

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

Instituto de Física "Gleb Wataghin"

# Processos de Magnetização e Dinâmica de Domínios em Ligas Ferromagnéticas Amorfas

*João Paulo Sinnecker*

Dissertação apresentada ao Instituto de Física "Gleb Wataghin" como pré-requisito parcial para obtenção do título de Doutor em Ciências.

*Orientadora:*

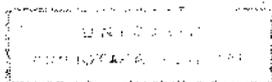
**Reiko Sato Turtelli**

Instituto de Física "Gleb Wataghin" - UNICAMP

*Este exemplar corresponde a redação final da tese de doutorado defendida pelo aluno João Paulo Sinnecker e aprovada pela comissão julgadora*

**Campinas, Dezembro de 1995**

*Reiko Sato Turtelli*  
5/02/96



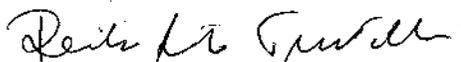


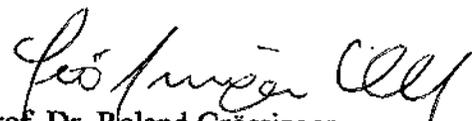
INSTITUTO DE FÍSICA  
GLEB WATAGHIN

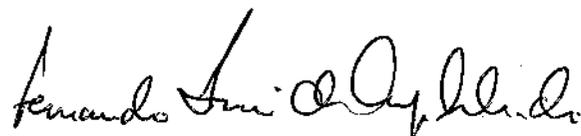
**PARECER DE APROVAÇÃO**  
**DEFESA DE TESE DE DOUTORADO DE**  
**JOÃO PAULO SINNECKER**

DATA: 21 / 12 / 95

BANCA EXAMINADORA:

  
- Profa. Dra. Reiko Sato Turtelli (Orientadora)

  
- Prof. Dr. Roland Grössinger

  
- Prof. Dr. Fernando Luis de Araújo Machado

  
- Prof. Dr. Oscar Ferreira de Lima

  
- Prof. Dr. Bernardo Laks

*"All that is, was and will be  
Universe much too big to see  
Time and space never ending  
Disturbing thoughts, questions pending  
Limitations of human understanding  
Too quick to criticize  
Obligation to survive  
We hunger to be alive*

*All that is, ever*

*Ever was*

*Will be ever*

*Twisting*

*Turning*

*Through the never*

*In the dark, see past our eyes*

*Pursuit of truth no matter where it lies*

*Gazing up to breeze of the heavens*

*On a quest, meaning, reason*

*Came to be, how it begun*

*All alone in the family of the Sun*

*Our home, third stone from the Sun*

*All that is, ever*

*Ever was*

*Will be ever*

*Twisting*

*Turning*

*Through the never...."*

*James Hetfield, Lars Ulrich and Kirk Hammett*

*METALLICA 1991*

Aos meus pais e à Elis,  
com todo o meu amor

# Agradecimentos

Este período de aproximadamente quatro anos desde o início de meu trabalho de doutorado foi uma das etapas mais importantes e gratificantes em minha vida até aqui.

Em primeiro lugar, a UNICAMP, onde pude conhecer pessoas maravilhosas como o carismático Francisco Bajay e Manuel Andrade, entre outros, que em conversas e discussões sempre demonstraram coerência e sinceridade admiráveis e que se tornaram amigos muito especiais por quem cultivo um carinho também especial.

A convivência com todos os membros do Laboratório de Materiais e Baixas Temperaturas (LMBT), iniciada desde os tempos de meu mestrado, foi sem dúvida alguma uma das melhores experiências que já tive. A começar pelas possibilidades científicas proporcionadas pela disponibilidade de equipamentos e liberdade total para desenvolver projetos científicos, e por fim pelo impressionante espírito de companheirismo e de equipe de todos aqueles que lá trabalham, o LMBT é um dos melhores laboratórios que já tive a oportunidade de conhecer.

No LMBT tive a oportunidade de conhecer pessoas como Marcelo Knobel e Marcos Ávila, aos quais agradeço enormemente, não somente pelas discussões e críticas, sempre muito frutíferas, mas também pelo companheirismo, apoio e conselhos nos momentos mais difíceis.

Agradeço também à Carmem, nossa secretária, por toda a ajuda prestada, mesmo no período em que estive fora do país e a todos os outros técnicos, professores e estudantes do LMBT que tornam este laboratório tão especial.

Mas se este trabalho é hoje uma realidade, devo muito a uma pessoa. Minha orientadora, a Professora Reiko Sato Turtelli, que sempre depositou em mim total confiança, sempre me aconselhando visando não somente minha formação como físico e pesquisador, mas acima de tudo como um ser humano. Agradeço a ela pela sinceridade, paciência, críticas e pelas oportunidades que se abriram a mim por seu intermédio.

No final deste período de 4 anos, tive a grande satisfação de poder passar 2 anos trabalhando junto ao grupo de magnetismo do *Institut für Experimentalphysik* da Universidade Técnica de Viena tive a oportunidade de conhecer o Professor Roland Grössinger, que não somente me co-orientou, como me deu completa liberdade de pesquisa em seu grupo, sempre

contribuindo para minha formação de forma construtiva. Foram dois anos excelentes, onde aprendi muito e onde pude conhecer não somente uma cultura diferente, mas também pessoas maravilhosas como os alunos e amigos Clemens Kussbach, David Holzer, Christoph Kuss, com quem tive uma interação mais próxima, e todos os outros que de alguma forma contribuíram para tornar esta minha estadia em Viena tão agradável. Ainda em Viena, pude conhecer o Professor Gerard Badurek e a aluna Petra Riedler sem os quais não teria sido possível o desenvolvimento do projeto de depolarização de neutrons. Agradeço aos dois pelas discussões e pela ajuda em todo decorrer do projeto. Agradeço ainda todas as pessoas do *Atom Institut der Universtäet Wien*, que me ajudaram a contar neutrons um a um noites a dentro.

E como não poderia deixar de ser, guardarei para sempre uma excelente lembrança da cidade de Viena, e da Áustria, com seus vinhos maravilhosos, e todo seu charme.

Eu não poderia deixar de agradecer à minha esposa Elis, companheira em absolutamente todos os momentos, e a meus pais, Alex e Vera, que sempre me apoiaram e se esforçaram para que um momento como este se tornasse realidade.

Todas estas pessoas e lugares fizeram destes 4 anos, um período muito especial, que com certeza nunca esquecerei.

Por fim, agradeço ao CNPq pelo apoio financeiro no Brasil e no exterior e ao governo áustriaco pela hospitalidade.

## Resumo

Neste trabalho serão apresentados estudos dos processos de magnetização e fenômenos de relaxação magnética relacionados com a dinâmica da estrutura de domínios em materiais ferromagnéticos amorfos. Foram estudados as influências da geometria (fios e fitas) e condições de produção de fitas nos processos de magnetização por meio de medidas de curva de histerese, campos de *pinning* e relaxação da permeabilidade magnética inicial em função de tensões externas aplicadas. Os resultados mostram que nos fios, ao contrário das fitas, a estrutura de domínios é fortemente dependente da composição das ligas, que conseqüentemente exibem diferentes processos de magnetização. Com o intuito de estudar os fenômenos de relaxação a curtos tempos logo depois da aplicação de um campo magnético, fizemos medidas de depolarização tridimensional de neutrons e de indução magnética sem a presença de um campo magnético a.c.. Diversas estruturas iniciais de domínio foram induzidas através da aplicação de tensões mecânicas externas e tratamentos térmicos para estudar suas influências na evolução temporal da nova estrutura de domínio a partir de um estado quase saturado. Foi desenvolvido um modelo para descrever o comportamento da evolução temporal da matriz de depolarização e dos resultados de indução magnética. Os resultados mostram que o tempo de nucleação de novos domínios e sua estabilização até a posição de equilíbrio depende das composições das ligas e das anisotropias induzidas nas amostras. Como no *aftereffect* da permeabilidade inicial, o efeito de relaxação não foi observado para fitas cristalinas. Foram realizadas também medidas de *aftereffect* e permeabilidade inicial complexa em função da frequência para estudar efeitos do tipo dissipativo. Para frequências mais baixas, a relaxação da permeabilidade imaginária se origina dos efeitos de reordenamento de defeitos estruturais ao passo que para altas frequências os efeitos devido à *eddy currents* são o fator principal da relaxação.

## Abstract

We present in this work studies of the magnetization processes and relaxation phenomena related to domain structure dynamics in amorphous ferromagnetic materials. The influence of geometry (wires and ribbons) and different quenching rates in ribbons were studied by means of the stress dependence of the hysteresis loops, pinning fields and magnetic aftereffect. The results show that, unlike in ribbons, the domain structure in wires is strongly dependent on the composition and thus the wires show different magnetization processes. To study short time relaxation processes after a magnetic pulse, we performed tridimensional neutron depolarization and induction measurements without any a.c. field. Different initial domain structures were induced by external stress and thermal treatments to study their influence in the time evolution of the new domain structure developed from the saturated state. A model was developed to describe the time evolution of the neutron depolarization matrix and the magnetic induction. The results show that the new domain nucleation time and its stabilization to an equilibrium position depends on the samples' composition and induced anisotropy. Like in the initial permeability aftereffect, the relaxation was not observed in crystalline samples. Frequency dependence of the complex initial permeability aftereffect was used to study dissipative effects. For low frequencies, the imaginary permeability relaxation originates from structural defects reordering processes, while for high frequencies eddy current effects are the main factor.

# Índice

<b>Introdução</b> .....	<b>3</b>
<b>Depolarização Tridimensional de Nêutrons</b> .....	<b>12</b>
1. Introdução .....	12
2. Propriedades Básicas de Nêutrons .....	14
3. Feixes Polarizados de Nêutrons .....	16
4. Feixes Polarizados na presença de campos magnéticos homogêneos.....	18
4. 1 Processo adiabático de rotação .....	20
4. 2 Processo não adiabático .....	20
5. Feixes polarizados em um domínio magnético .....	21
6. Depolarização de Nêutrons .....	24
7. Determinação dos valores quadráticos médios dos cosenos diretores, da magnetização reduzida média e do tamanho médio dos domínios através da matriz depolarização .....	31
8. Discussão sobre a teoria .....	33
9. Aplicação em materiais amorfos .....	36
9. 1 Método para determinação de estruturas estáticas de domínios em materiais amorfos.....	37
<b>Processos de Magnetização</b> .....	<b>40</b>
1. Introdução .....	40
2. Processos de magnetização .....	40
2. 1 Processos reversíveis .....	40
2. 2 Processos Irreversíveis .....	44
3. Processos de magnetização em amorfos .....	45
<b>Relaxação da Permeabilidade Inicial</b> .....	<b>50</b>
1. Introdução .....	50
2. <i>Aftereffect</i> em cristais .....	50
3. <i>Aftereffect</i> em Amorfos.....	52
3. 1 Modelo Micromagnético.....	54
3. 2 Modelo Estrutural.....	56
4. Fenomenologia do <i>aftereffect</i> da permeabilidade inicial .....	61
5. Medidas de relaxação da permeabilidade inicial.....	65
5. 1 Equação de movimento de paredes de domínios.....	67
<b>Descrição Experimental</b> .....	<b>71</b>
1. Introdução .....	71
2. Amostras utilizadas .....	71
3. O Reator da Universidade de Viena .....	73
4. Depolarização de Nêutrons .....	74
4. 1 Polarizador e analisador .....	75
4. 2 Guias de onda.....	76
4. 3 Spin Flipper.....	78
4. 4 Spin Turners .....	78
4. 5 Escudo Magnético .....	82

4. 6 Detetor .....	83
4. 7 Sistema para contagem dos nêutrons .....	85
5. Calibragem do sistema.....	87
6. Suporte de Amostras para Depolarização de Nêutrons.....	88
7. Medidas magnéticas .....	93
7. 1 Medidas magnéticas sem campo a.c.....	96
7. 2 Medidas magnéticas com campo a.c.....	97
7. 2 .1 Permeabilidade inicial e pinning .....	98
7. 2 .2 Aftereffect da permeabilidade inicial.....	101

**Comparação dos Processos de Magnetização em Fios e Fitas Amorfos em Função da Tensão Aplicada .....104**

1. Introdução .....	104
2. Fios amorfos .....	105
3. Fitas amorfas .....	110
4. Campo coercitivo em função da tensão.....	113
5. Discussões .....	117

**Estudo da Dinâmica de Domínios para Tempos Curtos .....121**

1. Depolarização de Nêutrons .....	121
1. 1 Medidas estáticas .....	121
2. Medidas Dinâmicas. ....	124
2. 1 Modelo de deslocamento de paredes.....	137
2. 2 Modelo de rotação da magnetização local.....	141
3. Medidas de indução magnética .....	142
3. 1 Relaxação magnética.....	153
3. 2 Nucleação de paredes.....	160

**Permeabilidade Inicial Complexa e Aftereffect a.c. ....167**

1. Permeabilidade inicial complexa.....	175
2. Aftereffect complexo.....	177

**Conclusões .....180**

**Referências .....183**

## Capítulo I

# Introdução

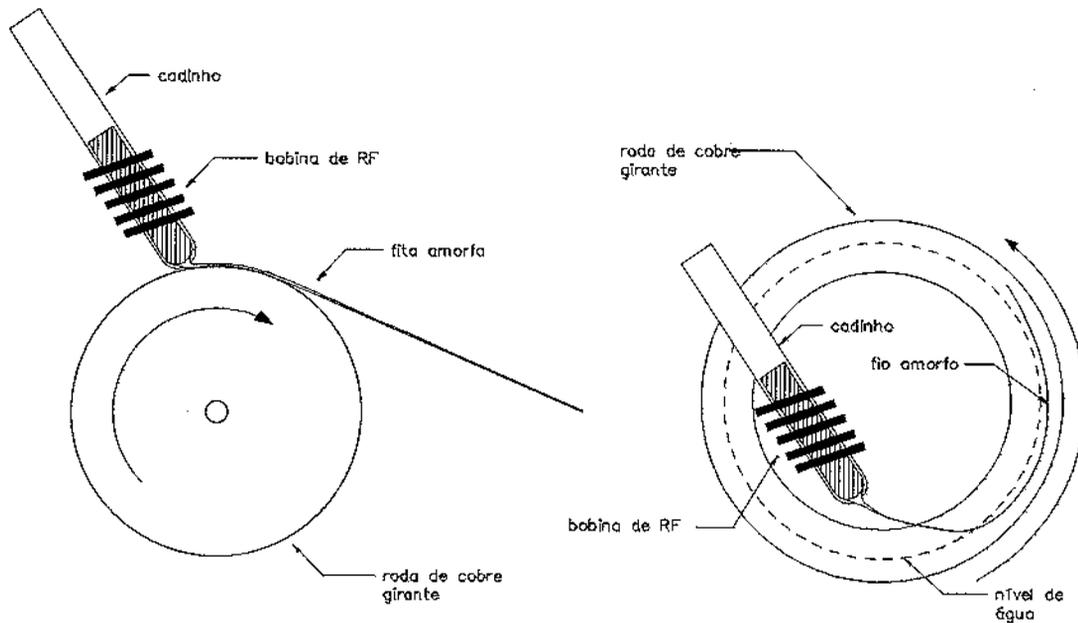
---

Materiais amorfos ou vítreos não podem ser considerados como “novos”. As missões *Apollo* trouxeram da Lua materiais amorfos ricos em ferro de alguns bilhões de anos de idade. O Homem tem fabricado materiais amorfos (principalmente à base de sílica) por milhares de anos. O que pode se dizer ser relativamente novo é o estudo científico de materiais amorfos. Houve uma explosão de interesse nos últimos 30 anos com a introdução de métodos de produção que permitiram que mais e mais materiais fossem sendo produzidos em forma amorfa, muitos deles com um grande impacto tecnológico.

O interesse no estudo de materiais amorfos tem algumas aspectos interessantes. Em primeiro lugar uma grande variedade de materiais podem ser produzidos no estado amorfo (de fato, quase todos os materiais podem). Esse aspecto é contrastante com a idéia básica da maioria das pessoas de que “vidro” necessariamente significa aquele material transparente usado em janelas. Em segundo lugar, estes materiais são muito interessantes do ponto de vista da física fundamental. Materiais amorfos têm propriedades únicas que não são compartilhadas em aspecto algum com os sólidos cristalinos. Por fim, diversos materiais em forma amorfa têm aplicação tecnológica de grande impacto, como por exemplo as ligas metálicas amorfas, que têm sido objeto de estudo desde os trabalhos pioneiros de Klement e Duwez [Klement *et al* 60].

Metais amorfos são compostos principalmente, mas não exclusivamente, de elementos metálicos e têm propriedades metálicas no seu comportamento elétrico, magnético e óptico. Metais amorfos são obtidos através de técnicas variadas das quais podemos citar algumas. Métodos de deposição de vapor como evaporação térmica e evaporação catódica (*sputtering*), são utilizadas para obtenção de filmes finos amorfos, enquanto outras técnicas, como o resfriamento rápido de uma liga metálica fundida, podem ser utilizadas para obtenção de amorfos em forma de fitas ou fios. Este último método é o mais comum e o mais importante tecnologicamente. Destaca-se o método de solidificação em cilindro girante, também conhecido como *melt spinning*, onde uma liga metálica preparada em sua composição é colocada em um cadinho e fundida por rádio frequência. A liga fundente é então ejetada sobre um cilindro girante de cobre. Com este procedimento alcançam-se taxas de resfriamento da ordem de  $10^6$  K/s. O material solidificado já

sai em estado amorfo, e no formato final. A produção de fitas e fios é muito similar. Nas fitas, a liga fundente é ejetada sobre a superfície da roda girante. No caso de fios, geralmente se usa uma calota, cujo interior contém uma camada de líquido, na qual a liga é ejetada. A figura I.1 ilustra a técnica de *melt spinner* aplicada à produção de fitas e fios amorfos. A microestrutura de ligas obtidas desta forma é caracterizada por uma ausência de ordem atômica de longo alcance. Apenas uma ordem de curto alcance pode ser encontrada (tipicamente sobre uma distância de 10-20 Å).



**Figura I.1 : Produção de fitas e fios amorfos através da técnica de *melt spinner***

Existem diversos grupos distintos de formadores de vidros e entre eles destacam-se o grupo obtido através de ligas do tipo metal de transição-metalóides. Algumas destas ligas apresentam comportamento ferromagnético e têm sido amplamente estudadas. A primeira vista não se pensaria em um material ferromagnético amorfo, e este foi um fato intrigante para os primeiros pesquisadores no campo de metais amorfos. Porém, considerando que as interações de troca entre dois *spins*, que dá origem ao ferromagnetismo, é de curto alcance e não resulta da presença de uma rede cristalina e ainda que, a ordem de curto alcance observada em amorfos é muito similar à do cristal correspondente, podemos imaginar que eles podem ser inclusive ferromagnéticos.

Como consequência da ausência de uma ordem atômica de longo alcance, ferromagnetos amorfos não apresentam uma anisotropia magnetocristalina e exibem um comportamento ferromagnético doce, isto é, baixas perdas por histerese, baixa coercividade e alta permeabilidade

inicial. Além de excelentes propriedades ferromagnéticas, os metais amorfos ainda apresentam interessantes propriedades mecânicas tais como alta dureza e alto limite elástico, são extremamente resistentes à corrosão e possuem uma alta resistividade elétrica.

Duas grandes famílias de ferromagnetos amorfos têm sido usadas em aplicações tecnológicas. Ligas de base ferro e ligas de base cobalto. Cada um destes grupos têm diferentes aplicabilidades pois possuem propriedades magnéticas distintas. As ligas de base-Fe apresentam uma magnetização de saturação alta ( $\approx 1.2\text{T}$ ), condição fundamental para aplicação em transformadores, mas exibem uma magnetostricção elevada ( $\approx 30 \times 10^{-6}$ ) em comparação às ligas de base-Co ( $\approx 1 \times 10^{-7}$ ), e portanto maiores perdas por histerese em altas frequências ficando seu uso limitado a baixas frequências. Ainda decorrente da alta magnetostricção, as propriedades magnéticas de ligas de base-Fe sofrem alterações substanciais quando estas são submetidas à tensões externas. As ligas de base Co, por sua vez, apresentam uma baixa magnetostricção e uma permeabilidade magnética alta, sendo usadas em aplicações que envolvem altas frequências, mas uma magnetização de saturação baixa (da ordem de  $0.8\text{T}$ ), além de serem mais caras que as ligas de base Fe.

Domínios magnéticos são uma característica em materiais ferromagnéticos, sejam eles cristalinos ou amorfos. A estrutura destes domínios é resultado da distribuição de anisotropias magnéticas locais e está relacionada com a minimização da energia livre de um ferromagneto (cristalino [Chikazumi 64] e amorfo [Kronmüller *et al* 79]). Os processos de magnetização em um ferromagneto dependem da resposta desta estrutura de domínios a campos magnéticos externos [Kronmüller *et al* 79]. Portanto o estudo da estrutura de domínios pode ser usada para investigar processos de magnetização em materiais ferromagnéticos. É bem conhecido que em materiais cristalinos, as imperfeições na rede agem de forma efetiva para destruir propriedades ferromagnéticas doces. Este efeito é geralmente atribuído às fortes interações magnetoelásticas entre paredes de domínios e as tensões mecânicas oriundas dos defeitos da rede. Assim, até mesmo pequenas deformações plásticas em materiais magnéticos cristalinos contribuem para diminuir a permeabilidade consideravelmente. Pode-se utilizar tratamentos térmicos cuidadosos de forma a minimizar estes efeitos nos defeitos microestruturais. Em ligas de magnetostricção reduzida, os efeitos de tais tensões internas são menores. Exemplos bem conhecidos disto são as ligas Deltamax, Permalloy e Supermalloy.

Uma importante característica em ferromagnetos amorfos é a ausência de fronteiras de grão ou de fases. Portanto as principais fontes de travamento de paredes de domínio em cristais são eliminadas. Entretanto, devido ao rápido processo de solidificação, as ligas amorfas apresentam tensões internas muito grandes (que podem ser de até 100-200 MPa) quando no seu estado “como fundidas” (*as-cast*). Tais tensões se acoplam à magnetização local através da constante de magnetostricção ( $\lambda_s$ ), definindo uma anisotropia magnetoelástica intrínseca. Se nenhum campo magnético externo é aplicado, a estrutura de domínios será determinada principalmente pelos campos de retorno, por fatores desmagnetizantes e pela energia magnetoelástica [Kronmüller 81b] que se manifesta se a constante de magnetostricção é não nula. Esta contribuição magnetoelástica irá definir a estrutura de domínios e conseqüentemente as propriedades magnéticas macroscópicas. Em ligas amorfas de magnetostricção positiva, os domínios magnéticos tendem a se alinhar na direção do eixo de aplicação de uma tensão mecânica. Em uma liga de magnetostricção negativa, a tendência é de se alinharem perpendicularmente à mesma tensão. De fato, medidas de curvas de histerese em fitas ferromagnéticas amorfas mostram uma dependência significativa da coercividade com tensões [Hilzinger *et al* 79][Grössinger *et al* 83] proporcional em magnitude e sinal à constante de magnetostricção da amostra. Este efeito é interessante para aplicações em sensores. Dependendo de como foram produzidos, materiais amorfos podem apresentar tensões mecânicas internas muito diversas, influenciando a estrutura de domínios final. Fios e fitas amorfas apresentam uma estrutura de domínios diversa e muito característica de cada um devido aos métodos distintos de produção que determinam também sua geometria [Vázquez *et al* 92].

Um profundo entendimento das propriedades magnéticas nestes materiais pode levar ao desenvolvimento de dispositivos com grande impacto tecnológico, e isso pode ser obtido através do estudo da estrutura de domínios e de sua resposta à excitações externas. Além disso, devido às peculiaridades na estrutura de domínios em ligas ferromagnéticas amorfas, estas podem ser usadas para um estudo de magnetismo básico, e de como uma determinada estrutura de domínios leva a certas propriedades magnéticas macroscópicas. Diversos grupos de pesquisa têm seguido neste sentido nos últimos anos utilizando diversas técnicas, ópticas e magnéticas.

Observações ópticas da estrutura de domínios em ligas ferromagnéticas amorfas podem ser feitas utilizando técnicas clássicas, como o método Bitter [Becker 75][Obi *et al* 76][Takahashi *et al* 77][Tsukahara *et al* 78], ou técnicas magneto-ópticas como o efeito *Kerr* [Dietz

77][Kronmüller *et al* 77][Hubert 77][Gröger and Kronmüller 78][Schöder *et al* 78]. Estas técnicas, embora muito difundidas, têm a desvantagem de fornecer informações somente a respeito da superfície do material sendo investigado, que deve ser geralmente muito polida. Os processos de polimento podem muitas vezes induzir novos centros de tensão nas amostras, e portanto alterar a estrutura de domínios.

Com a introdução por Rekveldt, em 1973, da técnica de depolarização tridimensional de nêutrons para o estudo de domínios em ferromagnetos, sejam eles monocristalinos, policristalinos ou amorfos, pôde-se pela primeira vez obter informações a respeito dos domínios no interior do material que está sendo estudado [Rekveldt 73]. Nesta técnica, a polarização de um feixe de nêutrons é analisada depois de atravessar um material ferromagnético. Esta técnica vem sendo empregada com sucesso no estudo de domínios em materiais amorfos desde 1980 [Kraan *et al* 80][Stüsser *et al* 84][Veider *et al* 86][van Oudenaarden *et al* 94][Sinnecker *et al* 95]. A depolarização pode ser aplicada para estudos estáticos e dinâmicos da estrutura de domínios.

Tendo em mente que a interação dos domínios com os centros de tensão nos amorfos determina essencialmente os processos de magnetização, o estudo das propriedades magnéticas em função de tensões aplicadas é muito importante. Diferentes geometrias (fios e fitas) e diferentes condições de produção (diferentes taxas de resfriamento) podem acarretar diferentes distribuições de centros de tensão [Cruz Filho *et al* 92b][Knobel *et al* 93][Sato Turtelli *et al* 95]. O estudo do movimento de paredes de domínio a baixos campos magnéticos a.c. pode ser utilizado para a compreensão dos mecanismos de magnetização em amorfos. A coercividade também é uma propriedade importante para a compreensão dos processos de magnetização [Polak *et al* 93b] [Sinnecker *et al* 94b].

Experimentos envolvendo técnicas de campos alternados são, por exemplo, medidas da permeabilidade inicial [Hua and Sheng 81] a campos baixos e de relaxação da permeabilidade inicial [Allia and Vinai 86][Kronmüller *et al* 84]. No primeiro caso, pode-se detectar um aumento brusco no valor da permeabilidade inicial em função da intensidade de um campo a.c. de baixa intensidade ( $< 20\text{A/m}$ ). O campo para o qual esta mudança brusca ocorre é denominado *campo de pimmig*, e está relacionado a um desbloqueio de paredes de domínios travadas em centros definidos como centros de *pinning* [Polak *et al* 93a][Polak *et al* 93b][Sinnecker *et al* 94b] [Sato Turtelli *et al* 95].

A relaxação da permeabilidade magnética inicial, fenômeno também conhecido como *aftereffect* da permeabilidade inicial ou *disaccommodation*, é um decaimento reversível da permeabilidade com o tempo que ocorre devido à estabilização de paredes de domínios após um rearranjo da estrutura dos domínios. Este efeito é observado em vários materiais ferromagnéticos moles e foi estudado tanto em cristais como em amorfos. Em amorfos a permeabilidade geralmente decai seguindo uma lei quase-logarítmica. É uma característica intrínseca, podendo ser observada a qualquer temperatura abaixo da temperatura de Curie. O fenômeno está estritamente relacionado com processos de ordenamento microscópico de caráter difusivo que ocorrem em materiais ferromagnéticos. Estes ordenamentos, em ligas amorfas, são decorrentes dos diversos defeitos estruturais existentes no material produzido pelo processo de resfriamento rápido [Allia and Vinai 82][Allia and Vinai 86][Kronmüller 83]. De fato o fenômeno praticamente desaparece quando uma liga amorfa é cristalizada e a intensidade da relaxação se altera quando há mudanças estruturais irreversíveis no material [Allia and Vinai 86]. Um aspecto fenomenológico interessante é que a intensidade do *aftereffect* a uma temperatura fixa está relacionada com a magnetostricção de saturação através de uma lei quadrática do tipo  $A+B\lambda_s^2$  [Allia and Vinai 86][Kronmüller *et al* 84].

Embora indesejável em aplicações tecnológicas, este efeito de relaxação pode ser usado como uma ferramenta poderosa para obter o grau de amorficidade e para a investigação da estrutura de domínios em diversas situações. Para uma dada composição, a intensidade do *aftereffect* é proporcional ao volume livre no material. Em particular, de medidas de *aftereffect* em função de tensões externas, a resposta da estrutura de domínios frente a alterações na energia magnetoelástica pode ser determinada [Cruz Filho *et al* 92a]. Em geral se mede o efeito de relaxação usando-se um campo a.c. de alta frequência ( $\approx 200\text{kHz}$ ) [Allia and Vinai 82] [Sato Turtelli and Vinai 90]. Assim, contribuições de tempo muito curto para o *aftereffect* podem ser estudadas [Allia and Vinai 90]. Em geral, para tempos  $t > 10^{-3}\text{s}$  após o rearranjo da estrutura de domínios, o comportamento quase-logarítmico citado anteriormente é observado. Porém, para o intervalo  $10^{-5} < t < 10^{-3}\text{s}$ , um decaimento exponencial foi observado em ligas de composição  $\text{Fe}_{81}\text{B}_{13.5}\text{Si}_{3.5}\text{C}_2$  e  $\text{Fe}_{67}\text{Co}_{18}\text{B}_{14}\text{Si}_1$ , sob uma tensão mecânica de 200MPa, e a relaxação foi discutida em termos de efeitos dissipativos decorrentes de uma variação no número de paredes de domínio [Allia *et al* 86][Allia *et al* 87a]. Entretanto há uma falta de experimentos mais convincentes

indicando a variação do padrão de domínios nesta escala de tempo reduzida. As medidas a.c. feitas neste caso não dão informações diretas sobre o tempo de nucleação dos domínios a partir da saturação. Embora no trabalho de Allia e colaboradores as contribuições relativas a processos ativados tenham sido descartadas, através de uma análise da relaxação rápida em diversas temperaturas, a interpretação quanto a origem da relaxação não é muito segura. Além disso, relaxação dissipativa é extremamente sensível à frequência e à amplitude do campo a.c. aplicado durante a medida.

Neste trabalho foram realizado uma série de experimentos com o intuito de :

- 1) estudar a influência da geometria (fios e fitas) e das condições de produção das fitas nos processos de magnetização.
- 2) clarificar o fenômeno de decaimento magnético para tempo muito curto ( $t < 10^{-3}$ ) em fitas amorfas e estudar o tempo de nucleação de novas estruturas de domínios a partir do estado saturado.
- 3) estudar a permeabilidade inicial e o fenômeno de *aftereffect* da permeabilidade inicial no intervalo de tempo  $40\text{ms} < t < 4\text{s}$ , separando as contribuições real e imaginária (*aftereffect* e permeabilidade complexas) em fitas amorfas principalmente para estudar as relaxações do tipo dissipativas.

Para o primeiro caso, foram feitas medidas de coercividade, remanência, campo de *pinning*, *aftereffect* e permeabilidade inicial em função de tensões mecânicas aplicadas em 2 fitas amorfas de composição  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  produzidas com diferentes velocidades de resfriamento, uma de composição  $\text{Co}_{69}\text{Fe}_6\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  e para fios amorfos de composição  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  e  $(\text{Co}_{92.5}\text{Fe}_{6.3}\text{Nb}_1)_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$ .

Para o segundo caso foram efetuadas medidas de depolarização tridimensional dinâmica de nêutrons em função de tensões aplicadas para amostras de composição  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Co}_{77}\text{B}_{23}$  e  $\text{Fe}_8\text{Co}_{77}\text{B}_{15}$ . Também foram efetuadas medidas de indução magnética em função de tensões aplicadas e do tempo do pulso saturante, para amostras de composição  $\text{Fe}_8\text{Co}_{77}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{21}\text{Co}_{64}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{42.5}\text{Co}_{42.5}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{55}\text{Co}_{30}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{73}\text{Co}_{12}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{85}\text{B}_{15}$  e  $\text{Co}_{77}\text{B}_{23}$  e uma amostra de Fe-Si 6.5% cristalina, à temperatura ambiente.

Finalmente, para o terceiro caso, foram efetuadas medidas de *aftereffect*, permeabilidade e campos de *pinning* complexo em função da frequência do campo aplicado, para amostras de composição  $\text{Fe}_8\text{Co}_{77}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{21}\text{Co}_{64}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{42.5}\text{Co}_{42.5}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{55}\text{Co}_{30}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  e  $\text{Fe}_{73}\text{Co}_{12}\text{B}_{15}$ , à temperatura ambiente.

O uso da depolarização de nêutrons no estudo da dinâmica de estruturas de domínios em ligas amorfas é completamente original, e este trabalho é o primeiro do gênero. Por este motivo, iniciaremos esta dissertação com uma descrição detalhada da teoria de depolarização de nêutrons mostrando suas bases, suas limitações e sua aplicabilidade no estudo de materiais ferromagnéticos amorfos. O capítulo II será completamente dedicado a esta descrição.

Uma vez que um dos objetivos deste trabalho é o estudo de processos de magnetização em ligas amorfas, daremos no capítulo III uma descrição dos processos de magnetização em materiais ferromagnéticos, seguindo com a apresentação de um modelo para descrever o comportamento da coercividade com tensões mecânicas em materiais amorfos.

Dedicaremos o capítulo IV ao *aftereffect* da permeabilidade inicial onde mostraremos os dois principais modelos existentes para explicar o fenômeno em amorfos e mostraremos os métodos de medida.

No capítulo V apresentaremos uma descrição das amostras e das técnicas experimentais adotadas no desenvolvimento deste trabalho. Uma ênfase será dada à descrição da montagem experimental e dos métodos de medidas de depolarização de nêutrons pois isso será fundamental para a compreensão dos resultados obtidos com esta técnica. Descreveremos também os métodos utilizados para medidas magnéticas como campos de *pinning*, *aftereffect* complexo e indução magnética.

O estudo da influência da geometria e das condições de fabricação nas propriedades magnéticas de ligas amorfas será mostrado no capítulo VI. Os processos de magnetização em fios e fitas amorfas foram estudados através da dependência com tensões mecânicas de propriedades magnéticas como coercividade, remanência, campos de *pinning*, permeabilidade inicial e *aftereffect* da permeabilidade inicial. Será mostrado que as diferentes geometrias e condições de fabricação destes materiais determinam as estruturas de domínios e os processos de magnetização.

O capítulo VII será dedicado à apresentação do estudo da dinâmica de domínios magnéticos para tempos curtos. Serão apresentados os resultados obtidos por depolarização de nêutrons e

medidas de indução magnética. Com estas técnicas mostraremos ser possível verificar os processos de nucleação de paredes de domínio a partir da saturação, e acompanhar o movimento das novas paredes nucleadas com o tempo até o equilíbrio. Mostraremos que a relaxação observada em ambas as técnicas está ligada a um processo de deslocamento de paredes planares de  $180^\circ$  com um caráter dissipativo, descrita por uma equação clássica de movimento de paredes de  $180^\circ$ .

As medidas de *aftereffect* e permeabilidade inicial complexas em função da frequência do campo aplicado serão mostradas no capítulo VIII. Mostraremos através da descrição do comportamento de paredes de domínio sob ação de campos alternados, que o *aftereffect* devido às perdas é sempre muito pequeno, comparado à parte real, no intervalo de tempo entre 40ms e 4s, mesmo para altas frequências e para a frequência de relaxação ( $\mu' = \mu''$ ). Para baixas frequências a relaxação de  $\mu''$  é conseqüente do *aftereffect* do tipo dissipativo, sendo então muito pequena. Por outro lado, para altas frequências, a relaxação é rápida, do tipo exponencial, por ser originada principalmente por *eddy currents*.

Por fim, no capítulo IX serão mostradas as principais conclusões deste trabalho.

## Depolarização Tridimensional de Nêutrons

---

### 1. Introdução

Feixes de nêutrons são atualmente uma ferramenta excepcional em física da matéria condensada. Sua importância emerge diretamente das propriedades fundamentais dos nêutrons que são sua massa, momento angular de *spin*, momento magnético, e ausência de carga elétrica. Tais propriedades tornam os nêutrons apropriados principalmente ao estudo da interação magnética entre nêutrons térmicos e matéria condensada, interação esta que nos dá muitas informações a respeito das propriedades magnéticas. Estas interações podem ser estudadas de diversas formas, por experimentos de difração de feixes polarizados e não polarizados ou medindo-se a mudança na polarização de um feixe de nêutrons após transmissão através de materiais magnéticos.

Este último método têm sido centro de interesse já há alguns anos. Os primeiros experimentos com esta técnica foram feitos por Burgy e co-autores em 1950 [Burgy *et al* 50], sendo que os resultados foram interpretados em termos da teoria de depolarização desenvolvida por Halpern e Holstein [Halpern and Holstein 41]. Em meados dos anos 60, o método foi desenvolvido também por Drabkin e co-autores em Leningrado [Drabkin *et al* 65], Rauch em Viena [Rauch 66] e pelo grupo de Rekveldt em Delft, Holanda [Baker *et al* 68]. Em contraste com experimentos de difração de nêutrons onde informações estáticas e dinâmicas são obtidas em uma escala atômica, a técnica de depolarização nos dá, em particular, informações numa escala micrométrica, bem longe da escala atômica, e não limitada. Até os anos 70, tais informações diziam respeito somente ao comprimento de correlação no qual os momentos magnéticos são paralelos, e portanto uma medida do tamanho médio dos domínios magnéticos no material sob investigação. Porém Rekveldt [Rekveldt 71] e paralelamente Okorokov [Okorokov *et al* 76], desenvolveram a teoria e o método experimental para uma extensão tridimensional do método de depolarização unidimensional que nos permite, através de um modelo teórico estatístico [Rekveldt 73] [Rekveldt 76] [Maleev and Ruban 76], determinar não somente o tamanho médio dos domínios, mas também a magnetização média, os cosenos diretores locais nos domínios

magnéticos e até mesmo correlações entre as direções de magnetização dos domínios vizinhos no caminho de propagação do feixe de nêutrons. Tal teoria é uma extensão da teoria unidimensional proposta por Halpern e Holstein [Halpern and Holstein 41]. Rekveldt propôs uma extensão da técnica de medidas, até então estáticas, para um método dinâmico usando um campo magnético periodicamente alterado na amostra e uma detecção sincronizada de nêutrons através de uma placa multicanal, permitindo o estudo da dinâmica das estruturas magnéticas em materiais [Rekveldt 72].

Segundo Rekveldt [Rekveldt 71] [Rekveldt 72], uma matriz (3x3), chamada de **matriz depolarização**, pode ser medida com o uso do método tridimensional permitindo a obtenção de informações detalhadas a respeito das propriedades dos domínios magnéticos em um ferromagneto. Por ser uma técnica de transmissão, tais informações são relativas a estrutura de domínios existentes no interior do material sendo estudado. Técnicas ópticas, como por exemplo o efeito *Kerr*, permitem obtenção somente de informações a respeito da superfície do material. Mais do que isso, uma vez que em técnicas ópticas a superfície do material deve ser previamente preparado, é possível que as estruturas observadas não correspondam a estrutura real no interior do material, o mesmo não ocorrendo com a utilização da depolarização de nêutrons.

Neste capítulo descreveremos os aspectos teóricos do processo de depolarização de nêutrons de acordo com os quais a matriz (3x3) de depolarização pode ser interpretada em termos de propriedades magnéticas tais como a magnetização média ou magnetização reduzida média  $m$ , o tamanho médio dos domínios magnéticos  $d$ , e os cosenos diretores quadráticos médios  $\gamma_x, \gamma_y, \gamma_z$  da magnetização interna nos domínios magnéticos. Iniciaremos com uma introdução a respeito das propriedades básicas dos nêutrons e de feixe polarizados de nêutrons. A seguir, introduziremos a teoria de depolarização de nêutrons discutindo sua aplicabilidade no estudo de materiais magnéticos e também suas limitações. Por fim daremos alguns exemplos da utilização desta técnica.

O uso de feixes de nêutrons tem contribuído, mais do que qualquer outra técnica experimental, à compreensão da natureza do magnetismo em matéria condensada.

## 2. Propriedades Básicas de Nêutrons

O grande impacto do uso de feixes de nêutrons em física da matéria condensada emerge diretamente das propriedades fundamentais dos nêutrons, que são mostradas na Tabela II-1.

**Tabela II-1: Propriedades fundamentais dos nêutrons**

Propriedade	Valor
Massa $m$	$1.67495 \times 10^{-27}$ kg
Momento angular de <i>spin</i>	$\frac{1}{2}$
Momento magnético $\mu_N$	$-1.913 \beta_N$ <sup>1</sup>
Carga elétrica	NULA

O fato dos nêutrons possuírem massa não desprezível tem importantes conseqüências. A nível prático significa que nêutrons de alta energia, produzidos por exemplo por fissão nuclear, podem ser “freitados”, ou moderados, até o ponto em que possuem a mesma energia ou temperatura que os átomos do material que constitui o meio moderador<sup>2</sup>. Suas energias são então adequadas para o estudo de uma larga faixa de fenômenos dinâmicos em sólidos e líquidos. Moderadores à base de colisões inelásticas entre nêutrons e prótons são especialmente efetivos pois ambos possuem praticamente a mesma massa e portanto o espectro de energias dos nêutrons que emergem do moderador pode ser escolhido alterando-se a temperatura do mesmo. As energias dos nêutrons são geralmente expressas em unidades de elétron-volt ( $1\text{eV} = 1.60219 \times 10^{-19}$  J), e as energias mais úteis para estudos em física da matéria condensada são geralmente colocadas nas faixas mostradas na Tabela II-2.

Uma vez que a energia do nêutron é definida (energia cinética), a massa do nêutron determina a sua velocidade  $v$ ,

$$v = \left( \frac{2E}{m} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.1})$$

<sup>1</sup>  $\beta_N$  é conhecida como *nuclear magneton*, que vale  $1/1840$  magnetons de Bohr.

<sup>2</sup> O meio moderador é composto de uma material mantido a uma determinada temperatura constante  $T$ , colocado entre a fonte dos nêutrons, e a saída por onde os nêutrons escapam. Em reatores de fissão, são comuns os moderadores com água pesada, ou então grafite.

e o comprimento de onda de *De Broglie*  $\Lambda$ ,

$$\Lambda = \frac{h}{mv} = \frac{h}{(2mE)^{1/2}} \quad (\text{II.2})$$

onde  $h$  é a constante de *Planck*,  $h = 6.62618 \times 10^{-34}$  J s.

**Tabela II-2: Faixas de classificação energética de nêutrons :**

Faixa de Energia	Classificação
0.1 - 10 meV	Nêutrons frios ou <i>Cold Neutrons</i>
10 - 100 meV	Nêutrons térmicos ou <i>Thermal Neutrons</i>
100 - 500 meV	Nêutrons quentes ou <i>Hot Neutrons</i>
> 500 meV	Nêutrons epitérmicos ou <i>Epithermal Neutrons</i>

Outra quantidade muito útil, particularmente em estudos de difração na rede recíproca de um cristal, é o vetor de onda  $k$ , que é definido como tendo uma magnitude

$$k = \frac{2\pi}{\Lambda} \quad (\text{II.3})$$

na direção da velocidade  $v$ .

As velocidades de nêutrons com energias até quilovolts podem ser determinadas pelo método conhecido como *tempo de voo* (“*time of flight*”), no qual mede-se o tempo de transmissão dos nêutrons por uma distância conhecida. Mas o fato mais importante é o de que a massa define para nêutrons térmicos (*thermal neutrons*), um comprimento de onda da mesma ordem de grandeza das distâncias interatômicas em sólidos e líquidos. Assim, é possível se observar fenômenos de interferência que dá informações sobre a estrutura do sistema sendo estudado. O fato de que com nêutrons é possível se fazer estudos estruturais e dinâmicos simultaneamente é que dá a eles sua unicidade. Os valores típicos dos parâmetros citados anteriormente são mostrados na Tabela II-3, para nêutrons frios, térmicos e quentes.

Tabela II-3: Valores típicos de  $\nu$ ,  $v$ ,  $\lambda$  e  $k$  para nêutrons frios, térmicos e quentes :

Energia (meV)	5	50	300
Frequência $\nu$ (THz)	1.209	12.091	72.54
Velocidade $v$ (m/s)	978	3098	7576
Comprimento de onda $\lambda$ (Å)	4.0444	1.2790	0.5221
Vetor de onda $k$ (Å <sup>-1</sup> )	1.5535	4.9127	12.034

Embora os nêutrons não tenham uma carga elétrica, eles são formados por partículas carregadas. É bem aceito ser o *spin* destes constituintes o responsável pelo momento magnético não nulo dos nêutrons que interage fortemente com o *spin* dos elétrons não emparelhados em materiais magnéticos. O momento angular de *spin* dos nêutrons tem magnitude  $\pm \frac{1}{2}\hbar$  e feixes de nêutrons podem ser preparados para ter predominantemente *spin*  $+\frac{1}{2}\hbar$  ou  $-\frac{1}{2}\hbar$ . Estes feixes polarizados são utilizados nos experimentos de difração de nêutrons polarizados, ou nos experimentos de depolarização de nêutrons.

A carga elétrica nula dos nêutrons significa que feixes de nêutrons podem penetrar profundamente nos materiais, e muitas vezes serem transmitidos, sem sofrerem uma atenuação grande de intensidade. Uma vez que não há barreiras de Coulomb a serem vencidas, os nêutrons podem interagir com os núcleos diretamente, e de fato este é o principal mecanismo de difração com nêutrons. Este tipo de difração, ao contrário da difração que ocorre com ondas eletromagnéticas (raios-X), é independente do número de elétrons no átomo investigado e varia aleatoriamente entre os elementos e até mesmo entre isótopos de um mesmo elemento.

### 3. Feixes Polarizados de Nêutrons

O *spin* dos nêutrons pode ser representado por um vetor de *spin*  $S$ . Este é um operador do qual apenas uma componente ao longo de um eixo arbitrário pode ser determinada instantaneamente. Fazendo-se uma média desta componente sob um número grande de medidas, o valor será diferente de zero apenas para um feixe polarizado. Cada nêutron, quando considerado isoladamente, tem sua polarização própria  $|P|=1$  ao longo da direção de *spin*. O vetor de

polarização pode ser definido como sendo o valor esperado do operador  $S$  dividido pelo seu valor máximo, o que pode ser resumido na seguinte expressão:

$$P = \frac{\langle S \rangle}{1/2} = 2 (\langle S_x \rangle i_x + \langle S_y \rangle i_y + \langle S_z \rangle i_z) \quad (\text{II.4})$$

onde  $i_x, i_y, i_z$  são vetores unitários nas direções  $x, y$  e  $z$  de um sistema arbitrário de coordenadas no qual as três componentes de *spin* podem ser medidas.

Na relação acima, consideramos que o nêutron é uma partícula de *spin* 1/2 com dois valores possíveis para o momento angular. Na maioria dos casos envolvendo experimentos com feixes de nêutrons, é suficiente considerar o que chamamos de polarização linear na direção de um campo magnético aplicado. Podemos considerar o feixe subdividido em dois subconjuntos:  $I_+$  com nêutrons de *spin* (+), ou “para cima” (*spin up*), e  $I_-$  com nêutrons de *spin* (-), ou “para baixo” (*spin down*). A polarização do feixe pode então ser definida como sendo o excesso de nêutrons com *spin* (+) ou (-), ou seja:

$$P = \frac{I_+ - I_-}{I_+ + I_-} \mathbf{n} \quad (\text{II.5})$$

onde  $\mathbf{n}$  é um vetor unitário na direção de polarização e  $I_+$  e  $I_-$  são as intensidades medidas com um feixe de *spin* de componente + e - medidos ao longo de  $\mathbf{n}$  respectivamente. O vetor  $\mathbf{n}$  pode também ser interpretado como sendo a direção média dos *spins*.

É importante entender como a polarização linear difere de outras duas quantidades, a orientação e o alinhamento. A interação de um *spin*  $S$  com um campo magnético na direção  $z$  gera  $2S+1$  níveis de energia, cada qual caracterizado por um valor  $\langle m_s \rangle = \langle S_z \rangle$ , ou seja, o valor esperado de  $S$  na direção  $z$ . O termo orientação significa simplesmente que a população de cada estado  $m_s$  depende de  $m_s$ . A Figura II.1 (a) mostra um sistema de *spins* não orientados. O sistema é dito polarizado se o número de *spins* apontando na direção  $+z$  difere do número na direção  $-z$ , como mostrado na Figura II.1 (b). A polarização linear é somente o valor médio de  $\langle S_z \rangle / S$  para o sistema como um todo, e é proporcional à magnetização. Alinhamento é um outro tipo de orientação onde a população dos estados  $m_s$  depende de  $m_s^2$ , e de fato um sistema alinhado não é polarizado se as populações dos estados  $+m_s$  e  $-m_s$  são iguais. Isso é mostrado na Figura II.1 (c).

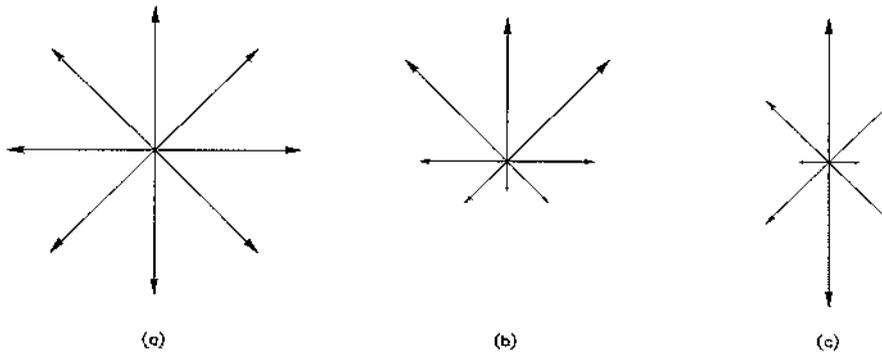


Figura II.1 : Sistemas de Spin não orientados (a), polarizados (b) e alinhados (c)

#### 4. Feixes Polarizados na presença de campos magnéticos homogêneos

Agora que definimos o que é um feixe polarizado, descreveremos o que ocorre com o vetor de polarização quando este feixe encontra uma região onde há um campo magnético homogêneo.

A interação entre o momento magnético de um nêutron e um campo magnético pode ser descrita pela Hamiltoniana :

$$\hat{V} = -\mathbf{m} \cdot \mathbf{B} \quad (\text{II.6})$$

onde  $\mathbf{m}$  é o operador momento magnético do nêutron, definido como  $\mathbf{m} = \mu_n \vec{\sigma}$ ,  $\mu_n$  sendo o momento magnético do nêutron, e  $\vec{\sigma}$  as matrizes de Pauli, que satisfazem as seguintes relações de comutação:

$$[\sigma_k, \sigma_l] = 2i\epsilon_{klm} \sigma_m \quad (\text{II.7})$$

Como já vimos, o vetor polarização do feixe de nêutrons é dado pelo valor esperado do operador de *spin*. Este, por sua vez, pode ser definido em função das matrizes de Pauli e podemos dizer que  $\mathbf{P} = \langle \vec{\sigma} \rangle$ . Queremos saber como será o vetor de polarização após um feixe polarizado atravessar uma região que contém um campo magnético.

A dependência temporal do vetor de polarização pode ser descrita pela relação:

$$\frac{d\mathbf{P}}{dt} = \left\langle \frac{\partial \vec{\sigma}}{\partial t} \right\rangle + \frac{i}{\hbar} \langle [H, \vec{\sigma}] \rangle \quad (\text{II.8})$$

Usando as equações II.6 e II.7 e o fato de que  $\frac{\partial \vec{\sigma}}{\partial t} = 0$ , podemos deduzir que :

$$\begin{aligned}\frac{dP_x}{dt} &= \gamma (B_z P_y - B_y P_z) \\ \frac{dP_y}{dt} &= \gamma (B_x P_z - B_z P_x) \\ \frac{dP_z}{dt} &= \gamma (B_y P_x - B_x P_y)\end{aligned}\quad (\text{II.9})$$

onde  $\gamma$  é a razão giromagnética dos nêutrons ( $\gamma = 2\mu_n / \hbar = 1.83 \times 10^8 \text{ s}^{-1}\text{T}^{-1}$ ).

As expressões em II.9 podem ser resumidas na expressão :

$$\frac{d\mathbf{P}}{dt} = \gamma [\mathbf{P} \times \mathbf{B}] \quad (\text{II.10})$$

Esta expressão nos mostra que o vetor  $\mathbf{P}$  precessiona ao redor de um campo magnético  $\mathbf{B}$ . A frequência de rotação é a chamada de frequência de precessão de Larmor  $\omega_L = \gamma |\mathbf{B}|$ . Para um campo  $\mathbf{B}$  da ordem de 1.2T,  $\omega_L = 2.168 \times 10^8 \text{ s}^{-1}$ .

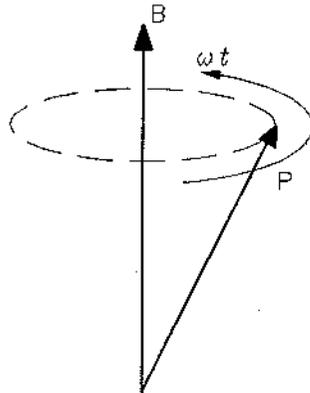


Figura II.2 : Precessão do vetor de polarização  $\mathbf{P}$  ao redor de um campo magnético  $\mathbf{B}$ .

Um campo magnético em uma região, não precisa ser necessariamente constante em intensidade e direção. Isso abre a possibilidade de encontrarmos duas situações distintas, considerando que um campo pode variar em direção também com uma frequência característica  $\omega$ . Dependendo da relação entre frequência de Larmor de precessão do vetor de polarização  $\omega_L$  e a frequência  $\omega$  com a qual o campo se altera, temos duas situações: processos adiabáticos e

processos não adiabáticos.

#### 4.1 Processo adiabático de rotação

Se o campo tem sua direção alterada com uma frequência  $\omega \ll \omega_L$ , o vetor de polarização gira numa razão muito mais rápida que a razão com a qual o campo se altera, e a interação é dita adiabática. O vetor de polarização, neste caso, acompanha o eixo de rotação do campo, sempre precessionando em torno deste. A medida que o campo altera sua direção, o vetor de polarização do feixe acompanha tal rotação. O eixo de precessão não varia em relação ao eixo do campo magnético, e portanto a componente do vetor de polarização paralela ao campo se mantém constante. Este é o princípio de funcionamento dos *spin turners*, como veremos adiante na seção experimental.

#### 4.2 Processo não adiabático

A outra situação possível ocorre quando  $\omega \gg \omega_L$ . Neste caso, o campo se altera em direção mais rápida que o tempo de precessão do vetor de polarização. A medida que o nêutron se propaga, seu vetor de polarização não tem tempo de fazer uma precessão completa ( $2\pi$ ), e logo encontra um campo em uma outra direção. Isso é o que ocorre quando um feixe penetra em uma região do espaço preenchida com diversas micro regiões, cada qual com um campo magnético diferente. Isso é o que chamamos de textura magnética, como aquela que podemos encontrar em domínios magnéticos. No caso não adiabático, o eixo de precessão do vetor polarização ao redor do campo magnético não se mantém constante, e as componentes paralela e perpendicular do vetor em relação ao campo não se mantêm constantes.

A solução da equação diferencial II.10 nos dá a dependência temporal e com campo do vetor de polarização explicitamente [Rekveldt 72] :

$$\mathbf{P}(t) = \mathbf{P}(0) \cos(\omega t) - (\mathbf{P}(0) \times \vec{n}) \sin(\omega t) + (\mathbf{P}(0) \cdot \vec{n}) \vec{n} (1 - \cos(\omega t)) \quad (\text{II.11})$$

onde  $\mathbf{P}(0)$  é o vetor de polarização em  $t=0$ ,  $\mathbf{P}(t)$  é o vetor de polarização após decorrido um tempo  $t$ , tempo no qual o vetor esteve interagindo com o campo magnético. O campo magnético é caracterizado por seu valor absoluto  $\omega/\gamma$  e por sua direção indicada pelo vetor unitário  $\vec{n}$ . A

equação II.11 representa nada mais do que uma rotação de um ângulo  $\omega t$  do vetor de polarização ao redor do campo magnético.

## 5. Feixes polarizados em um domínio magnético

O comportamento de um feixe polarizado em um campo magnético homogêneo descrito até aqui é equivalente ao de um feixe polarizado dentro de um único domínio magnético em um material ferromagnético. Como já vimos anteriormente, materiais magnéticos apresentam domínios que são regiões onde a magnetização é constante em direção e intensidade. A influência das paredes de domínio, as regiões entre os domínios, pode ser desprezada se a largura da parede de domínio for muito menor do que o tamanho do domínio em si.

O resultado anterior pode ser usado para descrever as mudanças na polarização de um feixe de nêutrons polarizados que passa por um domínio magnético. O tempo de interação do feixe dentro do domínio depende do tamanho do domínio na direção de propagação do feixe e da velocidade dos nêutrons ( $t = \delta/v$ , onde  $\delta$  é o tamanho do domínio e  $v$  é a velocidade dos nêutrons).

A expressão II.11 pode ser escrita em forma matricial como :

$$\mathbf{P}''(t) = \begin{bmatrix} \cos(\omega t) & -\sin(\omega t) & 0 \\ \sin(\omega t) & \cos(\omega t) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \cdot \mathbf{P}''(0) = D''(\omega, t) \cdot \mathbf{P}''(0) \quad (\text{II.12})$$

onde o eixo  $z''$  do sistema de coordenadas  $(x'', y'', z'')$  foi escolhido como sendo ao longo da direção de magnetização  $\vec{n}$  e o eixo  $x''$  como sendo perpendicular ao eixo  $z$  do sistema de coordenadas do laboratório  $(x, y, z)$  (veja figura II.3). As duas linhas dos vetores  $\mathbf{P}''(0)$  e  $\mathbf{P}''(t)$  indicam que estes estão descritos no sistema de coordenadas  $(x'', y'', z'')$ .

Para o sistemas  $(x'', y'', z'')$  e  $(x, y, z)$  a seguinte transformação é válida :

$$\begin{pmatrix} x'' \\ y'' \\ z'' \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \phi & -\sin \phi & 0 \\ \cos \theta \sin \phi & \cos \theta \cos \phi & -\sin \theta \\ \sin \theta \sin \phi & \sin \theta \cos \phi & \cos \theta \end{bmatrix} \cdot \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix} = \mathbf{U} \cdot \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix} \quad (\text{II.13})$$

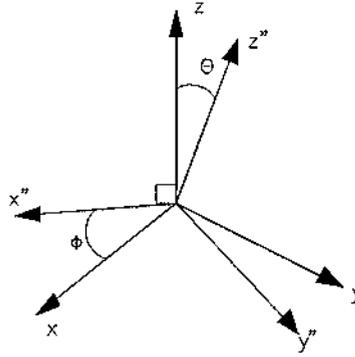


Figura II.3 : Sistema de coordenadas mostrando os eixos  $(x,y,z)$  e  $(x'',y'',z'')$ .

Usando esta matriz de transformação para descrever os vetores de polarização II.12 no sistema de eixos do laboratório teremos :

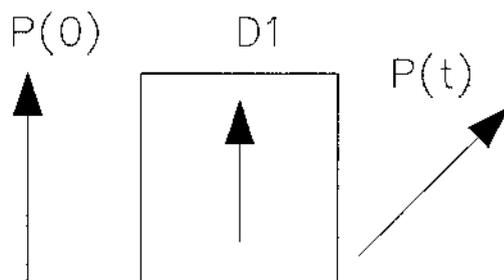
$$\begin{aligned}
 \mathbf{P}''(t) &= \mathbf{U} \mathbf{P}(t) \\
 \mathbf{P}''(0) &= \mathbf{U} \mathbf{P}(0) \\
 \mathbf{P}(t) &= \mathbf{U}^{-1} \mathbf{D}'' \mathbf{U} \mathbf{P}(0) \\
 \mathbf{P}(t) &= \mathbf{D}(n,t) \mathbf{P}(0)
 \end{aligned}
 \tag{II.14}$$

Aqui,  $\mathbf{D}(n,t)$  é uma matriz de rotação pura descrevendo as mudanças na polarização ocorrendo em um domínio, e depende somente do tempo de interação  $t$  e dos parâmetros de orientação  $\theta$  e  $\phi$  de  $\vec{n}$ .  $\theta$  é o ângulo entre  $\vec{n}$  e o eixo  $z$ .  $\phi$  é o ângulo entre a projeção de  $\vec{n}$  no plano  $(x-y)$  e o eixo  $y$ . A matriz  $\mathbf{D}(n,t)$  pode ser reescrita da seguinte forma :

$$\mathbf{D}(n,t) = \begin{bmatrix} 1 - (1 - \cos \omega t) & (1 - \cos \omega t) n_x n_y & (1 - \cos \omega t) n_x n_z \\ (1 - n_x^2) & -n_z \sin \omega t & +n_y \sin \omega t \\ (1 - \cos \omega t) n_x n_y & 1 - (1 - \cos \omega t) & (1 - \cos \omega t) n_y n_z \\ +n_z \sin \omega t & (1 - n_y^2) & -n_x \sin \omega t \\ (1 - \cos \omega t) n_x n_z & (1 - \cos \omega t) n_y n_z & 1 - (1 - \cos \omega t) \\ -n_y \sin \omega t & -n_x \sin \omega t & (1 - n_z^2) \end{bmatrix}
 \tag{II.15}$$

onde  $n_x$ ,  $n_y$ , e  $n_z$  são os cossenos diretores do campo magnético local onde a interação ocorre. No

caso de um domínio, são os cosenos diretores da magnetização espontânea  $M_S$  no domínio envolvido, como mostra a figura II.4.

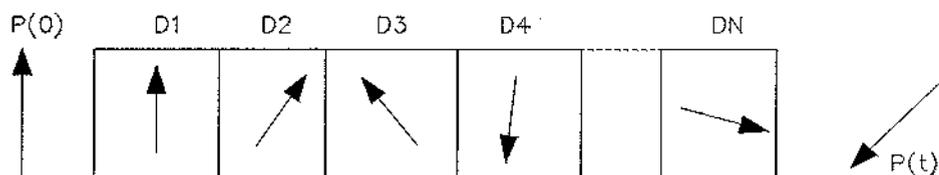


**Figura II.4 :** Rotação simples que ocorre quando um feixe polarizado passa por uma região com um campo magnético homogêneo como em um domínio magnético.

A expressão II.14 dá a mudança na polarização após a transmissão do feixe por um único domínio. A mudança quando um feixe passa por  $N$  domínios colocados em linha é facilmente deduzida desta mesma expressão, apenas multiplicando-se matrizes em sucessão, matrizes estas relativas cada qual a um dos domínios, como mostrado na figura II.5. Temos portanto :

$$\mathbf{P}_N = D(n_N, t_N) \dots D(n_2, t_2) D(n_1, t_1) \mathbf{P}_0 \tag{II.16}$$

onde  $t_N$  é o tempo de interação do N-ésimo domínio.



