

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
INSTITUTO DE FÍSICA "GLEB WATAGHIN"

Estudo da Permeabilidade Inicial em  
Ligas Amorfas de  
Magnetostricção Aproximadamente Zero

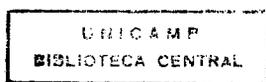
aluno : JOÃO PAULO SINNECKER  
orientadora : Prof. Dra. REIKO SATO TURTELLI

Dissertação Apresentada para  
Obtenção de Título de Mestre em Física

*Este exemplar corresponde à redação  
final da tese defendida pelo aluno  
João Paulo Sinnecker e aprovada pela  
comissão julgadora.*

*Campinas, 15 de junho de 1992*

*Reiko Sato Turtelli.*



# BANCA

Prof. Dr. Frank Patrick Missel - IFUSP

Prof. Dr. Edison Zacarias da Silva - UNICAMP

Prof. Dra. Reiko Sato Turtelli - UNICAMP

“ O homem é uma criatura singular. Possui um conjunto de dons que o torna único entre os animais: diferente destes, não é apenas uma peça na paisagem, mas um agente que a transforma. Este animal ubiqüitário, usando seu corpo e sua mente na investigação da natureza, construiu seu lar em todos os continentes, mas, na realidade, não pertence a nenhum lugar determinado ”

*J. Bronowsky*

A Escalada do Homem

À Elis

Aos meus Pais, Alex e Vera

À minha irmã Patrícia

Aos meus sogros, Ruy e Ana

# AGRADECIMENTOS

À Reiko pela paciência e dedicação como orientadora deste trabalho, e pela amizade e compreensão durante este período de convivência.

Ao Solon e ao Marcelo pela cooperação, amizade, e pelo companheirismo.

Aos demais Professores e Funcionários do LMBT pela atenção e amizade.

À secretária Maria Del Carmem, pela paciência, amizade, e principalmente pela dedicação.

Aos amigos Fausto e Beto, Bajay e Regina, Túlio a Ana, Alexandre e Liana, Caluzi, Marco “RESUMO”, Manó e Tiane, Cané, Dani, Juliana, Joaquim, Gilberto, Rubens, Sidney, Marcos, Maurício, pela presença constante e pelas agradáveis discussões.

Ao Grupo do Prof. Dr. Frank P. Missel (IFUSP) pelas amostras cedidas.

Ao CNPq e FAPESP

À APGF pelos cafés às quartas-feiras, e à “Coca-Cola”.

## RESUMO

Foram feitas medidas de permeabilidade inicial ( $\mu$ ) e de campos críticos ( $H_p$ ) em fitas de liga amorfa de composição nominal  $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ , em função da temperatura e de campos magnéticos ac aplicados. Para isso foi construído um forno que permite tratamentos térmicos a temperatura constante e, à taxas de aquecimento constantes. As medidas de permeabilidade inicial foram feitas com campos magnéticos  $H$  constantes, variando-se a temperatura entre a temperatura ambiente ( $T_{\text{amb}}$ ) e a temperatura de Curie ( $T_C$ ) e vice-versa. Os campos críticos foram determinados através das curvas de permeabilidade inicial em função de  $H$ , para uma dada temperatura constante. As amostras foram analisadas com difratogramas de Raios-X, depois de todos os tratamentos térmicos, para assegurar a amorficidade das mesmas. Os resultados mostram que existe um súbita mudança em  $\mu$ , à temperaturas características, dependentes do campo aplicado  $H$ . Saltos na permeabilidade inicial em valores característicos de  $H_p$  nas curvas de  $\mu \times H$  também foram observados. Estes resultados podem ser explicados por meio de fenômenos envolvendo “pinning” de paredes de domínios, causados por anisotropias locais induzidas por ordenamento de pares atômicos e tensões localizadas.

# ABSTRACT

Measurements of initial magnetic permeability ( $\mu$ ) and critical fields ( $H_p$ ) were performed in ferromagnetic amorphous ribbons of nominal composition  $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ , as a function of temperature and applied magnetic field. A furnace that allow thermal treatments at constant heating rate, was constructed. The initial permeability measurements were performed with constant magnetic applied field  $H$ , and temperature varying from room temperature ( $T_{\text{amb}}$ ) to Curie temperature ( $T_C$ ) and vice-versa. The critical fields were found from the initial permeability as a function of applied field curves, for a constant temperature. The samples were analysed with X-Ray diffractometer to ensure amorphicity. The results shown sudden jumps in  $\mu$  at characteristic temperatures which depends on the applied field  $H$ . Sudden jumps in the initial permeability at characteristic values of  $H_p$  in the  $\mu \times H$  curves, were also observed. These results can be explain by domain wall "pinning" effect caused mainly by local anisotropy induced by atomic pair ordering and local stresses.

# Conteúdo

<b>1</b>	<b>Introdução</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Introdução Teórica</b>	<b>10</b>
2.1	Tensões Residuais . . . . .	10
2.2	Relaxação Estrutural . . . . .	12
2.2.1	Ordenamento Topológico de Curto Alcance - TSRO . . .	13
2.2.2	Ordenamento Químico de Curto Alcance - CSRO . . .	14
2.3	Magnetostrrição . . . . .	15
2.4	Anisotropia . . . . .	15
2.5	Processos de Magnetização em Fitas Amorfas com $\lambda_s \simeq 0$ . . .	17
2.5.1	Processos de Magnetização . . . . .	17
2.5.2	Campo de “Pinning” $H_p$ , Devido a Tensões Residuais .	19
2.5.3	Campo de “Pinning” $H_p$ , Devido a Ordenamento de Pares . . . . .	23
2.5.4	Anomalia na Permeabilidade Inicial . . . . .	24
<b>3</b>	<b>Parte Experimental</b>	<b>28</b>
3.1	Equipamento . . . . .	28
3.1.1	Suporte de amostras (SA) . . . . .	28
3.1.2	Forno para Tratamentos Térmicos (FT) . . . . .	33
3.1.3	Outros Aparelhos . . . . .	40
3.2	Amostras . . . . .	41

3.3	Procedimento Experimental . . . . .	42
<b>4</b>	<b>Resultados e Discussões</b>	<b>48</b>
4.1	Permeabilidade inicial em função da temperatura . . . . .	48
4.2	Permeabilidade inicial, a temperatura ambiente, a partir de um resfriamento rápido . . . . .	53
4.2.1	O campo de “Pinning” . . . . .	56
<b>5</b>	<b>Conclusões</b>	<b>64</b>

# Capítulo 1

## Introdução

Embora a ciência dos vidros seja muito antiga, a história dos vidros metálicos e de ligas amorfas é relativamente recente. Muitos pesquisadores estudaram ligas metálicas amorfas em suas buscas por “novos materiais”, mas foi na segunda metade da década de 60 que os vidros metálicos surgiram como material de pesquisa em laboratórios. No final da década de 60, surgiram as primeiras ligas ferromagnéticas amorfas [Tsuei e Duwez 1966] .

As ligas ferromagnéticas amorfas , as quais se encontram em estado metaestável, são produzidas utilizando-se técnicas de solidificação ultra-rápida da liga fundente onde as taxas de resfriamento obtidas são da ordem de  $10^6$  K/seg. Uma dessas técnicas é a chamada “*melt spinning*”, que consiste em ejetar a liga metálica fundente de um cadinho sobre a superfície muito polida de uma roda de cobre que gira em alta rotação (figura 1.1). Devido ao resfriamento ultra-rápido, consegue-se congelar a fase 3 líquida, que permanece em um estado metaestável (figura 1.2). Atualmente é possível produzir fitas amorfas com até quilômetros de comprimento, larguras ajustáveis entre décimos de milímetros e dezenas de centímetros, e espessuras de 10 a  $60\mu\text{m}$ , ou ainda, ligas amorfas em forma de fio.

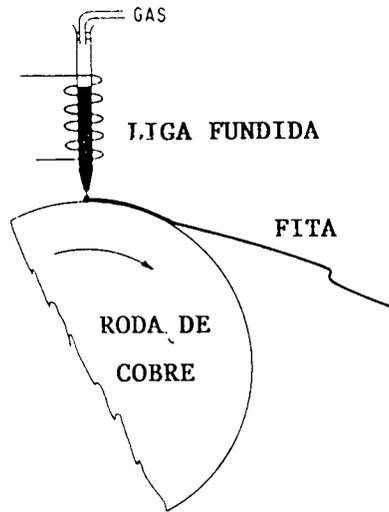


Figura 1.1: "Melt-Spinning"

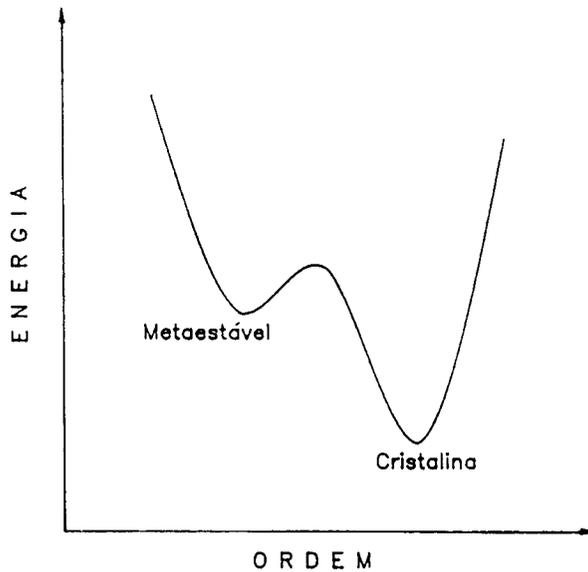


Figura 1.2: Diagrama de Energia representado o Estado Metaestável

Estes materiais apresentam a característica única de combinar diversas propriedades em um único material, o que não é observado em nenhum outro material cristalino. Dentre elas podemos citar :

- Resistividade Alta e Estável, permitindo a aplicação em dispositivos que atuam em altas frequências;
- Alto limite Elástico, sofrendo pouca deformação plástica ao ser manuseado;
- Excelente resistência à corrosão e oxidação;
- Excelentes propriedades magnéticas moles.

As fitas ferromagnéticas amorfas de magnetostricção aproximadamente zero têm uma importância tecnológica destacada por possuírem excelentes propriedades magnéticas moles tais como baixo campo coercitivo e alta permeabilidade inicial, sendo amplamente utilizadas em dispositivos eletroeletrônicos e sensores de campos magnéticos ultra baixos [Mohri 1984] .

Devido a seu estado metaestável, estes materiais podem sofrer alterações em sua estrutura (relaxações estruturais) com o tempo, alterações estas que podem influenciar em suas propriedades físicas [Ohmura e Masumoto 1978, Egami 1978(a)] , como por exemplo, alterar as propriedades magnéticas. Tais mudanças ocorrem por ativação térmica podendo inclusive, em algumas ligas, ocorrer à temperatura ambiente. Os dispositivos eletro-eletrônicos que empregam ligas amorfas, são normalmente operados à temperatura ambiente, mas podem também experimentar variações na temperatura de operação. Isto significa que o estudo da influência da temperatura nas propriedades magnéticas é muito importante.

Recentemente, foi reportada a influência da história termomagnética na permeabilidade inicial de ligas amorfas de magnetostricção aproximadamente zero [Turtelli e Machado 1989] . Neste trabalho de Sato Turtelli e Machado, foi verificado que, na amostra de  $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ , o comportamento

da permeabilidade inicial com a temperatura e frequência, é fortemente influenciado pelo tratamento térmico feito anteriormente, ou seja, o comportamento da permeabilidade inicial, depende da história termomagnética da amostra. Foi sugerido, baseado nesse comportamento, que amostras submetidas ao tratamento térmico (com campo magnético ac, com certa intensidade e frequência), apresentam um efeito de memorização em frequência.

A figura 1.3 mostra o comportamento da permeabilidade inicial  $\mu$  em função da temperatura  $T$ , de uma liga amorfa de composição nominal  $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  submetida a vários ciclos de tratamento térmico sob um campo de  $10 \text{ A/m}$ ,  $500 \text{ Hz}$ . A figura 1.4 mostra o mesmo tipo de medida, agora sob um campo magnético de  $10 \text{ A/m}$ ,  $20 \text{ kHz}$ . Verifica-se que o comportamento  $\mu \times T$  são diferentes, isto é, o segundo caso, para altas temperaturas, apresenta um pico bem definido, para a mesma intensidade de excitação. Tratamentos sucessivos com campos de frequências diferentes, resultam em comportamentos distintos de permeabilidade inicial.

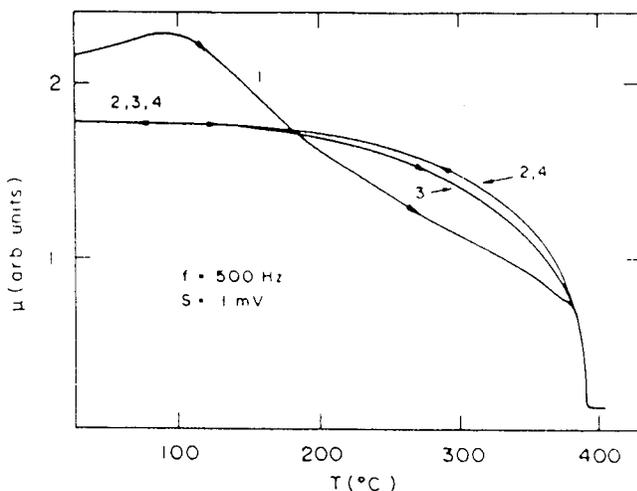


Figura 1.3: Comportamento da permeabilidade inicial em uma liga amorfa de composição  $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  para um campo aplicado de  $10 \text{ A/m}$ ,  $500 \text{ Hz}$ . As setas indicam a direção da história termomagnética (aquecimento e resfriamento) [Sato Turtelli e Machado 1989]

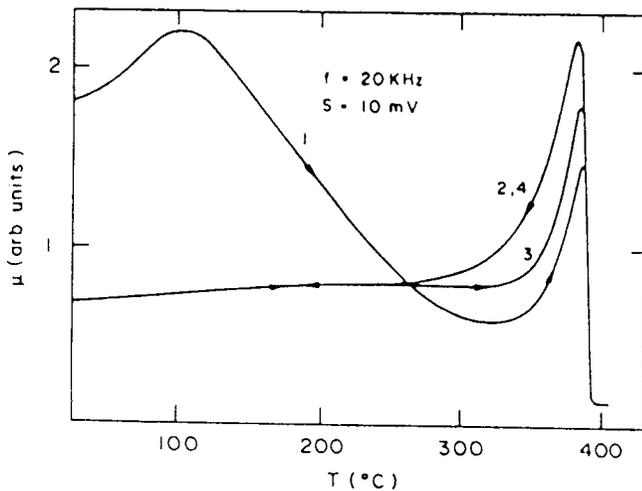


Figura 1.4: Comportamento da permeabilidade inicial em uma liga amorfa de composição  $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  para um campo aplicado de  $10 \text{ A/m}$ ,  $20 \text{ kHz}$ . As setas indicam a direção da história termomagnética (aquecimento e resfriamento) [Sato Turtelli e Machado 1989]

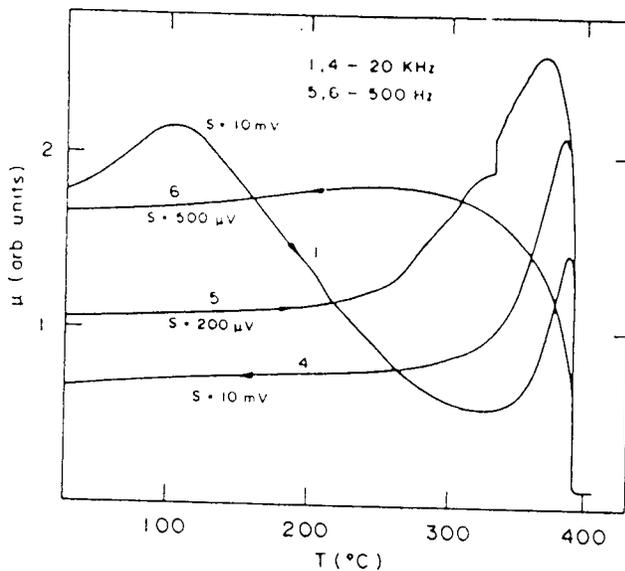


Figura 1.5: Efeito de Memorização da Permeabilidade Inicial em liga amorfa [Sato Turtelli e Machado 1989]

O efeito de memorização é portanto mostrado na figura 1.5. A amostra foi submetida a um aquecimento a 20 kHz, seguido de um resfriamento também a 20 kHz (curvas 1 e 2 em 1.5). A seguir, a amostra foi submetida a um aquecimento sob 500 Hz, e o comportamento observado (curva 3) foi muito semelhante ao comportamento anterior, ou seja, ao comportamento típico de uma frequência de 20 kHz. O resfriamento seguinte, também feito a 500 Hz, mostrou-se semelhante ao comportamento típico de um campo de 500 Hz. Isto foi sugerido como sendo o efeito de memorização e a interpretação da existência deste efeito foi baseada no fenômeno da relaxação da permeabilidade inicial em tempo [Sato Turtelli e Machado 1989]. A amostra, ao atingir a temperatura de Curie  $T_C$ , perde as propriedades ferromagnéticas, e logo abaixo dessa temperatura, a mobilidade das paredes de domínios é alta, e o material é praticamente isotrópico. A memorização é considerada como sendo o estado de magnetização adquirido, logo abaixo da temperatura de Curie.

