do pedaço inicial. Essa observação foi verificada em diversos pedaços de fios de comprimento variando entre 8 e 12 cm, todos originados de um mesmo pedaço inicial. Além disso, pequenas variações no comportamento da magnetização para cada sentido do campo aplicado também estão relacionadas a diferentes anisotropias induzidas quando a amostra é cortada. Isso pode ser observado na Figura 5-1, onde existe uma diferença nos valores das magnetizações ligeiramente antes dos respectivos saltos Barkhausen gigantes para cada direção do campo externo.

No caso de medidas numa mesma amostra, as flutuações nos valores do campo de inversão são de cerca de 0,2 A/m. Tal valor foi extraído de 40 curvas de histerese, mostrando que a configuração de domínios fica ligeiramente diferente após cada ciclo, gerando assim pequenos desvios no campo de inversão. O histograma destas medidas é apresentado na Figura 5-2. Além disso, é importante ressaltar que a posição dos fios no interior das bobinas sensoras é substancial nesse tipo de investigação e deve ser considerada nesse tipo de análise. De acordo com o modelo apresentado na seção 2.5, as flutuações no campo de inversão têm papel relevante no estudo da influência das interações dipolares entre diversos fios.

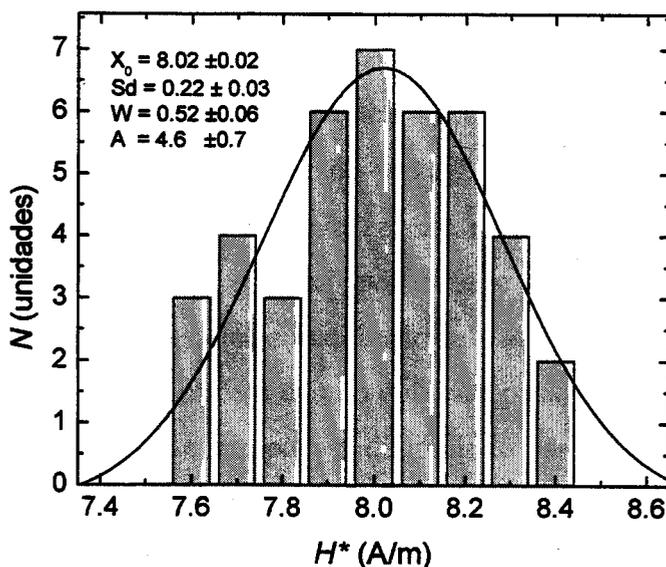


Figura 5-2: Histograma para valores do campo de inversão  $H^*$ .

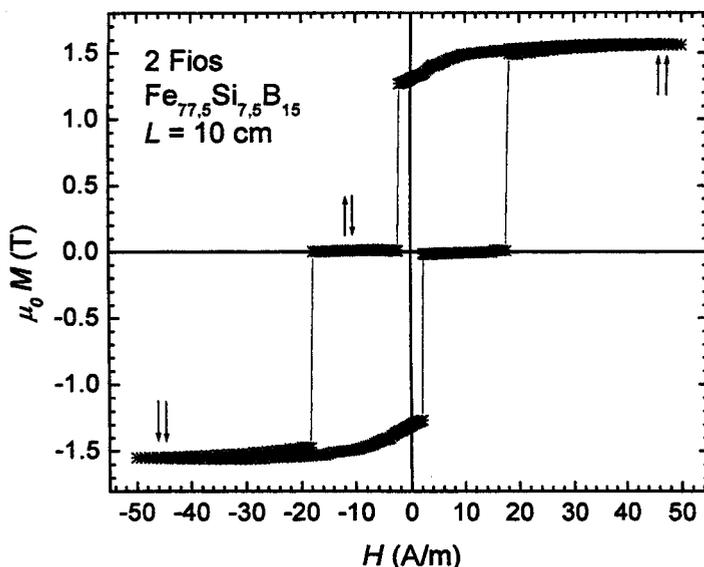


Figura 5-3: Curvas de magnetização de 2 fios colocados paralelamente. As setas representam a configuração magnética dos fios associadas aos valores da magnetização total.

A Figura 5-3 mostra a curva de magnetização de dois fios colocados lado a lado e separados por uma distância de 0,5 mm. Para cada sentido do campo aplicado, a curva de magnetização apresenta dois saltos Barkhausen gigantes e um platô onde a magnetização total é aproximadamente nula. Este último representa o estado onde as magnetizações dos fios são opostas, como no caso de dois microfios mostrado do capítulo 4. O campo onde ocorre o primeiro salto (2,3 A/m) é menor do que  $H^*$  (de um único fio  $\approx 8 \text{ A/m}$ ). Já o campo onde ocorre o segundo salto (18,2 A/m) é maior. A presença destes dois saltos na inversão da magnetização total do sistema evidencia o desdobramento do campo de inversão em dois valores diferentes, que é justificado pela ação do campo dipolar de um fio sobre o outro. A partir do estado onde o campo aplicado positivo é suficiente para saturar ambos os fios ( $\uparrow\uparrow$ ), conforme este campo vai diminuindo para os valores negativos, em função da contribuição do campo dipolar, que intensifica o campo aplicado negativo, e ao fato de que existem pequenas diferenças nas propriedades magnéticas dos dois fios, um dos fios (com menor  $H^*$  ou  $M_S$ ) terá sua magnetização invertida primeiro, num campo aplicado menor do que seu  $H^*$ . Com esta inversão, é criada configuração em que a magnetização

total é bem próxima de zero ( $\uparrow\downarrow$ ). Neste estado, a contribuição do campo dipolar do fio de magnetização negativa passa a competir com o campo aplicado no outro fio, atrasando sua inversão até que o campo aplicado seja suficiente para vencer o campo dipolar e orientar o segundo fio ( $\downarrow\downarrow$ ), quando o campo aplicado maior do que seu  $H^*$ . O processo inverso, do campo máximo negativo ao máximo positivo é totalmente análogo. Caso ambos os fios fossem idênticos, aplicando os argumentos do mesmo modelo, a configuração de magnetização nula seria instável, uma vez que jamais um salto ocorreria antes do outro.

Na Figura 5-4 é apresentado o comportamento da largura do platô em função da separação entre os dois fios. As medidas onde a separação entre os fios é inferior a 3 mm foram feitas com ambos os fios no interior de uma mesma bobina sensora. Os demais pontos foram feitos com cada fio no interior de uma bobina sensora. Como foi discutido na seção 2.5, a largura dos platôs é uma medida da força da interação magnetostática entre os dois fios. A variação espacial desta grandeza fornece informações sobre a natureza dos campos magnetostáticos criados por cada fio [51]. Este resultado será discutido mais detalhadamente na próxima seção.

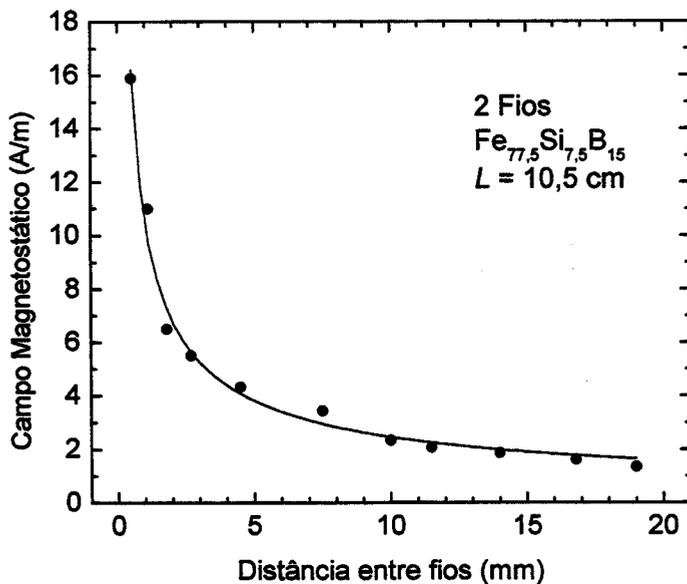


Figura 5-4: Campo magnetostático (largura do platô) em função da separação dos dois fios dispostos paralelamente. A linha contínua serve somente como guia para os olhos.

Nas Figuras 5-5 a 5-9, são apresentadas as curvas de magnetização de 3, 4, 5, 6 e 7 fios. Em todas as medidas, os fios foram dispostos paralelamente num mesmo plano com a distância entre primeiros vizinhos mantida aproximadamente constante. Além disso, esses elementos apresentam um campo de inversão  $H^*$  médio de 5 A/m, pois foram originados de um pedaço diferente do empregado para fazer as medidas mostradas nas Figuras 5-3 e 5-4. Novamente, são observados platôs onde a magnetização é aproximadamente constante e saltos Barkhausen gigantes entre os mesmos. Essas regiões são associadas a cada configuração magnética do conjunto de fios magnéticos. Neste conjunto de medidas, verifica-se que o número de saltos no processo de inversão da magnetização é igual ao número de fios presentes no conjunto. Além disso, o campo onde ocorre o primeiro salto fica cada vez maior conforme o número de fios é aumentado, passando para valores de campo positivo nos conjuntos com mais do que 3 fios.

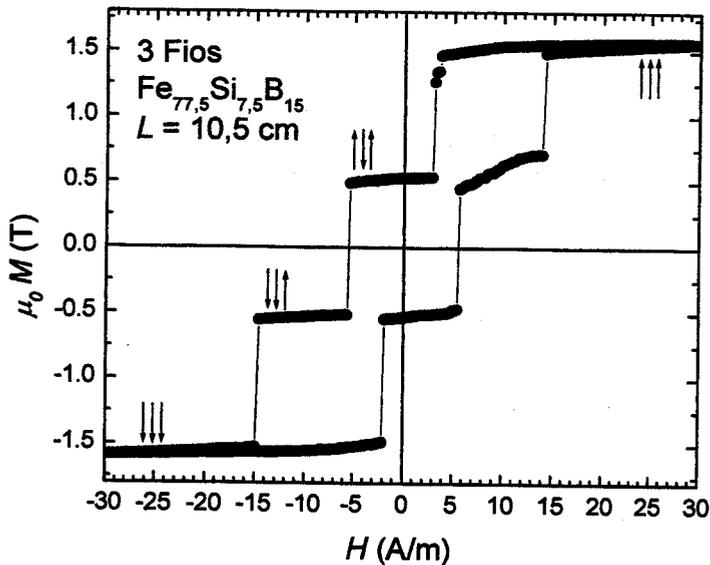


Figura 5-5: Curva de magnetização de 3 fios dispostos paralelamente num mesmo plano. As setas representam a configuração magnética dos fios.

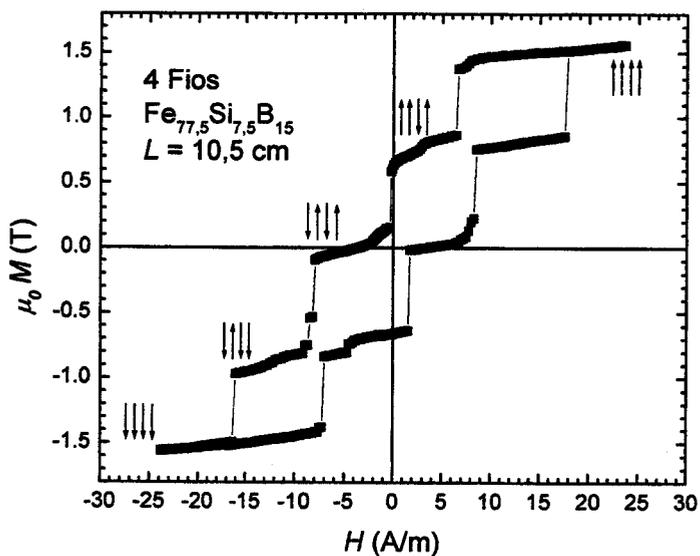


Figura 5-6: Curva de magnetização de 4 fios dispostos paralelamente num mesmo plano. As setas representam a configuração magnética dos fios.