**Figura II.5 :** Feixe polarizado atravessando região composta de sucessão de campos magnéticos diferentes. A cada região corresponde uma matriz de rotação pura  $D(n,t)$ . O vetor polarização final é determinado por  $N$  aplicações de matrizes como estas no vetor polarização inicial.

Um material magnético geralmente não é formado por estruturas tão simples de domínios. Em geral temos estruturas um tanto quanto complexas, e que podem até mesmo variar no tempo. O vetor de polarização de um feixe de nêutrons polarizados que passa por uma região onde a estrutura de domínios, ou estrutura magnética é mais complexa, não sofre apenas uma rotação, mas também pode apresentar uma redução na sua magnitude. Isso é o que chamamos de depolarização.

## 6. Depolarização de Nêutrons

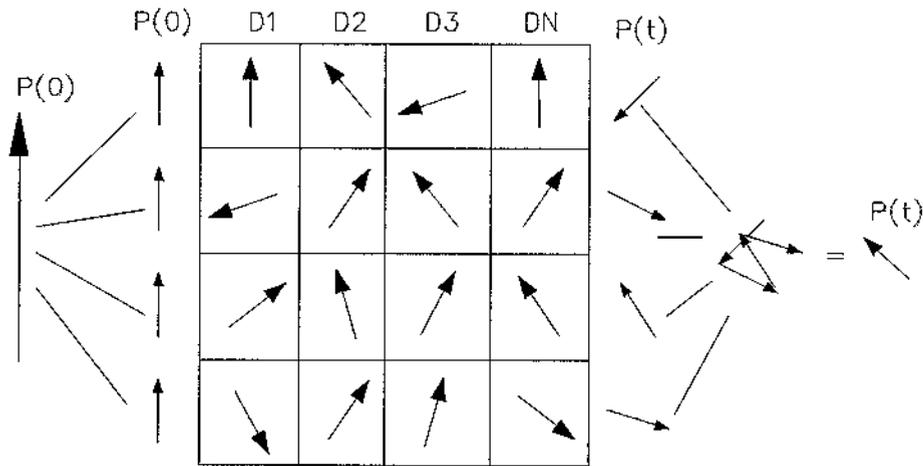
A expressão II.16 descreve somente o caso em que temos uma linha composta de domínios magnéticos com diversas orientações e tamanhos. Porém, em um caso real, temos em materiais ferromagnéticos uma estrutura complexa de domínios magnéticos [Veider *et al* 86]. Para se encontrar uma expressão descrevendo o que ocorre com o vetor de polarização de um feixe que atravessa uma região com tal estrutura, precisamos fazer um modelo estatístico. Em primeiro lugar, dividimos o feixe em diversos sub-feixes, cada qual tendo uma seção reta muito menor que a dos domínios. Desta forma garantimos que cada sub-feixe irá interagir apenas com uma linha de domínios por vez. Para estes sub-feixes, a relação II.16 é válida e o vetor polarização resultante  $\mathbf{P}(t)$  do feixe como um todo é encontrado se fazendo uma média de todos os vetores polarização dos sub-feixes, ou seja, fazendo-se uma média sobre todas as linhas de matrizes possíveis. Com isso chegamos à expressão :

$$\begin{aligned} \mathbf{P}(t) = & \sum_{N=0}^{\infty} p_1(N) \int_0^{\infty} \dots \int_0^{\infty} p_2(t_N, N) \dots p_2(t_1, N) dt_N \dots dt_1 \\ & \cdot \sum_{n_N}^K \dots \sum_{n_1}^K p_3(n_N) \dots p_3(n_1) \\ & \cdot D(n_N, t_N) \dots D(n_1, t_1) \mathbf{P}(0) \end{aligned} \quad (\text{II.17})$$

onde as últimas  $N$  somas denotam a soma envolvendo as  $K$  possíveis orientações da magnetização nos domínios. Nesta expressão,  $p_1(N)$ ,  $p_2(t_i, N)$  e  $p_3(n_i)$  são funções de peso normalizadas que descrevem a probabilidade de se encontrar uma linha com  $N$  matrizes, um domínio  $i$  em uma linha de  $N$  matrizes com tempo de interação  $t_i$ , e um domínio onde a magnetização está orientada em  $n_i$ , respectivamente.

A figura VII.14 mostra um exemplo de uma estrutura complexa, na qual aparecem diversas regiões nas quais a direção de magnetização varia. Neste exemplo não há diferença entre os tempos de interação do feixe com a magnetização em cada domínio pois todos os domínios são do mesmo tamanho. Como podemos ver, o vetor de polarização inicial  $\mathbf{P}(0)$  foi subdividido em 4 sub-vetores (correspondentes a 4 sub-feixes). Cada vetor encontra uma linha de domínios, e interage com cada domínio na sua linha. Os sub-vetores resultantes diferem quanto a orientação. Somando-se vetorialmente os sub-vetores resultantes, encontramos o vetor de polarização final  $\mathbf{P}(t)$ . Além

de ter uma orientação diferente, o vetor final é menor em magnitude do que o vetor inicial. Houve portanto uma perda de polarização, ou seja, uma depolarização.



**Figura VII.14 :** Esquema ilustrando o efeito de uma estrutura complexa de domínios em um feixe polarizado. O vetor final tem intensidade menor que o inicial mostrando a depolarização.

O vetor de polarização descreve a orientação média dos *spins* dos nêutrons que compõe um feixe. O feixe polarizado corresponde à situação mostrada anteriormente na figura II.1(b). Depois de atravessar os domínios, o vetor de cada sub-feixe é rodado e na média, o feixe fica sem uma direção preferencial, como mostrado na figura II.1 (a).

O produto de matrizes mostrado na expressão II.17 pode ser expresso por uma única matriz, chamada então de matriz depolarização. Rekveldt [Rekveldt 72] mostrou que esta matriz pode ser calculada teoricamente dada uma certa estrutura de domínios, e que pode ser descrita em termos dos parâmetros que definem a estrutura. Tais parâmetros são os cosenos diretores quadráticos médios da magnetização interna  $\gamma_x, \gamma_y, \gamma_z$ , a magnetização reduzida  $m$ . O tamanho médio dos domínios também pode ser calculado através desta matriz.

Escrevendo-se a expressão II.17 desta forma, assumiu-se que a correlação entre as orientações em domínios vizinhos é a mesma para todos os domínios, que não há correlação entre a direção de magnetização e o tempo de interação  $t_i$  e finalmente que não há correlação entre os tempos de interação  $t_i$  e  $t_j$  em uma linha de matrizes. As duas primeiras suposições nos permite fazer esta média sobre as orientações de magnetização independentemente de cada uma e da média sobre os diferentes intervalos de tempo  $t_i$ . A terceira suposição nos permite fazer a média

sobre diferentes intervalos de tempo  $t_i$  separadamente. A primeira suposição é violada, por exemplo, em materiais onde somente paredes de  $90^\circ$  ou de  $180^\circ$  estão presentes. Com relação a segunda suposição, uma correlação forte entre a orientação da magnetização e o tempo de interação (ou seja, tamanho dos domínios) é esperada em ferromagnetos onde a magnetização resulta de movimentos de paredes. A terceira e última suposição é violada pela relação  $\sum_{i=1}^N t_i = t_0$  onde  $t_0$  é a interação integral no tempo do feixe de nêutrons com o material investigado.

Usando estas três suposições, a expressão II.17 pode ser reescrita como :

$$\mathbf{P}(t) = \sum_{N=0}^{\infty} p_1(N) \left( D^*(t_{aN}) \right)^N \mathbf{P}(0) \quad (\text{II.18})$$

onde

$$D^*(t_{aN}) = \int_0^{\infty} p_2(t_1, N) dt_1 \sum_{n_i}^K p_3(n_i) D(n_i, t_1) \quad (\text{II.19})$$

A dependência temporal de  $D(n_i, t)$  se manifesta somente em termos de  $\cos(\omega t)$  e  $\sin(\omega t)$ , enquanto que a dependência da direção de magnetização em  $D(n_i, t)$  se manifesta somente nos termos  $n_x^2$ ,  $n_y^2$ ,  $n_z^2$  e  $n_x$ ,  $n_y$ ,  $n_z$ . Definindo agora :

$$\begin{aligned} \langle \cos \omega t_{aN} \rangle &= \int_0^{\infty} \cos \omega t p_2(tN) dt \\ \langle \sin \omega t_{aN} \rangle &= \int_0^{\infty} \sin \omega t p_2(tN) dt \\ \gamma_i &= \langle n_i^2 \rangle = \sum_n^K n_i^2 p_3(n) \end{aligned} \quad (\text{II.20})$$

onde  $i$  denota as três possíveis componentes  $x, y$  e  $z$ . Na expressão II.20  $\gamma_i$  são os cosenos diretores quadráticos médios da magnetização interna no material investigado.

Podemos definir ainda a magnetização média numa direção como :

$$m_i = \langle n_i \rangle = \sum_n^K n_i p_3(n) \quad (\text{II.21})$$

Considerando agora II.20 e II.21 a expressão II.15 pode ser reformulada em termos dos parâmetros que caracterizam a estrutura de domínios no interior do material. Assim, II.15 pode ser escrita como :

$$D(n,t) = \begin{bmatrix} 1 - (1 - \langle \cos \omega t \rangle) & 0 & m \langle \sin \omega t \rangle \\ (1 - \gamma_x) & & \\ 0 & 1 - (1 - \langle \cos \omega t \rangle) & 0 \\ & (1 - \gamma_y) & \\ -m \langle \sin \omega t \rangle & 0 & 1 - (1 - \langle \cos \omega t \rangle) \\ & & (1 - \gamma_z) \end{bmatrix} \quad (\text{II.22})$$

onde os termos  $n_x$  e  $n_z$  desaparecem assumindo uma magnetização na direção  $y$ , e que a função de probabilidade  $p_3(n)$  é simétrica em  $n_x$  e  $n_z$ .

Usando um gaussiana como função distribuição para  $p_2(t,N)$  e escolhendo a largura  $\eta t_{aN}$  da função tão pequena que as contribuições para valores negativos de  $t$  são desprezíveis,  $\langle \cos \omega t_{aN} \rangle$  e  $\langle \sin \omega t_{aN} \rangle$  podem ser rescritos como:

$$\begin{aligned} \langle \cos \omega t_{aN} \rangle &= \cos \omega t_{aN} \exp \left[ - \left( \frac{\eta \omega t_{aN}}{4} \right)^2 \right] \\ \langle \sin \omega t_{aN} \rangle &= \sin \omega t_{aN} \exp \left[ - \left( \frac{\eta \omega t_{aN}}{4} \right)^2 \right] \end{aligned} \quad (\text{II.23})$$

Agora podemos calcular a  $N$ -ésima potência da matriz na expressão II.19 diagonalizando a matriz  $D^*(t_{aN})$ . Escrevendo esta matriz de uma forma simplificada teremos :

$$D^*(t_{aN}) = \begin{bmatrix} a_1 & 0 & a_4 \\ 0 & a_2 & 0 \\ -a_4 & 0 & a_3 \end{bmatrix} \quad (\text{II.24})$$

Os autovalores desta matriz são :

$$\begin{aligned}
 \lambda_1 &= \frac{a_1 + a_3}{2} + E \frac{a_1 - a_3}{2} \\
 \lambda_2 &= a_2 \\
 \lambda_3 &= \frac{a_1 + a_3}{2} - E \frac{a_1 - a_3}{2}
 \end{aligned}
 \tag{II.25}$$

onde :

$$E = \sqrt{1 - \left( \frac{2a_4}{a_1 - a_3} \right)^2}
 \tag{II.26}$$

Assim, a  $N$ -ésima potências de  $D^*(t_{aN})$  fica sendo :

$$\left( D^*(t_{aN}) \right)^N = \begin{bmatrix} \frac{\lambda_1^N + \lambda_3^N}{2} + \frac{\lambda_1^N - \lambda_3^N}{2E} & 0 & \frac{2a_4}{a_1 - a_3} \cdot \frac{\lambda_1^N - \lambda_3^N}{2E} \\ 0 & \lambda_2^N & 0 \\ \frac{2a_4}{a_1 - a_3} \cdot \frac{\lambda_1^N - \lambda_3^N}{2E} & 0 & \frac{\lambda_1^N + \lambda_3^N}{2} - \frac{\lambda_1^N - \lambda_3^N}{2E} \end{bmatrix}
 \tag{II.27}$$

Neste ponto, onde a única variável desconhecida é  $N$  (o número de domínios em uma linha), é possível se fazer a média de acordo com II.19 sobre o diferentes número  $N$  de matrizes em uma linha. Para isso uma função gaussiana é escolhida para a probabilidade  $p_i(N')$  de se encontrar uma linha com  $N'$  matrizes. Quando o valor médio de  $N'$  é dado por  $N$ , então a meia largura e a meia altura da distribuição é definida como  $\eta_i N$ , onde  $\eta_i$  é escolhido como sendo  $\eta/\sqrt{N}$ . Para o cálculo da média de  $(D^*(t_{aN}))^{N'}$ , é suficiente calcular a média de  $\lambda_1^{N'}$ ,  $\lambda_2^{N'}$  e  $\lambda_3^{N'}$  porque a matriz  $(D^*(t_{aN}))^{N'}$  é construída com combinações lineares destas potências. Embora estas potências apareçam na matriz multiplicadas por termos que são também funções de  $N'$ , pode ser mostrado que ao se desprezar tais termos ao se fazer a média sobre  $N'$  tem muito pouco influência nos resultados finais.

A média de  $\lambda_i^N$  pode ser escrita na forma integral :

$$\langle \lambda_1^N \rangle = \frac{\int_{-\infty}^{\infty} \lambda_1^{N'}(N') \exp\left[\frac{-4(N'-N)^2}{\eta_1^2 N^2}\right] dN'}{\int_{-\infty}^{\infty} \exp\left[\frac{-4(N'-N)^2}{\eta_1^2 N^2}\right] dN'} \quad (\text{II.28})$$

onde  $\lambda_i(N')$  ainda é uma função complicada de  $N'$ . Das relações II.22 e II.25 podemos concluir que para  $N'$  suficientemente grande,  $\lambda_i^{N'}(N')$  pode ser reescrita como :

$$\lambda_1^{N'}(N') = \lambda_1^N(N) |\lambda_1(N)|^{-(N'-N)} \quad (\text{II.29})$$

Com esta relação, a integração da expressão II.28 pode ser feita. Assumindo que II.29 é válida para todos os valores de  $N$ , o cálculo de  $\langle \lambda_1^N \rangle$  usando II.29 dará um pequeno erro na correção de  $\lambda_i^N(N)$  apenas para pequenos valores de  $N$ . De II.28 teremos então:

$$\langle \lambda_1^N(N) \rangle = \left( \lambda_1(N) \exp\left[\frac{\eta^2}{16} (\ln|\lambda_1(N)|)^2\right] \right)^N \equiv \lambda_1^{*N} \quad (\text{II.30})$$

onde a relação  $\eta_i = \eta/\sqrt{N}$  foi usada. Da mesma forma encontramos os valores:

$$\langle \lambda_2^N(N) \rangle = \left( \lambda_2(N) \exp\left[\frac{\eta^2}{16} (\ln|\lambda_2(N)|)^2\right] \right)^N \equiv \lambda_2^{*N} \quad (\text{II.31})$$

$$\langle \lambda_3^N(N) \rangle = \left( \lambda_3(N) \exp\left[\frac{\eta^2}{16} (\ln|\lambda_3(N)|)^2\right] \right)^N \equiv \lambda_3^{*N} \quad (\text{II.32})$$

No caso em que  $\lambda_1(N)$ ,  $\lambda_2(N)$  e  $\lambda_3(N)$  não são muito diferentes de um e portanto  $\lambda_1^*$ ,  $\lambda_2^*$  e  $\lambda_3^*$  também, podemos aproximar  $\lambda_i(N)$ ,  $\lambda_2(N)$  e  $\lambda_3(N)$  de :

$$\lambda_1(N) = \lambda_1^* \exp\left[-\frac{\eta^2}{16} (\ln|\lambda_1^*|)^2\right] \quad (\text{II.33})$$

$$\lambda_2(N) = \lambda_2^* \exp\left[-\frac{\eta^2}{16}(\ln|\lambda_2^*|)^2\right] \quad (\text{II.34})$$

$$\lambda_3(N) = \lambda_3^* \exp\left[-\frac{\eta^2}{16}(\ln|\lambda_3^*|)^2\right] \quad (\text{II.35})$$

Depois de se fazer a média sobre os diferentes números de matrizes em uma linha, a mudança que ocorre no vetor de polarização pode ser escrita de forma similar à II.27 :

$$\mathbf{P}(t) = \begin{bmatrix} \frac{\lambda_1^N + \lambda_3^N}{2} + \frac{\lambda_1^N - \lambda_3^N}{2E} & 0 & \frac{2a_4}{a_1 - a_3} \cdot \frac{\lambda_1^N - \lambda_3^N}{2E} \\ 0 & \lambda_2^N & 0 \\ \frac{2a_4}{a_1 - a_3} \cdot \frac{\lambda_1^N - \lambda_3^N}{2E} & 0 & \frac{\lambda_1^N + \lambda_3^N}{2} - \frac{\lambda_1^N - \lambda_3^N}{2E} \end{bmatrix} \cdot \mathbf{P}(0) \quad (\text{II.36})$$

ou de maneira mais simples :

$$\mathbf{P}(t) = D \cdot \mathbf{P}(0) = \begin{bmatrix} A_1 & 0 & A_4 \\ 0 & A_2 & 0 \\ -A_4 & 0 & A_3 \end{bmatrix} \cdot \mathbf{P}(0) \quad (\text{II.37})$$

onde os elementos da matriz  $D$  são definidos por II.36. A matriz  $D$ , que transforma o vetor de polarização inicial  $\mathbf{P}(0)$  no vetor de polarização  $\mathbf{P}(t)$ , é chamada de matriz depolarização da amostra. A matriz  $D$  consiste de 4 elementos independentes que podem ser medidos. Destes 4 elementos, o valor quadrático médio dos cossenos diretores  $\gamma_x$ ,  $\gamma_y$  e  $\gamma_z$ , a magnetização reduzida média  $m$  (conforme definição em II.21) e o tamanho médio dos domínios  $\Gamma$  podem ser determinados. O tamanho médio dos domínios é relacionado com o número de matrizes em uma linha  $N$  pela relação  $\Gamma = d/N$ , onde  $d$  é a distância que o feixe de nêutrons percorre ao atravessar a amostra.

## 7. Determinação dos valores quadráticos médios dos cosenos diretores, da magnetização reduzida média e do tamanho médio dos domínios através da matriz depolarização

Embora na seção anterior uma matriz depolarização foi encontrada, da qual seus elementos podem ser escritos como funções analíticas dos parâmetros dos domínios magnéticos envolvidos, não é possível se fazer isso na direção reversa, exceto no caso em que  $\omega t_0/N \ll 1$  e  $m=0$ . Por este motivo, será apresentado a seguir um método para estes cálculos.

Supondo que uma matriz depolarização da forma II.37 tenha sido medida. Então de II.36 e II.37 :

$$\begin{aligned} \lambda_1^{*N'} &= \frac{A_1 + A_3}{2} + E \frac{A_1 - A_3}{2} \\ \lambda_2^{*N'} &= A_2 \\ \lambda_3^{*N'} &= \frac{A_1 + A_3}{2} - E \frac{A_1 - A_3}{2} \end{aligned} \tag{II.38}$$

onde  $E$  é definido por II.26, II.36 e II.37 :

$$E = \sqrt{1 - \left( \frac{2A_4}{A_1 - A_3} \right)^2} \tag{II.39}$$

Dois casos devem ser levados em consideração. Primeiro quando  $E$  é complexo que corresponde ao fato de  $2A_4 > (A_1 - A_3)$  ou a alguma magnetização na amostra. Segundo quando  $E$  é real, que corresponde ao caso  $2A_4 < (A_1 - A_3)$  ou a uma magnetização muito pequena na amostra.

No primeiro caso, II.38 podem ser reescritas na seguinte forma:

$$\begin{aligned} \lambda_1^{*N'} &= R \exp[i\varepsilon] \\ \lambda_2^{*N'} &= A_2 \\ \lambda_3^{*N'} &= R \exp[-i\varepsilon] \end{aligned} \tag{II.40}$$

onde  $R = \sqrt{(A_1 A_3 + A_4^2)}$  e  $\varepsilon = \arccos\left(\frac{A_1 + A_3}{2R}\right)$

Tirando-se a raiz  $N$ -ésima em II.40 e combinando-se os resultados com II.33 podemos encontrar :

$$\begin{aligned}
\lambda_1(N) &= \exp\left[\frac{\ln R}{N} - \frac{\eta^2}{16}\left(\frac{\ln R}{N}\right)^2\right] \exp\left[\frac{i\varepsilon}{N}\right] \\
\lambda_2(N) &= \exp\left[\frac{\ln A_2}{N} - \frac{\eta^2}{16}\left(\frac{\ln A_2}{N}\right)^2\right] \\
\lambda_3(N) &= \exp\left[\frac{\ln R}{N} - \frac{\eta^2}{16}\left(\frac{\ln R}{N}\right)^2\right] \exp\left[-\frac{i\varepsilon}{N}\right]
\end{aligned} \tag{II.41}$$

Aqui,  $\lambda_1(N)$ ,  $\lambda_2(N)$  e  $\lambda_3(N)$  foram expressas em função de  $N$ , a única variável desconhecida.

No caso em que  $E$  é real, o termo  $i\varepsilon$  deve ser substituído por apenas  $\varepsilon'$ , definido por:

$$\varepsilon' = \operatorname{arccos} h\left[\frac{A_1 + A_3}{2R}\right] \tag{II.42}$$

Fazendo uso das relações II.22-II.25 e substituindo o parâmetro  $t_{aN}$  por  $t_0/N$  podemos mostrar que a soma das expressões em II.41 deve ser:

$$\lambda_1(N) + \lambda_2(N) + \lambda_3(N) = 1 + 2 \cos\left(\frac{\omega t_0}{N}\right) \exp\left[-\left(\frac{\eta \omega t_0}{4N}\right)^2\right] \tag{II.43}$$

onde  $\omega t_0 = 4.68M_s d$  para um feixe de nêutrons de comprimento de onda de 1 Ångstrom.  $M_s$  é a magnetização espontânea em Gauss, e  $d$  é a distância, em metros, que o feixe deve viajar ao atravessar o material sendo investigado.

Esta é uma equação onde apenas  $N$  é desconhecido para um dado  $\eta$ . Usando-se soluções numéricas pode-se encontrar  $N$ . Embora normalmente existam várias soluções possíveis, a correta pode ser encontrada se a ordem de grandeza do tamanho médio dos domínios é conhecida.

Deve-se ter em mente que o tamanho médio dos domínios  $F$  é determinado por  $F = d/N$ . Uma vez que  $N$  é encontrado  $\lambda_1(N)$ ,  $\lambda_2(N)$  e  $\lambda_3(N)$  são determinados pela relação II.41, e  $a_1$ ,  $a_2$  e  $a_3$  serão então dados por:

$$\begin{aligned}
a_1 &= \frac{\lambda_1(N) + \lambda_3(N)}{2} + \frac{\lambda_1(N) - \lambda_3(N)}{2E} \\
a_2 &= \lambda_2(N) \\
a_3 &= \frac{\lambda_1(N) + \lambda_3(N)}{2} - \frac{\lambda_1(N) - \lambda_3(N)}{2E}
\end{aligned} \tag{II.44}$$

Destas relações em combinação com as expressões II.22 e II.24 podemos mostrar que os cosenos diretores seguem as seguintes relações:

$$\begin{aligned} \gamma_x &= \frac{a_1 - \cos\left(\frac{\omega t_0}{N}\right) \exp\left[-\left(\frac{\eta \omega t_0}{4N}\right)^2\right]}{1 - \cos\left(\frac{\omega t_0}{N}\right) \exp\left[-\left(\frac{\eta \omega t_0}{4N}\right)^2\right]} \\ \gamma_y &= \frac{a_2 - \cos\left(\frac{\omega t_0}{N}\right) \exp\left[-\left(\frac{\eta \omega t_0}{4N}\right)^2\right]}{1 - \cos\left(\frac{\omega t_0}{N}\right) \exp\left[-\left(\frac{\eta \omega t_0}{4N}\right)^2\right]} \\ \gamma_z &= \frac{a_3 - \cos\left(\frac{\omega t_0}{N}\right) \exp\left[-\left(\frac{\eta \omega t_0}{4N}\right)^2\right]}{1 - \cos\left(\frac{\omega t_0}{N}\right) \exp\left[-\left(\frac{\eta \omega t_0}{4N}\right)^2\right]} \end{aligned} \quad (\text{II.45})$$

A magnetização reduzida segue a relação:

$$m = \frac{a_4}{\sin\left(\frac{\omega t_0}{N}\right) \exp\left[-\left(\frac{\eta \omega t_0}{4N}\right)^2\right]} = \frac{A_4}{A_1 - A_3} \cdot \frac{a_1 - a_3}{\sin\left(\frac{\omega t_0}{N}\right) \exp\left[-\left(\frac{\eta \omega t_0}{4N}\right)^2\right]} \quad (\text{II.46})$$

## 8. Discussão sobre a teoria

Nas seções anteriores mostramos que o vetor de polarização de um feixe de nêutrons polarizado pode sofrer a influência de campos magnéticos existentes dentro dos diversos domínios magnéticos em materiais ferromagnéticos. Mostramos que esta influência pode ser descrita através de uma matriz chamada de matriz depolarização que é descrita segundo um modelo estatístico em termos dos parâmetros da estrutura de domínios, tais como os cosenos diretores  $\gamma_x$ ,  $\gamma_y$  e  $\gamma_z$ , da magnetização reduzida média  $m$  e do tamanho médio dos domínios  $L$ . Mostramos ainda uma maneira de, a partir de uma matriz medida, calcular estes parâmetros.

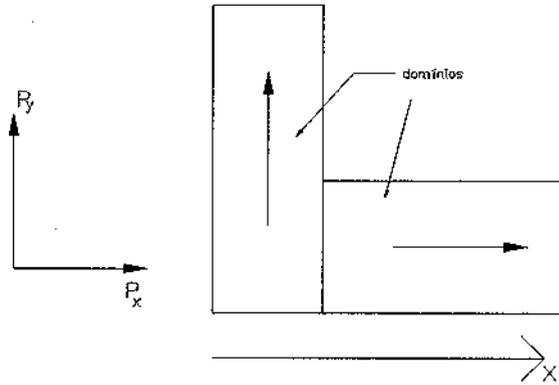
Entretanto os resultados têm menor significado quanto maior for o grau de correlação entre

os domínios que compoem a estrutura, embora numa situação destas seja possível se obter, de um experimento de depolarização de nêutrons, informações sobre tais correlações [Rekveldt 76][van der Valk and Rekveldt 82].

É útil neste ponto discutir alguns pontos que foram supostos para o desenvolvimento desta teoria, e que podem ser violados numa estrutura real de domínios.

Consideremos primeiro a média sobre as  $K$  possíveis orientações em cada domínio, de acordo com as expressões II.17 e II.19. Nesta média, domínios vizinhos de mesma orientação não foram excluídos, embora numa estrutura real de domínios esta configuração não exista. Se  $u$  é o quociente entre o número de configurações de dois domínios vizinhos que devem ser excluídas e o número total de configurações destes dois domínios, então  $u$  é um valor importante para a suposição de que não há correlação direta entre a direção de magnetização entre dois domínios vizinhos. Considerações deste tipo foram feitas por Rekveldt [Rekveldt 73] para materiais cristalinos. Para o caso de materiais policristalinos, por exemplo, onde o tamanho médio dos grãos é da ordem de grandeza do tamanho médio dos domínios, o número total de configurações possíveis é  $K^2$  e o número total de configurações que devem ser excluídas é  $K$ . Neste caso,  $u=1/K$ , e portanto  $u \ll 1$ , pois  $K$  pode ser infinitamente grande (grande número de domínios). Para este caso, portanto, as suposições parecem ser adequadas e podemos aplicar diretamente a teoria descrita. Situações onde  $u$  se torna relativamente grande, como por exemplo em materiais onde a estrutura de domínios é composta essencialmente de domínios de  $90^\circ$  e  $180^\circ$ , a aplicação da teoria pode levar a erros excessivamente grandes.

Um outro efeito que pode influenciar os resultados calculados é o caso em que há uma correlação entre a direção de magnetização de um domínio e sua dimensão nesta direção. Se assumirmos que esta correlação é tal que o tamanho médio dos domínios na direção de magnetização deste domínio é de alguma forma maior que o tamanho médio dos domínios com direção perpendicular a esta e lembrando que a polarização dos nêutrons não é afetada por domínios cuja direção de magnetização é paralela à direção de polarização, então fica claro da figura que o vetor de polarização na direção de transmissão dos nêutrons enxergará na média um tamanho médio de domínios  $\Gamma_x$  menor que no caso em que o vetor de polarização é perpendicular à direção de propagação onde na média um tamanho médio  $\Gamma_y$  é medido neste modelo simples.



**Figura II.7 : Ilustração dos diferentes tamanhos de domínios vistos por diferentes direções de polarização onde  $x$  é a direção de transmissão dos nêutrons.**

Na teoria apresentada, este fato não é levado em consideração. Na formulação para a depolarização na direção  $x$ , que para valores pequenos de  $\omega t$  é proporcional a  $e^{[-\sigma(1-\gamma_x)M_s^2\Gamma d]}$ , o tamanho médio dos domínios  $\Gamma$  se torna muito grande. Quando combinamos este resultado com a depolarização na outra direção, isso leva a um valor aparentemente pequeno para  $(1-\gamma_x)$  e portanto a um aparente valor grande para  $\gamma_x$ . Isto pode também influenciar os elementos não diagonais da matriz depolarização no caso em que a direção de transmissão dos nêutrons não coincida com um dos eixos coordenados, o que pode ser entendido da seguinte maneira. O domínio alongado com direção de magnetização paralela à direção de transmissão dos nêutrons pode causar uma depolarização extra. Para estes domínios os termos  $n_x n_y$ ,  $n_y n_z$ ,  $n_z n_x$  na equação II.15 não desaparecem quando calculamos a média nas condições acima.

Outro aspecto interessante na teoria vem da solução da equação II.43 para uma magnetização  $m$  grande. Assumindo a constante distribuição  $\eta$  igual a zero, no caso limite onde  $m=1$ ,  $\varepsilon$  será igual a  $\omega t$  e  $\gamma_y=1$ . Disto tiramos que  $R=1$  e portanto o membro esquerdo de equação II.43 se torna exatamente igual ao membro direito para todos os valores de  $N$ . Isso significa que apenas um valor de tamanho médio de domínio pode ser encontrado neste caso, o que é consistente com o fato de que à magnetizações extremamente grandes os domínios têm quase a mesma orientação e portanto não podem ser distinguidos de um único domínio com magnetização  $m$ . Por este motivo, o tamanho médio de domínios encontrado para altas magnetizações deve ser levado em conta com muitas reservas.

## 9. Aplicação em materiais amorfos

Como vimos até aqui, a depolarização de nêutrons é uma ferramenta muito útil no estudo de domínios magnéticos em ferromagnetos. Uma vez que os processos de magnetização em materiais ferromagnéticos estão ligados de alguma forma a processos envolvendo as estruturas de domínios presentes no material, a depolarização de nêutrons se torna uma ferramenta útil no estudo de propriedades magnéticas de ligas amorfas.

Porém, como vimos até aqui, embora seja possível descrever teoricamente uma matriz depolarização em termos dos parâmetros fundamentais de uma estrutura de domínios (cosenos diretores, magnetização reduzida média e tamanho médio dos domínios), há limitações na aplicação desta teoria, pois se trata de uma teoria estatística que só tem total validade quando fazemos certas suposições a respeito da estrutura de domínios.

Conforme o que mostramos ao descrever os domínios magnéticos em materiais ferromagnéticos amorfos, vemos claramente que neles diversas das suposições feitas na teoria de Rekveldt são violadas. Em primeiro lugar, o número de domínios na direção da trajetória dos nêutrons é reduzido pois os domínios são geralmente grandes. Normalmente, com algumas exceções, a estrutura de domínios é simples e formada por conjuntos de domínios de  $180^\circ$ ,  $90^\circ$  ou domínios de Landau-Lifshitz [Landau *et al* 35] [Kronmüller *et al* 79], sempre dependendo da magnetostrição da amostra (negativa ou positiva) e do seu estado (*as-cast*, previamente tratado, sob tensão mecânica). Por fim a orientação e o tamanho médio dos domínios não estão estatisticamente distribuídas. Neste caso, o modelo estatístico de Rekveldt têm uma aplicação reduzida no cálculo da estrutura de domínios. Não obstante, uma matriz depolarização pode ser medida nestes materiais, refletindo a interação de um vetor polarização de um feixe de nêutrons com a estrutura de domínios existente.

Um método para se analisar resultados de depolarização de nêutrons quando medida em materiais amorfos é descrito por Stüsser [Stüsser *et al* 84] e Veider [Veider *et al* 86]. Este método consiste em calcular a matriz depolarização diretamente das relações II.10, II.14 e II.16 para diversas configurações possíveis de domínios. Uma comparação entre as previsões teóricas e as matrizes realmente medidas permite que se faça uma escolha da configuração (ou configurações) mais provável.

## 9.1 Método para determinação de estruturas estáticas de domínios em materiais amorfos

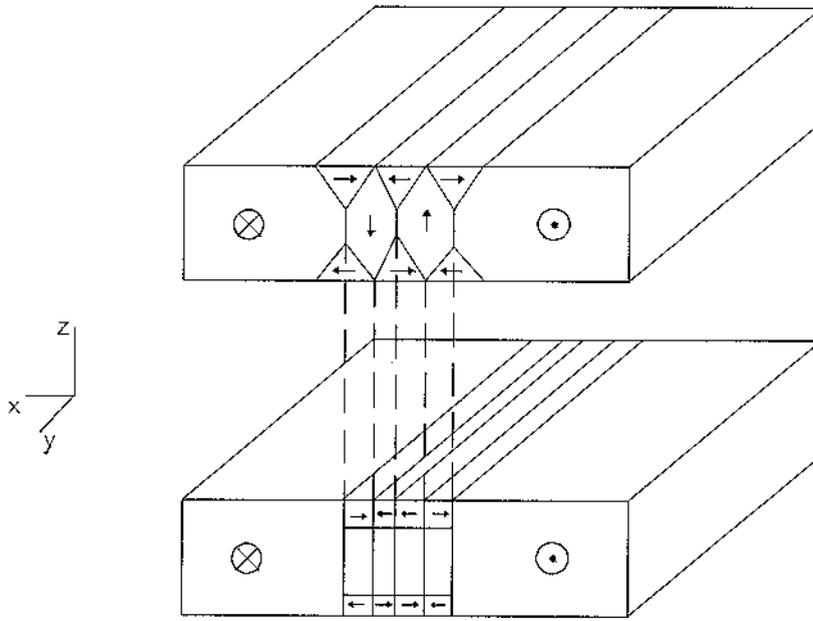
Para se fazer o cálculo da matriz depolarização pelas relações II.10, II.14 e II.16, tomamos inicialmente as diversas configurações possíveis de domínios no material. Como vimos anteriormente, estas configurações podem variar numa mesma amostra, dependendo do estado da mesma. O feixe incidente de nêutrons é então dividido em diversos sub-feixes, de acordo com o número possível de configurações que um sub-feixe pode encontrar ao atravessar o material, da mesma maneira como descrito na seção 6 deste capítulo. A equação de movimento do vetor de polarização é resolvida analiticamente para cada sub-feixe, em cada região atravessada. Os vetores polarização resultantes são adicionados então tendo como pesos relativos a área que o sub-feixe cobre na amostra.

Os elementos de uma matriz depolarização teórica podem ser calculados para qualquer configuração de domínios variando-se a direção do feixe incidente. Comparando-se a matriz depolarização teórica para várias estruturas de domínios possíveis com uma matriz medida experimentalmente, é possível eliminar os modelos não realísticos e se obter os parâmetros das estruturas mais prováveis quantitativamente por um processo de ajuste. Os seguintes parâmetros podem então ser determinados<sup>3</sup>:

- 1) orientação dos domínios
- 2) espessura dos domínios
- 3) área relativa de cada tipo de domínio

Um procedimento como este foi usado por Veider [Veider *et al* 86] para estudar a estrutura de domínios em ligas amorfas sob tensão mecânica externa. A matriz depolarização foi medida usando-se uma montagem experimental similar à que será mostrada no capítulo de descrição experimental. Para um liga amorfa de  $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$  uma estrutura de domínios do tipo mostrada na figura II.8 foi assumida.

<sup>3</sup> Devemos porém ter em mente que é impossível de se calcular a estrutura real de domínios de uma matriz depolarização medida.



**Figura II.8 : Modelo simplificado de uma estrutura de domínios do tipo Landau-Lifshitz**

A matriz depolarização teórica foi calculada para esta estrutura considerando que cada área representada da figura cobre uma certa porcentagem da amostra. Uma vez que a liga de  $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$  tem magnetostricção positiva, os domínios magnéticos tendem a se alinhar ao longo do eixo de aplicação de qualquer tensão externa. Isso significa que nos domínios onde a direção de magnetização é perpendicular à direção da tensão, esta tende a girar até a direção paralela à tensão [Veider *et al* 86].

Usando  $n$  intervalos possíveis neste processo de rotações, podemos calcular a dependência dos elementos da matriz depolarização com a tensão externa. A figura mostra estes elementos de matriz medidos para uma liga amorfa de  $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$  sob ação de uma tensão mecânica externa aplicada ao longo do eixo longitudinal da amostra. Por um processo de ajustes pode-se encontrar uma matriz depolarização que melhor reproduz teoricamente os dados observados. As linhas cheias na figura II.9 mostram a matriz calculada pelo ajuste. O modelo aplicado se ajusta bem aos dados experimentais.

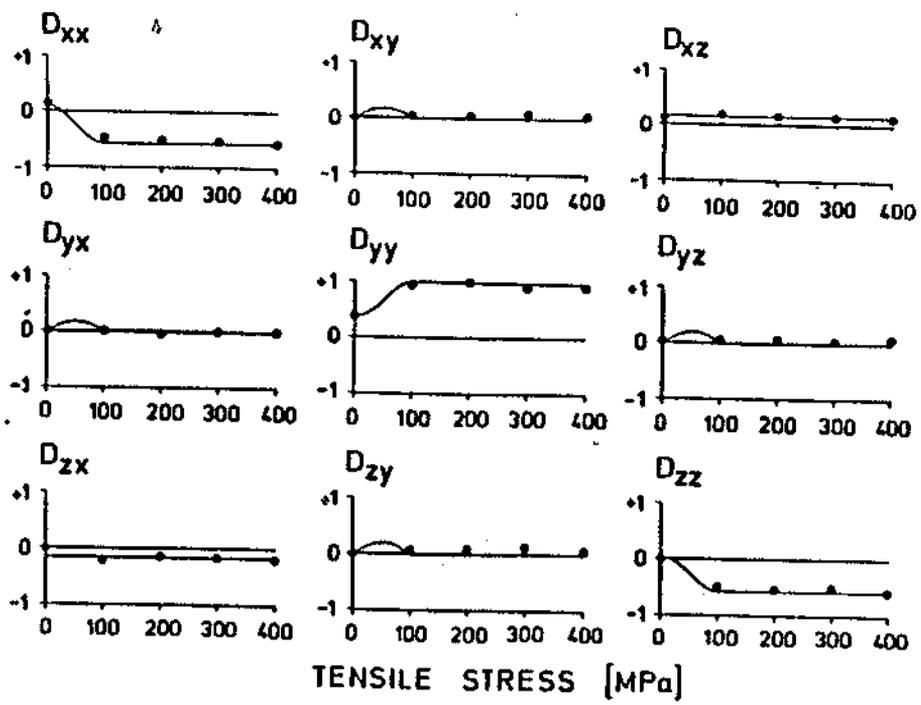


Figura II.9 : Dependência com a tensão dos elementos da matriz depolarização de uma liga amorfa de  $Fe_{80}B_{20}$ . Os pontos mostram a matriz medida, e a linha a matriz calculada. Gráfico retirado da referência [Veider *et al* 86]

# Processos de Magnetização

---

## 1. Introdução

A estrutura de domínios em materiais ferromagnéticos é resultado da distribuição de anisotropias magnéticas locais e está relacionada com a minimização da energia livre de um ferromagneto, seja ele cristalino [Chikazumi 64] ou amorfo [Kronmüller *et al* 79]. Os processos de magnetização em um ferromagneto dependem da resposta desta estrutura de domínios a campos magnéticos externos.

Em materiais amorfos, devido à ausência de anisotropias magnetocristalinas, os processos de magnetização são dominados por interações de tipo magnetoelástico que governam a coercividade, a permeabilidade inicial e fenômenos de relaxação magnética. O estudo da estrutura de domínios e do movimento de paredes de domínios a campos baixos tem sido utilizado para elucidar os principais mecanismos dos processos de magnetização nestes materiais [Kronmüller and Gröger 81][Reininger and Kronmüller 91][Allia and Vinai 86].

Este capítulo tem por finalidade fazer uma revisão de alguns conceitos relacionados com os processos de magnetização em materiais ferromagnéticos, para a compreensão dos fenômenos aos quais nos referiremos em capítulos próximos.

## 2. Processos de magnetização

Os processos de magnetização de um ferromagneto podem ocorrer por movimento de paredes e/ou por rotação da magnetização local nos domínios magnéticos. Dois tipos de processos de magnetização básicos podem ocorrer: processos reversíveis e irreversíveis, ambos por rotação ou movimento de paredes.

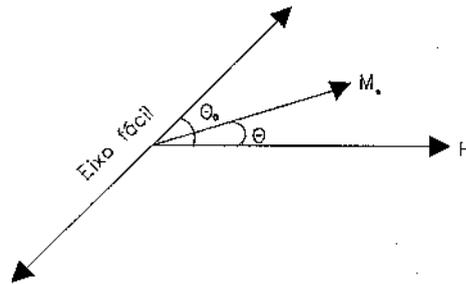
### 2.1 Processos reversíveis

Vamos inicialmente considerar o processo reversível de magnetização por rotação da

magnetização local. Se um campo  $H$  é aplicado em uma direção que faz um ângulo  $\theta_0$  com o eixo de fácil magnetização, a energia do sistema pode ser definida como [Chikazumi 64]:

$$E = -K \cos^2(\theta - \theta_0) - M_s H \cos \theta \quad (III.1)$$

por unidade de volume, onde  $\theta$  é o ângulo entre a magnetização do domínio e o campo aplicado como mostrado na figura III.1, e  $K$  é a constante de anisotropia.



**Figura III.1 : Rotação da magnetização em um domínio do eixo de fácil magnetização**

A direção estável da magnetização pode ser calculada minimizando-se a energia do sistema:

$$\frac{\partial E}{\partial \theta} = K \sin 2(\theta - \theta_0) + M_s H \sin \theta = 0 \quad (III.2)$$

Fazendo uma substituição de variáveis onde  $\cos \theta = x$  e  $M_s H / K = p$ , teremos:

$$4x^4 + 4p \cos 2\theta_0 x^3 - (4 - p^2)x^2 - 4p \cos 2\theta_0 x + \sin^2 2\theta_0 - p^2 = 0 \quad (III.5)$$

Determinando  $x$  desta equação, podemos calcular a componente da magnetização paralela ao campo aplicado como:

$$M = M_s \cos \theta = M_s x \quad (III.4)$$

em função de  $p$  ou  $H$ .

Para campos magnéticos muito fracos,  $\theta$  é praticamente igual a  $\theta_0$ . Assim, a energia de anisotropia pode ser escrita como  $K\Delta\theta^2$ . A equação III.2 se torna

$$2K\Delta\theta = M_s H \sin \theta \quad (III.5)$$

ou

$$\Delta\theta = \frac{M_s H}{2K} \sin\theta \quad (\text{III.6})$$

A susceptibilidade inicial pode ser calculada por III.4 como:

$$\chi_a = \left( \frac{\partial M}{\partial H} \right)_{H=0} = -M_s \sin\theta_0 \frac{\partial\theta}{\partial H} \quad (\text{III.7})$$

O termo  $\partial\theta / \partial H$  pode ser obtido de III.6, e teremos a susceptibilidade:

$$\chi_a = \frac{M_s^2 \sin^2 \theta_0}{2K} \quad (\text{III.8})$$

Vamos considerar agora uma parede de domínio se deslocando pelo material. Quando uma parede se desloca em um material completamente uniforme, não há nenhuma alteração na energia desta parede (e.g. monocristais). Assim, ao se desligar o campo magnético que causa este deslocamento, a parede não retorna à sua posição de origem. Para que ocorra um deslocamento reversível de paredes, é necessária a existência de irregularidades que causarão uma alteração no termo de energia da parede quando esta se desloca. Tais irregularidades são centros que aprisionam a parede de algum modo e por isso são chamados de centros de *pinning*. Vamos assumir que se uma parede plana se desloca em um material uniforme, sua energia de área  $\varepsilon_{dw}$  se altera com o deslocamento  $x$  da parede de acordo com a figura III.2:

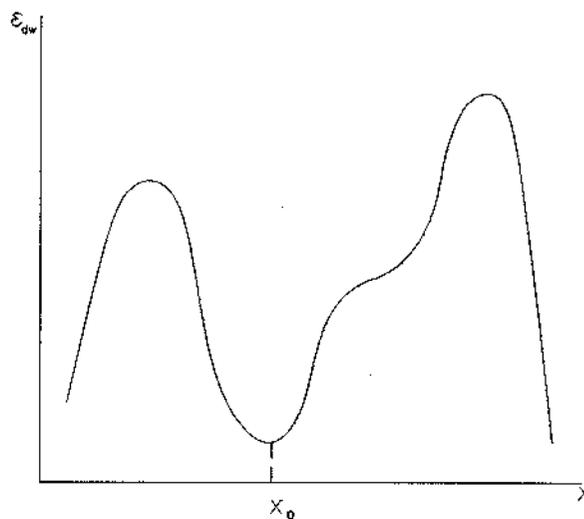


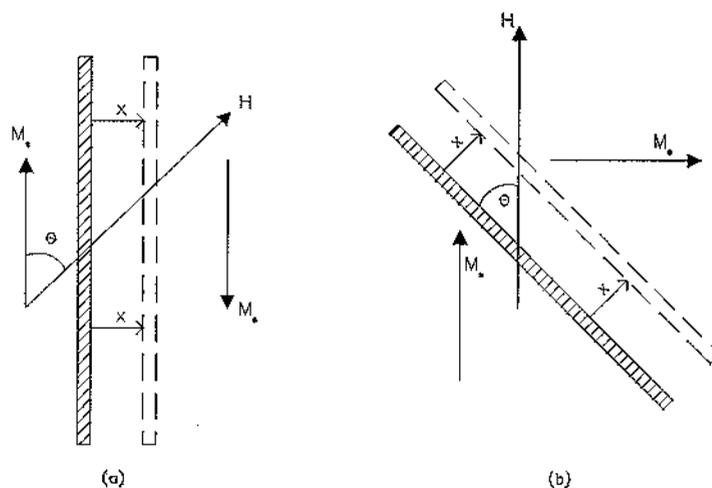
Figura III.2 : Variação da energia de uma parede em função do deslocamento  $x$ .

Na ausência de um campo magnético a parede ficará em algum mínimo onde  $\partial \varepsilon_{dw} / \partial x = 0$ . A energia pode ser expressa, em primeira aproximação e na vizinhança de um ponto estável, como:

$$\varepsilon_{dw} = \frac{1}{2} \alpha x^2 \quad (\text{III.9})$$

Para uma parede de  $180^\circ$ , se um campo magnético  $H$  é aplicado numa direção que faz um ângulo  $\theta$  com  $M_s$ , haverá uma mudança na magnetização de  $2M_s x$  por unidade de área da parede. A energia dada pelo campo será (figura III.3(a)):

$$\varepsilon_H = -2M_s H x \cos \theta \quad (\text{III.10})$$



**Figura III.3:** Deslocamento de paredes de domínio causado por campo magnético  $H$  aplicado. (a) paredes de  $180^\circ$  e (b) paredes de  $90^\circ$ .

Somando os dois termos de energia e minimizando a expressão teremos:

$$\varepsilon = \varepsilon_{dw} + \varepsilon_H = \frac{1}{2} \alpha x^2 - 2M_s H x \cos \theta \quad (\text{III.11})$$

$$\frac{\partial \varepsilon}{\partial x} = \alpha x - 2M_s H \cos \theta = 0 \quad (\text{III.12})$$

$$x = \frac{2M_s \cos \theta}{\alpha} H \quad (\text{III.13})$$

Como resultado do deslocamento da parede, a magnetização na direção do campo magnético aumenta de um fator  $2M_s \cos \theta$ , e a magnetização total será então dada por:

$$M = \frac{4M_s^2 \cos^2 \theta}{\alpha} SH \quad (\text{III.14})$$

onde  $S$  é a área total da parede de  $180^\circ$ . A susceptibilidade inicial é portanto:

$$\chi_a = \frac{4M_s^2 \cos^2 \theta}{\alpha} S \quad (\text{III.15})$$

Um cálculo semelhante pode ser desenvolvido para paredes de  $90^\circ$  (figura III.3 (b)) nos levando a uma expressão para a susceptibilidade neste caso:

$$\chi_a = \frac{2M_s^2 \cos^2 \theta}{\alpha} S \quad (\text{III.16})$$

## 2.2 Processos Irreversíveis

Da mesma forma que no caso reversível, podem ocorrer processos de magnetização por meio de rotações ou por meio de movimentos irreversíveis de paredes.

De forma geral, a rotação da magnetização contra a anisotropia requer um campo razoavelmente grande tal que a magnetização nos domínios normalmente se dá por processos de deslocamento de domínios antes que uma rotação irreversível possa ocorrer. Em partículas onde só há um domínio (*single domain particles*) podem ocorrer processos de rotação irreversíveis pois tais partículas não apresentam nenhuma parede de domínio. Escrevendo-se a energia de um sistema como estes, é possível calcular o campo crítico para o qual uma rotação da magnetização ocorre [Chikazumi 64].

Vamos considerar que a energia de uma parede em função do sua posição é da forma mostrada na figura III.4.

O efeito de um campo magnético  $H$  aplicado é similar ao já descrito. A parede se desloca entre as posições  $x_0$  e  $x_1$  e a força restauradora na parede é contrabalançada pela pressão magnética imposta pelo campo  $H$  de forma que:

$$\frac{\partial \varepsilon}{\partial x} = p = 2M_s H \cos \theta \quad (\text{III.17})$$

Assumindo que o gradiente da energia  $\varepsilon_{dw}$  é máximo na posição  $x_1$ , um aumento no campo irá resultar em um deslocamento irreversível de  $x_1$  até  $x_2$ . Se o campo é retirado, a parede retornará a um mínimo mais próximo de  $x_2$ . O campo crítico para o qual um processo como este ocorre, e que portanto define a passagem de processos reversíveis para irreversíveis, pode ser definido como:

$$H_0 = \frac{1}{2M_s \cos \theta} \left( \frac{\partial \varepsilon_{dw}}{\partial x} \right)_{\max} \quad (\text{III.18})$$

Abaixo deste campo os processos de movimento de paredes serão reversíveis.

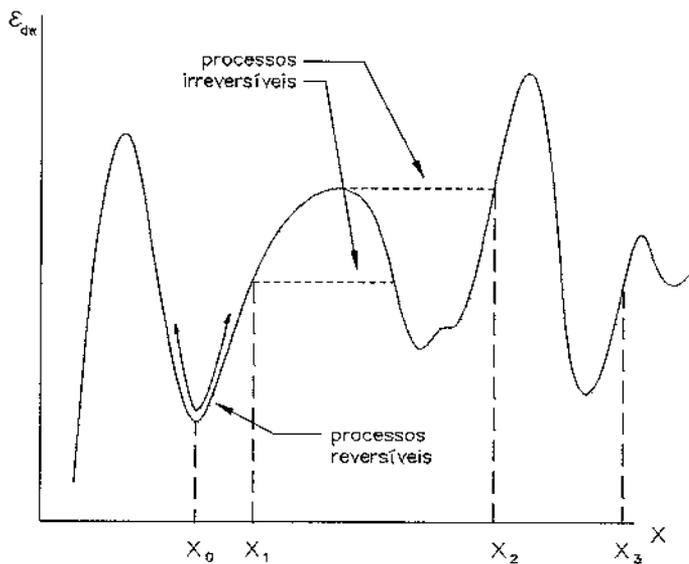


Figura III.4 : Variação da energia de uma parede como função da posição da parede.

### 3. Processos de magnetização em amorfos

Ferromagnetos amorfos exibem em geral um comportamento magnético “mole” com baixos campos coercitivos e alta magnetização de saturação devido à baixa anisotropia. Suas paredes de domínio são geralmente largas. Além disso, há uma ausência de grandes imperfeições existentes em cristais (fronteiras de grão e deslocamentos) que podem bloquear o movimento das paredes.

Diversos estudos de coercividade e de permeabilidade inicial mostram que as interações do tipo magnetoelásticas determinam os processos de magnetização em amorfos [Kronmüller 81a][Reininger and Kronmüller 91][Allia and Vinai 86]. Isso também pode ser verificado através da ocorrência de um campo crítico, chamado de campo de *pinning*, no qual o valor da susceptibilidade inicial sofre uma alteração brusca, também [Polak *et al* 93a][Lin and Sheng 81][Sinnecker 91].

O estudo da estrutura de domínios nos fornece informações sobre os processos de magnetização em amorfos [Fernagel and Kronmüller 83]. Os processos de magnetização foram investigados observando-se (por efeito *Kerr*) as alterações sofridas na estrutura de domínios na presença de campos magnéticos, e comparando estas alterações com cálculos teóricos de movimento de paredes de domínio.

Com base em um modelo de Kersten [Kersten 43], onde o campo coercitivo pode ser relacionado ao bloqueio do movimento de paredes de domínio resultante de flutuações espaciais na energia da parede (modelo de *pinning*), Polak e colaboradores [Polak *et al* 93b] descreveram os processos de magnetização em ligas amorfas, mais especificamente o comportamento do campo coercitivo, em função de tensões aplicadas considerando também a possibilidade da influência da rugosidade da amostra e os processos de nucleação. Descreveremos aqui este modelo.

Consideremos uma parede de domínio de  $180^\circ$  que divide uma amostra em duas regiões de magnetização antiparalela, como mostrada na figura III.5.

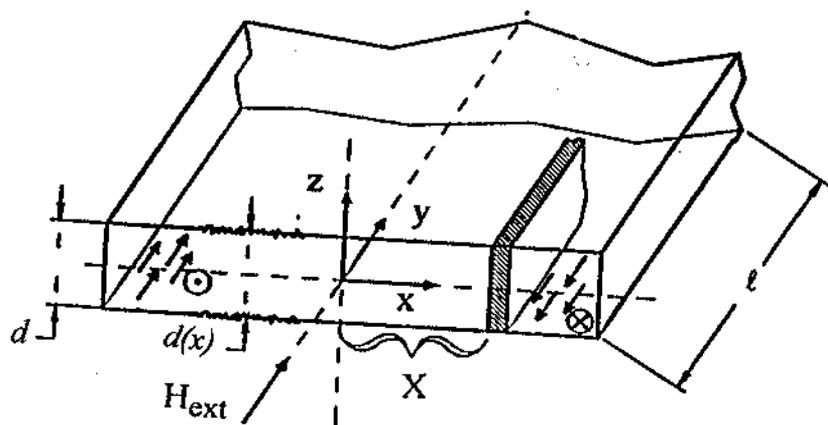


Figura III.5 : Esquema mostrando uma parede de domínio para o modelo de *pinning*.

A espessura da amostra é representada por  $d(x)$  e seu comprimento por  $l$ .  $d(x)$  descreve a rugosidade que pode ser encontrada na amostra, que pode também influenciar o movimento das paredes de domínio. Um campo magnético externo é aplicado ao longo do eixo  $y$  e a parede se move na direção  $x$ . A densidade de energia total pode ser escrita como a soma entre a energia da parede e um termo magnetostático:

$$E = E_w + E_z \quad (\text{III.19})$$

A densidade de energia da parede é dada em função da energia da parede por unidade de área  $\varepsilon_{dw}$  e da área da parede  $d(x)l$ .

$$E_w = \varepsilon_{dw} d(x)l \quad (\text{III.20})$$

O termo magnetostático pode ser escrito em função do campo externo  $H_{ext}$  e da magnetização de saturação  $M_s$ .

$$E_z = -2H_{ext} M_s l \int_0^x d(x') dx' \quad (\text{III.21})$$

Minimizando a energia total, um campo crítico para o movimento da parede pode ser calculado:

$$l \frac{\partial}{\partial x} [\varepsilon_{dw}(x) d(x)] - 2H_{ext} M_s l \frac{\partial}{\partial x} \left[ \int_0^x d(x') dx' \right] = 0 \quad (\text{III.22})$$

Para a região próxima à saturação, a formação de domínios se dá por nucleação. Desta forma, um termo relativo à nucleação deve ser também levado em conta:

$$H_c^{nucleacao} = H_A = C \frac{2K_0}{M_s} \quad (\text{III.23})$$

onde  $H_A$  é o campo de anisotropia e  $C$  uma constante de proporcionalidade.

O máximo da derivada da energia da parede determina o campo coercitivo [Polak *et al* 93a][Polak *et al* 93b]:

$$H_c = \frac{1}{2M_s} \left| \frac{\partial \gamma}{\partial x} \right|_{\max} + \frac{1}{2M_s} \left| \varepsilon_{dw} \frac{1}{d} \frac{\partial d}{\partial x} \right|_{\max} + C \frac{2K_0}{M_s} = H_c^{pinn} + H_c^{sup\ erficie} + H_c^{nucleacao} \quad (III.24)$$

O primeiro termo desta equação é o modelo puro de *pinning* de Kersten. O segundo termo reflete a dependência com a rugosidade, e o terceiro termo, a nucleação.

A energia da parede de domínio é dada por  $\varepsilon_{dw} = 4\sqrt{AK}$ , onde  $A$  é a energia de troca, e  $K$  é a anisotropia. Usando esta expressão fica claro que o termo  $H_c^{pinn}$  é determinado pela distância de troca  $\sqrt{AK}$  e pela derivada da anisotropia  $\partial K / \partial x$ :

$$H_c^{pinn} = \frac{1}{2M_s} \left| \sqrt{AK} \frac{\partial K}{\partial x} \right|_{\max} \quad (III.25)$$

onde  $K=K(x)=K_0+\Delta K(x)$ . O termo  $K_0$  é a anisotropia no material (induzida por tensões ou por campos magnéticos externos) e  $\Delta K(x)$  é um termo que descreve as flutuações de  $K(x)$ . Aproximando  $\Delta K(x)$  por  $\Delta K$  e  $\partial \Delta K / \partial x$  por  $\Delta K/L$ , onde  $L$ , é o comprimento de onda das flutuações, podemos obter mais diretamente a dependência de  $H_c^{pinn}$  com a anisotropia.

$$H_c^{pinn} = \frac{1}{2M_s} \frac{\Delta K}{K} \sqrt{\frac{A}{K_0 + \Delta K}} \quad (III.26)$$

Como vemos acima, o campo coercitivo decresce com a anisotropia proporcionalmente a  $1/\sqrt{K_0}$ .  $K_0$  é determinado basicamente pela energia magnetoelástica somada a um termo induzido:

$$K_0 = K_\mu + \left| \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \right| \quad (III.27)$$

A dependência com a tensão do primeiro termo em III.24 se torna óbvia:

$$H_c^{pinn} = \frac{1}{2M_s} \frac{\Delta K}{K} \sqrt{\frac{A}{\left| \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \right| + K_\mu}} \quad (III.28)$$

O segundo termo na expressão III.24, que descreve a influência da rugosidade do material no campo coercitivo, pode ser descrita em termos de uma espessura média  $d_0$  e uma amplitude de rugosidade  $R_a$  modulada por uma função do tipo  $\sin(x2\pi/L)$ :

$$d(x) = d_0 + R_a \sin(x2\pi/L) \quad (\text{III.29})$$

Desta forma  $\partial d / \partial x$  pode ser interpretado como uma amplitude de rugosidade por comprimento de onda da rugosidade. A contribuição deste termo é diretamente proporcional à energia da parede  $\varepsilon_{dw}$  [Polak *et al* 93b]:

$$H_c^{\text{superfície}} = \frac{1}{2M_s} \left| \varepsilon_{dw} \frac{R_a}{dL} \right| = \frac{1}{2M_s} \left| \frac{R_a}{tL} 4\sqrt{A} \sqrt{K_\mu + \left| \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \right|} \right| \quad (\text{III.30})$$

onde  $\varepsilon_{dw} = 4\sqrt{AK_0}$  e  $K_0 = K_\mu + \left| \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \right|$ .

A contribuição deste termo no campo coercitivo é proporcional a  $\sqrt{K_0}$ .

Este modelo levando em conta o deslocamento de paredes de domínios e a minimização dos termos de energia envolvendo este movimento foi usado para ajustar medidas de campo coercitivo em função da tensão mecânica em algumas fitas amorfas [Polak *et al* 93b][Sinnecker *et al* 94a].

Utilizamos este modelo para descrever os processos de magnetização em fios amorfos, que possuem configurações de domínios peculiares, comparando com os processos observados em fitas de composição similar.

# Relaxação da Permeabilidade Inicial

---

## 1. Introdução

A relaxação da permeabilidade magnética inicial, também conhecida como *aftereffect* da permeabilidade inicial ou *disaccommodation*, é definida como o decréscimo da permeabilidade inicial a.c. com o tempo após um rearranjo na estrutura de domínios do material ferromagnético. Tal efeito pode ser observado tanto em materiais cristalinos [Slonczewski 63] [Chikazumi 64] quanto em amorfos [Allia *et al* 80a] [Kronmüller 83].

Em cristais o fenômeno é observado somente em intervalos bem definidos de temperatura, estando relacionado com a difusão de átomos específicos na rede cristalina, caracterizada por energias de ativação bem definidas, e está completamente entendido. Em ferromagnetos amorfos, o fenômeno de relaxação é muito mais intenso. Nos amorfos o efeito é caracterizado por um espectro largo de energias de ativação e pode ser observado em uma larga faixa de temperaturas.

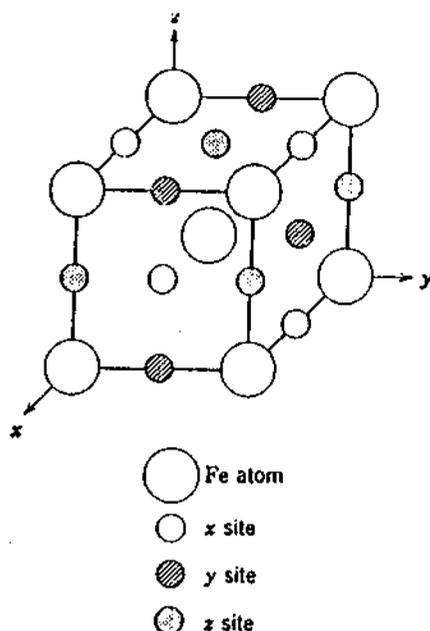
Neste capítulo descreveremos os modelos teóricos que descrevem o fenômeno do *aftereffect*, em cristais e em amorfos e em seguida daremos uma descrição dos métodos de medida.