Tendo em vista que a memorização depende da magnetização do material sofrida perto de  $T_C$ , Sinnecker e Sato Turtelli [Sinnecker e Sato Turtelli 1990] realizaram medidas de permeabilidade inicial fazendo o aquecimento da amostra com campo magnético, até a temperatura de Curie, e resfriando-a rapidamente em nitrogênio líquido, para várias frequências. As medidas foram feitas a 10 A/m, 20 kHz, e à temperatura ambiente. Neste trabalho, a dependência da permeabilidade com a frequência do campo usado para o tratamento é observada. No trabalho de Sato Turtelli e Hengeltraub [Turtelli e Hengeltraub 1991] foi mostrado que o efeito de memorização está selecionado não só com a frequência do campo aplicado, como também com a amplitude do mesmo. Neste trabalho também foi mostrado a existência da variação brusca da permeabilidade magnética durante a medida de  $\mu \times T$ , para um dado campo aplicado, tanto durante o aquecimento como no resfriamento. Este fenômeno foi associado ao campo de “*pinning*”, isto é, a partir de uma certa temperatura há um destravamento ou travamento coletivo das paredes de domínio. Um fenômeno semelhante também foi observado por

Montarroyos [Montarroyos, Tese de Doutorado 1991, UFPe] , na medida de magnetização  $M$  em função do campo aplicado  $H$ . Ao aumentar o campo magnético observou-se, para um dado campo, uma queda abrupta na magnetização causando uma descontinuidade na curva  $M$  vs.  $H$ , e no retorno, ao reduzir-se o campo, também foi observada uma variação abrupta, porém para um outro valor de campo aplicado. Essa descontinuidade na magnetização, neste caso, foi interpretada como uma transição de fase de primeira ordem pelo campo magnético aplicado. A diferença fundamental entre os trabalhos de Sato Turtelli e Hengeltraub 1991 e Montarroyos 1991, é que para os primeiros autores, a variação brusca de magnetização é observada para campos aplicados pequenos (permeabilidade inicial), enquanto que no segundo trabalho, para altos valores de campo aplicado, para a mesma amostra ferrimagnética mole de  $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  cedida pelo grupo do Prof. Dr. F. Missel

Outros resultados, obtidos por Montarroyos [Montarroyos, Tese de Doutorado 1991] vieram a sugerir que o efeito de memorização está relacionado com o “congelamento” de um estado energético obtido após um tratamento térmico. A instabilidade no comportamento da permeabilidade inicial, em função do campo aplicado  $H$ , foi observada por Zhao-Hua e Dao-Sheng 1981. Quando  $H$  atinge um certo valor característico  $H_p$  ocorre um aumento brusco no valor da permeabilidade inicial [Zhao-Hua e Dao-Sheng 1981]. Este valor característico  $H_p$  foi associado as tensões residuais geradas durante os processos de fabricação. Mais tarde, foi verificado ainda que este campo característico  $H_p$  é função da temperatura na qual é feita a medida [Buttino *et al* 1990]. O estudo do comportamento termomagnético da permeabilidade inicial é portanto, muito importante, não só para a compreensão da estrutura magnética e dos processos de magnetização inicial dos materiais amorfos, mas também do ponto de vista tecnológico, visando a obtenção de ligas com características magnéticas ótimas, e do conhecimento do comportamento destes materiais com a temperatura.

Este trabalho tem como objetivo continuar o estudo do comportamento

termomagnético da permeabilidade inicial e dos processos de magnetização inicial em ligas amorfas de magnetostricção próxima a zero. Com esse objetivo, contruímos um forno para tratamentos térmicos, acoplado a um controlador programável de temperatura, onde foram feitas medidas da história termomagnética de fitas amorfas de composição nominal  $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ . A história termomagnética das amostras foi obtida registrando-se o comportamento da permeabilidade inicial em função da temperatura com aquecimento à uma taxa constante de 6K/min. Fizemos medidas de permeabilidade à temperatura ambiente, em amostras tratadas termomagneticamente com campos de diversas frequências ( $500 \leq f \leq 100 \text{ kHz}$ ). Obtivemos ainda os valores de campos críticos, através das curvas de permeabilidade inicial, em função de H. Foi feita também, a decomposição harmônica do sinal proveniente da amostra. As amostras foram medidas em seu estado “*as-cast*” e, após um pré tratamento à 400°C/20min. Para verificar a amorficidade das ligas, fizemos difração de Raios-X em todas as amostras, no início e ao final de cada série de medidas. Observamos que a história termomagnética destes materiais depende sensivelmente das condições nas quais são feitos os tratamentos térmicos, por exemplo, a frequência e amplitude do campo magnético aplicado durante o tratamento térmico. Observamos também que os ciclos termomagnéticos apresentam uma variação brusca de  $\mu$ , em uma temperatura característica que é dependente do campo aplicado H. Saltos na permeabilidade inicial em valores característicos de campo aplicado, também foram observados nas curvas de  $\mu \times H$ . Estes resultados (instabilidades) são analisados em termos da dinâmica do movimento de paredes de domínio e fenômenos envolvendo “*pinning*” de paredes de domínio, causados por anisotropias locais geradas por gradientes de tensões e ordenamento de pares atômicos.

Para a apresentação deste trabalho, introduziremos no capítulo 2, alguns conceitos físicos como tensões residuais, magnetostricção relaxações estruturais, campos de “*pinning*” e anisotropia, e faremos uma descrição dos processos iniciais de magnetização nas ligas amorfas. Daremos também uma

breve descrição do trabalho de Zhao-Hua e Dao-Sheng [Zhao-Hua e Dao-Sheng 1981] que faz uma estimativa do campo de “*pinning*”. No capítulo 3, daremos uma descrição do nosso experimento, uma descrição dos equipamentos utilizados, e das características das amostras utilizadas. No capítulo 4, mostraremos os resultados obtidos e os discutiremos baseados nos conceitos apresentados no capítulo 2. Por fim, no capítulo 5, apresentaremos algumas conclusões e sugestões para trabalhos futuros.

# Capítulo 2

## Introdução Teórica

Neste capítulo faremos uma revisão de alguns conceitos físicos envolvidos na compreensão dos processos de magnetização e faremos uma breve descrição destes processos que serão úteis para a interpretação dos resultados observados neste trabalho. Faremos também uma breve exposição do trabalho desenvolvido por Zhao-Hua e Dao-Sheng [Zhao-Hua e Dao-Sheng 1981] que procura explicar a origem da variação brusca na permeabilidade inicial  $\mu$  com o campo aplicado em ligas amorfas.

### 2.1 Tensões Residuais

Em um material sólido, existem zonas de compressão e de tensão que, no caso de materiais magnéticos, podem influir nos processos de magnetização. Estas tensões internas podem ter duas origens :

- (a) Tensões Aplicadas
- (b) Tensões Residuais

Tensões aplicadas são aquelas geradas quando se aplica uma força externa ao material. Tensões residuais são aquelas existentes no material, mesmo não

havendo aplicação de forças externas. Podemos dividir as tensões residuais em dois tipos :

- i. Macrotensão Residual
- ii. Microtensão Residual

As macrotensões residuais são razoavelmente constantes ao longo de volumes consideráveis do material. Já as microtensões residuais variam rapidamente de intensidade e até mesmo de sinal (podendo assumir características de tensão ou compressão) ao longo de pequenos volumes dentro do material. A figura 2.1 mostra como tensões residuais podem se comportar em um pequeno volume de material.

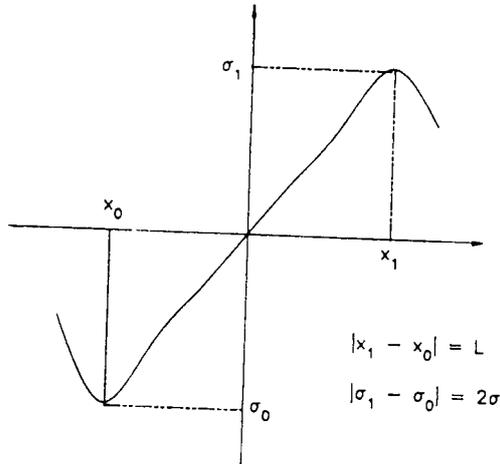


Figura 2.1: Tensões residuais

O arranjo estrutural dos amorfos pode ser descrito através de parâmetros locais, como os níveis de tensões residuais locais [Egami 1981]. Segundo Egami, variações nos níveis de tensão local, em relação a um estado amorfo ideal isotrópico e homogêneo, representam defeitos estruturais. Existem três tipos de defeitos,  $p$ ,  $n$ , e  $\tau$ , onde os tensores dominantes são respectivamente compressão, tração e cisalhamento. Estes defeitos são identificados como

regiões onde os valores locais diferem dos seus valores médios. Em princípio, qualquer perturbação estrutural pode ser descrita por esses parâmetros locais em termos de dois tipos de rearranjos estruturais :

1. Rearranjos conservativos, onde há uma conservação da distribuição estatística macroscópica dos parâmetros locais. A densidade total de defeitos não se altera mas estes podem individualmente migrar, alterar sua natureza ou aniquilar-se.
2. Rearranjos não conservativos, onde a densidade total de defeitos se altera através de aniquilação ou recombinação de defeitos.

## 2.2 Relaxação Estrutural

Um aspecto característico em ligas amorfas, é o seu estado metaestável, e portanto, a existência de fenômenos de relaxação estrutural. Tais fenômenos são termicamente ativados, podendo inclusive ocorrer à temperatura ambiente.

Durante a relaxação estrutural, a liga amorfa passa de estados menos estáveis para outros mais estáveis, sem no entanto deixar de permanecer no estado metaestável amorfo. Os mecanismos de relaxação estrutural são chamados de processos de ordenamento de curto alcance, sendo possível separá-los em mecanismos reversíveis e irreversíveis [Gibbs *et al* 1983, Kronmüller 1983, Bourrous e Kronmüller 1989, Santos e Missel 1989]. Relaxações estruturais reversíveis se devem a ordenamentos químicos de curto alcance (CSRO), enquanto que mudanças irreversíveis ocorrem por ordenamentos topológicos de curto alcance (TSRO).

## 2.2.1 Ordenamento Topológico de Curto Alcance - TSRO

Muitas propriedades dos amorfos dependem de detalhes geométricos da sua estrutura e do grau de aleatoriedade da mesma. Egami denominou este tipo de ordem de ordem topológica de curto alcance (TSRO) [Egami 1978(b)]. Algumas mudanças irreversíveis podem ser, segundo Egami, explicadas em termos da redução dos segundos momentos de parâmetros locais, como as tensões locais. Em geral, a média volumétrica das tensões locais é nula, e portanto o estado de tensões deve ser caracterizado por seus segundos momentos ( $\langle p^2 \rangle e \langle \tau^2 \rangle$ ). Através de tratamentos térmicos,  $\langle p^2 \rangle$  sofre relaxações de forma irreversível e portanto algumas propriedades físicas também.

Um segundo modelo, baseado em sistemas de dois níveis, foi desenvolvido por Kronmüller [Kronmüller 1983]. Neste modelo, Kronmüller se baseia na concepção de Anderson [Anderson *et al* 1972] para sistemas vítreos. Segundo esta concepção, os sistemas vítreos possuem átomos ou grupos de átomos que podem se acomodar igualmente bem em posições distintas apresentando desta maneira diferentes estados metaestáveis possíveis, ou diferentes configurações topológicas. Estas configurações são representadas por mínimos de energia em um diagrama potencial, como mostrado na figura 2.2. Transições entre as diferentes configurações são possíveis por ativação térmica sendo que  $Q$  representa a energia de ativação dos diversos processos e  $\Delta E$  a diferença de energia entre as configurações.

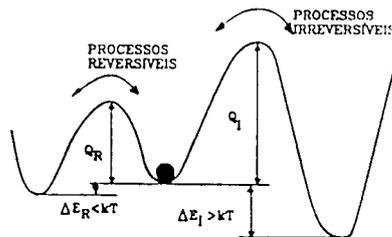


Figura 2.2: Diagrama de Energia

As transições entre as diferentes configurações energeticamente diferentes, ( $\Delta E > kT$ ) são irreversíveis. No processo de relaxação estrutural, os átomos ou grupos de átomos transitam de um mínimo a outro por processos difusivos.

### 2.2.2 Ordenamento Químico de Curto Alcance - CSRO

A maioria dos materiais amorfos são ligas e portanto o arranjo químico de seus componentes é um fator importante. Variações de uma propriedade física de uma liga para outra podem ser explicadas supondo-se arranjos químicos diferentes. O ordenamento químico de curto alcance (CSRO) descreve a troca de átomos entre sítios na estrutura amorfa. É análogo ao ordenamento químico nas ligas cristalinas. No diagrama de energia mostrado na figura 2.2, o CSRO é caracterizado por mínimos de energia, energeticamente equivalente, ou seja,  $\Delta E < kT$ . Assim, podemos ter diferentes configurações químicas sem no entanto afetar a estrutura total na liga. A figura 2.3 mostra algumas configurações que representam ordem química diferente, mas energeticamente equivalentes.

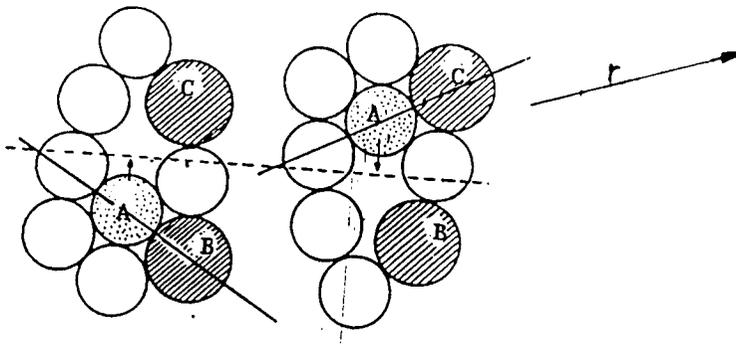


Figura 2.3: Configurações mostrando diferentes ordens químicas, energeticamente equivalentes

A configuração mostrada na figura 2.3 (a) é energeticamente equivalente a configuração (b). Em (a), existe um acoplamento entre os átomos A e B,

que formam um “par ordenado”. Um campo magnético aplicado na direção  $r$ , faz com que os átomos A e C se acoplem formando outro par ordenado. Este par define uma direção de fácil magnetização diferente da anterior, mas energeticamente equivalente. Note que não há necessidade de haver uma mudança estrutural significativa para se obter diferentes ordenamentos na estrutura amorfa. Isto caracteriza os ordenamentos químicos de curto alcance, e portanto, as mudanças reversíveis.

## 2.3 Magnetostricção

Quando um material ferromagnético é magnetizado, ocorrem mudanças, muito pequenas, em suas dimensões. Esse efeito, chamado de *magnetostricção* [Cullity pag.248], foi descoberto por Joule em 1842. A fração que relaciona a mudança na dimensão  $\Delta l$  pela dimensão  $l$  é a magnetostricção  $\lambda$  :

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l} \quad (2.1)$$

O valor de  $\lambda$  medido na magnetização de saturação é chamado de *magnetostricção de saturação* e é representado pelo símbolo  $\lambda_s$ . O efeito inverso também é observado, ou seja, um material ferromagnético submetido a forças externas, tem suas propriedades magnéticas alteradas. A magnetostricção se origina da interação entre os momentos magnéticos atômicos, e a anisotropia magnética. A magnetostricção tem portanto, várias consequências práticas.

## 2.4 Anisotropia

Um material é considerado anisotrópico quando suas propriedades físicas dependem da direção em que são medidas. O grau de anisotropia pode ser medido pela energia de anisotropia e pelas constantes de anisotropia.

Anisotropia pode ter várias causas. Cristais apresentam, intrinsecamente, uma *anisotropia magnetocristalina* devido ao acoplamento spin-órbita de seus

íons magnéticos. Além disso, a forma do material pode gerar uma *anisotropia de forma*. Um material submetido a tensões apresenta eixos de fácil magnetização gerados pelas tensões, ou seja, uma *anisotropia por tensão*.

Ligas amorfas ideais não apresentam qualquer anisotropia macroscópica uma vez que são homogêneas e isotrópicas. Entretanto, materiais amorfos reais não correspondem a essa situação, apresentando diversos graus de anisotropia [Graham e Egami 1978]. Fitas amorfas produzidas por resfriamento rápido, sofrem resfriamentos diferenciados ao longo de sua estrutura e isso gera tensões residuais distribuídas de forma inhomogênea. Essas tensões, através de interações magnetoelásticas, geram anisotropias magnéticas localizadas.

A anisotropia por tensão é medida pela energia de anisotropia por tensão que é descrita por [Cullity pag.273] :

$$E_{me} = K_{\sigma} \cdot \sin^2 \theta \quad (2.2)$$

onde :  $\theta$  = ângulo entre :  $\left\{ \begin{array}{l} \text{Magnetização de Saturação } M_s \\ \text{Tensão Residual } \sigma \end{array} \right.$

$K_{\sigma}$  = constante de anisotropia por tensão dada por :

$$K_{\sigma} = \frac{3}{2} \cdot \lambda_s \cdot \sigma \quad (2.3)$$

Na escala atômica, a anisotropia magnética existe mesmo em ligas amorfas ideais. Cada íon magnético experimenta um campo elétrico anisotrópico devido a seus íons vizinhos. A intensidade e direção de tal anisotropia varia de posição a posição na estrutura amorfa. Se não houver uma distribuição randômica dos arranjos locais, podemos ter uma anisotropia macroscópica de origem puramente microscópica. O ordenamento de pares atômicos, também pode servir como fonte de anisotropias. Quando pares atômicos interagem, estas interações definem direções de fácil magnetização locais, que muitas

vezês diferem da direção média ao longo da estrutura amorfa, definindo anisotropias locais.

