Ministério de Ciência e Tecnologia



# Observatório Nacional Coordenação de Geofísica

## "Desenvolvimento de Sensores Nanocristalinos para Magnetômetros Fluxgate"

Aluno: Geronimo Perez

Orientador: Dr. Luiz C. C. Benyosef

Dissertação apresentada ao Observatório Nacional do Rio de Janeiro como requisito parcial à obtenção do grau de

MESTRE em Geofísica

Rio de Janeiro, 28 de Fevereiro de 2007

# Livros Grátis

http://www.livrosgratis.com.br

Milhares de livros grátis para download.

Dedico este trabalho a toda minha família, aos que estão perto e aos que estão longe, que me deram o apóio e incentivo durante toda minha vida.

## Agradecimentos

À minha família, que sempre me apoiou.

Ao meu orientador Dr Luiz C. C. Benyosef, pela oportunidade da realização deste trabalho, pelo apoio e incentivo, e pela grande ajuda no decorrer deste trabalho.

À equipe do laboratório de Hidrogênio COPPE/UFRJ, especialmente ao Professor Dr. Paulo Emílio Valadão de Miranda, ao técnico laboratorial André e as alunas Glória e Taísa que com a sua ajuda possibilitaram a produção das fitas metálicas, a difração de raio X e o tratamento térmico.

Ao Professor Dr. Tsuneharu Ogasawara do Departamento de Engenharia de Materiais COPPE/UFRJ pela disponibilização do forno e realização do tratamento térmico das amostras.

Ao professor Dr. João Paulo Sinnecker do Instituto de Física da UFRJ, pela ajuda na caracterização magnética das amostras, pelo fornecimento da outras amostras, pela disponibilizarão da prensa e pelas sugestões, que ajudaram a enriquecer o trabalho de pesquisa.

À Equipe do laboratório de raio X do CBPF; Professor Dr. Ademarlaudo França Barbosa e a técnica Valeria Conde, por terem disponibilizado o raio X e realizado os difratogramas.

À minha colega de graduação e atual doutoranda Nivia, e ao doutorando Edson do Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) COPPE/UFRJ, por terem realizado a difração de raio X.

À Professora Dra. Renata Antoun Simão e ao técnico Heleno de Souza da Silva, por terem realizado as micrografias no microscópio de força atômica (AFM) na COPPE/UFRJ.

Ao professor Dr. Roberto Ribeiro de Avilez por ter disponibilizado o equipamento DSC do Laboratório de Analise Térmica do DCMM-PUC, e ter ajudado na interpretação dos resultados.

Ao meu colega doutorando André Wiermann pela enorme ajuda com a eletrônica dos circuitos e os testes dos sensores.

Aos técnicos das oficinas do ON; Tiago, Kennedy e Cláudio, pela operação do torno onde foram cortadas as amostras e produzidos os suportes dos núcleos.

À toda equipe de docentes do ON por ter me passado conhecimento e por terem se mostrado a disposição sempre que fosse necessário.

Ao Instituto de Física da USP, na pessoa do Sr. Sérgio Romero, que forneceu os materiais utilizados para produzir as ligas, não comerciais, utilizadas neste projeto.

Ao Sr. Valbergue, técnico do Departamento de Eletotecnica COPPE-UFRJ, por ter fornecido parte do fio utilizado.

À empresa Vacuumschmelze GmbH pelo fornecimento de amostras.

À equipe de alunos e amigos do ON, e à alguns em especial pela ajuda, apoio e incentivo.

À FAPERJ, pelo financiamento do projeto.

À CAPES, pela ajuda financeira com a bolsa.

### **RESUMO**

Sensores magnéticos do tipo fluxgate, utilizando materiais nanocristalinos foram desenvolvidos com objetivo de equipar os magnetômetros construídos no Laboratório de Desenvolvimento de Sensores Magnéticos (LDSM/ON). Estes magnetômetros são utilizados em trabalhos diversos para avaliar as intensidades das componentes (X,Y,Z) ou (H,D,Z) do campo geomagnético e suas variações.

No inicio, foram estudadas diferentes opções de composição e técnicas para o desenvolvimento do material sensor. Foram produzidas fitas amorfas de base FeSiCuNbB, pela técnica de solidificação rápida, *melt-spinning*, usando diferentes composições. *A s*eguir foram realizados procedimentos térmicos visando a formação de nanocristais.

O processamento do material foi feito em três etapas. Inicialmente foi realizada a préfusão, em forno de plasma, em seguida produziu-se a fita amorfa e finalmente o tratamento térmico.

A seguir foram realizadas as caracterizações estrutural com difração de raio x (XRD) e microscopia de força atômica (AFM), caracterização térmica, com calorimetria diferencial de varredura (DSC) e caracterização magnética, por traçador de curvas de histerese dos materiais desenvolvidos.

Na fase final, foi construído um magnetômetro fluxgate de circuito aberto, onde foram analisados os sensores produzidos. A qualificação dos sensores nanocristalinos é compatível com as melhores obtidas pelos similares amorfos.

## ABSTRACT

Fluxgate magnetic sensors, using nanocrystalline materials were developed with objective to equip the magnetometers built in the Laboratório de Desenvolvimento de Sensores Magnéticos (LDSM/ON). These magnetometers are utilized in diverse works for evaluating the intensities of the components (X,Y,Z) OR (H,D,Z) of the geomagnetic field and its variations.

In the beginning of the work different options of composition and techniques for the development of the sensors were studied. Amorphous ribbons of FeSiCuNbB base, melted by melt-spinning techniques, were studied using different compositions.

In the next phase the annealing work for formation of nanocrystals was carried out. The processing of the material was done in three phase: inicially pre-fusion by plasma furnace, followed immediately by production of amorphous ribbons and lastely.

The structural of characterization tests were carried out by x ray diffraction (XRD) and atomic force microscopy (AFM), thermal characterization by differential scanning calorimeter (DSC) and magnetic characterization by B-H loops of the developed materials.