## 2. *Aftereffect* em cristais

A primeira teoria com base física para a explicação do fenômeno de relaxação da permeabilidade magnética inicial em cristais foi proposta por Snoeck [Snoeck 38]. Ele considerou que o *aftereffect* magnético observado em cristais de  $\alpha$ -Fe com impurezas de C ocorre devido à difusão de átomos de carbono na rede cúbica de corpo centrado do ferro. Sabe-se que átomos de carbono ou nitrogênio entram na rede nos sítios intersticiais, como mostrado na figura IV.1.

Estes sítios intersticiais são classificados como sítios  $x$ ,  $y$  e  $z$ . Se os átomos de carbono ocuparem os sítios  $x$ , por exemplo, eles empurram os átomos de Fe mais próximos na direção  $x$ , e ocorre um alongamento da rede na direção  $x$ . Se a magnetização no domínio também está na direção  $x$ , a energia magnetoelástica deve ser decrescida pelo alongamento da rede na direção  $x$

(se a magnetostricção de saturação ( $\lambda_s$ ) é positiva), e os átomos de carbono vão ocupar preferencialmente os sítios  $x$  para diminuir a energia. Após esta ocupação preferencial dos sítios  $x$  por átomos de carbono, o alongamento do cristal vai estabilizar a magnetização do domínio na direção  $x$ . Resumindo, a profundidade do mínimo do potencial vai se tornando cada vez maior com a difusão dos átomos de carbono [Chikazumi 64].



**Figura IV.1 :** Tipos de sítio intersticiais para átomos de carbono numa rede de ferro cúbica de corpo centrado.

Em 1952 Néel modificou o conceito proposto por Snoeck [Néel 52] e propôs um novo modelo, incluindo cálculos mais detalhados sobre o efeito. Ele considerou que a inserção de átomos de carbono entre os átomos de ferro tem um efeito maior que o descrito por Snoeck, pois altera a interação pseudo-dipolar entre os átomos de ferro, efeito este que é muito maior que apenas uma mudança nos parâmetros da rede.

Um experimento feito por De Vries [De Vries *et al* 59] demonstrou que o modelo de Néel estava correto, e que no caso de materiais cristalino a contribuição anisotrópica era dominante sobre a contribuição magnetoelástica para a *aftereffect*. Neste experimento mediu-se a anisotropia induzida e a variação temporal da magnetostricção após uma alteração brusca na direção de magnetização. Concluiu-se que os átomos de Carbono preferem ocupar sítios num plano normal à direção de magnetização local [Cullity 72], ou seja, o contrário de previsto por Snoeck. Se a direção de magnetização for na direção  $x$ , os átomos de carbono irão preferivelmente ocupar os

sítios  $y$  e  $z$ , pois a nuvem eletrônica que cerca os átomos de Fe é alongada na direção da magnetização espontânea, como mostrado na figura IV.2. Os átomos de carbono terão mais lugar nos sítios  $y$  e  $z$  quando a magnetização  $M_s$  for paralela a  $x$ .

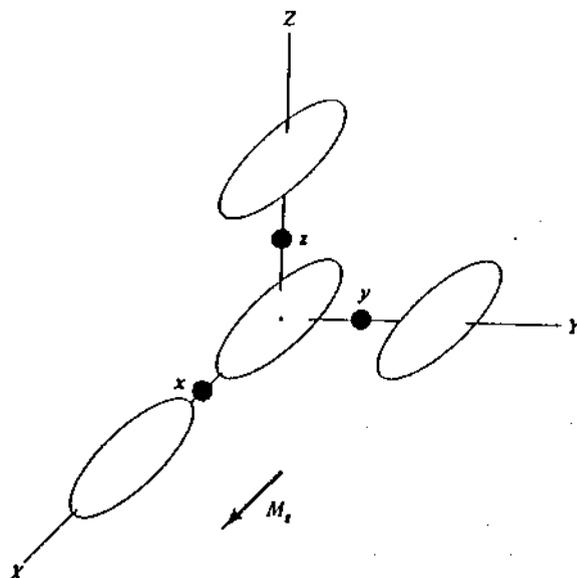


Figura IV.2 : Relação dos sítios intersticiais aos átomos de Ferro alongados na direção de magnetização

Este conceito não pode ser estendido diretamente ao caso amorfo, uma vez que as distorções estruturais presentes nesses materiais são muito maiores que as deformações induzidas localmente por átomos de carbono intersticiais numa rede de  $\alpha$ -Fe. Com isso, a importância de termo magnetoelástico pode vir a ser maior que os outros termos que contribuem para o *aftereffect*.

### 3. Aftereffect em Amorfos

Em ferromagnetos amorfos são observados fenômenos de relaxação bastante significativos. Existem grandes diferenças entre o *aftereffect* observados em cristais e o que ocorre com amorfos.

Em cristais o *aftereffect* está relacionado com a presença de átomos específicos (ou pares atômicos) cujo ordenamento é então caracterizado por energias de ativação bem definidas, no caso de amorfos há uma distribuição de energias de ativação cujo espectro é bastante largo.

O comportamento temporal da permeabilidade que descreve a relaxação em cristais é

tipicamente dado por:

$$\mu(t) = A + Be^{-t/\tau_0} \quad (\text{IV.1})$$

onde  $\tau_0$  é um tempo de relaxação definido. No caso de ferromagnetos amorfos,  $\mu(t)$  é geralmente bem descrito por uma lei do tipo:

$$\mu(t) = a - b \cdot \ln(t) \quad (\text{IV.2})$$

Nas ligas ferromagnéticas cristalinas, o *aftereffect* somente é observado numa faixa estreita de temperaturas, uma vez que o tempo de relaxação  $\tau_0$  está relacionado com a energia de ativação  $Q_0$  pela relação de Arrhenius convencional que é extremamente sensível a qualquer mudança na temperatura. Nos amorfos o comportamento com a temperatura é bem diferente, uma vez que há uma distribuição de energias de ativação. O *aftereffect* em amorfos pode ser observado em qualquer temperatura abaixo da temperatura de Curie ( $T_c$ ) do material e já foi estudado desde 4K até  $T_c$  [Allia *et al* 87b].

Em ferromagnetos amorfos, embora não exista uma teoria que descreva de forma completa o fenômeno de relaxação, os resultados observados levaram a formulação de alguns modelos [Allia and Vinai 82] [Kronmüller *et al* 84] cujo ponto comum é a consideração de que os efeitos intrínsecos da desordem local nos processos de ordenamentos microscópicos levam ao *aftereffect*. A desordem local pode ser descrita por defeitos no material.

Segundo os modelos para o *aftereffect*, a relaxação da permeabilidade magnética inicial origina-se de ordenamentos direcionais dos defeitos que interagem com a magnetização local e podem assumir configurações diferentes mas energeticamente equivalentes. Os saltos entre as distintas configurações são termicamente ativados, e acompanham as mudanças na direção da magnetização local. A mobilidade das paredes de Bloch é dependente da configuração em que se encontram os estados ordenáveis em seu interior. O decréscimo da mobilidade das paredes com o tempo está associado com a volta dos sistemas ordenáveis ao seu estado de menor energia. Nos modelos teóricos existentes, as configurações que um sistema pode assumir são descritas por sistemas de dois níveis não correlacionados. Estas configurações quase equivalentes energeticamente são separadas por barreiras de potencial caracterizadas por energias de ativação diferentes em diferentes regiões da amostra. Portanto o espectro de energias de ativação do

sistema como um todo é bastante largo.

As duas principais teorias existentes para a descrição do fenômeno da relaxação magnética em materiais amorfos partem de pressupostos distintos sobre as principais fontes do acoplamento entre os defeitos e a magnetização [Allia and Vinai 82] [Kronmüller 83] [Kronmüller *et al* 84]. Em ambos os modelos, após ocorrer uma variação brusca na configuração de domínios do material devido à aplicação de um campo magnético, os defeitos recebem energia suficiente para pular para a configuração de maior energia. Conforme o tempo evolui, os defeitos estruturais tendem a voltar ao seu estado de menor energia, provocando uma estabilização das paredes de domínio.

### 3.1 Modelo Micromagnético

Partindo de uma análise micromagnética, o modelo de Kronmüller considera que o acoplamento entre defeitos e magnetização tem importantes contribuições das interações de *spin* órbita e de troca, além do termo magnetostrictivo primeiramente considerado por Allia e Vinai. No modelo de Kronmüller os defeitos são formados por grupos de átomos que interagem entre si, onde um dos átomos pode saltar entre duas posições devido à existência de volumes livres nos materiais amorfos, que agem como defeitos tipo vacância, permitindo em sua vizinhança a reorientação de eixos dos pares atômicos, como mostra a figura IV.3. Tal reorientação pode ocorrer por processos termicamente ativados ou por tunelamento. Kronmüller descreve a termodinâmica e a cinética desses pares atômicos utilizando o sistema de dois níveis de Anderson (TLS), como mostrado na figura IV.4 [Kronmüller 83] [Kronmüller *et al* 84].

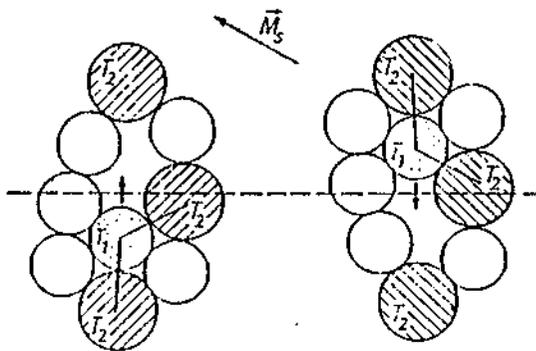


Figura IV.3: Modelo de esferas do sistema de dois níveis mostrando a reorientação dos pares dentro de um volume livre [Kronmüller 83]

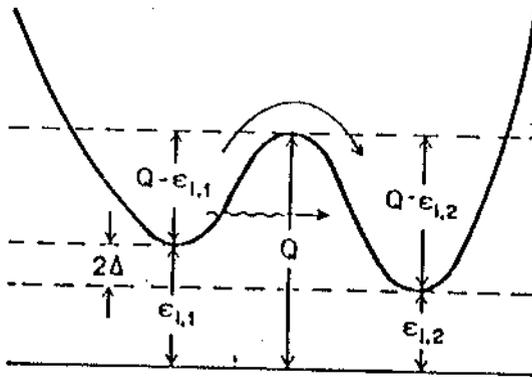


Figura IV.4 : Modelo de sistema de dois níveis (TLS - *Two Level System*) descrevendo a reorientação de um eixo de par atômico.

Na figura IV.4 cada TLS é caracterizado por uma energia de ativação  $Q$  que é modificada pelas energias de interação magnética  $\epsilon_{ij}$  do  $i$ -ésimo par atômico nas suas orientações  $j=1,2$ .

Em materiais amorfos existe um grande número de TLS que portanto é caracterizado por um amplo espectro  $P(Q)$  de energias de ativação e energias de separação magnética:

$$2\Delta_i = \epsilon_{i,2} - \epsilon_{i,1} \tag{IV.3}$$

As energias de interação  $\epsilon_{ij}$  no modelo de Kronmüller são compostas de três termos:

$$\epsilon_{i,j} = \epsilon_{i,j}^{ex} + \epsilon_{i,j}^{LS} + \epsilon_{i,j}^m \tag{IV.4}$$

onde  $\epsilon^{ex}$  é a energia de troca,  $\epsilon^{LS}$  a energia de acoplamento *spin*-órbita e  $\epsilon^m$  energia de acoplamento magnetoelástico. Todos os três termos são considerados como energias de interação magnética local do par atômico com seus vizinhos mais próximos.

Uma equidistribuição dos pares atômicos (em todos os níveis nos quais  $2\Delta < 2kT$ ) é produzida ao desmagnetizar a amostra. Após a desmagnetização ocorre uma redistribuição dos pares atômicos para configurações energeticamente mais favoráveis, por exemplo, na figura acima, de  $j=1$  para  $j=2$ . Tal processo pode ser descrito por uma cinética de reação de primeira ordem de TLS não acoplados caracterizados pela energia de separação  $2\Delta$  e com uma certa probabilidade de ocupação. Pela redistribuição dos eixos de pares atômicos a energia de interação da magnetização local total  $M_s$  com os pares atômicos é reduzida. Consequentemente, a parede de Bloch fica confinada a um potencial dependente do tempo, chamado de potencial de estabilização. No

modelo de Kronmüller, o *aftereffect*  $\Delta r(t)$  é definido como a variação do inverso da susceptibilidade<sup>4</sup> (reluctividade) entre os tempos  $t=0$  e  $t$ , e é dado por:

$$\Delta r(t) = \frac{1}{\chi(t)} - \frac{1}{\chi_0} = \frac{1}{2SM_s^2} \left. \frac{d^2 \phi_s(U, t)}{dU^2} \right|_{U=0} \quad (\text{IV.5})$$

onde  $S$  é a área de uma parede de domínio por unidade de volume e  $\chi_0$  é a susceptibilidade inicial do material.  $\phi_s$  é um potencial de estabilização,  $U$  é o deslocamento da parede de domínio. O potencial de estabilização é determinado através de cálculos que envolvem as diferentes energias de ativação de uma parede de Bloch com os pares atômicos. A expressão final para a reluctividade é dada por [Kronmüller *et al* 84]:

$$r(t) = \frac{2\pi}{15M_s^2} \frac{1}{S\delta} \frac{C_0}{kT} \langle \varepsilon_{\text{eff}}^2 \rangle G(t) \quad (\text{IV.6})$$

onde  $\delta = \pi\delta_0$  é a largura de uma parede de domínio,  $C_0$  é a concentração de pares atômicos móveis e  $\varepsilon_{\text{eff}}$  é uma constante de interação efetiva que é descrita em termos de tensores locais das propriedades magnéticas tendo a forma da seguinte expressão:

$$\langle \varepsilon_{\text{eff}} \rangle = a_0 + a_1 (\lambda_s)^2 \quad (\text{IV.7})$$

A função  $G(t)$  depende da natureza do material estudado e de sua história térmica [Kronmüller 83].

Este modelo é análogo ao modelo de *aftereffect* em cristais proposto por Néel [Néel 52].

### 3.2 Modelo Estrutural

O modelo proposto por Allia e Vinai é completamente estrutural, independente da composição da liga amorfa, mas sim da magnetostrição de saturação. Enquanto no modelo de Kronmüller há a presença de termos de anisotropia local e de troca, Allia e Vinai propõem que o efeito de relaxação em amorfos está relacionado exclusivamente com as interações

<sup>4</sup> Até aqui falamos do *aftereffect* como sendo a relaxação da permeabilidade inicial. A permeabilidade se relaciona com a susceptibilidade através da relação  $\mu = 1 + \chi$ . Nos materiais amorfos, a susceptibilidade é muito grande, e portanto podemos fazer a aproximação  $\mu \approx \chi$ .

magnetoelásticas de defeitos estruturais existente nestes materiais.

A definição de defeitos segue os conceitos definidos por Egami [Egami *et al* 80][Egami 81a][Egami 81b][Egami and Srolovitz 82] para estudos da estrutura e relaxação estrutural em vidros metálicos. Egami descreve os defeitos em termos da distribuição de tensões internas em escala atômica. O tensor de tensão atômico<sup>5</sup>  $\sigma_{ij}$  é descrito nas posições atômicas em termos das forças entre os pares de átomos. Destes tensores podemos calcular duas quantidades invariantes, a pressão hidrostática  $p$  e a tensão de cisalhamento média  $\tau$ .  $\tau$  e  $p$  são definidos por:

$$\tau = \left( \frac{1}{3} \left[ \frac{(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2}{2} + \frac{(\sigma_{22} - \sigma_{33})^2}{2} + \frac{(\sigma_{33} - \sigma_{11})^2}{2} \right] + \sigma_{12}^2 + \sigma_{13}^2 + \sigma_{23}^2 \right)^{1/2} \quad (\text{IV.8})$$

$$p = \frac{1}{3} \sum_i \sigma_{ii} \quad (\text{IV.9})$$

Em sistemas livres, os valores médios da pressão hidrostática são nulos ( $\langle p \rangle = 0$ ) enquanto que  $\langle \tau \rangle \neq 0$ .

Os defeitos estruturais são definidos então como regiões onde os valores locais de  $p$  e/ou  $\tau$  diferem de seus valores médios. Por meio de simulações numéricas verificou-se [Srolovitz *et al* 81] que os valores de  $p$  e  $\tau$  estão espacialmente correlacionados, com uma extensão de 10 a 20 posições atômicas. Assim é possível caracterizar defeitos estruturais como pequenas regiões onde os valores do tensor de tensão estão correlacionados e as tensões atômicas dominantes podem ser tipo tensão (defeitos  $p$ ), tipo compressão (defeitos  $n$ ) e tipo cisalhamento (defeitos  $\tau$ ).

As características físicas dos defeitos estruturais são a base do modelo de Allia e Vinai para o fenômeno da relaxação da permeabilidade magnética inicial em metais ferromagnéticos amorfos. No modelo estes defeitos são considerados independentes e a relaxação da permeabilidade magnética é consequência da interação destes defeitos com a magnetização uma vez que os defeitos têm uma certa mobilidade com baixa energia de ativação.

Em geral a energia magnetoelástica local de um sistema caracterizado por uma magnetostrição isotrópica  $\lambda_s$ , pode ser escrita como :

<sup>5</sup>Tensor definido no sistema cartesiano de coordenadas

$$\varepsilon_{me} = -\frac{3}{2}\lambda_s \sum_{i,j} \sigma_{i,j} \gamma_i \gamma_j \quad (\text{IV.10})$$

onde os  $\gamma_i$ 's são os cosenos diretores da magnetização local.

Pode ser mostrado que ao rodar o sistema de coordenadas dos eixos principais, as flutuações puras de pressão caracterizadas pelas três tensões principais  $\sigma_i$  ( $i=1,2,3$ ) tendo o mesmo valor ( $\sigma_i=p$ ), não estão diretamente acopladas com a direção de magnetização via magnetostricção. Desta forma, obtêm-se que somente as regiões de tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) interagem com a magnetostricção, dando origem ao *aftereffect* magnético em amorfos.

A energia magnética total (por unidade de volume) de um defeito de tensão simples é descrita por:

$$\varepsilon = -g\mu_B \vec{H}_M \cdot \vec{S} - \frac{3}{2}\lambda_s \sum_{i,j} \sigma_{i,j} \gamma_i \gamma_j = -a\gamma_2 - \frac{3}{2}\lambda_s \sum_{i,j} \sigma_{i,j} \gamma_i \gamma_j \quad (\text{IV.11})$$

onde  $g$  é a razão giromagnética,  $\mu_B$  é o magneton de Bohr,  $a = g\mu_B \vec{H}_M \cdot \vec{S}$  é a constante de troca,  $\vec{H}_M$  é o campo de troca com cosenos diretores (0,1,0) e  $\vec{S}$  é o vetor de magnetização local (soma de todos os *spins* individuais dos defeitos que são altamente correlacionados). É possível verificar que  $\frac{3}{2}\lambda_s \sigma \ll a$ , o que leva à seguinte aproximação:

$$\varepsilon = -a \left( 1 + \frac{3}{2} \frac{\lambda_s \sigma_{22}}{a} \right) \quad (\text{IV.12})$$

Bem abaixo da temperatura de cristalização do material o movimento dos defeitos são considerados locais e completamente reversíveis. Tal movimento não envolve difusão atômica de longo alcance, mas sim de um movimento coerente do defeito entre mínimos adjacentes da energia livre. O movimento pode ser descrito como uma transição entre níveis de energia quase equivalentes caracterizados por arranjos topológicos diferentes.

Para calcular a energia total é realizada uma média volumétrica de todos os defeitos ocupados em equilíbrio. Quando uma parede de domínio é deslocada ( $t=0$ ), a magnetização de um elemento de volume do material é rodada de um ângulo  $\alpha$ , alterando assim as componentes do tensor de tensão, e conseqüentemente os níveis de energia dos defeitos. No entanto, no instante  $t=0+$ , o número de defeitos que ocupam cada nível energético permanece o mesmo, pois a

redistribuição dos sistemas ocorre gradualmente. A variação da energia após o deslocamento da parede é calculada introduzindo um sistema de coordenadas que sofre o efeito de uma matriz de rotação, e pode ser dada por [Allia and Vinai 82]:

$$\Delta E = \frac{9}{20} \frac{\langle N_T \rangle}{kT} \lambda_s \langle \tau^2 \rangle \sin^2 \alpha \quad (\text{IV.13})$$

onde  $\langle N_T \rangle$  é o número total de defeitos cujo movimento ocorre a uma dada temperatura  $T$ .

A derivada em relação ao deslocamento do termo de energia em excesso (quando uma parede é deslocada de sua posição de equilíbrio) dá um campo magnético que dificulta o movimento da parede, e conseqüentemente é chamado campo de viscosidade ( $H_T$ ).

Uma relação direta entre este campo de viscosidade e  $\Delta E$  é dada por [Allia and Vinai 81]:

$$H_T(\xi) = \frac{\Delta E}{4I_s} g_p(\xi) \quad (\text{IV.14})$$

onde  $I_s$  é a magnetização de saturação,  $\xi$  é o deslocamento da parede e  $g_p(\xi)$  é uma função deste deslocamento da parede.

O conceito de campos de viscosidade permite visualizar de maneira fenomenológica a dificuldade progressiva experimentada por paredes de domínio oscilantes após uma mudança na estrutura de domínios. O campo de viscosidade é zero imediatamente após um rearranjo das paredes de domínio, e cresce com o tempo até um valor de saturação que depende da amplitude do deslocamento das paredes, isto é, da intensidade do campo a.c. aplicado.

Através de uma descrição do movimento de paredes de domínios em torno de posições de equilíbrio, Allia e Vinai mostraram que a função  $g_p(\xi)$  assume um máximo quando  $\xi=0.45\delta$  onde  $\delta$  é a largura da parede de Bloch. A função  $g_p(\xi)$  têm a forma dada pela figura IV.5. O campo de viscosidade  $H_T(\xi)$  segue este comportamento.

Com base nesta descrição dos defeitos estruturais e a partir de considerações de como estes defeitos contribuem para a energia magnetoelástica local, Allia e Vinai, inicialmente supondo uma magnetostrição isotrópica, desenvolveram uma expressão para a relaxação da permeabilidade inicial em amorfos entre dois tempos fixos  $t_1$  e  $t_2$  após uma desmagnetização:

$$\frac{\Delta\mu}{\mu} = 2.55 \frac{3 N_T}{32 kT} \frac{G(t_1) - G(t_2)}{H_e I_s} \lambda_s^2 \langle \tau^2 \rangle \quad (\text{IV.15})$$

onde  $H_e$  é o campo aplicado,  $I_s$  é a magnetização de saturação,  $G(t)$  é uma função decrescente no tempo, e  $\langle \tau^2 \rangle$  é o segundo momento das flutuações na tensão de cisalhamento,  $\Delta\mu$  é a variação da permeabilidade inicial entre os tempos  $t_1$  e  $t_2$  ( $\mu(t_1) - \mu(t_2)$ ) e  $\mu$  é a permeabilidade inicial no instante final ( $\mu(\infty)$ ).

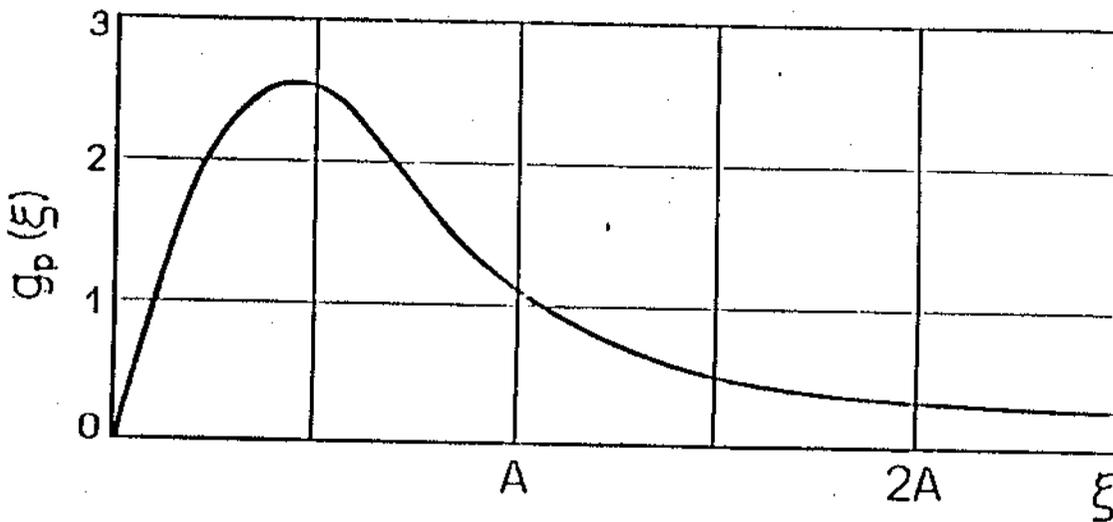


Figura IV.5 : Comportamento da função  $g_p(\xi)$  que descreve a intensidade do campo de viscosidade em função do deslocamento de paredes de domínio oscilando em torno de uma posição de equilíbrio.

A expressão IV.15 prevê que para um material com magnetostricção nula, o efeito não deve ser observado. Porém, materiais amorfos de base Cobalto, que possuem uma constante e magnetostricção muito próxima de zero, exibem também efeitos de relaxação.

Através de considerações a respeito de flutuações na energia de anisotropia magnética causada por distorções na estrutura amorfa, foi feito um refinamento deste modelo [Allia and Vinai 86]. Os cálculos envolveram considerações a respeito de vizinhos próximos a um átomo central, e de como a energia deste sistema se altera frente uma distorção de uma configuração inicial. Tal distorção está associada com as componentes tipo cisalhamento do tensor de tensão mecânica. Desta forma, a energia de anisotropia pode ser descrita em termos de uma energia magnetoelástica dependente dos sítios, levando a uma nova expressão para o *aftereffect* :

$$\frac{\Delta\mu}{\mu} = 2.55 \frac{3}{32} \frac{N_T}{kT} \frac{G(t_1) - G(t_2)}{H_e I_s} \lambda_{eff}^2 \langle \tau^2 \rangle \quad (IV.16)$$

onde  $\lambda_{eff}$  é a magnetostricção efetiva local definida como:

$$\lambda_{eff}^2 = \lambda_s^2 + \langle m \rangle \lambda_g^2 \quad (IV.17)$$

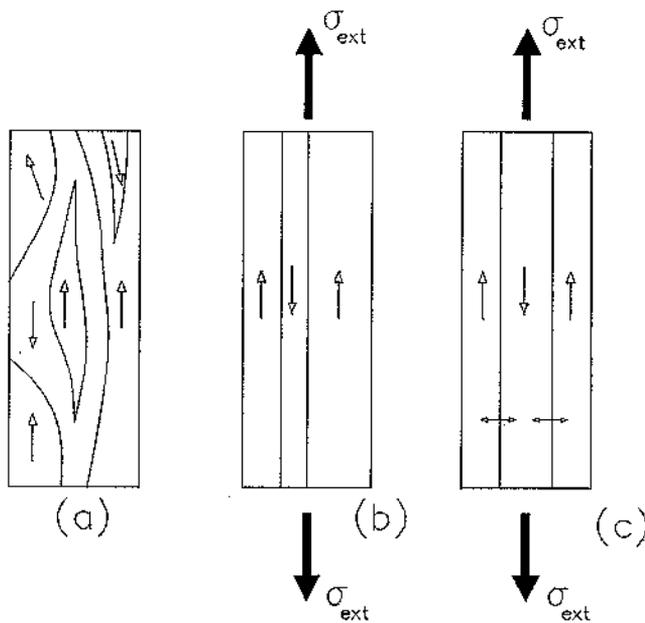
onde  $\lambda_s$  é a magnetostricção de saturação,  $\lambda_g$  está relacionado com a anisotropia local e  $\langle m \rangle$  é um parâmetro relacionado ao grau de distorção estrutural.

A expressão IV.16, assim como a expressão desenvolvida por Kronmüller, envolvem o quadrado da magnetostricção de saturação, o que é natural quando pensamos que a base para o fenômeno são os acoplamentos entre os sistemas ordenáveis e a magnetização local. Este fato foi verificado experimentalmente para diversas ligas cobrindo um gama extensa de valores para a magnetostricção de saturação [Allia *et al* 82][Kronmüller 83][Allia and Vinai 86]. Embora os dois modelos partam de pressuposto distintos, ambos seguem desenvolvimentos muito análogos utilizando configurações de dois níveis e estatísticas de Boltzmann para o cálculo da energia total do sistema.

As medidas de *aftereffect* são importantes no estudo de materiais amorfos pois dependem diretamente da estrutura microscópica do material, e da resposta da estrutura de domínios nas amostras. Tendo isso em mente, não é difícil compreender que a técnica pode ser utilizada como ferramenta no estudo de processos de magnetização destes materiais.

#### 4. Fenomenologia do *aftereffect* da permeabilidade inicial

Vamos considerar a seção de uma fita ferromagnética amorfa, de comprimento  $L$ , e largura  $l$  ( $L \gg l$ ). Na ausência de um campo magnético ou de tensões externas a amostra é dividida em domínios magnéticos cuja configuração irá em geral, no caso de fitas magnetostrictivas, refletir a existência de grandes flutuações nas tensões internas de longo alcance resultando em domínios com paredes irregulares [Kronmüller and Gröger 81] (figura IV.6(a)). Entretanto, tais domínios podem se tornar bem regulares na presença de uma campo ou uma tensão mecânica externa ( $\sigma_{ext} \cong 200 \text{MPa}$ ), como mostrado na figura IV.6(b). Neste caso as paredes de domínio separando regiões de magnetização antiparalela se tornam paredes planas.



**Figura IV.6 :** Diagramas esquemáticos de uma estrutura de domínios em uma liga ferromagnética amorfa com magnetostricção positiva: (a) sem tensão externa aplicada, (b) na presença de uma tensão externa aplicada ( $\sigma_{ext}$ ) e (c) com uma nova estrutura de domínios após um pulso magnético, em  $t=t_0$ . As setas horizontais em (c) representam o deslocamento das paredes de domínio na presença de um campo alternado  $H=H_0 \cos(\omega t)$ .

Esta configuração de domínios pode ser facilmente observada por efeito *Kerr*. Nestas condições qualquer alteração na magnetização da amostra está simplesmente relacionada com o deslocamento das paredes destes domínios. Quando se aplica um pulso magnético saturante, a estrutura de domínios na amostra é destruída (a amostra é saturada). Assim que o campo magnético é removido, uma nova estrutura de domínios se forma, e as novas paredes formadas se deslocam pelo material. Um deslocamento de  $x$  irá implicar numa mudança de  $\Delta M = 2M_s x/d$ , onde  $M_s$  é a magnetização de saturação e  $d$  é a distância média entre as paredes de domínios. Como consequência, medidas de permeabilidade a.c.  $\mu = \Delta B/H (\approx \Delta M/H)$ , nos dão informações sobre o movimento das paredes sob ação de um campo magnético alternado  $H=H_0 \cos(\omega t)$ .

No caso de paredes de  $180^\circ$  podemos entender a amplitude da oscilação como o deslocamento de paredes  $\xi$ , e a redução desta amplitude como efeito do campo de viscosidade. Desta forma  $B$  está relacionada à  $\xi$  enquanto a variação da amplitude de oscilação  $\Delta B$  está relacionada a  $H_T(\xi)$ . De fato, em medidas feitas em materiais amorfos, a curva de  $\Delta B$  em função de  $B$  exibe um comportamento similar à curva  $g_p(\xi)$ , exibindo um máximo [Allia and Vinai 81].

Vamos considerar a evolução temporal de  $B(t)$  numa medida como esta.  $B(t)$  é proporcional

à resposta magnética do material ao campo a.c. do tipo  $H_e(t) = H_e e^{i\omega t}$ , e portanto oscila com a mesma frequência  $\nu = 2\pi/\omega$ . A relaxação magnética está relacionada com a diminuição da amplitude de oscilação das paredes de domínios, e portanto com a envoltória da função  $B(t)$  após o pulso. Normalmente a frequência de oscilação do campo aplicado ( $\omega/2\pi$ ) é escolhida para ser maior que o inverso do tempo mais curto a ser analisado numa medida [Allia 89]. Assim sendo podemos nos reter aos valores pico a pico de  $H_e(t)$ ,  $H_T(t)$  e  $B(t)$ , podendo se desprezar as oscilações rápidas destas funções. As dependências temporais e as derivadas em relação ao tempo que serão usadas a seguir serão sempre referentes às amplitudes pico a pico.

Considerando  $\mu$  como sendo a permeabilidade do material, a indução magnética em função do campo aplicado,  $B = B(H_e, H_T)$  pode ser escrita como  $B = \mu H_e - \mu H_T$ .

Podemos calcular variação total de  $B(t)$  por:

$$\frac{dB}{dt} = \mu \frac{dH_e}{dt} - \mu \frac{dH_T}{dt} \quad (\text{IV.18})$$

A derivada total do campo de viscosidade  $H_T(t)$  com o tempo na expressão acima é dada por:

$$\frac{dH_T}{dt} = \left( \frac{\partial H_T}{\partial t} \right)_B + \left( \frac{\partial H_T}{\partial B} \right) \frac{dB}{dt} \quad (\text{IV.19})$$

Da expressão IV.19 vê-se que o campo de viscosidade varia não só pelos efeitos dos processos de ordenamento (primeiro termo contendo uma derivada parcial no tempo), mas também devido a possíveis alterações na largura da região varrida pelas paredes de domínio oscilantes (segundo termo contendo uma derivada com a indução  $B$ ). O campo de viscosidade pode ser dado então por uma função não somente do tempo, mas também de  $B$  e pode ser fatorado em dois termos como [Neél 52] [Herpin 68]  $H_T(B, t) = h_T(B)G(t)$ , e então a expressão IV.19 pode ser reescrita como :

$$\frac{dH_T}{dt} = h_T(B) \frac{dG}{dt} + \frac{dh_T}{dB} \frac{dB}{dt} G(t) \quad (\text{IV.20})$$

Levando a expressão IV.20 na relação IV.18, obtemos:

$$\frac{dB}{dt} = \frac{\mu \left( \frac{dH_e}{dt} - h_T(B) \frac{dG}{dt} \right)}{1 + \mu \left( \frac{dh_T}{dB} \right) G(t)} \quad (\text{IV.21})$$

Esta é uma expressão geral que relaciona qualquer mudança de  $B$  em relação à  $H_e$  e  $H_T$ . Em medidas de *aftereffect* típicas um campo magnético de intensidade constante é aplicado à amostra e o decaimento da indução magnética medido após um rearranjo da estrutura de domínios. Este é o tipo mais convencional de medidas de *aftereffect* [Allia and Vinai 86] [Sato Turtelli and Vinai 90]. Neste caso a relação IV.21 se torna:

$$\frac{dB}{dt} = - \frac{h_T(B) \frac{dG}{dt}}{\frac{1}{\mu} + \frac{dh_T}{dB} G(t)} \quad (\text{IV.22})$$

A solução desta equação nos dá a relação entre a relaxação de  $B$  e a evolução temporal do campo de viscosidade  $G(t)$ . A equação pode ser resolvida canonicamente para  $B$  usando a transformação  $R=dG/dB$ .

$$\frac{dR}{dt} + P(B)R = Q(B) \quad (\text{IV.23})$$

onde:

$$P(B) = 2 \frac{dh_T}{dB} \frac{1}{h_T} - \frac{d^2 h_T}{dB^2} \left( \frac{dh_T}{dB} \right)^{-1}$$

$$Q(B) = \frac{d^2 h_T}{dB^2} \left( h_T \frac{dh_T}{dB} \right)^{-1} \quad (\text{IV.24})$$

A solução neste caso fica sendo:

$$B(t) = B(0) - \mu h_T [B(t)] G(t) \quad (\text{IV.25})$$

onde  $B(0)=\mu H_e$ . Esta é uma expressão implícita para  $B(t)$  que requer conhecimento detalhado da função  $h_T(B)$ . A forma de  $h_T(B)$  para o caso de um movimento oscilatório de paredes de domínios

foi tratada por Allia e Vinai [Allia and Vinai 81], conforme mostrado na figura IV.5. Uma boa aproximação desta função é dada por:

$$h_T(B) = \alpha \sin\left(\frac{\pi B}{2 B_m}\right) \quad (\text{IV.26})$$

onde  $\alpha$  contém informações sobre o amortecimento viscoso, isto é, o número de defeitos  $N_D$  envolvidos, e a energia do acoplamento dos dipolos magnéticos do ordenamento:

$$\alpha = \frac{N_D \varepsilon_D^2}{2 I_s k T} \quad (\text{IV.27})$$

onde  $I_s$  é a magnetização de saturação da liga.

$B_m$  é o valor da indução magnética na qual a curva  $h_T(B)$  tem um máximo. Como já mencionamos, este máximo ocorre quando a amplitude de deslocamento da parede de Bloch de  $180^\circ$  é igual a  $\xi = 0.45\delta$ , onde  $\delta$  é a largura da parede (figura IV.5). Este valor é obtido ao se considerar o movimento oscilatório das paredes de  $180^\circ$  interagindo com partículas através de uma interação pseudo-dipolar.

A evolução temporal do campo de viscosidade pode ser escrita então como:

$$G(t) = \frac{B(0) - B(t)}{\mu \alpha \sin\left(\frac{\pi B(t)}{2 B_m}\right)} \quad (\text{IV.28})$$

Isso pode ser obtido de uma medida simples de relaxação isotérmica de  $B(t)$  pois  $B(0)$  e  $B_m$  são conhecidos com boa precisão.

## 5. Medidas de relaxação da permeabilidade inicial

Em uma medida típica de *aftereffect* detecta-se a variação da resposta magnética  $\Delta B$  de uma amostra com o tempo, após um rearranjo da estrutura de domínios (técnica impulsiva [Allia et al 80b][Sato Turtelli and Vinai 90]). A resposta magnética a.c. de uma amostra, a sua indução magnética  $B(t)$ , é monitorada no tempo. Após o rearranjo da estrutura de domínios no material, isto é, após a aplicação de um pulso, há um decaimento no valor da amplitude de  $B(t)$  com tempo.

A figura IV.7 ilustra este efeito. Se o campo excitante é do tipo  $H_e(t) = H_e e^{i\omega t}$  a indução também é uma função oscilatória e está relacionada à oscilação das paredes de domínio em torno de posições de equilíbrio.

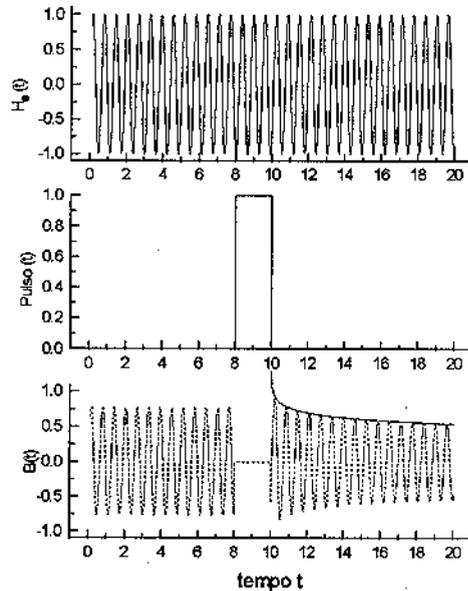


Figura IV.7 : Exemplo de uma medida de *aftereffect* em amorfos. Um decaimento na indução magnética  $B(t)$  é observado logo após um pulso magnético aplicado à amostra.  $H_e(t)$  é o campo magnético a.c. aplicado. A envoltória da curva  $B(t)$  após o pulso é do tipo “a-b ln(t)”. Durante o pulso o sinal induzido é nulo pois a amostra se encontra saturada, e portanto não há paredes de domínios.

Após o término do pulso, para  $t=t_1$ , mede-se  $B(H_e, t_1)$  e decorrido um intervalo de tempo, mede-se  $B(H_e, t_2)$ . Destes dois valores obtemos  $\Delta B = B(H_e, t_1) - B(H_e, t_2)$ . Aplicando-se diversos valores de campo levantamos uma curva  $\Delta B$  vs.  $B$  e desta curva encontramos o valor de  $\Delta B_m$  e  $B_m$  onde ocorre um máximo. Destes valores podemos tirar a relação  $\Delta B/B$ . Uma vez que a amplitude do campo aplicado  $H_e$  é constante, e que  $B = \mu H_e$ , o comportamento de  $\Delta B/B$  reflete o comportamento de  $\Delta\mu/\mu$  [Sato Turtelli and Vinai 90]. A intensidade do *aftereffect* é definida como sendo o valor  $(\Delta B/B)_m \times (H_e)_m$  para que uma normalização possa ser feita quando a relaxação é medida em diferentes amostras. Para diferentes amostras, o mesmo valor de campo aplicado implica em valores distintos de indução magnética, ou seja, o deslocamento das paredes de domínio é distinto. Porém, como já foi mostrado anteriormente, no máximo da curva  $\Delta B$  vs.  $B$ , o

deslocamento de paredes é de  $\xi=0.45\delta$ , não importando a amostra.

### 5.1 Equação de movimento de paredes de domínios

O movimento de uma parede de domínios é determinado parcialmente pela natureza fundamental do material e parcialmente por fatores de estrutura. É conveniente analisar o problema através da análise da equação de movimento de uma parede de  $180^\circ$ .

A equação de movimento de uma parede de  $180^\circ$  pode ser escrita como:

$$m^* \frac{d^2 x}{dt^2} + \beta \frac{dx}{dt} + \alpha x = m^* \ddot{x} + \beta \dot{x} + \alpha x = 2M_s H \quad (\text{IV.29})$$

onde  $m^*$  é a massa da parede por unidade de área,  $\beta$  é o coeficiente de amortecimento e  $\alpha$  é o coeficiente da força restauradora como mostrado na relação III.9. O termo  $2M_s H$  representa a pressão agindo nas paredes de  $180^\circ$  e deve ser substituído por  $\sqrt{2}M_s H$  para paredes de  $90^\circ$ .

Para pequenos deslocamentos da parede de domínio, a equação IV.29 mostra que o movimento é determinado por

- termo de inércia  $m\ddot{x}$
- pelo termo de amortecimento  $\beta$  que é proporcional à velocidade (amortecimento viscoso).
- pela força restauradora  $\alpha x$  agindo na parede.

A força restauradora aparece da interação de parede com as imperfeições no material e portanto é um fator sensível à estrutura do material. Os parâmetros  $m$  e  $\beta$  são determinados pelas características magnéticas do material.

O coeficiente de amortecimento mede a perda de energia ligada ao movimento da paredes e é por esta razão, do ponto de vista de aplicações tecnológicas, o mais importante parâmetro da equação IV.29. Um cálculo detalhado foi feito por Landau e Lifshitz [Landau *et al* 35] baseados nas equações de movimento da magnetização na presença e uma campo e a dissipação de energia deste processo.

Alguns fatores contribuem para o parâmetro  $\beta$ . Entre elas há contribuições de correntes de

Foucault induzidas no material (*eddy currents*) e contribuições relativas a reorientação de *spins* na parede.

O efeito de correntes induzidas no material contribui não somente para o amortecimento do movimento das paredes de domínio, mas também no sentido de distorcer a forma da parede. Desta forma um cálculo das correntes induzidas no material é um tanto quanto complexo. Podemos porém calcular este efeito utilizando uma parede plana que se desloca a uma velocidade suficientemente pequena para continuar plana. Nestas condições, a contribuição de amortecimentos por correntes induzidas pode ser descrito como contribuições em  $\beta$ . Considerando uma parede planar se movendo através de uma barra ferromagnética, podemos mostrar, por considerações a respeito da dissipação de potência associada a esta movimento<sup>6</sup>, que a contribuição das correntes induzidas para o parâmetro  $\beta$  (para uma geometria quadrada, i.e. seção reta quadrada) é:

$$\beta_e = \frac{16M_s^2 d}{\pi^3 \rho c^2} \quad (\text{IV.30})$$

Em geral este termo não contribui isoladamente para o coeficiente  $\beta$ . Outras contribuições, se existirem, devem ser adicionadas. DeBlois [DeBlois 58] e Kittel [Kittel and Galt 56] mostraram a partir da equação de Landau-Lifshitz [Landau *et al* 35] com um termo  $k$  de amortecimento de Gilbert [Gilbert and Kelly 55], que efeitos de relaxação de *spin* podem contribuir para o fator  $\beta$  sob a forma:

$$\beta_r = \left[ \frac{k(1+k^2)M_s}{\gamma} \right] \left( \frac{K}{A} \right)^{1/2} \quad (\text{IV.31})$$

onde  $\gamma$  é a razão giromagnética,  $K$  a energia de anisotropia e  $A$  o parâmetro de troca.

A contribuição de uma unidade de área da parede para a permeabilidade do material é proporcional a  $x/H$  onde  $x$  é a solução para a equação IV.29.

Imaginemos um campo senoidal sendo aplicado ao material. O campo é dado por:

$$H(t) = H_0 e^{i\omega t} \quad (\text{IV.32})$$

<sup>6</sup>Isso pode ser obtido solucionando as equações de Maxwell com condições de contorno apropriadas.

A solução real de  $x$  nos dá a permeabilidade real  $\mu'$ , ou seja, as mudanças na indução  $B$  que acompanham em fase o campo  $H$ . A parte imaginária da solução nos dá a permeabilidade imaginária  $\mu''$ , ou seja, as mudanças que estão em quadratura com o campo  $H$  e associadas à perda de energia devido ao movimento da parede. Isso nos leva à definição da permeabilidade complexa  $\mu = \mu' + i\mu''$ . Normalmente a permeabilidade envolve uma média ponderada de  $x/H$  levando-se em consideração as dimensões dos segmentos de parede de domínio sobre todos os segmentos na amostra. No caso geral,  $x$  terá um efeito de ressonância exatamente como a corrente em um circuito  $RLC$  série. Em alguns casos o coeficiente  $\alpha$  é suficientemente pequeno e  $\beta$  suficientemente grande de forma que o termo inercial não é importante. Isso ocorre pois  $x$  relaxa da mesma maneira que a voltagem de um circuito  $RC$  em série numa frequência muito menor que a de ressonância.

Embora a solução geral da equação IV.29 com um campo dado pela equação IV.32, ou seja,

$$m^* \ddot{x} + \beta \dot{x} + \alpha x = 2M_s H_0 e^{i\omega t} \quad (\text{IV.33})$$

não seja obtida facilmente, uma boa aproximação pode ser encontrada desprezando o primeiro termo pois  $m^*$ , que é da ordem de  $10^{-9} \text{kg m}^{-2}$  no Fe. Neste caso a solução da equação será:

$$x(t) = x_0 e^{i(\omega t + \phi)} \quad (\text{IV.34})$$

com:

$$x_0 = \frac{2M_s H_0}{-\omega\beta \sin\phi + \alpha \cos\phi} \quad (\text{IV.35})$$

$$x' = \frac{2M_s H_0 \alpha}{[\alpha^2 + \omega^2 \beta^2]} \quad (\text{IV.36})$$

$$x'' = \frac{2M_s H_0 \omega \beta}{[\alpha^2 + \omega^2 \beta^2]} \quad (\text{IV.37})$$

$$\phi = \arctan\left[\frac{-\beta\omega}{\alpha}\right] \quad (\text{IV.38})$$

O *aftereffect* observado é decorrente da diminuição da amplitude  $x$  de oscilação das paredes destes domínios com o passar do tempo.

No caso do *aftereffect* da permeabilidade inicial, o termo de perda associado a  $\beta$  é desprezível, portanto a equação IV.29 se reduz a:

$$\alpha(t)x = 2M_s H(t) \quad (\text{IV.39})$$

Em amorfos,  $\alpha(t)$  é uma função logarítmica, o mesmo ocorrendo com a solução  $x$ , pois o fenômeno está relacionado com o ordenamento dos defeitos com constantes de tempo diferentes.

No caso de relaxações devido a perdas, três casos devem ser considerados:

- a) perdas devido ao *aftereffect* da permeabilidade inicial. Neste caso, devido ao fato de que o *aftereffect* apresenta um comportamento logarítmico, a parte real e a parte imaginária devem também apresentar um comportamento logarítmico.
- b) perdas devido a *eddy currents*, onde  $\beta$  é dada pela equação IV.30, e o decaimento da permeabilidade deve apresentar um comportamento exponencial.
- c) perdas devido a ambos os casos a) e b).

# Descrição Experimental

---

## 1. Introdução

Dentro do nosso programa principal de estudos magnéticos utilizamos diversas técnicas experimentais tais como medidas de permeabilidade inicial, de histerese, de *aftereffect* magnético pelo método a.c. e sem campo magnético após a saturação pelo método indutivo e de depolarização de nêutrons.

Iniciaremos com uma descrição das amostras utilizadas.

Em seguida, descreveremos o reator usado nas medidas de nêutrons. Daremos uma descrição do equipamento utilizado na depolarização de nêutrons descrevendo cada componente da montagem experimental, sua importância no conjunto e as limitações deste tipo de medida. Mostraremos as técnicas de depolarização tridimensional e os métodos de detecção.

Mostraremos os suportes de amostra projetados durante o desenvolvimento deste trabalho, descrevendo detalhes de sua construção e problemas de sua implementação no experimento. A seguir discutiremos um tipo de medida magnética que pôde ser feita com estes suportes. Discutiremos alguns problemas relativos ao reator de Viena, nossa fonte de nêutrons para o experimento.

Descreveremos as técnicas magnéticas a.c. utilizadas e introduziremos o experimento de *aftereffect* complexo, onde parte real e imaginária do efeito de relaxação magnética clássico são medidas separadamente. Da mesma forma, a técnica de medida de permeabilidade complexa também será discutida.

## 2. Amostras utilizadas

Neste trabalho utilizamos diversas amostras ferromagnéticas amorfas. Nas diversas fases do projeto, fizemos medidas em materiais com composições, geometria e condições de produção variável. Na sua maioria as amostras eram fitas amorfas, mas em um dos estudos feitos, utilizamos também fios amorfos para estudar a influência da geometria nas propriedades magnéticas, por

terem estes uma configuração interna de domínios muito particular, decorrente do próprio processo de fabricação, e serem portanto muito interessantes dentro dos nossos objetivos principais.

Tanto as fitas como os fios foram produzidos por métodos de resfriamento rápido da liga fundida.

No experimento de depolarização de nêutrons e de propriedades magnéticas a.c. complexas, usamos fitas ferromagnéticas amorfas com composição da família  $[\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x]_{85}\text{B}_{15}$ , com  $x=0, 0.14, 0.25, 0.35, 0.5, 0.75$  e  $0.91$ , e ainda amostras de composição  $\text{Co}_{77}\text{B}_{23}$ . Tais fitas de base Fe-Co foram produzidas e cedidas pela Academia de Ciências de Bratislava - Eslováquia. A tabela V-1 mostra as características destas amostras.

**Tabela V-1 : Dados relativos às fitas amorfas produzidas por Bratislava e utilizadas nos experimentos**

Amostra	área ( $\text{m}^2$ )	magnetostricção
$\text{Fe}_{85}\text{B}_{15}$	$2.7 \times 10^{-7}$	$36.1 \times 10^{-6}$
$\text{Fe}_{73}\text{Co}_{12}\text{B}_{15}$	$3.3 \times 10^{-7}$	$45.5 \times 10^{-6}$
$\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$	$2.8 \times 10^{-7}$	$46.5 \times 10^{-6}$
$\text{Fe}_{55}\text{Co}_{30}\text{B}_{15}$	$3.6 \times 10^{-7}$	$41.8 \times 10^{-6}$
$\text{Fe}_{42.5}\text{Co}_{42.5}\text{B}_{15}$	$3 \times 10^{-7}$	$36.7 \times 10^{-6}$
$\text{Fe}_{21}\text{Co}_{64}\text{B}_{15}$	$2.7 \times 10^{-7}$	$17.8 \times 10^{-6}$
$\text{Fe}_8\text{Co}_{77}\text{B}_{15}$	$2.1 \times 10^{-7}$	$2.3 \times 10^{-7}$
$\text{Co}_{77}\text{B}_{23}$	$2.1 \times 10^{-7}$	$-3.6 \times 10^{-6}$
Fe-Si 6.5% cristalina	$4.0 \times 10^{-7}$	$2 \times 10^{-6}$

As amostras utilizadas eram longas fitas, de 50cm, cortadas a partir da fita original. A magnetostricção destas ligas foi determinada pela técnica de rotação da magnetização a baixo ângulo [Narita *et al* 80]. Para o experimento de nêutrons e de medidas de indução magnética, além de tensões externas para indução de paredes regulares de domínios, também utilizamos uma amostra de composição  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  que foi tratada termicamente a  $300^\circ\text{C}$ , por 4 horas, sob uma tensão mecânica de 500 MPa. Esta amostra apresentou uma estrutura de domínios muito regular

depois do tratamento térmico, mesmo sem aplicação de nenhuma tensão externa.

O experimento de comparação de propriedades magnéticas em fitas e fio amorfos foi feito usando fios de composição  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  e  $(\text{Co}_{92.5}\text{Fe}_{6.3}\text{Nb}_1)_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$ , e fitas de composição  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  e  $\text{Co}_{69}\text{Fe}_6\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ . Os fios foram gentilmente cedidas pela UNITIKA Inc. (Japão) e as fitas pelo IEN Galileo Ferraris de Torino (Itália). As características destas amostras são mostradas na tabela V-2. Em todas as medidas as amostras possuíam 45cm de comprimento.

**Tabela V-2 : Características das ligas utilizadas no experimento de comparação de propriedades magnéticas entre fios e fitas amorfas**

Amostra	formato	área ( $\text{m}^2$ )	magnetostricção
$\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$	fio	$1.1 \times 10^{-9}$	$25 \times 10^{-6}$
$(\text{Co}_{92.5}\text{Fe}_{6.3}\text{Nb}_1)_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$	fio	$1.1 \times 10^{-8}$	$2.1 \times 10^{-7}$
$\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9 - \text{A}$	fita	$16 \times 10^{-8}$	$24 \times 10^{-6}$
$\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9 - \text{C}$	fita	$22 \times 10^{-8}$	$24 \times 10^{-6}$
$\text{Co}_{69}\text{Fe}_6\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$	fita	$9.7 \times 10^{-8}$	$5 \times 10^{-7}$

As fitas amorfas foram produzidas usando o método convencional *melt spinning*, sendo que as de composição nominal  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  (A e C) foram produzidas usando diferentes velocidades de rotação do cilindro girante, e portanto diferentes taxas de resfriamento. Os fios amorfos foram produzidos por resfriamento em água.

Esta vasta quantidade de amostras, com composições e geometrias variáveis, possuindo diferentes propriedades, tais como magnetostricção de saturação, permitiu que se estudasse diferentes tipos de estruturas de domínios e processos de magnetização.

### 3. O Reator da Universidade de Viena

A fonte de nêutrons utilizada nos nossos experimentos foi um reator TRIGA existente em Viena, onde a sigla significa *Training, Research and Instrumentation of General Atomics*. A potência máxima de equilíbrio deste reator é de 250kW, mas pulsos de 350kW podem ser obtidos, com duração de até 40ms a uma taxa de no máximo um pulso a cada 15 minutos. O fluxo de

nêutrons no núcleo do reator é da ordem de  $10^{12}$  nêutrons por segundo por  $\text{cm}^2$ . O fluxo de nêutrons na saída do reator não é maior do que  $10^8$  nêutrons por segundo por  $\text{cm}^2$ , com uma distribuição de energia correspondente a uma curva de Maxwell-Boltzman para uma temperatura de 300K. O máximo desta distribuição está na região correspondente a um comprimento de onda de 0.1nm, mas o comprimento de onda médio deste espectro térmico é da ordem de 0.18nm, o que corresponde a uma energia de 25meV a uma velocidade de 2200m/s. O núcleo do reator é cercado por um refletor de grafite que tem a função de refletir nêutrons que escapariam do núcleo de volta a este, de maneira a manter as reações, ou seja, manter o reator em estado crítico. A refrigeração é feita com água.

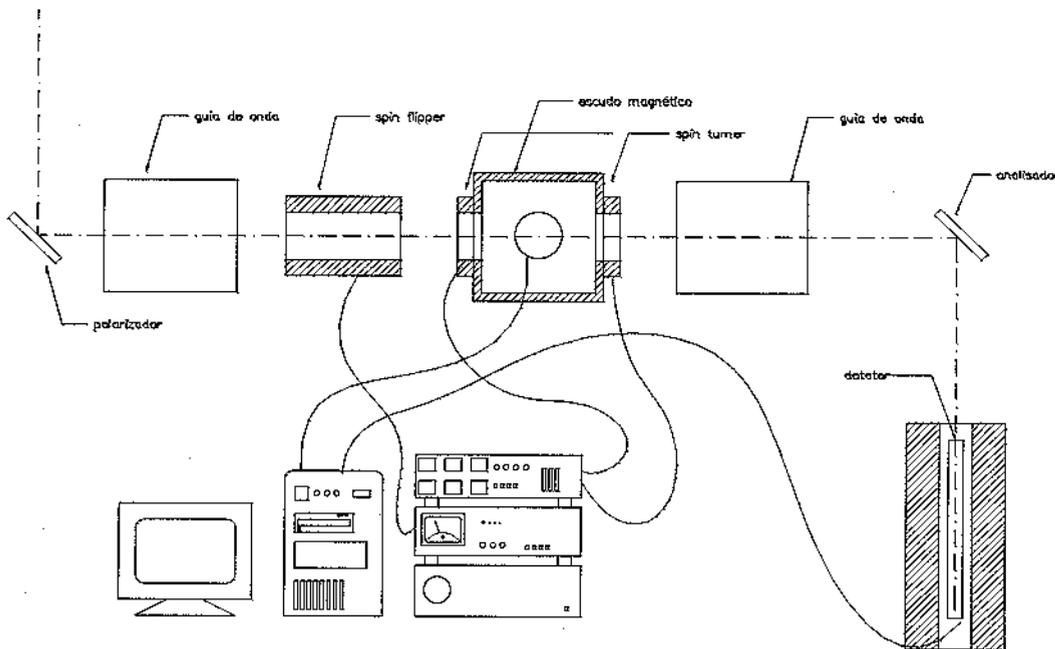
O feixe de nêutrons obtido na saída do reator não é monocromático e nem polarizado. Tanto a polarização quanto a monocromação são obtidas em estágios fora do reator, que serão explicados mais adiante neste capítulo. A velocidade dos nêutrons após o monocromador-polarizador, ou seja, o feixe que chega até a amostra, é de 2640 m/s e portanto não relativística.

#### 4. Depolarização de Nêutrons

O experimento de depolarização de nêutrons, como já mencionamos anteriormente, consiste em detectar alterações na direção e na magnitude do vetor polarização de um feixe de nêutrons, quando este é transmitido através de um material magnético. Para isso, uma montagem experimental mostrada de maneira simplificada na figura V.1. Nela podemos identificar as seguintes partes :

- 1) Polarizador
- 2) Guias de onda
- 3) *Spin Flipper*<sup>7</sup>
- 4) *Spin Turner*
- 5) Escudo magnético
- 6) Analisador
- 7) Detetor
- 8) Sistema de contagem computadorizada

<sup>7</sup> O termo *spin flipper* existiria em português como “virador de *spin*”. Como o termo *spin turner* também seria traduzido desta forma, mas possui um significado completamente diferente no contexto em que foram utilizadas, preferimos utilizar as palavras em inglês.



**Figura V.1 : Esquema técnico da montagem para medidas de depolarização de nêutrons.**

Daremos a seguir uma descrição de cada item acima, ressaltando a importância específica de cada um dos itens para o experimento como um todo, e de como a calibragem do sistema é feita de forma a garantir a ortogonalidade do sistema, essencial para a análise das medidas.

Existem basicamente dois tipos de experimento possíveis com esta montagem. Um deles é chamado experimento estático, onde o estudo da variação do vetor de polarização em um feixe de nêutrons polarizados é utilizado para estudar estruturas estáticas de domínios. O outro tipo de experimento é o chamado dinâmico, onde estudamos variações temporais em estruturas de domínios com a ajuda de um sistema de contagem de nêutrons sincronizada com uma excitação externa aplicada à amostra. O sistema de aquisição de dados é específico para cada tipo de medida.

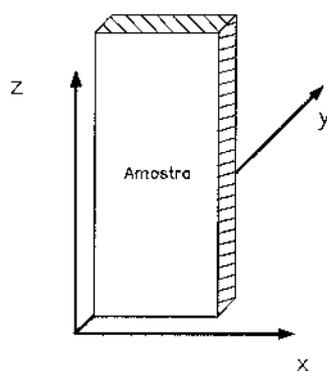
#### **4.1 Polarizador e analisador**

O polarizador usado em nosso experimento é um monocristais de Heusler ( $\text{Cu}_2\text{MnAl}$ ) magnetizado em uma direção. O princípio de funcionamento é baseado no fato de que a seção de choque do espalhamento magnético de nêutrons com  $spin +\frac{1}{2}$  é diferente da seção de choque de  $spins -\frac{1}{2}$  [Williams 88]. Assim em um material magnetizado  $spins +\frac{1}{2}$  e  $-\frac{1}{2}$  são refletidos em

direções diferentes, sendo que o feixe de nêutrons emergente do polarizador é, em um determinado ângulo, monocromático e polarizado em uma direção no sistema de eixos ortogonais do nosso experimento.

No nosso sistema os nêutrons se propagam com velocidade  $v$  na direção  $y$  do sistema de eixos escolhido. O plano  $xz$  é o plano da amostra, sendo a direção  $z$  paralela ao eixo longitudinal de nossas amostras que são fitas longas.

A figura V.2 mostra um esquema dos eixos canônicos do experimento.



**Figura V.2 : Esquema dos eixos canônicos em relação ao posicionamento da amostra adotados no experimento de depolarização de nêutrons**

O feixe que deixa o polarizador em direção à amostra tem uma polarização na direção  $z$ . Além disso, adotamos por convenção que os nêutrons com *spin up* são aqueles cujos *spins* apontam ao longo do eixo  $+z$ . O polarizador é posicionado de maneira que o feixe tenha nêutrons com *spin up* predominantemente. Sem o uso de nenhum outro equipamento (desligando-se todos os estágios seguintes ao polarizador) o feixe chega à amostra com polarização *up*, ou seja, para uma medida de  $I^+$ . O analisador nada mais é que um monocristal orientado de mesma forma, ou seja, com um campo magnético na direção  $+z$ . Um feixe que passa pelo polarizador também passa pelo analisador. Se o feixe sofre uma rotação entre o polarizador e o analisador, apenas uma componente na direção  $+z$  poderá ser medida.

## 4.2 Guias de onda

Os guias de onda são peças feitas em ferro magneticamente mole, e contendo pequenos

magnetos. Sua função é gerar um campo na direção  $+z$  que tem a função de estabilizar o feixe nesta direção, impedindo a ação de campos externos no vetor de polarização. Uma esquema destas peças é mostrado a seguir na figura V.3 onde as dimensões estão em centímetros.