## 2.5 Processos de Magnetização em Fitas Amorfas com $\lambda_s \simeq 0$

### 2.5.1 Processos de Magnetização

De acordo com a teoria de magnetização, quando materiais magnéticos moles são submetidos a uma campo magnético crescente, sua magnetização  $M$  cresce e atinge a magnetização de saturação  $M_s$ . Tal processo é chamado de processo de magnetização. No início da magnetização, o intervalo onde a magnetização sofre a mudança reversivelmente, a permeabilidade é chamada de permeabilidade inicial. Neste intervalo existem dois processos reversíveis que governam a magnetização em campos muito baixos :

- Rotação da magnetização local.
- Movimento de paredes de domínio.

Geralmente, nesta região de permeabilidade inicial em materiais ferromagnéticos moles, é considerado como processo dominante, o processo de deslocamento de paredes de domínios. A contribuição do deslocamento de paredes de domínio ou de rotação para a região de baixos campos é inteiramente dependente do particular estado da estrutura de domínios, da permeabilidade inicial e da magnetostricção. Nas partículas com mono-domínios, por exemplo, o processo de magnetização por rotação é predominante. Os materiais amorfos aqui estudados, apresentam características magnéticas tais, que os processos de magnetização por rotação também podem ter uma grande contribuição comparados com os processos de magnetização por deslocamento de paredes. Estes materiais amorfos praticamente não apresentam anisotropia cristalina, sua magnetostricção é aproximadamente zero e a permeabilidade

magnética inicial é  $\approx 10^4$ . Estas propriedades são semelhantes às das ligas cristalinas de Fe-Ni 21 % submetidas a tratamentos térmicos especiais [Chikazumi pag 263]. O alto valor da permeabilidade inicial na liga foi interpretado como sendo devido aos processos de magnetização por rotação incoerente predominante ao movimento de paredes.

Existem duas outras razões pelas quais a rotação da magnetização local pode participar do processo de magnetização inicial nestas ligas amorfas, no estado “as-cast” :

- i. A teoria clássica prevê um coeficiente  $c_t$  de perdas por correntes de Foucault (“*eddy currents*”) sem levar em conta qualquer estrutura de domínios. O cálculo deste coeficiente nas ligas em questão, leva a um valor muito próximo do valor experimental.
- ii. Supondo que os processos envolvendo rotação da magnetização local dominam o processo inicial de magnetização, e utilizando então a teoria clássica de magnetização [Chikazumi pag.260], o valor da permeabilidade inicial por ser calculado pela relação :

$$\mu = \frac{B_s^2}{18\pi\lambda_s\sigma} \quad (2.4)$$

onde :

- $B_s$  = indução de saturação,
- $\lambda_s$  = magnetostricção de saturação,
- $\mu$  = permeabilidade inicial,
- $\sigma$  = tensões residuais.

Para as ligas em questão, temos experimentalmente :

$$\begin{aligned} B_s &= 7000\text{G}, \\ \lambda_s &= 10^{-7}, \\ \mu &= 2000. \end{aligned}$$

e , desta forma obtemos :

$$\sigma = 4.3 \times 10^9 \frac{\text{dyna}}{\text{cm}^2}$$

Este valor é muito próximo de valores obtidos para outras ligas amorfas [Egami *et al* 1975]. A magnetização em materiais cristalinos, ocorre primeiro por movimento das paredes de domínios, e depois por rotação da magnetização local. Já no amorfos, a ausência da anisotropia magnetocristalina e a presença de uma anisotropia localizada, faz com que o processo de magnetização por rotação da magnetização local também contribua na magnetização inicial destes materiais.

### 2.5.2 Campo de “Pinning” $H_p$ , Devido a Tensões Residuais

Durante a produção de fitas amorfas, a reprodutibilidade das amostras é extremamente difícil, e mesmo numa mesma fita, pode-se obter taxas de resfriamento não homogêneas. Uma vez que as tensões residuais são função desta taxa de resfriamento, sua intensidade varia de amostra para amostra. Além disso, o sinal da tensão residual pode variar dentro da amostra, existindo áreas de tensão e de compressão (ver figura 2.1). Portanto tratar os processos de magnetização por meio da análise das tensões residuais não é trivial. Como vimos na seção anterior, tanto o processo de magnetização por rotação como por deslocamento de paredes pode ocorrer para o início da magnetização, devido ao material ser aproximadamente isotrópico. Mas devido a existência da tensão residual na fita amorfa, algumas paredes de domínios ficam travadas, portanto a contribuição dos processos por deslocamento de paredes torna-se predominante a partir de uma certa intensidade de campo aplicado, onde se verifica uma mudança repentina na magnetização inicial do material. Assim, podemos fazer uma análise de como o gradiente destas tensões influencia nos processos de magnetização.

Existe portanto uma mudança repentina no processo inicial de magnetização com o campo aplicado, sendo que no campo crítico  $H_p$  temos o destravamento de paredes de domínio no material. Devemos analisar o limite do movimento destas paredes, para podermos determinar o valor do campo necessário para movê-las. Este campo é normalmente conhecido como campo de “*pinning*”.

A estrutura de domínios nos amorfos é complexa, assim como a dinâmica das paredes. Assim, temos que fazer uso de um tratamento mais simples para podermos resolver o problema. Vamos supor então uma configuração de paredes de  $180^\circ$  (figura 2.4).

Quando aplicamos um campo  $H$  ao material, a parede que está em equilíbrio na posição 1, se move para a posição 2. Se considerarmos uma unidade de área  $\vec{s}$  perpendicular ao movimento da parede, a parede desloca um volume  $\vec{s} \cdot dx$  ao se mover.

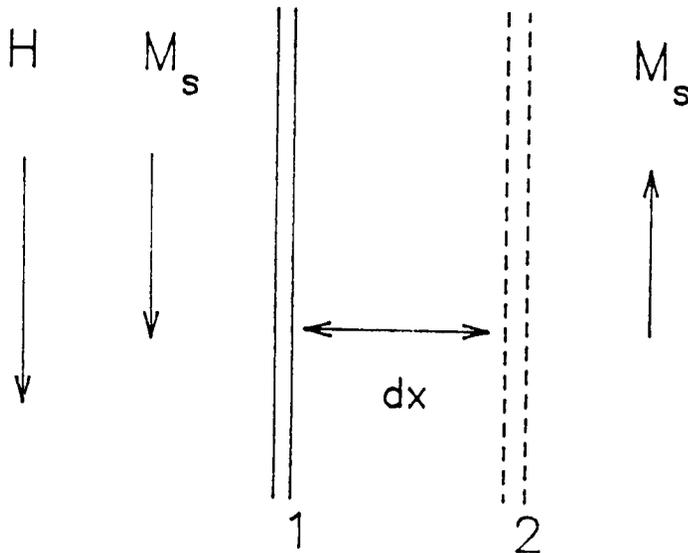


Figura 2.4: Modelo de paredes de  $180^\circ$

O vínculo magnetostritivo dos domínios em cada lado da parede é o mesmo pois este não depende do sentido da magnetização. Portanto, quando a parede se desloca não há mudança na energia magnetoelástica, seja qual for a distribuição de tensões ao longo da liga. O único efeito de tensões é alterar a energia da parede. Esta energia pode ser escrita da seguinte forma [Cullity pag.328] :

$$\gamma = 2 \cdot K'_\sigma \cdot \delta \quad (2.5)$$

onde :

$\delta$  = tamanho da parede,

$K'_\sigma$  = anisotropia por tensão

Podemos escrever a equação 2.5 como (usando 2.3 ) :

$$\begin{aligned} \gamma &= 2 \cdot \delta \left[ \frac{3}{2} \cdot \lambda \cdot \sigma \right] \\ \gamma &= 3 \cdot \delta \cdot \lambda \cdot \sigma \end{aligned} \quad (2.6)$$

Supondo uma variação linear das tensões residuais ao longo da região por onde se desloca a parede :

$$\sigma = g \cdot x \quad (2.7)$$

onde  $g$  é o gradiente de tensões.

É assim, de 2.6 e 2.7 :

$$\gamma = 3 \cdot \delta \cdot \lambda \cdot g \cdot x \quad (2.8)$$

Logo a variação da energia da parede ao se deslocar é :

$$\frac{d\gamma}{dx} = 3 \cdot \delta \cdot \lambda \cdot g \quad (2.9)$$

O campo aplicado H, ao mover a parede, altera a energia potencial da mesma. A variação total da energia potencial é :

$$dE_p = -2 \cdot H \cdot M_s \cdot dx \quad (2.10)$$

A energia total de parede é:

$$E_{parede} = E_p + \gamma \quad (2.11)$$

sendo que sua variação é:

$$\frac{dE_{parede}}{dx} = \frac{dE_p}{dx} + \frac{d\gamma}{dx} \quad (2.12)$$

Assim, de 2.9, 2.10 e 2.12 , temos:

$$\frac{dE_{parede}}{dx} = -2 \cdot H \cdot M_s + 3 \cdot \delta \cdot \lambda \cdot g \quad (2.13)$$

No equilíbrio :

$$2 \cdot H \cdot M_s = 3 \cdot \delta \cdot \lambda \cdot g \quad (2.14)$$

Uma vez que  $g$  é o gradiente de tensão, podemos escrever :

$$2 \cdot H \cdot M_s = 3 \cdot \delta \cdot \lambda \cdot \frac{\partial \sigma}{\partial x} \quad (2.15)$$

Isolando H desta equação temos :

$$H = \frac{3}{2} \cdot \frac{\delta \lambda}{M_s} \cdot \frac{\partial \sigma}{\partial x} \quad (2.16)$$

O campo H da equação 2.16 é o campo necessário para retirar a parede do seu equilíbrio. As tensões não obedecem uma distribuição homogênea. Existem regiões com tensão máxima  $+\sigma$  e regiões com compressão máxima  $-\sigma$ . Levando isso em consideração, o valor máximo para o gradiente  $g$  na equação 2.8 é dado por :

$$\left[ \frac{\partial \sigma}{\partial x} \right]_{máx} = \frac{\Delta \sigma}{\Delta x} = \frac{2\sigma}{L} \quad (2.17)$$

onde  $L$  é a dimensão da região onde há a variação de tensão (figura 2.1). Desta forma, usando 2.17 em 2.16 temos :

$$(H_p)_{min} = \frac{3\delta\lambda}{M_s} \cdot \frac{\sigma}{L} \quad (2.18)$$

Podemos estimar a ordem de grandeza deste campo de “pinning” pois conhecemos os termos na equação 2.18.

$$\begin{aligned} M_s &= 7000 \text{ G} \\ \lambda &= 10^{-7} \\ \sigma &= 4.3 \times 10^9 \text{ dyna/cm}^2 \\ L &= (10-100)\sigma \end{aligned}$$

E portanto :

$$H_p \simeq (2-20) \text{ mOe}$$

### 2.5.3 Campo de “Pinning” $H_p$ , Devido a Ordenamento de Pares

O campo de “pinning” devido a ordenamento de pares atômicos, é descrito de acordo com a teoria de Kronmüller para campos coercitivos em amorfos [Kronmüller 1981]. De acordo com o modelo de Kronmüller, o campo crítico devido a defeitos móveis (pares atômicos) pode ser descrito pela relação :

$$h(t) = \frac{C}{kT} \langle e f f^2 \rangle G(t) \quad (2.19)$$

O fator  $G(t)$  descreve o comportamento de  $h$  com o tempo, pois há fenômenos de relaxação envolvidos, que não estão sendo tratados aqui. Assim podemos reescrever a equação 2.19 sem levar em conta as relaxações no tempo :

$$h = \frac{C}{kT} \langle e f f^2 \rangle \quad (2.20)$$

onde :

$C$  = concentração de defeitos,

$\langle e f f^2 \rangle$  = energia de interação entre os defeitos e  $M_s$ ,

$k$  = constante de Boltzman.

Informações diretas a respeito dos defeitos móveis podem ser obtidas pelo termo  $h$  dado por 2.20, pois ele não contém parâmetros relacionados com a estrutura de domínios.

O termo  $\langle e f f^2 \rangle$  descreve a energia de interação entre os pares móveis, incluindo interações de troca e acoplamentos spin-órbita, quando os efeitos magnetoelásticos são negligenciáveis. Para temperaturas baixas ( $T < 200\text{K}$ ), os campos críticos devido a defeitos móveis são muito baixos e são mascarados por efeitos devido a anisotropias por tensão. Para temperaturas mais altas (acima de  $200\text{K}$ ), temos uma relaxação das tensões locais, mas temos um aumento da energia de interação entre os pares móveis  $\langle e f f^2 \rangle$ . Isso pode dar origem a grandes forças de “*pinning*”, mesmo em temperaturas mais altas.

#### 2.5.4 Anomalia na Permeabilidade Inicial

Lin Zhao-Hua [Zhou-Hua e Dao-Sheng 1981] observou que fitas ferromagnéticas amorfas com  $\lambda_s \simeq 0$ , no seu estado “as-cast”, apresentavam uma instabilidade no comportamento da permeabilidade inicial  $\mu$  como função do campo aplicado.

Seu experimento consistia em aplicar um campo senoidal  $h = H \sin \omega t$  na direção longitudinal de uma amostra em forma de fita e medir a indu-

ção magnética da amostra em uma bobina “pick-up”. A curva de indução magnética  $B$  em função do campo aplicado  $H$ , para fitas de diversas composições nominais, cresce lentamente com  $H$  até que esse atingir um valor característico  $H_p$ . Acima deste valor ( $H > H_p$ ) a indução passa a crescer rapidamente com  $H$  (ver figura 2.5).

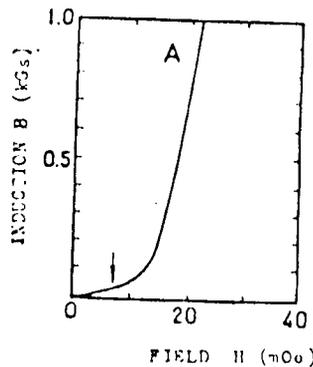


Figura 2.5: Dependência com o campo da indução magnética  $B$  para uma liga amorfa de  $\lambda_s \simeq 0$  [Zhao-Hua e Dao-Sheng 1981]

Zhao-Hua observou ainda, que as curvas de permeabilidade inicial e de fatores de perda em função de  $H$  eram independentes de  $H$  para  $H \leq H_p$  mas que cresciam rapidamente para  $H > H_p$  que são mostradas nas figuras 2.6 e 2.7.

Estes fenômenos sugerem que a partir do valor crítico  $H_p$  há uma mudança repentina nos processos de magnetização destes materiais. Uma vez que na região inicial da curva de magnetização, a indução cresce linearmente com o campo aplicado devido aos processos de magnetização que ocorrem principalmente por rotação da magnetização local, é razoável supor que, para  $H > H_p$  os processos dominantes de magnetização sejam agora, por movimento de paredes de domínios, pois neste caso, para  $H=H_p$ , houve um destravamento das paredes de Bloch.

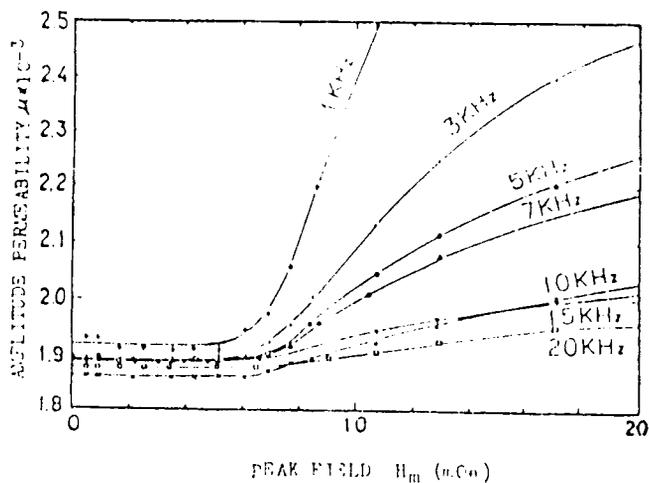


Figura 2.6: Permeabilidade inicial  $\mu_i$  como função do campo aplicado H para uma liga amorfa de  $\lambda_s \approx 0$

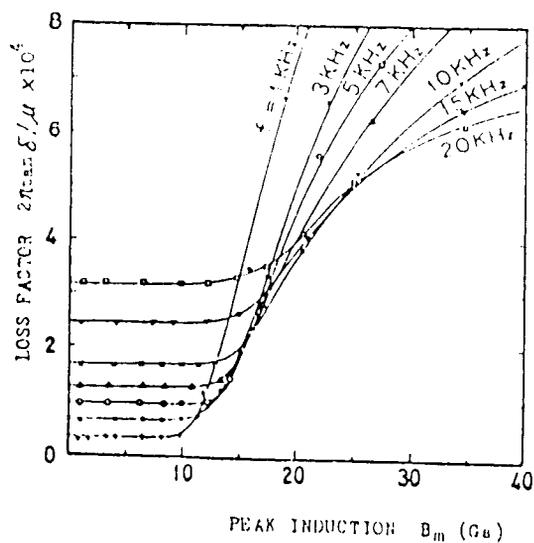


Figura 2.7: Fatores de perda magnética como função do campo induzido B para uma liga amorfa de  $\lambda_s \approx 0$

Teoricamente, em materiais cristalinos, qualquer campo não nulo aplicado ao material é suficiente para mover as paredes de domínio. Em materiais onde não há uma anisotropia magnetocristalina, a magnetização de saturação é alcançada com campos aplicados muito baixos. Em materiais reais, campos dezenas ou centenas de vezes maiores são necessários para levar o material à saturação. Isso ocorre pois existem defeitos estruturais, impurezas na forma de precipitados, e anisotropias que bloqueiam o movimento das paredes de domínio.

Em ligas amorfas, não existem imperfeições cristalinas, inclusões e pouco anisotropia magnetocristalina. Portanto, os defeitos que governam o campo coercitivo nos cristais não existem nos amorfos. Porém, se observa um bloqueio ou “*pinning*” de paredes nestes materiais e conseqüentemente, um campo coercitivo, ainda que muito baixo.