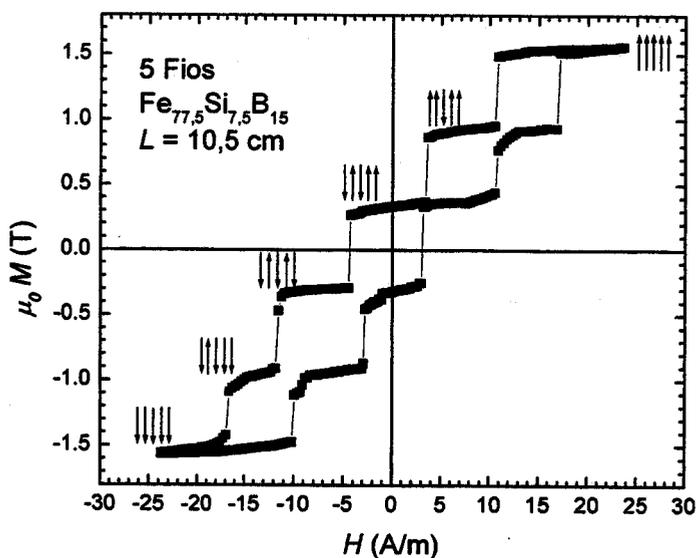


Figura 5-7: Curva de magnetização de 5 fios dispostos paralelamente num mesmo plano. As setas representam a configuração magnética dos fios.

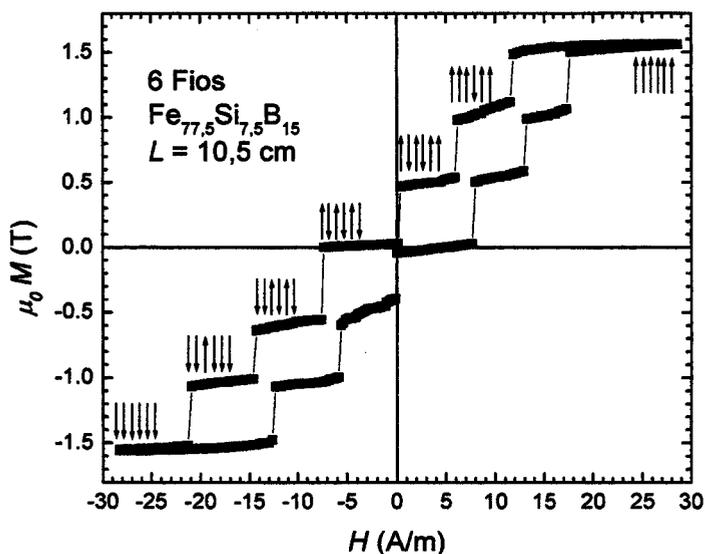


Figura 5-8: Curva de magnetização de 6 fios dispostos paralelamente num mesmo plano. As setas representam a configuração magnética dos fios.

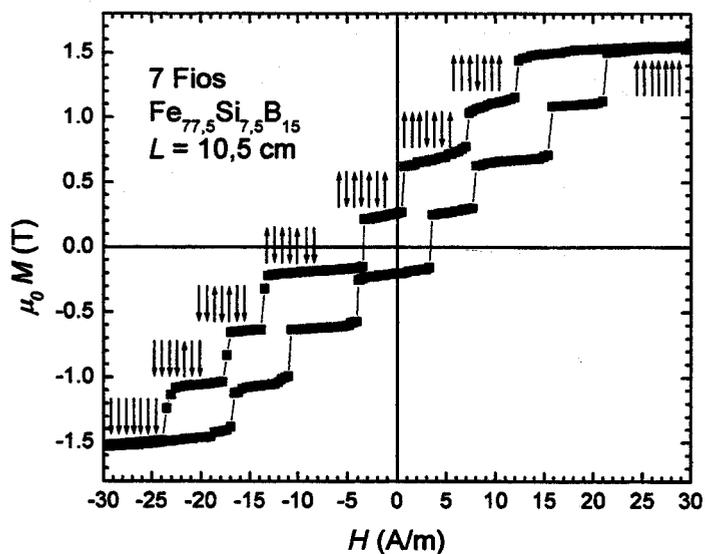


Figura 5-9: Curva de magnetização de 7 fios dispostos paralelamente num mesmo plano. As setas representam a configuração magnética dos fios.

Tabela 5-I : Campos onde ocorrem as mudanças de configurações magnéticas, representadas pelas setas, em conjuntos de  $N$  fios ( $N = 2, \dots, 7$ ).

<b>2 fios<sup>1</sup></b>			
↑↑	↓↑	$H_2^i = H^*_1 - K_1 M$	-2,2
↓↑	↓↓	$H_2^{ii} = H^*_2 + K_1 M$	-7,1
<b>3 fios</b>			
↑↑↑	↑↓↑	$H_3^i = H^*_2 - (K_{1,2} + K_{3,2})M$	2,9
↑↓↑	↓↓↑	$H_3^{ii} = H^*_1 + (K_{2,1} - K_{3,1})M$	-5,7
↓↓↑	↑↑↑	$H_3^{iii} = H^*_3 + (K_{1,3} + K_{3,2})M$	-15,0
<b>4 fios</b>			
↑↑↑↑	↑↑↓↑	$H_4^i = H^*_3 - (2K_1 + K_2)M$	6,4
↑↑↓↑	↓↑↓↑	$H_4^{ii} = H^*_1 - (K_1 - K_2 + K_3)M$	-0,3
↓↑↓↑	↓↑↓↓	$H_4^{iii} = H^*_4 + (K_1 - K_2 + K_3)M$	-8,7
↓↑↓↓	↓↓↓↓	$H_4^{iv} = H^*_2 + (2K_1 + K_2)M$	-16,3
<b>5 fios</b>			
↑↑↑↑↑	↑↑↓↑↑	$H_5^i = H^*_3 - (2K_1 + 2K_2)M$	10,6
↑↑↓↑↑	↓↑↓↑↑	$H_5^{ii} = H^*_1 - (K_1 - K_2 + K_3 + K_4)M$	3,4
↓↑↓↑↑	↓↑↓↑↓	$H_5^{iii} = H^*_5 - (K_1 - K_2 + K_3 - K_4)M$	-4,5
↓↑↓↑↓	↓↑↓↓↓	$H_5^{iv} = H^*_4 + (2K_1 - K_2 + K_3)M$	-11,8
↓↑↓↓↓	↓↓↓↓↓	$H_5^v = H^*_2 + (2K_1 + K_2 + K_3)M$	-16,9
<b>6 fios</b>			
↑↑↑↑↑↑	↑↑↑↓↑↑	$H_6^i = H^*_4 - (2K_1 + 2K_2 + K_3)M$	11,5
↑↑↑↓↑↑	↑↓↑↓↑↑	$H_6^{ii} = H^*_2 - (2K_1 - K_2 + K_3 + K_4)M$	5,9
↑↓↑↓↑↑	↑↓↑↓↑↓	$H_6^{iii} = H^*_6 - (K_1 - K_2 + K_3 - K_4 + K_5)M$	0,2
↑↓↑↓↑↓	↓↑↑↓↑↓	$H_6^{iv} = H^*_1 + (K_1 - K_2 + K_3 - K_4 + K_5)M$	-7,6
↓↑↑↓↑↓	↓↑↑↓↓↓	$H_6^v = H^*_5 + (2K_1 - K_2 + K_3 + K_4)M$	-14,6
↓↑↑↓↓↓	↓↓↓↓↓↓	$H_6^{vi} = H^*_3 + (2K_1 + 2K_2 + K_3)M$	-21,3
<b>7 fios</b>			
↑↑↑↑↑↑↑	↑↑↑↓↑↑↑	$H_7^i = H^*_4 - (2K_1 + 2K_2 + 2K_3)M$	12,0
↑↑↑↓↑↑↑	↑↑↑↓↑↓↑	$H_7^{ii} = H^*_6 - (2K_1 - K_2 + K_3 + K_4 + K_5)M$	6,9
↑↑↑↓↑↓↑	↑↓↑↓↑↓↑	$H_7^{iii} = H^*_2 - (2K_1 - K_2 + K_3 - K_4 + K_5)M$	0,5
↑↓↑↓↑↓↑	↑↓↑↓↑↓↓	$H_7^{iv} = H^*_7 - (K_6 - K_5 + K_4 - K_3 + K_2 - K_1)M$	-3,4
↑↓↑↓↑↓↓	↓↑↑↓↑↓↓	$H_7^v = H^*_1 + (K_1 - K_2 + K_3 - K_4 + K_5 + K_6)M$	-13,8
↓↑↑↓↑↓↓	↓↑↑↓↑↓↓	$H_7^{vi} = H^*_3 + (2K_1 + K_3 + K_4)M$	-17,8
↓↑↑↓↑↓↓	↓↓↓↓↓↑↓	$H_7^{vii} = H^*_5 + (2K_1 + 2K_2 + K_3 + K_4)M$	-23,9

1 - Par de fios diferentes dos das Figuras 5-3 e 5-4.

A tabela 5-I mostra os valores dos campos onde ocorrem as mudanças entre as configurações magnéticas dos conjuntos, representadas pelas setas. Foi empregada a seguinte notação:  $H_N^k$ , campo onde ocorre o  $k$ -ésimo salto numa configuração de  $N$  fios;  $K_i$ ,

constante geométrica do campo dipolar entre os  $i$ -ésimos vizinhos. Nas equações do modelo dipolar, foi considerado que todos o fios possuem a mesma magnetização  $M$ . Os valores dos saltos foram obtidos das Figuras 5-3 e 5-5 a 5-9. As respectivas expressões foram calculadas pelo modelo apresentados na seção 2.5.

Para o caso de 2 fios, pelas equações para os saltos  $H_2^i$  e  $H_2^{ii}$ , a média entre estes valores deve resultar na média entre os campos de inversão dos dois fios. O resultado encontrado é 4,6 A/m, valor próximo do campo de inversão de cada fio medido individualmente. Este mesmo raciocínio pode ser empregado nos conjuntos de 4 e 6 fios. A tabela 5-II, mostra as médias dos saltos relativas às médias entre os campos de inversão dos respectivos fios, de acordo com as expressões da tabela 5-I.

Tabela 5-II : Médias entre saltos que correspondem às médias entre os campos de inversão.

$\frac{1}{2}(H_2^i + H_2^{ii})$	4,6 A/m
$\frac{1}{2}(H_4^i + H_4^{iv})$	4,9 A/m
$\frac{1}{2}(H_4^{ii} + H_4^{iii})$	4,5 A/m
$\frac{1}{2}(H_6^i + H_6^{vi})$	4,9 A/m
$\frac{1}{2}(H_6^{ii} + H_6^v)$	4,4 A/m
$\frac{1}{2}(H_6^{iii} + H_6^{iv})$	3,7 A/m

Na presente análise, as distâncias entre os fios são muito menores que seus comprimentos, sendo assim, considerando a definição da constante de acoplamento  $K_i$  ( $K_{ij}$  – seção 2.5), esta pode ter seu valor inalterado entre todos elementos vizinhos. Desta forma, a partir das equações da tabela 5-I, são encontrados valores de campo de inversão que estão de acordo com os resultados esperados, assim como os apresentados na tabela 5-II.

Os dados apresentados mostram que as interações dipolares entre os fios do conjunto são as responsáveis pelo aparecimento de saltos em diferentes valores de campo aplicado e que o campo total de cada fio das configurações depende do estado dos fios vizinhos. Além disso, vale destacar que o modelo apresentado fica limitado em função das dispersões presentes no campo de inversão dos diferentes fios utilizados nesta análise. Por outro lado, estes desvios também podem ser decorrentes de mau alinhamento dos fios do conjunto. No

estudo em função da distância entre dois fios paralelos foi observado um rápido decaimento na largura dos platôs, que continuam sendo observados para distâncias próximas a 20 mm.