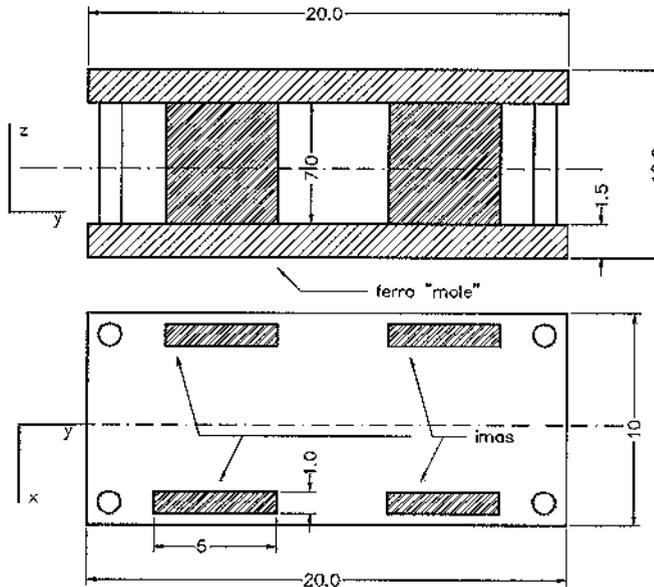


Figura V.3 : Guia de onda para gerar um campo magnético na direção  $+z$ .

O campo na região interna destes guias de onda deve ser homogêneo e na direção  $+z$  de forma que o feixe fique estável nesta direção. Além disso a configuração dos magnetos deve ser tal que o campo nas direções  $x$  e  $y$  seja mínimo. O campo magnético na parte externa dos guias de onda deve cair rapidamente nas bordas dos guias. Isso é necessário pois logo a seguir, como pode ser visto no esquema de montagem, teremos o *spin flipper*. O campo gerado pelo guia de onda não pode penetrar na região do *spin flipper*.

O comprimento destes guias de onda é relativamente grande (da ordem de 20 cm). Assim a interação do momento magnético dos nêutrons no feixe com o campo magnético existente nos guias se dá de forma adiabática. Nestas condições, o momento magnético do feixe nêutrons têm tempo suficiente para se alinhar com o campo dos guias de onda. Portanto pequenos desvios na orientação do feixe são corrigidos, sendo que o feixe se encontra, após passar pelo guia, com uma polarização no eixo  $+z$ .

### 4.3 Spin Flipper

Vimos anteriormente que para definir a polarização em um feixe de nêutrons, na realidade medimos o excesso de polarização. Definimos então a polarização como sendo :

$$P = \frac{I^+ - I^-}{I^+ + I^-} \quad (\text{V.1})$$

onde  $I^+$  e  $I^-$  são as intensidades medidas com *spins* orientados para cima e para baixo respectivamente. Como vimos nos parágrafos acima, assim que o feixe interage com o monocristal polarizador, ele fica polarizado na direção  $+z$ , ou seja, pronto para uma medida de  $I^+$ . O *spin flipper* é uma bobina de campo magnético que tem como função fazer uma rotação de  $180^\circ$  na direção de polarização do feixe.

O termo *flipper*, é usado pois a rotação que ocorre nestas bobinas é não adiabática, ou seja, se dá num período de tempo curto em relação ao período de Larmor e a posição espacial do vetor de polarização permanece constante, embora sua direção sofra um rotação de  $180^\circ$  [ Williams 88].

Com o *spin flipper* ativado, o feixe o deixa com polarização  $-z$ . Com o *spin flipper* desativado nada ocorre com o feixe, que continua portanto com a polarização do estágio anterior, ou seja,  $+z$ . A calibração deste *spin flipper* é feita de maneira relativamente simples. O feixe de nêutrons é polarizado na direção  $+z$ . O *spin flipper* é ativado e a corrente elétrica que gera o campo magnético no seu interior é ajustada de forma que a contagem de nêutrons seja mínima no detetor. Quando isso ocorre, significa que temos uma rotação de  $180^\circ$  na orientação pois o vetor de polarização que possuía orientação  $+z$  passa a ter orientação  $-z$  e não passa no analisador, não chegando ao detetor.

### 4.4 Spin Turners

Os *spin turner* são uma parte muito importante no sistema de depolarização tridimensional. Para um experimento de depolarização 3D é necessário que se oriente o feixe em três eixos ortogonais, e que se analise as componentes do feixe nestes mesmos três eixos após a transmissão pela amostra ou região de interesse. Isso é possível através dos *spin turner* que têm a função de orientar o feixe nos três eixos canônicos. Os *spin turner* são novamente um conjunto de bobinas para gerar campos magnéticos que interagem com o feixe de forma a girar a polarização até a

posição desejada.

Estas bobinas são formadas por dois enrolamentos cada, perpendiculares entre si, que podem gerar campos nas direções  $x$  e  $z$ . A figura V.4 mostra um esquema técnico de um *spin turner* onde podemos ver as duas bobinas enroladas perpendicularmente e um orifício circular para a passagem do feixe.

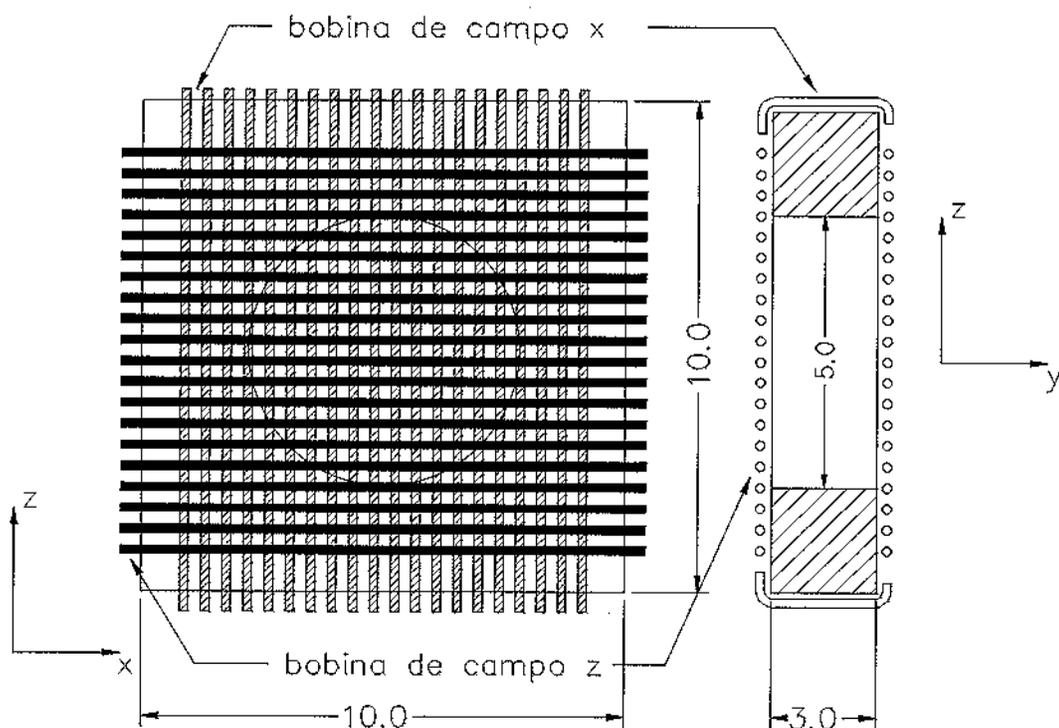
A figura V.5 mostra um esquema de como isso é feito. O vetor que entra no *spin turner* é  $P_0$ , o campo no interior do *spin turner* é  $B_{spin\ turner}$ , e o vetor final está na direção  $P_f$ . Ao encontrar o campo magnético, o vetor de polarização precessiona em torno deste. A posição final do vetor será determinada pela intensidade do campo magnético, e pela velocidade de propagação dos nêutrons. Sabemos que o vetor de polarização irá precessionar na presença de um campo com uma frequência de Larmor  $\omega = \gamma B$ . Conhecendo a velocidade  $v$  dos nêutrons e a dimensão  $d$  do *spin turner* determinamos o tempo  $t$  que um nêutron leva dentro do *spin turner*. Com o valor do tempo  $t$  podemos calcular o campo necessário para que uma rotação de um ângulo desejado ocorra pela relação  $\theta = \omega t = \gamma B t = \gamma B (d/v)$ .

Pela figura V.5 vemos ser possível através do uso de *spin turner* colocar o vetor de polarização em qualquer dos eixos coordenados. Como já vimos, o feixe chega ao *spin turner* com polarização na direção  $z$ , e portanto neste caso não há necessidade do uso do *spin turner*. Para orientar o feixe na direção  $y$ , a bobina de campo  $x$  é ligada, gerando um campo na direção  $x$ . Neste caso a rotação desejada em torno do campo é de  $90^\circ$ , ou seja, de  $\pi/2$ . Como a velocidade dos nêutrons é de  $2640\text{m/s}$ , e a distância que eles percorrem dentro do *spin turner* é de aproximadamente  $5\text{cm}$ , o campo magnético necessário para esta rotação é de aproximadamente  $B = 4.53 \times 10^{-4}\text{ T} = 4.53\text{ Oe}$ . Com 50 espiras em cada *spin turner* são necessários aproximadamente  $9\text{mA}$  para gerar este campo. No caso de orientação  $x$  dois campos são necessários de forma que a resultante faça um ângulo de  $45^\circ$  com a direção do vetor de polarização, conforme a figura V.5. A intensidade do campo é calculada de forma similar e depois calcula-se a corrente necessária para gerar  $\sqrt{2} B$  em cada bobina.

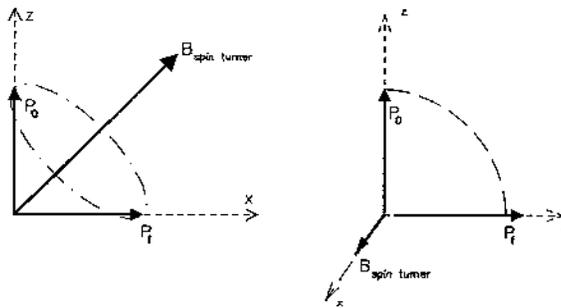
Como podemos ver no esquema da montagem (figura V.1), temos dois *spin turner* no equipamento. A necessidade de dois *spin turner* se dá pois o analisador, assim como o polarizador, só analisa uma componente, que no nosso caso é a componente  $+z$ . O primeiro *spin turner* é usado para colocar o feixe vindo do polarizador na direção  $z$ , em qualquer outra posição

canônica ( $x$  ou  $y$ ). O segundo *spin turner* é necessário para trazer o feixe novamente para a direção  $z$ , de forma que a componente nesta direção possa ser analisada. Queremos orientar o feixe em  $x, y$  e  $z$  e depois analisá-lo também em  $x, y$  e  $z$ . Temos no total 9 possibilidades, exatamente como já mencionamos quando explicamos a matriz de polarização.

Pelo fato do analisador só analisar polarizações em uma determinada direção é que faz com que necessariamente usemos dois *spin turners*. Para entender como isso ocorre, vamos imaginar uma medida sem amostra alguma, onde o feixe a princípio é transmitido através de uma região onde não há qualquer tipo de interação do meio com o vetor de polarização do feixe. Vamos imaginar também que queremos polarizar o feixe na direção  $+y$  e analisá-lo na mesma direção. Fica óbvio aqui que devemos ter uma contagem máxima de nêutrons para o caso  $+y$ , e uma contagem mínima para  $-y$ . Mas o analisador só deixa passar para o detetor nêutrons que chegam com polarização  $+z$ .



**Figura V.4:** Esquema técnico de um *spin turner* mostrando duas bobinas enroladas perpendicularmente de forma a gerar campos magnéticos nas direções  $x$  e  $z$ . Esses campos são usados para girar a polarização do feixe até uma direção paralela a um dos três eixos canônicos.



**Figura V.5:** Esquema vetorial mostrando como um *spin turner* funciona. O vetor inicial  $P_0$ , precessiona em torno do vetor de campo magnético  $B_{\text{spin turner}}$  e sai do *spin turner* na direção  $P_f$ . A polarização é girada de  $z$  até  $x$  ou até  $y$  dependendo da direção do campo gerado nos *spin turners*.

No primeiro *spin turner*, um campo magnético é gerado de forma que o vetor de polarização precessione em torno deste. O feixe, ao deixar o *spin turner*, se encontra com polarização  $+y$ , como desejado. Se este feixe chegar assim ao analisador, iremos medir  $+z$  e  $-z$  com a mesma probabilidade. Isso significa uma contagem igual nestas duas direções ( $I^+ = I^-$ ), e pela expressão V.1 iremos ter um excesso de polarização nulo, resultando que é naturalmente equivocado. Para solucionar isso, geramos no segundo *spin turner* um campo magnético que gira a polarização de volta para a posição  $+z$ . Desta forma contornamos o problema pois o *spin* em  $+y$  retorna à posição  $+z$ . O mesmo se aplica às outras direções. Se o feixe é rodado no primeiro *spin turner* até a direção  $+x$ , o campo no segundo *spin turner* deve girar o vetor de  $+x$  até  $+z$ .

Digamos que durante o experimento, novamente iniciando com  $+y$ , o vetor sofre uma rotação para  $+x$  antes do segundo *spin turner* devido à algum tipo de interação com vetor de polarização. O campo no segundo *spin turner* é um campo que gira o vetor de  $+y$  até  $+z$ , ou seja, um campo que produz no vetor inicial uma rotação de  $90^\circ$  em torno do eixo  $x$ . Se o vetor se encontra em  $+x$ , o campo não irá rodar o vetor, pois ambos serão paralelos. Assim a medida dará contagens iguais em  $+z$  e  $-z$ , e o resultado final será nulo, e portanto correto.

Devemos fazer isso até completarmos todas as possibilidades. A tabela V-3 dá todas estas possibilidades. Da tabela vemos claramente que, para um sistema que não interage com o vetor de polarização do feixe, somente as medidas  $xx$ ,  $yy$ , e  $zz$ , darão um resultado não nulo. Isso define a matriz depolarização que, como já mencionamos anteriormente, é uma matriz identidade no caso onde não há interações, ou onde o campo magnético é homogêneo em uma região. Só como exemplo, o caso  $xy$  só poderá dar um resultado não nulo, se na região de interação (suporte de

amostras) existir um campo que gira o vetor de polarização até a direção  $y$ . Ocorrendo isso, o segundo *spin turner* irá trazer este vetor até a direção  $z$ , e os nêutrons poderão chegar ao detector. Esta é a base de funcionamento da polarização-deteccção tridimensional.

**Tabela V-3:** Configuração de campos magnéticos nos *spin turner* para girar corretamente a polarização do feixe de nêutrons.

Polarização	Análise	<i>spin turner</i> 1		<i>spin turner</i> 2	
		de	para	de	para
x	x	z	x	x	z
x	y	z	x	y	z
x	z	z	x	-	-
y	x	z	y	x	z
y	y	z	y	y	z
y	z	z	y	-	-
z	x	-	-	x	z
z	y	-	-	y	z
z	z	-	-	-	-

## 4.5 Escudo Magnético

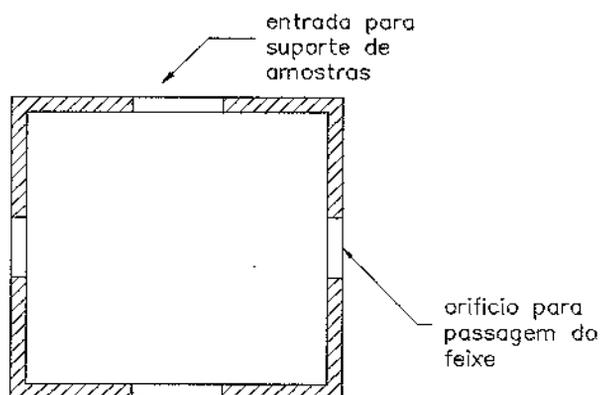
Tomando a razão giromagnética  $\gamma$  do nêutron podemos calcular a velocidade de precessão dos mesmos :

$$\omega_L = |\gamma|B = 1.83 \times 10^8 B \text{ rad s}^{-1} \quad (\text{V.2})$$

onde  $B$  é o campo magnético que interage com a polarização em Tesla. Os nêutrons utilizados em nosso experimento têm velocidade média de 2640 m/s. A região coberta pelo escudo possui aproximadamente 20cm de comprimento. Portanto os nêutrons levam aproximadamente 75 $\mu$ s para atravessar esta região inteira. Da equação V.2 podemos calcular que a precessão é da ordem de  $14 \times 10^3$  rad para cada tesla de campo. Um campo da ordem de 10 A/m (12 $\mu$ T) causa uma rotação nesta região de 0,168 rad ou seja de aproximadamente 9,5° em relação à posição original. Dai vemos a necessidade de um escudo para que tais campos sejam blindados e somente os

campos que conhecemos bem sejam permitidos dentro da cavidade do escudo.

No ambiente do laboratório existem diversas fontes de campos magnéticos que podem influenciar demasiadamente não só na polarização do feixe mas também no comportamento magnético de nossas amostras, que são relativamente moles magneticamente (exibindo campos coercitivos da ordem de alguns A/m). A figura V.6 mostra um esquema deste escudo.



**Figura V.6 :** Esquema do escudo magnético usado na experiência de depolarização tridimensional.

O escudo utilizado é formado por placas relativamente largas (aproximadamente 1.5cm) de Fe doce. Existem alguns orifícios neste escudo de forma a permitir a entrada do feixe de nêutrons (sem que este seja transmitido através do escudo), e para permitir a entrada do suporte de amostras.

#### 4.6 Detetor

Tem havido uma enorme atividade no desenvolvimento de detetores eficientes de nêutrons para uma larga faixa de experimentos e aplicações, e os princípios usados são muitos bem documentados [Cocking and Webb 65].

A ionização primária por nêutrons é desprezível e sua detecção só pode ser feita indiretamente usando-se reações nucleares induzidas. Os produtos em geral são partículas carregadas ou raios  $\gamma$  que são detectados de alguma forma em câmaras de ionização ou cintiladores. As principais reações utilizadas são  $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$ ,  $^3\text{He}(n,p)^3\text{H}$ ,  $^6\text{Li}(n,\alpha)^3\text{H}$ , a fissão de  $^{235}\text{U}$  e de  $^{239}\text{Pu}$  e a produção de elétrons internamente convertidos dentro de absorvedores tais como Gd.

Os detetores mais usados são os de gás ionizado baseados principalmente em  $\text{BF}_3$  (enriquecido com  $^{10}\text{B}$ ) ou de  $^3\text{He}$ . Operam sob pressão que varia de 0.5 a 15 atm para o  $^3\text{He}$  e até 3 atm para o  $\text{BF}_3$ . Basicamente são formados por um fio único central que é o ânodo, sendo o tubo externo coaxial o cátodo. Sua eficiência depende do produto (pressão do gás x espessura efetiva x comprimento de onda do nêutron) e para 70% de eficiência são necessárias 16 atm cm Å para os de  $^3\text{He}$  e 23 atm cm Å para os de  $^{10}\text{BF}_3$ .

O detetor usado em nosso experimento é de  $^3\text{He}$ . Seu formato é de um cilindro de aproximadamente 20 cm de comprimento e com 2cm de diâmetro. Ele está montado dentro de um cilindro grande de parafina (absorvedor de nêutrons) que possui uma abertura direcionada ao analisador. Desta forma tenta-se blindar o detetor do ruído do ambiente. Os nêutrons provindos do analisador penetram no orifício da blindagem de parafina, e atingem o detetor. Os ruídos provenientes do ambiente podem gerar sinais no detetor que são confundidos, pelos circuitos que ligam o detetor ao computador, como um nêutron. Por isso a necessidade de uma blindagem eficiente.

Há duas possibilidades de montagem do detetor, com seu eixo longitudinal paralelo ou perpendicular ao eixo de propagação dos nêutrons. Nosso detetor é montado de tal forma que seu eixo longitudinal estava paralelo ao eixo de propagação dos nêutrons. Isso traz uma vantagem que está relacionada a probabilidade de detecção com um determinado fluxo de nêutrons. Quanto maior o tempo que o nêutron passa dentro do detetor, maior a probabilidade deste ser detectado. Na posição perpendicular o volume efetivo de interação é muito menor, e portanto a contagem cai muito. Neste caso o tempo de experimento deve ser aumentado para que se obtenha uma contagem onde o erro estatístico não seja grande. Como o erro estatístico da contagem diminui com uma raiz quadrada do tempo de medida, para se reduzir o erro à metade é necessário se medir um tempo 4 vezes maior. Com o detetor orientado na posição paralela, a contagem num mesmo tempo aumenta consideravelmente em relação a montagem perpendicular. A desvantagem desta configuração está no fato de que o nêutron pode ser detectado em qualquer ponto do 20cm de comprimento do detetor. É impossível a determinação exata do local. Assim, temos um erro no tempo da detecção.

Considerando que os nêutrons têm em média uma velocidade de 2640 m/s no comprimento de onda que utilizamos, em 20 cm de detetor estamos cometendo um erro da ordem de  $10\mu\text{s}$  na

detecção. Para medidas estáticas, isso não é um problema. Já para medidas dinâmicas, em intervalos de tempo da ordem de  $20\mu\text{s}$ , isso pode vir a ser um problema. Este é exatamente o nosso caso, e como veremos adiante, isso é perfeitamente visível nos resultados. Além deste problema do próprio detetor, existe ainda outros fatores que acarretam uma imprecisão na determinação do tempo exato da detecção. Podemos citar, por exemplo, o fato de que há um espalhamento de comprimentos de onda, embora pequeno, nos nêutrons que passam pelo polarizador. O polarizador, é também um monocromador, pois há uma reflexão de Bragg envolvida no processo de polarização. Porém, existe um pequeno espalhamento sendo que o feixe não é completamente monocromático. Da relação de *De Broglie* podemos concluir que se há um espalhamento de comprimentos de onda, haverá um espalhamento nas velocidades dos nêutrons e isso acarreta uma imprecisão no tempo de voo entre o polarizador e o detetor. Assim há nêutrons que, apesar de percorrerem o mesmo caminho, chegam mais rápido ao detetor que outros, e isso gera um erro na estatística da contagem. Somando-se todos os erros envolvidos, vemos que é impossível determinar com precisão maior do que  $20\mu\text{s}$  o momento exato em que um nêutron chega ao detetor.

#### **4.7 Sistema para contagem dos nêutrons**

No nosso experimento fizemos medidas de depolarização estáticas e dinâmicas. Como já mencionamos, no primeiro caso estudamos a variação do vetor de polarização devido a campos magnéticos dentro dos domínios, sendo a estrutura de domínios estática. Para isso faz-se apenas uma contagem dos nêutrons que chegam ao detetor durante um certo intervalo de tempo. Isso é feito por uma eletrônica que converte os sinais do detetor em sinal digitais e os envia para um computador, onde um software de contagem acumula o total de nêutrons recebidos. No detetor, cada vez que um nêutron interage, um sinal é gerado, na forma de um pico de tensão. Este pico é detectado pela eletrônica, que o converte em um sinal digital TTL (5V). Para cada nêutron, ocorre um pico TTL. O programa de contagem também se encarrega de aplicar aos *spin turners* as correntes necessárias para se cobrir todas as possibilidades mostradas na tabela V-3. No final da aquisição temos os dados relativos às contagens  $I^+$  e  $I^-$  para as possibilidades descritas são salvas em arquivo. Posteriormente o excesso de polarização é calculado e os elementos da matriz depolarização definidos.

Uma vez que há sempre um erro na detecção dos nêutrons, como já mencionamos, há um certo erro estatístico na contagem final dos nêutrons. Alguns sinais enviados pelo detetor não correspondem exatamente a um nêutron detectado mas a ruídos de fundo. Basicamente a única maneira de se fazer uma boa estatística nesta contagem dos nêutrons é contando-se o maior número possível de eventos. Há essencialmente duas maneiras de fazê-lo. A primeira é aumentando-se a intensidade do feixe, e a segunda aumentando-se o tempo de medida.

Para medidas dinâmicas é necessário um sistema de contagem multicanal sincronizado com o experimento. O sistema de contagem dos nêutrons é formado por um computador, com uma placa multicanal de contagem, e uma eletrônica ligada ao detetor dos nêutrons. O sinal do detetor é convertido em sinal digital que é diretamente ligado a uma placa multicanal de contagem.

A placa de contagem possui 8096 canais, sendo que o intervalo mínimo de contagem (intervalo mínimo entre cada canal) é de  $1\mu\text{s}$ . Este intervalo de contagem ( $t_c$ ) pode ser ajustado para outros valores acima de  $1\mu\text{s}$ . Nos nossos experimentos usamos um intervalo da ordem de grandeza de  $25\text{-}50\mu\text{s}$  pois, como já mencionamos, pela geometria da nossa montagem não é possível detectar nêutrons com precisão maior que esta.

A placa possui ainda um dispositivo de disparo (*trigger*), que é usado na sincronização do experimento com a excitação externa. No nosso experimento, usamos um campo magnético pulsado para excitar nossas amostras. Este campo tinha um tempo de duração ( $t_p$ ) e um tempo de repetição ( $t_r$ ). O pulso fica ligado por um período  $t_p$  e fica desligado por um período dado por  $t_r - t_p$ . A cada pulso completo a placa é zerada, ou seja, o contador recomeça a contagem do canal 1. A contagem é feita independentemente em cada canal e de forma acumulativa, ou seja, se num primeiro ciclo (um período completo de pulso), o contador detecta 2 nêutrons no canal 1, e num segundo período mais 3 nêutrons, a contagem no início do terceiro ciclo é de 5 nêutrons no canal 1. A cada intervalo  $t_c$ , a placa avança para o próximo canal, e prossegue desta forma até que receba um sinal de reinício (“reset”).

Esse ciclo prossegue até que se tenha acumulado tempo suficiente de contagem em cada canal, e que erro na medidas seja aceitável. A contagem de tempo deve ser feita por canal. Assim, para o caso de uma resolução de  $25\mu\text{s}$  por canal, se desejamos acumular dados em 30s em cada canal, são necessárias 1 200 000 contagens por canal. Como cada canal passa pela contagem uma vez por ciclo de excitação, supondo uma excitação com repetição a cada 3ms, teremos que medir

por um intervalo de tempo de 3 600 segundos ou seja, por uma hora. Sabemos que para determinação de um dos elementos da matriz de polarização são necessárias duas medidas, de modo a determinar o excesso de polarização. Sabemos também que cada matriz possui 9 elementos e assim, para a medida de uma matriz necessitamos de aproximadamente 18 horas, usando os parâmetros acima.

## 5. Calibragem do sistema

Um sistema como o descrito até aqui deve ser cuidadosamente calibrado antes de se proceder com qualquer experimento. O procedimento de calibragem consiste em ajustar as correntes nos *spin turners* de modo que o vetor possa ser colocado em qualquer orientação no sistema de eixos ortogonais  $x$ ,  $y$  e  $z$ . O problema deste procedimento é manter a ortogonalidade do sistema.

O feixe chega ao *spin turner* com polarização  $z$ . Conhecendo o campo gerado no interior do *spin turner*, a dimensão deste na direção de propagação dos nêutrons, e a velocidade dos mesmos, podemos calcular a rotação por unidade de campo magnético que o vetor de polarização irá sofrer ao atravessar o *spin turner*. Assim é possível calcular o campo necessário para se levar o vetor de polarização à posição desejada. De posse do valor de campo, calcula-se a corrente que devemos utilizar no *spin turner* uma vez que ele é apenas um solenóide. O processo teoricamente é simples. Porém, há desvios nas medidas das dimensões dos *spin turners* de forma que há a necessidade de se fazer um processo iterativo para o ajuste.

Inicialmente ajustamos as correntes para os valores calculados. Fazemos uma medida completa, ou seja, todos os elementos com todas as polarizações e análises possíveis. Caso a matriz resultante não seja uma matriz identidade, devemos corrigir os valores das correntes e fazer uma nova medida. Podemos verificar facilmente se os novos valores são mais próximos ou não de uma matriz identidade. Repetimos este procedimento até obter uma matriz muito próxima à identidade. Esta matriz medida sem amostras é chamada de “matriz vazia”. A matriz vazia é importante para se corrigir a matriz medida, como veremos mais adiante.

## 6. Suporte de Amostras para Depolarização de Nêutrons

Utilizamos o estudo estático de depolarização de nêutrons para determinar o padrão estático da estrutura de domínios em nossas amostras amorfas. Alteramos a configuração destes domínios através de tratamentos térmicos com campo e da aplicação de tensões mecânicas externas.

O estudo dinâmico de depolarização de nêutrons foi usado para estudar o comportamento dinâmico de estruturas de domínios após uma excitação magnética rápida. O intuito do experimento era o de estudar o tempo de nucleação de novos domínios a partir do estado saturado e fenômenos de relaxação magnética em materiais amorfos, relaxações estas que estão relacionadas à estrutura de domínios e seu comportamento dinâmico. No nosso experimento de depolarização de nêutrons utilizamos um pulso similar à medida de *aftereffect* clássico, mas sem aplicação de um campo a.c. adicional. As medidas dinâmicas foram portanto utilizadas para acompanhar a evolução temporal da estrutura de domínios na amostra logo após o final do pulso magnético. A grande diferença entre este experimento e um experimento clássico de *aftereffect* é a ausência de um campo magnético ac, necessário na última.

Com este tipo de medidas em vista, projetamos um suporte de amostras que permitia medidas de nêutrons e paralelamente medidas magnéticas. Os suportes projetados possuíam orifícios por onde os nêutrons podem ser transmitidos através da amostra. Sistemas de bobinas foram montados nestes suportes de modo a permitir a aplicação de pulsos magnéticos e a monitoração de qualquer resposta magnética provocada por movimento de paredes de domínios no material.

Inicialmente foi construído um suporte de amostras com uma pequena bobina acoplada a uma haste para permitir medidas em um criostato. Porém, as medidas de depolarização apresentaram uma grande influência de correntes induzidas nas paredes do criostato pela bobina de pulsos do suporte. Um segundo suporte de amostras foi construído.

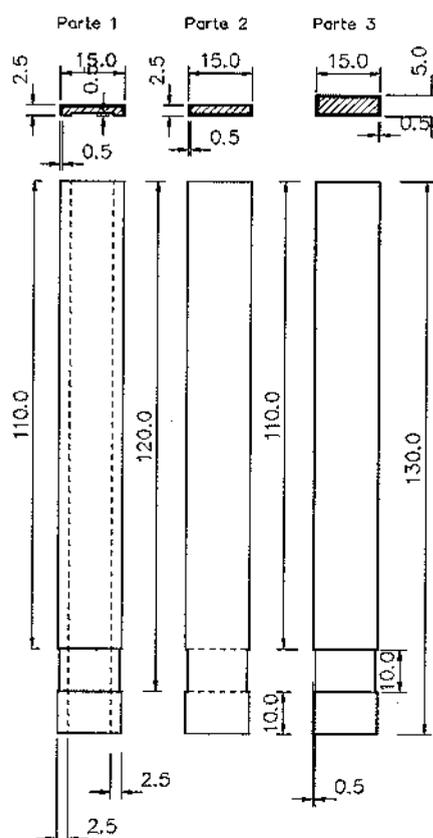
O suporte foi feito de forma a ter dimensões da ordem de 40 cm no sentido longitudinal da amostra. Desta forma, efeitos de campos de retorno foram minimizados. Além disso, devido às dimensões grandes, ele pode ser inserido dentro do escudo magnético, de tal forma que os campos de retorno não penetram na região onde é feita a passagem dos nêutrons.

Uma vez que houve a necessidade de se fazer um novo projeto, optamos por fazê-lo de forma a permitir a aplicação de tensões mecânicas externas às amostras. Isso permite que se

induza configurações extremamente simples de domínios no material, e portanto a análise dos dados fica simplificada.

As figuras a seguir mostram esquemas técnicos do segundo suporte de amostras. Todas estas peças são montadas em conjunto de forma que os nêutrons passam pelo orifício maior mostrado nas figuras V.8 e V.9. As *pick-up* são montadas com as peças mostradas na figura V.7. Com as partes 1 e 2 é montada a bobina *pick-up*. Podemos ver a fenda na parte 1, por onde a amostra é inserida. Na região rebaixada é enrolada um bobina de 100 espiras de fio de cobre. Na parte 2 é enrolada a bobina de compensação também com 100 espiras de fio de cobre, mas enroladas no sentido reverso ao da bobina *pick-up*. As partes 1 e 2 em conjunto são inseridas no espaço próprio das outras partes, que pode ser visto nas figuras V.8 e V.9.

Estas peças são todas projetadas de forma a permitir um encaixe perfeito como mostram as figuras a seguir. Todas as partes mostradas foram feitas em acrílico, pois não seriam inseridas em temperaturas baixas ou altas.



**Figura V.7 :** Detalhe do sistema de *pick-ups* do segundo suporte de amostras. Parte 1 é a parte superior da *pickup*, parte 2 a parte inferior da *pickup* e a parte 3 a compensação.

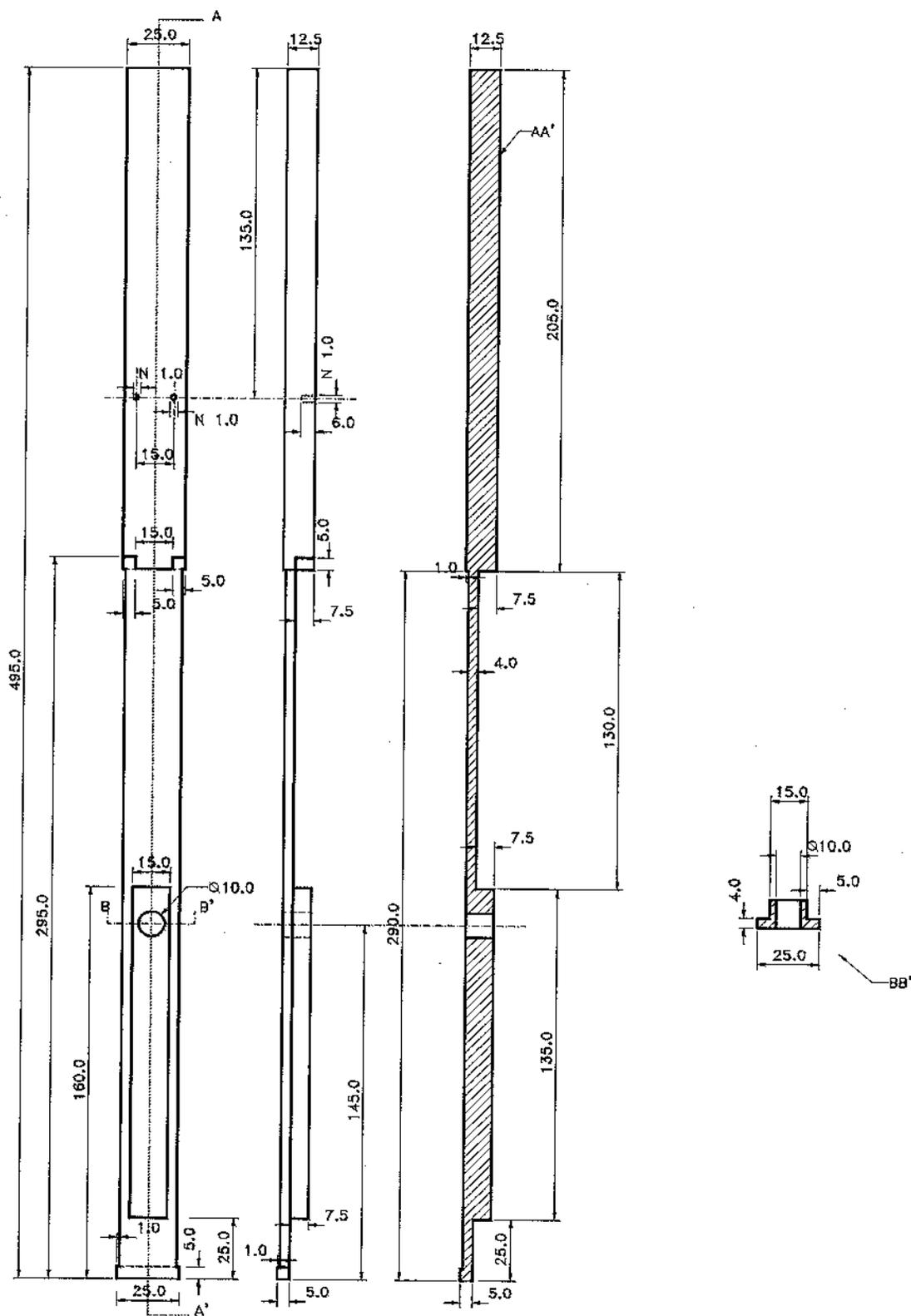


Figura V.8 : Parte inferior do suporte de amostras.

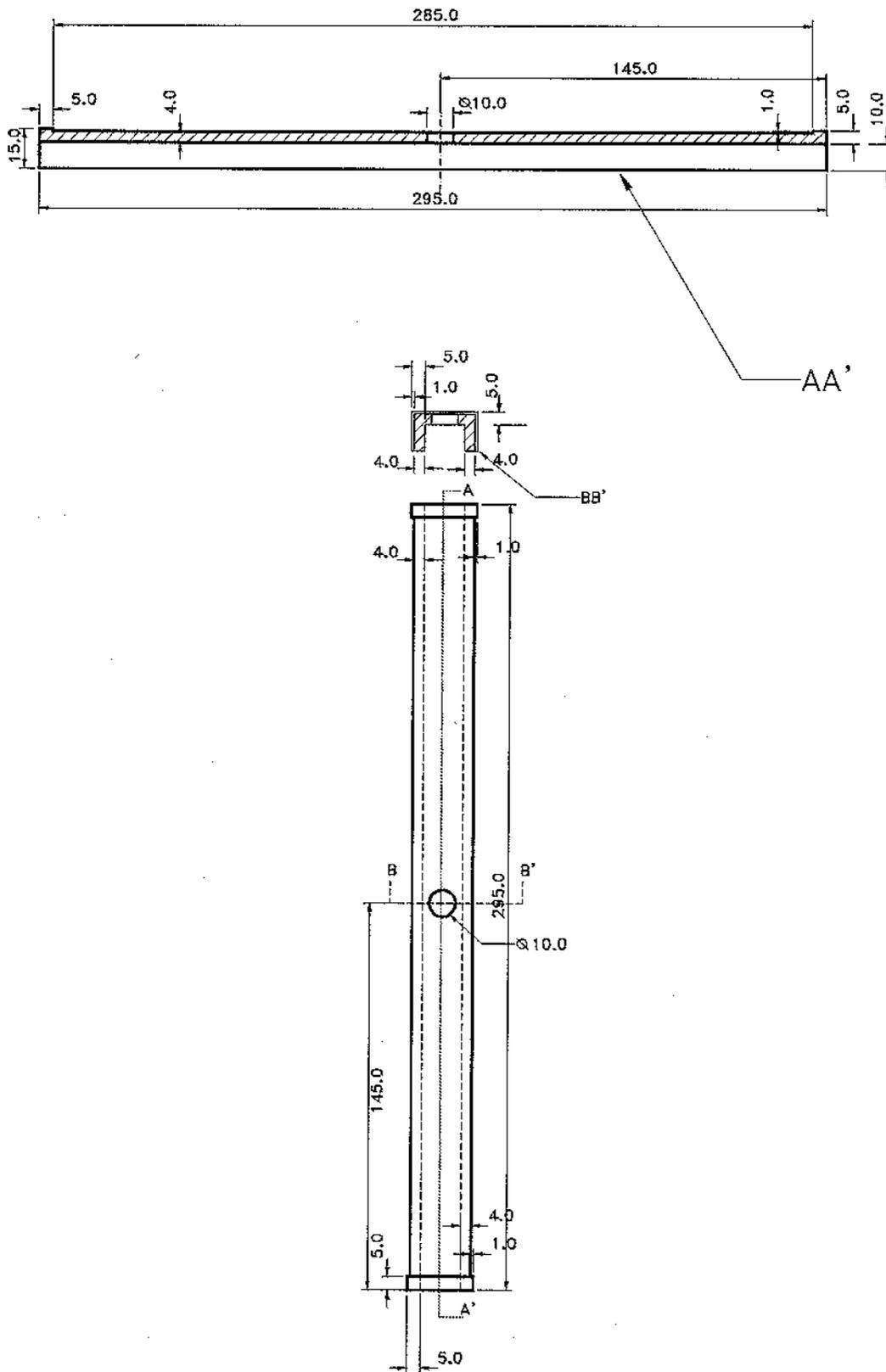
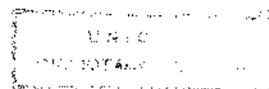


Figura V.9 : Parte superior do suporte de amostras.



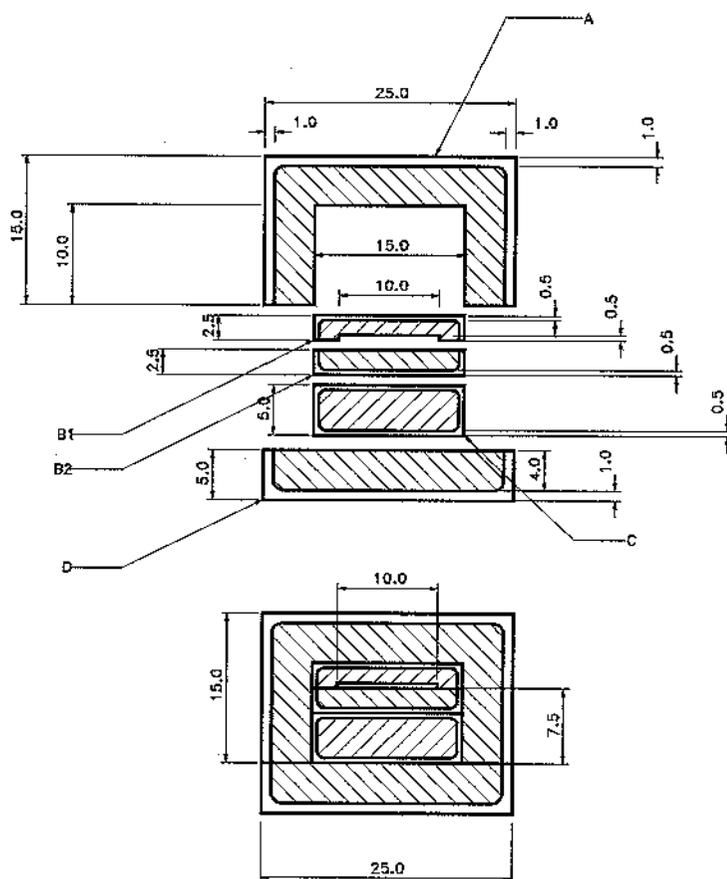
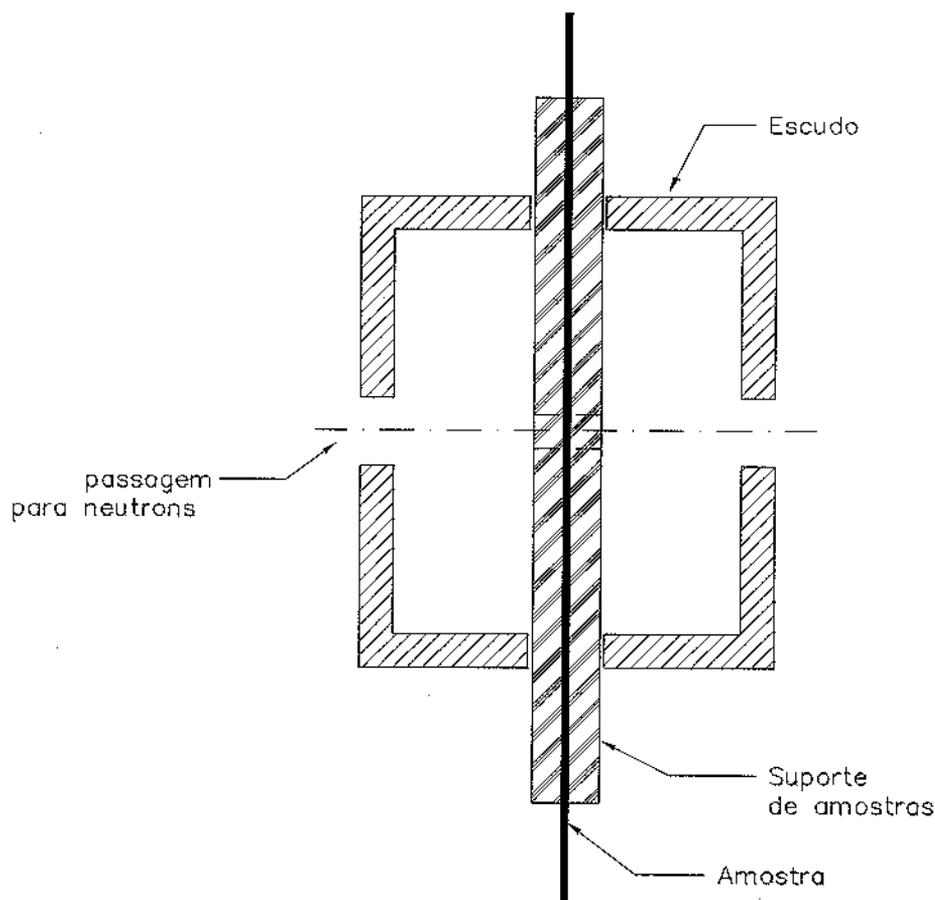


Figura V.10 : Esquema do encaixe do suporte de amostras. A parte A é a parte superior (fig V.9), a parte B a parte inferior (fig. V.8), B1, B2, C e D são o sistema de pick-ups (fig V.7)

Uma vez enroladas as bobinas *pick-up*, uma bobina de campo é enrolada na parte que cobre a pickup com 300 voltas. Esta bobina pode ser usada para aplicação de campos magnéticos alternados que são usados nas medidas de *aftereffect* convencional. Uma bobina de pulso é enrolada sobre o suporte inteiro, cobrindo toda sua extensão de aproximadamente 40 cm. Para esta bobina é usado um fio mais grosso de cobre, para suportar correntes maiores.

Este suporte como um todo é fixado em uma peça de latão que serve, em conjunto com um grande cilindro de acrílico, de sustentação para o suporte. O conjunto pode então ser inserido no escudo magnético. Na figura V.11 temos um esquema do suporte já inserido no escudo magnético. Como podemos ver, a abertura no suporte para passagem dos nêutrons fica exatamente na altura da passagem no escudo. Além disso, vemos que as dimensões do suporte são maiores que a do escudo, ficando as extremidades da bobina de pulso para fora do mesmo. Isso garante que os efeitos de campos de retorno, já minimizados pelas dimensões do suporte, são

ainda ulteriormente minimizados pelo escudo.



**Figura V.11 : Esquema mostrando o suporte de amostras inserido no escudo, em posição de medida.**

Na peça de latão há um grampo para fixação de uma das extremidades da amostra. Na parte inferior da amostra prendemos um segundo grampo que pode se mover livremente no eixo  $z$ . Neste grampo são conectados pesos que então são sustentados pela amostra. Desta forma podemos aplicar tensões mecânicas externas. Sabendo o valor destes peso, e conhecendo a área de seção reta da amostra, podemos calcular a pressão em MPa aplicada à amostra.

## 7. Medidas magnéticas

Todas as medidas magnéticas que foram realizadas, se baseiam no princípio de indução magnética por variação de fluxo em bobinas. Embora os suportes de amostras variassem em geometria, o princípio de funcionamento é sempre o mesmo.

Considerando uma bobina composta de  $N$  espiras enroladas em série, uma variação de fluxo magnético no interior desta bobina provocará a indução de uma voltagem nos seus terminais dada pela relação:

$$V = -N \frac{d\phi}{dt} \quad (\text{V.3})$$

onde  $\phi$  é o fluxo magnético no interior da bobina.

O fluxo magnético é descrito pela relação  $\phi = BA$ , onde  $B$  é a indução magnética na região, e  $A$  é a área da bobina. Assim sendo, a relação V.3 fica:

$$V = -N \left[ A \frac{dB}{dt} + B \frac{dA}{dt} \right] \quad (\text{V.4})$$

Uma vez que a área em questão é constante no tempo, a relação acima se reduz a:

$$V = -NA \frac{dB}{dt} \quad (\text{V.5})$$

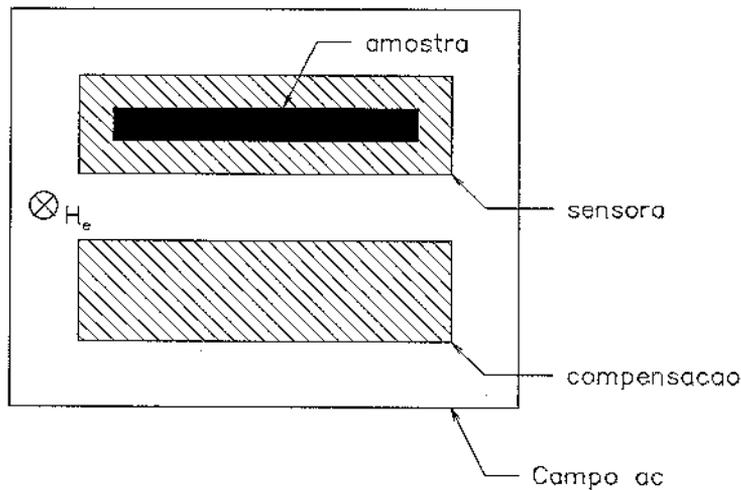
Esta é a relação geral que descreve a voltagem induzida numa bobina de  $N$  espiras, e área  $A$  numa região onde há uma variação na indução  $B$ .

Vamos agora considerar um sistema de bobinas compensado. Um sistema compensado possui um par de bobinas de captação (*pick-up*), sendo uma sensora e outra de compensação que são enroladas de forma reversa, e com o mesmo número de espiras, de tal forma que, na ausência de uma amostra, se na sensora há um sinal  $+V$ , na compensação haverá um sinal  $-V$ , e o sinal total é nulo. Se há uma amostra na bobina sensora teremos uma situação correspondente a figura V.12:

O fluxo magnético neste caso será dado por :

$$\begin{aligned} \phi_{bob} &= B_{ar} (A_{bob} - A_{am}) + A_{am} (B_{am} + B_{ar}) \\ &= B_{ar} A_{bob} + B_{am} A_{am} \end{aligned} \quad (\text{V.6})$$

onde o índice *am* são relativos à amostra, o índice *bob* à bobina e *ar* ao ar.



**Figura V.12:** Corte transversal do sistema de bobinas mostrando a bobina de campo a.c. e o sistema de *pick-up* com a compensação e com a sensora.  $H_e$  - a direção do campo a.c. aplicado.

Levando esta expressão em V.3, teremos:

$$\begin{aligned} V &= -N \frac{d}{dt} [B_{ar} A_{bob} + B_{am} A_{am}] \\ &= -N \left[ A_{bob} \frac{dB_{ar}}{dt} + A_{am} \frac{dB_{am}}{dt} \right] \end{aligned} \quad (V.7)$$

Esta é a voltagem na bobina sensora. Como a bobina de compensação fornece um sinal igual ao primeiro termo mas de sinal contrário, o sinal no sistema sensora+compensação é dado por:

$$V = -N A_{am} \frac{dB_{am}}{dt} \quad (V.8)$$

Ou seja, somente variações de fluxo causadas pela amostra causam o aparecimento de voltagens induzidas no sistema de *pick-up*.

Com este sistema é possível medir a permeabilidade inicial (campos de *pining*), bem como o efeito de relaxação da permeabilidade inicial, mais conhecido como *aftereffect*. Os suportes de amostras montados possuíam sempre um conjunto de três bobinas, um de captação, composto de sensora e compensação, uma bobina para aplicação de campo ac, e uma terceira para aplicação de pulsos magnéticos à amostra para as medidas de *aftereffect*. Um suporte de amostras possuindo três bobinas (pulso, campo a.c. e *pick-up*) foi construído.

O pulso magnético possui um transiente da ordem de  $20\mu\text{s}$ . O tempo de pulso, bem como o tempo de repetição podem ser controlados, e isso define os parâmetros do experimento, pois é este pulso que faz a sincronização do sistema de contagem de nêutrons. No nosso caso, escolhemos um tempo de pulso de  $0.5\text{ms}$ , com uma repetição de  $3\text{ms}$ .

## 7.2 Medidas magnéticas com campo a.c.

O equipamento utilizado nestas medidas da voltagem induzida foi um LOCK-IN digital EG&G modelo 5210 com separação de fase. Este LOCK-IN permite medidas de voltagem com separação da parte real, em fase com uma referência, e da parte imaginária, em quadratura com a referência. Este LOCK-IN possui ainda um interface IEEE-488/GPIB e portanto pode ser completamente controlado via computador. Sinais da ordem de  $\text{nV}$  podem ser medidos. O LOCK-IN possui ainda uma saída que fornece uma voltagem senoidal de  $0\text{-}2\text{V}$  em intervalos de  $\text{mV}$  em frequências de até  $125\text{kHz}$ .

Além disso um multímetro digital, também com uma interface GPIB foi utilizado para monitoração da corrente nas bobinas de campo, permitindo a determinação do campo gerado por estas. O multímetro utilizado foi um Keithley modelo 196, que pode medir correntes a.c. senoidais de até  $3\text{A}$  em até  $300\text{kHz}$ .

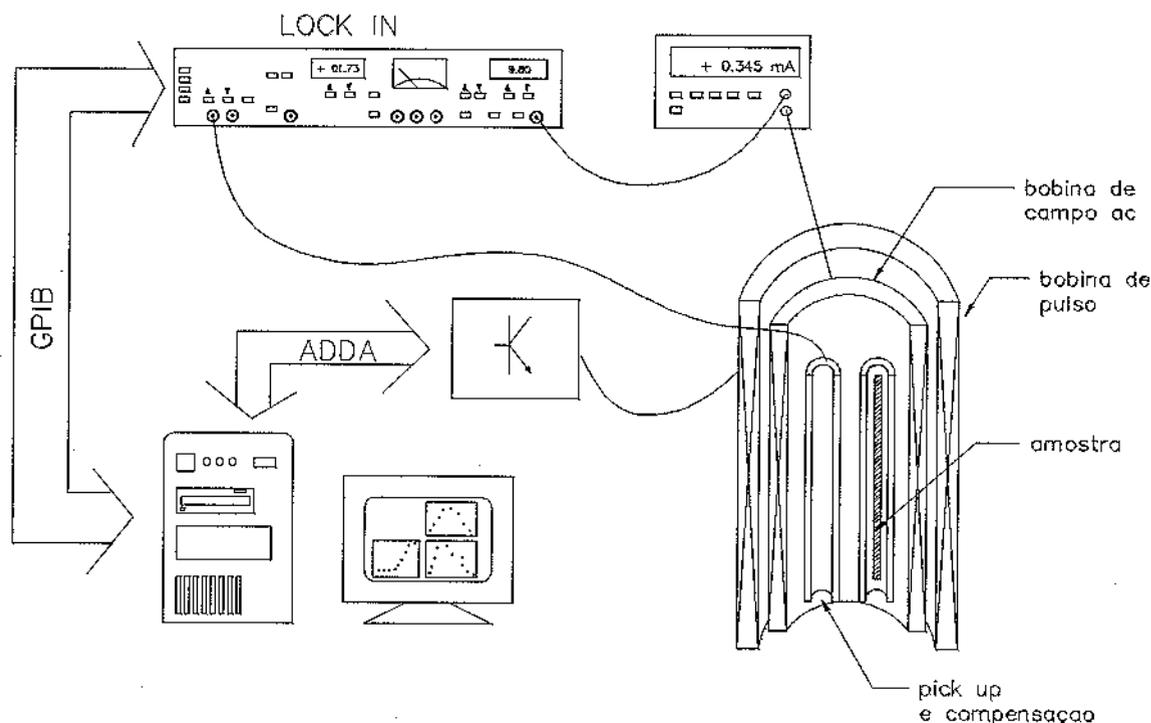
Para aplicações de pulsos nas amostras, nas medidas de *aftereffect* foi montado um simples circuito de chaveamento com transistor. O sinal de chaveamento é fornecido por uma placa conversora digital-analógica no computador, que fornece uma sinal de  $5\text{V}$  na base do transistor. Os parâmetros do pulso, tais como tempo total de pulso e tempo entre pulsos, podem portanto ser completamente controlados pelo software de medidas. A intensidade do pulso magnético também é determinada pela corrente elétrica passando pela bobina de pulso.

Um software foi desenvolvido em Pascal para se fazer o controle de todas as medidas magnéticas. O software permite medidas de permeabilidade inicial em função do campo aplicado (*pinning*), medidas de *aftereffect*.

Um esquema da montagem é mostrado na figura V.13 É um esquema genérico que se aplica a todos os casos, ou seja, medidas de *pinning*, *aftereffect*, e permeabilidade inicial.

### 7.2.1 Permeabilidade inicial e pinning

Basicamente a medida de permeabilidade inicial e de campos de *pinning* consiste em aplicar um campo a.c. à amostra, e medir a indução magnética da mesma. Da relação V.8 podemos determinar o valor da indução  $B_{am}$  da amostra. Para uma determinada intensidade de campo  $H$  aplicado, podemos determinar a permeabilidade da relação  $\mu=B/H$ .



**Figura V.13 : Esquema da montagem experimental para medidas de *pinning*, *aftereffect* e permeabilidade inicial.**

Uma vez determinada a permeabilidade  $\mu$ , podemos fazer as curvas de  $\mu$  em função do campo aplicado  $H$ , e determinar o campo de *pinning* do material, que corresponde ao campo no qual se pode observar uma mudança brusca no valor da permeabilidade inicial do material. A medida de campos de *pinning* está descrita detalhadamente em [Polak *et al* 93a], [Sinnecker *et al* 94a] e [Knobel *et al* 93].

O campo a.c. a ser aplicado à amostra é proveniente do oscilador do LOCK-IN. Este sinal é aplicado à bobina de campo magnético, usado-se em série um resistor de aproximadamente  $600\Omega$ . A intensidade do campo a.c. aplicado foi monitorada medindo-se a corrente a.c. que passa na bobina de campo ac. Esta medida foi feita com um multímetro Keithley 196. Sendo a bobina de

campo um solenóide simples, a intensidade do campo magnético a.c. gerado é dado, aproximadamente, por :

$$H = \frac{NI}{l} \quad (\text{V.9})$$

onde  $N$  é o número de espiras do solenóide,  $I$  é a corrente passando pelo solenóide e  $l$  o comprimento do solenóide. No nosso caso,  $l=5\text{cm}$ , e  $N=300$ . Como praticamente a impedância do circuito é dada pelo resistor de  $600\Omega$ , os campos que podem ser aplicados no material são da ordem de  $0.01\text{-}20\text{ A/m}$ . Com um sistema de bobinas como este, e desprezando as contribuições capacitivas no circuito, teremos um circuito R-L simples. No nosso caso, a indutância da bobina de campo pode ser calculada pela expressão :

$$L = \frac{\mu_0^2 N^2 A}{l} \quad (\text{V.10})$$

onde, para a nossa bobina :  $N=300$ ,  $l=0.05\text{m}$ ,  $A=0.015\text{m}^2$ . Como  $\mu_0=4\pi\times 10^{-7}$ , podemos calcular a indutância  $L$  da nossa bobina, que é de:

$$L = 42.9\text{ nH} \quad (\text{V.11})$$

Este valor é bem pequeno. Calculando a impedância de tal bobina a  $120\text{kHz}$  teremos:

$$Z = \omega L = 2\pi fL = 2\pi \times 120 \times 10^3 \times 42.9 \times 10^{-9} = 32.3 \times 10^{-3}\Omega \quad (\text{V.12})$$

Portanto, para frequências da ordem de  $120\text{ kHz}$ , o sistema se comporta praticamente como um sistema resistivo. Assim, podemos praticamente garantir que a voltagem e a corrente no indutor estão em fase, com um erro menor que  $1^\circ$ .

O sinal é captado pelo sistema de *pick-ups* e é aplicado diretamente ao LOCK-IN, sendo que o valor da indução magnética em volts pode ser medido, tendo como referência de fase o sinal aplicado. O LOCK-IN EG&G 5210 possui um comando interno de auto-ajuste que quando solicitado, faz com que a fase do sinal medido em relação ao sinal de referência (no caso o campo magnético ac) seja medida, e a saída do LOCK-IN seja ajustada em função desta para exibir um máximo na parte real e um sinal nulo na parte imaginária.

Neste ponto, uma questão pode ser levantada em relação à coerência das medidas. Se para todas as medidas for usado um auto ajuste do LOCK-IN , a parte imaginária será sempre nula. O procedimento que adotamos para fazer estas medidas está relacionado com o fato de que na região inicial da curva de magnetização, apenas movimentos reversíveis das paredes de domínio são observados, e portanto as perdas associadas a este movimento são mínimas, como já mencionamos em capítulos anteriores. Nesta região a parte imaginária é praticamente nula. Assim, inicialmente aplicamos à amostra um campo de baixa intensidade (0.01A/m), e fazemos ai o auto-ajuste. Neste ponto a tensão de saída do LOCK-IN só é ajustada para os valores desejados, e apenas um processo de ajuste de sensibilidade no canal de entrada é feito, sem comprometer o ajuste de fase previamente realizado. Desta forma é possível medir o comportamento com campo da parte imaginária do sinal da amostra.

O software de controle inicia as medidas desmagnetizando a amostra. Esta desmagnetização é feita aplicando-se um campo a.c. de alta intensidade e reduzindo-a progressivamente até que seu valor seja nulo. Em seguida é aplicando à amostra o menor sinal possível. Neste ponto faz-se um auto ajuste dos valores, ajustando assim a parte imaginária para zero. Em seguida o campo é aumentado até o valor mínimo na medida. Os valores da voltagem induzida na *pick-up* (real e imaginária) são registrados pelo software que faz a conversão de volts para unidades de campo usando os parâmetros da bobina e da amostra. O programa registra então os valores de campo aplicado, indução magnética e permeabilidade inicial (B/H) para um dado campo. O campo é aumentado progressivamente segundo um intervalo pré escolhido, e a cada novo valor, novos dados são registrados. Ao se alcançar o valor máximo de campo, o programa encerra a aquisição e grava os dados em disco, que podem ser em seguida analisados por outros softwares.

Com isso pudemos medir o comportamento da permeabilidade inicial real e imaginária em função do campo aplicado, para diversas frequências. Além disso, uma montagem paralela permitiu a aplicação de tensão mecânica externa à amostra e pudemos medir os comportamentos acima em função da tensão aplicada no sentido longitudinal da fita.

Um exemplo do tipo de curva que pode ser obtido com este procedimento é mostrado na figura VI.1.

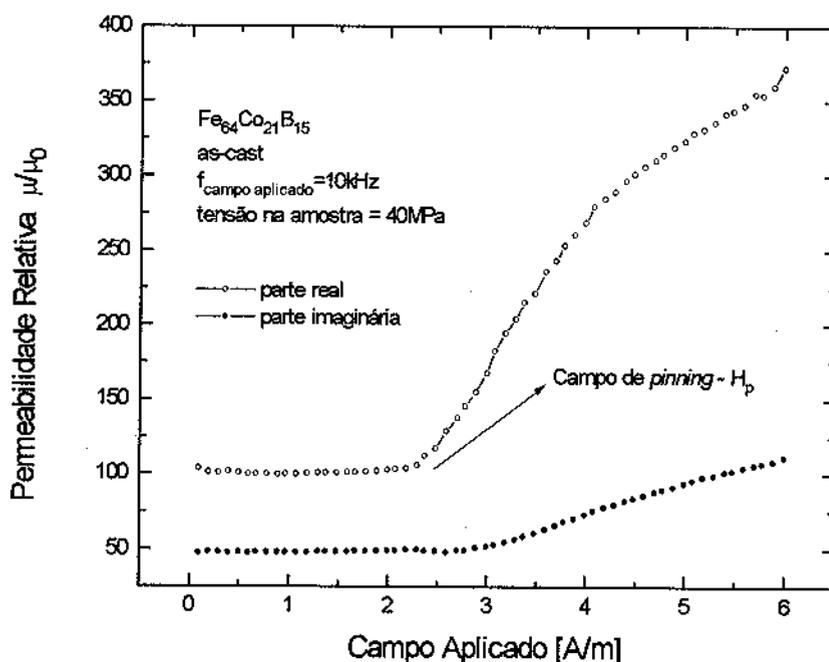


Figura VL1 : Medida típica da permeabilidade inicial mostrando uma mudança brusca na permeabilidade inicial do material para campos baixos (campo de *pinning*).