As altas taxas de resfriamento necessárias para se obter o estado amorfo, não permitem que impurezas presentes na liga formem precipitados (elas permanecem em solução mesmo após a completa solidificação do material). Por outro lado, os resfriamentos diferenciados ao longo da estrutura da liga, que ocorrem durante sua fabricação, geram tensões residuais da ordem de  $10^9$  dyna/cm<sup>2</sup>. Apesar de nas ligas em questão, a magnetostricção ser baixa (da ordem de  $10^{-7}$ ) o produto  $\lambda_s \sigma$  pode chegar a  $10^3$  erg/cm<sup>3</sup> e conseqüentemente, a anisotropia por tensão (equações 2.3 e 2.2) desempenha um papel importante nos processos de magnetização não podendo ser desprezada. Aliada as anisotropias por tensão, temos as anisotropias locais geradas por ordenamentos de pares atômicos. Assim, o bloqueio ou “*pinning*” das paredes de domínio nos amorfos pode ser , explicado por modelos baseados em anisotropias locais.

# Capítulo 3

## Parte Experimental

Neste capítulo será feita uma descrição dos equipamentos utilizados durante o desenvolvimento deste trabalho, das amostras utilizadas, e dos procedimentos experimentais adotados.

### 3.1 Equipamento

Foram utilizados diversos equipamentos de medida, e foram construídos um forno, para tratamentos térmicos, e dois suportes de amostras, para realização deste trabalho. A seguir daremos uma breve descrição da cada aparelho utilizado e do método experimental empregado por nós.

#### 3.1.1 Suporte de amostras (SA)

Os suportes de amostras, como o próprio nome diz, são dispositivos onde são colocadas as amostras durante o experimento. Utilizamos dois suportes de amostra no decorrer dos experimentos. O primeiro suporte (SA-1) foi utilizado nas medidas de permeabilidade inicial, e de seu comportamento com a temperatura. Ele é composto por dois tubos de pirex de diâmetros diferentes sobre os quais foram enroladas bobinas. O tubo de diâmetro maior ( $\phi = 1.2\text{cm}$ ) possui a bobina excitadora, enquanto a bobina sensora, está

no tubo de diâmetro menor ( $\phi = 0.7\text{cm}$ ). Estes tubos foram montados em geometria uniaxial. Ambas as bobinas são feitas com um fio especial, recoberto com uma fina camada de material cerâmico, para poder suportar as altas temperaturas de tratamentos as quais são submetidas durante o experimento. A bobina excitadora é composta de 40 espiras, ocupando 5cm de comprimento. A bobina sensora é formada por 50 espiras, ocupando 0.9cm (figura 3.1). Este suporte não possui compensação para o campo induzido do ar. Isto se mostrou problemático nas medidas de campos críticos, pois este campo é de baixa intensidade. Assim, construímos um segundo suporte (SA-2), que difere do primeiro somente na bobina sensora. Este segundo suporte possui duas bobinas sensoras ligadas em contra-fase, montadas sobre dois capilares de 1mm de diâmetro. A figura 3.1 mostra os dois suportes com algum detalhamento.

Um resistor de  $600\ \Omega$  ligado em série com a bobina excitadora, e outro de  $5\ \text{k}\Omega$ , com a bobina sensora, garante o casamento de impedâncias destas bobinas com a aparelhagem. Trabalhamos com frequências de excitação entre 500 Hz e 20 kHz. Como nosso sistema de bobinas constitui um circuito RL série, com  $R \gg X_L$ , podemos afirmar que as correntes que passam pelas bobinas são simplesmente as correntes que passam pelos resistores em série :

$$I = \frac{V}{R}$$

Assim, o campo magnético gerado pela bobina excitadora pode ser expresso por :

$$H(\text{A/in}) = \frac{N \cdot V}{\ell \cdot R} \quad (3.1)$$

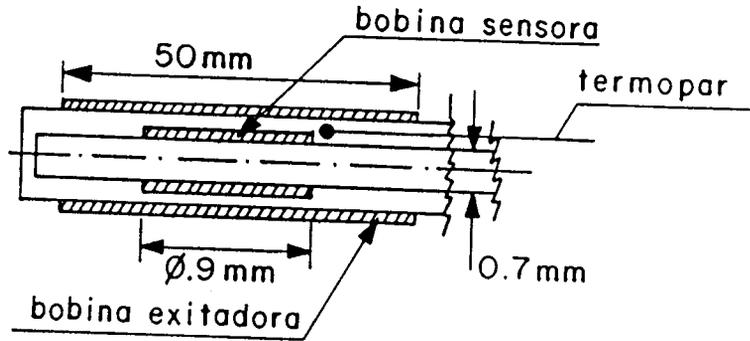
onde :

$N$ =Número de espiras da bobinas,

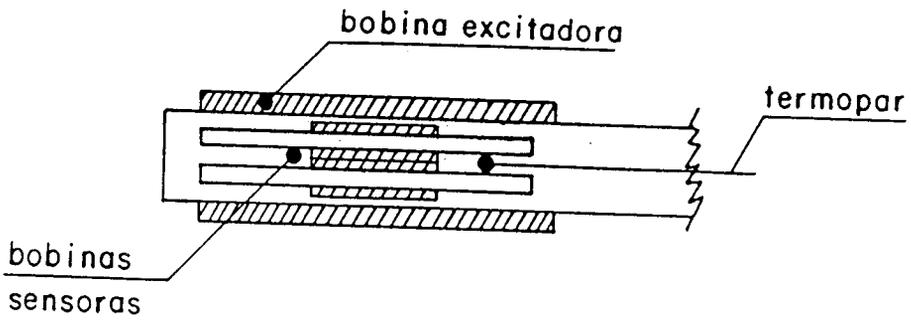
$V$ =Força eletromotriz aplicada à bobina.

$\ell$  = Comprimento da bobina,

$R$  = Resistor em série com a bobina.



(a) SA-1



(b) SA-2

Figura 3.1: Suportes de Amostra. (a) Suporte SA-1, sem bobina de compensação; (b) Suporte SA-2, com bobina de compensação

A aplicação de uma força eletromotriz à bobina excitadora produz, portanto, um campo magnético na direção axial. A intensidade do campo, dada por 3.1.

Uma força eletromotriz induzida é gerada na bobina sensora devido à variações de fluxo magnético. O suporte SA-1 sente variações devido ao “AR” e devido à amostra, enquanto que o suporte SA-2, sente variações basicamente da amostra (pois o sistema é compensado). A força eletromotriz induzida é proporcional à variação de fluxo magnético  $\phi$  no interior da bobina com N espiras :

$$\varepsilon = -N \frac{d\phi}{dt} \quad (3.2)$$

O fluxo magnético  $\phi$  é dado por :

$$\phi = \phi_{ar} + \phi_{amostra} \quad (3.3)$$

onde :

$$\phi_{ar} = B_{ar} \cdot A_{bobina} \quad (3.4)$$

$$\phi_{amostra} = B_{amostra} \cdot A_{amostra} \quad (3.5)$$

Levando 3.3 em 3.2 temos :

$$\varepsilon = -N \left( \frac{d\phi_{ar}}{dt} + \frac{d\phi_{amostra}}{dt} \right) \quad (3.6)$$

Usando 3.4 e 3.5, temos :

$$\varepsilon = -N \left( A_{bobina} \frac{dB_{ar}}{dt} + A_{amostra} \frac{dB_{amostra}}{dt} \right) \quad (3.7)$$

Mas B, pode ser escrito como:

$$B = B_0 \sin(\omega t)$$

e portanto :

$$\frac{B}{dt} = B_0\omega \frac{d \sin(\omega t)}{dt} \quad (3.8)$$

Levando 3.8 em 3.7, e deconsiderando a dependência temporal, temos :

$$\varepsilon = -N\omega(A_{\text{bobina}}B_{\text{ar}} + A_{\text{amostra}}B_{\text{amostra}}) \quad (3.9)$$

Podemos escrever:

$$B_{\text{ar}} = \mu_0 H$$

$$B_{\text{amostra}} = \mu_{\text{amostra}} H$$

ou seja,

$$\varepsilon = -NH\omega(A_{\text{bobina}}\mu_0 + A_{\text{amostra}}\mu_{\text{amostra}}) \quad (3.10)$$

Da equação 3.10, podemos isolar  $\mu_{\text{amostra}}$  :

$$\mu_{\text{amostra}} = \frac{\varepsilon}{HN A_{\text{amostra}}} - \frac{A_{\text{bobina}}\mu_0}{A_{\text{amostra}}} \quad (3.11)$$

onde H é expresso em A/m.

Podemos usar a equação 3.1, e teremos :

$$\mu_{\text{amostra}} = \frac{\varepsilon \ell R}{\omega V N_H N_B A_{\text{amostra}}} - \frac{A_{\text{bobina}}\mu_0}{A_{\text{amostra}}} \quad (3.12)$$

A equação 3.12 dá o valor da permeabilidade inicial da amostra em função das dimensões das bobinas e das forças eletromotrizes aplicada (bobina excitadora) e lida (bobina sensora).

O sistema de bobinas possui um termopar de Cromel-Alumel (Tipo K) que permite a monitoração da temperatura da amostra durante o experimento. Este termopar é magnético e possui uma transição magnética em 150°C. Esta transição produz uma variação no sinal induzido na bobina sensora. Este sinal é muito pequeno em relação ao sinal da amostra (cerca de 10 ~ 20 vezes menor). mas mesmo assim, o termopar é colocado fora da bobina sensora, em contato com a superfície do tubo de pirex. Como a amostra também fica em contato com este tubo, a diferença na temperatura medida e a temperatura real da amostra, é muito pequena (menor que 5 %). Uma proteção de  $\mu$ -metal envolve o suporte de amostras para proteção de campos expúrios.

### 3.1.2 Forno para Tratamentos Térmicos (FT)

A figura 3.2 mostra o forno contruído para tratamentos térmicos. Os suportes de amostra utilizados, se acoplam a este forno de modo a permitir tratamentos térmicos a temperaturas constantes ou variáveis. Basicamente ele se constitui de :

- (a) Cilindro de Quartzo;
- (b) Elemento Resistivo;
- (c) Manta de Isolante Térmico;
- (d) Proteção Externa.

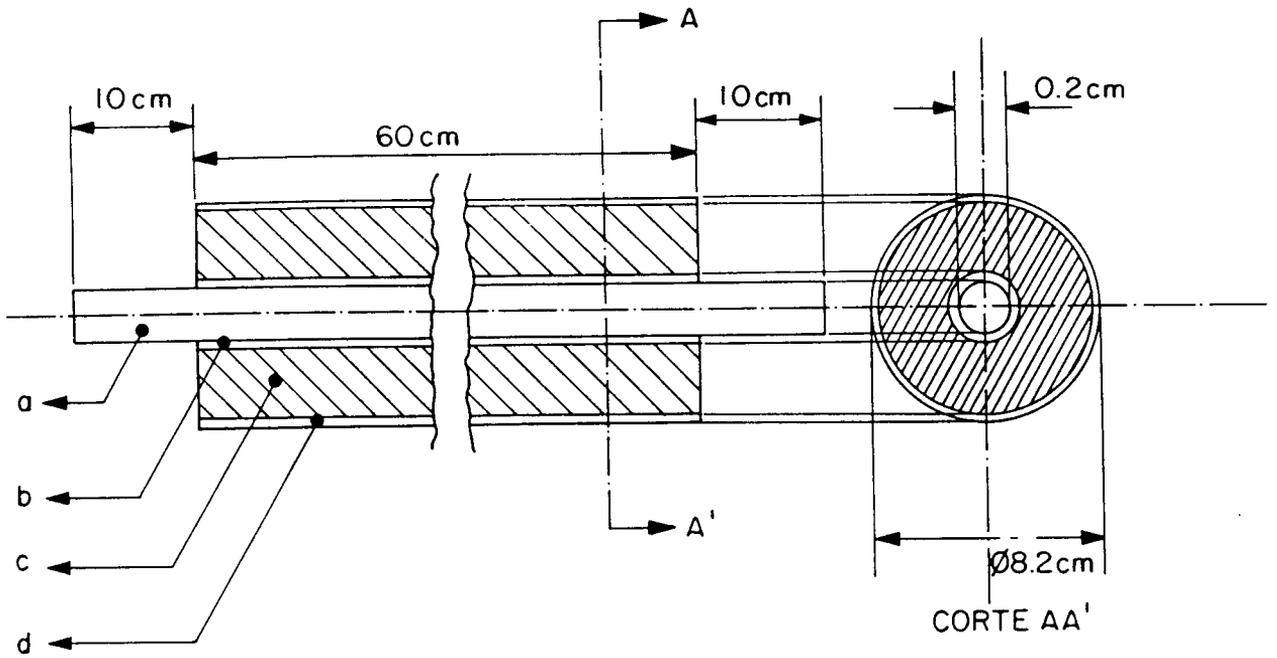


Figura 3.2: Forno para Tratamentos Térmicos

O cilindro de Quartzo possui 80 cm de comprimento e 20 mm de diâmetro. Em cada extremidade existe uma flange com rosca para acoplamento de sistemas de vácuo ou gás inerte.

O Elemento Resistivo é feito em fio de Ni-Cr ( $\phi=0.5\text{mm}$ ) de resistividade  $\rho = 5.5\Omega/\text{m}$ . Ele é enrolado sobre o tubo de Quartzo em formato “não indutivo” ou “bifilar” (figura 3.3) de maneira a se eliminar o campo magnético resultante da corrente de aquecimento.

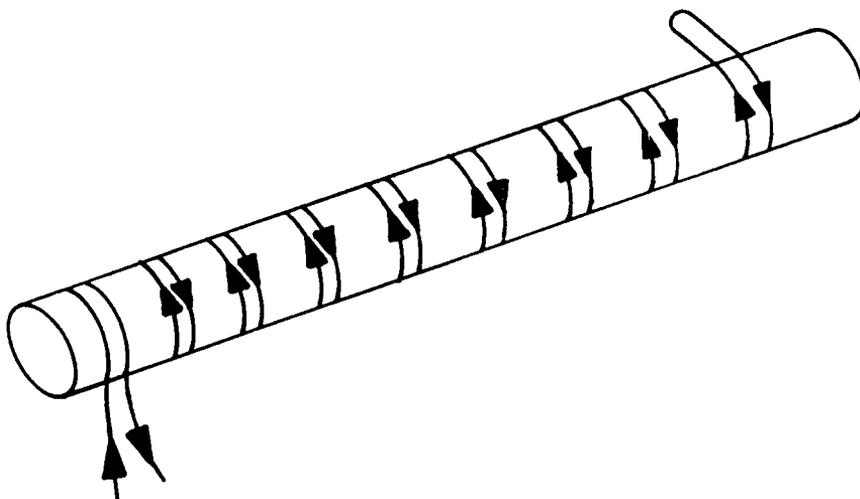


Figura 3.3: Configuração “bifilar”

A manta Isolente é composta de lã cerâmica “KAOWOOL” com condutibilidade térmica  $\kappa = 0.17 \text{ W/m}^\circ\text{C}$ . A proteção externa é feita com uma lâmina de alumínio.

As dimensões do forno mostradas na figura 3.2 foram escolhidas de maneira que a faixa de operação estivesse entre a temperatura ambiente na parte exterior ao forno, e aproximadamente  $600^\circ\text{C}$  no seu interior. Um corte do forno é mostrado na figura 3.4.

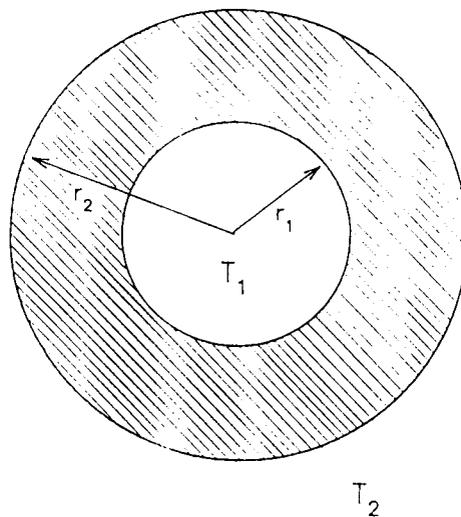


Figura 3.4: Corte do Forno

Para um sistema com esta geometria, a equação que descreve o fluxo de calor da região 1 para a região 2 é:

$$\frac{d^2T}{dr^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{dT}{dr} = 0 \quad (3.13)$$

cuja solução é:

$$\frac{\dot{q}}{L} = \frac{2\pi\kappa(T_1 - T_2)}{\ln \frac{r_1}{r_2}} \quad (3.14)$$

onde :

L=Região que contém o Elemento Resistivo;

$\dot{q}$ = Potência dissipada.

$T_n$ =Temperatura na região n.

O forno dissipa calor através de suas paredes a uma taxa, por unidade de comprimento, dada pela equação 3.14. Este calor, é gerado pelo elemento resistivo. No equilíbrio térmico,  $t_1$  e  $t_2$  são constantes e portanto,  $\dot{q}/L$  também é. Desta forma, a potência gerada no elemento resistivo, é dissipada pelo forno:

$$\dot{q} = R \cdot I^2 = \frac{V^2}{R} \quad (3.15)$$

onde :

I=corrente no elemento resistivo;

$R = \rho \ell$ ;

$\rho$ =resistividade;

$\ell$ =comprimento do elemento.

Das equações 3.14 e 3.15:

$$\ell = \frac{2\pi\kappa(T_1 - T_2)L}{\rho \ln \frac{r_1}{r_2} I^2} \quad (3.16)$$

$\ell$  é o comprimento que o elemento resistivo deve ter.

O forno contruído pode ser acoplado a uma fonte de corrente DC, que fornece até 40 Amperes, ou a um controlador programável de temperatura, este por sua vez, ligado à rede de 110 VAC.