In the final phase an open circuit fluxgate magnetometer was built where as used in analyzing the sensors produced. The quality of the sensors is found to be compatible with similar commercial ones.

## ÍNDICE

| CAPITULO 1 - CAMPO MAGNÉTICO DA TERRA                         | 1  |
|---|----|
| 1.1 -Introdução   | 1  |
| 1.2 - O campo geomagnético                                    |    |
| 1.2.1 - Campo de origem interna                               | 4  |
| 1.2.2 - Campo de origem externa                               | 5  |
| 1.3 - Elementos do campo geomagnético                         | 6  |
| 1.4 - Variações do campo Geomagnético                         | 9  |
| 1.4.1 - Variações de origem interna                           | 9  |
| 1.4.2 - Variações de origem externa periódicas e transitórias | 9  |
| 1.4.3 - Variação diurna                                       | 10 |
| 1.4.4 - Bandas de variação magnética                          | 11 |
| CAPITULO 2 - MAGNETÔMETROS                                    | 12 |
| 2.1 - Magnetômetros mecânicos                                 | 13 |
| 2.1.1 - Declinômetros   | 13 |
| 2.1.2 - Inclinômetros   | 14 |
| 2.1.3 - Variômetro clássico                                   | 16 |
| 2.2 - Magnetômetros eletrônicos                               | 17 |
| 2.2.1 - Magnetômetro de prótons                               |    |
| 2.2.2 - Magnetômetro Overhauser                               | 19 |
| 2.2.3 - Magnetômetro de bombeamento óptico                    |    |
| 2.2.4 - Fluxgate  |    |
| 2.2.5 - Magnetômetro de amostra vibrante                      | 20 |
| 2.2.6 - SQUID   |    |
| 2.2.7 - Magnetômetro de efeito Kerr                           | 24 |
| CAPITULO 3 - O MAGNETÔMETRO FLUXGATE                          | 25 |
| 3.1 - Introdução  | 25 |
| 3.2 - Principio de funcionamento                              | 25 |
| 3.3 - Geometria de sensores fluxgate                          |    |
| 3.3.1 - Núcleos lineares                                      |    |
| 3.3.2 - O Núcleo toroidal (ring-core)                         |    |
| 3.4 - Ruídos em sensores fluxgate                             |    |
| 3.4.1 - Como alguns fatores podem influir nos ruídos          | 35 |
| CAPITULO 4 - MATERIAIS DO NÚCLEO                              |    |
| 4.1 - Magnetismo na matéria                                   |    |
| 4.1.1 - Origem do momento magnético                           |    |
| 4.1.2 - Interação de troca                                    | 42 |
| 4.1.3 - O momento magnético nos sólidos                       |    |
| 4.1.3.1 - Nos sólidos isolantes                               | 44 |
| 4.1.3.2 - Nos sólidos metálicos                               |    |
| 4.1.4 - Domínios e paredes de domínio                         |    |
| 4.1.5 - Mecanismos de magnetização e efeito Barkhausen        |    |
| 4.1.6 - Magnetostrição  | 51 |
| 4.1.7 - Anisotropia magnética                                 | 53 |
| 4.1.7.1 - Anisotropia magnetocristalina                       | 53 |
| 4.1.7.2 - Anisotropia de forma                                | 54 |

| 4.1.8 - Campo desmagnetizante   | 55  |
|---|-----|
| 4.1.9 - Temperatura de Curie  | 57  |
| 4.1.10 - Efeitos das correntes de Foucault                            | 59  |
| 4.2 - Classificação dos materiais magnéticos                          | 60  |
| 4.2.1 - Diamagnetismo   | 61  |
| 4.2.2 - Paramagnetismo  | 62  |
| 4.2.3 - Ferromagnetismo   | 62  |
| 4.2.3.1 - Ferrimagnetismo   | 62  |
| 4.2.3.2 - Antiferromagnetismo   | 63  |
| 4.2.4 - Superparamagnetismo   | 63  |
| 4.2.5 - Propriedades ferromagnéticas                                  | 64  |
| 4.3 - Seleção dos materiais do núcleo                                 | 67  |
| 4 3 1- Características do material do núcleo sensor                   | 68  |
| 4 3 2 - Classificação da estrutura atômica dos materiais do núcleo    | 68  |
| 4 3 2 1 - Cristalinos   | 69  |
| 4322 - Amorfos  | 69  |
| 4 3 2 3 - Nanocristalinos   | 71  |
| 4 3 3 - Características dos materiais nanocristalinos                 | 71  |
| 4 4 - Ligas Fe-Si-Cu-Nh-B   | 72  |
| 4.4 1 - Elementos da liga Fe-Si-Cu-Nh-B                               | 75  |
|   |     |
| APITULO 5 - PRODUÇÃO DAS LIGAS  | 83  |
| 5.1 - Materiais utilizados  | 83  |
| 5.2 - Fusão do material   | 85  |
| 5.2.1 - Método  | 86  |
| 5.2.2 - Procedimento  | 86  |
| 5.3 - Preparação fitas por solidificação rápida "melt spinning"       | 88  |
| 5.3.1 - Parâmetros de grande relevância na obtenção das fitas amorfas | 93  |
| 5.3.2 - Procedimentos para produção das fitas amorfas                 | 95  |
| 5.4 - Tratamento térmico  | 96  |
| 5.4.1 - Procedimento  | 102 |
|   |     |
| APITULO 6 - RESULTADOS  | 104 |
| 6.1 - Caracterização estrutural                                       | 104 |
| 6.1.1 - Caracterização estrutural por XRD                             | 104 |
| 6.1.1.1 - Resultados das lígas produzidas                             | 104 |
| 6.1.1.2 - Resultados da liga comercial                                | 106 |
| 6.1.2 - Caracterização estrutural por AFM                             | 108 |
| 6.2 - Caracterização térmica  | 110 |
| 6.3 - Caracterização magnética das fitas                              | 111 |
| 6.4 - Construção dos núcleos  | 115 |
| 6.4.1 - Preparação das amostras toroidais                             | 116 |
| 6.4.2 - Suporte dos anéis e fitas                                     | 117 |
| 6.4.3 - Montagem dos núcleos  | 118 |
| 6.4.4 - Montagem das bobinas secundarias                              | 120 |
| 6.5 - Teste dos núcleos   | 121 |
| 6.6 - Discussões  | 124 |
| 6.7 - Conclusões  | 126 |
|   | 107 |
| EFEKENCIAS  | 127 |