### 5.3 Campo Dipolar em função da distância

Considerando o modelo apresentado na seção 2.5, o processo de magnetização de um conjunto de fios ou microfios (apresentados nas seções 5.2 e 4.2, respectivamente) pode ser explicado considerando as interações dipolares entre os elementos do conjunto. Entretanto, quando este modelo é empregado para ajustar os efeitos do campo magnetostático (dipolar) em função da distância, grandes discrepâncias foram observadas.

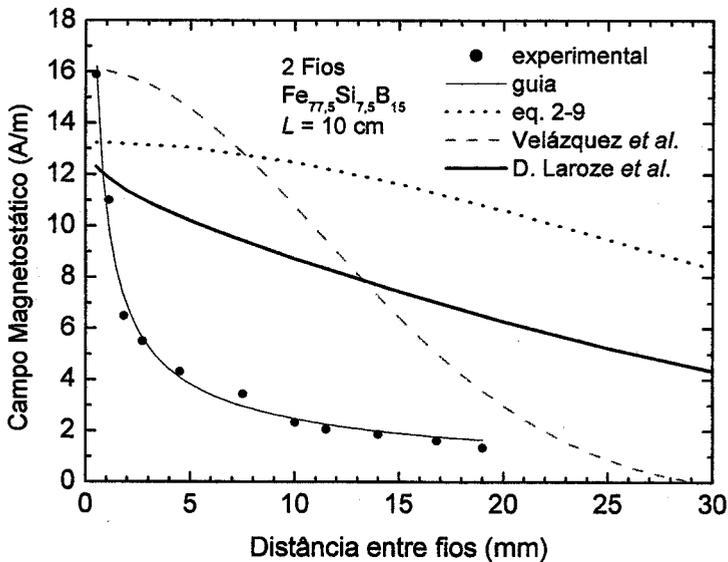


Figura 5-10: Dados experimentais comparados com resultados da equação (2-9).

Na Figura 5-10 é mostrada a comparação entre os resultados previstos pelo modelo da equação (2-9). Pode-se verificar que o campo previsto pelo modelo tem um decaimento muito suave em comparação com os dados medidos. O ajuste dos pontos experimentais, mostrado na mesma figura, foi feito considerando-se a equação (2-9) com o expoente do denominador de  $K_{ij}$  e a magnetização  $M_i$  como parâmetros do ajuste. Os valores encontrados desses parâmetros foram:  $(0,34 \pm 0,02)$  e  $96 \cdot 10^6 \text{ emu/cm}^3$ , respectivamente. Estes valores estão em desacordo com o proposto pelo modelo, indicando que o modelo de dipolos é apenas uma forma qualitativa empregada para representar os fios e microfios

magnéticos que apresentam bi-estabilidade magnética. Para descrever o comportamento observado nos experimentos, é preciso considerar um modelo completo considerando a distribuição dos pólos magnéticos ao longo de todo o fio [52]. Além disso, o modelo fornece o campo dipolar num ponto central do fio vizinho (quando devidamente alinhados). Entretanto, de acordo com a estrutura de domínios aceita, seria interessante conhecer o campo nos extremos do fio vizinho, pois é nesse ponto que se inicia a inversão da magnetização [20].

Na literatura são propostos novos modelos para o cálculo do campo gerado por momentos de dimensões finitas. Velázquez *et al.* [51] propõem uma representação do fio ferromagnético como um cilindro de comprimento  $L$  com discos em sua extremidade de densidade magnética  $+M$  e  $-M$ . O campo é calculado a partir da solução da equação de Laplace. Além desse modelo, D. Laroze *et al.* [53] apresentam uma nova correção para o campo dipolar gerado por fios de pequenas dimensões. O campo magnetostático resultante considerando as novas abordagens são também mostrados na Figura 5-10. Ambos possuem um decaimento mais rápido do que o previsto pela equação (2-9), porém ainda não ajustam bem os resultados experimentais.

## 6. Outros Resultados

### 6.1 Efeitos em baixas temperaturas

#### 6.1.1 Introdução

Devido à diminuição da agitação térmica, materiais magnéticos apresentam um aumento da magnetização de saturação com a diminuição da temperatura [27]. Em microfios amorfos como os estudados neste trabalho, esse aumento na magnetização poderia criar campos dipolares mais intensos nas vizinhanças das amostras, e com isso poderíamos investigar mais profundamente os modelos propostos para interações dipolares entre microfios ferromagnéticos.

Embora muitos estudos sobre os processos de magnetização em materiais amorfos já tenham sido realizados, eles se restringiam principalmente à temperatura ambiente, devido à conexão com possíveis aplicações tecnológicas. Poucos estudos sobre microfios amorfos foram feitos em baixas temperaturas [54]. Além disso, o aumento da magnetização abaixo da temperatura ambiente altera o balanço das energias magnetostáticas. Este último, por sua vez, muda as estruturas de fechamento dos extremos da amostra, podendo alterar as condições para observarmos a bi-estabilidade magnética [55].

Com o objetivo de investigarmos este efeito, foram feitas medidas de curvas de magnetização em diferentes temperaturas e da magnetização em função da temperatura com campo aplicado. Essas medidas foram feitas em microfios amorfos com capa de vidro. Diversas ligas foram analisadas e em um dos casos a capa de vidro foi removida através de ataque químico. As medidas de magnetização em função da temperatura (intervalo entre 5 e 300 K) e as curvas de histerese em baixas temperaturas foram feitas no magnetômetro MPMS-XL7 (SQUID). A Tabela 6-I mostra: as composições, valores da magnetostrição de saturação a temperatura ambiente ( $\lambda_s$ ), espessura da capa de vidro ( $t_g$ ) e o diâmetro do núcleo metálico ( $d_m$ ). O comprimento das amostras medidas foi de 5 mm. Em todas essas medidas, as amostras foram fixadas sobre um tubo plástico através de uma fita adesiva apropriada (Kapton), diferente da forma descrita na seção 3.2, uma vez que as medidas foram feitas em apenas um microfio de cada vez.

Tabela 6-I: Características das amostras medidas.

Liga	$\lambda_s$	$t_g$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_m$ ( $\mu\text{m}$ )
$\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$	$2 \cdot 10^{-5}$	9,7	9,2
$\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{B}_{14}\text{Si}_8$	$-1 \cdot 10^{-5}$	9,9	23,4
$\text{Co}_{68,25}\text{Fe}_{4,5}\text{Si}_{12,25}\text{B}_{15}$	$\sim 0 (10^{-7})$	6,5	26,0

### 6.1.2 Resultados e Análise

Na Figura 6-1 são mostradas curvas de magnetização do microfio  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$  em diferentes temperaturas. A partir dessa figura é possível verificar uma mudança no comportamento da magnetização. Nas temperaturas mais baixas, a saturação ocorre em valores de campo maiores, conseqüência de um aumento na anisotropia magnética induzida pela diminuição da temperatura. Isto ocorre pelo fato da estrutura de domínios dos microfios ser fortemente influenciada pela magnetostrição da liga e pela distribuição das tensões mecânicas.

A figura mostra a inversão da magnetização oriunda dos saltos Barkhausen gigantes, mesmo nas temperaturas de 10 K e 100 K, como mostra o destaque da Figura 6-1. Porém, para essas temperaturas mais baixas, o salto é aproximadamente 50% menor do que nos casos de 200 K e 300 K. Isso corresponde a uma fração volumétrica menor envolvida na inversão da magnetização. Considerando esse fato, e o modelo de estrutura de domínios dos microfios com  $\lambda > 0$ , podemos dizer que a anisotropia induzida com a diminuição da temperatura altera a estrutura de domínios magnéticos de tal forma a diminuir o tamanho do domínio central. Além disso, como nas curvas de magnetização para  $T=10$  K e  $T=100$  K a saturação é atingida mais suavemente, verifica-se que essa anisotropia favorece os domínios da camada radial e os domínios da estrutura de fechamento, ambos apresentados no capítulo 2. Esses dois conjuntos são responsáveis pelas variações mais suaves da curva de magnetização em campos próximos à saturação, uma vez que o processo de magnetização dos mesmos está associado à rotação da magnetização e a movimentos suaves das paredes de domínio. A variação do valor do campo de inversão de microfios

amorfo com magnetostricção positiva em diferentes temperaturas é tratada na literatura [56].

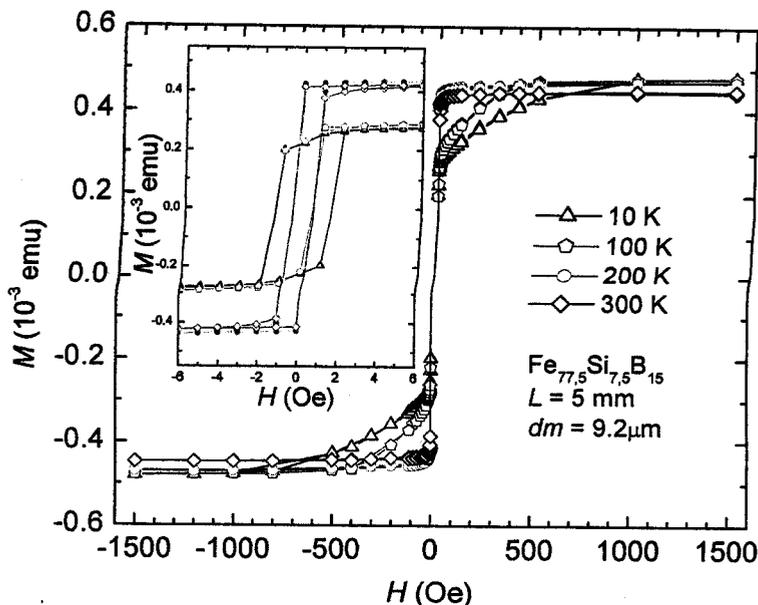


Figura 6-1: Curvas de magnetização do micro fio  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$  em diferentes temperaturas. No destaque são mostradas as mesmas curvas na região de baixos campos aplicados.

A Figura 6-2 apresenta a curva de magnetização em função da temperatura para o micro fio  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$  com campo aplicado de 200 Oe. Verifica-se o aparecimento de um máximo na magnetização quando  $T \sim 150$  K. Este comportamento é reversível e está em acordo com as medidas de magnetização da Figura 6-1, onde, pela diminuição da temperatura, uma anisotropia induzida faz com que o campo necessário para saturar a amostra seja maior. Com isso, como o campo foi mantido constante durante esta medida, é observada uma diminuição da magnetização em temperaturas inferiores a 150 K.

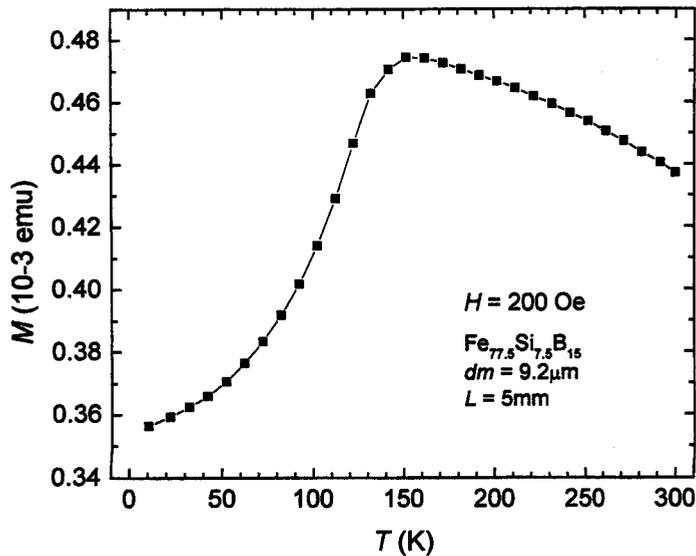


Figura 6-2: Magnetização do micro fio  $\text{Fe}_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$  em função da temperatura. Campo aplicado: 200 Oe.