As dimensões do forno são portanto :

$$T_1 = 600^\circ\text{C}$$

$$L = 60\text{cm}$$

$$T_2 = 50^\circ\text{C}$$

$$r_1 = 4.1\text{cm}$$

$$\kappa = 0.17\text{W/m}^\circ\text{C}$$

$$r_2 = 1.0\text{cm}$$

$$\rho = 5.5\Omega/\text{m}$$

Para uma corrente  $I=3\text{A}$ , usando a equação 3.16

$$\ell = 5.04\text{m} \sim 5\text{m}$$

$$R = \rho\ell = 27.5\Omega$$

Como o enrolamento é feito em formato “bifilar”, colocamos misangas de alumina ao longo do comprimento do fio para evitar curto-circuitos.

O perfil de temperatura do forno é mostrado na figura 3.5

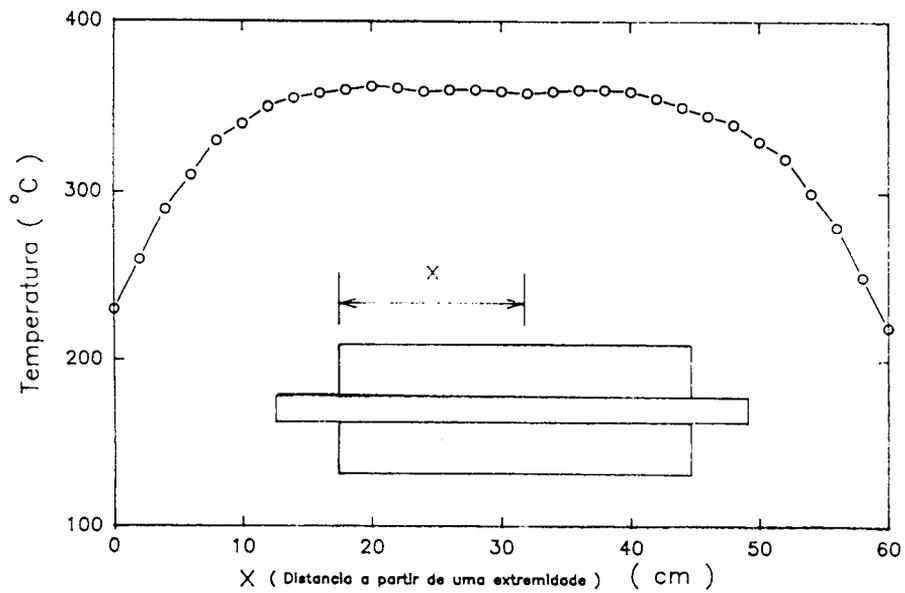


Figura 3.5: Perfil de Temperatura do Forno

Foram feitos também alguns testes com o controlador programável de temperatura, acoplado ao forno. Os resultados mostram que é possível se obter um aquecimento a uma taxa constante de aquecimento (figura 3.6).

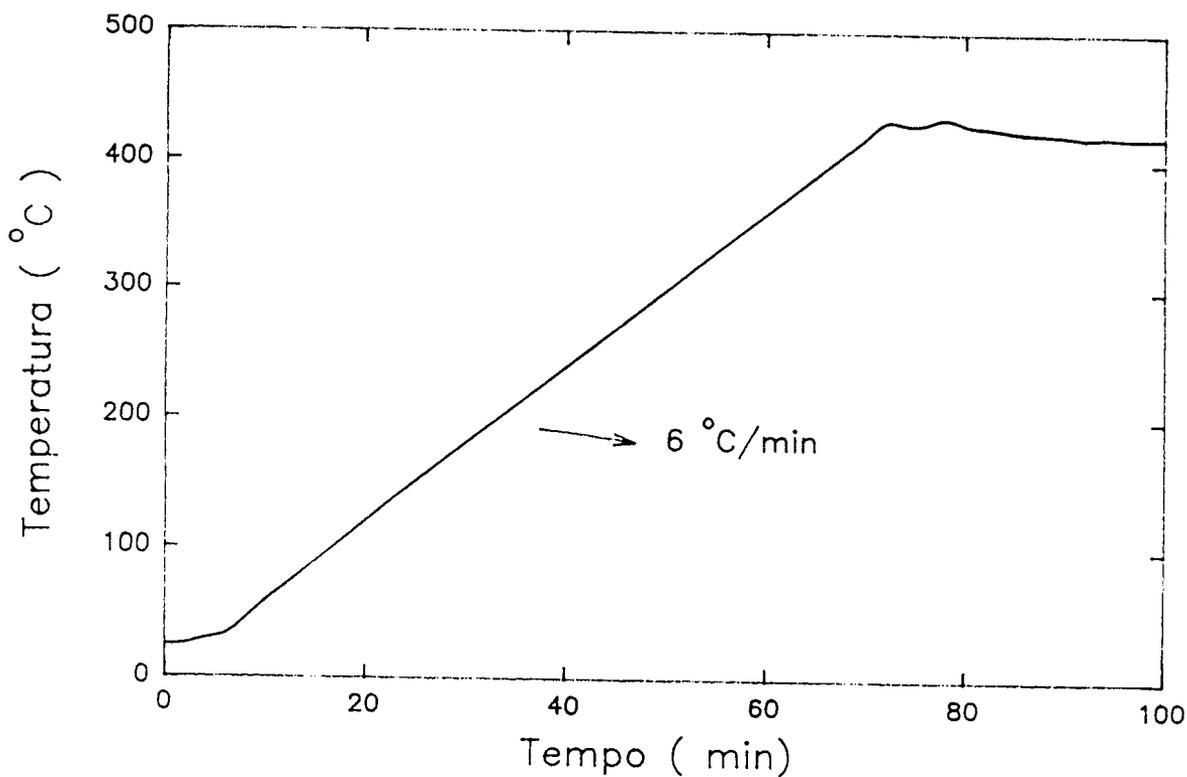


Figura 3.6: Rampa de aquecimento do Forno

### **3.1.3 Outros Aparelhos**

#### **LOCK-IN**

O LOCK-IN foi utilizado em todas as medidas de permeabilidade e de campo crítico. Sua saída senoidal foi usada como fonte de excitação para as amostras. O sinal proveniente da bobina sensora foi aplicado à entrada do pré-amplificador para medidas de permeabilidade e de campo crítico. No início dos experimentos utilizávamos um LOCK-IN analógico, modelo PAR-124. Para as medidas de campo crítico utilizamos um LOCK-IN digital EG&G 5210 de dois canais, que permite a medida de permeabilidade complexa com facilidade.

#### **Amplificador de Sinais**

Para as medidas de campos críticos, tivemos que fazer uso de um amplificador de sinais para excitar a amostra. Isso ocorreu pois o LOCK-IN utilizado tinha um sinal de baixa intensidade na sua saída. O amplificador utilizado foi um PHILLIPS modelo PM-5175.

#### **Analizador de Espectros**

Nas medidas de campos críticos, o sinal proveniente da amostra, se mostrava distorcido em relação à senóide aplicada à amostra. Isso sugeria que havia uma série de componetes harmônicas no sinal. Para verificar tal fato, foi utilizado um analisador de espectros HP-5225. Este aparelho permitiu visualizar o espectro em frequência do sinal proveniente da amostra, e medir a intensidade relativa entre os harmônicos existentes, e em relação à intensidade da senóide pura aplicada.

## 3.2 Amostras

As amostras utilizadas são fitas amorfas, produzidas por "melt-spinner", de composição nominal  $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ . Estas amostras foram produzidas pelo grupo do Prof. Dr. Frank P. Missel, do Instituto de Física da USP. A tabela 3.1 mostra algumas características destas amostras.

$\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$	
Espessura	$23\mu\text{m}$
Comprimento	5.0cm
Largura	1.5mm
Seção Transversal	$3.5 \times 10^{-8}\text{m}^2$
Magnetostricção de Saturação ( $\lambda_s$ )	$-1 \times 10^{-7}$
Magnetização de Saturação	0.79 T
Temperatura de Curie	$\sim 380^\circ\text{C}$

Tabela 3.1: Características das Amostras

A

### 3.3 Procedimento Experimental

Foram realizadas medidas de permeabilidade inicial nas amostras da liga  $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  no estado “as-cast” e pré-tratadas à 673K por 20 min. O pré tratamento tem por objetivo evitar as influências irreversíveis durante a medida, de modo a garantir a reprodutibilidade dos resultados.

Com o objetivo de aprofundar o estudo do comportamento da permeabilidade inicial iniciado por Turtelli e Machado [Turtelli e Machado 1989] e Turtelli e Hengentraub [Turtelli e Hengentraub 1991], foram realizadas medidas de permeabilidade inicial durante ciclos termomagnéticos, para diversas intensidades de campo aplicado  $H$ , onde a temperatura da amostra foi varrida desde a temperatura ambiente até  $T \sim 673\text{K}$ .

O procedimento consistia em levar a amostra ao forno, no suporte SA-1, descrito anteriormente, a temperatura ambiente. Através de um controlador programável de temperaturas, aplicava-se à amostra uma rampa de aquecimento, com uma taxa de aquecimento constante. Em nossas medidas esta taxa foi sempre de 6 K/min. Quando a temperatura da amostra atingia 673K, começava-se automaticamente o processo de resfriamento, na mesma razão, até que a temperatura da amostra atingi-se a temperatura ambiente. O sinal de indução magnética era filtrado e retificado pelo LOCK-IN. O sinal retificado em função da temperatura era registrado por um registrador XY. Uma vez que a intensidade do campo aplicado durante um ciclo termomagnético era mantida constante, o comportamento da indução magnética reflete o comportamento da permeabilidade do material. Foram realizados diversos ciclos termomagnéticos, com diferentes intensidades de campo aplicado. A figura 3.7 mostra o diagrama de blocos deste procedimento.

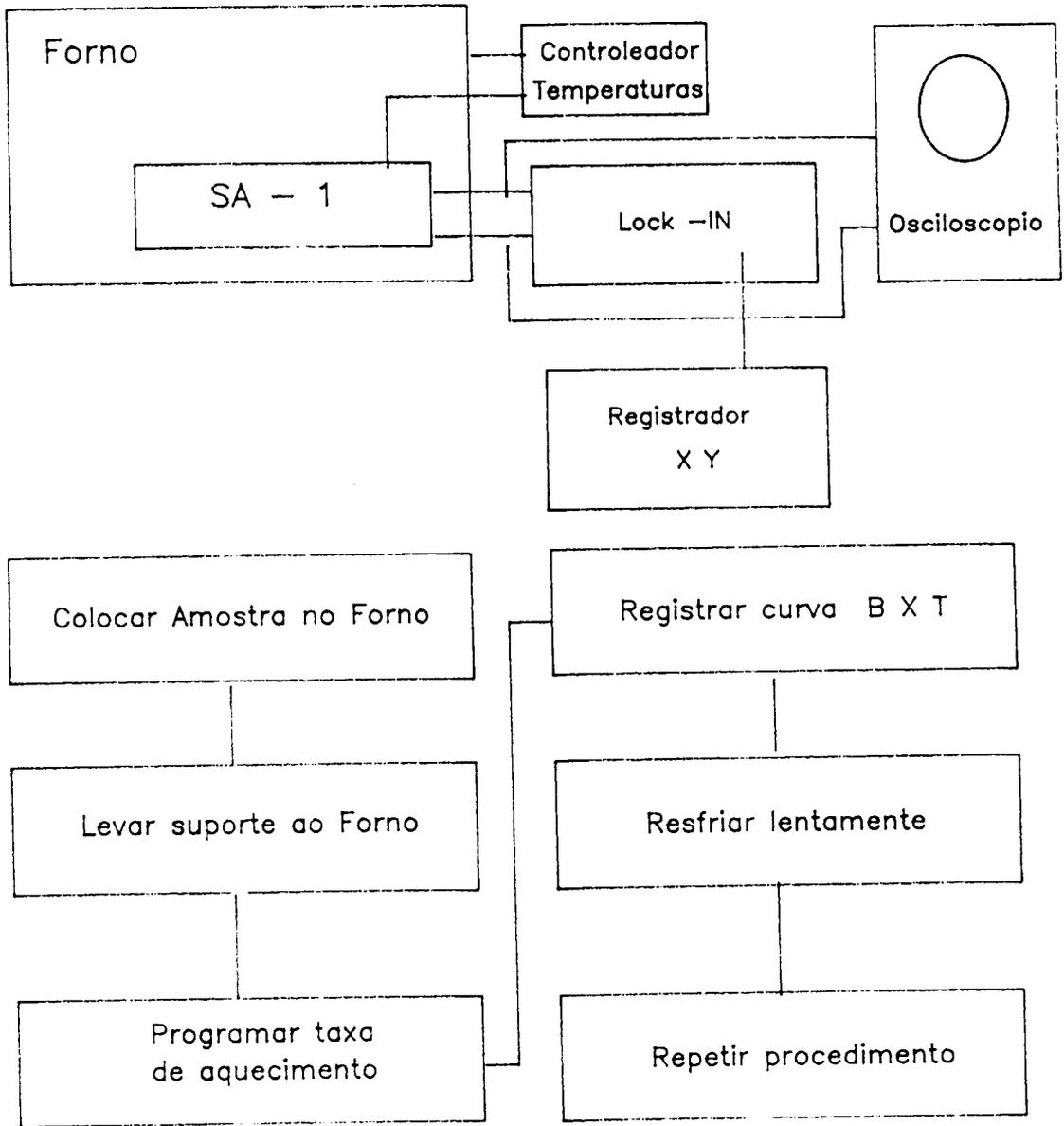


Figura 3.7: Diagrama de blocos para o procedimento de determinação da permeabilidade em função da temperatura, para diversas intensidades de campo aplicado

Fizemos também a determinação da permeabilidade inicial à temperatura ambiente, após um tratamento térmico feito a uma temperatura fixa  $T$  compreendida entre 613 e 683K. Consiste também na medida de permeabilidade em função da frequência de  $H$  durante um tratamento a 673K.

A amostra, colocada no suporte SA-1 pré aquecido, é levada ao forno, também pré aquecido. Após 180s na temperatura desejada, a amostra é retirada do forno e resfriada rapidamente sobre uma placa de cobre com a finalidade de se obter um congelamento da estrutura de domínios a alta temperatura. Mede-se então, a indução magnética  $B$ , à temperatura ambiente, e determina-se a permeabilidade inicial através da inclinação da curva  $B \times H$ .

Os tratamentos térmicos foram realizados com e sem a presença de um campo magnético ac aplicado à direção longitudinal da fita.

O diagrama de blocos deste procedimento é mostrado na figura 3.8.

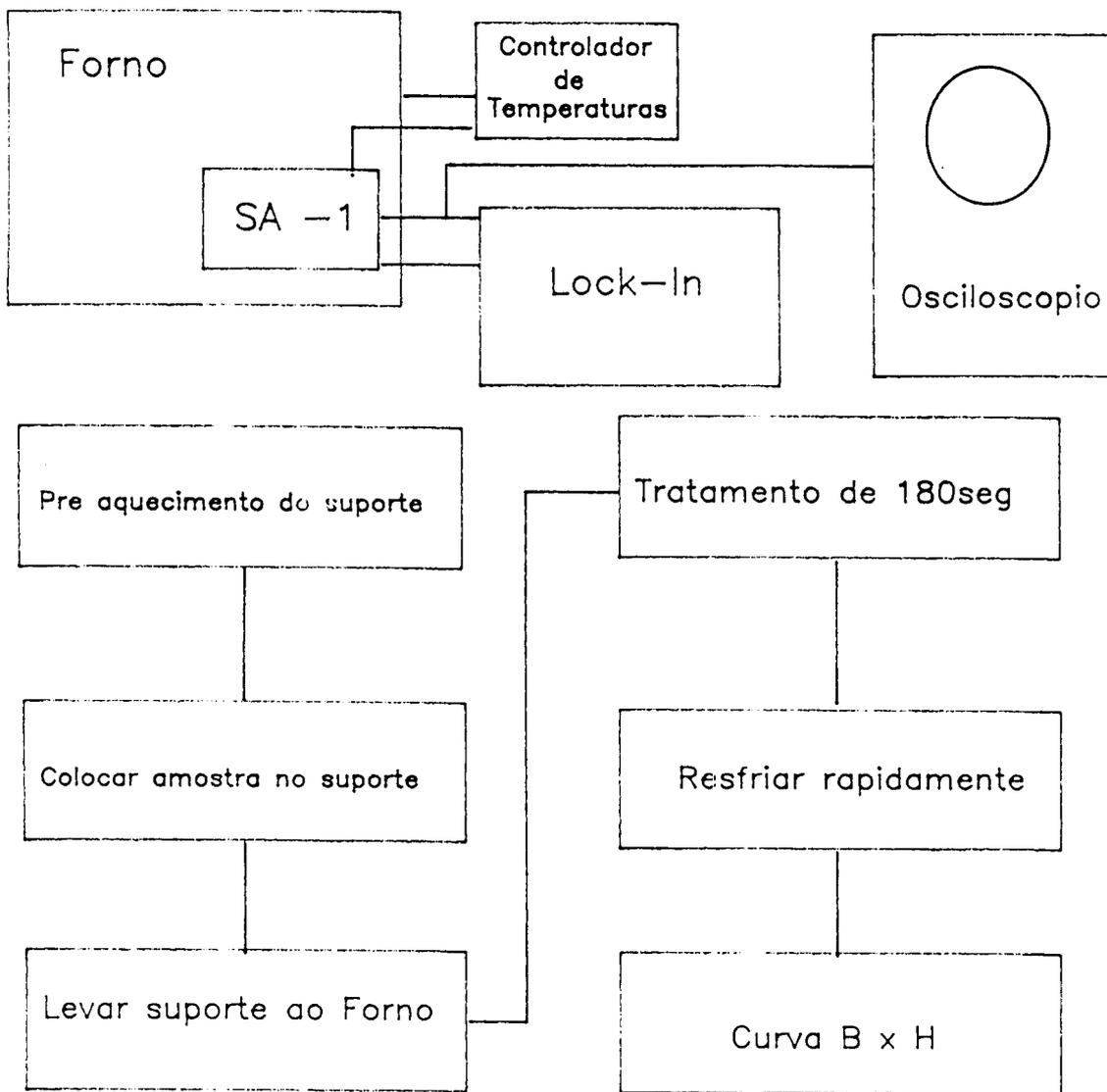


Figura 3.8: Diagrama de blocos do procedimento para determinação da permeabilidade inicial à temperatura ambiente, após um resfriamento rápido a partir de um tratamento térmico com e sem campo aplicado

Para determinar os campos críticos a amostra era levada ao forno pré aquecido, no suporte SA-2, também pré aquecido, e em uma determinada temperatura constante, fazer o levantamento da curva  $B \times H$  para determinar o valor do campo crítico  $H_p$  da amostra em função da temperatura ( $T_{amb} \leq T < T_C$ ). Toda vez que a amostra era levada de uma temperatura de medida até uma nova temperatura de medida, um campo de  $10A/m$  era aplicado ao eixo longitudinal da fita durante a variação da temperatura. Uma vez atingida a temperatura de medida desejada, a intensidade do campo aplicado é reduzida até zero e então inicia-se as medidas de  $\mu$  em função de  $H$ . Durante o levantamento da curva  $B \times H$ , o sinal da amostra também foi analisado pelo Analisador de Espectros com o objetivo de obter os espectros de permeabilidade em função frequência. Estes espectros permitem observar a geração de harmônicos para as intensidades maiores que o campo de “pinning”. A permeabilidade inicial é determinada fazendo-se o cálculo da derivada da curva  $B \times H$ .