## 1 - Campo magnético da terra

## 1.1 - Introdução

As propriedades magnéticas da matéria são conhecidas desde tempos muito antigos. As primeiras observações são atribuídas ao filosofo grego Thales, que viveu no século VI AC. A literatura chinesa entre os séculos III AC e VI DC., apresenta grande quantidade de referencias sobre imãs. As primeiras observações da declinação magnética foram feitas pelo astrônomo I-Hising em meados do ano 720 DC. A inclinação magnética foi descoberta por Georg Hartmann em 1544 [1].

Outra descoberta geomagnética importante foi feita por Robert Norman, um fabricante de instrumentos de Londres, ele construiu uma agulha magnética apoiada num eixo horizontal, que daria lugar ao primeiro instrumento para medir inclinação magnética, o inclinômetro. Este trabalho [2], descrevendo sua descoberta, foi publicado em 1581 em um folheto que teve o título de "The new atractive" nele são discutidas propriedades dos imãs em especial da inclinação magnética que Norman calculou o valor de 71° 50', em Londres.



Figura 1.1 - Primeiro inclinômetro, construído por Robert Norman

Um dos primeiros tratados de magnetismo foi o livro "De Magnet", escrito por William Gilbert em 1600. Neste livro o autor demonstrou, experimentalmente, que o calor destrói as propriedades magnéticas dos objetos atraídos por um ímã: uma agulha magnetizada permanece imóvel próxima a um pedaço de ferro aquecido ao rubro, e o mesmo pedaço de ferro recupera as propriedades magnéticas ao se resfriar, Gilbert mostrou também que corpos magnetizados tendem a se alinhar com o eixo norte-sul da terra.

Em um experimento inédito para a época Gilbert afastou a agulha magnética da *terrella* (nome dado por ele a uma esfera magnetizada utilizada nas suas experiências) e registrou em cada ponto a direção que a agulha tomava. A figura que mostra essas várias direções da agulha, com círculos de diferentes raios, é uma antecipação das imagens de linhas de força do campo magnético obtidas 200 anos depois pelo físico inglês Michael Faraday (1791-1867), usando limalha de ferro.



Figura 1.2 - Linhas do campo magnético e sua Inclinação

Na figura a posição da agulha magnética com relação à posição na superfície de uma esfera magnetizada que o autor compara analogamente com a Terra, isto corresponderia a Inclinação do campo magnético na superfície de Terra. Na sua descrição, Gilbert, também fala da propriedade do espaço em torno da esfera, chamada pelo autor, *orbis virtutis*, o que seria hoje o campo magnético [3, 4].

Outros nomes sucederam nas experiências como Edmond Halley, Charles A. Coulomb, Karl F. Gauss, Alexandre Von Humboldt e muitos outros deram continuidade a pesquisa e expansão do conhecimento científico sobre o geomagnetismo [5].

As medidas do campo magnético terrestre se tornaram freqüentes no fim do século XIX, mas foi durante a  $2^{\underline{a}}$  guerra que ouve grandes avanços, estes eram utilizados com fins bélicos como detectar submarinos e outras unidades bélicas. Isto se deu principalmente com o aprimoramento da eletrônica e a criação de novas ligas metálicas.

## 1.2 - O campo geomagnético

O campo magnético da terra pode ser descrito à grosso modo, como um dipolo magnético situado no interior da Terra, com seu eixo inclinado 11,5° em relação ao eixo de rotação do planeta, sendo que estes eixos não se cruzam, entre eles existe uma distância de centenas de Km no ponto de maior proximidade. Evidenciando que o Campo Geomagnético não é simétrico. Segundo alguns autores, o campo terrestre se aproxima a um dipolo situado a 300 ou 400 quilômetros do centro da terra e inclinado em relação ao eixo de rotação. A intensidade deste campo varia aproximadamente entre 30000 e 60000 nT [6]. Cerca de 94% do campo terrestre total é de origem interna, campo interno, os 6% restantes são resultado dos campos externos formados pela influência do sol, correntes ionosféricas.



Figura 1. 3 – Posicionamento dos pólos geomagnético e geográfico.

O campo magnético da terra é composto pela combinação do campo interno e do campo externo:  $B_{tot} = B_{int} + B_{ext}$ 

B<sub>int</sub> – Campo de origem interna

Bext - Campo de origem externa, associado às correntes ionosféricas e vento solar

Fundamentalmente o campo observado na superfície é formado pela combinação de fontes diferentes, de origem interna e externa à própria terra.

Origem no interior da terra

- **Campo Principal**: Correntes do dínamo auto excitável, fronteira Manto-Núcleo (30000 a 60000 nT).
- Campo Crustal: Magnetização de materiais ferromagnéticos na crosta terrestre, e que depende da estrutura geológica (50 a 1000 nT).

Origem no espaço circundante

 Correntes na Ionosfera de 20 a 50 nT em dias calmos, em latitudes médias, e que podem chegar a 200 nT próximo ao equador magnético. Os valores podem ir até 3000 nT em dias perturbados em altas latitudes, e geralmente estão associados a auroras polares [6].

## 1.2.1 - Campo de origem interna

O campo magnético de origem interna compreende 94 % do valor total. Este é produzido por um dipolo central.Várias são as teorias que tem tentado explicar a existência deste campo magnético permanente, nos dias atuais a teoria mais aceitável é a do dínamo auto-excitável [6].