### 7.2.2 Aftereffect da permeabilidade inicial

Medidas de *aftereffect* da permeabilidade inicial foram feitas usando um método impulsivo tradicional [Sato Turtelli and Vinai 90]. Neste método, um sinal a.c., de baixa intensidade (da ordem de alguns A/m), é aplicado à amostra sobreposto a um pulso, e o sinal induzido por esta é medido com auxílio de um amplificador LOCK-IN. Este pulso magnético dc, é muito maior que o campo coercitivo, de forma a levar a amostra próxima à saturação. Assim que pulso termina, o sinal induzido pela amostra é monitorado e o decaimento da indução magnética medido em um intervalo fixo de tempo.

A indução magnética da amostra em um campo a.c. é monitorada da maneira já mostrada anteriormente na página 99. O software de controle faz a calibragem inicial para o menor campo possível, e depois aumenta a intensidade de campo até o valor desejado. Neste ponto, um pulso magnético é aplicado ao material durante um tempo fixo que pode ser escolhido no software (em nossas medidas usamos um tempo de 0.5ms). Após o término do pulso, o valor da indução

magnética  $B_1$ , relativo a um tempo  $t_1$  é registrado. O programa espera então um intervalo de tempo (no nosso caso, 4s), ao término do qual a indução  $B_2$ , relativa ao tempo  $t_2$  é registrada. A variação  $\Delta B = (B_1 - B_2)$  da indução magnética no intervalo de tempo  $\Delta t = (t_2 - t_1)$  é determinada. O software registra os valores de campo aplicado, indução magnética inicial ( $B_1$ ), indução magnética final ( $B_2$ ), variação de indução ( $\Delta B$ ) tanto para a parte real como para a parte imaginária. Uma vez que cada decaimento não precisa ser idêntico ao anterior, mesmo mantido o mesmo campo aplicado, podem ocorrer variações no valor de  $\Delta B$ . Assim, o programa faz uma série de  $N$  medidas no mesmo campo a fim de determinar um erro estatístico.  $N$  pode ser escolhido no programa e no nosso caso utilizamos um valor  $N=5$  para o qual o erro nas medidas giraram em torno de 10%. Este erro também é registrado. O campo magnético é progressivamente aumentado segundo um intervalo escolhido e o ciclo de medidas recomeça até que se tenha atingido um valor máximo de campo, pré fixado. Em nossas medidas valores típicos foram 0.2A/m para o intervalo de campo, e da ordem de 6A/m para o valor máximo do campo. Neste ponto o programa salva os dados de forma a poderem ser analisados posteriormente.

Assim é possível levantar a curva  $\Delta B$  em função de  $B$  e de  $H$ , ou seja, as curvas clássicas de *aftereffect*. Com o software desenvolvido pudemos fazê-lo para diversas frequências de campo a.c. aplicado, bem como com tensão mecânica aplicada.

A figura V.15 Mostra uma curva típica de *aftereffect* onde a variação da indução com o tempo, para um intervalo fixo de tempo foi medida para uma amostra amorfa no seu estado *as-cast*. Podemos ver, exatamente como mostramos anteriormente, um máximo definido na curva de  $\Delta B$  vs.  $B$ . A curva de  $\Delta B$  vs.  $B$  é utilizada para determinação do valor de campo onde o ocorre máximo que é proporcional à largura da parede, e deste gráfico podemos tirar a informação do valor  $(\Delta B/B) \times H_{\text{aplicado}}$ , que é a intensidade do *aftereffect*. Para uma amostra a campo  $H$  aplicado constante, as variações na indução magnética são traduzidas como variações na permeabilidade inicial.

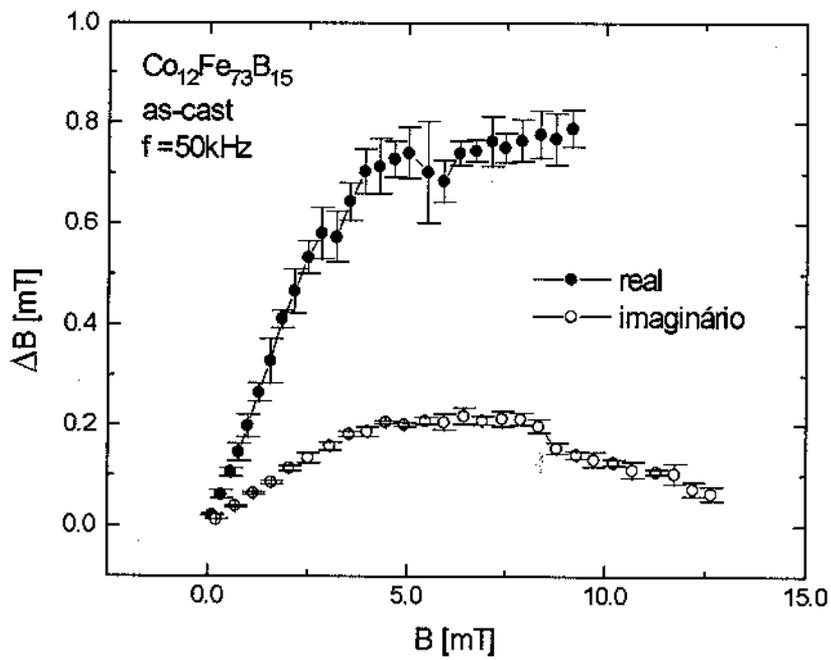


Figura V.15 : Curva típica de *aftereffect* medida com o programa desenvolvido e com o esquema de medidas descrito.

# Comparação dos Processos de Magnetização em Fios e Fitas Amorfas em Função da Tensão Aplicada

---

## 1. Introdução

Como mencionamos anteriormente, os processos de magnetização em materiais amorfos são na sua maioria governados pelo termo magnetoelástico na energia livre e portanto determinados por centros de tensão mecânica decorrentes dos processos de produção. Tais centros formam barreiras locais devido a sua interação magnetoelástica com a magnetostrição local, impedindo o movimento das paredes de domínios.

Devido a seus diferentes métodos de produção<sup>8</sup>, fios e fitas amorfos possuem diferentes geometrias, mesmo quando de mesma composição, apresentando tensões internas e estrutura de domínios diferentes. Os processos de magnetização são portanto diferentes. Desta forma, o comportamento da magnetização frente a uma aplicação de tensão externa pode também ser diferente.

No âmbito de estudar as diferenças básicas entre os processos de magnetização e sua relação com as diferentes configurações de domínios em fios e fitas amorfas, fizemos uma série de experimentos em fitas e fios amorfos de composição similar e em fitas que foram produzidas com taxas de resfriamento diferentes, mas de mesma composição. Utilizamos para isso diversas técnicas experimentais. A relaxação da permeabilidade inicial foi utilizada por se tratar, como já vimos, de uma técnica sensível à estrutura de domínios e à dinâmica destes domínios no material, mesmo quando informações diretas a respeito da estrutura de domínios é difícil de ser obtida, como no caso de amostras de magnetostrição aproximadamente nula. O movimento das paredes de domínio também foi estudado usando a técnica de *pinning field* e medidas da permeabilidade inicial, e suas dependências com tensões externas.

---

<sup>8</sup>Lembremos que, embora ambos fios e fitas podem ser produzidos por *melt spinning*, a solidificação ocorre de maneira diversa.

## 2. Fios amorfos

A figura VI.1 mostra a coercividade  $H_c$  medida para diversas tensões  $\sigma$  nos fios  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  e  $(\text{Co}_{92.5}\text{Fe}_{6.3}\text{Nb}_1)_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$ . O fio de base Fe apresenta um mínimo claro na coercividade na região de 150MPa. Para o fio de Co, a coercividade é praticamente constante na região de baixa tensão ( $\sigma < 300\text{MPa}$ ) dentro das condições do experimento.

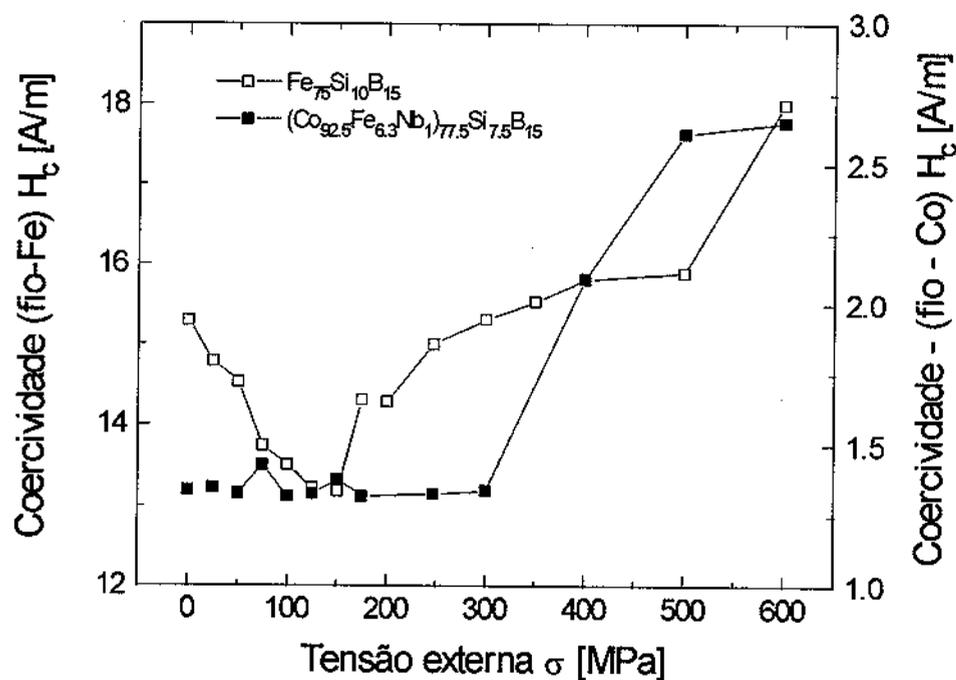


Figura VI.1: Dependência da coercividade com tensão para fios de composição  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  e  $(\text{Co}_{92.5}\text{Fe}_{6.3}\text{Nb}_1)_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$ .

A figura VI.2 Mostra a dependência do campo de *pinning*  $H_p$  obtido para os mesmos fios.

Para o fio de Co, ao contrário de comportamento de  $H_c(\sigma)$  na região de baixas tensões, a curva  $H_p(\sigma)$  apresenta uma série de picos. Isso ocorre pois a sensibilidade no sistema de medidas de  $H_p$  (da ordem de 12 mA/m [Sinnecker *et al* 94a]) é grande, permitindo então mostrar pequenas variações. Estes picos ocorrem devido a existência de vários centros de tensão interna, o que podemos confirmar pela existência de vários campos de *pinning* secundários ( $H_{p1}$ ,  $H_{p2}$ ) para campos maiores que  $H_p$ , como mostra a figura VI.3.

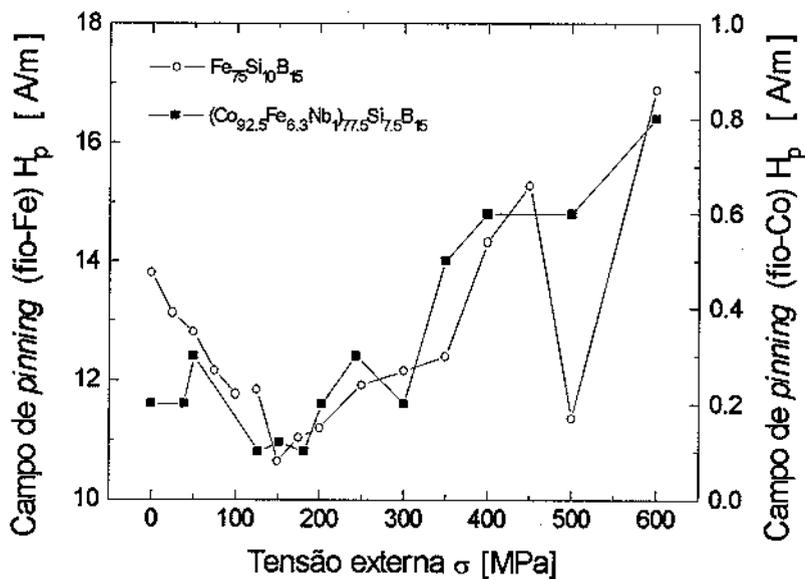


Figura VI.2: Dependência do campo de pinning  $H_p$  medido em fios amorfos de composição  $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$  e  $(Co_{92.5}Fe_{6.3}Nb_1)_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$ .

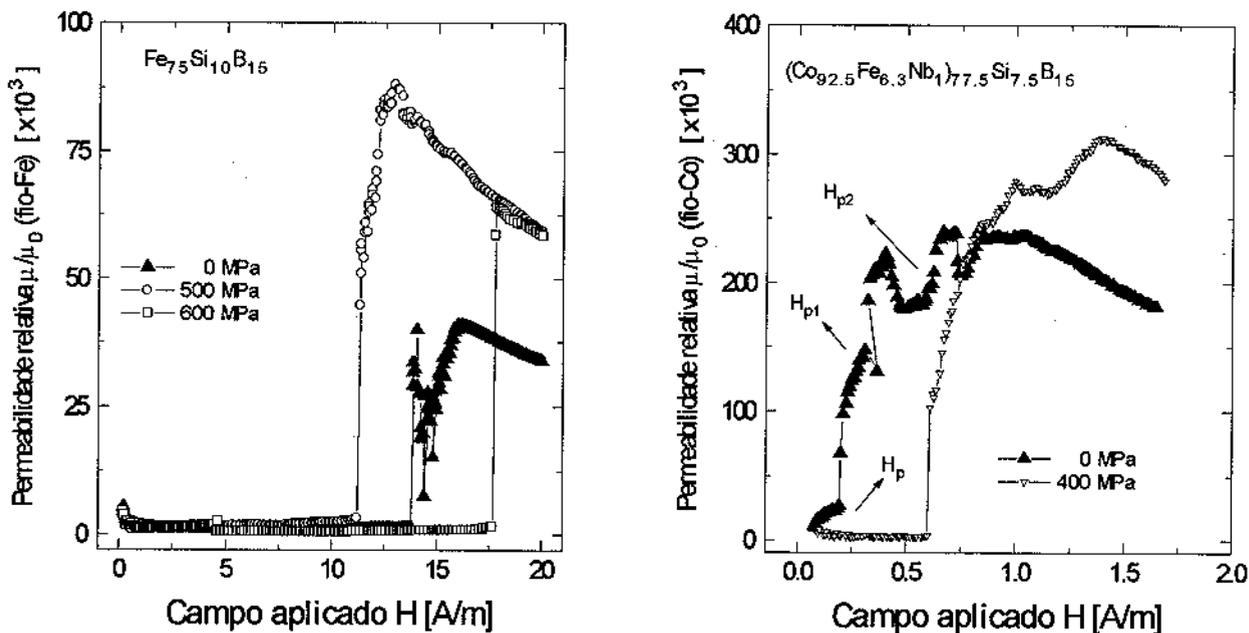


Figura VI.3: Permeabilidade relativa total em função do campo aplicado (pinning field) para fios amorfos de composição  $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$  e  $(Co_{92.5}Fe_{6.3}Nb_1)_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$  medida sob diversas tensões externas.

Para o fio  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ , os valores de  $H_p(\sigma)$  são próximos aos valores de  $H_c(\sigma)$  indicando que os processos de magnetização são determinados por largos saltos do tipo Barkhausen [Mitra *et al* 90] [Mitra and Vázquez 90a]. Ainda neste fio, um comportamento anômalo pôde ser observado em  $\sigma \approx 500\text{MPa}$  tanto para  $H_c(\sigma)$  como  $H_p(\sigma)$ . Tal anomalia também aparece no comportamento da permeabilidade inicial em função da tensão externa, como mostra a figura VI.4.

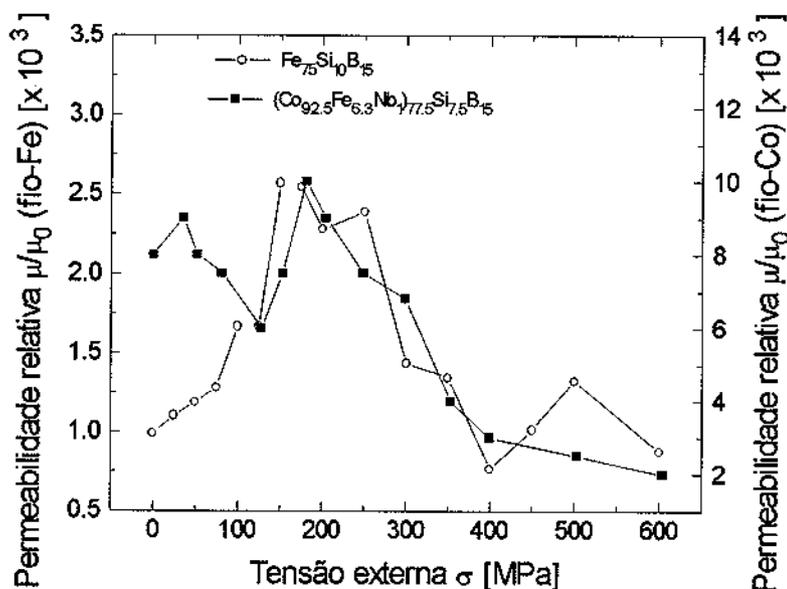
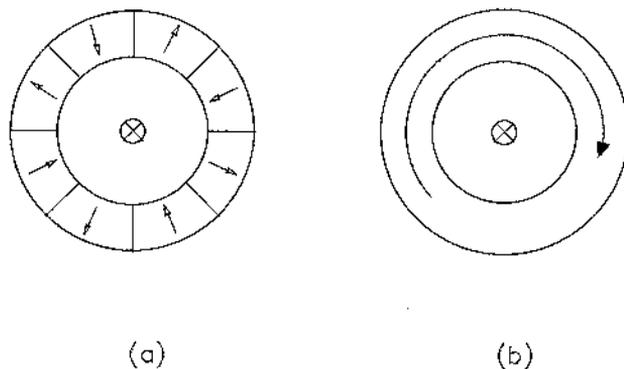


Figura VI.4 : Dependência da permeabilidade inicial com tensão externa para campos menores que  $H_p$  ( $>0.5\text{A/m}$ ) medida em fios amorfos de composição  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  e  $(\text{Co}_{92.5}\text{Fe}_{6.3}\text{Nb}_1)_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$ .

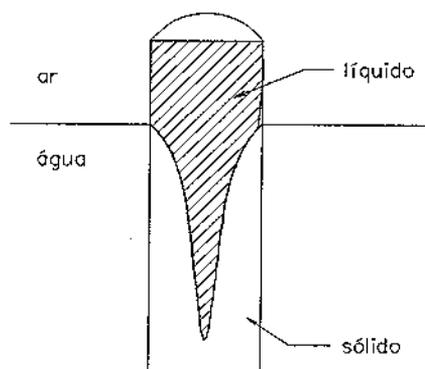
Na figura VI.4 a permeabilidade relativa ( $\mu_r = \mu/\mu_0$ ) foi medida para campos menores que o campo de *pinning* e portanto na região reversível. Como esperado, a curva  $\mu_r(\sigma)$  se comporta reciprocamente a  $H_p(\sigma)$  e  $H_c(\sigma)$ , isto é, o máximo em  $\mu_r(\sigma)$  coincide com os mínimos observados nas curvas de coercividade e de campos de *pinning*. A permeabilidade é uma função da remanência e do inverso da tensão efetiva  $\sigma_T = (\sigma - \langle \sigma_i \rangle)$  na amostra, onde  $\sigma_i$  e  $\sigma$  são as tensões internas e aplicadas respectivamente [Mitra and Vázquez 90b]. Quando a tensão aplicada atinge um valor correspondente ao valor médio das tensões internas, a permeabilidade é máxima. O comportamento da remanência com as tensões externas é mostrado na figura VI.5 para ambos os fios. Este comportamento é típico para amostras com magnetostricção positiva. Mesmo no caso

No caso de fios do tipo biestável, duas regiões com configurações de domínios diferentes foram propostas por Mitra e colaboradores [Mitra *et al* 90]. A figura VI.7 mostra um esquema de tais configurações. No estado remanente os fios possuem um núcleo central com eixo de magnetização direcionado ao longo do eixo do fio e uma casca onde há domínios radiais para os fios de base Fe ou concêntricos circunferências no caso de base Co. Há ainda a presença possível de domínios de fechamento na superfície da amostra e na superfície do núcleo central.



**Figura VI.7 :** Configuração típica de domínios em fios amorfos de (a) base Fe e (b) base Co.

A razão para que fios exibam estruturas de domínios como estas está no fato de que uma distribuição inhomogênea de tensões aparece durante o processo de resfriamento em água pelo qual o fio amorfo é obtido. A taxa de resfriamento na superfície é muito maior que no núcleo central durante a produção devido ao contato da superfície com a água, como mostra a figura VI.8.



**Figura VI.8 :** Vista esquemática da produção de um fio amorfo por resfriamento em água (*water quenched melt spinning*).

Isso induz tensões diferenciadas ao longo do material. A estrutura de domínios irá ser diferente conforme a constante de magnetostricção do material for positiva, como no caso do fio de Fe, ou negativa, no caso do fio de Co. Em ambos os casos, existe uma uniaxialidade do núcleo central.

Para fios, somente a casca externa pode contribuir para o *aftereffect*. Com o aumento da tensão aplicada, as paredes de domínio vão se tornando mais finas, e o valor de B correspondente ao máximo da curva de *aftereffect* se desloca para valores menores. Lembremos que neste ponto, ou seja, o ponto onde ocorre o máximo das curvas  $\Delta B$  vs. B, o deslocamento da parede é proporcional à largura das mesmas. Um máximo é observado no valor de  $\Delta B$  para tensões da ordem de 150MPa, que corresponde ao ponto onde a permeabilidade inicial apresenta um máximo, indicando a competição entre as tensões internas e aplicada.

### 3. Fitas amorfas

Para comparar os resultados obtidos com fios amorfos, as mesmas medidas para fios foram feitas em fitas de composição  $\text{Co}_{69}\text{Fe}_6\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  e  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ . Para verificar também a influência das diferentes taxas de resfriamento na produção do material, foram utilizadas duas fitas de composição  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  denominadas A e C, produzidas com velocidades diferentes de resfriamento, sendo a taxa na amostra A maior que na amostra C, verificados pelas medidas de *aftereffect*.

A figura VI.1 mostra o *aftereffect* medido para as duas fitas A e C. A diferença observada na intensidade destas curvas é atribuída à diferença nas tensões internas que são responsáveis pelos defeitos estruturais e o volume livre no material. Na fita A, para a qual a taxa de resfriamento durante o processo de produção é maior, o volume livre é maior, portanto o valor de  $\Delta B$  é maior que na amostra C. As intensidades do *aftereffect* ( $\Delta B/B_m \times H_m$ ) para ambas as fitas são dadas na tabela VI.1.

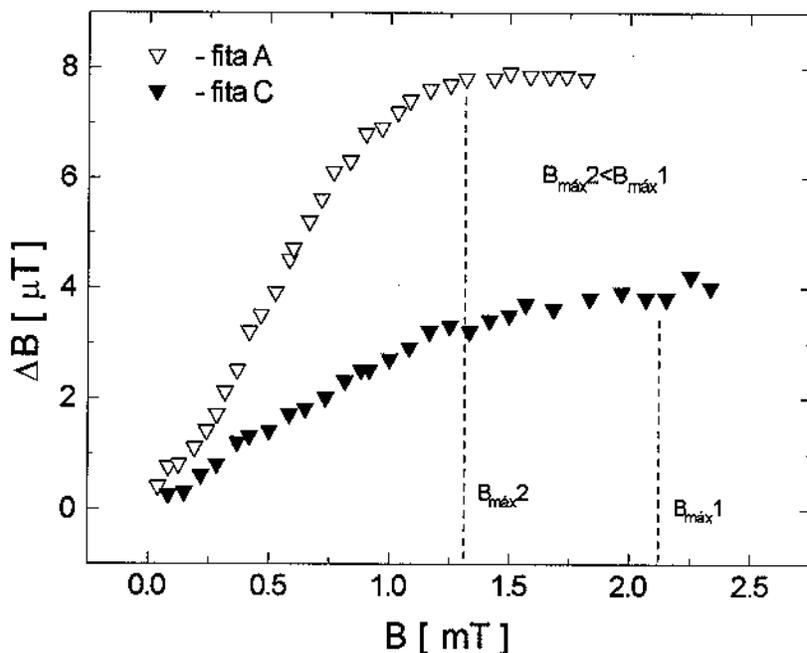


Figura VI.1: *Aftereffect* medido sem tensão mecânica em duas amostras de mesma composição ( $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ ) produzidas com diferentes taxas de resfriamento.

Tabela VI.1 : Intensidade do *aftereffect* para as amostras A e C:

Amostra	$\Delta B/B \times H$ ( $10^{-2}$ A/m)
$Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ A	28
$Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ C	10

Na fitas, a existência de mínimos nas curvas de coercividade assim como nas curvas de  $H_p$  são sempre bem visíveis, como mostram as figuras VI.9 e VI.2. Na curva VI.2, temos também o comportamento da permeabilidade relativa inicial para a fita de  $Co_{69}Fe_6Si_{15}B_{10}$ , que se comporta como o inverso de  $H_p$ . O máximo da permeabilidade coincide com o mínimo de  $H_p$ , e está também associado à competição de tensões no material.

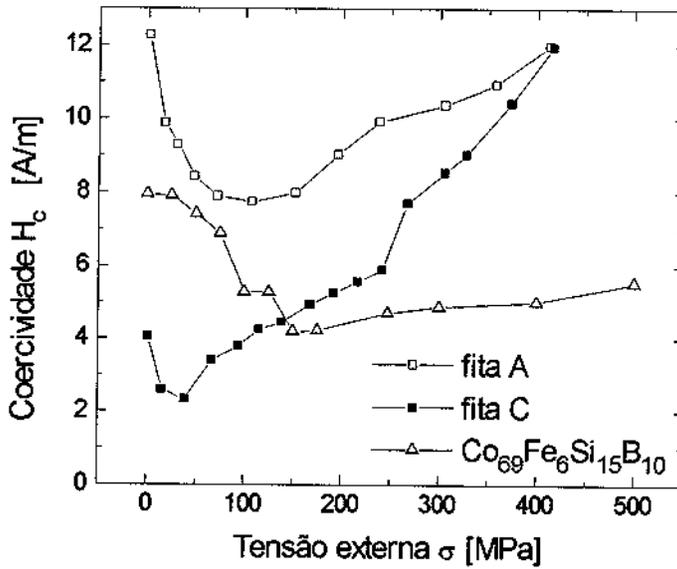


Figura VI.9: Dependência da coercividade para uma fita amorfa de composição  $\text{Co}_{69}\text{Fe}_6\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ , e duas fitas de composição  $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$  produzidas com diferentes taxas de resfriamento, denominadas A e C.

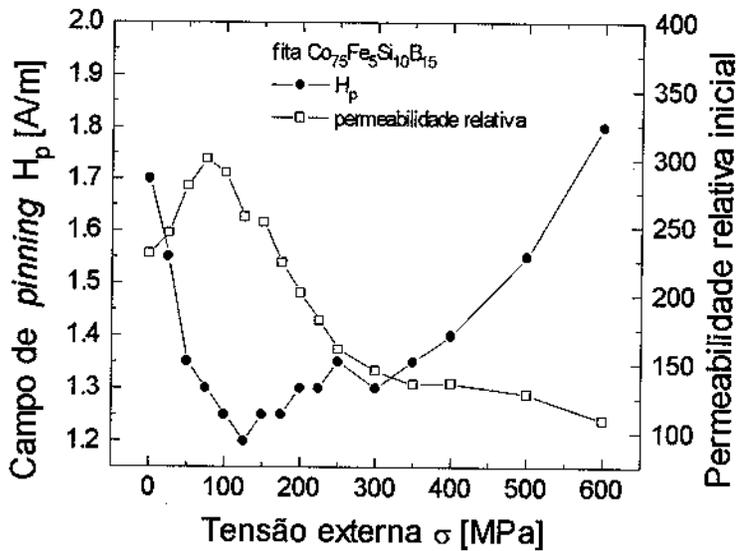


Figura VI.2: Permeabilidade inicial relativa e campo de *pinning* para fita de  $\text{Co}_{69}\text{Fe}_6\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$  medida em função da tensão mecânica.

Para mostrar o efeito do *aftereffect* com tensões mecânicas nas fitas, foi tomada a curva obtida para a amostra C que é mostrado na figura VI.3 onde também podemos ver o deslocamento do máximo para valores menores de B e a alteração no formato das curvas à medida que a tensão mecânica aumenta, como no caso dos fios.

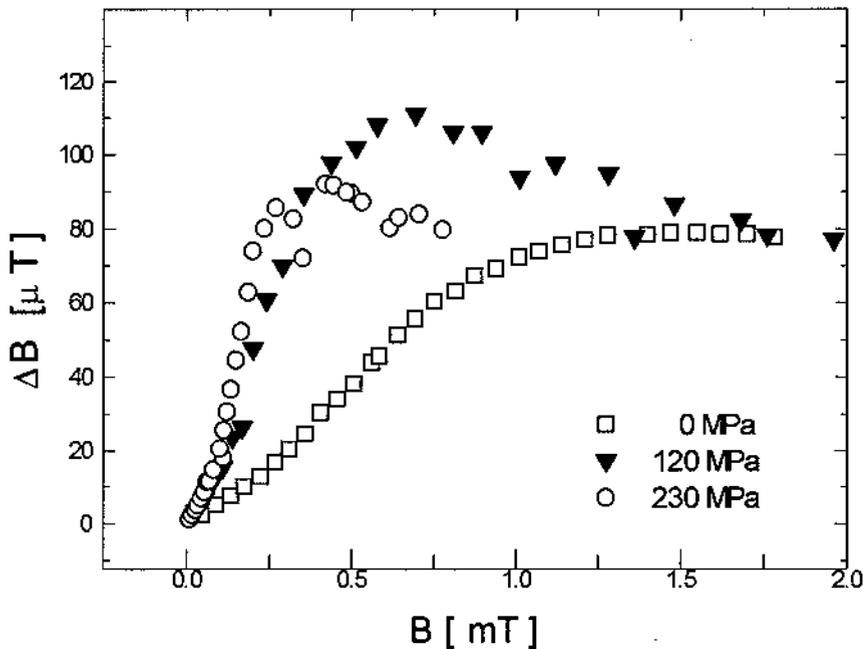


Figura VI.3: *Aftereffect* medido na fita de composição  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ , para diversos valores de tensão mecânica aplicada.

#### 4. Campo coercitivo em função da tensão

A dependência das propriedades magnéticas com tensão em materiais ferromagnéticos amorfos pode ser explicada em termos de sua peculiar distribuição de tensões internas. Esta distribuição é determinada pelos processos de solidificação e portanto são diferentes em fios e fitas, obtidos por processos distintos. Através do estudo de parâmetros tais como a coercividade, campos de *pinning* e a remanência, pode-se obter informações a respeito dos processos de magnetização [Polak *et al* 93a]. A dependência da coercividade com tensões externas pode ser analisada segundo um modelo já descrito anteriormente (ver página 45)

$$H_c = H_c^{pinning} + H_c^{superficie} + H_c^{nucleacao} \quad (VI.1)$$

onde :

$$H_c^{pinning} = \frac{1}{2\mu_0 M_s} \frac{\Delta K}{L} \sqrt{\frac{A}{K_\mu + \frac{3}{2}\lambda_s \sigma_T}} \quad (VI.2)$$

$$H_c^{superficie} = \frac{1}{2\mu_0 M_s} \left| \frac{R_a}{tL} 4\sqrt{A} \sqrt{K_\mu + \frac{3}{2}\lambda_s \sigma_T} \right| \quad (VI.3)$$

$$H_c^{nucleacao} = c \frac{2\left(K_\mu + \frac{3}{2}\lambda_s \sigma_T\right)}{\mu_0 M_s} \quad (VI.4)$$

Podemos escrever  $H_c(\sigma)$  como:

$$H_c(\sigma) = \frac{1}{2\mu_0 M_s} a \sqrt{\frac{A}{b}} + \frac{1}{2\mu_0 M_s} 4d \sqrt{Ab} + c \frac{2b}{\mu_0 M_s} \quad (VI.5)$$

onde  $a = \Delta K/L$ ,  $b = K_\mu + (3/2)\lambda_s \sigma_T$  e  $d = R_a/(tL)$ .

Aqui  $a$  descreve a variação da anisotropia  $K$  ao longo do comprimento de coerência  $L$ ,  $b$  decreve a anisotropia induzida na amostra pela tensão aplicada,  $c$  descreve o peso do termo de nucleação e  $d$  a rugosidade da amostra.

Usando esta expressão todas as curvas de coercividade, em fio e fitas, em função da tensão, foram ajustadas. Os resultados são mostrados na figura VI.10 e VI.4. Uma excelente concordância foi verificada entre este modelo e os dados experimentais.

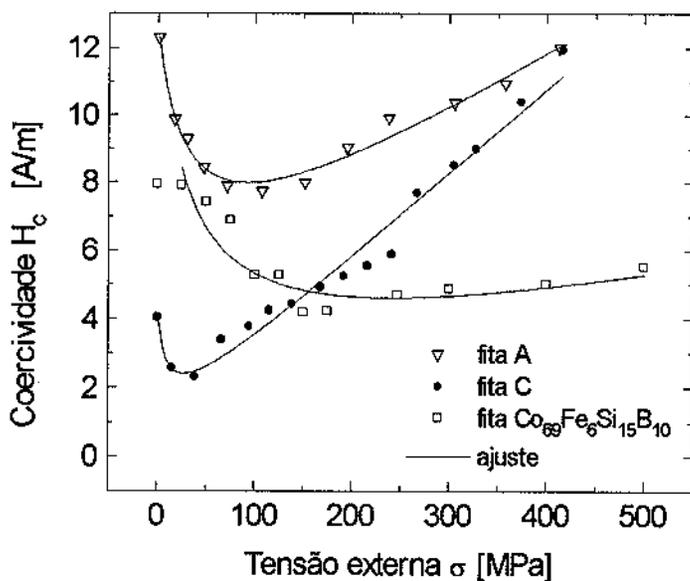


Figura VI.10: Ajuste da expressão  $H_c(\sigma)$  para as fitas  $Fe_{73.5}Cu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$  A e C e  $Co_{69}Fe_6Si_{15}B_{10}$  em função da tensão mecânica aplicada.

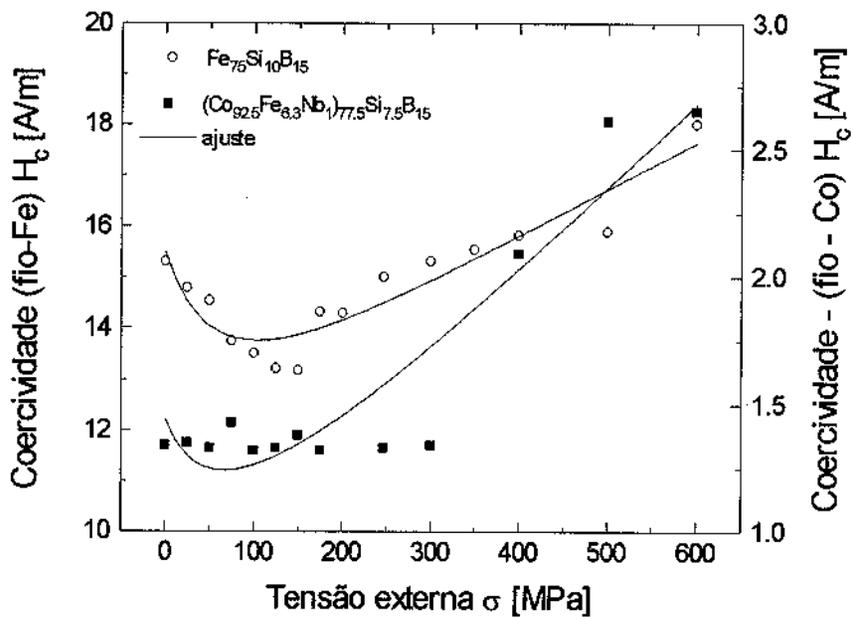


Figura VI.4: Ajuste da expressão  $H_c(\sigma)$  para os fios de composição  $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$  e  $(Co_{92.5}Fe_{6.3}Nb_1)_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$  em função da tensão mecânica aplicada.

A tabela VI-2 mostra os resultados dos parâmetros  $a, b, c$  e  $d$  ajustados tanto para os fios como para as fitas.

**Tabela VI-2 : Parâmetros obtidos do ajuste da expressão VI.5 para a coercividade em função de tensão externa em fios e fitas amorfas.**

Material	$a \times 10^6$ (J/m <sup>3</sup> /m)	$b$ (J/m <sup>3</sup> )	$c \cdot 10^{-3}$	$d$ (m <sup>-3</sup> )	$\sigma_i$ (MPa)
Fio - Co	3.5	15.6	4.5	0.4	30
Fita - Co	31	7.5	3.2	0.09	150
Fio - Fe	888	3348	0.032	22.65	150
Fita - Fe - A	3616	686	0.3	5731	100
Fita - Fe - C	285	157	0.4	1.61	25

Para o procedimento de ajuste consideramos  $\sigma_T = \sigma_{aplicada}$  e portanto o valor de tensão para o qual o mínimo da curva  $H_c(\sigma)$  ocorre é maior que as tensões internas obtidas ( $\sigma_{min} > \sigma_i$ ). Na tabela VI-2 os valores de  $\sigma_i$  dados representam o valor para o qual a curva  $\mu_r(\sigma)$  apresenta um máximo indicando as tensões internas médias devidas ao processo de resfriamento. As figuras VI.10 e VI.4 demonstram que estas suposições levam a um bom ajuste.

Da tabela VI-2 podemos deduzir os parâmetros físicos  $L$ ,  $\Delta K$ , e  $K_\mu$ . Para determinar o valor de  $L = R_c/(dt)$ , assumimos  $R_c = 1\mu\text{m}$  e  $t = 120\mu\text{m}$  para os fios. Para as fitas, a espessura e a rugosidade foram medidas diretamente. Assumindo um valor razoável para as flutuações na anisotropia, entre um mínimo de 10% e um máximo de 100% de  $K_\mu$ , um intervalo para  $L$  foi obtido. Os valores de  $\Delta K$  e  $L$  encontrados para a fita C são muito altos, sendo  $\Delta K$  até mesmo maior que  $K_\mu$  e portanto tiramos o valor de  $L$  para a fita C diretamente das medidas de rugosidade. Usando este valor, um limite superior para  $\Delta K$  pôde ser encontrado usando a constante  $\alpha$ . Para poder comparar a contribuição da nucleação com a contribuição do campo de *pinning* para a coercividade no ponto onde  $\sigma = \sigma_i$ , calculamos o valor  $cH_A = 2K_\mu/\mu_0 M_s$ . A tabela VI-3 contém os valores de  $K_\mu$ ,  $L$ ,  $\Delta K$ ,  $cH_A$ ,  $H_c$  e  $H_p$ .

Tabela VI-3 : Parâmetros físicos dos materiais calculados dos dados de ajustes da tabela VI-2.

Material	$K_u$ (J/m <sup>3</sup> )	$L$ (μm)	$\Delta K$ (J/m <sup>3</sup> ) <sup>a</sup>	$cH_d$	$H_c$ (A/m)	$H_p$ (A/m)
Fio - Co	25	1-10	4-40	0.28	1.2	0.1
Fita - Co	120	0.5-5	16-160	0.93	4.5	1.2
Fio - Fe	11224	0.4	329	0.48	13	11
Fita - Fe - A	4286	15.2	5400	1.71	7.8	0.38
Fita - Fe - C	1057	15.2×10 <sup>3</sup>	9600×10 <sup>3</sup>	0.52	2.4	0.2
Fita - Fe - C	-	3 <sup>b</sup>	900 <sup>b</sup>	-	-	-

<sup>a</sup> Se de acordo com o ajuste  $\Delta K$  não é razoável ( $\Delta K > K$ ), então uma variação de  $\Delta K$  entre 10% e 100% foi assumida.

<sup>b</sup> Valor obtido diretamente de medidas de rugosidade.

## 5. Discussões

Do comportamento das curvas de *aftereffect* e do valor calculado para sua intensidade para as amostras A e C, pode-se concluir que a amostra A tem um grau de desordem estrutural maior que a amostra C. O fato de que a amostra A foi produzida com uma maior taxa de resfriamento é coerente com essa conclusão.

Materiais amorfos de base Fe apresentam uma anisotropia grande comparada aos amorfos de base Co, inclusive sendo comparáveis aos valores encontrados no estado cristalino. Aplicando-se uma tensão mecânica, tanto no caso de fios como no caso de fitas amorfas, inicialmente a tensão aplicada compensa o volume de tensões internas decorrentes do processo de resfriamento rápido, liberando o movimento das paredes. Isto explica o mínimo nas curvas de  $H_c(\sigma)$  e  $H_p(\sigma)$  e o máximo nas curvas de  $\mu_r(\sigma)$ . Para tensões externas maiores podemos afirmar que a fração volumétrica do núcleo central onde o domínio está paralelo ao eixo de aplicação de tensão aumenta. Isso é comprovado pelo peso do termo de nucleação na região de altos valores de  $\sigma$ . A variação da remanência (figura VI.5) para baixos valores de tensão externa também reflete a presença de uma distribuição de tensões internas também visíveis nas curvas de permeabilidade relativa em função do campo aplicado  $\mu_r(H)$  (figura VI.3). O comportamento geral da remanência em função das tensões externas é similar em ambos os fios, como pode ser visto na figura VI.5.

Vale a pena ressaltar que as anomalias observadas nesta curva para o fio de base-Co coincide com anomalias similares observadas em  $H_p(\sigma)$  e  $\mu_r(\sigma)$ .

Uma comparação geral entre os resultados obtidos para fios de base-Fe e base-Co evidenciam que a anisotropia  $K_\mu$  é muito maior nos fios de base-Fe. Em valores absolutos, nos fios de base Fe,  $\Delta K$  é 8 vezes maior que nos de base-Co. Isso vem a confirmar a suposição de que para fios com magnetostricção de saturação alta e positiva a estrutura de domínios na casca exterior ao núcleo é radial. Neste caso o processo de *pinning* das paredes de domínio é basicamente governado por imperfeições da superfície. Por outro lado, para fios de magnetostricção aproximadamente nula, os domínios da casca externa são concêntricos e portanto a rugosidade da superfície não é tão crítica. O parâmetro  $d$  do ajuste reflete diretamente isso onde no caso de fios de base-Fe indica os efeitos de superfície. Como previsto a coercividade dos fio de base-Fe é maior comparada aos fios de Co. A nucleação, para ambos, se torna importante para tensões mais elevadas como se pode observar das curvas de  $H_c(\sigma)$ .

Comparando os resultados obtidos para os fios de base-Co e a fita correspondente, é evidente que a fita tem uma anisotropia induzida muito maior. O valor de  $K_\mu$  do fio é 5 vezes menor que o valor encontrado para a fita. Além da magnetostricção da fita ser cerca de duas vezes maior que a do fio, devido ao próprio processo de fabricação pode induzir um volume maior de tensões na fita, dependendo da velocidade em que foi produzida.  $cH_A > H_p$  para o fio, enquanto  $cH_A \approx H_p$  para a fita. Assim, nos processos de magnetização das fitas os termos de *pinning* e de nucleação tem praticamente a mesma importância, enquanto que nos fios o termo de nucleação é dominante.  $cH_A$ ,  $H_p$ , e  $H_c$  são menores no fio comparados aos valores obtidos para a fita. Comparando  $H_c(\sigma)$ ,  $H_p(\sigma)$  e  $\mu_r(\sigma)$  obtidos para o fio e fita de base Co, vemos que os comportamentos são bem diversos, como já havíamos ressaltado. O comportamento de  $B_{max}$  obtido das curvas de *aftereffect* para o fio  $(Co_{92.5}Fe_{6.3}Nb_1)_{77.5}Si_{7.5}B_{15}$  /e também diferente do obtido para a fita  $Co_{69}Fe_6Si_{15}B_{10}$  em função da tensão externa, como mostra a figura VI.11.

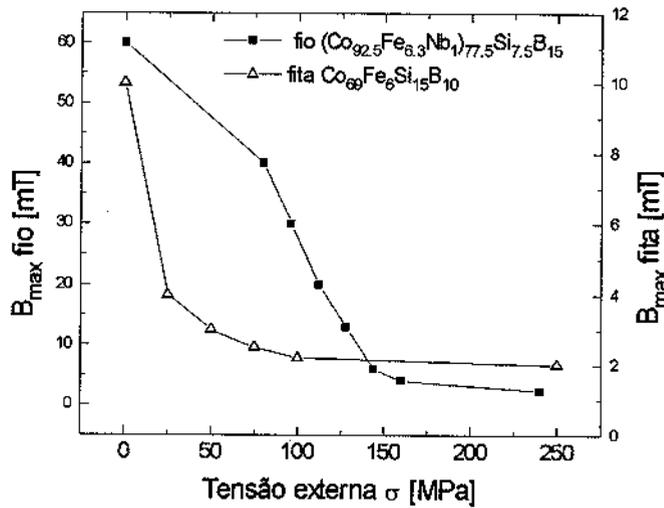


Figura VI.11 : Dependência da posição onde ocorre o máximo na curva  $\Delta B$  vs.  $B$  ( $B_{max}$ ) com a tensão externa aplicada.

Ambos mostram um decréscimo de  $B_{max}$  com  $\sigma$ , mas decaem diferentemente na região de baixas tensões. Estes resultados estão em acordo com os de  $H_c(\sigma)$ ,  $H_p(\sigma)$  e  $\mu_r(\sigma)$ .

Devido à pequena anisotropia induzida  $K_u$ , durante a produção das ligas, as paredes de domínio são geralmente largas para  $\sigma=0$  (veja figura VI.11), e o valor de  $B_{max}$  é maior. Vale a pena mencionar que a relação entre o valor de  $B_{max}$  medido no fio e na fita em  $\sigma=0$ MPa é aproximadamente 5, que é a mesma relação obtida para  $K_u$  na tabela VI-3.

Assim sendo, a dependência destas propriedades magnéticas com tensões externas refletem efeitos que desempenham papéis simultâneos nos processos de magnetização nas ligas amorfas. Primeiro o efeito dos centros de tensão é reduzido pela aplicação de tensão externa, facilitando o movimento de paredes de domínio. Segundo, a anisotropia uniaxial aumenta reduzindo a largura das paredes de domínio. E por fim, o padrão de domínios se torna mais regular em valores intermediários de tensão aplicada, ou seja, para uma intensidade das tensões aplicadas maior que as tensões internas  $\sigma_i$ . Na região de maiores tensões aplicadas, a largura das paredes de domínio continua a se reduzir, levando a um aumento da energia magnética total o que pode ser visto nas curvas de remanência. Vale a pena mencionar que a relação entre o valor de  $B_{max}$  medido no fio e na fita em  $\sigma=0$ MPa é aproximadamente 5, que é a mesma relação obtida para  $K_u$  na tabela VI-3.

Comparando os resultados obtidos para o fio de base Fe com os resultados das fitas A e C

concluimos que apesar dos valores de  $cH_A$  serem aproximadamente iguais,  $H_p$  e  $H_c$  para as fitas é sempre menor que os dos fios, mostrando que os domínios radiais nos fios de base-Fe determinam o processo de magnetização. A anisotropia  $K_u$  no fio é maior que  $K_u$  na fita, indicando a importância do núcleo central do fio (figura VI.7).

Comparando os resultados obtidos para as fitas A e C, pode-se ver que todos os parâmetros são maiores na fita A, indicando o efeito da taxa de resfriamento maior nesta amostra.

Pode-se concluir que a estrutura de domínios proposta, e muito bem aceita na literatura, concorda bem com os dados obtidos pelo ajuste da expressão que descreve a dependência da coercividade com a tensão. Mesmo as diferenças entre os fios amorfos e as fitas correspondentes podem ser explicadas. Isto mostra que uma análise cuidadosa da coercividade em função de tensões aplicadas combinada com outras técnicas experimentais tais como campos de *pinning* e medidas de relaxação da permeabilidade inicial podem ser uma ferramenta útil no estudo de processos de magnetização.

# Estudo da Dinâmica de Domínios para Tempos Curtos

## 1. Depolarização de Nêutrons

### 1.1 Medidas estáticas

Uma amostra de composição nominal  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  foi escolhida para medidas estáticas da matriz depolarização com o intuito de se verificar as mais prováveis estruturas de domínios existentes no material e compará-las com medidas obtidas com efeito *Kerr*. A matriz depolarização medida em função da tensão mecânica aplicada é mostrada na figura VII.1.

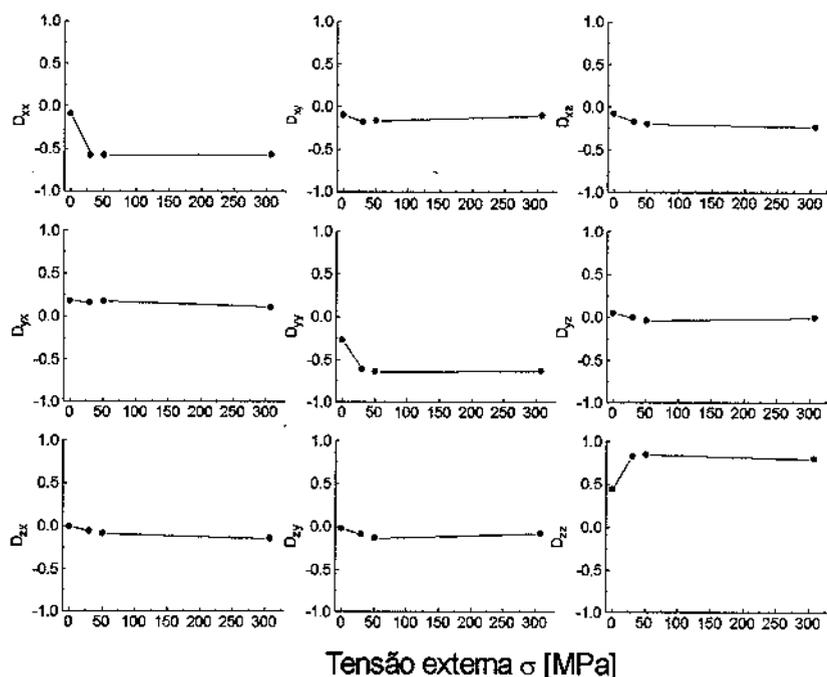
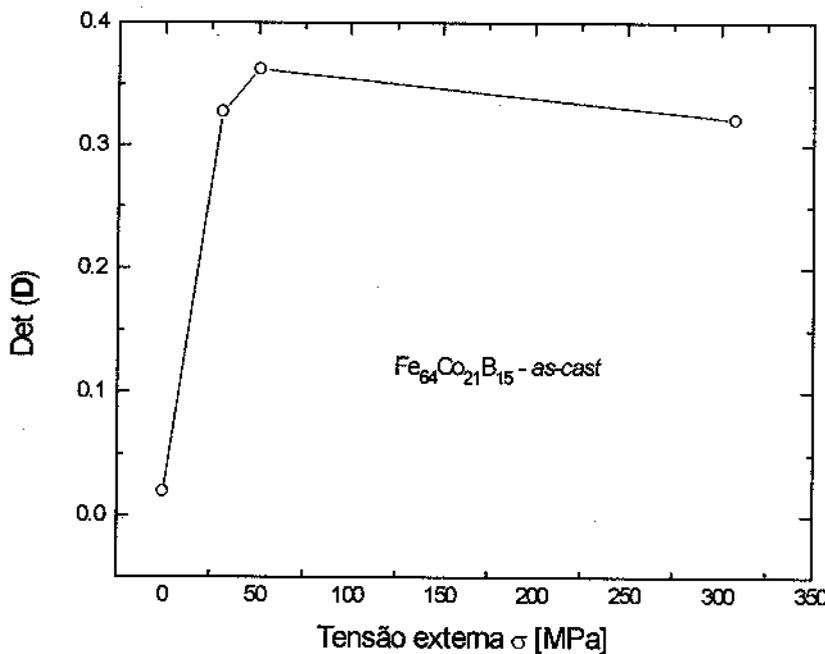


Figura VII.1 : Elementos da matriz depolarização em função da tensão externa obtidos para um liga de  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  no estado como fundida.

Podemos

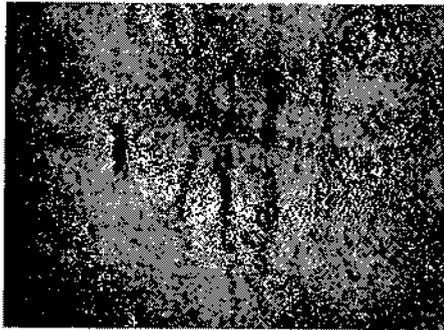
assumir uma configuração mais provável de domínios composta de uma certa percentagem de domínios com direção  $+x$  e  $-x$ ,  $+y$  e  $-y$ ,  $+z$  e  $-z$ , e finalmente uma certa percentagem de domínios de fechamento do tipo Landau-Lifschitz. Calculando o determinante da matrizes medidas obtemos o comportamento da magnetização reduzida média da amostra, conforme mostra a figura VII.2.



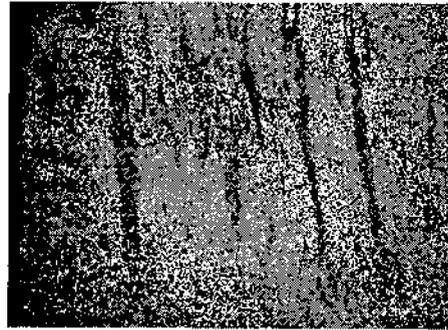
**Figura VII.2 :** Determinante da matriz depolarização da amostra  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  *as-cast*, calculado para diversas tensões externas aplicadas.

Para nenhuma tensão externa aplicada, a amostra apresenta uma estrutura complexa de domínios, típica do estado *as-cast*, causando uma completa depolarização do feixe. Para tensões mais elevadas ( $\sigma > 30 \text{ MPa}$ ) a amostra de passa a apresentar uma estrutura de domínios antiparalela, com paredes de  $180^\circ$  alinhados com o eixo de aplicação de tensão (eixo  $z$ ), comportamento este típico para uma amostra de magnetostrição positiva. O determinante reflete essa estrutura antiparalela onde a magnetização tem um aumento com o aumento da tensão mecânica aplicada. Medidas de efeito *Kerr* nesta fita confirmam estas estruturas, como mostra a figura VII.3. Estas imagens foram obtidas no Instituto Nacional Galileo Ferraris - Torino - Itália, pelo aluno Clemens

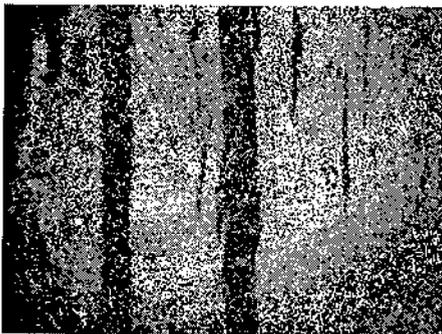
pele aluno Clemens Kussbach de Viena e gentilmente cedidas para serem usadas neste trabalho.



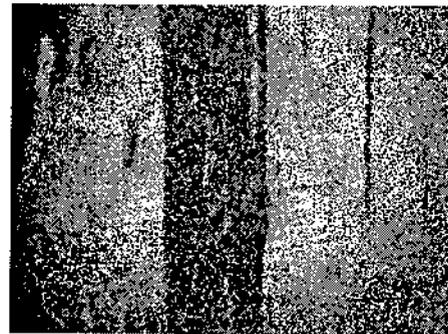
(a)



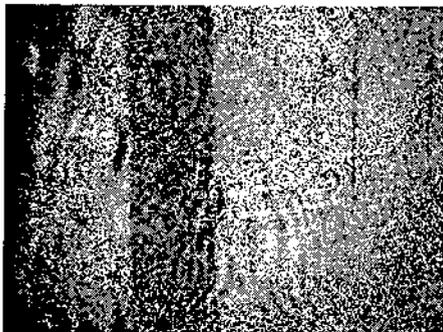
(b)



(c)



(d)



(e)



(f)

**Figura VII.3 :** Imagens dos domínios magnéticos obtidas por efeito *Kerr* em uma fita de composição  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  sob (a) 0MPa, (b) 7MPa, (c) 18MPa, (d)25MPa, (e) 35MPa e (f) 71MPa. O eixo vertical é o eixo longitudinal da fita.

Estes resultados estão completamente de acordo com os resultados obtidos anteriormente por Veider e colaboradores [Veider *et al* 86] para amostras de composição similar. Utilizando seus dados obtidos, calculamos o determinante para a matriz medida numa liga  $Fe_{80}B_{20}$  em função da tensão obtendo um resultado semelhante mostrado na figura VII.4.

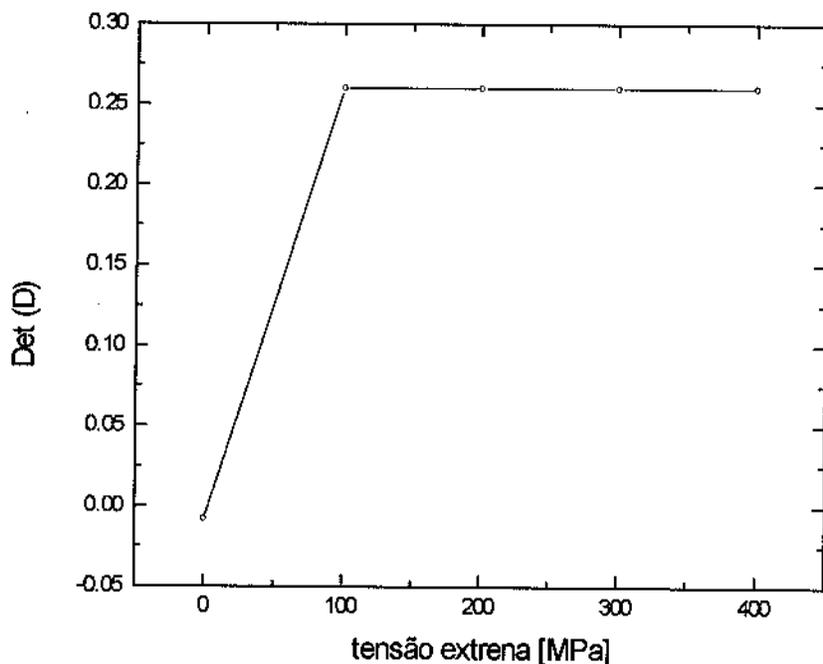
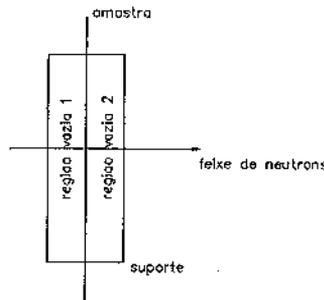


Figura VII.4 : Determinante da matriz de depolarização medida para diferentes tensões externas aplicadas à uma amostra de  $Fe_{80}B_{20}$ .

## 2. Medidas Dinâmicas.

Primeiramente fizemos medidas da matriz de depolarização com o suporte vazio, ou seja, sem amostra. A matriz assim obtida é chamada de matriz vazia. Esta medida é necessária para se corrigir medidas feitas com amostras. Quando uma amostra é colocada no suporte de amostras, ela não preenche todo o espaço da bobina. Assim, ao passar pelo suporte, um feixe de nêutrons passa por uma região correspondente ao suporte vazio, depois encontra a amostra, e em seguida encontra novamente uma região vazia. Isso é ilustrado na figura VII.5



**Figura VII.5 : Feixe de nêutrons atravessando suporte com amostra.**

Quando o suporte se encontra vazio, podemos descrever o processo de interação entre o feixe e as duas regiões vazias 1 e 2 pela relação:

$$P(t) = D_{região2} \cdot D_{região1} \cdot P_0 \tag{VII.1}$$

A matriz que descreve o suporte, sem subdividi-lo em regiões, é uma matriz  $D_{vazia}$  que se relaciona com  $D_{região1}$  e  $D_{região2}$  por:

$$D_{vazia} = (D_{região2})^{1/2} \cdot (D_{região1})^{1/2} \tag{VII.2}$$

Uma vez que as regiões 1 e 2 são equivalentes, podemos simplesmente dizer que  $D_{região1} = D_{região2} = D_{1/2}$ .

Quando colocamos uma amostra no suporte, a interação passa a ser descrita pelas relação:

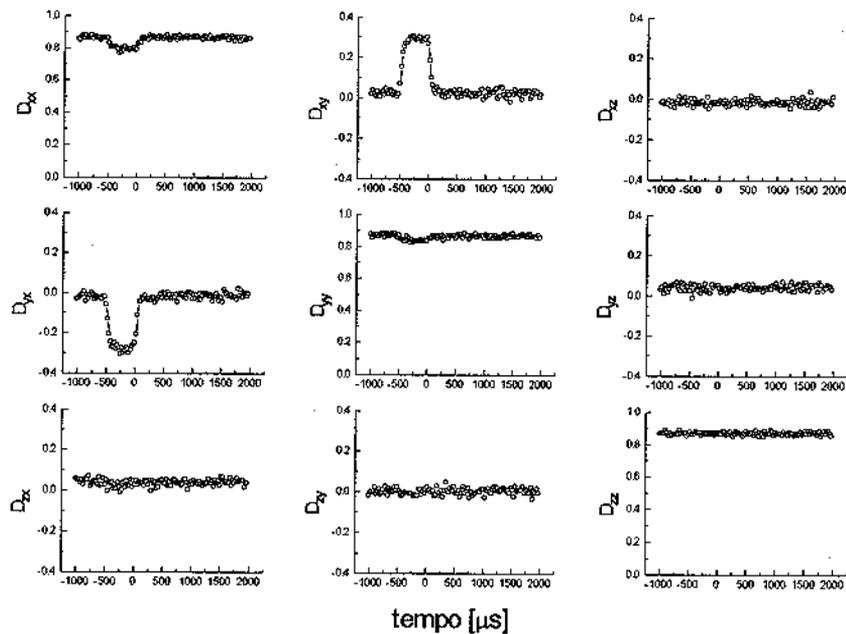
$$P(t) = D_{1/2} \cdot D_{amostra} \cdot D_{1/2} \cdot P_0 \tag{VII.3}$$

Desta expressão vemos que a matriz referente às regiões vazias são parte da medida da amostra. Para corrigir esta influência, medimos a matriz vazia, e calculamos a matriz  $D_{1/2}$  pela raiz quadrada de  $D_{vazia}$ . Uma vez obtido o valor de  $D_{1/2}$ , podemos efetuar as correções na medida da amostra, calculando:

$$\begin{aligned} D_{amostra}^{corrigida} &= (D_{1/2})^{-1} \cdot D_{amostra} \cdot (D_{1/2})^{-1} \\ &= (D_{1/2})^{-1} \cdot D_{1/2} \cdot D_{amostra} \cdot D_{1/2} \cdot (D_{1/2})^{-1} \\ &= \mathbf{1} \cdot D_{amostra} \cdot \mathbf{1} \end{aligned} \tag{VII.4}$$

onde  $\mathbf{1}$  é uma matriz identidade, e  $(D_{1/2})^{-1}$  é a inversa da matriz  $D_{1/2}$ .