O diagrama de blocos da figura 3.9 mostra este procedimento.

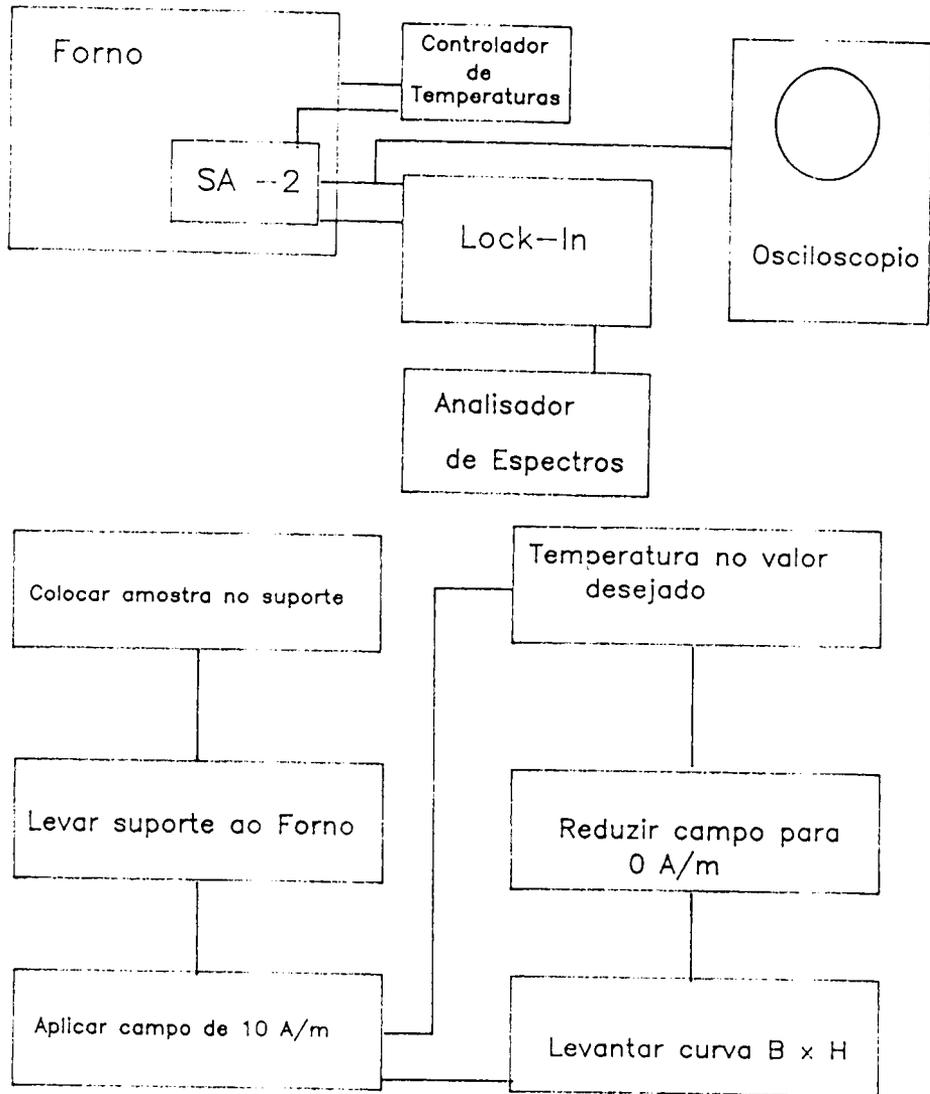


Figura 3.9: Diagrama de blocos do procedimento para determinação de campos críticos

# Capítulo 4

## Resultados e Discussões

### 4.1 Permeabilidade inicial em função da temperatura

Nosso trabalho teve como motivação inicial, o aprofundamento do estudo do efeito de memorização observado por Turtelli e Machado, [Turtelli e Machado 1989].

Este trabalho mostrava que era possível observar um fenômeno de memorização em frequência em ligas amorfas de magnetostricção aproximadamente zero. O comportamento da permeabilidade em função da temperatura a campo constante, era influenciado pelo tratamento precedente, isto é, era dependente da história termomagnética da amostra. Quando uma amostra era primeiramente tratada a uma frequência  $f_1$ , um tratamento subsequente a uma mesma intensidade de campo, a uma frequência  $f_2$  mostrava um comportamento muito semelhante ao comportamento sob  $f_1$ .

Demos início a este trabalho, realizando medidas de permeabilidade inicial em função da temperatura, onde mantivemos a frequência do campo constante, mas, em tratamentos subsequentes, alteramos a intensidade do mesmo, com objetivo de estudar a influência da intensidade do campo aplicado na

memorização. Inicialmente, alteramos a intensidade do campo magnético aplicado, de forma sucessivamente crescente, ou seja, em cada ciclo temo- magnético, a intensidade do campo  $H$  aplicado ao eixo longitudinal da amo- tra, era aumentada. Assim, obtivemos as curvas  $\mu_i \times T$  que são mostradas a seguir, na figura 4.1. Cada curva representa uma dada intensidade de campo aplicado, expressa em A/m.  $S$ , representa a sensibilidade utilizada no LOCK-IN.

Quando utilizamos um campo magnético de baixa intensidade (0.21-0.86 A/m) podemos observar o tradicional efeito Hopkinsons (curvas 1 e 2 na figura 4.1) perto da temperatura de Curie. Novamente o comportamento  $\mu \times T$  parece diferente quando medido na subida ou na descida da tem- peratura. Levando-se em consideração que a permeabilidade inicial é bem definida somente se o campo aplicado é relativamente menor que o campo coercitivo, o comportamento em baixos campos e baixas temperaturas pode ser explicado. Próximo à temperatura de Curie, a coercividade da amostra diminui, e com o pequeno campo aplicado, os domínios podem ser alinhados e  $\mu$  se torna grande. Na descida, uma estrutura de domínios bem definida por um campo é congelada, levando em consideração que esta estrutura final é consequência da agitação térmica e do alinhamento dos domínios devido ao campo aplicado. Quando aumentamos a intensidade do campo  $H$  ob- servamos que existe uma dada temperatura  $T_j$  onde ocorre uma mudança brusca no valor da permeabilidade indicando o destravamento das paredes de domínio. Esta temperatura  $T_j$  é menor que a temperatura onde ocorre o efeito Hopkinsons. Quanto maior a intensidade de  $H$ , menor é a temperatura  $T_j$ .

Podemos observar também que a partir de  $H \geq 3.0$  A/m, o valor da permeabilidade inicial à temperatura ambiente se altera. A medida que se aumenta o valor de  $H$ , observa-se um valor de permeabilidade, à temperatura ambi- ente, cada vez maior, isto é, o alinhamento da estrutura de domínios que determina o valor de  $\mu$  é maior.

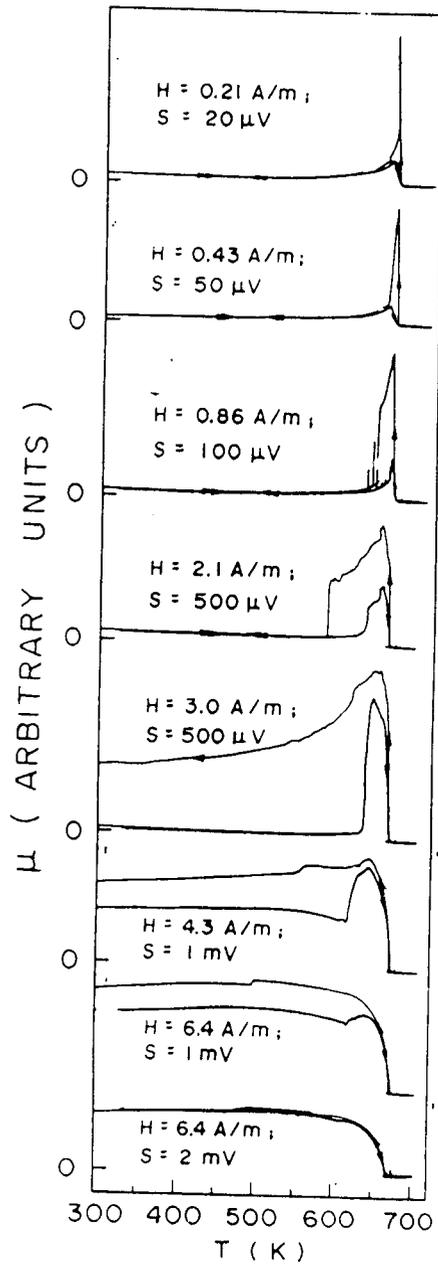


Figura 4.1: Permeabilidade inicial em função da temperatura de tratamento térmico, para diversos valores de campo aplicado

A influência da intensidade do campo  $H$  na permeabilidade inicial e a ocorrência do destravamento das paredes de Bloch foram estudadas fazendo-se o mesmo tipo de experimento, mas alternado-se a intensidade do campo aplicado. Realizava-se um ciclo completo com um campo de alta intensidade ( $H=6.4$  A/m), antes de cada ciclo com um campo de baixa intensidade. A figura 4.2 mostra os resultados obtidos. Como podemos observar, existe uma influência do campo magnético aplicado em tratamentos subsequentes. Podemos notar das curvas 1 a 4 da figura 4.1 e das curvas 2,4,6 e 8 da figura 4.2, que após um ciclo termomagnético completo (aquecimento e resfriamento) sob ação de um campo magnético de baixa intensidade, o valor da permeabilidade inicial à temperatura ambiente, é baixo, comparado aos valores obtidos na figura 4.2. Como já foi dito, isto ocorre devido ao comportamento da estrutura de domínios devido ao campo e este efeito é maior quanto maior o campo aplicado. As figura 4.1 e 4.2 mostram ainda, que durante o resfriamento, para campos baixos, ocorre uma queda brusca no valor da permeabilidade. A medida que se aumenta o valor de  $H$ , a temperatura onde ocorre esta queda, se desloca para valores cada vez menores, devido à competição entre a estrutura de domínios estatística e o travamento das paredes devido às tensões residuais.

Mas as curvas 1,3,5 e 7 na figura 4.2, e as curvas 5 a 8 na figura 4.1, mostram que é possível se obter um valor de permeabilidade alto à temperatura ambiente, a partir de um ciclo termomagnético sob a presença de um campo  $H$  de intensidade mais alta (em torno de 5 A/m). Estas curvas, em particular as curvas 1,3,5 e 7 da figura 4.2, mostram que é possível se obter um valor de permeabilidade, à temperatura ambiente, comparável ao valor obtido a temperaturas próximas a 673K.

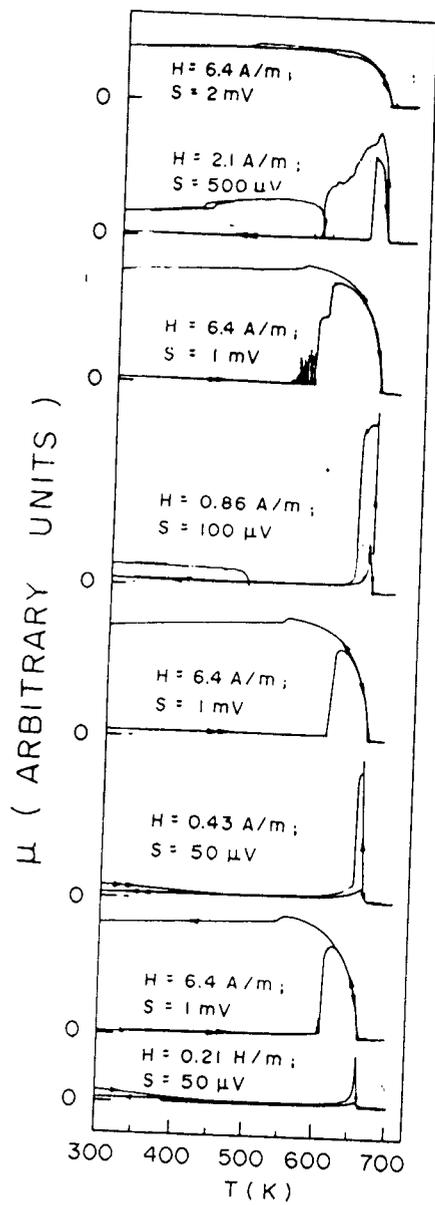


Figura 4.2: Permeabilidade inicial em função da temperatura para valores alternados de campo magnético

## 4.2 Permeabilidade inicial, a temperatura - ambiente, a partir de um resfriamento rápido

Os resultados anteriores mostram que, apesar de durante um tratamento termomagnético estarmos gerando anisotropias ao longo do volume da amostra, a aplicação de um campo magnético de uma intensidade suficientemente grande, pode nos levar a uma configuração interna de domínios que se reflete em um valor alto de permeabilidade, não permitindo o travamento das paredes durante o resfriamento da amostra.

Desta forma, foi estudado o comportamento da permeabilidade inicial à temperatura ambiente, porém resfriando-se rapidamente a partir de uma dada temperatura  $T_R$ . Da mesma forma que o processo de fabricação de uma liga metálica amorfa envolve um resfriamento rápido com intuito de congelar estruturas em um estado metaestável, o resfriamento rápido aqui, tem como objetivo congelar uma estrutura de domínios existente na temperatura em torno da temperatura  $T_R$  onde se inicia o resfriamento.

Os resultados obtidos são mostrados nas figuras 4.3 e 4.4.

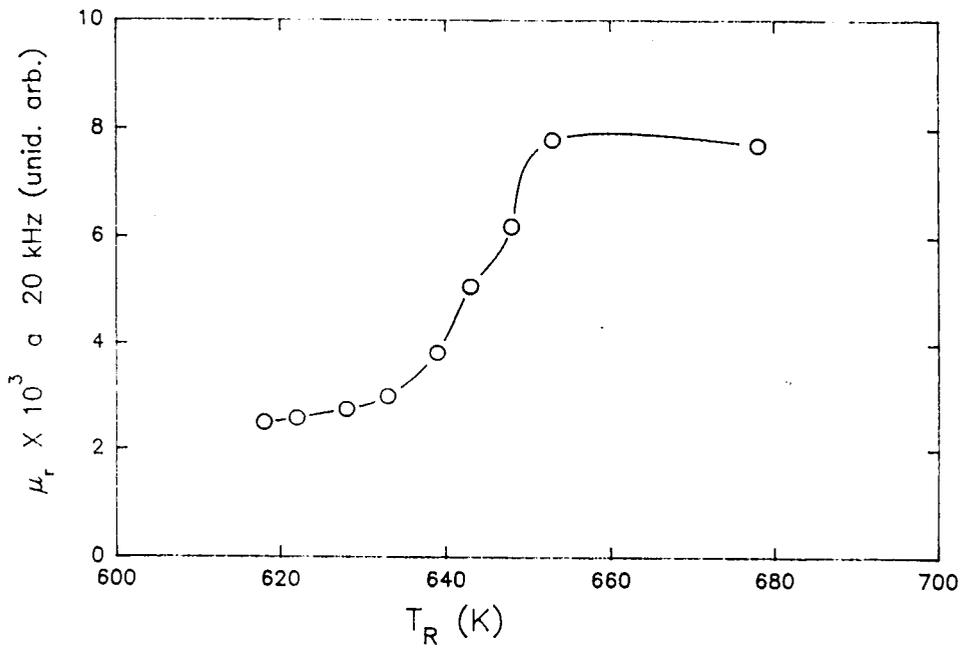


Figura 4.3: Permeabilidade inicial medida a 20kHz, a temperatura ambiente, em função da temperatura  $T_R$  de tratamento térmico, sem aplicação de campo magnético

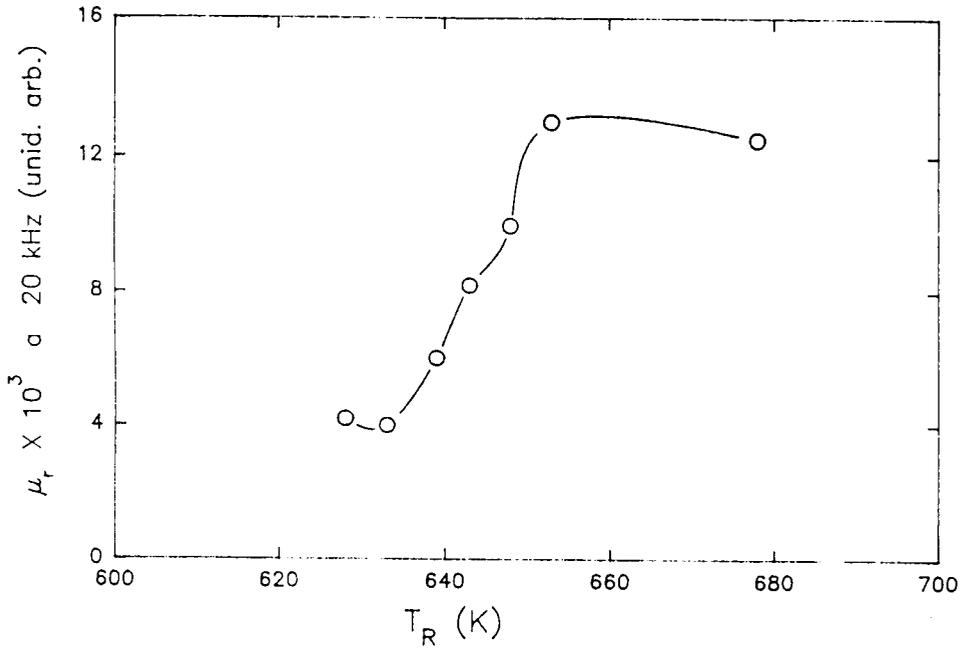


Figura 4.4: Permeabilidade inicial medida a 20kHz, a temperatura ambiente, em função da temperatura  $T_R$ , sem aplicação de campo magnético

Em ambas as figuras podemos observar na figura 4.3 que a medida que nos aproximamos de  $T=673\text{K}$ , o valor obtido de permeabilidade é maior, isto é, para um resfriamento a partir de uma temperatura em torno de  $630\text{K}$ , a permeabilidade começa a crescer atingindo um valor máximo para resfriamentos a partir da  $T_C$ , como é esperado. Portanto para obter altos valores de  $\mu$ , podemos simplesmente submeter a amostra à temperaturas acima de  $T_C$ , e resfriá-las rapidamente.