Segundo a teoria do dínamo auto-excitado, o campo terrestre seria a manifestação do campo magnético gerado pela circulação de correntes elétricas no núcleo externo da Terra, que se encontra em estado líquido, e na fronteira manto-núcleo a aproximadamente 2900 km de profundidade. O movimento necessário à manutenção do mecanismo do dínamo,

seria fornecido pela convecção causada por fontes de calor, e o sucessivo resfriamento na zona superior do núcleo externo, pela troca de calor com o manto em continuo resfriamento condutivo para a superfície [2].

O campo magnético principal não é simétrico nem uniforme, ele sofre modificações irregulares, tanto na intensidade como na direção, dando origem à variação secular e as reversões, que afetam todos seus elementos [6].

#### 1.2.2 - Campo de origem externa

A fonte externa do campo magnético da terra está na ionosfera e na magnetosfera, e também na interação destas com o vento solar, cujo fluxo é composto basicamente de prótons e elétrons provenientes do sol, que atingem as camadas envoltórias e mais externas da terra, com velocidades de  $10^6$  m/s, temperaturas de  $10^5$  K e com uma magnitude de campo magnético da ordem de 7 nT.

A Magnetosfera e a sua superfície externa, a Magnetopausa, alcança na parte frontal, lado diurno, uma distância aproximada de 11 raios terrestres (*R*T), do centro da Terra, na lateral, chega em torno de 12 e 15 *R*T; e no lado noturno, ela se estende até 500 *R*T ou mais. O fluxo contínuo de partículas ionizadas do vento solar confina o campo magnético na região. O vento solar é freado pela interação com o campo terrestre produzindo uma onda de choque na região e deformando a magnetosfera de maneira a existir uma cauda como a de um cometa, que se estende por milhares de quilômetros no sentido oposto ao sol. Mudanças no vento solar eventualmente fazem com que estas partículas entrem na alta atmosfera, produzindo Auroras polares e pequenas variações nas dimensões da magnetosfera, quase desprezíveis. Medidas feitas por satélites científicos, equipados com magnetômetros, permitiu que fosse traçado um perfil detalhado da magnetosfera, delimitando assim, suas regiões de interação e o raio do campo magnético terrestre.



Figura 1.4 - Elementos do campo geomagnético externo

## 1.3 - Elementos do campo geomagnético

O campo geomagnético pode ser tratado matematicamente como um vetor, onde temos o campo total representado pelo vetor  $\vec{F}$ , que ao mesmo tempo este pode ser decomposto nas três componentes ortogonais X, Y, Z. Neste modelo, X representa a intensidade do campo paralela aos meridianos terrestres, Y é a intensidade do campo paralela ao Equador geográfico, e Z representa a intensidade na componente vertical.



Figura 1.5 - Representação da intensidade total campo geomagnético e suas componentes. Onde: F = Campo Total, Z = Componente Vertical, H = Componente Horizontal (Meridianomagnético), X = Meridiano Geográfico, Y = Paralelo Geográfico, D = Declinação, I =Inclinação.

Por convenção:

- X componente magnética norte (positiva no sentido do norte geográfico);
- Y componente magnética leste (positiva para leste);
- Z componente magnética vertical (positiva quando aponta para baixo);

O vetor F pode ser decomposto em Z e H, que são as componentes vertical e horizontal respectivamente, então temos;

 $\vec{F} = \vec{H} + \vec{Z}$  ou seja

 $F^2 = H^2 + Z^2$ 

Ao mesmo tempo podemos decompor o vetor H, em componente Norte, X e componente Leste, Y.

$$H^2 = X^2 + Y^2$$

Logo

$$\mathbf{F}^2 = \mathbf{X}^2 + \mathbf{Y}^2 + \mathbf{Z}^2$$

A declinação, **D**, é o ângulo existente entre o meridiano geográfico e o meridiano magnético; por convenção esta é positiva (+) à direita e negativa (-) à esquerda do meridiano geográfico.

$$X = H \cos D \longrightarrow \cos D = \frac{X}{H} \longrightarrow D = \arccos \frac{X}{H} \quad ou$$
$$Y = H \sin D \longrightarrow \sin D = \frac{Y}{H} \longrightarrow D = \operatorname{arsen} \frac{Y}{H} \quad ou$$
$$D = \operatorname{tg} \frac{Y}{X} \longrightarrow D = \operatorname{artg} \frac{Y}{X}$$

A inclinação, I, é o ângulo existente entre o vetor F (campo total) e o vetor H (componente horizontal) , por convenção esta é positiva (+) quando aponta para abaixo e pode ser representada por:

$$H = F \cos I \quad \rightarrow \qquad \cos I = \frac{H}{F} \quad \rightarrow \qquad I = \arccos \frac{H}{F} \quad ou$$
$$Z = F \sin I \quad \rightarrow \qquad \sin D = \frac{Z}{F} \quad \rightarrow \qquad I = \operatorname{arsen} \frac{Z}{F} \quad ou$$
$$tg I = \frac{Z}{H} \qquad \rightarrow \qquad I = \operatorname{artg} \frac{Z}{H}$$

Os elementos de campo geomagnético **X**, **Y**, **Z**, **H**, **F**, **D**, **I** estão relacionados através de relações trigonométricas. Podemos obter o valor de um deles sabendo o valor de outros dois.

## 1.4 - Variações do campo geomagnético

O campo geomagnético está sujeito a vários tipos de variações, de curtos e longos períodos, e estas podem ser de origem interna ou externa:

As variações geomagnéticas são classificadas em

- Reversões, entre mil e um milhão de anos.
- Seculares, para períodos maiores que um ano.
- Estacionárias, dependem da estação do ano e variam entre 6 meses a 1 ano.
- Diurnas, para períodos de 24 horas.
- Distúrbios, associados a tempestades solares com períodos variáveis e irregulares
- Pulsações, para períodos entre 0,2 e 1.000 segundos.
- Atmosféricas, quando períodos inferiores a 1 segundos.
- Produzidas pelo homem.