A figura VII.6 mostra medidas dinâmicas da matriz vazia.

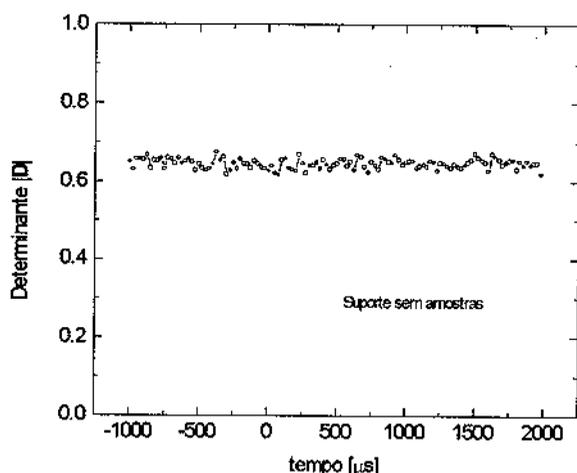


**Figura VII.6 :** Elementos da matriz depolarização medidos no suporte sem amostra.

O pulso magnético, que também age como sincronizador do experimento, é acionado em um tempo  $t=t_i$  e têm duração de  $500\mu\text{s}$ . Para facilitar as análises, adotamos por definição que o tempo  $t=0$  coincide com o final do pulso magnético. Este pulso têm direção  $z$  e os nêutrons se propagam com velocidade na direção  $y$ . Podemos ver claramente na figura VII.6 as alterações nos valores dos elementos  $D_{xy}$  e  $D_{yx}$  que são, neste caso, os elementos mais sensíveis a qualquer variação da magnetização local pois descrevem os termos ortogonais à direção do campo aplicado. Podemos perceber que a matriz é muito próxima a uma matriz identidade, a não ser na região do pulso magnético. Os valores dos elementos diagonais ( $D_{xx}$ ,  $D_{yy}$  e  $D_{zz}$ ), fora da região do pulso, são muito próximos de 1.0 enquanto que os elementos não diagonais são muito próximos de zero. Pode-se notar que o valor do elemento  $D_{zz}$  é praticamente inalterado durante o pulso magnético. Isso ocorre pois o campo gerado pelo pulso está na direção  $z$  e neste elemento polariza-se o feixe na direção  $z$  medindo-se também na direção  $z$ . Um feixe com tal polarização não sofre influências de campos paralelos ao seu vetor de polarização (não há nenhum processo de rotação). Os valores

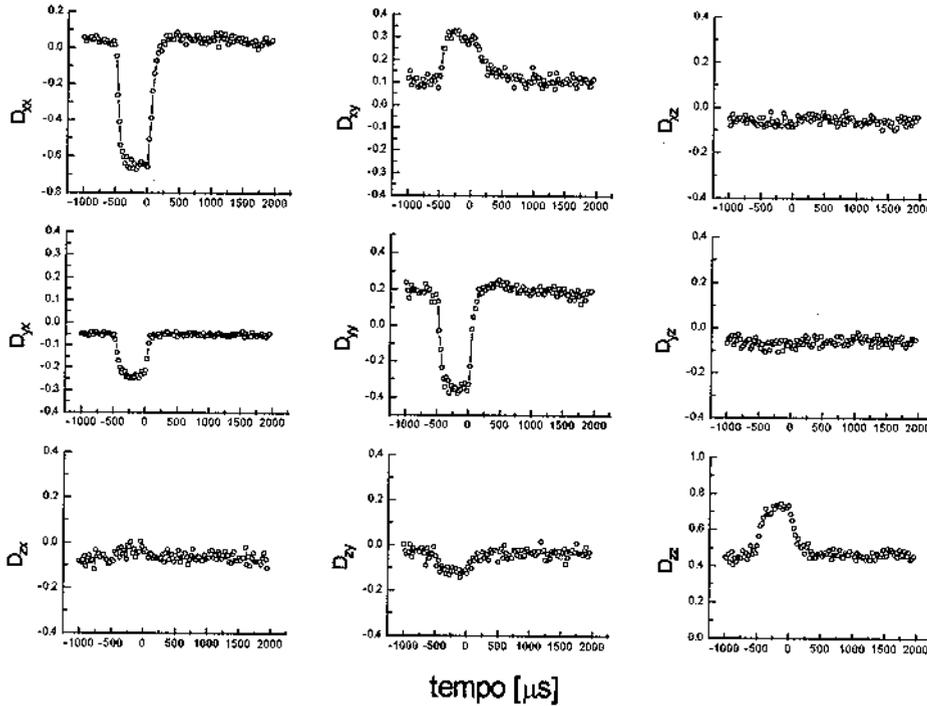
da diagonal não são iguais a 1.0 pois existe uma certa eficiência na polarização do feixe, que não é de 100%. Assim, mesmo para o feixe supostamente completamente polarizado numa direção  $i$  existe uma certa parcela de nêutrons com polarizações que diferem de  $i$  compondo o feixe. Podemos notar ainda na figura VII.6 que, embora o pulso magnético sirva de sincronismo, há um aparente atraso nas medidas, de  $500\mu\text{s}$ . Este fato ocorre pois o detetor está situado a uma distância de aproximadamente 1.0m do suporte de amostras (ver esquema da montagem). Como os nêutrons se propagam com uma velocidade da ordem de 2600 m/s, o tempo necessário para percorrer a distância entre o suporte e o detetor é de aproximadamente  $500\mu\text{s}$ . Além disso, pode-se notar dos elementos  $D_{xy}$  e  $D_{yx}$  que o transiente das medidas é de  $100\mu\text{s}$ , embora o transiente do pulso seja da ordem de  $20\mu\text{s}$ . Isso ocorre devido a aos erros na detecção dos nêutrons, conforme já foi explicado no capítulo V. Portanto deve-se levar em conta que nas medidas posteriores com a amostra é mais seguro avaliar os resultados a partir de  $100\mu\text{s}$  após o pulso. Isso desviou o nosso projeto inicial que era de estudar a relaxação a partir de  $10^{-5}\text{s}$  com a esperança de que com este método poderíamos estudar a relaxação ultra rápida e que contribuíssemos no esclarecimento do fenômeno ultra rápido observado por Allia e colaboradores [Allia *et al* 87a].

Calculando o determinante desta matriz em função do tempo obtemos o resultado mostrado na figura VII.7.



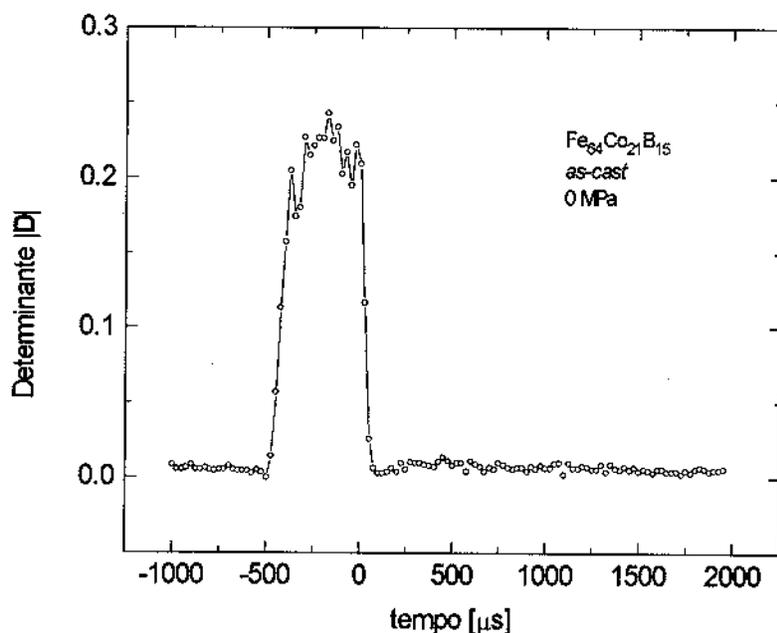
**Figura VII.7 :** Determinante da matriz de polarização medida para o suporte sem amostras.

A figura VII.8 mostra a matriz depolarização medida para uma amostra de  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  no seu estado *as-cast* sem aplicação de qualquer tensão mecânica à amostra. Esta matriz já é a matriz corrigida para a matriz vazia.



**Figura VII.8 :** Elementos da matriz depolarização medidos para uma amostra amorfa de composição  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  à temperatura ambiente sem aplicação de tensão mecânica.

Observa-se em VII.8 que os elementos da diagonal já possuem um comportamento distinto em relação aos elementos da matriz vazia. Calculando-se o determinante desta matriz chegamos ao resultado mostrado na figura VII.9. Na região fora do campo magnético, o valor do determinante é praticamente nulo, refletindo depolarização completa do feixe, ou seja, uma estrutura de domínios complexa causando a perda total da polarização do feixe. A magnetização reduzida na amostra é praticamente nula nesta região. O pulso magnético, da ordem de 200 A/m, induz a formação de domínios paralelos ao campo, ou seja, na direção z. Assim, o elemento  $D_{zz}$  na figura VII.8 sofre um aumento durante a aplicação do pulso e o determinante sofre um aumento na mesma região, refletindo o alinhamento dos domínios na direção do campo, e um aumento da magnetização da amostra. Desta figura porém, nada podemos dizer a respeito dos processo de relaxação magnética que ocorrem no material devido à complexidade da estrutura de domínios.



**Figura VII.9:** Determinante calculado da matriz depolarização medida em uma amostra amorfa de composição Fe<sub>64</sub>Co<sub>21</sub>B<sub>15</sub> sem tensão mecânica aplicada à amostra.

As figuras VII.10 e VII.11 mostram a matriz depolarização medida e o determinante calculado para a mesma amostra de Fe<sub>64</sub>Co<sub>21</sub>B<sub>15</sub> com uma tensão longitudinal de 87 MPa aplicada à amostra. Como se vê na figura VII.11, o processo de relaxação é bem visível quando a estrutura de domínios é mais regular. Podemos ver que a aplicação da tensão tem o efeito global de aumentar a magnetização média da amostra o que se reflete num aumento do valor do determinante na região onde não há campo aplicado quando compara-se a figura VII.9 com a figura VII.11. Com a aplicação de tensão mecânica, os domínios tendem a se alinhar ao longo do eixo de aplicação da tensão mecânica, como foi verificado nas medidas estáticas e de efeito *Kerr*, aumentando a magnetização média da amostra na direção *z*. De fato, o valor do elemento de matriz  $D_{zz}$  na figura VII.10 mostra claramente que o feixe polarizado em *z* não sofre grandes alterações de polarização ao atravessar a amostra. O campo magnético tem a tendência de aumentar ainda mais a magnetização o que se traduz num aumento ainda maior do valor do determinante durante a aplicação do pulso.

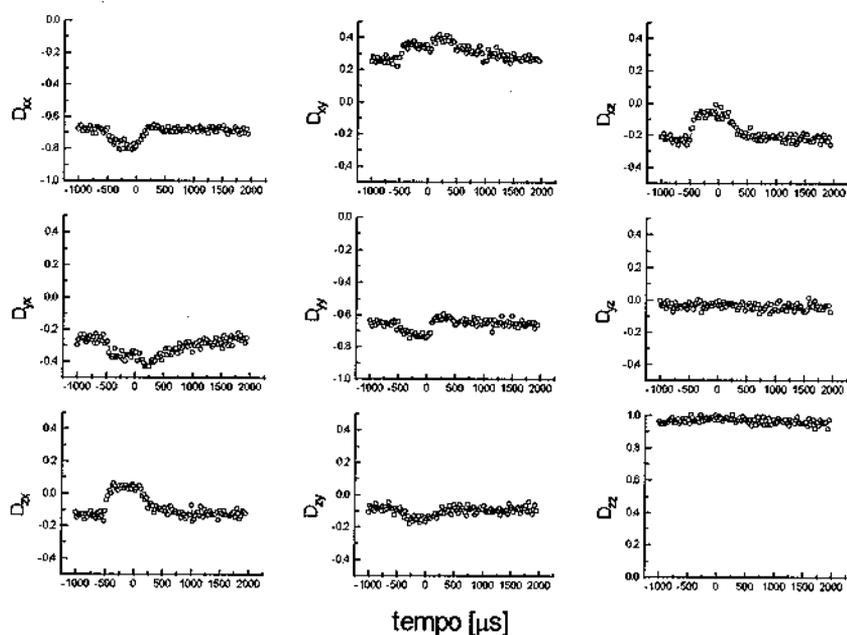


Figura VII.10: Elementos da matriz depolarização medidos para uma amostra amorfa de composição  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$ , à temperatura ambiente, sob uma tensão mecânica de 87 MPa.

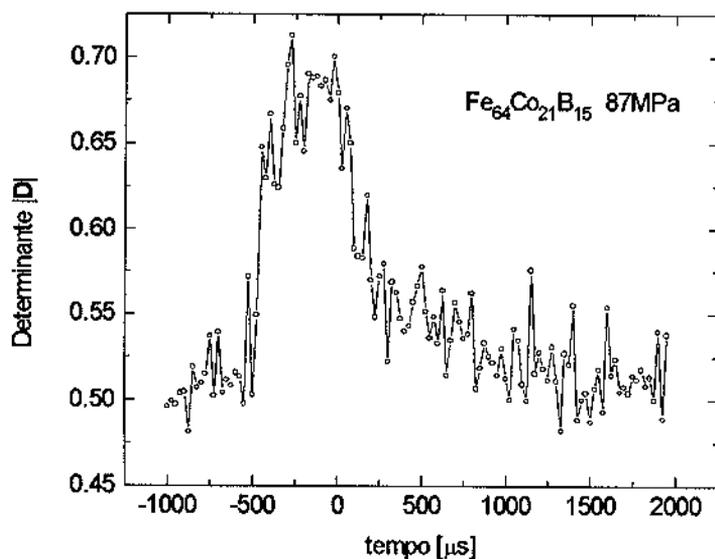


Figura VII.11: Determinante calculado da matriz de depolarização medida em uma amostra amorfa de composição  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  sob uma tensão mecânica de 87 MPa aplicada à amostra.

Aumentando-se a tensão aplicada para 199MPa, obtemos os resultados mostrados nas figuras VII.12 e VII.13.

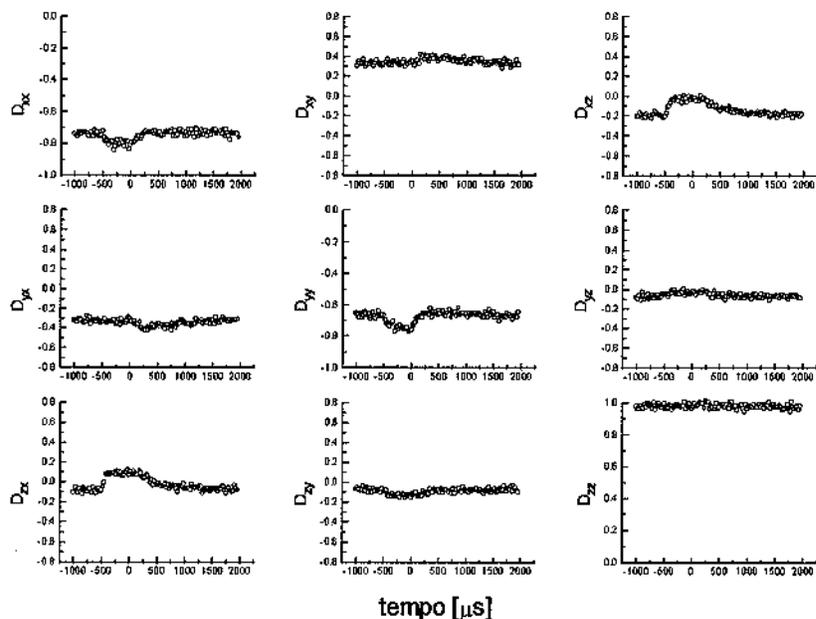


Figura VII.12: Elementos da matriz depolarização medidos para uma amostra amorfa de composição  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  sob uma tensão mecânica de 199 MPa.

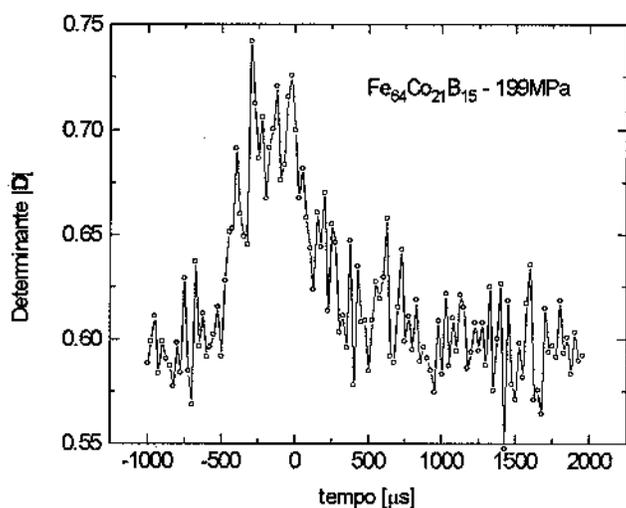
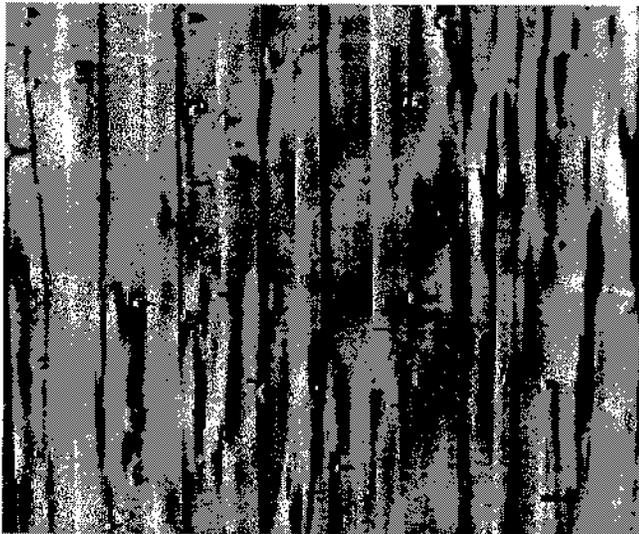


Figura VII.13: Determinante calculado da matriz depolarização medida em uma amostra amorfa de composição  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  sob uma tensão mecânica de 199 MPa.

Da figura VII.13 pode-se ver que o valor do determinante fora da região do pulso é maior que o valor observado na figura VII.11, ou seja, a magnetização da amostra tende a aumentar, tornando-se os domínios muito regulares e paralelos ao eixo de aplicação de tensão.

Fizemos o mesmo tipo de medida, para  $\sigma=0$ , em uma liga com a mesma composição, mas tratada termicamente durante 4 horas, a uma temperatura de 300° C sob uma tensão mecânica de 500MPa, para induzir uma estrutura de domínios muito regular composta por domínios longitudinais ao longo do eixo da amostra. Após o tratamento, a amostra apresenta, mesmo sem nenhuma tensão aplicada, uma estrutura de domínios como mostra a figura VII.14 obtida por microscopia eletrônica de varredura. O eixo vertical é o eixo longitudinal da amostra.



**Figura VII.14: Domínios magnéticos observados por microscopia eletrônica de varredura em uma amostra de  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  após um tratamento térmico por 4h, a 300° C sob uma tensão mecânica de 500MPa.**

As medidas de depolarização nesta amostra são mostradas na figura VII.15 E VII.16. O fenômeno de relaxação também é observado nesta amostra. Os valores obtidos para  $\sigma=0$  são menores que os valores obtidos na amostra sob tensão de 87MPa, de onde se conclui que a estrutura de domínios é menos regular que a sob 87MPa. Das fotos obtidas por efeito *Kerr* tira-se a mesma conclusão.

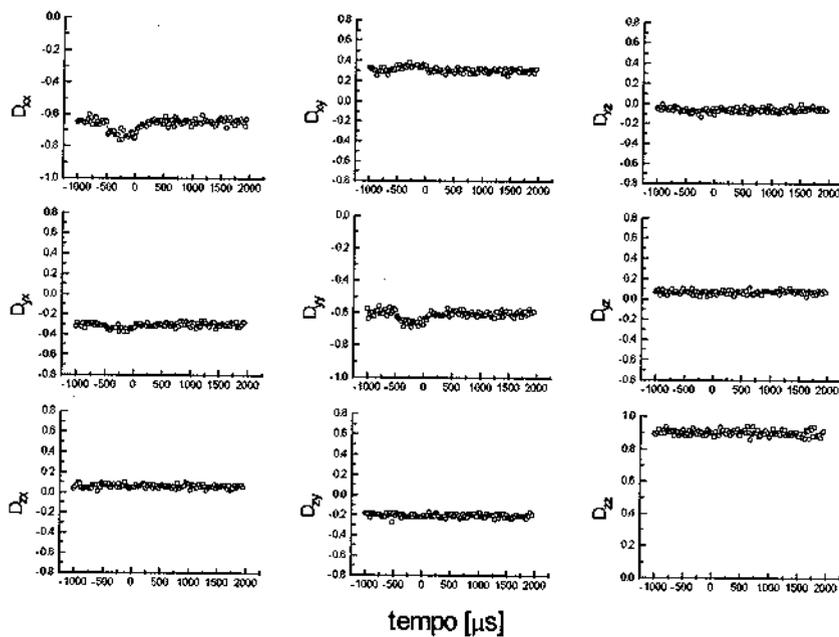


Figura VII.15: Elementos da matriz depolarização medidos à temperatura ambiente para uma amostra amorfa de composição  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  pré tratada a  $300^{\circ}C$  sob 500MPa por 4 horas.

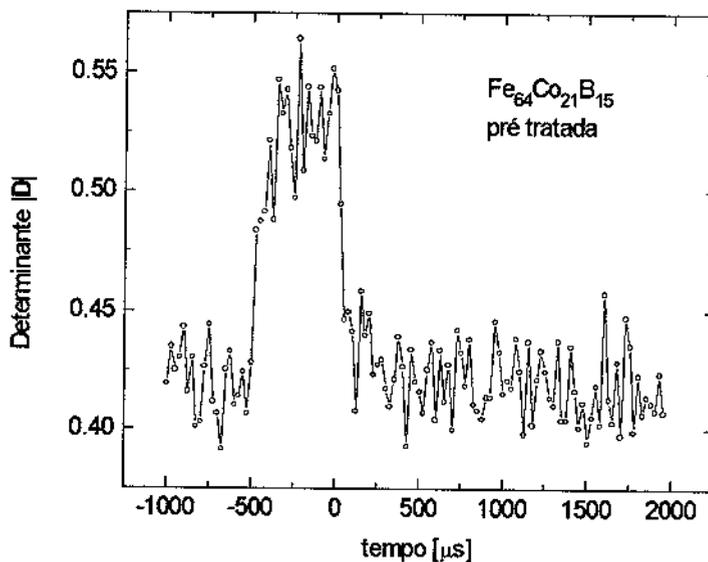


Figura VII.16: Determinante calculado da matriz depolarização medida em uma amostra amorfa de composição  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  pré tratada a  $300^{\circ}C$  sob 500MPa por 4 horas.

A figura VII.17 Mostra os determinantes obtidos em um único gráfico para efeitos de comparação.

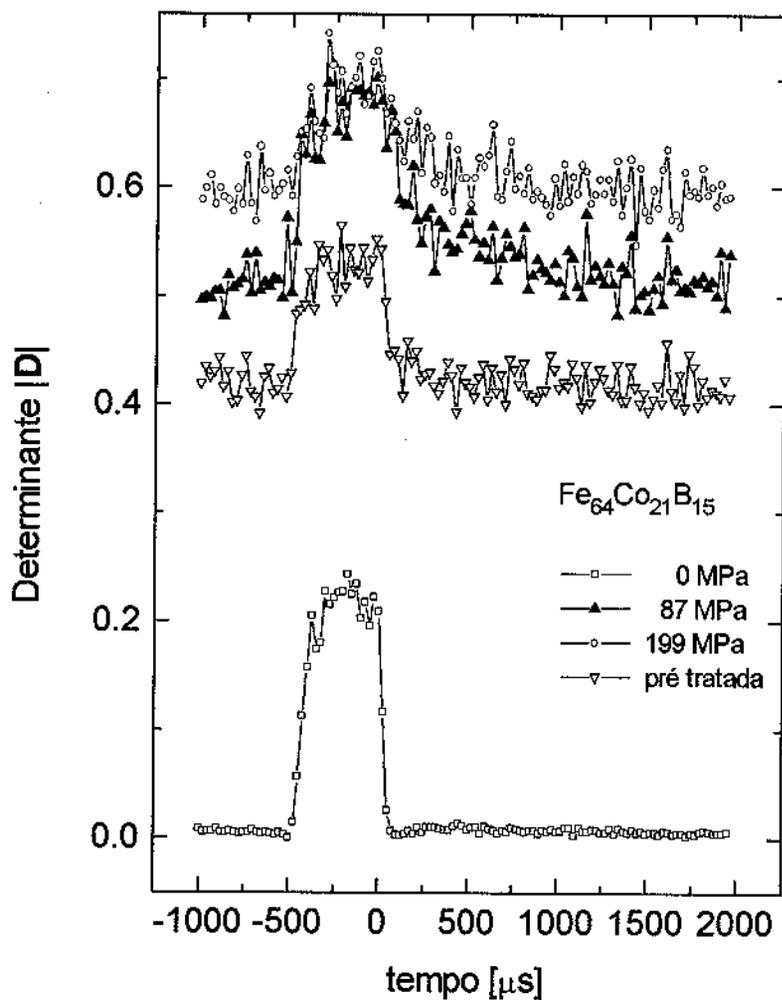


Figura VII.17: Determinantes calculados da matriz depolarização medida em uma amostra  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  submetida a tensões de 0, 87 e 199 MPa e pré tratada a  $300^{\circ} C$  sob 500MPa por 4 horas.

Um conjunto de medidas também foi efetuado em uma amostra de composição  $Co_{77}B_{23}$  que possui magnetostricção negativa. Os resultados são mostrados nas figuras VII.18, VII.19 e VII.20.

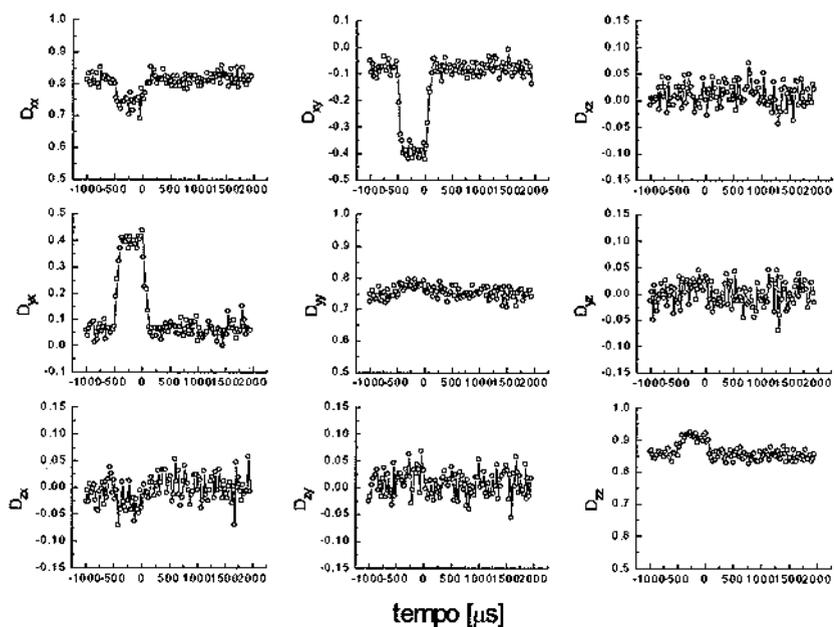


Figura VII.18: Elementos da matriz depolarização medidos para uma amostra amorfa de composição  $\text{Co}_{77}\text{B}_{23}$ , à temperatura ambiente, sem aplicação de tensão mecânica.

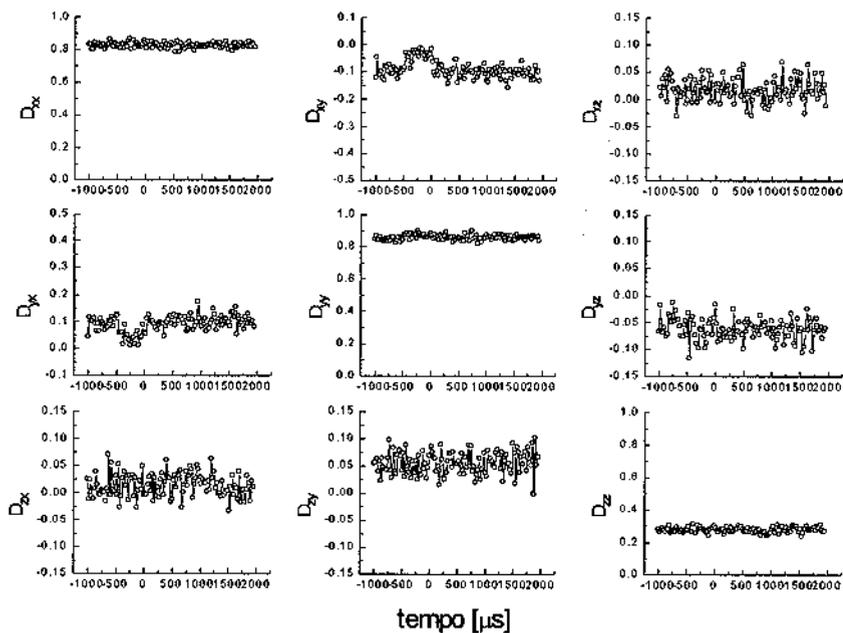


Figura VII.19: Elementos da matriz depolarização medidos para uma amostra amorfa de composição  $\text{Co}_{77}\text{B}_{23}$ , à temperatura ambiente, sob uma tensão mecânica de 300 MPa.

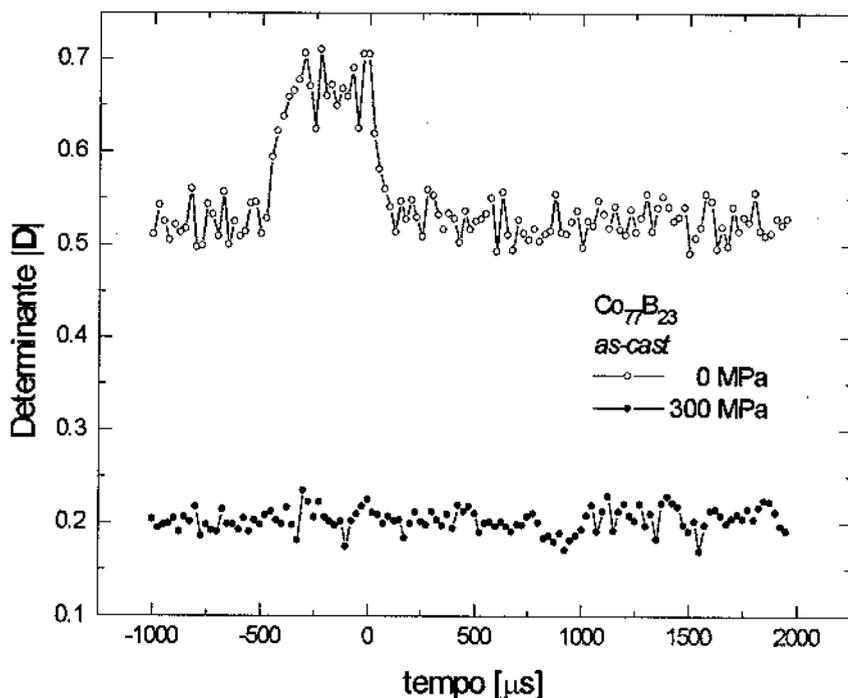
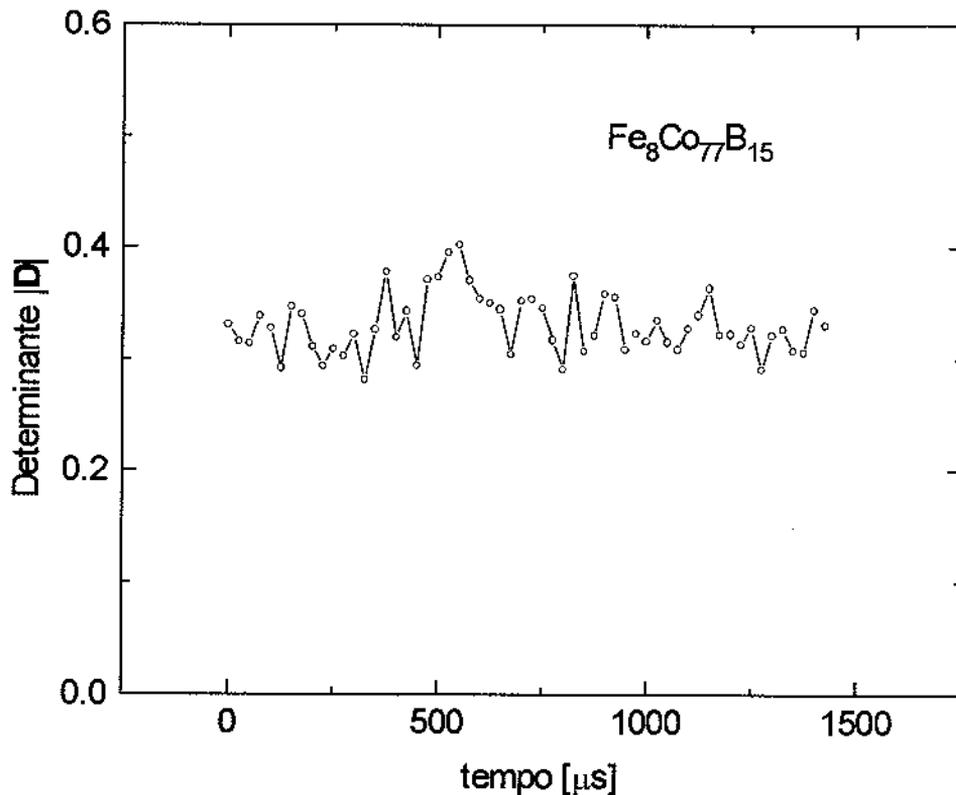


Figura VII.20: Determinante calculado da matriz depolarização medida em uma amostra amorfa de composição  $\text{Co}_{77}\text{B}_{23}$  submetida a tensões de 0 e 300 MPa.

Sem tensão mecânica aplicada se observa o efeito do campo aplicado mas o efeito de relaxação não é detectável. Quando o campo é aplicado a amostra apresenta uma estrutura de domínios orientados paralelamente ao longo da fita. A aplicação de uma tensão mecânica à uma amostra de magnetostricção negativa, como a de  $\text{Co}_{77}\text{B}_{23}$ , faz com que os domínios se orientem perpendicularmente ao eixo de aplicação da tensão. Na amostra sob 300 MPa a intensidade do pulso magnético não foi suficiente para alinhar os domínios na sua direção, o que mostra a constância do determinante durante a medida. Portanto o efeito de relaxação não foi verificado.

Medidas de depolarização também foram feitas em amostras de composição  $\text{Fe}_8\text{Co}_{77}\text{B}_{15}$  com um pulso aplicado de duração de  $50\mu\text{s}$ , sem aplicação de tensão mecânica, como mostra a figura VII.21. Nenhum efeito de relaxação foi verificado dentro desta condição do experimento.



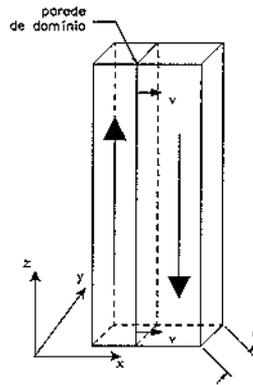
**Figura VII.21 :** Determinante da matriz de depolarização medida para uma amostra de composição  $Fe_8Co_{77}B_{15}$  sem aplicação de tensão mecânica e com um pulso de duração de  $50\mu s$ .

O fenômeno de relaxação que se observa na depolarização de nêutrons é decorrente da variação da magnetização com o decorrer do tempo. Esta variação pode ocorrer ou por deslocamentos de paredes de  $180^\circ$ , ou pela rotação da magnetização local. Pelos modelos que serão descritos nas próximas seções, e pelas medidas de indução magnética, a relaxação aqui observada foi explicada em termos da estabilização das paredes de  $180^\circ$  para uma posição de equilíbrio.

## 2.1 Modelo de deslocamento de paredes

Vamos assumir uma amostra em forma de fita, cuja espessura é de aproximadamente  $20\mu m$ , e supondo que há uma única parede de domínio de  $180^\circ$  que se desloca através do material com

uma velocidade  $v$ . Vamos assumir também que a magnetização nos domínios estão orientadas de acordo com a figura VII.22. A parede em si é considerada infinitamente pequena em relação à largura do domínio.



**Figura VII.22:** Esquema de uma parede de domínio se deslocando em uma fita. A magnetização no domínios é assumida como 1.2T, típica de uma liga de base Fe. A distância  $d$  é da ordem de  $20\mu\text{m}$ .

Tendo este modelo em mente, vamos calcular o comportamento de uma matriz depolarização quando a parede se desloca de uma posição inicial  $x(0)=0.1$ , ou seja, um único domínio apontando para  $-z$ , até uma posição exatamente no meio da amostra, quando os volumes dos domínios à esquerda e à direita da parede são iguais (magnetização média nula).

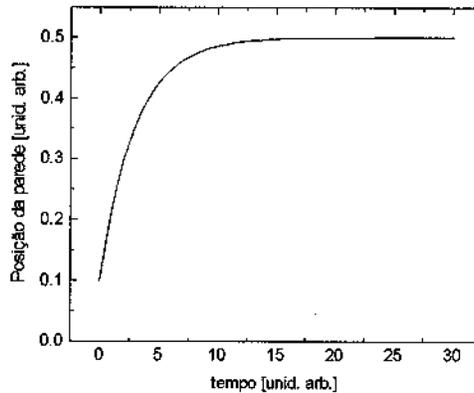
Como em cada domínio a magnetização é homogênea e a matriz que descreve a interação do vetor de polarização do feixe com a magnetização local é simplesmente a matriz de rotação pura descrita pelos parâmetros do domínio na matriz II.15. Considerando que a magnetização de saturação  $M_s=1.2\text{ T}$ , a espessura da amostra é de  $d=20\mu\text{m}$ , e conhecendo o valor de  $\gamma$ , a matriz II.15 fica para a magnetização em  $+z$ :

$$D_{+z} = \begin{bmatrix} -0.0954 & -0.995 & 0 \\ 0.995 & -0.0954 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (\text{VII.5})$$

$$D_{-z} = \begin{bmatrix} -0.0954 & 0.995 & 0 \\ -0.995 & -0.0954 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (\text{VII.6})$$

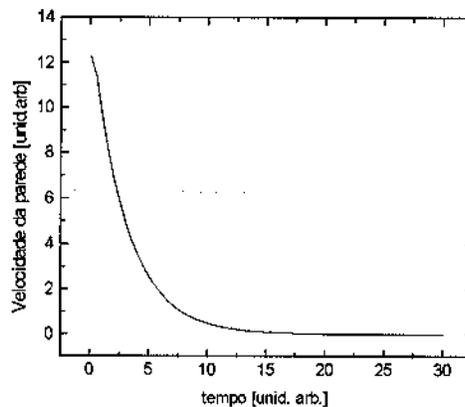
O determinante de cada matriz destas é igual a 1.0, pois são matrizes de rotação pura.

Vamos supor que a parede de domínio se desloque de sua posição inicial até sua posição de equilíbrio, como é mostrado na figura VII.23.



**Figura VII.23 :** Posição da parede em relação à extremidade esquerda da amostra em função do tempo. A parede se desloca da posição inicial até a posição de equilíbrio, onde para de se mover.

A velocidade da parede decresce progressivamente com o passar do tempo conforme mostra a figura VII.24.



**Figura VII.24 :** Velocidade de uma parede se deslocando ao longo da fita em função do tempo.

Inicialmente, como já mencionamos, a parede se encontra na margem esquerda da amostra, que portanto é composta de um único domínio apontando na direção  $-z$ . À medida que o tempo

passa e a parede se desloca em direção à borda direita da amostra, um domínio com magnetização  $+z$  cresce progressivamente. A parede atinge uma posição de equilíbrio situada em  $x(\infty)=0.5$ , onde os domínios  $-z$  e  $+z$  têm iguais volumes.

O feixe de nêutrons que atravessa a amostra pode ser subdividido em duas partes, uma relativa a parte que irá interagir com  $D_{-z}$  e outra relativa à interação com  $D_{+z}$ . A matriz total que descreve o comportamento do vetor de polarização quando um feixe atravessa esta região pode ser calculada através da média ponderada destas duas matrizes, considerando como pesos a porção relativa que cada sub-feixe representa em relação a área de seção total da amostra. Considerando uma área total unitária, a matriz final pode calculada pela relação:

$$D_f = x(t)D_{+z} + [1-x(t)]D_{-z} \tag{VII.7}$$

Esta equação só é válida para o caso descrito pela figura VII.22 onde há uma única camada de domínios. Para um sistema de várias camadas é necessário fazer a média já descrita no capítulo sobre depolarização.

A matriz depolarização calculada desta maneira é mostrada da figura VII.25.

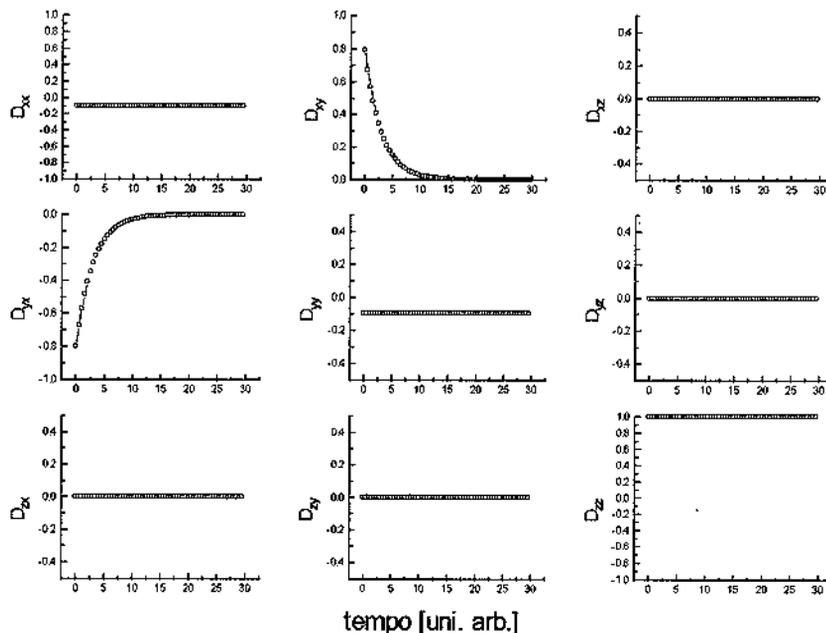
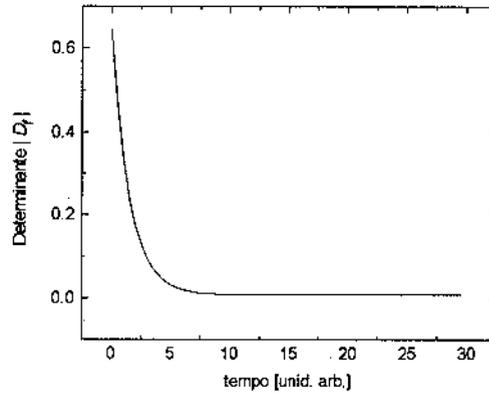


Figura VII.25 : Matriz depolarização calculada para o movimento de uma parede de domínio.

Calculando-se o determinante  $|D_f|$  em função do tempo obtemos o resultado mostrado na figura VII.26.

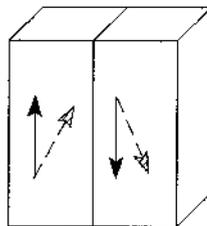


**Figura VII.26 :** Determinante da matriz depolarização em função do tempo calculada assumindo um modelo de uma parede se deslocando ao longo da amostra.

O determinante obtido descreve o processo de relaxação da parede se deslocando de uma posição inicial até a posição de equilíbrio.

## 2.2 Modelo de rotação da magnetização local

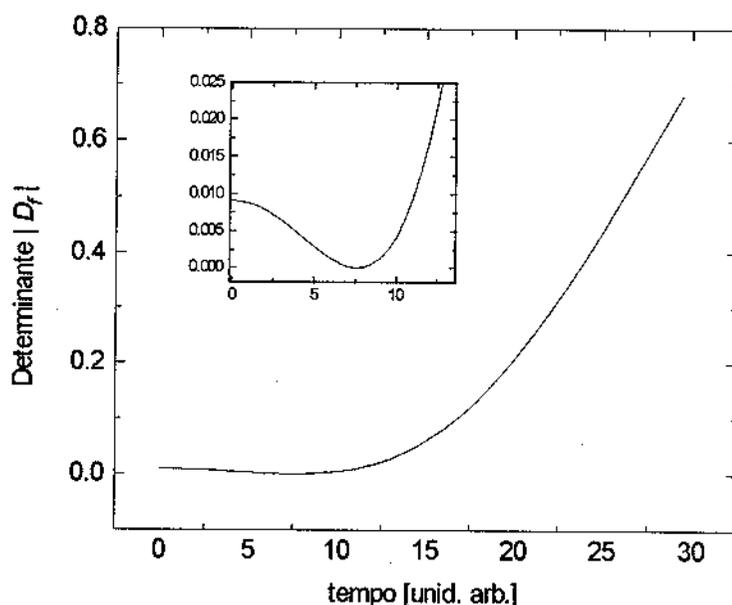
Vamos assumir agora que ao invés de uma parede se deslocando temos apenas uma rotação da magnetização local dentro do domínio ocorrendo. Inicialmente temos dois domínios idênticos antiparalelos, e a magnetização de ambos roda da maneira mostrada na figura VII.27



**Figura VII.27:** Rotação da magnetização local nos domínios sem que haja deslocamento da parede de domínio.

Calculamos a matriz depolarização e o determinante da mesma do mesmo modo que para o deslocamento de paredes. Inicialmente consideramos a parede fixa no meio da amostra, isto é, que  $x$  é fixo em 0.5, e que os cosenos diretores na matriz depolarização vão se alterando com o tempo.

O resultado final é mostrado na figura VII.28.



**Figura VII.28:** Determinante calculado da matriz depolarização para o caso de uma rotação simples da magnetização local dentro dos domínios. A curva menor mostra um detalhe do que ocorre nos primeiros instantes.

Comparando as figuras VII.26 e VII.28 com a figura VII.17, podemos ver que a hipótese de que o fenômeno de relaxação observado nos determinantes das amostras de  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  está relacionado com paredes de domínio planares se deslocando pelo material é muito razoável.

### 3. Medidas de indução magnética

Como foi dito no item anterior, há uma impossibilidade de se obter informações sobre os processos de magnetização para tempos menores que  $10^{-4}$ s com medidas de depolarização de nêutrons. Desta forma, foram realizadas medidas de indução magnética de acordo com o procedimento descrito no capítulo V.

As figuras VII.29 a VII.38 mostram medidas de indução magnética para um pulso magnético de duração  $\tau=500\mu\text{s}$  em  $\text{Fe}_8\text{Co}_{77}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{21}\text{Co}_{64}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{42.5}\text{Co}_{42.5}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{55}\text{Co}_{30}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  (*as-cast* e pré-tratada),  $\text{Fe}_{73}\text{Co}_{12}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{85}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Co}_{77}\text{B}_{23}$  e  $\text{FeSi}$ . Foram efetuadas medidas também para  $\tau=50\mu\text{s}$ ,  $100\mu\text{s}$ ,  $200\mu\text{s}$ ,  $1\text{ms}$  e  $2\text{ms}$ . A intensidade do pulso para todas as

medidas foi de 180A/m.

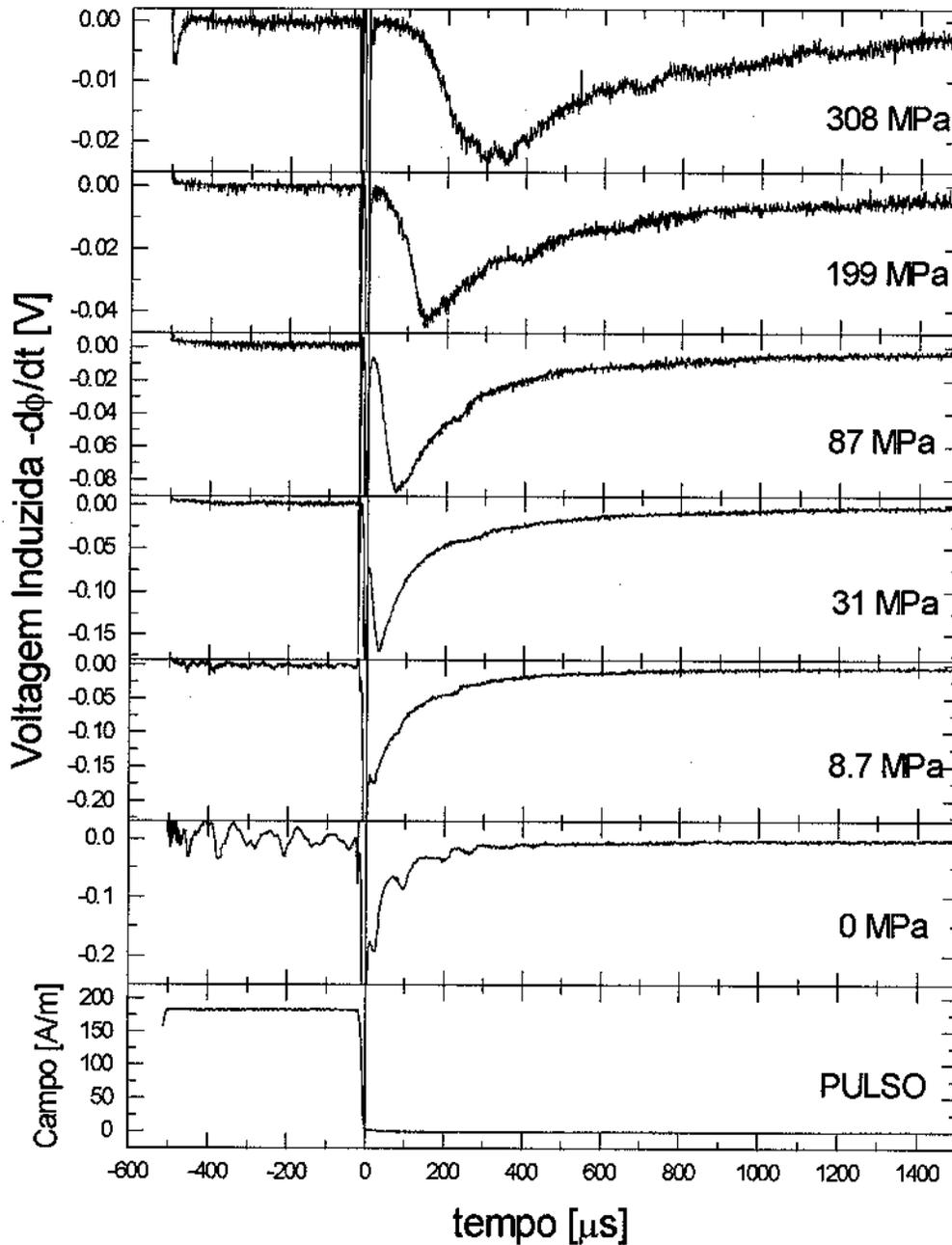


Figura VII.29 : Tensão induzida no secundário de um sistema de bobinas *pick-up* compensado proveniente de uma amostra de composição  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  no estado *as-cast* sob diversas tensões mecânicas.

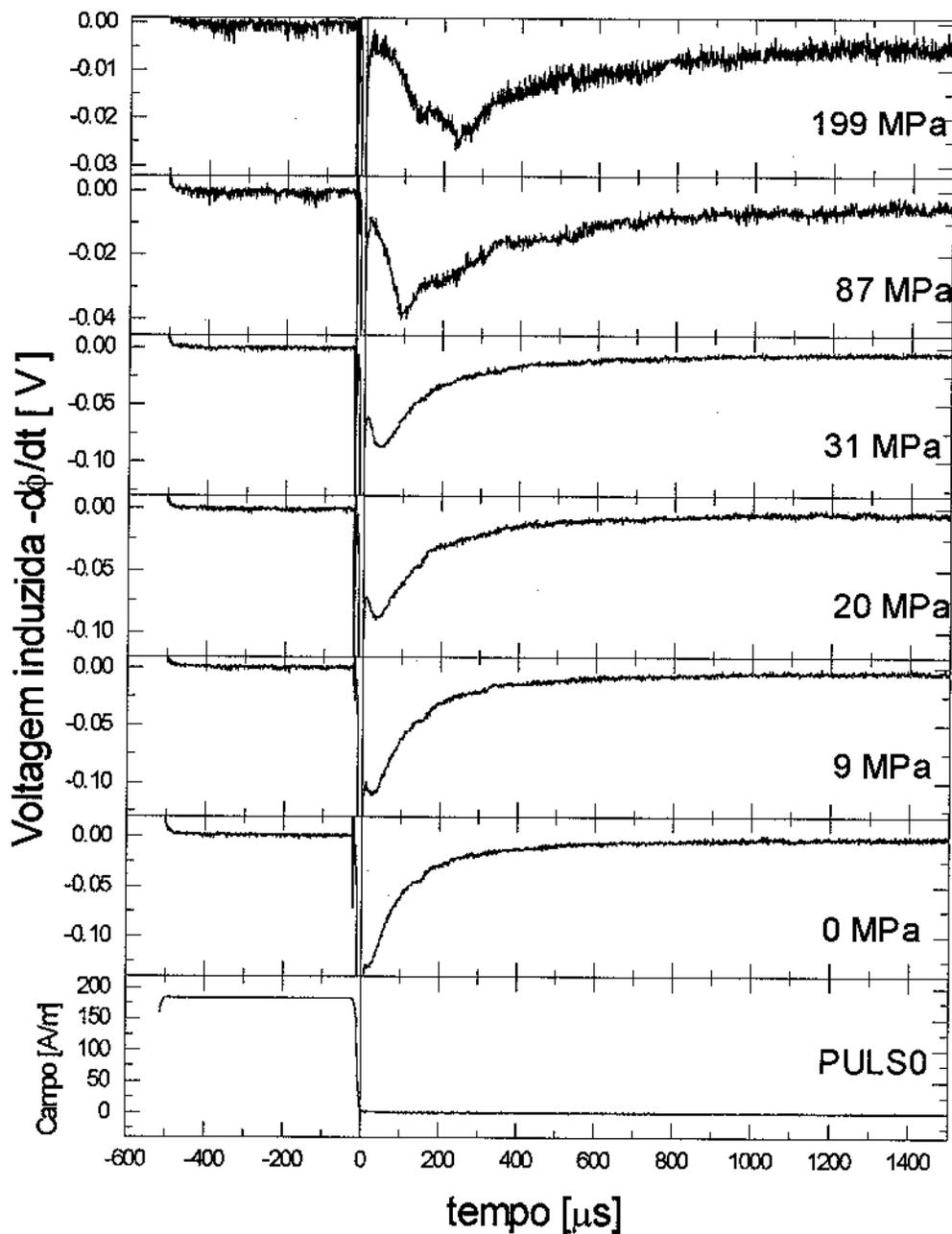


Figura VII.30 : Tensão induzida no secundário de um sistema de bobinas *pick-up* compensado proveniente de uma amostra de composição  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  pré tratada sob diversas tensões mecânicas.

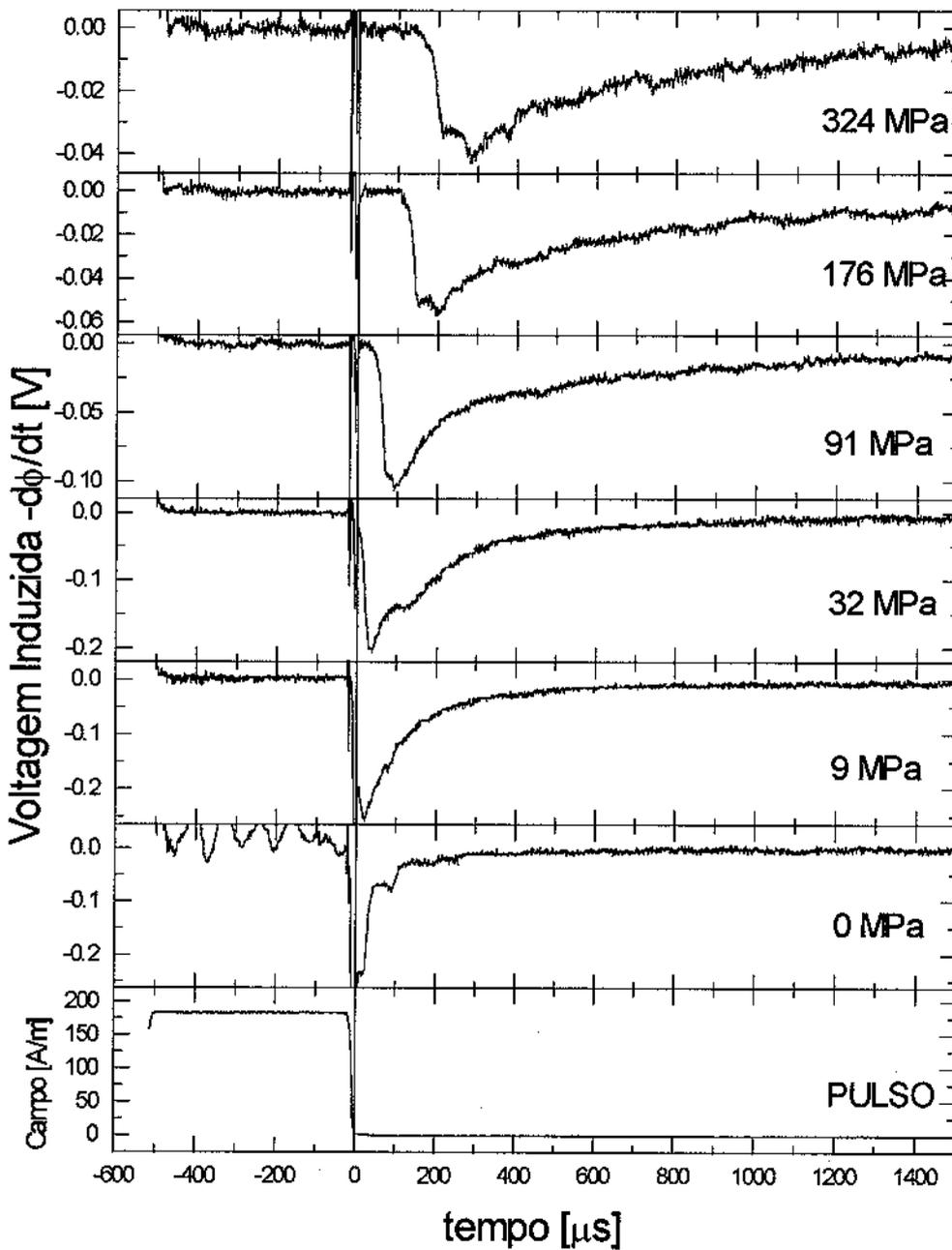


Figura VII.31 : Tensão induzida no secundário de um sistema de bobinas *pick-up* compensado proveniente de uma amostra de composição  $Fe_{73}Co_{12}B_{15}$  no estado *as-cast* sob diversas tensões mecânicas.

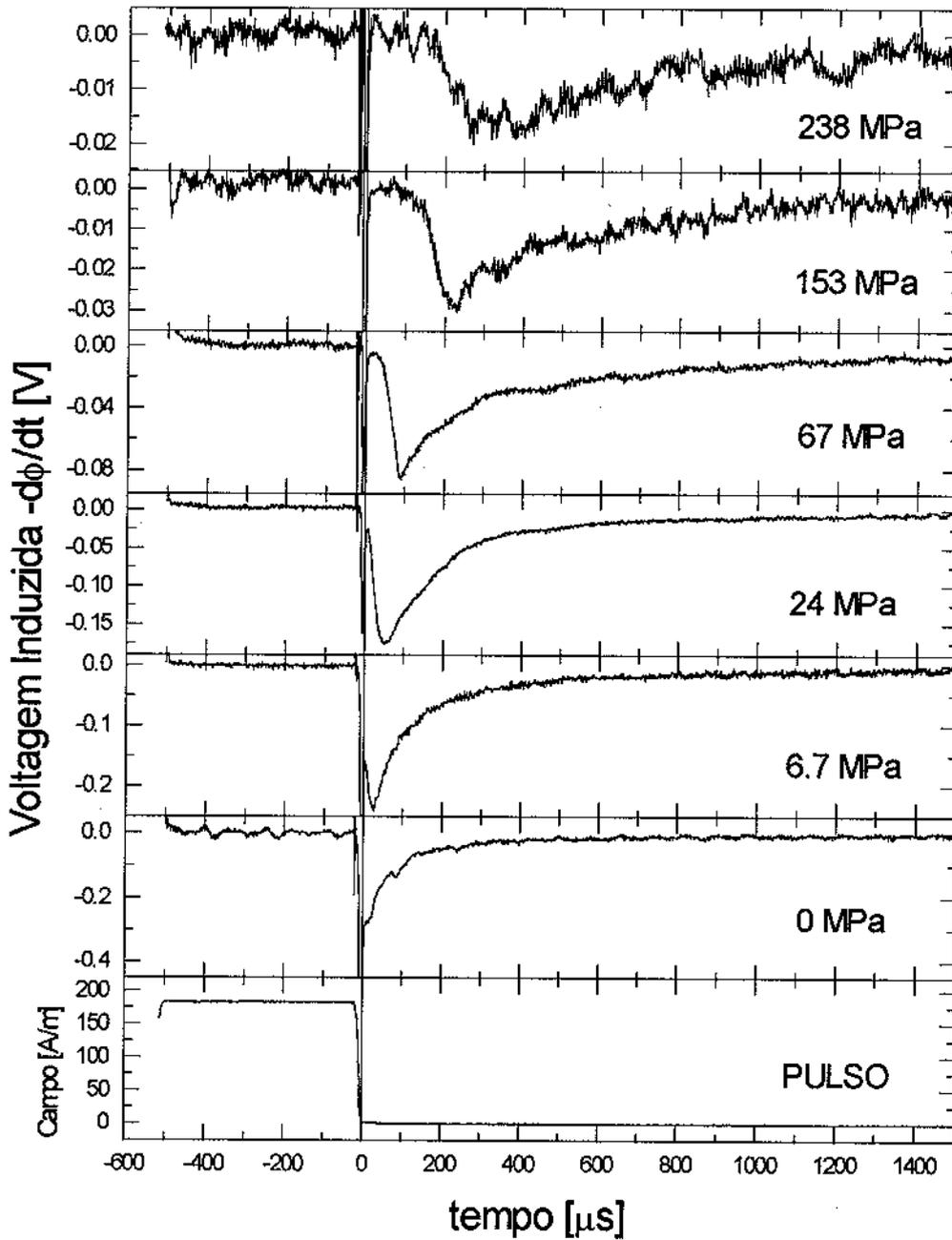


Figura VII.32: Voltagem induzida no secundário de um sistema de bobinas *pick-up* compensado proveniente de uma amostra de composição  $Fe_{55}Co_{30}B_{15}$  no estado *as-cast* sob diversas tensões mecânicas.