Quando um campo magnético é aplicado à amostra durante o tratamento térmico, o valor da permeabilidade obtida é sempre maior que no caso sem campo. Este resultado mostra que o campo aplicado realmente influencia no alinhamento da estrutura de domínios. O valor máximo de permeabilidade obtido foi da ordem de 66% maior (figura 4.4)

Uma vez que a aplicação de um campo magnético durante o tratamento térmico sempre leva a um valor maior de permeabilidade, fizemos também um estudo da influência da frequência deste campo na permeabilidade. A figura 4.5 mostra os resultados obtidos. Para frequências da ordem de  $1\text{kHz}$ , notamos que o valor de permeabilidade é mais baixo comparado ao valor obtidos com frequências da ordem de  $100\text{kHz}$ , isto é, observa-se um aumento da permeabilidade em função da frequência com uma tendência à saturação para altas frequências.

Destes resultados, em conjunto com os resultados exibidos anteriormente, podemos concluir que o campo magnético aplicado à amostra durante o tratamento térmico influencia no grau de anisotropia magnética existente no volume da amostra, sendo que diferentes valores de permeabilidade refletem estes diferentes graus de anisotropia.

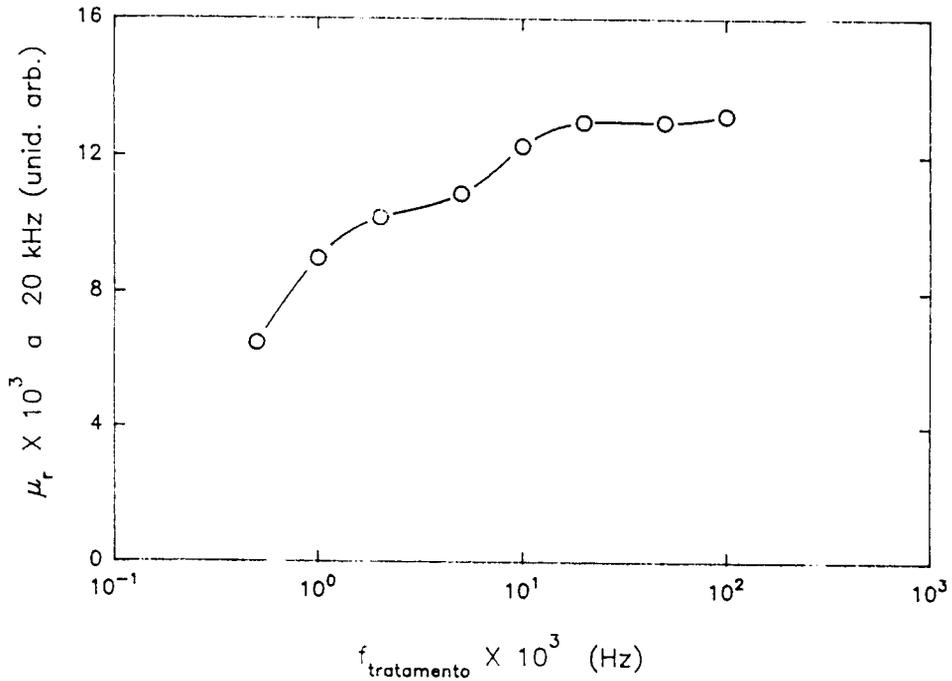


Figura 4.5: Permeabilidade inicial medida a 20kHz, a temperatura ambiente, em função da frequência do campo aplicado durante o tratamento térmico

### 4.2.1 O campo de “Pinning”

As figuras 4.1 e 4.2 mostraram que existem temperaturas  $T_j$  nas quais ocorrem mudanças bruscas no valor da permeabilidade inicial. Com intuito de entender melhor a origem de tais mudanças em função da temperatura, estudamos as curvas de magnetização  $B \times H$ , em diferentes temperaturas, desde a temperatura ambiente, até a temperatura de Curie da amostra. As figuras 4.6 e 4.7 são as curvas de permeabilidade inicial em função do campo aplicado para frequências de 500 e 2000 Hz respectivamente, obtidas das curvas de magnetização da amostra ( $\mu = dB/dH$ ). O comportamento da curva para cada temperatura é semelhante ao observado pelos pesquisadores Zha-Hua e Dao-Sheng, á temperatura ambiente, isto é, apresenta sempre

uma variação brusca na permeabilidade inicial para um determinado valor de campo aplicado  $H_p$  (ver figura 2.6).

Inicialmente com o aumento do campo aplicado, a indução cresce linearmente e quando atinge um valor crítico de  $H$  ( $H_p$ ) há um desvio desta linearidade e há uma variação brusca na permeabilidade, indicando o destravamento das paredes de Bloch. Este efeito de destravamento é acompanhado por uma geração de altos harmônicos no espectro de frequência é magnetizado por campos externos senoidais (ver figura 4.8). é também acompanhado por um efeito de relaxação temporal, como também foi observado por Buttino e outros [Buttino *et al* 1990]. Este efeito contribui no espalhamento maior nos pontos das figuras 4.6 e 4.7.

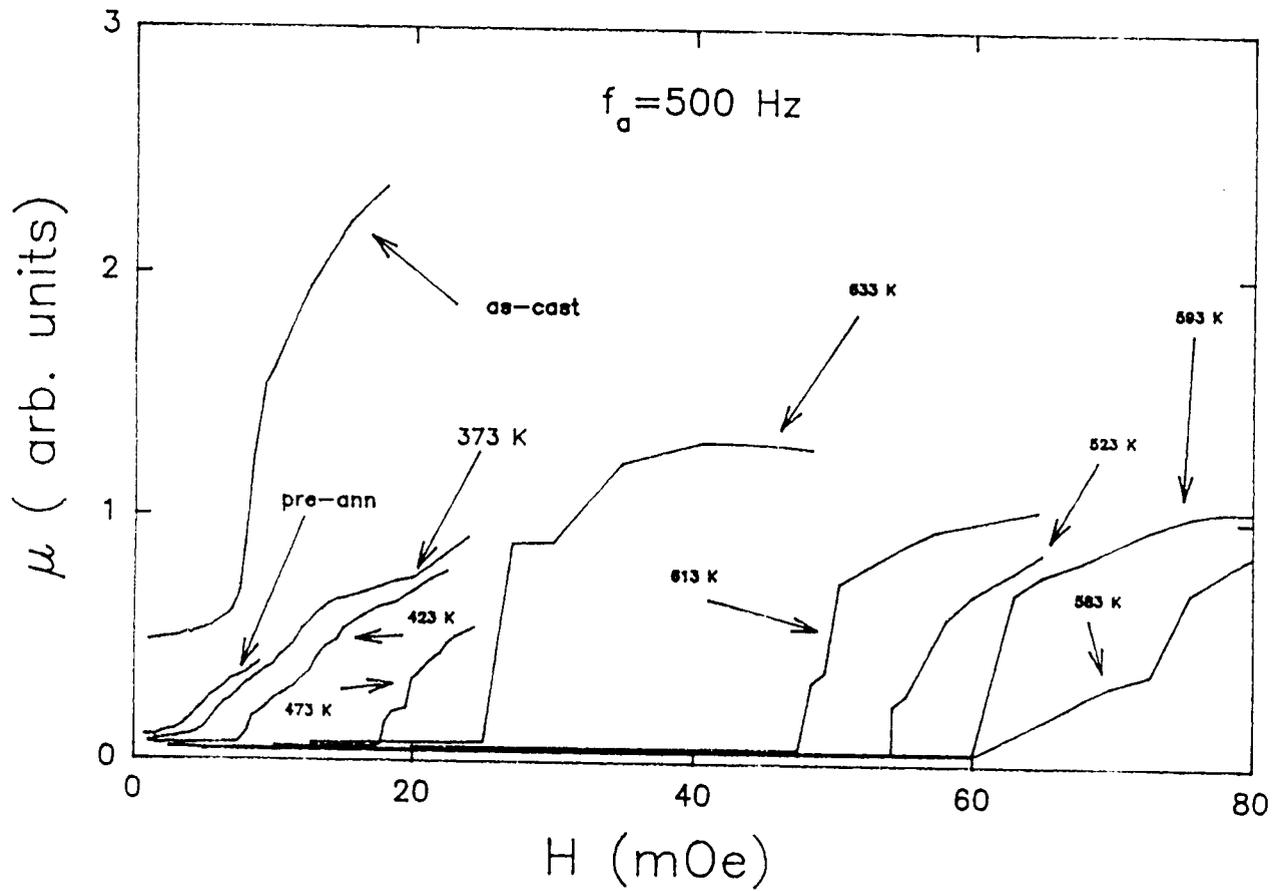


Figura 4.6: Permeabilidade inicial em função do campo aplicado  $H$ , medida a 500Hz ( $f_H=500$ Hz), medida a diversas temperaturas

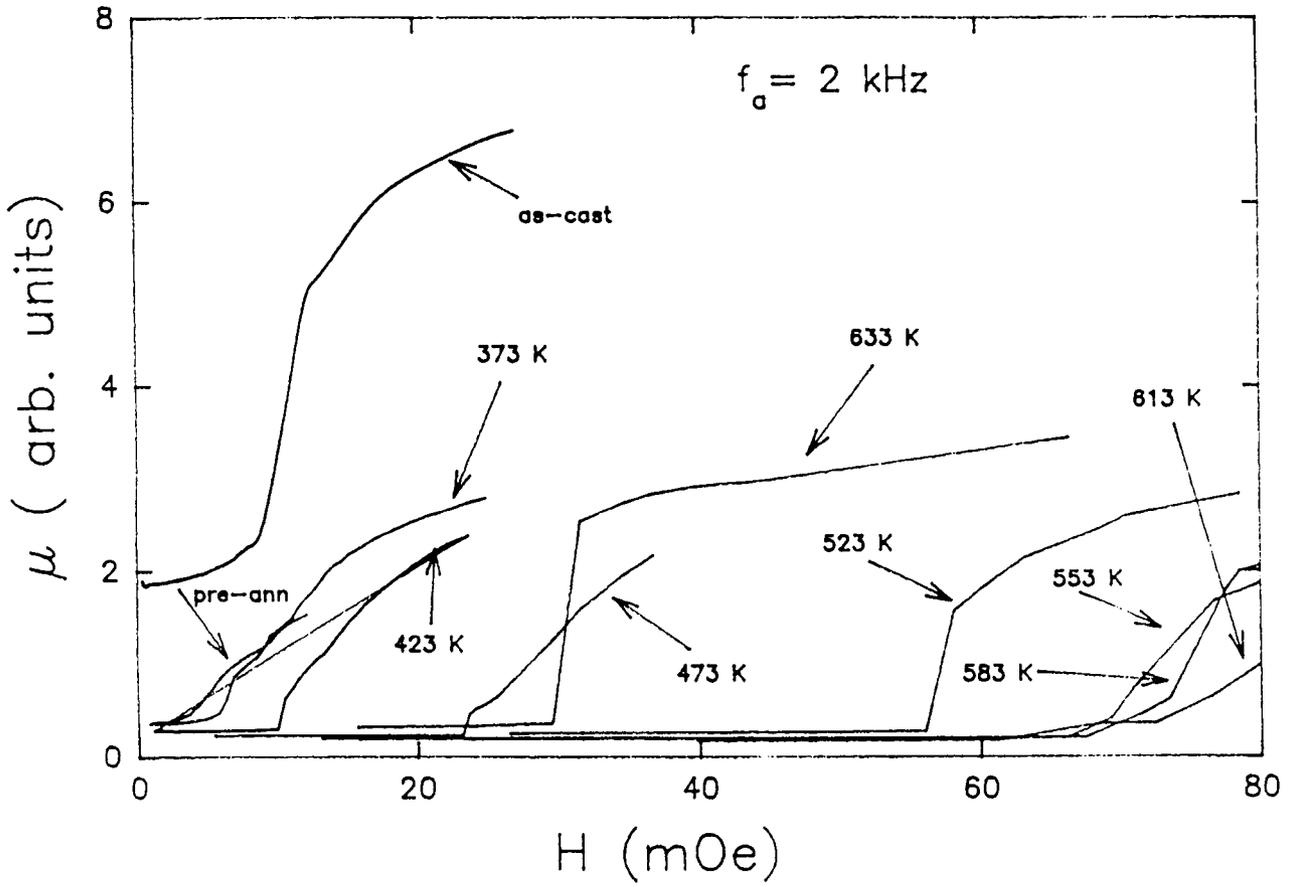


Figura 4.7: Permeabilidade inicial em função do campo aplicado  $H$ , medida a 2 kHz ( $f_H=2$  kHz), medida a diversas temperaturas

A figura 4.8 mostra o espectro em frequência abaixo do campo crítico onde a amostra apresenta somente o harmônico principal da senóide aplicada. A figura 4.9 mostra o espectro acima do campo crítico onde este apresenta um padrão complexo de harmônicos. Isto se dá pois, abaixo do campo crítico, o movimento das paredes de domínios é dificultado por centros de “pinning” gerados por tensões residuais e por pares ordenados ao longo do volume da amostra. Acima do campo crítico, a energia que o campo fornece às paredes é suficiente para que estas se movam com mais facilidade, gerando altos harmônicos e indicando o começo das perdas (ver figura 4.9).