Na Figura 6-3 são apresentadas as curvas de magnetização da amostra  $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{B}_{14}\text{Si}_8$  ( $\lambda < 0$ ) para diferentes temperaturas. Novamente, observa-se uma mudança no comportamento dessas curvas. Para  $T$  igual a 300 K e 200 K, a saturação da magnetização já ocorre com um campo da ordem de 10 Oe. Por outro lado, nas temperaturas de 100 K e 10 K, a magnetização tem uma variação mais suave com o campo, sendo necessários até 1.000 Oe para atingir a saturação magnética. Neste caso, onde  $\lambda < 0$ , a estrutura de domínios desse tipo de amostras também é influenciada pelas tensões mecânicas, assim, o comportamento com a temperatura indica que temos uma anisotropia, induzida em temperaturas menores do que 200 K, devido a tensões exercidas por algum agente externo. A Figura 6-4 mostra o comportamento do campo de saturação ( $H_S$ ) e da magnetização remanente ( $M_R$ ) em função da temperatura. Estes dados foram retirados das curvas de magnetização medidas em diversas temperaturas (Figura 6-3).

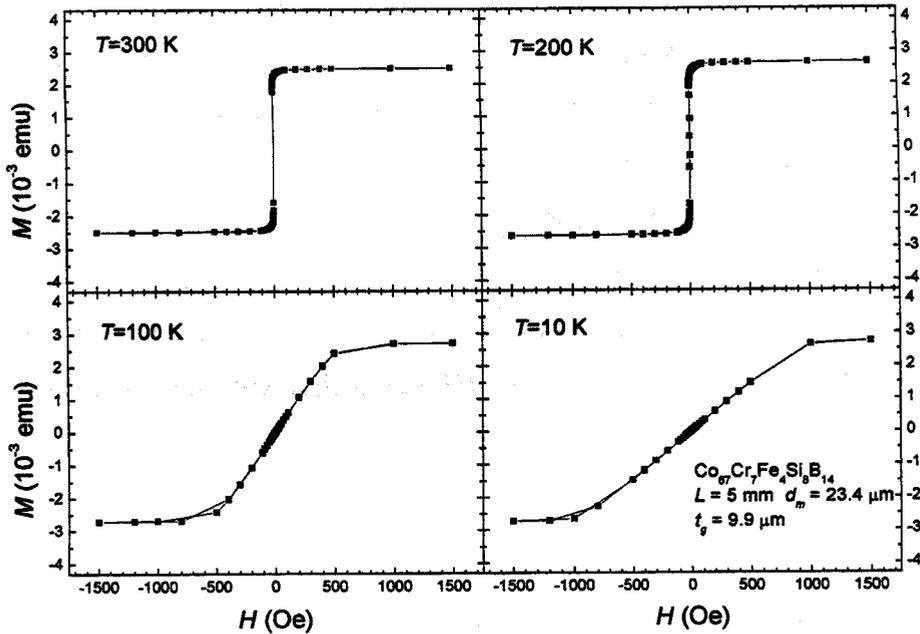


Figura 6-3: Dependência da temperatura nos laços de magnetização de microfios  $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{B}_{14}\text{Si}_8$ .

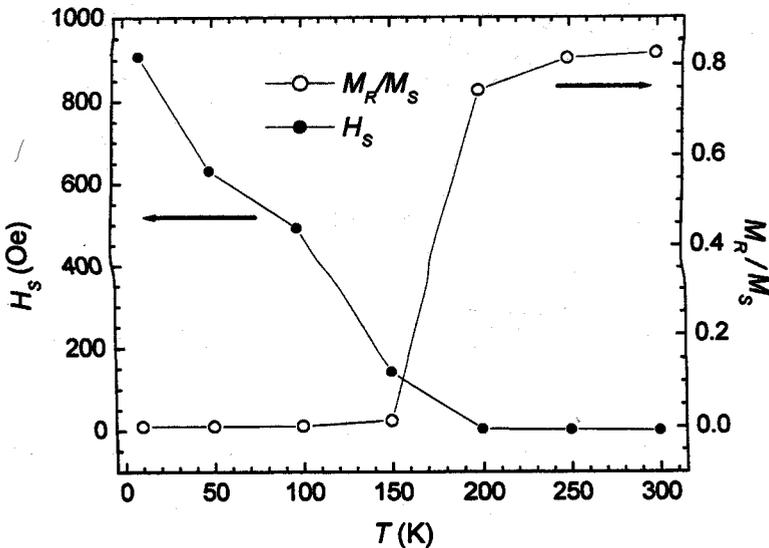


Figura 6-4: Comportamento do campo de saturação ( $H_S$ ) e da magnetização remanente normalizada ( $M_R/M_S$ ) com a temperatura.

O resultado das medidas de magnetização em função da temperatura para a mesma amostra é exposto na Figura 6-5. Estas medidas foram feitas em dois valores de campo aplicado,  $H$ . Para  $H = 5.000$  Oe, que é capaz de saturar a amostra em todas as temperaturas,

temos o comportamento convencional da magnetização de saturação desses tipos de fios nesta faixa de temperaturas. Porém, para  $H = 500$  Oe, verificamos o aparecimento de um máximo na magnetização quando  $T \sim 130$  K. Este comportamento é reversível e está provavelmente associado à mesma anisotropia, dependente da temperatura, observada nos microfios  $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ . Esta última é consequência de tensões induzidas no núcleo metálico com a variação da temperatura. Estas tensões fazem com que os domínios magnéticos externos (Figura 2-6) sejam favorecidos em relação ao monodomínio central, diminuindo assim a magnetização axial. Observamos um comportamento análogo aos descritos anteriormente na amostra de  $\text{Co}_{68,25}\text{Fe}_{4,5}\text{Si}_{12,25}\text{B}_{15}$ .

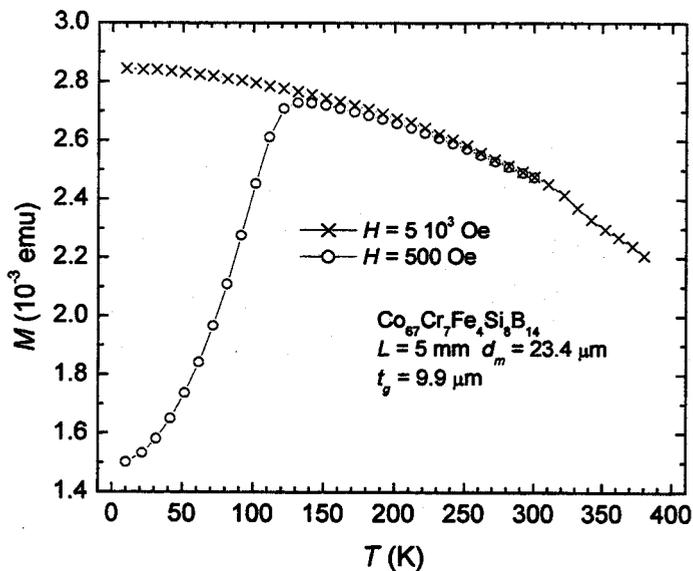


Figura 6-5: Curvas  $M$  vs.  $T$  do micro fio  $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{Si}_6\text{B}_{14}$ .  $H$  igual a 500 e 5.000 Oe.

De acordo com alguns trabalhos da literatura [16,57], a anisotropia induzida pela variação da temperatura seria causada pela diferença entre o coeficiente de expansão térmica do núcleo metálico e da capa de vidro. Assim, nas temperaturas mais baixas, o fio ficaria tensionado. Considerando a estrutura de domínios dessas amostras (seção 2.3), a tensão mecânica seria responsável pelas alterações na estrutura de domínios, descritas por uma anisotropia dependente da temperatura, como relatado nos parágrafos anteriores. Esta anisotropia alteraria o processo de magnetização dos microfios em baixas temperaturas.

Para verificar se essa dependência da anisotropia com a temperatura era de fato causada pela tensão efetiva da cobertura vítrea dos microfios, algumas amostras foram atacadas com ácido fluorídrico com o objetivo de remover a capa de vidro. Após o tratamento químico, as amostras foram observadas num microscópio óptico com o aumento de 200 vezes para certificar-se que a capa havia sido realmente removida. A Figura 6-6 mostra fotografias dos microfios  $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{B}_{14}\text{Si}_8$  antes e depois do tratamento químico. Um problema desse tipo de tratamento químico é que além do vidro, o ácido também ataca o núcleo metálico, podendo gerar alterações estruturais que modifiquem os domínios magnéticos na superfície metálica.

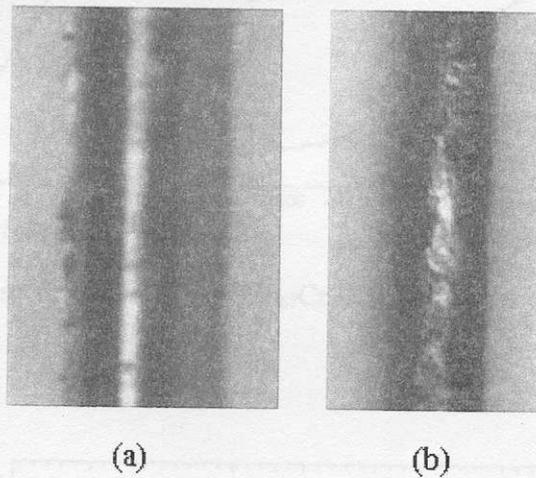


Figura 6-6: Fotografias do microfio de composição  $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{B}_{14}\text{Si}_8$  observados num microscópio óptico. (a) como fabricado, (b) após tratamento com ácido fluorídrico.

Nas Figuras 6-7 e 6-8 temos as medidas análogas às mostradas nas Figuras 6-3 e 6-5. Entretanto, o fio, de mesma composição, está sem a cobertura de vidro. Podemos observar nestas últimas figuras que os valores de magnetização estão uma ordem de grandeza menor, mas seu comportamento qualitativo ainda é análogo ao das medidas anteriores. A diminuição da magnetização nas temperaturas mais baixas indica que a anisotropia induzida pela temperatura não depende da presença da capa de vidro.

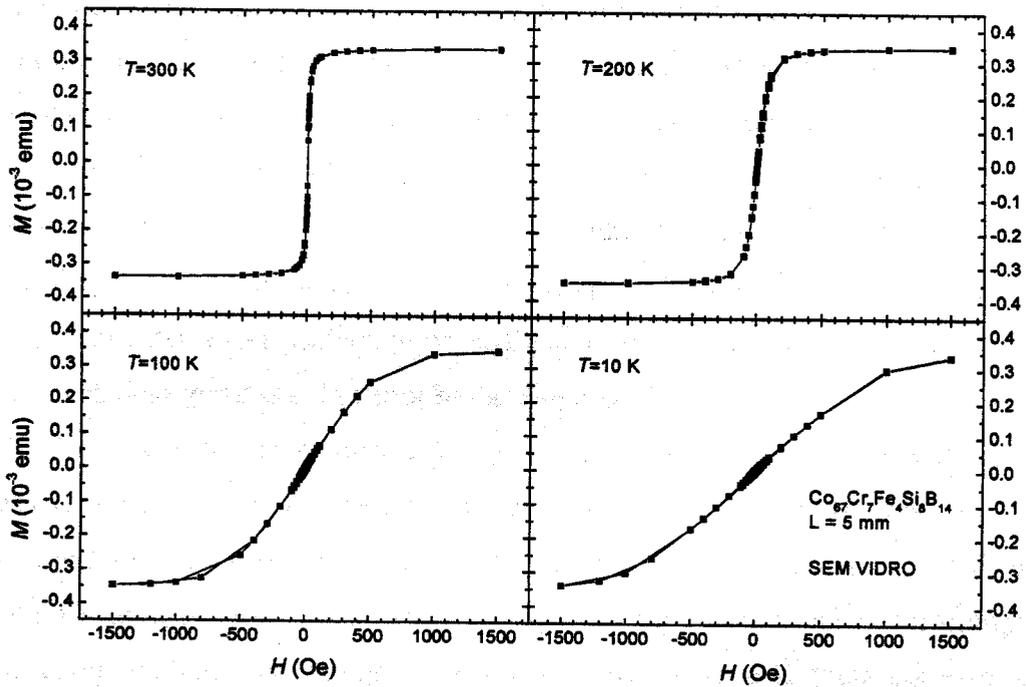


Figura 6-7: Laços de histerese de um microfio  $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{B}_{14}\text{Si}_8$  com capa vítrea removida por ataque químico.