Sendo que as variações seculares são as únicas de origem interna [7].

## 1.4.1 - Variações de origem interna

Estes tipos de variações são de longo período, são as variações continuas do campo magnético com períodos aproximados entre 300 e 10.000 anos (variação secular), e reversões do campo geomagnético este campo pode ficar estável numa determinada polaridade de 1.000 anos a 1 milhão de anos.

#### 1.4.2 - Variações de origem externa, periódicas e transitórias

As variações do campo magnético terrestre, de origem externa são de dois tipos principais, uma de caráter periódico, no qual seu período é conseqüência dos movimentos da terra em relação ao sol, e outra de caráter transitório, de duração limitada, ainda que podem apresentar certa periodicidade dentro da sua aparição esporádica [6].

Este tipo de variações pode ser de uma grande gama de períodos de diferentes faixas, desde faixas de frações de segundo nas variações de alta freqüência e micropulsações ate faixas de anos como as variações do ciclo de atividade solar.

## 1.4.3 - Variação diurna

A mais importante das variações periódicas é a variação diurna, conseqüência do movimento de rotação da terra, esta pode representar até 0,5 % da intensidade total. Esta é causada pelas correntes fluindo na ionosfera e varia com a latitude, com estação do ano e com o ciclo solar.

A figura 6, abaixo, representa a variação diurna do campo magnético registrada no dia 28 de outubro de 2005 no Observatório Magnético de Vassouras.



## 1.4.4 - Bandas de variação magnética

Para facilitar sua catalogação, as variações magnéticas de acordo com a freqüência podem ser classificadas em bandas diferenciadas [7]:

BANDA 1 : < 0,0001 seg – 0,3 seg ; Oscilações de alta freqüências

BANDA 2:0,2 seg - 100 seg ; Micro pulsações

BANDA 3 : 1 min – 120 min ; Flutuações transitórias

BANDA 4 : 6 h – 15 dias ; campo Sq e variações lunares

BANDA 5 : 2 dias - 27,3 dias ; Tempestades magnéticas

BANDA 6: 6 meses - 12 meses ; variações sazonais

BANDA 7 : 10,5 anos - 11,5 ; variações do ciclo solar

BANDA 8 : 300 anos - 10.000 anos ; variações do campo principal

BANDA 9 : 1.000 anos – centenas de milhares de anos; inversões do campo geomagnético.

## 2 - Magnetômetros

Os magnetômetros são instrumentos específicos para determinar medições das diferentes componentes do campo magnético da Terra, incluindo a intensidade do campo total. Com o aperfeiçoamento tecnológico são rotineiramente empregados em diferentes áreas como navegação, prospecção, pesquisa aeroespacial, detecção de corpos metálicos, calibração de instrumentos, e outras aplicações.

Fundamentalmente, os magnetômetros podem ser classificados segundo diferentes critérios, uma forma bem comum de classificá-los é segundo o seu sistema de funcionamento, em:

- Clássicos (ou mecânicos)
- Eletrônicos

Entretanto também podem ser classificados em função do tipo de medida que es realiza, que pode ser escalares ou vetoriais.

- Magnetômetros escalares Medem apenas a intensidade do campo magnético.
   Dentre eles estão os magnetômetros de indução, precessão de prótons, overhauser e de bombeamento óptico.
- Magnetômetros vetoriais Alem de informar a intensidade do campo, este tipo de magnetômetros informa a sua direção e sentido. Nesta classe, encontram-se magnetômetros de efeito Hall, fluxgate e SQUID.

(Existem também uns tipos de magnetômetros que são utilizados em laboratórios, para medir propriedades magnéticas da matéria, que usam pequenas amostras de substancias, e destinados a pesquisa e caracterização.)

O primeiro dos magnetômetros foi a bússola, criada na antiga China.

As primeiras medidas realizadas para a localização de concentrações de minerais magnéticos foram feitas com bússola náutica e bússola geológica. Essas medidas

consistiam na observação de perturbações dos valores normais de declinação e inclinação do campo magnético.

Após a Segunda Guerra Mundial surgiram os magnetômetros eletrônicos, que permitem que se registre a intensidade do campo total ou de suas componentes.

## 2.1 – Magnetômetros mecânicos

Estes magnetômetros, também denominados de mecânicos por conterem partes móveis durante a operação, foram os precursores dos atuais instrumentos equipando praticamente todos os observatórios durante o século XX. Geralmente cada instrumento mede uma única componente do campo geomagnético.

## 2.1.1 – Declinômetros

A declinação é o valor do ângulo formado no plano horizontal entre o meridiano geográfico e a componente horizontal do vetor campo magnético, ou meridiano magnético, em uma determinada posição da Terra.

A medida da declinação **D** requer a determinação dos meridianos verdadeiro é magnético.



Figura 2.1. – Representação da intensidade do campo magnético principal e suas componentes.

Para determinar o meridiano verdadeiro existem vários métodos. Um dos métodos antigos consiste em observar a posição do Sol e medindo o azimute em diferentes instantes, ou usando um prumo pendurado que projeta sua sombra no solo; e outros métodos astronômicos, estes métodos são muito demorados. Atualmente é utilizado o teodolito que permite determinar o meridiano verdadeiro em pouco tempo.

Para a determinação do meridiano magnético se utiliza o declinômetro. Este consiste em uma caixa fechada com janelas de vidro, e com um tubo vertical, na parte superior, com uma cabeça giratória de onde pende o fio de suspensão da agulha magnética, que pode ser de forma cilíndrica ou formada por duas laminas, possui também um microscópio de leitura. É muito importante que o instrumento esteja bem apoiado na posição horizontal. Nos primeiros declinômetro a agulha magnética não era suspensa por um fio, e sim apoiada sobre um eixo, isto gerava problemas de atrito nas superfícies em contato.