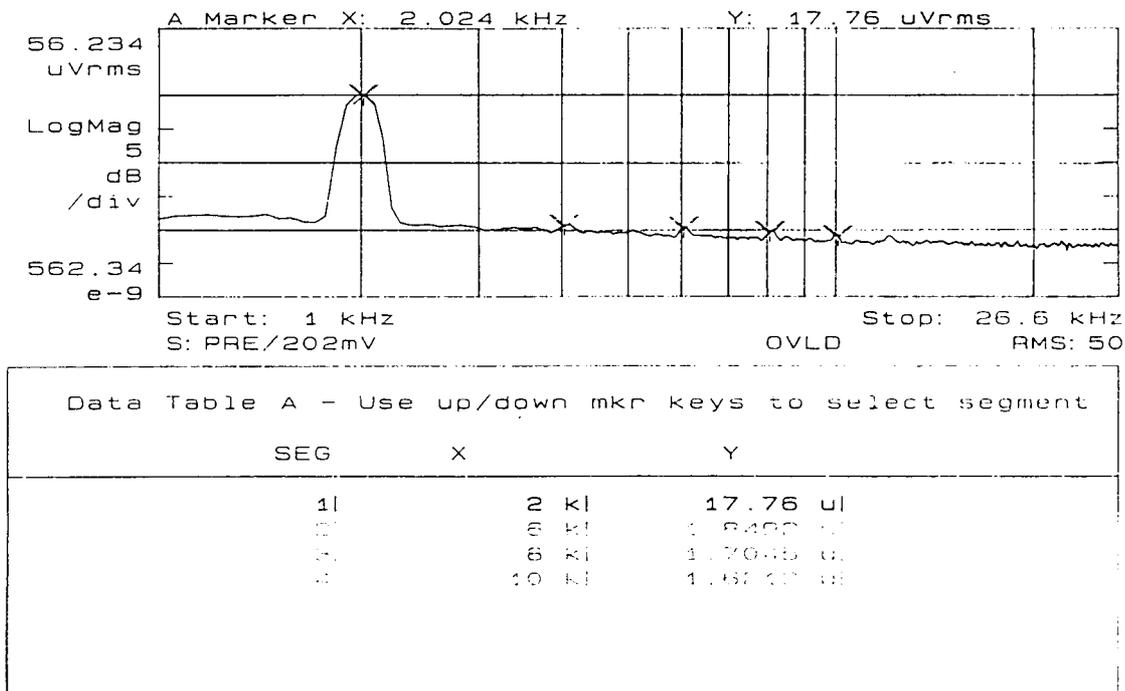
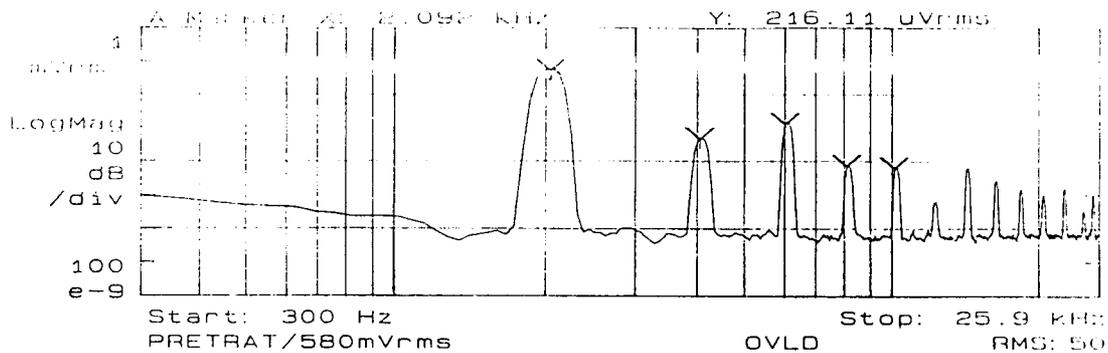


Figura 4.8: Decomposição harmônica do sinal proveniente da amostra, abaixo do campo crítico



Data Table A - Use up/down mkr keys to select segment		
SEG	X	Y
1	2 K	238.19 u
2	4 K	21.551 u
3	6 K	36.74 u
4	8 K	8.3679 u
5	10 K	7.8985 u

Figura 4.9: Decomposição harmônica do sinal proveniente da amostra, acima do campo crítico

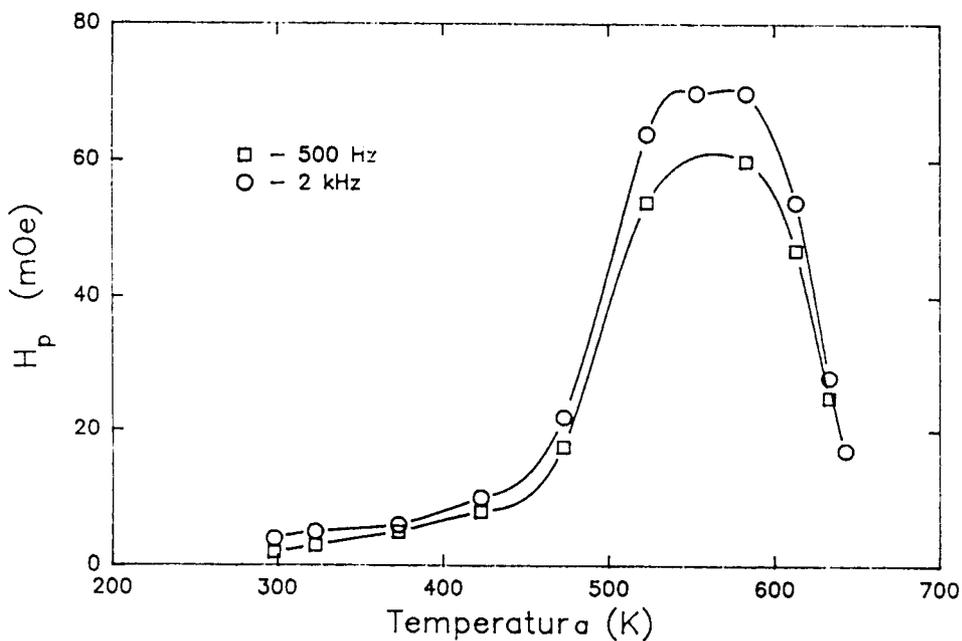


Figura 4.10: Campo crítico  $H_p$ , em função da temperatura de medida

O valor do campo crítico  $H_p$  é função da temperatura na qual se faz a medida, e seu comportamento  $H_p \times T$  para as frequências de 500 e 2000 Hz, é mostrado na figura 4.10. Observa-se que o comportamento da curva  $H_p \times T$  para as duas frequências são semelhantes. Para temperaturas até 550K,  $H_p$  é função crescente com a temperatura, mas a partir de 550K, ele volta a cair. Este resultado em conjunto com os resultados obtidos nos ciclos termomagnéticos (figuras 4.1 e 4.2) nos mostram que, para baixas temperaturas, algumas paredes de domínios são travadas devido a existência de centros de “*pinning*” que as mantém relativamente presas e havendo havendo contribuição dos processos de magnetização por rotação. Os saltos observados no valor da permeabilidade ocorrem quando grandes áreas de paredes são libertadas predominado então os processos de magnetização por deslocamento de paredes. O ponto onde ocorre esta mudança depende das forças geradas pelos centros de “*pinning*” existentes ao longo do material. Como estas forças de “*pinning*” dependem das tensões residuais, da largura da parede (ver eq. 2.18) e do ordenamento de pares (ver eq. 2.20), um aumento da temperatura pode causar variações netas características. No caso em que as forças de “*pinning*” forem predominantemente causadas por tensões residuais, o aumento da temperatura causa um relaxamento destas tensões, e portanto uma diminuição do campo crítico. Isto é observado quando se faz um pré tratamento em liga “as-cast”. O campo crítico em uma liga pré tratada, é menor que na mesma liga em estado “as-cast” (figura 4.11). Porém, quando as forças de “*pinning*” forem causadas por anisotropias induzidas por ordenamento de pares, podemos observar um melhor acoplamento destes pares em temperatura mais altas, resultando em uma largura maior das paredes de Bloch, resultando portanto em um aumento do campo crítico, como observado em 4.10. Na região acima de 550K em 4.10, a agitação térmica passa a desempenhar um papel importante, destruindo o acoplamento existente entre pares, e relaxando qualquer tensão residual, reduzindo o campo coercitivo e observamos portanto, uma diminuição no valor de  $H_p$ , o que também foi visto nos resultados obtidos na seção 4.1 .

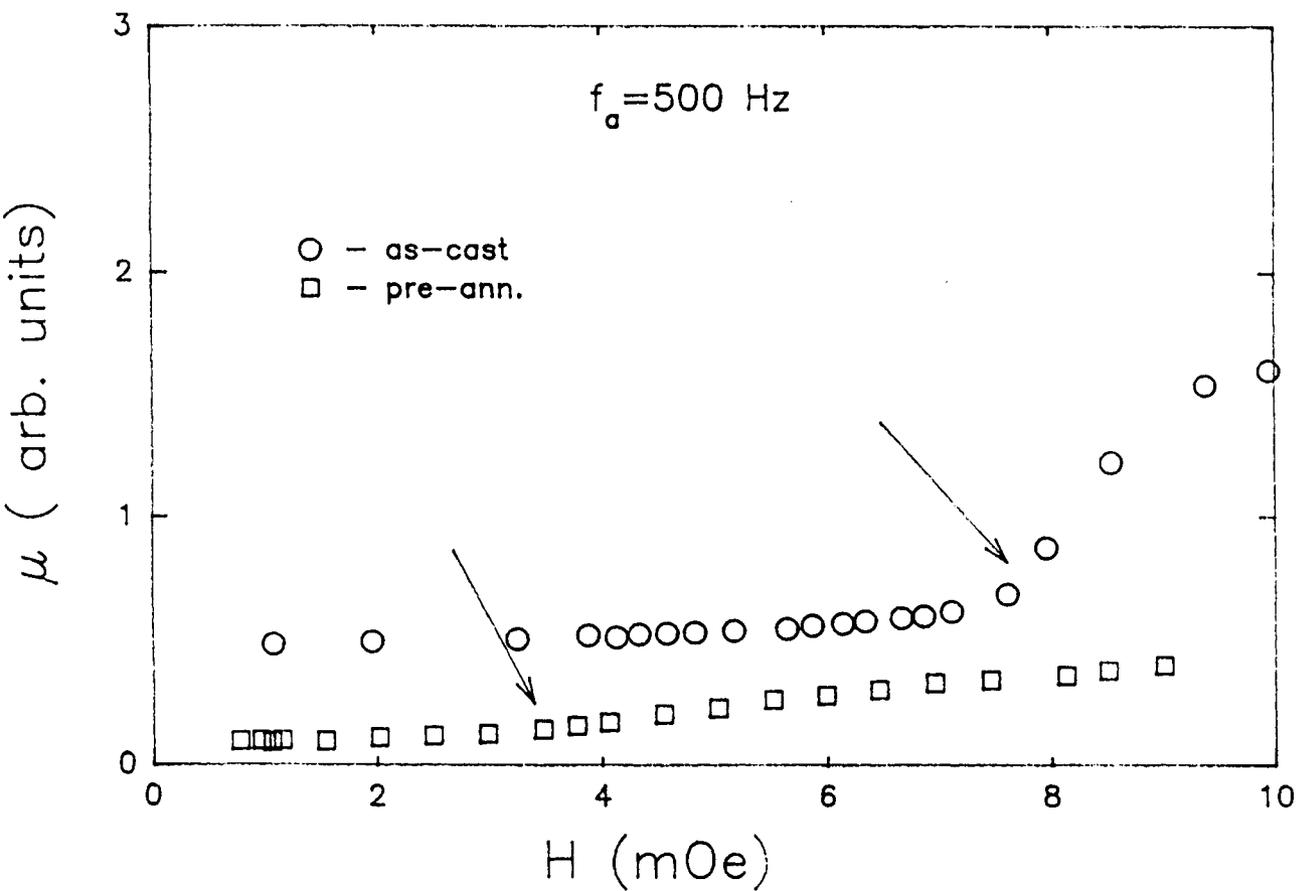


Figura 4.11: Campo crítico para amostra no estado “as-cast” e pré tratada

# Capítulo 5

## Conclusões

Com o intuito de verificar fenômenos de memorização após tratamentos térmicos, em ligas amorfas de magnetostricção aproximadamente zero, tivemos a oportunidade de estudar os fenômenos de “*pinning*” de paredes de domínios, que ocorrem em regime de campos muito baixos, e o comportamento da permeabilidade inicial com temperatura. Estes fenômenos são importantes para estudar os processos de magnetização.

Através das medidas de permeabilidade inicial em diversas condições, pudemos verificar que os diversos comportamentos de  $\mu$  observados podem ser explicados levando em consideração as anisotropias locais existentes no material, que por sua vez determinam o padrão de domínios nestes materiais.

Demos uma descrição qualitativa dos resultados experimentais para as mudanças bruscas na permeabilidade inicial, levando em consideração mais de um fator de contribuição. Esta descrição se mostrou adequada para explicar o comportamento instável da permeabilidade em campos muito baixos, bem como o comportamento de permeabilidade frente a diversos tipos de tratamentos térmicos.

Podemos concluir dos resultados obtidos que existe um processo de memorização nas amostras tratadas termomagneticamente, e que este processo de memorização está relacionado com os diferentes graus de anisotropia local

# Lista de Figuras

1.1	“Melt-Spinning” . . . . .	2
1.2	Diagrama de Energia representado o Estado Metaestável . . .	2
1.3	Comportamento da permeabilidade inicial em uma liga amorfa de composição $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ para um campo aplicado de 10 A/m, 500 Hz. As setas indicam a direção da história termomagnética (aquecimento e resfriamento) . . . . .	4
1.4	Comportamento da permeabilidade inicial em uma liga amorfa de composição $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ para um campo aplicado de 10 A/m, 20 kHz. As setas indicam a direção da história termomagnética (aquecimento e resfriamento) . . . . .	5
1.5	Efeito de Memorização da Permeabilidade Inicial em liga amorfa	5
2.1	Tensões residuais . . . . .	11
2.2	Diagrama de Energia . . . . .	13
2.3	Ordem Química de Curto Alcance . . . . .	14
2.4	Modelo de paredes de $180^\circ$ . . . . .	20
2.5	Dependência com o campo da indução magnética B para uma liga amorfa de $\lambda_s \simeq 0$ . . . . .	25
2.6	Permeabilidade inicial $\mu_i$ como função do campo aplicado H para uma liga amorfa de $\lambda_s \simeq 0$ . . . . .	26
2.7	Fatores de perda magnética como função do campo aplicado H para uma liga amorfa de $\lambda_s \simeq 0$ . . . . .	26

3.1	Suportes de Amostra. (a) Suporte SA-1, sem bobina de compensação; (b) Suporte SA-2, com bobina de compensação . . .	30
3.2	Forno para Tratamentos Térmicos . . . . .	34
3.3	Configuração “bifilar” . . . . .	35
3.4	Corte do Forno . . . . .	36
3.5	Perfil de Temperatura do Forno . . . . .	38
3.6	Rampa de aquecimento do Forno . . . . .	39
3.7	Diagrama de blocos 1 . . . . .	43
3.8	Diagrama de blocos 2 . . . . .	45
3.9	Diagrama de blocos 3 . . . . .	47
4.1	Permeabilidade inicial em função da temperatura de tratamento térmico, para diversos valores de campo aplicado . . . .	50
4.2	Permeabilidade inicial em função da temperatura para valores alternados de campo magnético . . . . .	52
4.3	Permeabilidade inicial medida a 20kHz, a temperatura ambiente, em função da temperatura $T_R$ de tratamento térmico, sem aplicação de campo magnético . . . . .	54
4.4	Permeabilidade inicial medida a 20kHz, a temperatura ambiente, em função da temperatura $T_R$ , com aplicação de campo magnético . . . . .	54
4.5	Permeabilidade inicial medida a 20kHz, a temperatura ambiente, em função da frequência do campo aplicado durante o tratamento térmico . . . . .	56
4.6	Permeabilidade inicial em função do campo aplicado II, medida a 500Hz ( $f_H=500\text{Hz}$ ), medida a diversas temperaturas . . . . .	58
4.7	Permeabilidade inicial em função do campo aplicado II, medida a 2 kHz ( $f_H=2\text{ kHz}$ ), medida a diversas temperaturas . . . . .	59
4.8	Decomposição harmônica do sinal proveniente da amostra, abaixo do campo crítico . . . . .	60

4.9	Decomposição harmônica do sinal proveniente da amostra, acima do campo crítico . . . . .	61
4.10	Campo crítico $H_p$ , em função da temperatura de medida . . .	61
4.11	Campo crítico para amostra no estado “as-cast” e pré tratada	63

# Bibliografia

- [Anderson *et al* 1972] P.W. Anderson, B.I. Halperin, and C.M. Varma. *Phil. Mag.*, **25**, (1972).
- [Bourroux e Kronmüller 1989] M. Bourroux and H. Kronmüller. *Phys. Stat. Sol.*, **113(a)**, (1989).
- [Chikazumi] S. Chikazumi. *Physics of Magnetism*. John Wiley & Sons, Inc., (1964).
- [Cullity] B.D. Cullity. *Introduction to Magnetic Materials*. Addison-Wesley Publishing Company, (1972).
- [Egami 1978(a)] T. Egami. *Mat. Res. Bull.*, **13**, (1978).
- [Egami 1981] T. Egami. *Ann. N. Y. Acad. Sci.*, **371**, 366, (1981).
- [Egami 1978(b)] T. Egami. *J. Mater. Sci.*, **13**, 258, (1978).
- [Egami *et al* 1975] T. Egami, P.J. Flanders, and C.D. Graham. *AIP Conf.*, **24**, 697, (1975).
- [Montarroyos, Tese de Doutorado 1991, UFPe] Eryvaldo Montarroyos Rodrigues Lima. *Linha de Irreversibilidade a Transição de Fase no Ferromagneto CoFeSiB*. PhD thesis, Universidade Federal de Pernambuco, 1991.

- [Gibbs *et al* 1983] M.R.J. Gibbs, J.E. Evetts, and J.A. Leake. *J. Mater. Sci.*, **79**,349, (1989).
- [Graham e Egami 1978] C.D. Graham Jr. and T. Egami. Magnetic properties of amorphous alloys. *Ann. Rev. Mater. Sci.*, **8**,423, (1978).
- [Kronmüller 1983] H. Kronmüller. *Phyl. Mag.*, **48**, (1983).
- [Kronmüller 1981] Kronmüller, H. *J. Magn. Magn. Mat.*, **24**,159, (1981).
- [Mohri 1984] K. Mohri. *IEEE Trans. on Mag*, **MAG-20**,942, (1984).
- [Omura e Masumoto 1978] S. Ohmura and T. Masumoto. In B. Cantor, editor, *The 3<sup>rd</sup> Intern. Conf. on Rapidly Quenched Metals*, (1978).
- [Santos e Missel 1989] A.D. Santos and F.P. Missel. *Journal of Mag. and Mag. Mat.*, **79**,349, (1989).
- [Sato Turtelli e Hengeltraub 1991] R. Sato Turtelli and A. Hengeltraub. *Rev. Bras. Fís.*, **21**,236, (1991).
- [Sato Turtelli e Machado 1989] R. Sato Turtelli and F.L.A. Machado. *IEEE Trans. on Mag.*, **25**,3350, (1989).
- [Sinnecker e Sato Turtelli 1990] J.P. Sinnecker e R. Sato Turtelli. In *9 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência do Materiais*, (1990). página 880.
- [Tsuei e Duwez 1966] C.C. Tsuei and P. Duwez. *J. Appl. Phys.*, **77**,435, (1966).
- [Zhao-Hua e Dao-Sheng 1981] L. Zhao-Hua and D. Dao-Sheng. *J. Appl. Phys.*, **52**(3),1923, (1981).