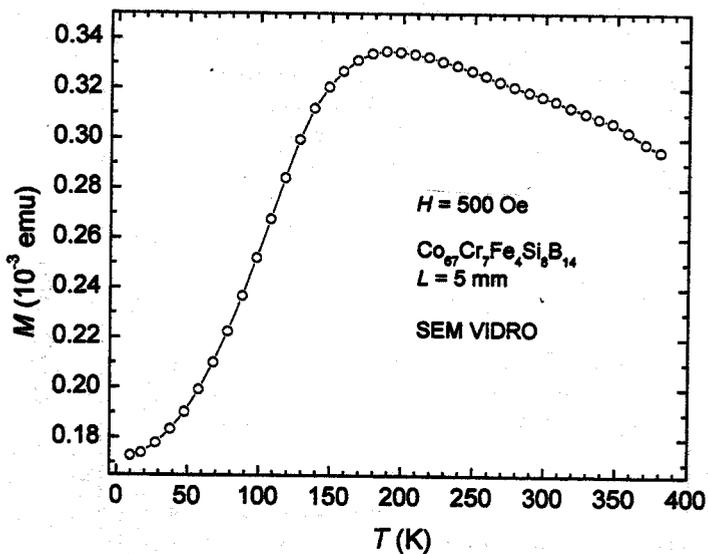


Figura 6-8: Curvas  $M$  vs.  $T$  do microfio  $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{B}_{14}\text{Si}_8$  sem capa vítrea.

Sendo assim, outra possível causa das tensões externas é a própria fita adesiva que prende o microfio. Devido à natureza distinta de cada material, com a diminuição da temperatura, suas contrações diferentes deixam o microfio submetido a tensões mecânicas. As direções das forças associadas a tais tensões não foram ainda elucidadas.

A solução para evitar esse efeito anômalo foi refazer as medidas com as amostras colocadas no interior de um pequeno capilar de vidro. Os devidos cuidados foram tomados para que o fio ficasse alinhado com o campo aplicado e não saísse da região onde sua magnetização é detectada. Com esse procedimento, os fios ficam livres e não submetidos a tensões mecânicas geradas pela variação da temperatura.

Na Figura 6-9 temos as curvas de histerese do microfio  $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{B}_{14}\text{Si}_8$  (com as mesmas dimensões) para diferentes temperaturas. Podemos observar que o campo para saturar a amostra não varia mais com a temperatura. Somente a magnetização de saturação varia com a temperatura, característica já esperada devido à natureza ferromagnética da liga. O comportamento da magnetização de saturação com a temperatura é mostrado na Figura 6-10. Nesta figura, o máximo que aparecia por volta de 150 K não é mais verificado, provando que a anisotropia observada nos outros casos foi causada pela tensão induzida pela fita adesiva usada para fixar a amostra durante as medidas.

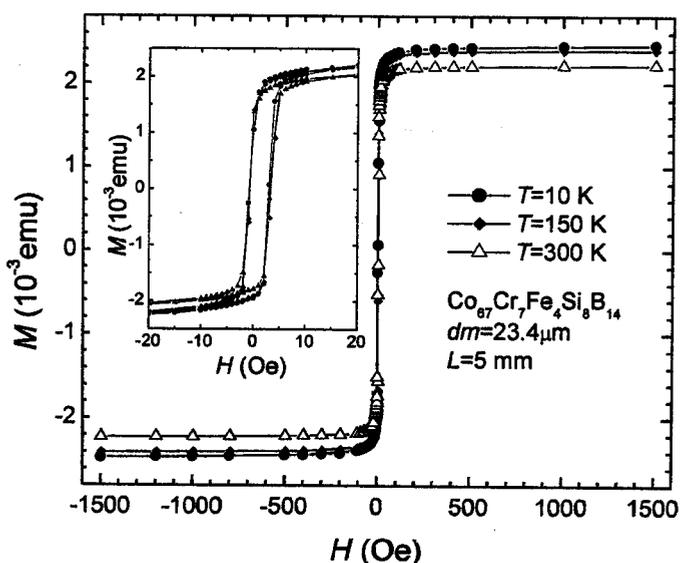


Figura 6-9: Histerese do microfio  $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{B}_{14}\text{Si}_8$  para diferentes temperaturas. Microfio no interior de um capilar. Destaque: zoom na região de baixo campo aplicado.

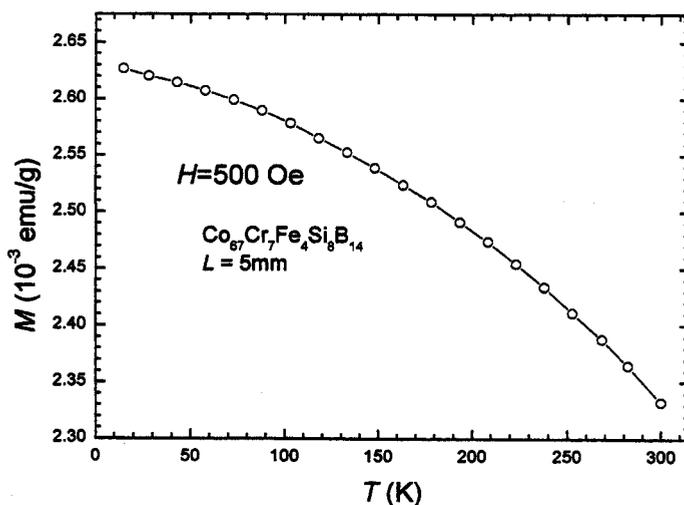


Figura 6-10: Curva de magnetização em função da temperatura. Microfio  $\text{Co}_{67}\text{Cr}_7\text{Fe}_4\text{Si}_8\text{B}_{14}$ . A amostra colocada no interior de um capilar.

### 6.1.3 Conclusões

Os resultados apresentados nesta seção evidenciam uma dificuldade experimental com o manuseio dos microfios ferromagnéticos amorfos. Suas dimensões reduzidas e o forte acoplamento entre as tensões mecânicas e a magnetização trouxeram efeitos inesperados nas medidas em baixas temperaturas. Além disso, a solução encontrada para resolver esses problemas ainda impede o estudo de interações entre diversos microfios, pois nenhuma maneira eficaz de posicionar conjuntos de fios alinhados no interior de um capilar foi encontrada. Mesmo empregando os suportes descritos na seção 3.2, a resina empregada também faz com que tensões apareçam sobre as amostras, alterando novamente seu comportamento magnético. Além disso, diversas vezes foram observados resultados ligeiramente diferentes em medidas de magnetização de microfios de uma dada composição em função de pequenas mudanças na maneira de fixar o microfio com a fita adesiva.

Por essas razões, o estudo das interações magnetostáticas em baixas temperaturas não pode ser realizado, pois exigiria a confecção de suportes com dimensões muito apuradas e que não exercessem tensões sobre o conjunto de microfios em baixas temperaturas.

## 6.2 Magnetoimpedância Gigante e Interações Magnetostáticas

### 6.2.1 Introdução

Nesta seção, serão mostrados os resultados de medidas de magnetoimpedância realizadas em um fio ferromagnético amorfo rico em Co com magnetostricção próxima de zero (levemente negativa). As medidas de GMI foram feitas com um fio a base de Fe colocado ao seu lado, sem nenhum contato elétrico. Também foram medidas curvas de magnetização, possibilitando o estudo do acoplamento dipolar entre dois fios de composições diferentes.

Este trabalho foi resultado da colaboração entre o grupo de magnetismo do LMBT (IFGW/UNICAMP) com o Prof. Dr. João Paulo Sinnecker (UFRJ). Os resultados foram interpretados com base na interação dipolar entre os fios, mostrando que o campo gerado pelo fio de Fe pode atuar como campo polarizante (campo de *bias*), deslocando a curva de GMI com relação ao campo externo aplicado. Dependendo do valor deste campo polarizante, seu efeito pode vir a assimetrizar ou linearizar uma curva de GMI em campos próximos de zero.

### 6.2.2 Considerações Gerais

A magnetoimpedância consiste na mudança da impedância total de um condutor magnético (normalmente ferromagnético) sob a aplicação de um campo magnético. Ferromagnetos amorfos, tanto na forma de fitas, fios ou filmes finos constituem uma classe de materiais excelente para se observar, estudar e aplicar o efeito da magnetoimpedância. A variação relativa dessa grandeza pode atingir razões de até 800%, e nesses casos, esse efeito é chamado de magnetoimpedância gigante. (GMI, da sigla em inglês). A origem deste fenômeno está relacionada ao comportamento da permeabilidade transversal em altas frequências (tipicamente acima de 100 kHz), alterando a profundidade de penetração da corrente AC que atravessa o material [58].

Nos últimos anos, o efeito GMI vem abrindo novos caminhos de pesquisa combinando propriedades magnéticas do material com a eletrodinâmica clássica, exigindo um profundo entendimento das características magnéticas de materiais moles e de sua dinâmica de

magnetização. Apesar deste efeito ter sido originalmente observado em 1935 [59], foi apenas em 1994 que a GMI passou a ser intensivamente investigada, principalmente pela enorme potencialidade de aplicação em sensores magnéticos [60-63]. Atualmente, já existe uma vasta gama de protótipos que fazem uso deste fenômeno, indo desde sensores de campo a componentes passivos em circuitos de microondas e sistemas com aplicações biológicas.

Em geral, o efeito do campo magnético externo é simplesmente provocar mudanças na permeabilidade magnética efetiva do material. Esta última, por sua vez, determina a distribuição de campos e correntes no interior das amostras. Quando o material em questão é magneticamente mole, sua permeabilidade pode ser alterada de várias ordens de grandeza por um campo magnético relativamente pequeno (centenas de A/m). Estas mudanças provocam grandes variações nos campos internos e na densidade de corrente, e conseqüentemente, na impedância da amostra. O efeito da magnetoimpedância gigante é fortemente dependente da frequência da corrente que passa pela amostra (corrente de sonda) e também das anisotropias magnéticas presentes no material, fatores que dão origem a novos e interessantes fenômenos magnéticos, como por exemplo a forte dependência da GMI com possíveis tensões ou torções aplicadas sobre o material.

Na maioria dos sistemas, a magnetoimpedância gigante independe do sinal do campo aplicado, resultando assim, numa curva simétrica em relação ao campo aplicado. Porém sob certas condições podemos observar um comportamento assimétrico da magnetoimpedância gigante, como ocorre por exemplo com a aplicação de um campo DC transversal (*bias*) [64]. Esta assimetria é caracterizada pela diferença entre os valores da impedância quando o campo externo passa pelos valores positivos e negativos do campo de anisotropia. A assimetria pode ser usada para a linearização da GMI. Porém, outros métodos também podem ser usados para gerar anisotropias e com isso induzir um comportamento linear da GMI em baixos campos, tais como tratamentos térmicos apropriados [65-67] ou aplicação de um campo de *bias* AC [68]. Este efeito é bastante promissor em aplicações onde os fios são empregados como elementos sensores, já que um ponto crucial em qualquer sensor é sua resposta linear. Uma discussão bastante abrangente sobre a magnetoimpedância gigante, tanto do ponto de vista teórico quanto fenomenológico, pode ser encontrada na literatura [69-72].