Figura 2.2 - Bússola de declinação

## 2.1.2 - Inclinômetros

Instrumento que mede o angulo de inclinação do campo geomagnético, consiste basicamente de uma agulha magnética com centro de massa apoiada no eixo de um círculo vertical graduado. O sistema é fechado em uma caixa de vidro e dois sistemas ópticos permitem uma observação rigorosa das extremidades da agulha, ao mesmo tempo apoiado em um círculo horizontal também graduado.



Figura 2.3 - Bússola de inclinação magnética.

Para realizar medidas, deve-se manter o instrumento, em princípio, bem nivelado em relação ao plano da superfície e por medida de precaução utilizar um prumo delgado montado com o instrumento. A determinação da inclinação magnética consiste simplesmente na medida direta do ângulo formado entre o plano horizontal e a direção apontada pela agulha do inclinômetro. Para alinhar o instrumento com o meridiano magnético pode-se utilizar uma simples bússola [6].

Fora da direção do meridiano magnético a inclinação indicada pela agulha será sempre maior que a inclinação magnética, pois afastando da direção da componente horizontal do campo (**H**) a influência desta diminuirá enquanto o efeito da componente vertical (**Z**) continuará sempre o mesmo e por isso a agulha irá se aproximando da vertical.

Um problema comum neste tipo de instrumento era a resistência mecânica à rotação. Vários meios foram tentados, mas o problema nunca foi completamente resolvido. O inclinômetro clássico não é mais utilizado, pois sua precisão é consideravelmente baixa, ele foi substituído atualmente por outros instrumentos [6].

## 2.1.3 - Variômetro clássico

Este tipo de instrumento tem sido largamente utilizado em todos os observatórios dos séculos XIX e XX, ainda se encontram em operação em vários observatórios magnéticos. A característica especial desses variômetros é a sensibilidade e a resposta relativamente rápida permitindo o registro de pequenas flutuações de curto período, tais como a variação diurna e as tempestades magnéticas.

Estes são basicamente, agulhas magnéticas que podem girar em torno de seu eixo, geralmente de quartzo, pela ação do campo magnético. Os ângulos de rotação são proporcionais às variações do campo e por serem muito pequenos são observados através de um sistema óptico onde um feixe de luz é refletido num espelho acoplado ao sistema de torção eixo-imã, este feixe é refletido sobre um tambor com uma película fotográfica que gira com um período de 24 h, desta forma é obtido um registro diário das variações.

O arranjo do sistema de três agulhas magnéticas está disposto de tal forma que sejam registradas a declinação, D, a componente horizontal, H, e a componente vertical, Z. A sensibilidade dos variômetros é da ordem de 10 nT. São necessária calibrações periódicas e levantamentos, para as linhas de base.

Torque atuante sobre um imã:

$$\tau = M.H \, \text{sen} \, \theta \tag{2.1}$$



Figura 2.4 - Esquema de um variômetro de três componentes.

Um dos grandes problemas deste tipo de instrumento é a vibração mecânica e dilatação térmica que podem afetar a calibração e a operação deste instrumento, por isto este instrumento deve ser montado sobre uma base firme e mantido a temperatura constante [2].

## 2.2 - Magnetômetros eletrônicos

Atualmente são utilizados, na maioria das vezes, os magnetômetros eletrônicos, que possuem muitas vantagens sobre os seus anteriores mecânicos. A continuação são apresentados alguns magnetômetro deste tipo.

## 2.2.1 - Magnetômetro de prótons

O magnetômetro de precessão de prótons (PPM) foi o primeiro instrumento quântico a ser utilizado rotinariamente em trabalhos diversos de geomagnetismo. Seu elemento sensor é construído a partir de uma amostra de um líquido hidrogenado de baixa viscosidade, como: água, álcool, querosene, ou outros hidrocarbonetos.

Este é um instrumento absoluto e seu principio de funcionamento está baseado nas propriedades magnéticas do núcleo do átomo de hidrogênio, ou seja, do próton, ao interagir com o campo magnético ambiente.

É basicamente o mesmo princípio de ressonância magnética nuclear, cuja teoria foi desenvolvida por Bloch em meados de 1940 e que descreve a dinâmica dos spins nucleares.



Figura 2.5 - Esquema do PPM. Adaptado de Campbell, 1997.

Para operação, uma amostra do líquido hidrogenado é colocada no interior de uma bobina conectada a um circuito eletrônico, cuja função é polarizar magneticamente a amostra. O campo de polarização, usualmente com intensidade entre 3 mT Onde  $\tau_0$  é o tempo de relaxação para a substancia hidrogenada e M<sub>0</sub> o valor máximo teórico de magnetização. Desligada a corrente polarizante de maneira abrupta, os prótons irão precessar, se alinhando gradualmente com o campo externo. O movimento de precessão dos dipolos magnéticos induz uma corrente na bobina sensora, a mesma que excitou o liquido , captando o sinal de precessão. A freqüência obtida na bobina é linearmente proporcional a intensidade do campo ambiente:

$$\omega = \gamma_{\rm P} \, \mathbf{B}_0 \tag{2.3}$$

sendo  $\gamma_P = 0,0425764$  a razão giromagnética do próton. No Sistema Internacional de unidades (S.I) a freqüência ( $\omega$ ) é dada em Hz e o campo externo B<sub>0</sub> em nT [8].

Este magnetômetro tem uma resolução aproximada de 20 ppm (~20 nT)[8].

É importante observar que a medição do campo com o PPM não é constante, havendo um intervalo um tempo de cerca de um minuto entre uma medição e outra.

## 2.2.2 - Magnetômetro Overhauser

Este magnetômetro, evoluído a partir do PPM pode produzir medições continuas do campo e ainda apresentar consumo de energia inferior. Overhauser mostrou em 1953 [2], que se uma solução contendo uma substancia paramagnética estiver sujeita a um campo de radio freqüência na freqüência de ressonância eletrônica desta substancia, ocorrerá uma transferência de energia por acoplamento dos spins de seus elétrons para os prótons do solvente. Radicais livres orgânicos em solução no fluido sensor introduzem os elétrons livres necessários para sustentar a precessão dos prótons continuamente. O magnetômetro Overhauser possui uma eletrônica mais complexa e sofisticada que a do PPM, podendo chegar a resoluções de 0,01 nT, com taxa da amostragem de ate 10 Hz .