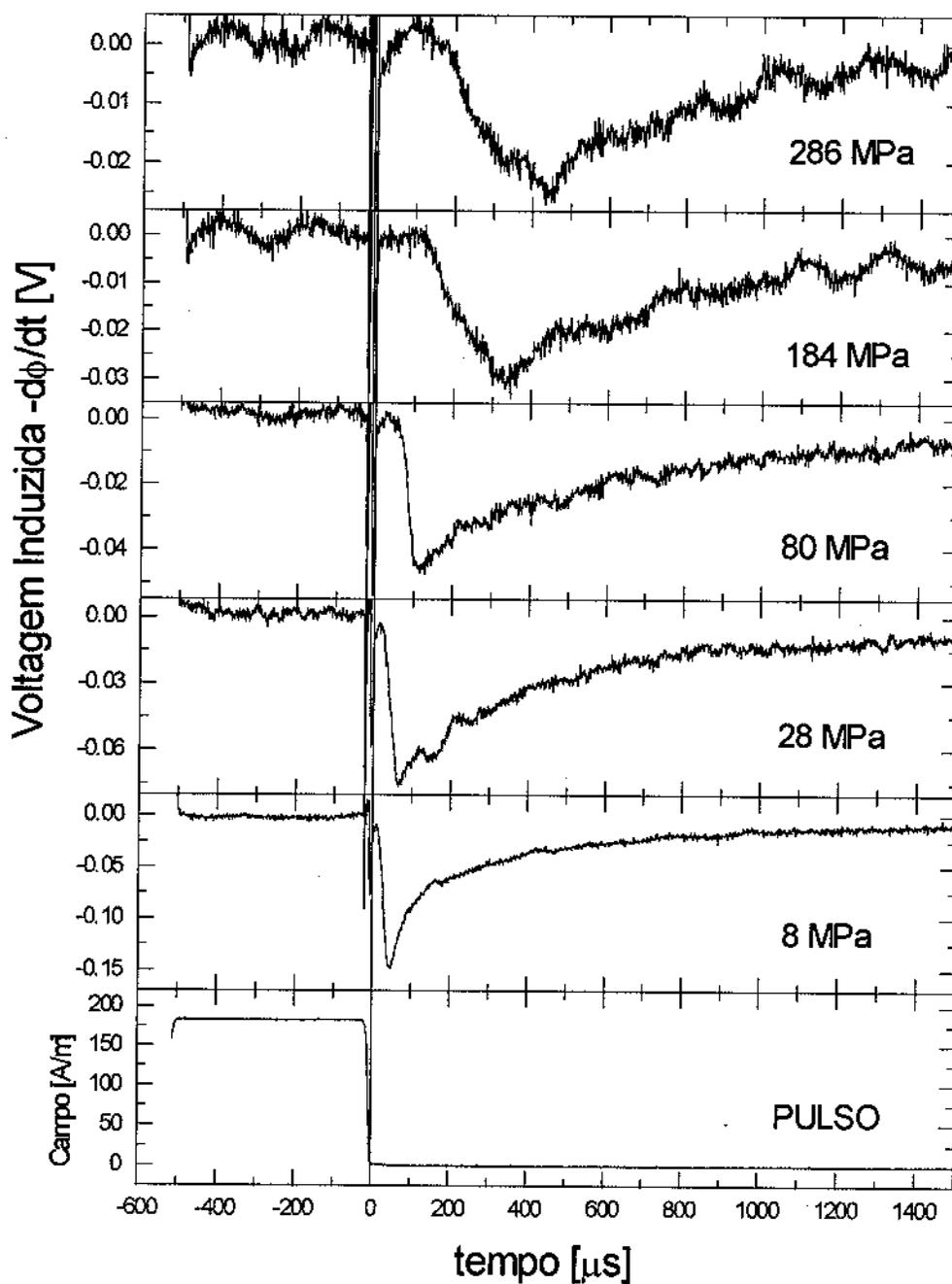


Figura VII.33: Voltagem induzida no secundário de um sistema de bobinas *pick-up* compensado proveniente de uma amostra de composição  $\text{Fe}_{42.5}\text{Co}_{42.5}\text{B}_{15}$  no estado *as-cast* sob diversas tensões mecânicas.

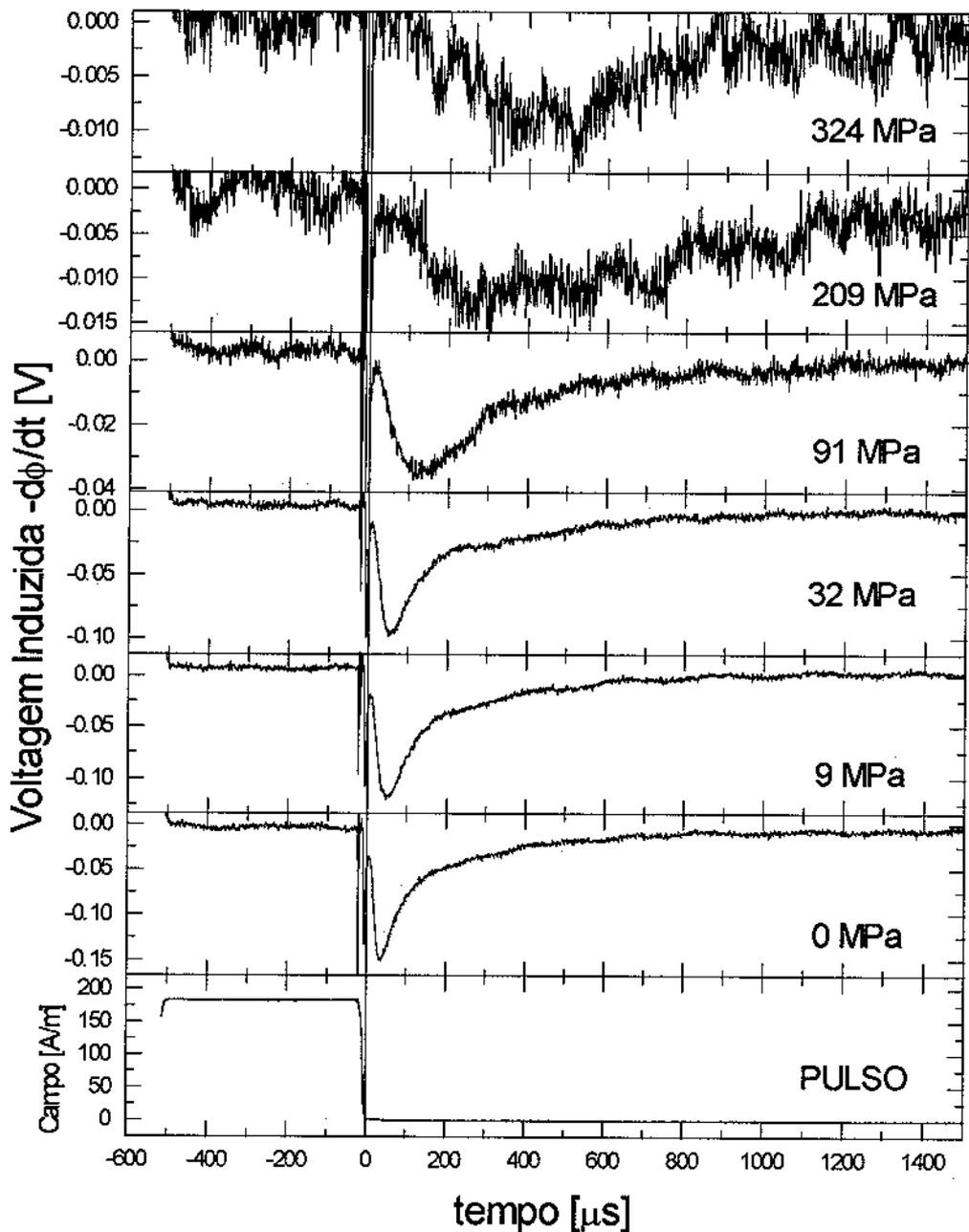


Figura VII.34: Voltagem induzida no secundário de um sistema de bobinas *pick-up* compensado proveniente de uma amostra de composição  $\text{Fe}_{21}\text{Co}_{64}\text{B}_{15}$  no estado *as-cast* sob diversas tensões mecânicas.

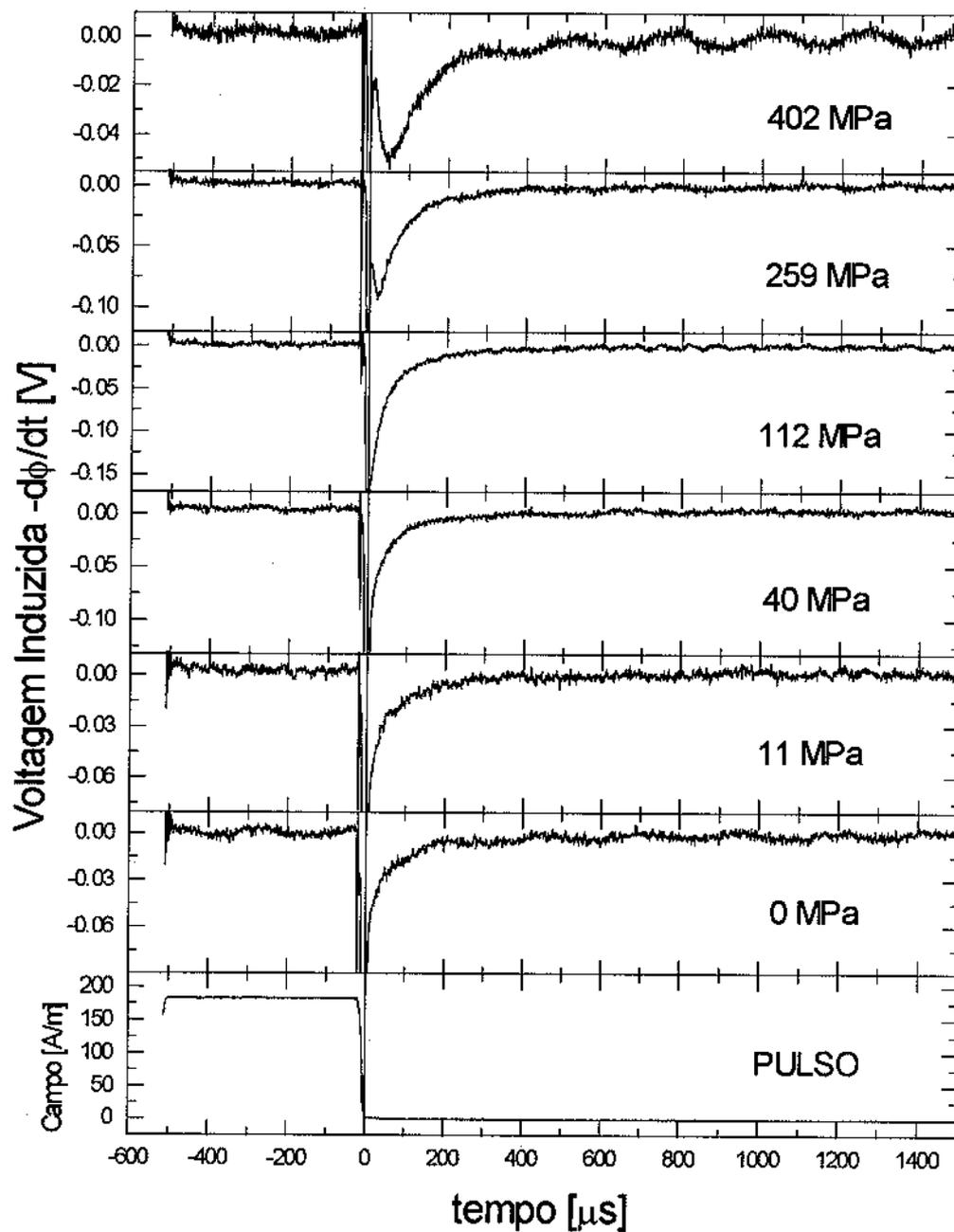


Figura VII.35: Tensão induzida no secundário de um sistema de bobinas *pick-up* compensado proveniente de uma amostra de composição  $\text{Fe}_8\text{Co}_{77}\text{B}_{15}$  no estado *as-cast* sob diversas tensões mecânicas.

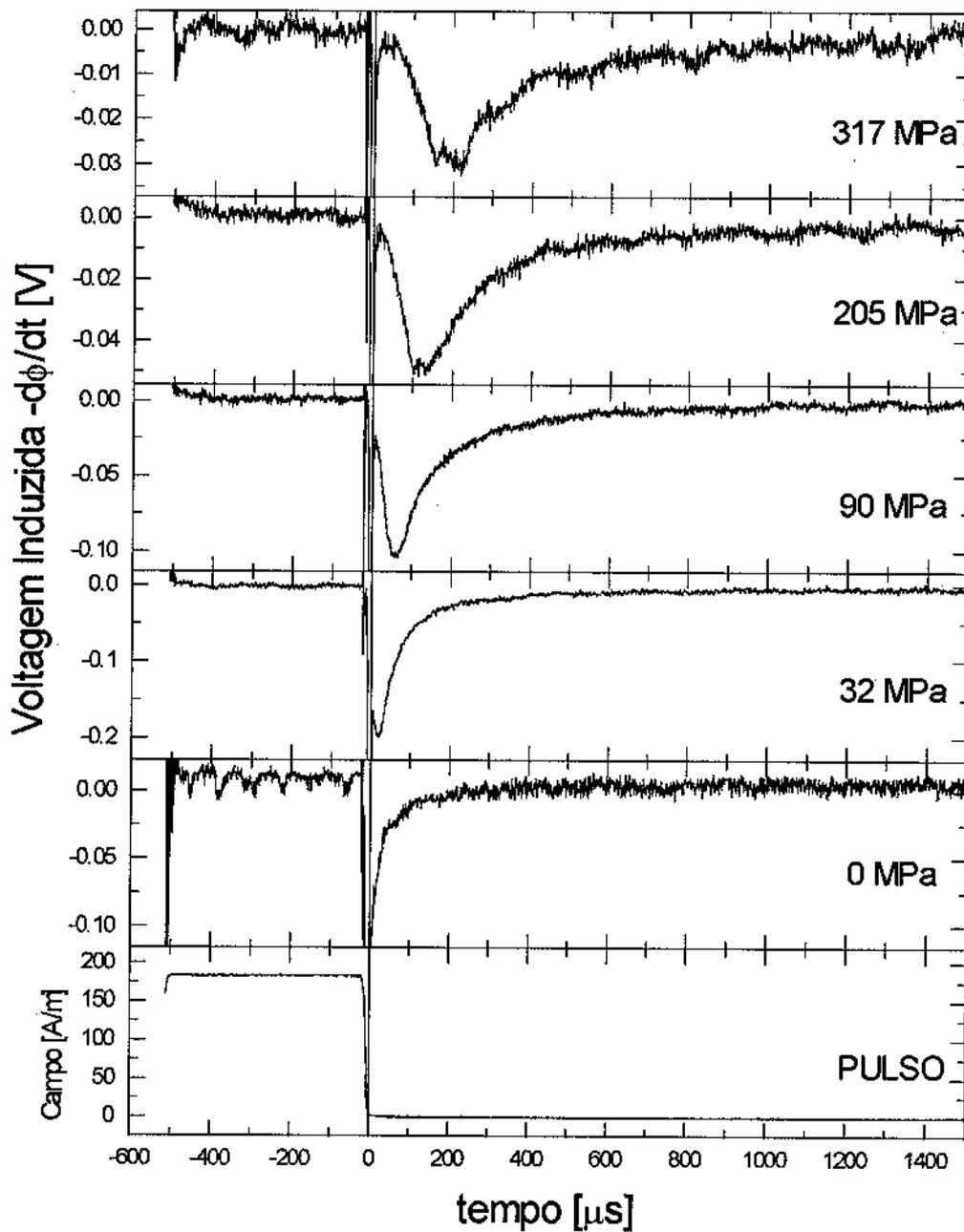


Figura VII.36 : Voltagem induzida no secundário de um sistema de bobinas *pick-up* compensado proveniente de uma amostra de composição  $\text{Fe}_{85}\text{B}_{15}$  no estado *as-cast* sob diversas tensões mecânicas.

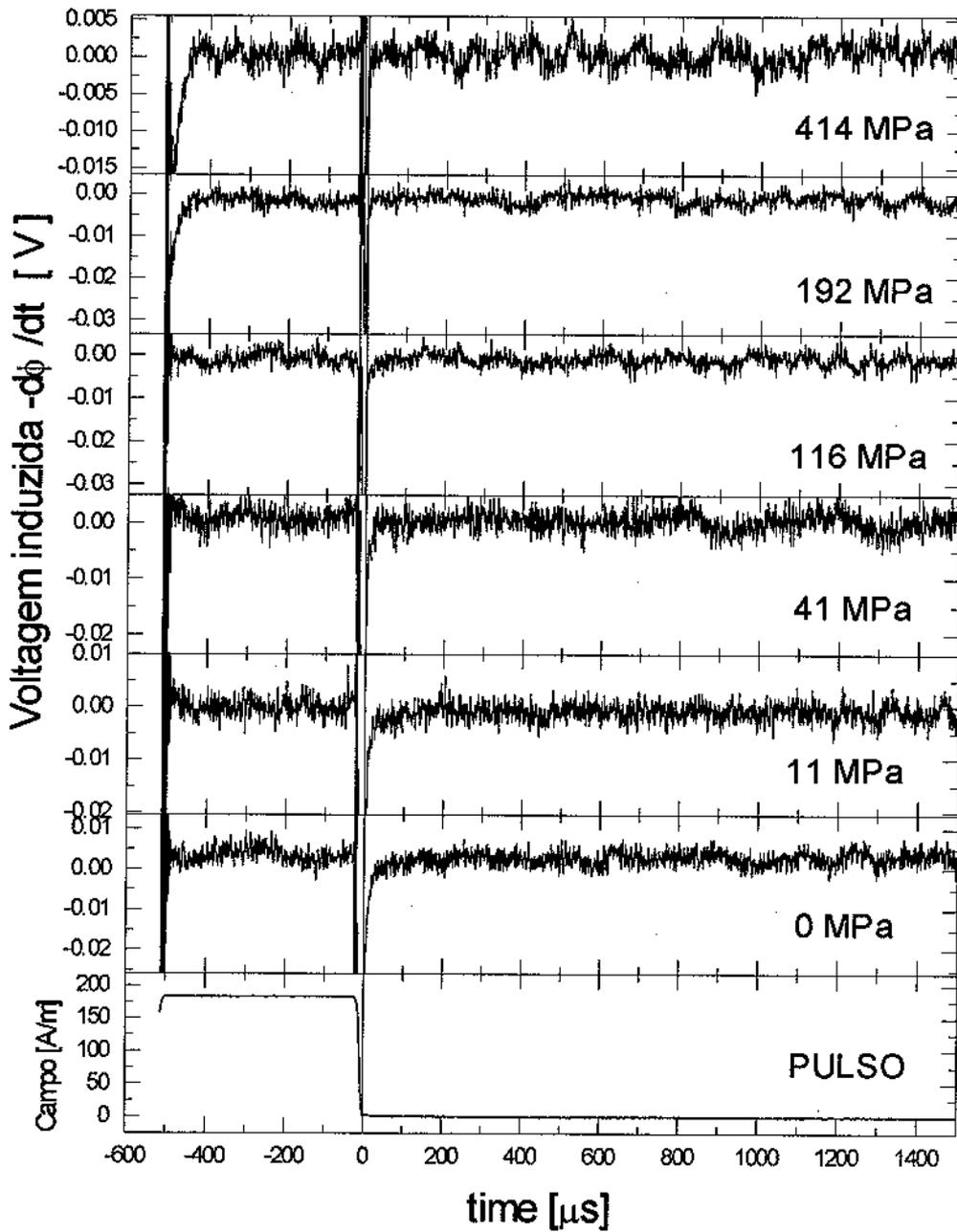


Figura VII.37 : Voltagem induzida no secundário de um sistema de bobinas *pick-up* compensado proveniente de uma amostra de composição  $C_{0.77}B_{2.3}$  no estado *as-cast* sob diversas tensões mecânicas.

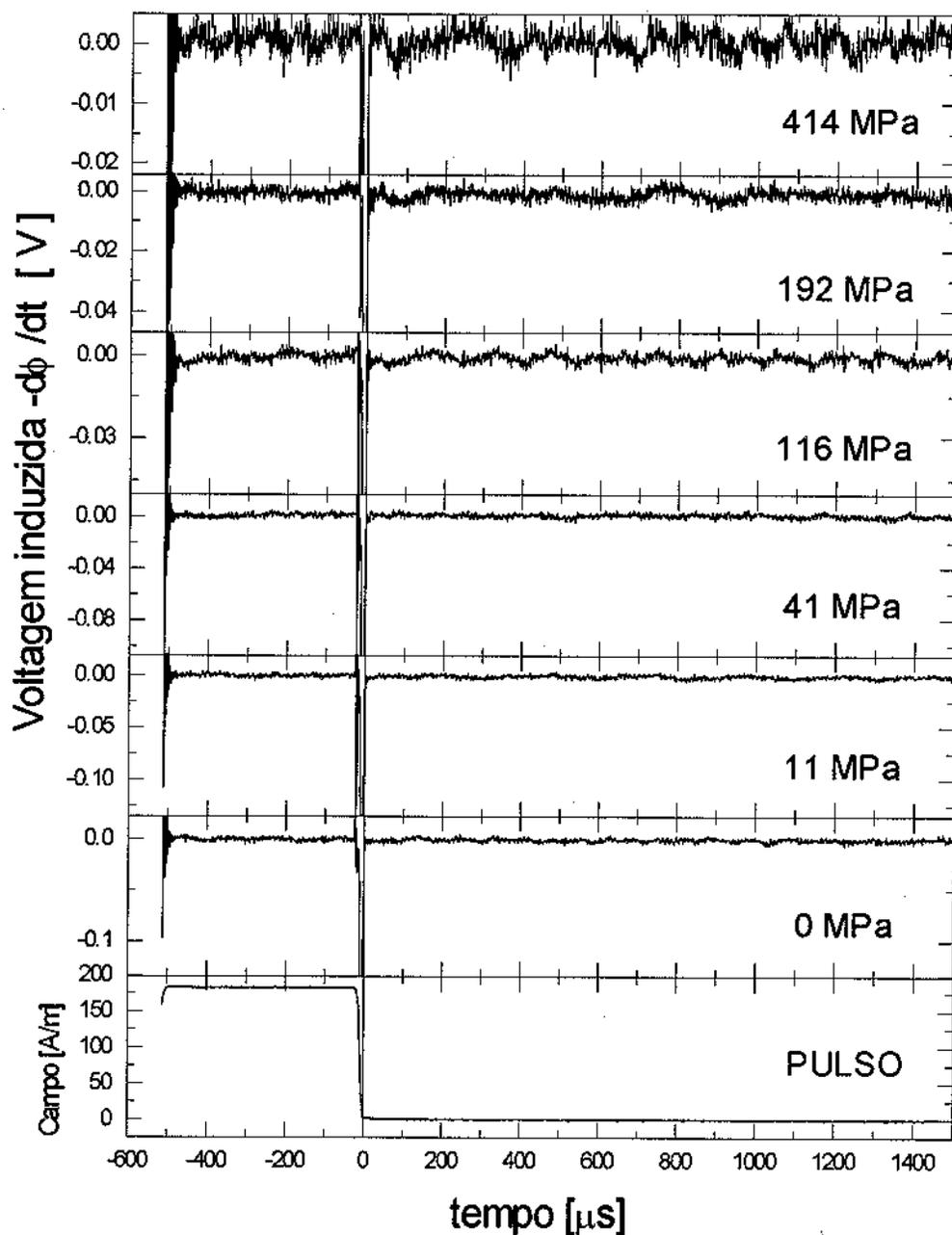
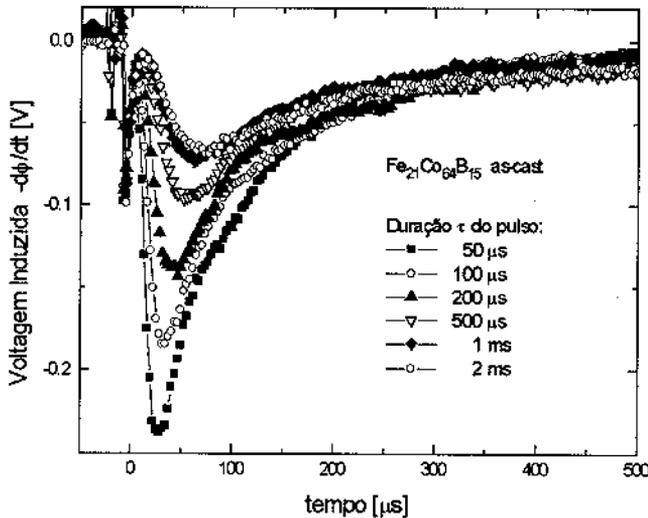


Figura VII.38 : Tensão induzida no secundário de um sistema de bobinas *pick-up* compensado proveniente de uma amostra cristalina de composição Fe-Si 6.5%, produzida por *melt-spinning*, sob diversas tensões mecânicas.

Para diferentes valores de  $\tau$  também observa-se uma alteração no pico de indução. Um exemplo é mostrado na figura VII.39, onde a amostra escolhida foi  $\text{Fe}_{21}\text{Co}_{64}\text{B}_{15}$ .



**Figura VII.39 :** Variação do pico de indução com a duração  $\tau$  do pulso magnético aplicado para a amostra de  $\text{Fe}_{21}\text{Co}_{64}\text{B}_{15}$  *as-cast*.

Em todas as amostras da série  $[\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x]_{85}\text{B}_{15}$  é possível se observar a formação de um pico claro de voltagem induzida para  $t > 0$  e depois um relaxamento ao decorrer do tempo, como foi observado na experiência de depolarização de nêutrons. A intensidade e posição do pico no tempo se alteram com a tensão aplicada, com  $\tau$  (ver figura VII.39) e com tratamentos térmicos (ver figura VII.30) na amostra. Conforme a tensão mecânica aumenta, a voltagem diminui e o pico se torna mais largo e se desloca para altos valores de tempo, refletindo então a anisotropia induzida na amostra, o que é comprovado também para medidas com diversos valores de  $\tau$  e também para a amostra que passa por um tratamento térmico. Para a amostra de  $\text{Co}_{77}\text{B}_{23}$ , nenhum pico é observado e no Fe-Si nem a relaxação foi observada. Análises e discussões

### 3. 1 Relaxação magnética

Tendo em vista que este experimento foi realizado nas mesmas condições da experiência de nêutrons, a relaxação observada após  $100\mu\text{s}$  (limite de tempo para a experiência de nêutrons) deve provir do mesmo processo de magnetização. Formulemos então aqui um modelo que possa

explicar a relaxação magnética para as medidas de indução, baseados no deslocamento de paredes de  $180^\circ$ .

Assumindo que o fim do processo de nucleação de novas paredes de domínio ocorre no ponto máximo, e assumindo que essas paredes de  $180^\circ$  estão sujeitas a uma força de amortecimento  $F_x$ , conforme a figura VII.40, a equação de movimento das paredes pode ser escrita por:

$$\beta \dot{x} + \alpha [x(t) - x_0] = 0 \quad (\text{VII.8})$$

onde  $x_0$  é a posição de equilíbrio da parede.

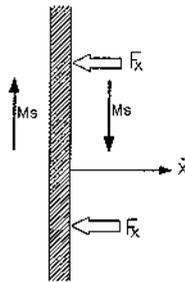


Figura VII.40 : Movimento de parede sujeita a uma força de amortecimento  $F_x = \beta \dot{x}$ .

Supondo que  $\beta$  varie linearmente no tempo, isto é :

$$\beta = \beta_0 + \beta_1 t \quad (\text{VII.9})$$

e substituindo este valor na equação VII.8, teremos:

$$(\beta_0 + \beta_1 t) \dot{x} + \alpha (x - x_0) = 0 \quad (\text{VII.10})$$

cuja solução é dada por:

$$x(t) = x_0 + \left[ 1 - \exp \left( -\alpha \int_0^t \frac{dt'}{\beta_0 + \beta_1 t'} \right) \right] \quad (\text{VII.11})$$

Resolvendo a integral acima, a solução poderá ser escrita como:

$$x(t) = x_0 \left[ 1 - \frac{1}{\left( 1 + \frac{\beta_1 t}{\beta_0} \right)^{\alpha/\beta_1}} \right] \quad (\text{VII.12})$$

ou ainda:

$$\frac{x(t)}{x_0} - 1 = - \frac{1}{\left( 1 + \frac{\beta_1 t}{\beta_0} \right)^{\alpha/\beta_1}} \quad (\text{VII.13})$$

Escolhendo alguns valores convenientes para  $\alpha$ ,  $\beta_0$  e  $\beta_1$  teremos as seguintes curvas, mostradas na figura VII.41:

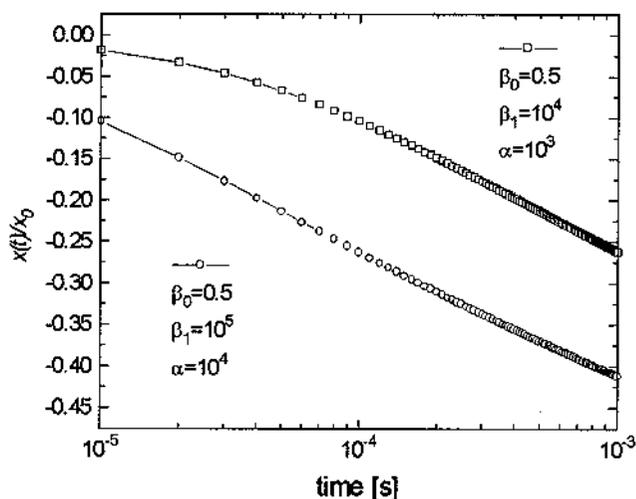


Figura VII.41 :  $x(t)/x_0$  em função do tempo calculado escolhendo valores arbitrários de  $\beta$  e  $\alpha$ .

Como podemos ver, o comportamento da curva representada na figura VII.41 num certo intervalo de tempo, se assemelha a uma função logarítmica.

Para podermos comparar este modelo com os dados experimentais, foram obtidas curvas de magnetização integrando as curvas de indução a partir de  $t_0=10^{-4}$ s, em função do tempo. A variação da magnetização é definida como  $M(t)-M(t_0)$ . O decaimento destas curvas é semelhante a do modelo teórico, como mostram as figuras VII.42 a VII.46.

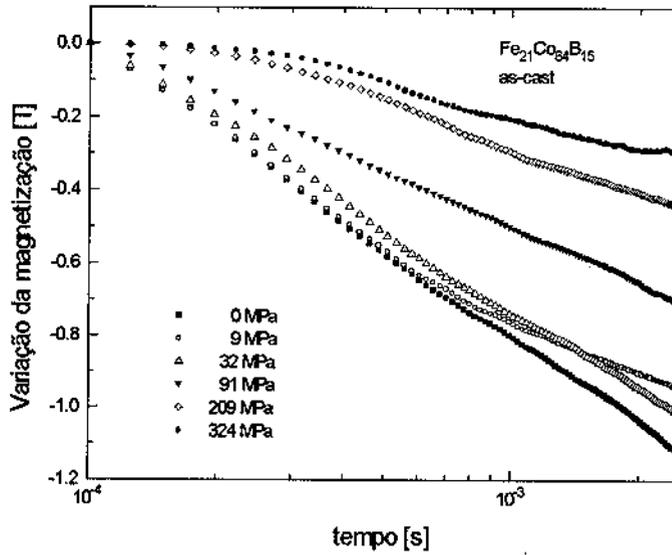
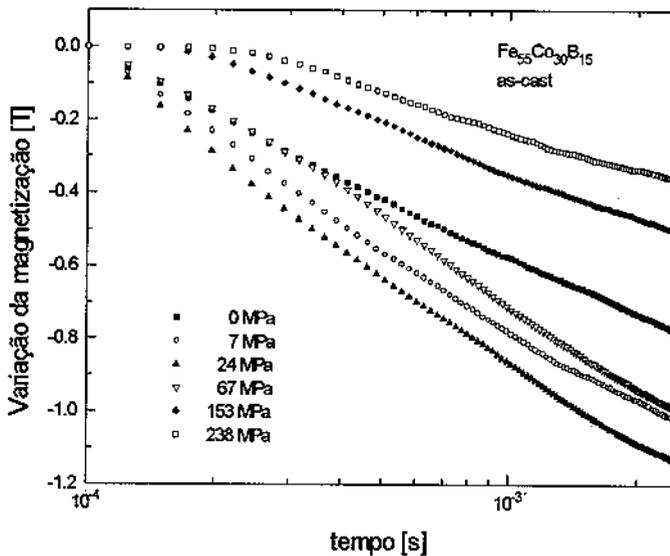


Figura VII.42 : Variação da magnetização em função do tempo para amostra de  $\text{Fe}_{21}\text{Co}_{64}\text{B}_{15}$  para diversas tensões



aplicadas.

Figura VII.43 : Variação da magnetização em função do tempo para amostra de  $\text{Fe}_{55}\text{Co}_{30}\text{B}_{15}$  para diversas tensões aplicadas.

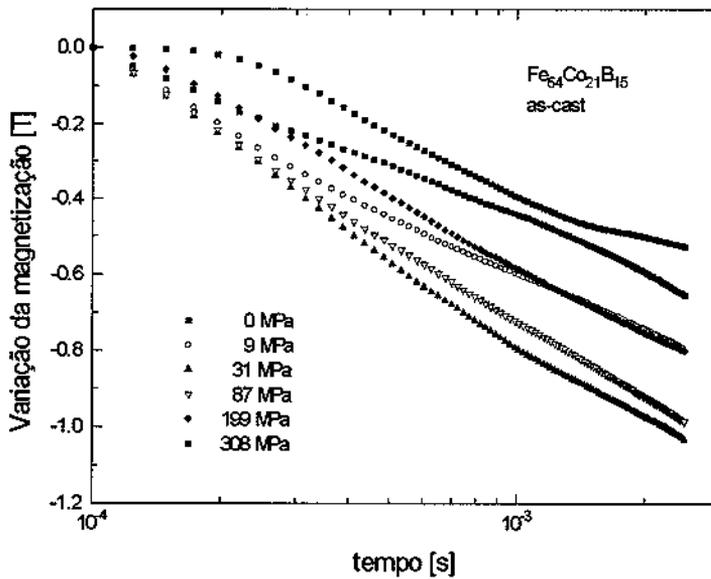


Figura VII.44 : Variação da magnetização em função do tempo para amostra de  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$  para diversas tensões aplicadas.

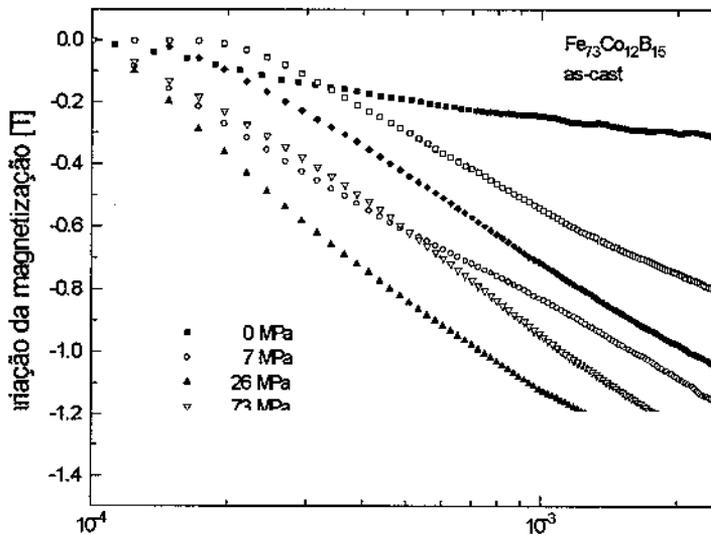


Figura VII.45 : Variação da magnetização em função do tempo para amostra de  $\text{Fe}_{73}\text{Co}_{12}\text{B}_{15}$  para diversas tensões aplicadas.

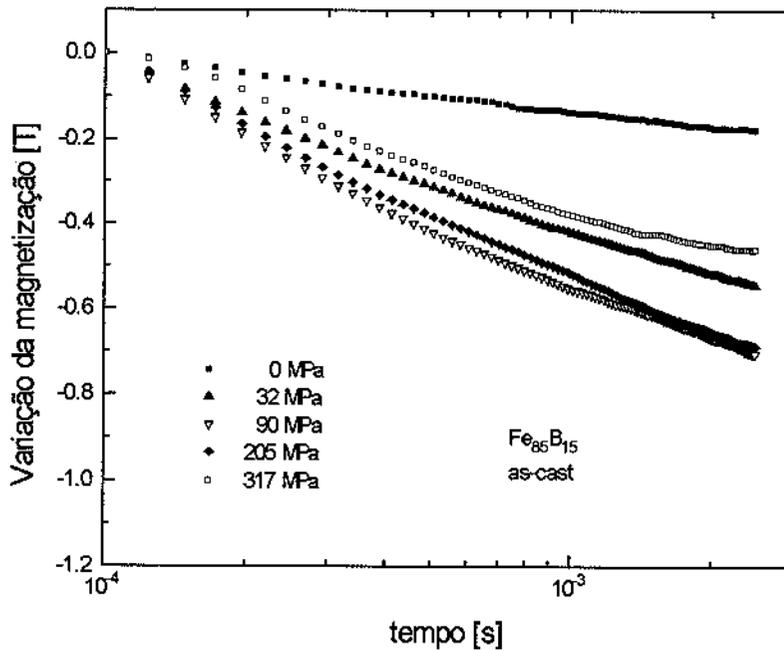


Figura VII.46 : Variação da magnetização em função do tempo para amostra de  $Fe_{85}B_{15}$  para diversas tensões aplicadas.

Como é esperado, o comportamento da relaxação obtida pelas medidas de depolarização de nêutrons concorda muito bem com as curvas de variação de indução mostradas, indicando que realmente o relaxamento observado em ambos os casos provém do mesmo processo de magnetização. Nas figuras VII.47 e VII.48, se compara os resultados obtidos por depolarização de nêutrons e indução magnética para a amostra  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  para 87MPa e 199MPa respectivamente, mostrando o mesmo comportamento, para tempos maiores que  $100\mu s$ . O comportamento logarítmico da relaxação magnética também é observado no fenômeno de *aftereffect* da permeabilidade inicial magnética, embora a experiência seja completamente diversa. Não podemos descartar aqui que os processos reversíveis, isto é, o fenômeno de reordenamento local dos defeitos estruturais, pode ocorrer durante o deslocamento de paredes de domínio para o equilíbrio após sua nucleação. Na amostra cristalina de Fe-Si onde não se observa o relaxamento para estas experiências o *aftereffect* clássico também não é observado.

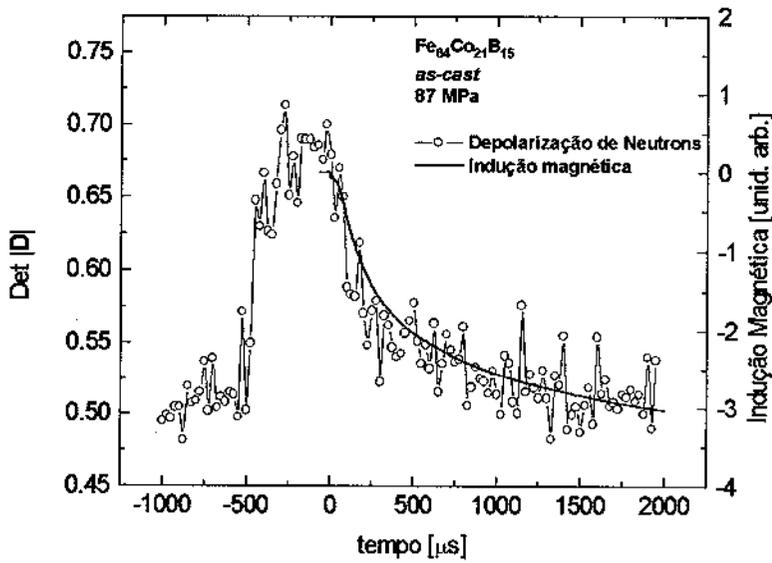


Figura VII.47 : Comparação entre os decaimentos os resultados obtidos por depolarização de nêutrons e por indução magnética em amostra de  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  a 87MPa.

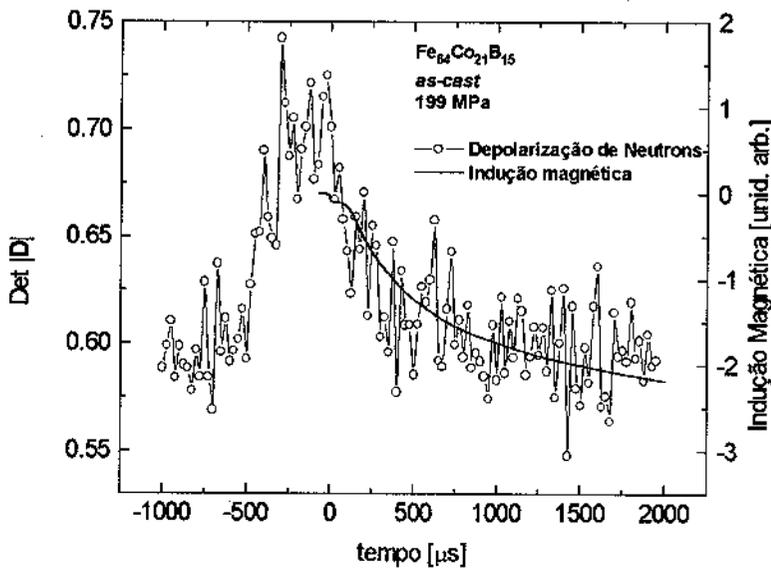


Figura VII.48 : Comparação entre os decaimentos os resultados obtidos por depolarização de nêutrons e por indução magnética em amostra de  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  a 199MPa.

### 3. 2 Nucleação de paredes

Nos primeiros instantes após o desligamento do pulso, observamos um aumento na intensidade da indução que nós atribuímos à nucleação de paredes de domínio.

Considerando uma parede se deslocando em um material com uma velocidade  $v$ , a voltagem induzida em função da velocidade pode ser dada por:

$$V = -N \frac{d\phi}{dt} = -2M_s N d v \quad (\text{VII.14})$$

onde  $N$  é o número de espiras da *pick-up*,  $d$  é a espessura da amostra e  $M_s$  é a magnetização de saturação da amostra. Se considerarmos que há mais de uma parede envolvida no processo de indução e que o número destas paredes está variando, a expressão VII.14 se torna então:

$$V = -2M_s n N d v \quad (\text{VII.15})$$

onde  $n$  é o número de paredes.

Devido à ausência de um campo magnético aplicado, qualquer aumento na indução reflete o aumento do número  $n$ . Portanto o aumento da voltagem induzida observado com o tempo nesta experiência foi atribuída à nucleação de novas paredes de domínio, e a diminuição devido à uma variação na velocidade  $v$ . Uma estimativa da curva de voltagem induzida pode ser feita usando a equação VII.15, supondo que o número de paredes varie exponencialmente e tomando a velocidade dada pela derivada da equação de deslocamento da parede obtida anteriormente (equação VII.12). A figura VII.49 mostra esta estimativa. A curva é bem semelhante às curvas obtidas experimentalmente.

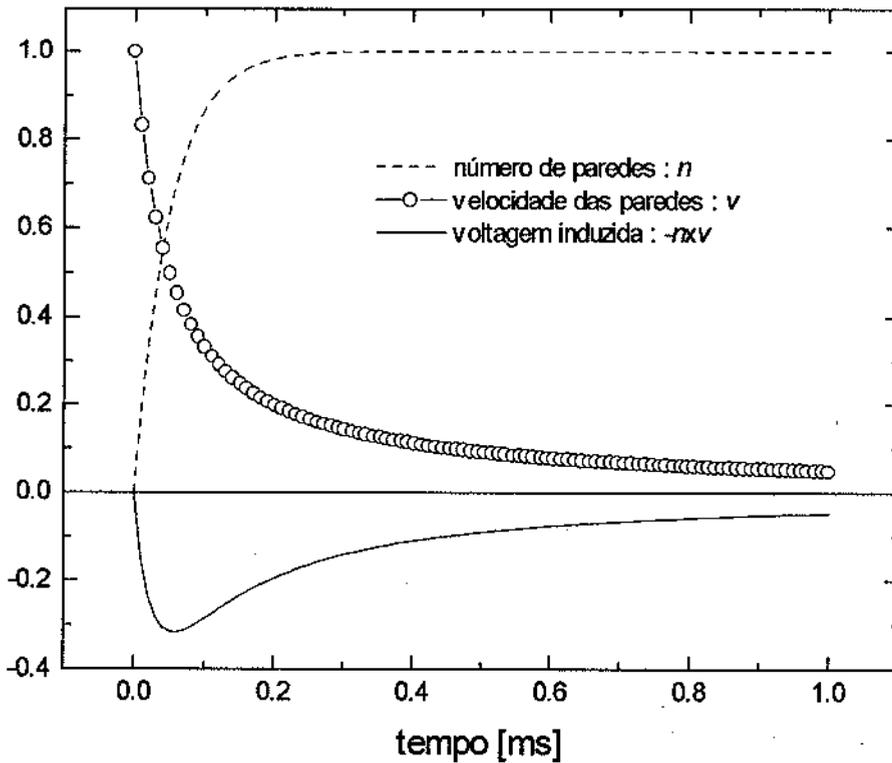


Figura VII.49 : Voltagem induzida considerando número de paredes aumentando e velocidade amortecida.

Já é sabido que para cada parede de domínio há um certo tempo característico de formação. Há uma força coercitiva ou uma força de *pinning* associada a imperfeições na superfície da fita, com a nucleação de domínios, bem como com defeitos estruturais existentes na liga amorfa. Portanto, em alguns casos, como por exemplo nas amostras  $\text{Fe}_{42,5}\text{Co}_{42,5}\text{B}_{15}$  e  $\text{Fe}_{73}\text{Co}_{12}\text{B}_{15}$ , há o aparecimento de mais de um pico no decorrer de tempo. Já foi estudado no capítulo anterior a dependência da força coercitiva em função de tensões aplicadas e se mostrou os efeitos de *pinning*, de rugosidade da superfície e de nucleação de domínios. Isto também pode explicar muito bem o deslocamento do pico para altos valores de tempo com tensão aplicada e com  $\tau$  e tratamentos térmicos, ambos contribuindo para o aumento da anisotropia do material.

A diminuição da intensidade da voltagem induzida  $V$  com  $\sigma$  está associada à redução da largura das paredes de domínios  $\delta$  devido à tensão aplicada. No capítulo anterior mostramos que

a largura das paredes é inversamente proporcional a  $\sigma$ . Sabemos que a mobilidade das paredes, portanto a velocidade, é diretamente proporcional a sua largura. Como a voltagem induzida é diretamente proporcional à velocidade, podemos escrever a seguinte relação:

$$V \propto v \propto \delta = \pi \sqrt{\frac{A}{K}} = \pi \sqrt{\frac{2A}{3\lambda_s \sigma}} \tag{VII.16}$$

onde  $A$ , a constante de troca.

As curvas VII.50 A VII.55 mostram as intensidades dos picos em função de  $(\sqrt{\sigma})^{-1}$ , para as amostras  $Fe_xCo_{85-x}B_{15}$ , com exceção de  $x=8$ , onde os picos para  $\sigma$  pequenos não foram detectados.

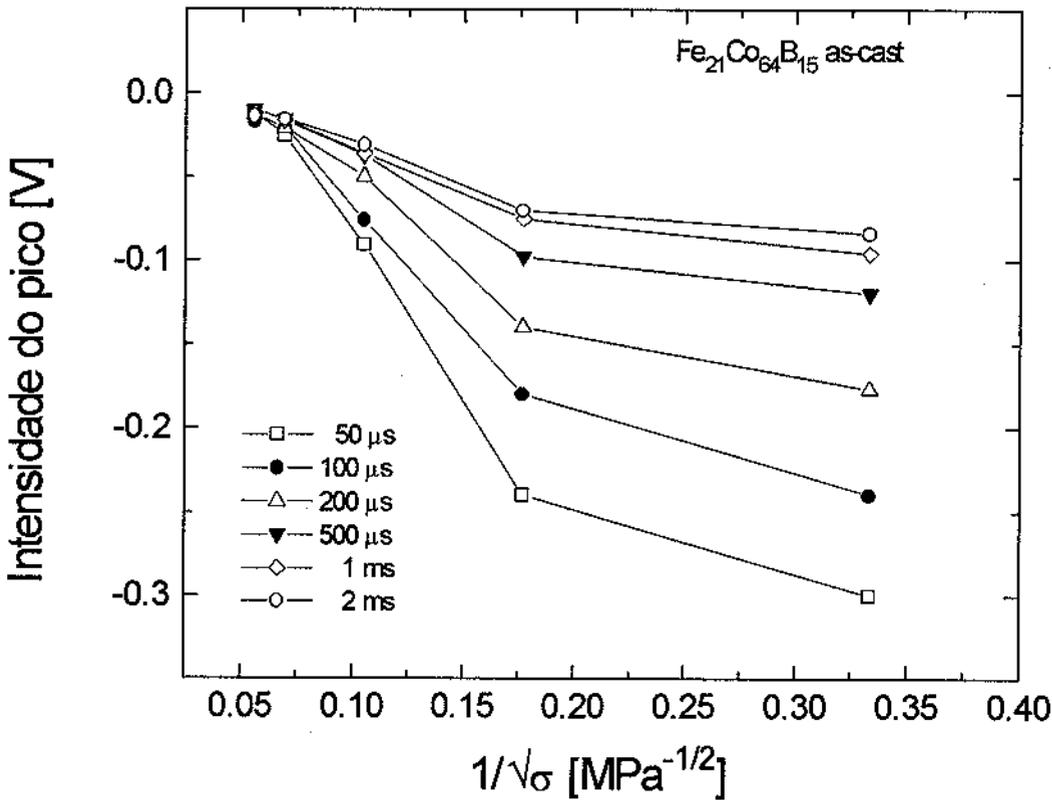


Figura VII.50 : Picos de indução em função do inverso da raiz da tensão aplicada para a amostra de composição Fe<sub>21</sub>Co<sub>64</sub>B<sub>15</sub>.

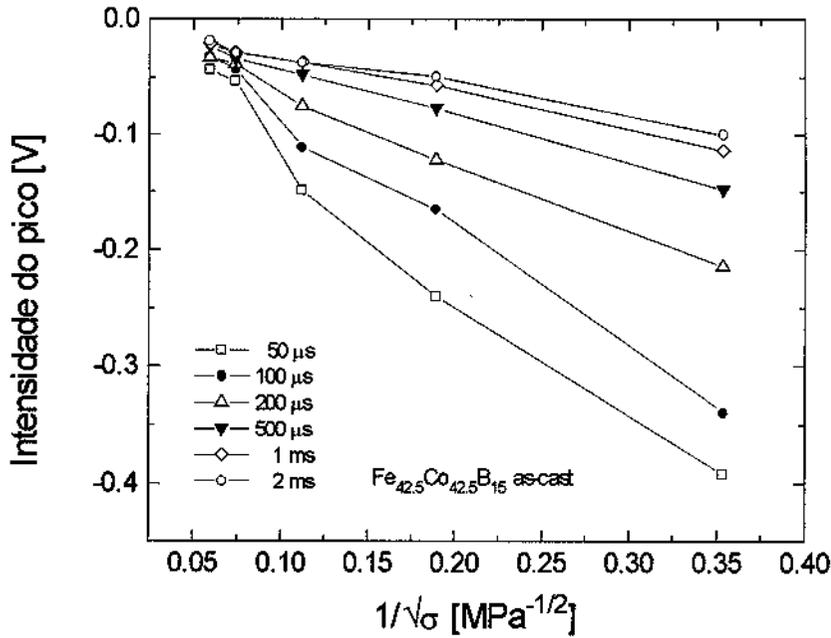


Figura VII.51 : Picos de indução em função do inverso da raiz da tensão aplicada para a amostra de composição Fe<sub>42.5</sub>Co<sub>42.5</sub>B<sub>15</sub>.

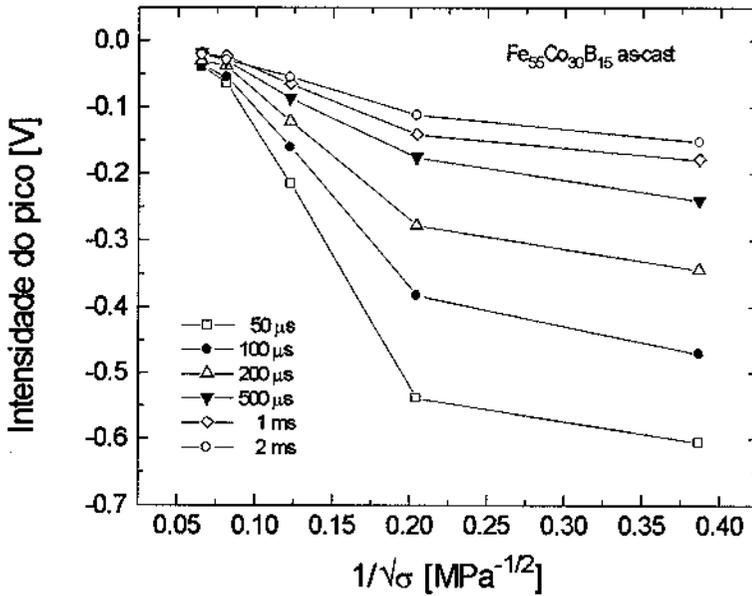


Figura VII.52 : Picos de indução em função do inverso da raiz da tensão aplicada para a amostra de composição Fe<sub>55</sub>Co<sub>30</sub>B<sub>15</sub>.

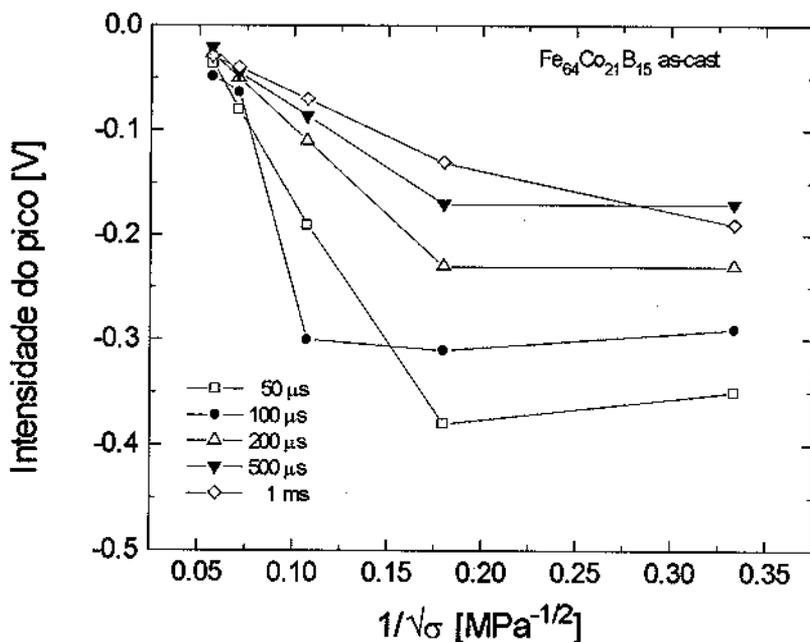


Figura VII.53 : Picos de indução em função do inverso da raiz da tensão aplicada para a amostra de composição  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$ .

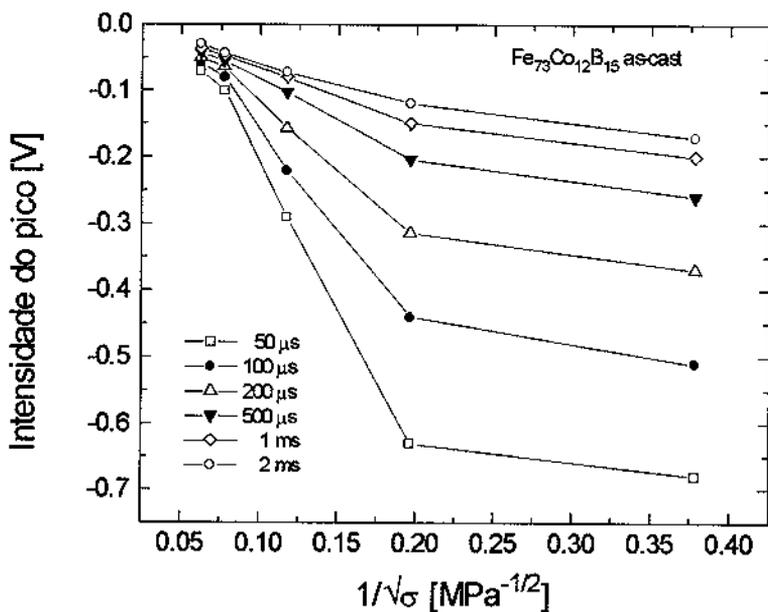


Figura VII.54 : Picos de indução em função do inverso da raiz da tensão aplicada para a amostra de composição  $Fe_{73}Co_{12}B_{15}$ .

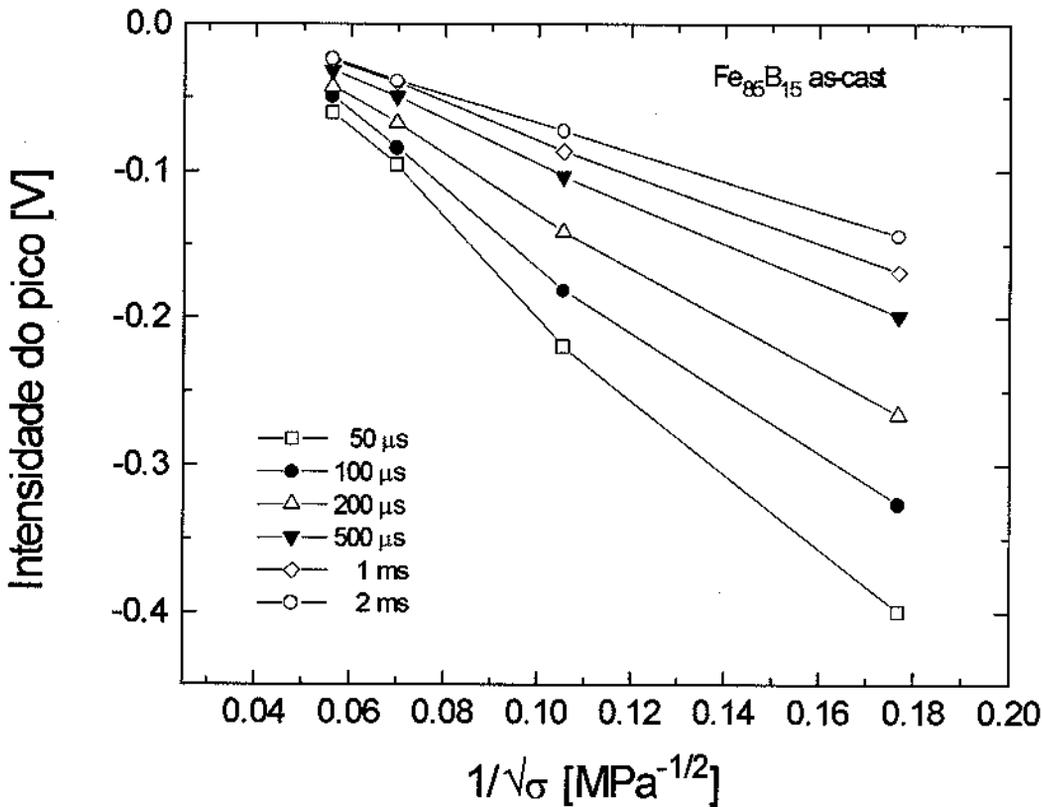


Figura VII.55 : Picos de indução em função do inverso da raiz da tensão aplicada para a amostra de composição  $Fe_{85}B_{15}$ .

Uma linearidade foi observada para a maioria das amostras na região de baixos valores de  $\sigma$ , onde o comportamento não é linear pois as paredes não são regulares (ver figura VII.3b) e a influência das tensões internas ainda é significativa. A influência da anisotropia inicial se reflete nas inclinações das retas que variam com a largura do pulso magnético aplicado.

Da relação VII.16 também podemos observar a magnetostricção de saturação contribui com  $(\sqrt{\lambda_s})^{-1}$  para a intensidade da voltagem induzida, portanto também para a velocidade de deslocamento da parede. Pode-se verificar que para as amostras tais como  $Fe_3Co_{77}B_{15}$  e  $Fe_{21}Co_{64}B_{15}$  as intensidade dos picos são maiores.

Estas experiências contribuíram para esclarecer alguns pontos da experiência de *aftereffect* da permeabilidade inicial para tempos extremamente curtos relatados nos artigos de Allia e colaboradores [Allia *et al* 87a] [Allia and Vinai 90]. Nestes trabalhos, medidas de *aftereffect*

foram realizados a partir de  $10^{-5}$  s após a saturação em ligas amorfas de magnetostricção positiva, sob uma tensão  $\sigma=200\text{MPa}$ . A interpretação dada pelos autores em relação à nucleação de paredes de domínio logo após a retirada do pulso pode estar de acordo com os nossos resultados, mas a criação de novas paredes até um tempo da ordem de  $10^{-4}$  s ocorre mesmo sem aplicação de um campo a.c.. Para tempos no intervalo  $10^{-4} < t < 10^{-3}$  s, a hipótese de que o número de paredes que participam no fenômeno do *aftereffect* diminui é duvidoso. Na experiência deles, as medidas são realizadas em uma amostra de composição  $\text{Fe}_{81}\text{B}_{13.5}\text{Si}_{3.5}\text{C}_2$  ( $\lambda_s=40\times 10^{-6}$ ) com uma tensão de  $\sigma=200\text{MPa}$  aplicada. Isso significa que nestas condições, de acordo com os nossos dados, o fenômeno da nucleação de paredes deve terminar para tempos relativamente grandes, que podem ser da ordem de  $t > 300\mu\text{s}$ . Uma vez que as paredes são criadas elas vão se deslocando para a posição de equilíbrio com um certo amortecimento, e só se estabilizarão para  $t \cong 1\text{ms}$ . Portanto para  $10^{-4} < t < 10^{-3}$  s, para a análise do *aftereffect* da permeabilidade inicial, não podemos considerar que as paredes já se encontram na posição de equilíbrio e que o campo a.c. faz com que as paredes oscilem em torno desta posição. O *aftereffect* da permeabilidade inicial por eles observado pode ser considerado como uma superposição entre o relaxamento observado no nosso trabalho, que foi analisado em termos dissipativos (processos irreversíveis) e o *aftereffect* ordinário relacionado com o reordenamento dos defeitos (processos reversíveis).