### 6.2.3 Técnicas Experimentais

A medida da magnetoimpedância é feita aplicando-se uma corrente AC e medindo-se a tensão sobre o material usando a técnica das quatro pontas que elimina o efeito da resistência de contato. A GMI varia fortemente com a frequência da corrente AC. Nos experimentos foi empregado um sistema para fazer medidas em fios ou fitas amorfas no regime de frequências moderadas, que vai de 10 kHz até alguns MHz (faixa de RF).

Na Figura 6-11 temos a representação esquemática do sistema experimental utilizado. A tensão foi medida com o auxílio de um amplificador (*lock-in*) que permite medir as componentes reais e imaginárias da tensão sobre a amostra. A impedância é calculada dividindo o valor da tensão medida pela corrente que atravessa a amostra, obtida por um sensor comercial apropriado. Com esses valores, o módulo da impedância pode ser facilmente calculado.

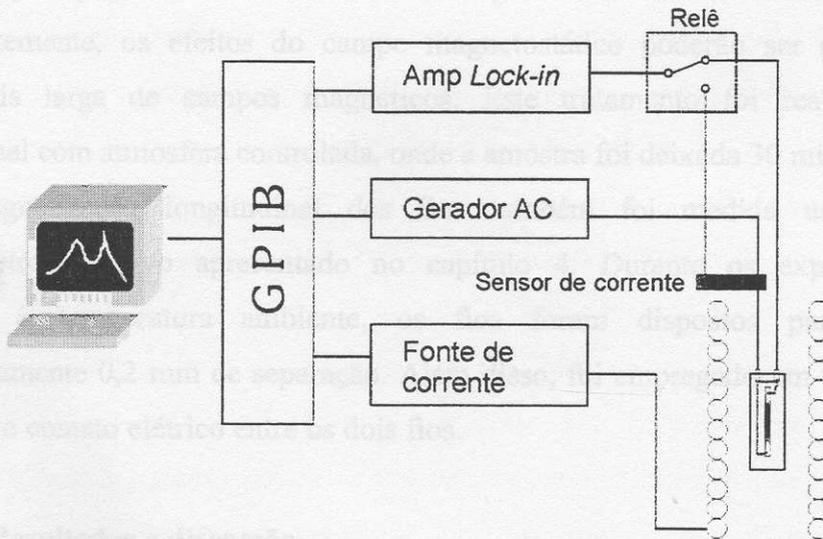


Figura 6-11: Representação esquemática do sistema experimental.

Como a impedância da amostra varia com o campo, para manter a corrente constante, é preciso usar um sistema que varia a tensão sobre a amostra de modo a corrigir os desvios da corrente. O campo magnético externo é gerado pela mesma bobina de Helmholtz descrita no capítulo 4 e controlado por uma fonte de corrente, criando um campo uniforme na região da amostra com intensidade de até 8 kA/m (100 Oe). Todos os procedimentos do

experimento são automatizados e controlados por computador via interface GPIB, tarefa que foi parte do trabalho desenvolvido pelo então estudante de doutorado K.R. Pirota [69], e posteriormente aprimorado pelo estudante de doutorado J.G.S. Duque.

Nos experimentos que realizamos, foram utilizados um fio rico em cobalto ( $\text{Co}_{70}\text{Fe}_5\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ ; diâmetro: 125  $\mu\text{m}$ ;  $\lambda_S \approx -1 \times 10^{-7}$ ) e um fio rico em ferro ( $\text{Fe}_{77,5}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{15}$ ; diâmetro de 132  $\mu\text{m}$ ;  $\lambda_S \approx 2 \times 10^{-5}$ ), que serão tratados como *CB* e *FB* daqui em diante. Ambos os fios tinham 15 mm de comprimento. Em todos os experimentos, a corrente que passa pelas amostras teve sua amplitude igual a 2 mA com frequências variando entre 100 kHz e 5 MHz.

As medidas de GMI foram sempre feitas no fio *CB* e em seguida, o fio *FB* foi colocado ao seu lado e as medidas foram repetidas. Outro conjunto de medidas como este último também foi realizado com o mesmo fio rico em Fe tratado termicamente (*FBann*). O tratamento térmico foi feito com o intuito de produzir estruturas cristalinas no interior do fio amorfo, esperando-se com isso, conseguir um aumento da coercividade, e conseqüentemente, os efeitos do campo magnetostático poderão ser observados numa região mais larga de campos magnéticos. Este tratamento foi realizado em forno convencional com atmosfera controlada, onde a amostra foi deixada 30 minutos a 870 K.

A magnetização longitudinal dos fios também foi medida usando o mesmo magnetômetro indutivo apresentado no capítulo 4. Durante os experimentos, todos realizados à temperatura ambiente, os fios foram dispostos paralelamente com aproximadamente 0,2 mm de separação. Além disso, foi empregado um verniz apropriado para evitar o contato elétrico entre os dois fios.

#### 6.2.4 Resultados e discussão

Na Figura 6-12-(a) são mostradas as curvas de magnetização para os fios *FB* (triângulos), *FBann* (círculos) e *CB* (quadrados). Cada fio foi medido separadamente. O fio *FB* apresentou, devido ao seu comprimento inferior ao comprimento crítico, uma curva de histerese sem bi-estabilidade magnética, que não se manifestou em função superposição das estruturas de fechamento criadas nas extremidades do fio, como previamente discutido no capítulo 3. No caso do fio de cobalto (*CB*), verificou-se um comportamento quase anisterético com  $H_C$  bem próximo de zero ( $H_C=0,75$  A/m). Isso é conseqüência da estrutura

de domínios complexa do material, resultante da baixa constante de magnetostricção ( $\lambda_S \approx -1 \cdot 10^{-7}$ ). O fio rico em ferro tratado termicamente (*FBann*) mostrou um comportamento bastante diferente dos apresentados no capítulo 5, com alta coercividade e sem bi-estabilidade magnética. Essas características são conseqüências da cristalização parcial causada pelo tratamento térmico, que modifica as tensões internas, alterando substancialmente a estrutura de domínios magnéticos e os processos de magnetização. Além disso, o comportamento magnético mais duro não permitiu alcançarmos a saturação magnética com o sistema de medidas empregado nos experimentos.

Na Figura 6-12-(b) são apresentados a curva magnetização do par de fios *CB* e *FBann* (triângulos para baixo) e o resultado da soma matemática das duas curvas de magnetização medidas separadamente (triângulos fechados). Comparando essas duas curvas, verificamos diferentes coercividades. Além dessa diferença, a remanência das amostras medidas simultaneamente fica mais próxima de zero, conseqüência da atuação do campo dipolar gerado pelo fio de Fe. Na região onde a magnetização de *FBann* é positiva, seus pólos geram um campo magnetostático que faz com que o campo sentido pelo fio *CB* seja menor, diminuindo assim a magnetização total do conjunto nas vizinhanças da origem. A assimetria observada na curva de magnetização do par de fios (*CB+FBann*) é justificada pela assimetria de *FBann*, que por sua vez, é resultado da saturação parcial devido à limitação do aparato experimental. A curva de magnetização para altos campos é mostrada na Figura 6-12-(c).

A mesma análise do parágrafo anterior foi feita para o conjunto *CB+FB*, porém nenhum resultado apreciável foi observado, uma vez que neste conjunto, as magnetizações de ambos os fios são muito pequenas em baixos campos, fazendo com que o efeito dos campos magnetostáticos não seja percebido.

Devido a algumas limitações do sistema de medidas, o estudo não pode ser efetuado com fios de Fe bi-estáveis. Isso facilitaria o entendimento do fenômeno, pois seria possível observar os saltos Barkhausen gigantes e fazer uma previsão do campo magnetostático dentro das limitações do modelo dipolar. Além disso, os fios disponíveis têm um campo de inversão muito pequeno ( $H^* \approx 8 \text{ A/m}$ ), restringindo a observação de efeitos magnetostáticos numa região muito estreita de campos magnéticos.

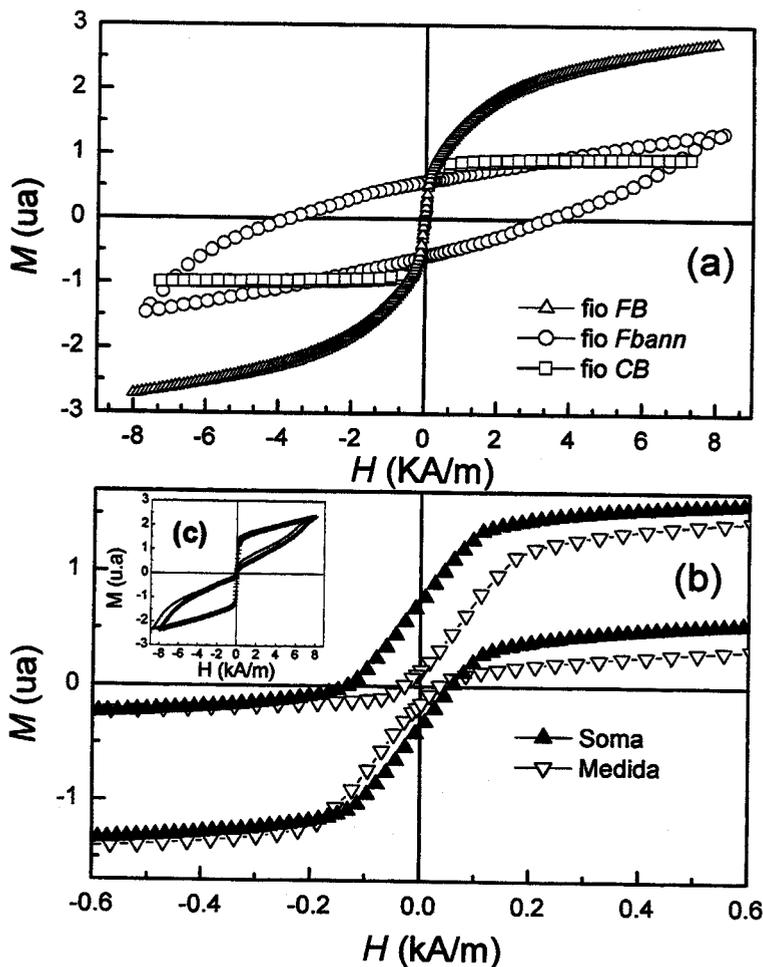


Figura 6-12: (a) Curvas de histerese do fio *as cast FB* (triângulos), do fio após tratamento térmico *FBann* (círculos) e do fio *CB* (quadrados). (b) Soma matemática das magnetizações de *FBann* e *CB* (triângulos fechados) e magnetização do conjunto formado pelos dois mesmos fios (triângulos para baixo). (c) Magnetização em campos elevados.

A Figura 6-13 mostra as curvas GMI do fio *CB* sozinho (a), junto com o fio *as cast FB* (b) e junto com o fio tratado *FBann* (c). A corrente AC de todas estas medidas tinha frequência de 1 MHz. A curva para o fio *CB* sozinho mostra o comportamento padrão para esse tipo de amostra, com dois picos simétricos em aproximadamente 140 A/m e -140 A/m. Na medida dos fios *CB+FB*, mostrada na Figura 6-13-(b), verifica-se o deslocamento dos respectivos picos para aproximadamente 180 A/m e -180 A/m. Quando substituímos o fio *as cast* pelo fio tratado *FBann*, observamos o comportamento assimétrico da curva GMI, apresentado na Figura 6-13-(c). O valor mínimo da GMI é deslocado para valores de

campos positivos, passando de zero para aproximadamente 60 A/m. O perfil da curva também foi alterado, mostrando que o pico da esquerda sofreu um afinamento. Comparando as curvas das Figuras 6-3(c) e 6-3(b), podemos observar o efeito produzido pela mudança da coercividade do fio de Fe, que simplesmente foi colocado ao lado do fio de Co. Vale a pena observar que na Figura 6-3(c), entre  $-30$  e  $30$  A/m, a impedância tem um comportamento aproximadamente linear.