#### 2.2.3 - Magnetômetro de bombeamento óptico

O magnetômetro de bombeamento óptico [9] tem o seu principio de funcionamento baseado no efeito Zeeman.

O efeito Zeeman é o desdobramento das raias espectrais de um espectro em resposta à aplicação de um campo magnético B na amostra.

Quando uma transição entre níveis de energia ocorre em uma determinada amostra, ela emite ou absorve radiação eletromagnética em freqüências discretas características.

A energia relacionada ao intervalo de freqüências entre estas linhas é proporcional à magnitude do campo aplicado.

#### 2.2.4 - Fluxgate

Este tipo de magnetômetro será abordado nos capítulos seguintes, já que é elemento de investigação deste trabalho.

#### 2.2.5 - Magnetômetro de amostra vibrante

O magnetômetro de amostra vibrante [10] foi desenvolvido em 1955 sendo provavelmente o magnetômetro mais usado nos laboratórios de pesquisas físicas. A amostra é fixada na extremidade de uma haste rígida e o campo pode ser aplicado tanto na direção transversal como na longitudinal á direção da vibração.

Usualmente a simetria axial é usada quando a fonte de campo magnético é uma bobina supercondutora. A outra extremidade da haste é fixada na membrana de um alto-falante ou a um motor com um sistema de polias ou engrenagens. O primeiro permite mais baixas amplitudes e mais altas freqüêni5 To nu etar am



Figura 2.6 - Diagrama de um magnetômetro de amostra vibrante

É importante destacar dois detalhes: um deles refere-se que a medida de magnetização feita com o deslocamento da amostra permite eliminar outras contribuições que não as oriundas da amostra; o segundo é que a medida é realizada com o auxílio de detecção síncrona com o uso de um amplificador *lock-in*, o que proporciona um grande aumento de sensibilidade.

O arranjo de bobinas deve ser tal que maximize o sinal induzido e que este seja pouco sensível à posição da amostra, vemos que com vários pares de bobinas a precisão é maior Alem disso, trabalhando com bobinas de detecção resfriadas a temperatura de Helio liquido pode-se melhorar a precisão da medida principalmente quando são enroladas com fio supercondutor.

Outras características do MVS [10]:

• Como a amostra vibra senoidalmente, o sinal captado pelas bobinas também tem a forma de uma senóide.

• Geralmente uma amostra padrão é colocada no sistema e comparando o sinal desta amostra com o que está sendo medido, é possível obter o valor real da magnetização do material.

• Conhecendo a densidade e massa do material, é possível obter o valor de cada momento atômico e iônico presente no material.

• É utilizado para estudar as propriedades magnéticas de materiais, magnetização, coercividade etc.

## 2.2.6 – SQUID

SQUID é a sigla em inglês de Dispositivo Supercondutor de Interferência Quântica. Este tipo de magnetômetros é atualmente o que consegue o maior nível de resolução  $(10^{-6} \text{ nT})$ . Utiliza, para funcionamento, o Efeito Josephson.

Basicamente consiste de um cilindro de duas camadas, que funciona como uma "garrafa térmica". Duas bobinas cumprem a função de gradiômetro, e um anel com uma ou duas junções Josephson, feitos de metal supercondutor. Para estes metais, que formam a as bobinas e o anel adquirirem esta característica de supercondutor, devem ser esfriados a uma temperatura de aproximadamente 4 K, por isto é utilizado He líquido. Este magnetômetro utiliza amostras pequenas, e é bastante aplicado em Paleomagnetismo.



Figura 2.7 - Diagrama do SQUID

O anel Supercondutor pode ser interrompido por uma ou duas junções, como pode-se ver na figura 2.8, também vemos como acostuma ser realmente, a geometria do anel supercondutor (c).



Figura 2.8 – (a) Representação de anel com uma junção, (b) duas junções, (c) desenho do anel supercondutor de duas junções.



Figura 2.9 - Esquema do circuito do SQUID.

## 2.2.7 - Magnetômetro de efeito Kerr

No efeito Kerr uma luz linearmente polarizada e refletida por uma superfície magnetizada é afetada pela magnetização desta superfície tornando-se, no caso mais geral, elipticamente polarizada. Este método é utilizado para caracterizar a parte superficial da amostra, muito utilizado também na caracterização de filmes finos.

Dependendo da espessura da amostra em relação ao comprimento de penetração da luz, pode-se classificar dois regimes, superficial, quando a espessura da amostra é menor que o comprimento de penetração e o regime *bulk* ("corpo"), quando a espessura da amostra é maior que o comprimento de penetração.

Os efeitos magneto-óticos foram descobertos em meados do século XIX tendo sido de fundamental importância no desenvolvimento da teoria eletromagnética e da física atômica. Este magnetometro magneto-óptico trabalha com a amostra imersa num campo magnético, esta amostra deve estar devidamente polida para permitir a reflexão da luz, cujo raio refletido é analisado pelo foto sensor. Na figura abaixo pode-se ver o esquema de funcionamento do equipamento.



Figura 2.10 - Esquema do método do efeito Kerr utilizado para caracterizar amostras finas ou superfícies de amostras.

## 3 - O magnetômetro fluxgate

## 3.1 - Introdução

O magnetômetro fluxgate, ou de núcleo saturado, surgiu em meados dos anos 1930 tendo sido aprimorado durante a II Guerra Mundial, onde foi utilizado como detector de submarinos. Este pode ser considerado como o mais destacado dos instrumentos geomagnéticos de pequeno porte, especialmente por sua versatilidade, alta sensibilidade, consumo reduzido e pequenas dimensões. Pelas características o fluxgate é intensamente utilizado em trabalhos diversos como observatórios magnéticos, prospecção geofísica, missões espaciais, navegação, sistemas de segurança e aplicações militares.