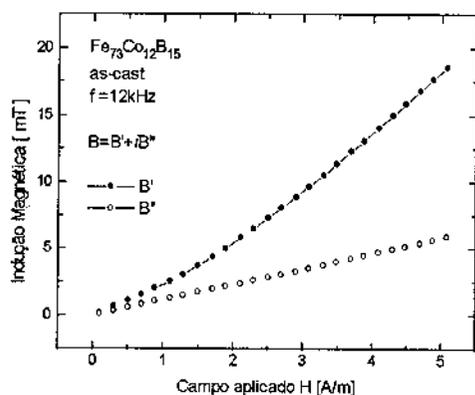
## Capítulo VIII

# Permeabilidade Inicial Complexa e *Aftereffect* a.c.

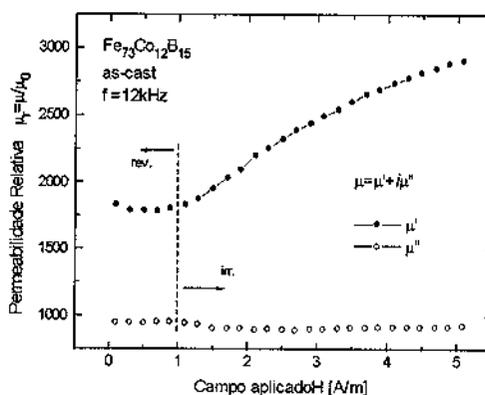
Quase todos os trabalhos existentes até agora sobre o estudo do *aftereffect* da permeabilidade inicial se referem à variação da permeabilidade total em função do tempo, e os modelos existentes para explicar este fenômeno, mesmo para altas frequências de excitação, não levam em conta o relaxamento devido a parte imaginária. Neste trabalho efetuamos medidas de permeabilidade complexa em função da frequência, para intensidade de campo variando até 6 A/m, e para cada campo aplicado, o seu decaimento temporal para estudar a natureza do decaimento com o tempo da parte imaginária e sua influência na permeabilidade total. As medidas de *aftereffect* foram feitas conforme a descrição feita no capítulo V.

As amostras utilizadas foram:  $\text{Fe}_8\text{Co}_{77}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{21}\text{Co}_{64}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{42.5}\text{Co}_{42.5}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{55}\text{Co}_{30}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{64}\text{Co}_{21}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{73}\text{Co}_{12}\text{B}_{15}$  e  $\text{Fe}_{85}\text{B}_{15}$ .

A figura VIII.1a mostra um exemplo típico de medida de indução real ( $B'$ ) e complexa ( $B''$ ) em função do campo magnético. A amostra escolhida foi a  $\text{Fe}_{73}\text{Co}_{12}\text{B}_{15}$  medida a 12kHz. Destas medidas obtém-se os valores das permeabilidades  $\mu'$  e  $\mu''$  que são mostradas na figura VIII.1b.



(a)



(b)

**Figura VIII.1 : Indução magnética (a) e permeabilidade inicial (b) real e complexa para uma amostra de  $\text{Fe}_{73}\text{Co}_{12}\text{B}_{15}$  medida a 12kHz.**

Pode-se ver que para um campo da ordem de 1 A/m há uma alteração no comportamento da

permeabilidade, onde definimos o campo de *pinning*.

As dependências de  $\mu'$  e  $\mu''$  bem como a permeabilidade total  $\mu = (\mu'^2 + \mu''^2)^{1/2}$ , com frequência  $f$  do campo aplicado são mostradas nas figuras VIII.2 e VIII.3. Os valores das permeabilidades foram tomados para duas intensidades de campo aplicado:  $H=0.5$  e  $5$  A/m, sendo que o primeiro valor está próximo do campo de *pinning* e o segundo é bem maior que o *pinning*.

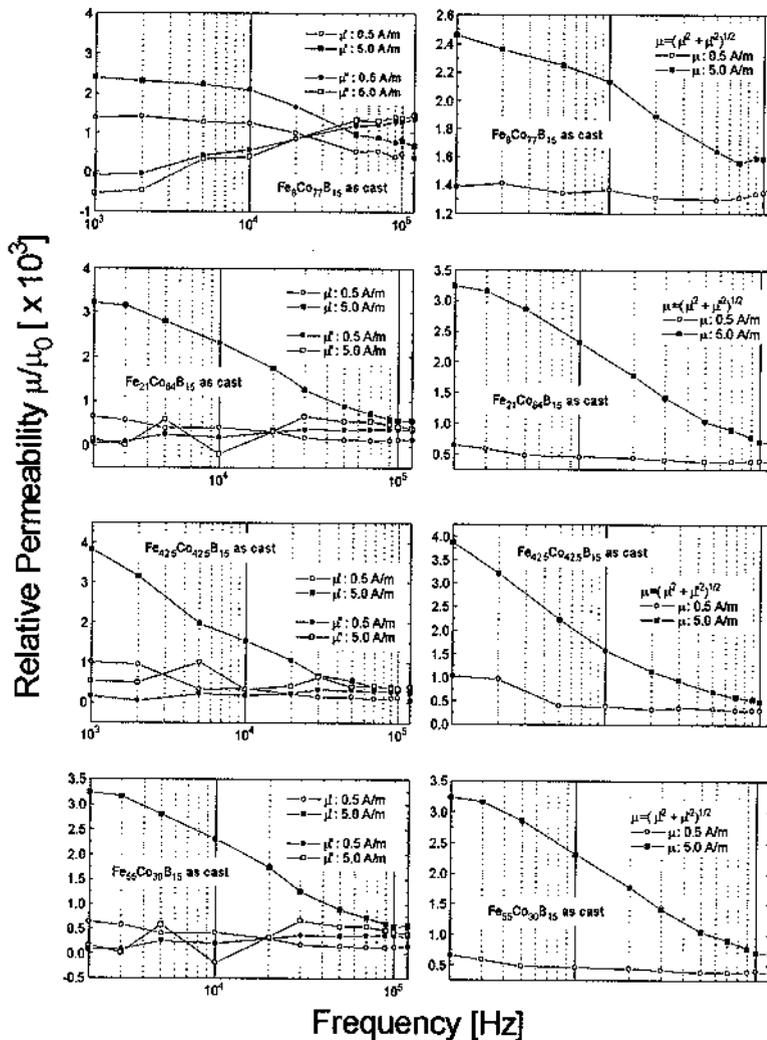


Figura VIII.2 : Permeabilidade real, imaginária e total medida para ligas de  $\text{Fe}_8\text{Co}_{77}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{21}\text{Co}_{64}\text{B}_{15}$ ,  $\text{Fe}_{42.5}\text{Co}_{42.5}\text{B}_{15}$  e  $\text{Fe}_{55}\text{Co}_{30}\text{B}_{15}$  para campos  $H=0.5$  e  $5.0$  A/m.

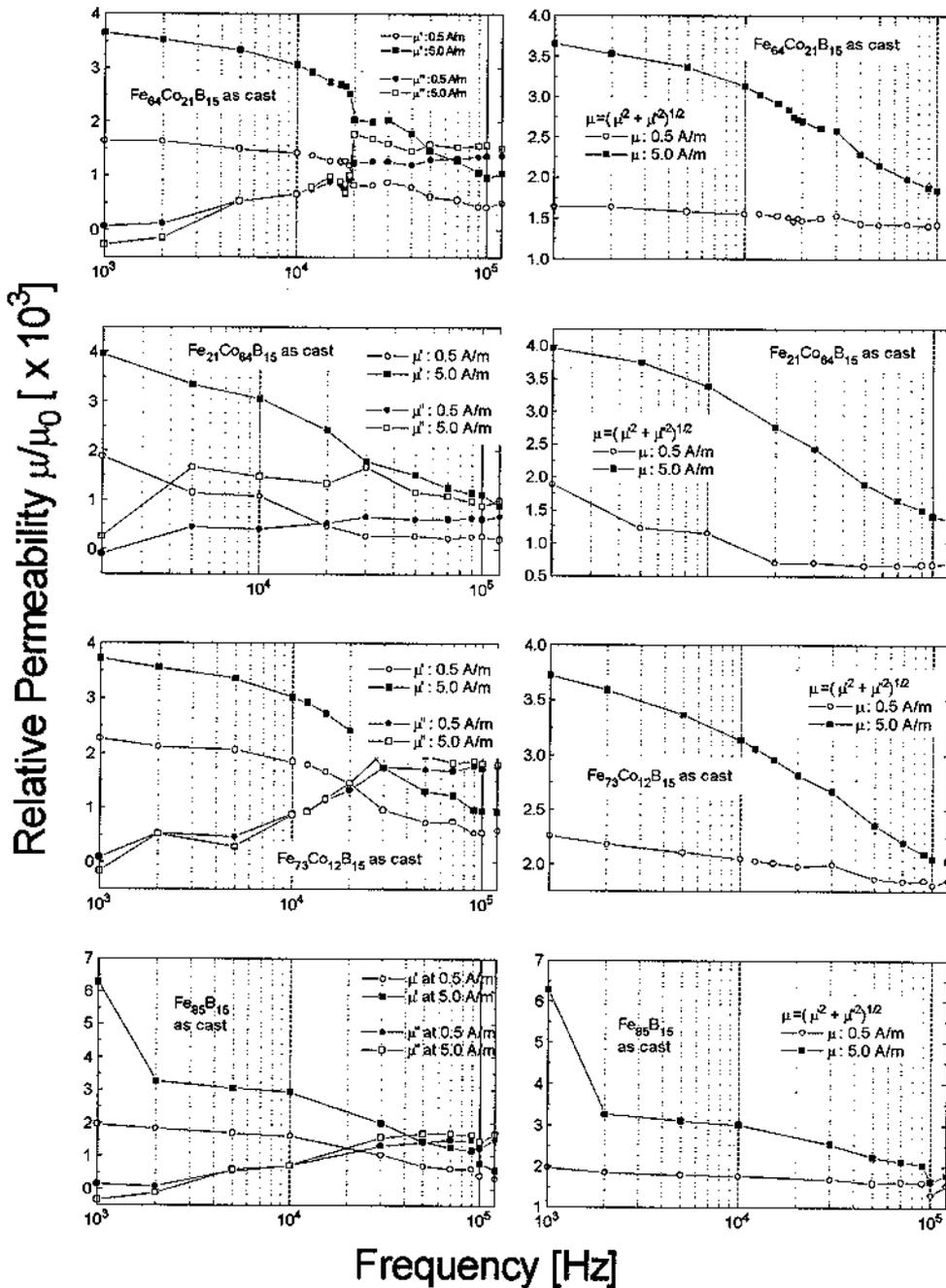


Figura VIII.3 : Permeabilidade real, imaginária e total medida para ligas de  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  as-cast,  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  annealed,  $Fe_{73}Co_{12}B_{15}$  e  $Fe_{85}B_{15}$  para campos  $H=0.5$  e  $5.0$  A/m.

As figuras VIII.4 e VIII.5 mostram as curvas de decaimento da indução complexa medidas na amostra  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  para frequências de 1 e 70kHz respectivamente. A figura VIII.6 mostra  $\Delta B \times B$  e  $\Delta B \times H$  calculadas para o intervalo de tempo  $t_1=40ms$  e  $t_2=4s$ , onde o máximo ocorre para

$H \approx 3$  A/m. Para cada amostra aqui estudada este tipo de medida foi feito para frequências variando de 1kHz até 20kHz.

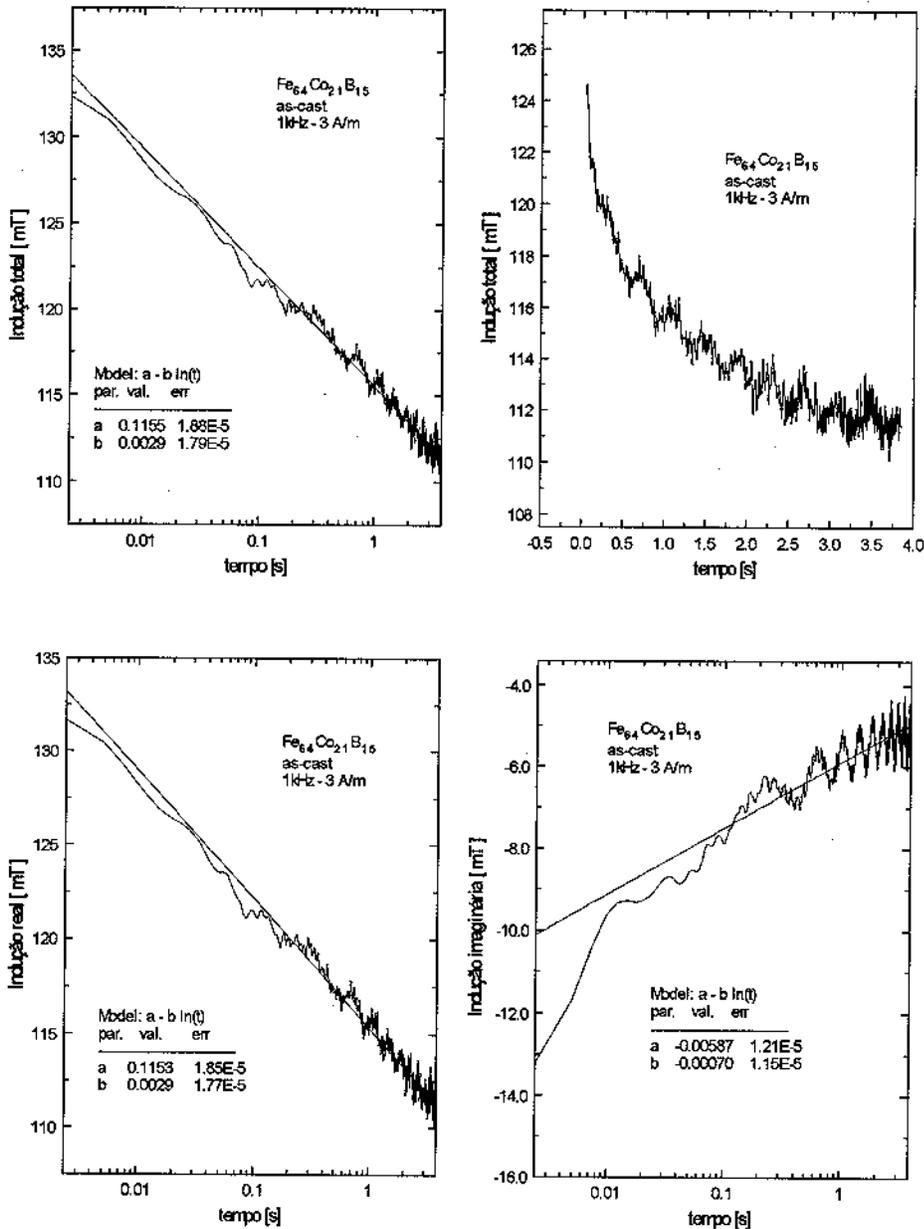


Figura VIII.4 : Decaimento da indução complexa para amostra  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  medida em 1kHz, 3A/m.

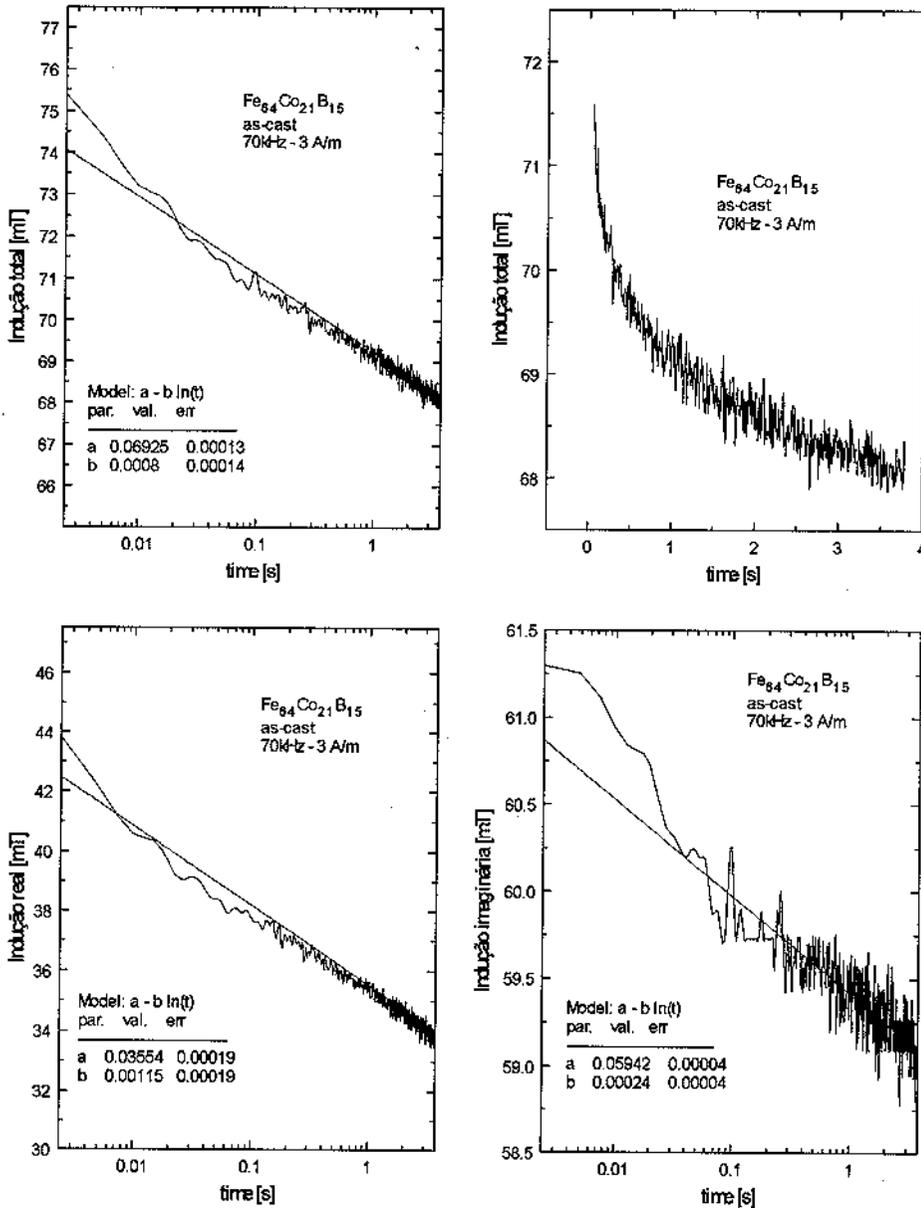


Figura VIII.5 : Decaimento da indução complexa para amostra  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  medida em 70kHz, 3A/m.

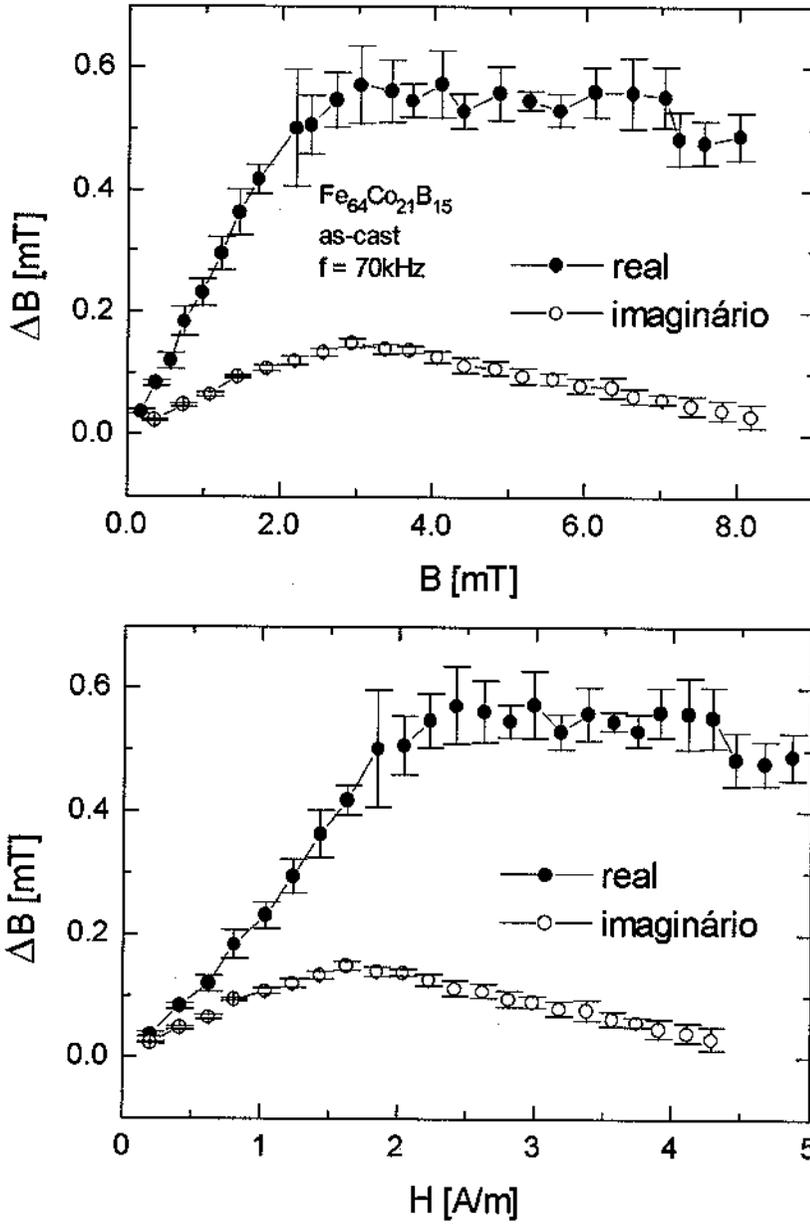


Figura VIII.6 : *Aftereffect* medido em  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  a 70kHz.

As posições  $B_{m\acute{a}x}$  e o *aftereffect* complexo em função da frequência são dadas nas figuras

VIII.7 e VIII.8.

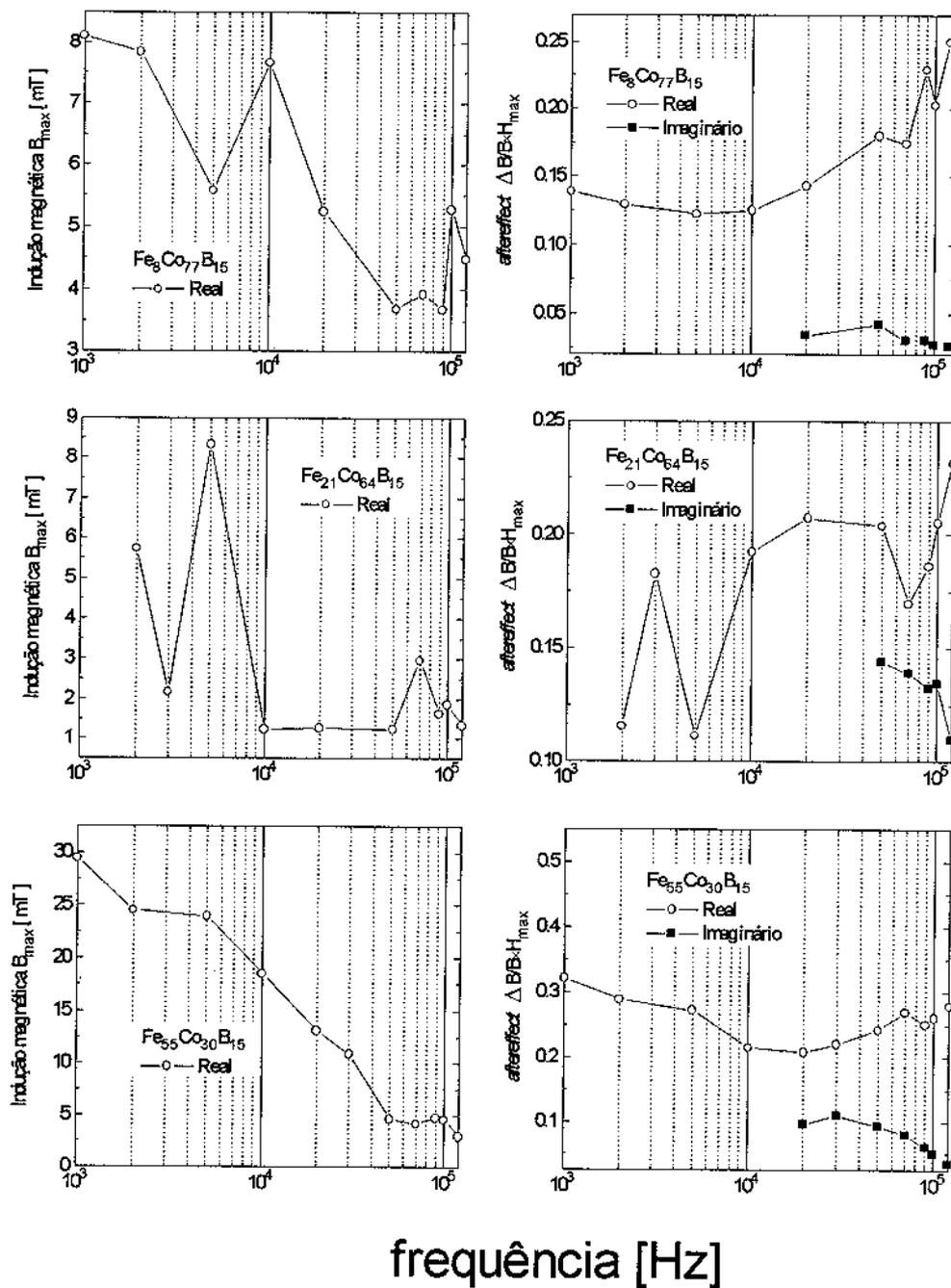


Figura VIII.7 : Posição  $B_{max}$  e aftereffect complexo medido para amostras de composição  $Fe_8Co_{77}B_{15}$ ,  $Fe_{21}Co_{64}B_{15}$ , e  $Fe_{55}Co_{30}B_{15}$ , em função da frequência do campo aplicado.

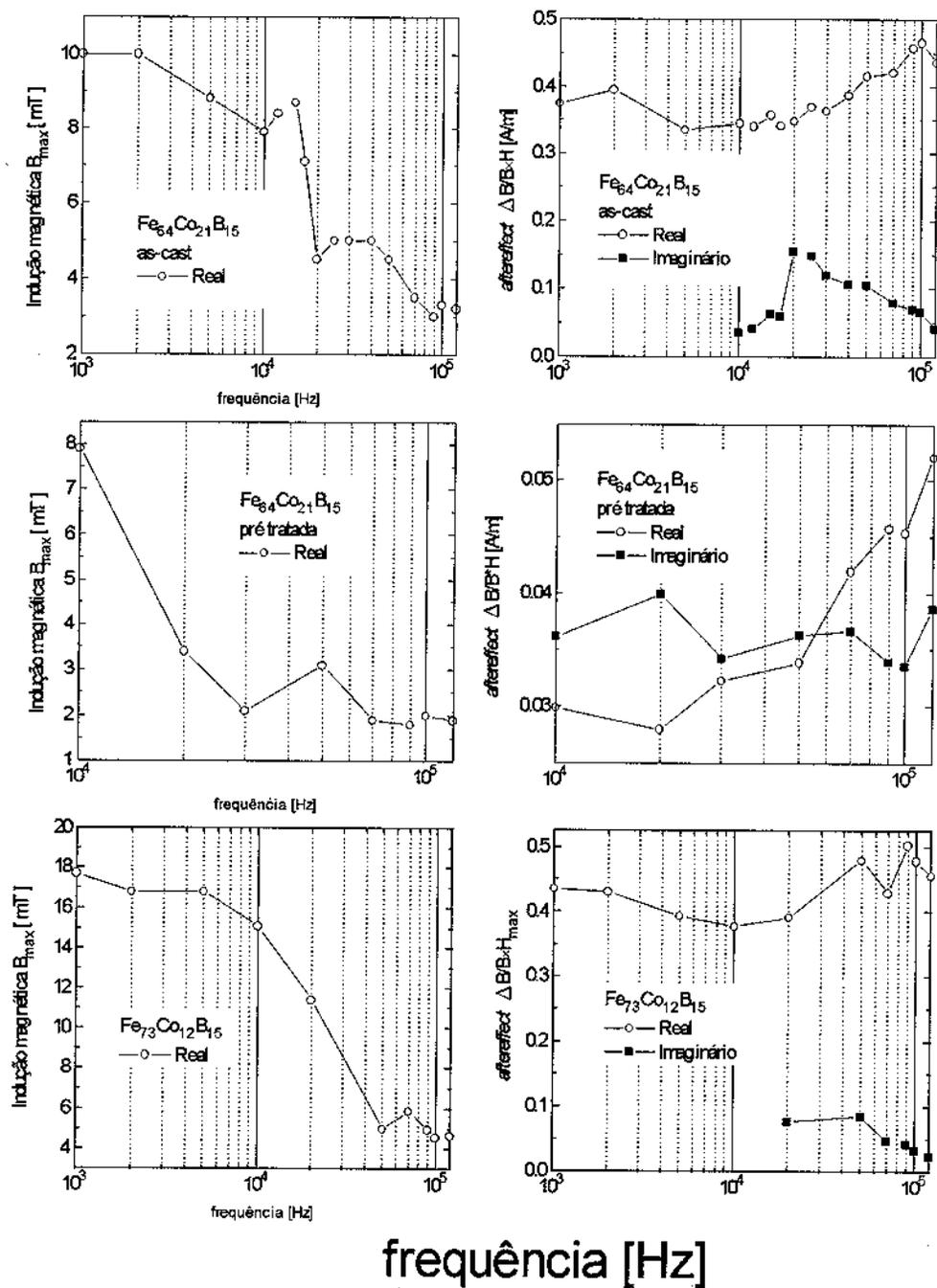


Figura VIII.8 : Posição  $B_{max}$  e aftereffect complexo medido para amostras de composição  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  as-cast,  $Fe_{64}Co_{21}B_{15}$  pré tratada e  $Fe_{73}Co_{12}B_{15}$ , em função da frequência do campo aplicado.

## 1. Permeabilidade inicial complexa

Embora o comportamento de  $\mu$ ,  $\mu'$  e  $\mu''$  em função da frequência em materiais amorfos já sejam conhecidas, analisaremos aqui os nossos resultados.

As permeabilidades real e imaginária podem ser calculadas pelas equações IV.36 e IV.37 usando um fator de proporcionalidade  $k$ , isto é :

$$\mu' = k \frac{2M_s H_0 \alpha}{\alpha^2 + (\beta \omega)^2} \quad (\text{VIII.1})$$

$$\mu'' = k \frac{2M_s H_0 \beta \omega}{\alpha^2 + (\beta \omega)^2} \quad (\text{VIII.2})$$

Em materiais amorfos, a dependência da permeabilidade com a frequência para campos baixos, isto é,  $H < H_p$ , é constante até  $\approx 10$  kHz e então começa a decair para frequências mais altas. Além disso, o valor da permeabilidade com o campo aplicado é praticamente constante até o valor de  $H_p$ , como mostra a figura VIII.1b. Para campos  $H > H_p$ , além de aumentar com o campo, o valor da permeabilidade decresce com a frequência. Para frequências muito altas, a permeabilidade se torna independente do valor de  $H$ , convergindo para um mesmo valor indicando então o mesmo processo de relaxação [Aguilar-Sahagun *et al* 94].

Em nossos resultados, já para  $H=0.5$  A/m, observa-se uma diminuição da permeabilidade em função da frequência para  $f < 10^4$  Hz. Isto significa que a intensidade  $H=0.5$  A/m é superior ao campo de *pinning*, o que está de acordo com as mesmas medidas de  $\mu \times H$ . A permeabilidade medida para  $H=5$  A/m é sem dúvida maior que  $H_p$ , pois o decréscimo com  $f$  é sempre observado e para altos valores de  $f$  ela converge para o valor obtido para  $H=0.5$  A/m.

Analisemos o comportamento de  $\mu'$  e  $\mu''$  separadamente. De acordo com a equação VIII.1, para frequências bem baixas  $\mu'$  deve permanecer constante e a medida que  $\beta\omega$  se dominante em relação a  $\alpha$ , decresce com a frequência, o que é verificado em nossos resultados. Em relação a permeabilidade imaginária  $\mu''$ , o comportamento em função de  $f$  segue a equação VIII.2.

Para visualizar melhor os comportamentos de  $\mu'$  e  $\mu''$  foram traçadas curvas teóricas considerando as equações VIII.1 e VIII.2 e assumindo um valor  $\alpha/\beta=10^5$ , que é conhecido como

frequência de relaxação [Aguilar-Sahagun *et al* 94] que corresponde ao ponto máximo da curva  $\mu'' \times f$ . Nesta frequência  $\mu' = \mu'' = \mu_0/2$ , onde  $\mu_0$  é a permeabilidade correspondente a baixas frequências. Esta curvas teóricas são mostradas na figura VIII.9 juntamente com o valor de  $\mu = \mu' + i\mu''$ . Na maioria de nossos resultados isso também foram observado, ou seja, no ponto onde  $\mu'(f)$  cruza a curva  $\mu''(f)$ ,  $\mu = \mu_0/2$

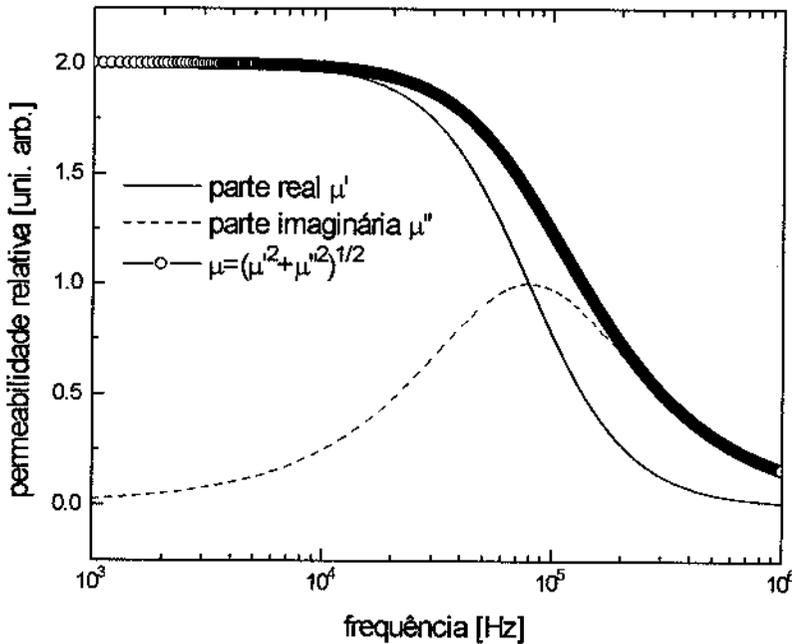


Figura VIII.9 : Permeabilidade real, imaginária e total para  $\alpha/\beta=10^5$ .

Um exemplo do andamento da fase  $\phi(f)$  é mostrado na figura VIII.10, tomando como exemplo a amostra  $Fe_{73}Co_{12}B_{15}$ . O comportamento pode ser explicado pela equação IV.38.

$$\phi = \frac{\mu''}{\mu'} = \arctan\left(-\frac{\beta\omega}{\alpha}\right) \tag{VIII.3}$$

Para  $\alpha > \beta\omega$  teremos:

$$\phi = -\frac{\beta\omega}{\alpha} \tag{VIII.4}$$

Para  $\beta\omega > \alpha$  teremos:

$$\phi = -\frac{\pi}{2} - \frac{\alpha}{\beta\omega} \tag{VIII.5}$$

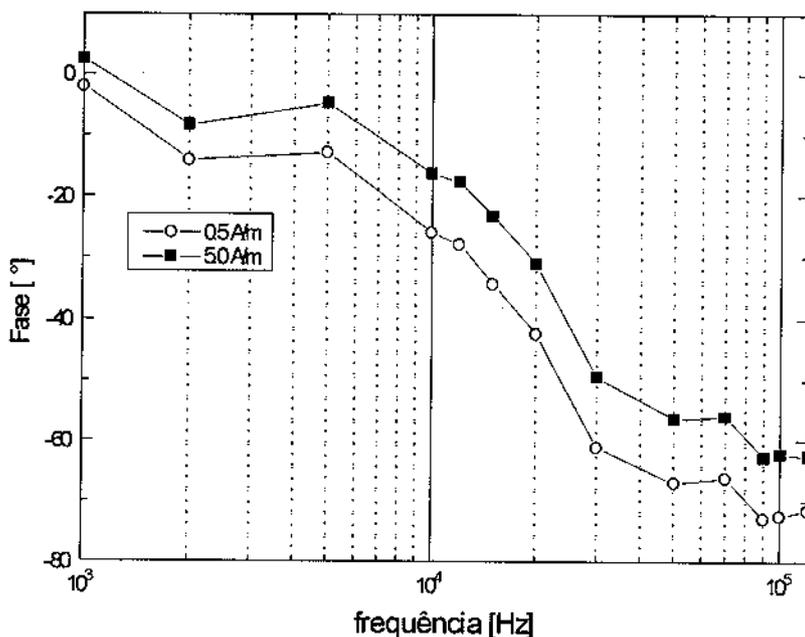


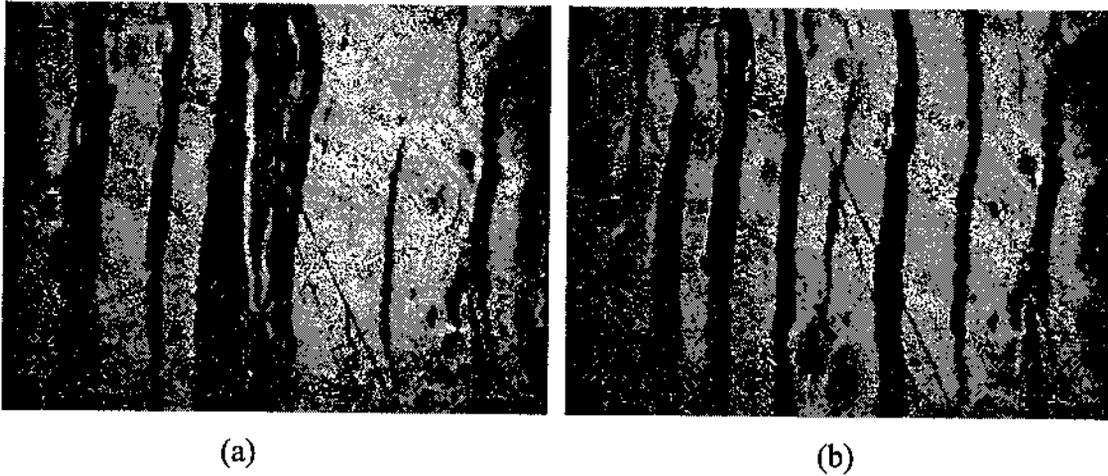
Figura VIII.10 : Fase calculada para amostra Fe<sub>73</sub>Co<sub>12</sub>B<sub>15</sub> em função da frequência do campo aplicado.

## 2. Aftereffect complexo

Quanto às medidas de *aftereffect* é surpreendente que o comportamento da parte real  $\Delta\mu/\mu \times H$  não segue o comportamento da permeabilidade inicial em função da frequência, enquanto que  $B_{m\acute{a}x}(f)$  sim.

Isso indica que a variação da intensidade do *aftereffect* com a frequência está principalmente relacionada com os defeitos estruturais que participam no fenômeno e não a variação da estrutura de domínios. Com o aumento da frequência, para campos maiores que o de *pinning*, aumenta o número de paredes oscilantes. Isso pode ser comprovado pelas observações

para  $f=50\text{kHz}$  é maior que o número de paredes para  $f=5\text{kHz}$ .



**Figura VIII.11 : Fotografias de domínios magnéticos após um processo de magnetização à (a) 5kHz e (b) 50kHz. Há um número maior de paredes para 50kHz. Imagens obtidas por Clemens Kussbach da TU -Viena, no IEN Galileo Ferraris - Torino - Itália.**

De acordo com a equação de permeabilidade [Allia *et al* 87c]:

$$\mu = \frac{\rho \pi^2}{ld\omega} n_w \quad (\text{VIII.6})$$

onde  $d$  é a espessura,  $l$  é a largura e  $\rho$  é a resistividade da amostra, e  $n_w$  é o número de paredes oscilantes na frequência  $\omega$ , a permeabilidade deveria aumentar com o aumento de  $n_w$ . Porém, se  $\omega$  cresce mais que  $n_w$ ,  $\mu$  pode decrescer. Por outro lado, com o aumento de  $n_w$ , a espessura das paredes diminui devido à diminuição da distância entre as paredes [Allia and Vinai 81]. Entretanto, o que observamos nos resultados é um aumento da intensidade o *aftereffect* para altas frequências. Como podemos ver pela equação IV.16, o *aftereffect* é proporcional ao aumento do número de defeitos ativos. Com um aumento do número de paredes, aumenta também o número de defeitos participando do fenômeno.

Como podemos ver pelas medidas de permeabilidade em função da frequência, a intensidade da parte imaginária é praticamente desprezível em relação à parte real para baixas frequências. Isto significa que perdas por *eddy currents* são desprezíveis. Entretanto as perdas se

significa que perdas por *eddy currents* são desprezíveis. Entretanto as perdas se tornam maiores para altas frequências, onde  $\mu'' > \mu'$ . Nas figuras VIII.4 e VIII.5 se mostra o decaimento de  $\mu''$  com o tempo para as frequências de 1 e 70kHz. Como no *aftereffect* da permeabilidade total e real, um decaimento do tipo quase-logarítmico foi observado, indicando que a participação de perdas decorrentes dos processos de relaxação também são importantes. Isso significa que na equação de movimento das paredes a constante  $\beta$  relativa à dissipação é composta de dois termos, ou seja:

$$\beta = \beta_e + \beta_r \quad (\text{VIII.7})$$

onde  $\beta_e$  é a constante de amortecimento por *eddy currents* e  $\beta_r$  é a constante de amortecimento devido a processos difusivos dos defeitos estruturais.

Para baixas frequências,  $\beta_r$  é dominante pois a perda por *eddy currents* é muito pequena. Para altas frequências,  $\beta_e$  torna-se importante.

A dependência de  $\Delta B''/B'' \times H$  em função da frequência foi considerada somente para altas frequências, como mostram as figuras VIII.7 e VIII.8, devido ao baixo sinal para baixas frequências. Como podemos ver,  $\Delta B''/B'' \times H(f)$  segue o mesmo andamento de  $\mu''(f)$  e não de  $\Delta B'/B' \times H(f)$ , indicando que nesta região de frequências a participação de *eddy currents* no fenômeno de relaxamento é mais importante que o efeito de relaxação. Como nas medidas de  $\mu''(f)$ ,  $\Delta B''/B'' \times H(f)$  também apresenta uma máximo para a mesma frequência  $f$ , como indicam as figuras VIII.7 e VIII.8. É importante salientar que nas curvas  $\Delta B''/B''$ , o máximo sempre acontece nas proximidades do valor de campo de *pinning* e é aproximadamente zero para valores mais altos de campo aplicado, como pode ser visto na figura VIII.6. Isso significa que para valores de campo  $H \gg H_p$  a contribuição de *eddy currents* é muito grande, o decaimento é do tipo exponencial, e para  $t_f = 40\text{ms}$  o sistema praticamente se encontra no final do relaxamento.

Quando comparamos as intensidades de  $\Delta B'/B' \times H$  e  $\Delta B''/B'' \times H$ , o *aftereffect* da permeabilidade imaginária é bem menor para as amostras *as-cast* mesmo para altas frequências. Portanto a relaxação devido à perdas podem ser sempre desprezada para tempos  $t > 1\text{ms}$ .

# Conclusões

---

Neste trabalho apresentamos um estudo de processos de magnetização e da dinâmica de estrutura de domínios em ligas ferromagnéticas amorfas. Este estudo foi feito em uma grande variedade de amostras, com diferentes composições, diferentes geometrias e diferentes condições de fabricação.

Do estudo da dependência com a tensão da coercividade, de campos de *pinning*, da permeabilidade inicial e do *aftereffect* da permeabilidade inicial em fios e fitas amorfas, e em fitas produzidas com taxas de resfriamento diferentes, foi possível mostrar que o modelo para a dependência da coercividade com a tensão descreve bem os resultados obtidos mesmo para amostras com diferentes geometrias (fios e fitas) e diferentes estruturas de domínios. Através do ajuste deste modelo para os dados experimentais pudemos obter importantes constantes magnéticas para o estudo dos processos de magnetização. Através destas constantes pudemos avaliar a estrutura de domínios nos materiais amorfos. Portanto a análise cuidadosa da coercividade em função de tensões aplicadas, aliada a outras técnicas experimentais tais como campo de *pinning*, *aftereffect* da permeabilidade inicial e permeabilidade inicial, pode ser usada para descrever diferenças nos processos de magnetização de materiais com estruturas de domínios diferentes.

Do estudo de depolarização de nêutrons e da análise de medidas de indução magnética, obtivemos resultados importantíssimos com relação ao tempo de nucleação de novos domínios, e sua estabilização até uma posição de equilíbrio, a partir de um estado quase saturado. A experiência de nêutrons é extremamente útil para o estudo da estrutura de domínios, como descrito no capítulo II, principalmente devido ao fato de que informações a respeito da estrutura no volume do material podem ser obtidas. Neste trabalho, primeiramente foram efetuadas medidas estáticas para averiguar a estrutura de domínios em equilíbrio, para diferentes valores de tensão aplicada. Devido às condições do experimento de depolarização de nêutrons, a dinâmica da estrutura de domínios só pôde ser considerada a partir de  $100\mu\text{s}$  após o término do pulso magnético saturante. De acordo com a experiência de indução magnética, nos materiais estudados

a nucleação de novas paredes de domínio ocorre dentro ou próxima de  $100\mu\text{s}$ , e portanto só foi possível estudar a relaxação magnética devido a estabilização da magnetização do material. Não foram realizadas medidas em todas as amostras e para todas as intensidades de tensão mecânica aplicada como na experiência de indução pelos seguintes motivos:

- 1) tempo de disponibilidade de uso do reator atômico (foi necessário pagar horas extras para realizar nossas medidas).
- 2) tempo extremamente longo para obter cada medida (18 horas para cada matriz).
- 3) longo tempo gasto para se obter a última e melhor montagem experimental.
- 4) custo geral do experimento muito alto.

A diminuição da magnetização com o tempo foi interpretada como sendo originada da estabilização de paredes de domínio para uma posição de equilíbrio. Uma simples consideração teórica foi feita para mostrar que a diminuição da magnetização não ocorre devido a processos de rotação da magnetização local, mas sim pelo deslocamento de paredes de  $180^\circ$ .

Pela impossibilidade de estudar a depolarização de nêutrons para tempos menores que  $100\mu\text{s}$  e pelos fatores descritos acima, as medidas de indução foram realizadas. Por estas medidas podemos concluir que o tempo para a total nucleação de paredes pode levar mais do que  $300\mu\text{s}$  e a estabilização até uma posição de equilíbrio, até  $1\text{ms}$ . Estes tempos dependem da natureza e da composição do material, além do estado inicial da estrutura de domínios. Sem dúvida o comportamento do relaxamento magnético obtido com a depolarização de nêutrons é o mesmo que o relaxamento obtido por indução, indicando então o mesmo processo de magnetização. Considerando que esta relaxação ocorre devido a uma força de amortecimento que se opõem ao movimento das paredes de  $180^\circ$  e supondo que o coeficiente de amortecimento varia com o tempo, foi determinada a equação de deslocamento da parede com o tempo. O comportamento desta descreve bem os dados experimentais.

Esta experiência foi extremamente importante por três fatores:

- a) pela primeira vez foi feita uma experiência de depolarização de nêutrons por um pesquisador brasileiro.

- b) pela primeira vez se usou a técnica de depolarização de nêutrons para estudos da dinâmica de estruturas de domínio em materiais amorfos.
- c) foi possível se obter o tempo de nucleação e estabilização das paredes a partir do estado saturado. Isso contribuiu para clarificar o fenômeno de *aftereffect* da permeabilidade inicial para tempos curtos.

Quanto ao estudo do *aftereffect* da permeabilidade inicial complexa, isto é, estudar as partes real e imaginária separadamente, concluímos que o *aftereffect* devido às perdas é sempre muito pequeno, comparado à parte real, no intervalo de tempo entre 40ms e 4s, para amostras "as-cast", mesmo para frequências maiores que para a frequência de relaxação ( $\mu \neq \mu''$ ). Para baixas frequências a relaxação de  $\mu''$  é principalmente conseqüente da desestabilização da parede. Por outro lado, para altas frequências, a relaxação é rápida, do tipo exponencial, por ser originada principalmente por *eddy currents*.

É interessante salientar aqui que o comportamento do *aftereffect* real em função da frequência não segue o andamento da permeabilidade, indicando que o aumento da sua intensidade com a frequência é praticamente de origem estrutural.

Para trabalhos futuros, sugerimos que algumas alterações poderiam se feitas no sistema de medidas de depolarização de nêutrons para possibilitar medidas dinâmicas numa escala de tempo da ordem de  $5\mu\text{s}$  ao invés de  $100\mu\text{s}$ . Isto poderia ser obtido utilizando outros tipo de detetores que posicionados de uma maneira diferente àquela usada em nossos experimentos, proporcionaria esta melhora. Além disso, a utilização de outros meios para polarização do feixe, como por exemplo o uso de espelhos polarizadores, poderia aumentar tanto a eficiência da polarização como a intensidade do fluxo de nêutrons na amostra, aumentando a precisão do experimento e reduzindo o tempo de medidas. Com todas estas alterações, seria possível um estudo mais detalhado dos primeiros  $100\mu\text{s}$  após a remoção do campo saturante.

# Referências

---

- [Aguilar-Sahagun *et al* 94]..... G.Aguilar-Sahagun, P.Quintana, E.Amaro, J.T.S.Irvine and R.Valenzuela, *J.Appl.Phys.*, **75(10)**, (1994) ,7000.
- [Allia *et al* 80a]..... P.Allia, P.Mazzetti,G.Soardo and F.Vinai, *J.Magn.Magn.Mat*, **19**, (1980) ,281.
- [Allia *et al* 80b]..... P.Allia, P.Mazzetti and F.Vinai, *J.Magn.Magn.Mat.*, **19**, (1980) ,281.
- [Allia and Vinai 81]..... P.Allia and F.Vinai, *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-17**, (1981) ,1481.
- [Allia and Vinai 82]..... P.Allia and F.Vinai, *Phys.Rev.B*, **26**, (1982) ,6141.
- [Allia *et al* 82]..... P.Allia,G.Riontino,R.Sato Turtelli and F.Vinai, *Sol.Stat.Comm.*, **43**, (1982) ,821.
- [Allia and Vinai 86]..... P.Allia and F.Vinai, *Phys.Rev. B*, **33**, (1986) ,422.
- [Allia *et al* 86]..... P.Allia,C.Beatrice,P.Mazzetti and F.Vinai, *J.Magn.Magn.Mat.*, **54-57**, (1986) ,273.
- [Allia *et al* 87a]..... P. Allia,C. Betrice,P. Mazzetti and F. Vinai, *Appl.Phys.Lett.*, **51(2)**, (1987) ,142.
- [Allia *et al* 87b]..... P.Allia, F.Vinai and R.Sato Turtelli, *IEEE Trans.Magn.*, **MAG-23**, (1987) ,2542.
- [Allia *et al* 87c]..... P.Allia, F.Vinai, C.Beatrice and P.Mazzetti, *J.Appl.Phys.* *61(3)*, **1**, (1987) ,1237.
- [Allia 89]..... P. Allia, *J.Magn.Magn.Mat*, **82**, (1989) ,77.
- [Allia and Vinai 90]..... P. Allia and F. Vinai, *Philos.Mag.B*, **61-4**, (1990) ,763.
- [Baker *et al* 68]..... H. K. Baker, M. Th. Rekveldt and J. J. van Loef, *Phys.Rev.Lett.*, **27A**, (1968) ,69.
- [Becker 75]..... J.J.Becker, *IEEE Trans. Magn.*, **11**, (1975) ,1326.
- [DeBlois 58]..... R.W.DeBlois, *J.Appl.Phys.*, **29**, (1958) ,915.
- [Burgy *et al* 50]..... M. Burgy, D. J. Hughes, J. R. Wallace, R. B. Helller and W. E. Woolf, *Phys.Rev.B*, **80**, (1950) ,953.
- [Chikazumi 64]..... S.Chikazumi, *Physics of Magnetism*, Willey & Sons, (1964).
- [Cocking and Webb 65]..... S.J.Cocking and F.J.Webb, *Thermal Neutron Scattering*, Academic Press, (1965).
- [Cruz Filho *et al* 92a]..... S. P. Cruz Filho, M. Knobel,R. Sato Turtelli, P. Allia and F. Vinai, *J.Magn.Magn.Mat*, **112**, (1992) ,36.
- [Cruz Filho *et al* 92b]..... S.P.Cruz Filho,M.Knobel,J.P.Sinnecker,R.Sato Turtelli and M.Vázquez, *J.Magn.Magn.Mat*, **104**, (1992) ,105.
- [Cullity 72]..... B.D.Cullity, *Introduction to Magnetic Materials*, Addison-Wesley, (1972).

- [Dietz 77]..... G.Dietz, *J.Magn.Magn.Mat.*, **6**, (1977) ,47.
- [Drabkin et al 65]..... G. M. Drabkin, E. I. Zabidarovv, Ya. A. Kasman, A. I. Okorokov and V. A. Trunov, *Sov. Phys. JETP*, **20**, (1965) ,1458.
- [Egami et al 80] ..... T.Egami,K.Maeda and V.Vitek, *Phil.Mag.A*, **41**, (1980) ,883.
- [Egami 81a] ..... T.Egami, *Glassy Metals I: Ionic Structure, Eletronic Transport and Crystalization*,Ed. H.J.Güntherodt and H.Becker, (1981) ,41.
- [Egami 81b] ..... T.Egami, *IEEE Trans. Magn.*, **17**, (1981) ,2600.
- [Egami and Srolovitz 82]..... T.Egami and D.Srolovitz, *J.Phys.*, **F12**, (1982) ,2141.
- [Fernagel and Kronmüller 83]..... W.Fernagel and H.Kronmüller, *J.Magn.Magn.Mat*, **37**, (1983) ,167.
- [Gilbert and Kelly 55] ..... T.L.Gilbert and J.M.Kelly, *Proc. Pittsburgh Conf. on Mag. and Mag.Mat.*, (1955) ,253.
- [Gröger and Kronmüller 78]..... B.Gröger and H.Kronmüller, *J.Magn.Magn.Mat.*, **9**, (1978) ,203.
- [Grössinger et al 83]..... G.Grössinger,H.Sassik and A.Lovas, *J.Magn.Magn.Mat.*, **41**, (1983), 107.
- [Halpern and Holstein 41] ..... O. Halpern and T. Holstein, *Phys. Rev. B*, **59**, (1941) ,960.
- [Herpin 68]..... A.Herpin, *Théorie du Magnetisme*,Presses Universitaires de France, (1968).
- [Hilzinger et al 79]..... H.R.Hilzinger,H.Hillmann and A.Mager, *Phys.Stat.Sol.(a)*, **55**, (1979) ,763.
- [Hua and Sheng 81]..... L.Z.Hua and D.D.Sheng, *J.Appl.Phys.*, **52(3)**, (1981) ,1923.
- [Hubert 77]..... A.Hubert, *J.Magn.Magn.Mat.*, **6**, (1977) ,38.
- [Kersten 43] ..... M.Kersten, *Z.Phys.*, **44**, (1943) ,63.
- [Kittel and Galt 56] ..... C.Kittel and J.K.Galt, *Solid State Physics*, **3**, (1956) ,437.
- [Klement et al 60] ..... W.Klement,R.H.Wilens and P.Duwez, *Nature*, **187**, (1960) ,869.
- [Knobel et al 93] ..... M.Knobel, J.P.Sinnecker, R.Sato Turtelli, R.rössinger and H.Rechenberg, *J.Appl.Phys.*, **73(10)**, (1993) ,6603.
- [Kraan et al 80]..... U.H.Kraan,M.Th.Rekveltdt and J.J.Löf, *J.Magn.Magn.Mat.*, **21**, (1980) ,51.
- [Kronmüller et al 77] ..... H.Kronmüller,R.Shäfer and G.Schöder, *J.Magn.Magn.Mat.*, **6**, (1977) ,61.
- [Kronmüller et al 79] ..... H.Kronmüller, M.Fähle, M.Domann,H.Grimm,R.Grimm and B.Gröger, *J.Magn.Mag. Mat*, **13**, (1979) ,53.
- [Kronmüller and Gröger 81]..... H.Kronmüller and B.Gröger, *J.Phys.*, **42**, (1981) ,1285.
- [Kronmüller 81a] ..... H.Kronmüller, *J.Magn.Magn.Mat.*, **24**, (1981) ,159.
- [Kronmüller 81b] ..... H.Kronmüller, *Atomic Energy Rev.*, **Supl. 1**, (1981) ,255.
- [Kronmüller 83] ..... H.Kronmüller, *Phil.Mag.B*, **48**, (1983) ,127.
- [Kronmüller et al 84] ..... H.Kronmüller,N.Moser and F.Rettenmeier, *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-20**, (1984) ,1388.
- [Landau et al 35]..... L.D.Landau and E.M.Lifshitz, *Phys. Z. Sow.*, **8**, (1935) ,153.
- [Lin and Sheng 81]..... Z.H.Lin and D.D.Sheng, *J.Appl.Phys.*, **52**, (1981) ,1923.

- [Maleev and Ruban 76] ..... S. V. Maleev and V. A. Ruban, *Sov. Phys. Sol. Sta.*, **18**, (1976) ,1331.
- [Mitra et al 90]..... A.Mitra,A.Hernando,G.Rivero and M. Vázquez, *J.Magn.Magn.Mat.*, **83**, (1990) ,339.
- [Mitra and Vázquez 90a]..... A.Mitra and M. Vázquez, *J.Phys.D*, **23**, (1990) ,228.
- [Mitra and Vázquez 90b]..... A.Mitra and M. Vázquez, *J.Magn.Magn.Mat.*, **87**, (1990) ,130.
- [Narita et al 80]..... K.Narita, J.Yamasaki and H.Fukunaga, *IEEE Trans. on Magn.*, **MAG-16**, (1980) ,435.
- [Neél 52] ..... L.Neél, *J.Phys.Radium*, **13**, (1952) ,127.
- [Obi et al 76]..... Y.Obi,H.Fujimori and H.Saito, *J.Appl.Phys.*, **16**, (1976) ,611.
- [Okorokov et al 76] ..... A. I. Okorokov, V. V. Runov, V. I. Volkov and A. G. Gukasov, *Sov. Phys. JETP*, **42**, (1976) ,300.
- [van Oudenaarden et al 94] ..... A.van Oudenaarden,M.de Jong,J.Sietsma,M.Th.Rekveltdt and A.van den Beukel, *J.Magn.Magn.Mat.*, **133**, (1994) ,251.
- [Polak et al 93a]..... Ch.Polak, J.P.Sinnecker, R.Grössinger, M.Knobel, R.Sato Turtelli and C.Kuss, *J.Appl.Phys.*, **73(10)**, (1993) ,5727.
- [Polak et al 93b]..... Ch.Polak,R.Grössinger,J.P.Sinnecker,M.Knobel,R.Sato Turtelli and C.Kuss, *Elsevier Studies in Applied Electromagnetics in Materials 4*, , (1993) ,261.
- [Rauch 66] ..... H. Rauch, *Z. Phys.*, **197**, (1966) ,373.
- [Sato Turtelli and Vinai 90]..... R. Sato Turtelli and F.Vinai, *Rev. Bras. Fis.*, **20**, (1990) ,219.
- [Reininger and Kronmüller 91] .... T.Reininger and H.Kronmüller, *Phys.Stat.Sol.(a)*, **128**, (1991) ,491.
- [Sato Turtelli et al 95] ..... R.Sato Turtelli, J.P.Sinnecker, R.Grössinger and M. Vázquez, *J.Appl.Phys.*, **78(4)**, (1995) ,2590.
- [Rekveltdt 71]..... M. Th. Rekveltdt, *J. Phys.*, **32**, (1971) ,C579.
- [Rekveltdt 72]..... M. Th. Rekveltdt, *Doctor Thesis, Delft, Amsterdam*, -, (1972) ,-
- [Rekveltdt 73]..... M. Th. Rekveltdt, *Z.Phys.*, **259**, (1973) ,391.
- [Rekveltdt 76]..... M. Th. Rekveltdt, *J. Magn. Magn. Mat.*, **1**, (1976) ,342.
- [Schöder et al 78] ..... G.Schöder,R.Schäfer and H.Kronmüller, *Phys.Stat.Sol.(a)*, **50**, (1978)
- [Sinnecker 91]..... J.P.Sinnecker, *Tese de Mestrado - UNICAMP*, **1**, (1991)
- [Sinnecker et al 94a] ..... J.P.Sinnecker, R.Sato Turtelli, M.Knobel and J.F. Saenger, *IEEE Trans. Magn.*, **30(2)**, (1994) ,1067.
- [Sinnecker et al 94b] ..... J.P.Sinnecker,R.Grössinger,R.Sato Turtelli,G.Exel,G.Griefeneder and C.Kuss, *J.magn.magn.Mat.*, **133**, (1994) ,20.
- [Sinnecker et al 95] ..... J.P.Sinnecker, R. Sato Turtelli, G.Badurek and R. Grössinger, *J. Magn. Mag. Mat.*,**140-144** , (1995) ,331.
- [Slonczewski 63] ..... J.C.Slonczewski, *Magnetism I*, Ed. by G.T.Rado and H.Suhl, (1963) ,Academic Press, New York.

- [Snoeck 38] ..... J.L.Snoeck, *Physica*, **5**, (1938) ,663.
- [Srolovitz *et al* 81] ..... D.Srolovitz,K.Maeda,V.Vitek and T.Egami, *Phil.Mag.A*, **44**, (1981) ,847.
- [Stüsser *et al* 84] ..... N.Stüsser, M.Th.Rekveltdt and T.Spruijt, *J.Magn.Magn.Mat.*, **43**, (1984) ,73.
- [Takahashi *et al* 77] ..... M.Takahashi,T..Suzuki and T.Miyazaki, *J.Appl.Phys.*, **16**, (1977) ,521.
- [Tsukahara *et al* 78] ..... S.Tsukahara,T.Satoh and T.Tushima, *IEEE Trans.Magn.*, **14**, (1978) ,61.
- [van der Valk and Rekveltdt 82] ... H.J.L van der Valk and M. Th. Rekveltdt, *J. Magn. Magn. Mat.*, **28**, (1982) ,88.
- [Vázquez *et al* 92] ..... M.Vázquez,C.Gomez Polo and D.X.Chen, *IEEE Trans.Magn.*, **28**, (1992) ,3147.
- [Veider *et al* 86] ..... A. Veider,G. Badurek, R. Grössinger and H. Kronmüller, *J.Mag.Magn.Mat.*, **60**, (1986) ,182.
- [De Vries *et al* 59] ..... G.De Vries,D.W.Van Geest,R.Gersdorf and G.W.Rathenan, *Physica*, **25**, (1959) ,1131.
- [ Williams 88] ..... W.G Williams, *Polarized Neutrons* - Claredon Press Oxford, (1988).