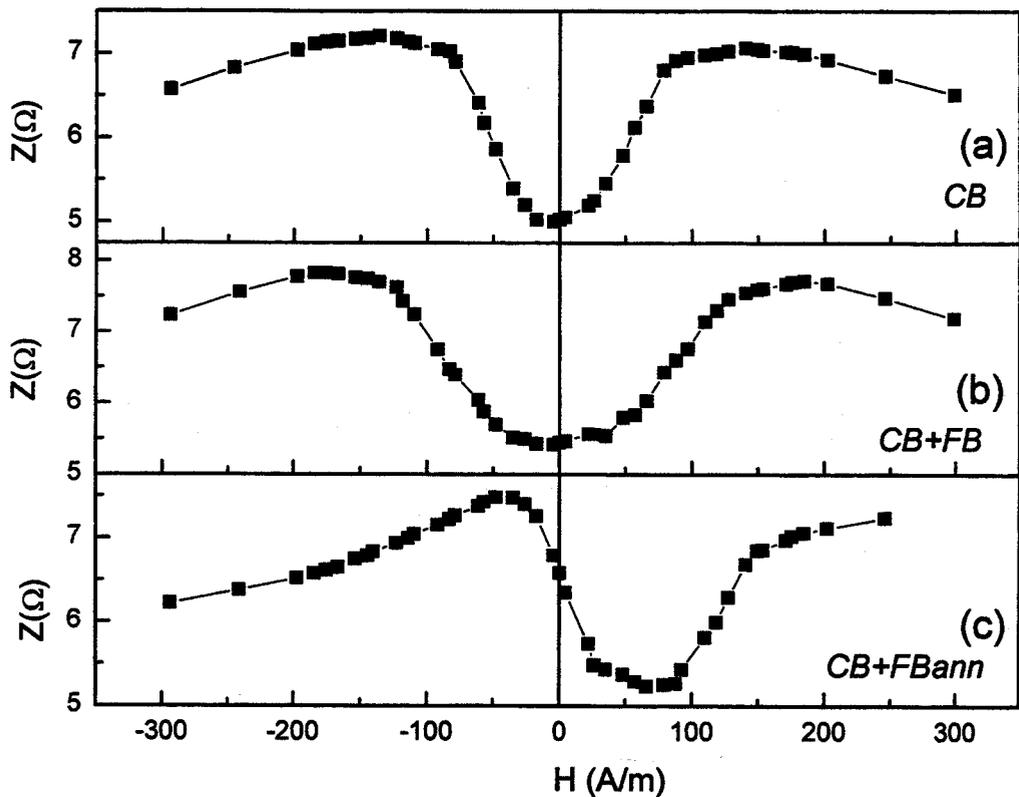


Figura 6-13: Impedância ( $Z$ ) vs. campo aplicado ( $H$ ) medidas no fio *CB* com corrente de 2mA e 1 MHz: (a) sozinho, (b) junto com o fio *FB*, (c) junto com o fio *FBann*.

A Figura 6-14 mostra a impedância do fio *CB* com o fio *FBann* ao seu lado para valores de campo até  $\pm 8$  kA/m. Os dados foram normalizados pelo comprimento do fio *CB* e a frequência da corrente foi de 5 MHz. No destaque temos o comportamento em baixos campos. Os círculos cheios representam as medidas com o campo variando do máximo negativo para o máximo positivo e os círculos vazios o sentido oposto. Podemos observar o

comportamento assimétrico em função da remanência magnética do fio rico em Fe.

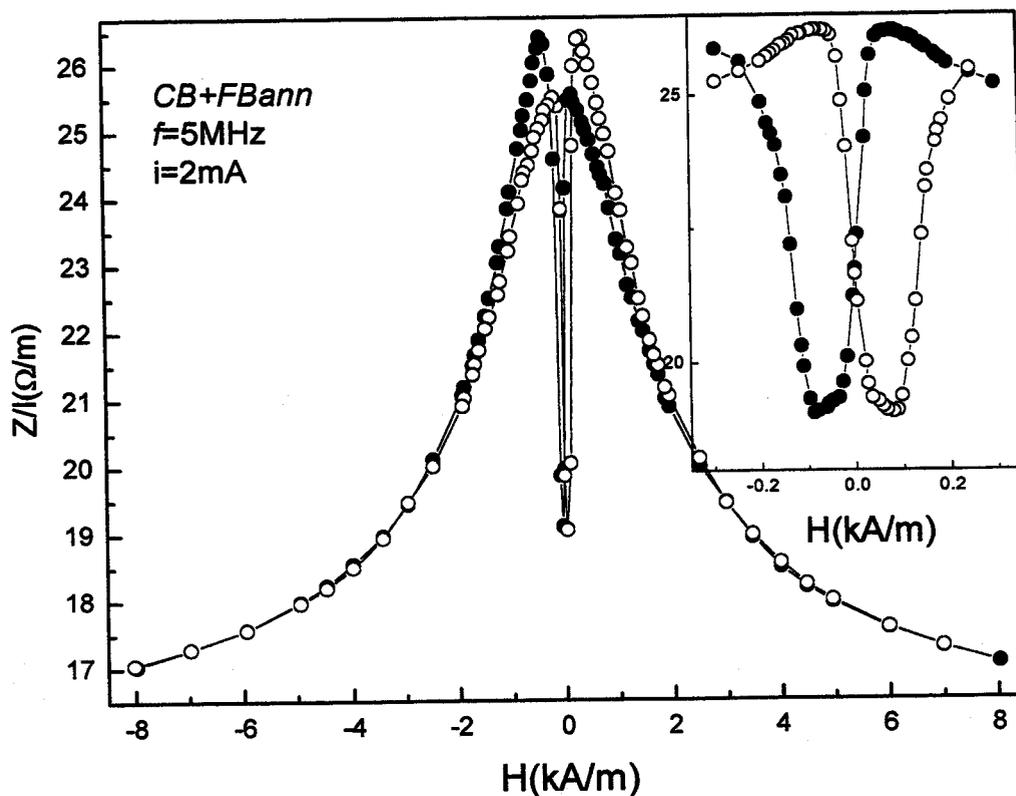


Figura 6-14: Medida GMI do fio *CB* ao lado do fio *FBann*. O destaque mostra a região de baixos campos. Círculos cheios para campo variando do máximo negativo e círculos abertos para o sentido contrário.

Para ilustrar uma possível aplicação do comportamento linear da magnetoimpedância nas vizinhanças da origem, a magnetoimpedância do conjunto de fios descrito (*CB+FBann*) foi medida com os fios sob a ação do campo terrestre. Na Figura 6-15 é mostrado um gráfico polar dessas medidas para diversas orientações do par de fios. A sensibilidade encontrada foi de  $7,8 \cdot 10^{-5} V/A/m$  e o menor campo detectado foi da ordem de  $10^{-2} A/m$ .

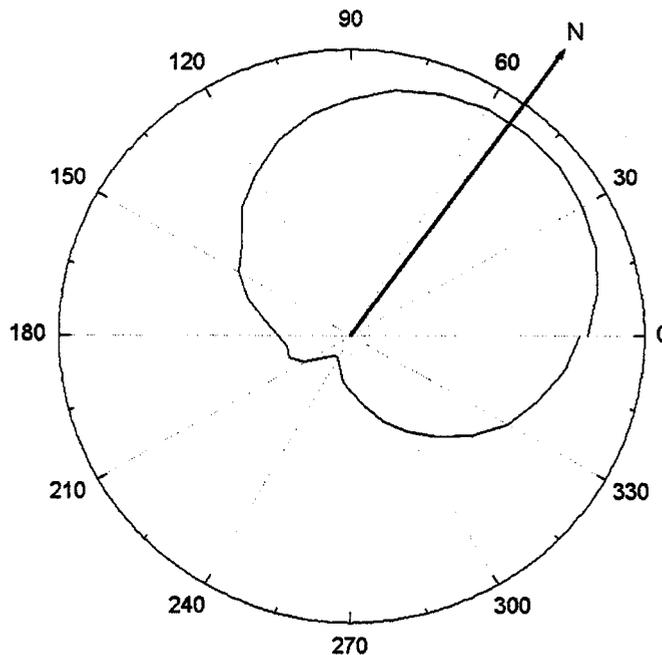


Figura 6-15: Gráfico polar da detecção do campo terrestre usando os fios *CB* e *FBann* como elementos sensores.

### 6.2.5 Conclusões e Perspectivas

A descoberta do efeito GMI assimétrico pela ação de um campo estático já havia sido introduzida anteriormente [64]. A novidade dos resultados mostrados aqui é a incorporação de um segundo fio para provocar a assimetriação ou linearização da curva de magnetoimpedância na região de campos baixos [72]. Foi mostrado que podemos utilizar o campo magnetostático, gerado por um fio tratado e com uma complexa estrutura de domínios, para criar a assimetria da curva de magnetoimpedância, linearizando o efeito ao redor da origem. Uma das vantagens desse procedimento em relação aos outros conhecidos é que não é necessário acoplar novos componentes para geração de campos magnéticos suplementares (*bias* AC ou DC).

Pelos dados apresentados, podemos propor elementos sensores com interações magnetostáticas para projetar dispositivos que utilizem o efeito GMI assimétrico. Tais dispositivos usariam somente dois fios: um rico em Fe para gerar o campo de acoplamento e outro rico em Co como sensor GMI. A interação dipolar age como um campo de acoplamento entre os fios, alterando sua resposta magnética.

## 7. Conclusões e Perspectivas

Nesta dissertação de mestrado são apresentados resultados de medidas de magnetização feitas em microfios e fios ferromagnéticos amorfos. A bi-estabilidade magnética foi observada em amostras ricas em Fe, assim como o comprimento crítico para seu aparecimento. Tais características são resultantes da estrutura de domínios peculiar dos fios e microfios amorfos ricos em Fe e permitem que estes elementos sejam considerados como dipolos magnéticos.

Os efeitos do campo dipolar magnético no processo de magnetização de conjuntos de fios e microfios bi-estáveis foram verificados. O campo dipolar gerado por cada fio altera o campo de inversão da magnetização do conjunto, criando assim platôs na curva de magnetização. Estes platôs estão associados a diferentes configurações magnéticas do conjunto. No caso específico dos fios, conjuntos de até 7 fios dispostos paralelamente foram estudados. A dependência de pequenos deslocamentos, da ordem do diâmetro das amostras, não foi verificada no estudo de conjuntos de vários fios. Nos conjuntos com mais do que 3 fios, as distâncias entre os elementos sempre foram muito menores do que os comprimentos dos fios, fazendo com que as variações no campo dipolar fossem muito pequenas para serem mensuradas. Além disso, as flutuações dos campos de inversão dos fios impedem uma análise quantitativa da largura de cada platô medido, pois estas são bem maiores do que as variações do campo dipolar entre primeiros vizinhos e vizinhos de ordem superior.

O estudo mostrou que estas entidades podem ser utilizadas para compreender melhor o campo magnetostático gerado por momentos magnéticos com dimensões consideráveis. O modelo de dipolos pontuais apresentado não descreve os resultados observados quando a distância entre os dipolos, no caso fios ferromagnéticos, passa a ser maior do que alguns milímetros. Modelos recentes da literatura são apresentados para resolver este mesmo problema, entretanto, os resultados não explicam os dados experimentais. Novas tentativas para resolver este problema estão em andamento com a utilização de ferramentas computacionais que empregam o método de elemento magnético finito. Além disso, os estudos realizados trouxeram consigo o desenvolvimento de técnicas experimentais muito

úteis para outras aplicações no estudo de materiais magnéticos. O histeresígrafo desenvolvido é freqüentemente usado por outros estudantes do grupo do LMBT devido à sua versatilidade.

O efeito do campo dipolar deslocando a magnetoimpedância de fios ferromagnéticos que apresentam essa característica também foi observado. Esse efeito é promissor do ponto de vista de aplicações, pois possibilita a linearização da magnetoimpedância apenas com a presença de um fio de Fe, simplificando dispositivos que venham a empregar tal propriedade.

Uma forte influência da maneira como os microfios são fixados ao porta-amostras nas medidas em baixas temperaturas foi observada. As forças exercidas pela fita alteraram significativamente o comportamento magnético dos microfios estudados, impossibilitando o estudo das interações dipolares em baixas temperaturas. Mesmo com a busca de outras alternativas e técnicas de microfabricação este problema não foi resolvido, tornando-se mais um desafio para o estudo de materiais amorfos em baixas temperaturas.

As perspectivas de trabalhos futuros envolvem estudos da distribuição das cargas magnetostáticas nos fios que apresentam a bi-estabilidade magnética. Novos modelos explicariam o comportamento espacial do campo magnetostático observado neste trabalho. Além disso, o desenvolvimento de novas técnicas para aumentar o campo de inversão dos fios e microfios faria com que os efeitos das interações dipolares observadas neste projeto se alargassem, o que conseqüentemente ampliaria os efeitos de linearização das curvas de magnetoimpedância e permitiria que modelos mais precisos fossem desenvolvidos, contribuindo com os estudos sobre a influência dos campos magnetostáticos entre as mais variadas entidades magnéticas.

## 8. Referências

1. J.M. González, O.A. Chubycalo, A. Hernando, M. Vázquez, *J Appl Phys* **83** (1998) 7393.
2. J. Velázquez, C. García, M. Vázquez, A. Hernando, *J Appl Phys* **85** (1999) 2768.
3. J. Velázquez, C. García, M. Vázquez, A. Hernando, *J Appl Phys* **81** (1997) 5725.
4. J. Velázquez, C. García, M. Vázquez, A. Hernando, *Phys Rev B* **54** (1996) 9903.
5. A. O. Adeyeye, J. A. C. Bland, C. Daboo, *J Magn Magn Mater* **188** (1998) L1.
6. E. H. C. P. Sinnecker, F.S. de Menezes, L.C. Sampaio, M. Knobel, M. Vázquez, *J Magn Magn Mater* **226** (2001) 1467.
7. V. Raposo, J. M. García, J. González, M. Vázquez, *J Magn Magn Mater* **222** (2000) 227.
8. L. C. Sampaio, E.H.C.P. Sinnecker, G.R.C. Cernicchiaro, M. Knobel, M. Vázquez, e J. Velázquez, *Phys Rev B* **61** (2000) 8976.
9. O. Gérardin, J. Ben Youssef, H. Le Gall, N. Vukadinovic, P.M. Jacquart, M.J. Donahue, *J Appl Phys* **88** (2000) 5899.
10. A. K. Mukenga Bantu, J. Rivas, G. Zaragoza, M.A. López-Quintela, e M.C. Blanco, *J Appl Phys* **89** (2001) 3393.
11. T. Kaneyoshi, em *Introduction to amorphous magnets*, World Scientific (1992) pg. ix.
12. E. Ia. Badinter, N.R. Berman, I.F. Drabenco, V.I. Zaborovski, Z.I. Zelikvski, e V.G. Cheban, *Cast microwire and its properties* (Shtinitza, Kishinev, Moldova, 1973), pp. 6-196.
13. J. Nixdorf, *Draht-Welt* **53** (1967) 696.
14. T. Goto, *Trans. Jpn. Inst. Med.* **21** (1980) 219.
15. M. Hagiwara, A. Inoue, em: *Rapidly Solidified Alloys*, HH Liebermann (Ed.), Marcel Dekker Inc., New York, 1993, p. 141.
16. A. Zhukov, J. Gonzalez, J.M. Blanco, M. Vázquez, V. Larin, *J Mater. Res.* **15** (2000) 2107.
17. L.V Panina e K. Mohri, *Appl. Phys. Lett.* **65** (1994) 1189.
18. R.S. Beach e A.E. Berkowitz, *J. Appl. Phys.* **76** (1994) 6209.
19. H. Chiriac, N. Lupu, *Physica B*, **299** 3-4 (2001) 293
20. M. Vázquez e A. Hernando, *J. Phys D: Appl Phys.* **29** (1996) 939.
21. T. Masumoto, I. Ohnaka, A. Inoue, M. Hagiwara, *Scrip. Metal.* **15** (1981) 293.
22. M. Vázquez e A. Zhukov, *J. Magn. Magn. Mater.* **160** (1996) 223.
23. G. F. Taylor, *Phys. Rev.* **23** (1924) 655.

- 24 A.V. Ulitovski, *Method of continuous fabrication of microwires coated by glass*, Author certification USSR Patent. No. 128427 (3/9/1950).
25. H. Chiriac e T. A. Óvári, *Prog. Mat. Sci.* **40** (1996) 333.
26. Global Micro wire Technologies Ltd. [www.gmwt-gw.com](http://www.gmwt-gw.com)
27. B. D. Cullity, em *Introduction to Magnetic Materials*, Addison-Wesley Publishing Company, (1973).
28. R. C. O'Handley, em *Modern Magnetic Materials Principles and Applications*, Wiley-Interscience, (2000).
29. J.A. Osborn, *Phys. Rev.* **67** (1945) 351.
30. H. Chiriac, T. A. Óvári e Gh. Pop, *Phys. Rev. B* **52** (1995) 10104.
31. H. Chiriac, T. A. Óvári, Gh. Pop e R. Barariu, *J. Magn. Magn. Mater.* **160** (1996) 237.
32. N. Usov, A. Antonov, A. Dykhne, A. Lagar'kov, *J. Phys: Condens. Matter.* **10** (1998) 2453.
33. A. Antonov, V. T. Borisov, O. V. Borisov, V. A. Pozdnyakov, A. F. Prokoshin e N. Usov, *J. Phys. D: Appl. Phys* **32** (1999) 1788.
34. A. Antonov, V. T. Borisov, O. V. Borisov, A. F. Prokoshin e N. Usov, *J. Phys. D: Appl. Phys* **33** (2000) 1161.
35. J. Velázquez, M. Vázquez e A. P. Zhukov, *J. Mater. Res.* **11** (1996) 2499.
36. P. T. Squire, D. Atkinson, M. R. J. Gibbs e S. Atalay, *J. Magn. Magn. Mater.* **132** (1994) 10.
37. Y. Konno e K. Mohri, *IEEE Trans Magn*, **25** (1989) 3623.
38. M. R. J. Gibbs, I. E. Day, T. A. Lafford e P. T. Squire, *J. Magn. Magn. Mater.* **104-107** (1992) 327.
39. M. Vázquez, D.-X. Chen, *IEEE Trans Magn* **31** (1995) 1229.
40. K. Mohri, F. B. Humphrey, K. Kawashima, K. Kimura e M. Mizutani, *IEEE Trans. Magn.* **26** (1990) 1789.
41. D.-X. Chen, N. M. Dempsey, A. Hernando e M. Vázquez, *J. Phys. D: Appl. Phys* **28** (1995) 1022.
42. C. Gómez-Polo, M. Vázquez e D.-X. Chen, *Appl. Phys. Lett.* **62** (1993) 608.
43. A. Mitra e M. Vázquez, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **23** (1990) 228.
44. A. M. Severino, C. Gómez-Polo, P. Marín e M. Vázquez, *J. Magn. Magn. Mater.* **103** (1992) 117.
45. H. Theuss, B. Hofmann, C. Gómez-Polo, M. Vázquez e H. Kronmüller, *J. Magn. Magn. Mater.* **145** (1995) 165.
46. J.R. Reitz, F.J. Milford, e R.W. Christy, *Fundamentos da Teoria Eletromagnética*, 7ª Ed., Cap 8
47. F.C.S. da Silva, Tese de Doutorado – UNICAMP (2000)
48. Lin CH, Lee GB, Chang BW, et al. *J Micromech Microeng* **12** (5) 590 (2002)

49. A. Zhukov, M. Vázquez, J. Velázquez, A. Hernando, V. Larin, *J. Magn. Magn. Mater.* **170** (1997) 323.
50. A.P. Zhukov, M Vázquez, J. Velázquez, H. Chiriac, V. Larin, *J. Magn. Magn. Mater.* **151** (1995) 132.
51. J. Velázquez, K. R. Pirota, e M. Vázquez, *IEEE Trans. Magn.* **39** (2003) 3049.
52. D.-X. Chen, C. Gomez-Polo, e M. Vázquez, *J. Magn. Magn. Mater.* **124** (1993) 262.
53. D. Laroze, P. Vargas, J. Velázquez e M. Vázquez, a ser publicado.
54. R. Sato Turtelli, D. Holzer, R. Grössinger, H. Sassik, e N. Pillmayer, *J Magn. Magn. Mater* **226-230** (2001) 1496.
55. M. Vázquez, *Physica B* **299** (2001) 302.
56. R. Varga, K.L. Garcia, A. Zhukov, M. Vázquez, e P. Vojtanik, *Appl. Phys. Lett.* **83** (2003) 2620.
57. J. Llumá, M. Vázquez, J.M. Hernandez, J.M. García-Beneytez, A. Zhukov, F.J. Castaño, X.X. Zhang, J. Tejada, *J. Magn. Magn. Mater.* **196-197** (1999) 821.
58. M. Knobel, M. Vázquez, L. Kraus, em: *Handbook of Magnetic Materials*, editado por K. H.J. Buschow (Elsevier, 2003), Vol. 15, 2003.
59. E.P. Harrison, G.L. Turney, H. Rowe, *Nature* **135** (1935) 961.
60. R.S. Beach e A.E. Berkowitz, *J. Appl. Phys.* **76** (1994) 6209.
61. R.S. Beach e A.E. Berkowitz, *Appl. Phys. Lett.* **64** (1994) 3652.
62. F.L.A. Machado, C.S. Martins, S.M. Rezende, *Phys. Rev. B* **51** (1995) 3926.
63. L.V. Panina, K. Mohri, K. Bushida, M. Noda, *J. Appl. Phys.* **76** (1994) 6198.
64. K. Mohri, *Mater. Sci. Eng. A*, **185** (1994) 141.
65. F.L.A. Machado, A.R. Rodrigues, A.A. Puça, A.E.P. de Araújo, *Mater.Sci.Forum* **302-303** (1999) 202.
66. S. H. Song, S.-C. Yu, C.G. Kim, H.C. Kim, W.Y. Lim, 2000a, *Journal of Applied Physics* **87-9**, 5266.
67. C. Gomez-Pólo, M. Vazquez, K.R. Pirota, M. Knobel, *Physica B* **299** (2001) 322.
68. D.P. Makhnovskiy, L.V. Panina, D.J. Mapps, *Appl. Phys. Lett.* **77** (2000) 121.
69. Kléber R. Pirota, Tese de Doutorado, UNICAMP (2002)
70. P. Ripka, L. Kraus, em *Magnetic Sensors and Magnetometers*, (P. Ripka ed., Artech House, 2000, Cap. 9).
71. M. Vázquez, *J. Magn. Magn. Mater.* **226-230** (2001) 693.
72. J. P. Sinnecker, A. E. P. de Araújo, R. Piccin, M. Knobel, submetido Dez/2003



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
Pró-Reitoria de Pós-Graduação  
Cidade Universitária "Zeferino Vaz"  
CEP 13083-970 - Campinas - SP