## 3.2 - Principio de funcionamento

Em termos de funcionamento, o fluxgate é um instrumento do tipo vetorial, de funcionamento eletrônico e com capacidade de medir campos estáticos ou variáveis. Seu funcionamento também está relacionado com as propriedades de saturação de ligas magnéticas moles, que possibilitam o chaveamento do fluxo magnético, devido à variação da permeabilidade magnética do material usado como núcleo.

Ainda que existem diferentes configurações da geometria dos núcleos, para explicar o seu funcionamento iremos supor dois núcleos cilíndricos lineares de mesmas dimensões de material de alta permeabilidade, montado em paralelos e bobinados em serie, mas com oposição de fase de tal forma que uma corrente elétrica, de freqüência f ao passar por eles magnetiza-os com campos de mesma intensidade e de sentidos contrários [6].

Introduzindo uma bobina secundaria envolvendo as duas primárias (figura 3.1), na ausência de campo externo, nenhum sinal de tensão será induzido (figura 3.2), supondo a perfeita simetria do dispositivo, dado que os campos produzidos em ambos núcleos são iguais e de signo contrário.

Basicamente, o sensor fluxgate consiste em um único núcleo de material ferromagnético, de alta permeabilidade, envolto por dois sistemas de enrolamento, um para excitação do material e outro para detecção. Alinhando o eixo longitudinal do sensor com uma direção de um campo magnético e excitando o núcleo com um sinal de corrente periódico, o núcleo será magnetizado alternadamente com o aparecimento de um fluxo magnético ( $\Phi$ =B.A) no seu interior, sendo B a indução e "A" área da seção transversal do núcleo. Nestas condições a permeabilidade  $\mu_r$  do material do núcleo sofrerá alteração acompanhada da variação do fluxo magnético associado e um sinal de tensão V será induzido nas "n" espiras da bobina sensora.

$$V = n.A.(dB/dt)$$
(3.1)

A tensão induzida é então proporcional ao número de espiras, à área transversal e a variação do campo magnético. Para pequenos valores do campo externo  $(B_{ex})$  B é proporcional ao  $B_{ex}$  e o fator de proporcionalidade é a permeabilidade  $\mu_r$ , que depende do material que o núcleo é feito e da sua geometria:

$$\mathbf{B} = \mathbf{\mu} \mathbf{H} \tag{3.2}$$

O campo dentro do núcleo é dado por

$$\mathbf{B} = \boldsymbol{\mu}_{0}(\mathbf{H} + \mathbf{M}), \tag{3.3}$$

onde M é a magnetização e é proporcional a H pela susceptibilidade magnética  $\chi$  :

$$M = \chi H \tag{3.4}$$

H é dado por:

$$H = H_{ex} - D.M \tag{3.5}$$

sendo D o fator de desmagnetização, O valor de B, então, é dado por:

$$B = \mu_{r.} H/(1+D(\mu_{r}-1))$$

sendo  $\mu_r=1 + \chi$  tem-se que:

$$\mu_{a} = \mu_{r} / (1 + D (\mu_{r} - 1))$$
(3.6)

Calculando-se a derivada de B em relação ao tempo e substituindo em (3.1) obtemos a equação característica do sensor fluxgate:

$$V = n.A.H \frac{(d\mu_{r}/dt)(1-D)}{[1+D(\mu_{r}-1)]^{2}}$$
(3.7)

Do ponto de vista operacional, o funcionamento de um magnetômetro fluxgate pode ser facilmente compreendido, supondo que um sensor fluxgate seja alimentado por uma fonte de corrente periódica, com freqüência "f". Se o núcleo estiver alinhado à um campo magnético externo, a sua sim


Figura 3.1 - Esquema do magnetômetro fluxgate. Pode-se observar que as bobinas primarias se encontram em oposição de fase, isto é, o sinal detectado é nulo na ausência de um campo aplicado, pois, a saturação dos núcleos é simétrica e de sinais opostos, fazendo com que a indução seja nula na bobina sensora, já que a tensão de saída é proporcional a dB/dt.

Na figura 3.2 abaixo, podemos ver que a indução B em cada instante é nula



Figura 3.2 - Comportamento da indução (B) e da tensão (V) em função do tempo, na ausência de campo magnético externo.

Considerando a relação entre a intensidade do campo e sua correspondente indução magnética:

$$\mathbf{B} = \mathbf{\mu}\mathbf{H} \tag{3.8}$$

onde para cada semi-núcleo:  $B_1 = \mu H$  e  $B_2 = \mu He$  o que implicará em:

$$V = -\frac{dB}{dt} = -\frac{d(B_1 + B_2)}{dt}$$
(3.9)

Na presença de um campo magnético externo  $H_0$ , paralelo aos eixos dos núcleos, este alterará o campo magnético nas bobinas com um fator  $H_0 + H$ , ou seja, nos dois núcleos o campo de excitação máximo será  $H_0 + H$  e o mínimo  $H_0 - H$ , variando a cada instante em função da freqüência de excitação. Isto faz com que os núcleos atinjam a saturação em instantes diferentes, assim o ciclo de histerese será assimétrico, produzindo uma defasagem entre a indução de cada uma dos núcleos, por vez, provocando a indução na bobina sensora que envolve estes dando um sinal de tensão na saída, proporcional a dB/dt.



Figura 3.3 – Comportamento da indução (B) e da tensão (V) em função do tempo, na presença de campo magnético externo.

Quando existe um campo magnético atuante, obteremos um sinal de tensão na bobina secundaria proporcional a dB/dt.

Ao aplicarmos uma corrente suficientemente alta nas bobinas primarias de tal forma a gerar um campo magnético H maior que o campo magnético de saturação do material, então a permeabilidade do núcleo decresce para valores próximos ao da permeabilidade do vácuo, como se o núcleo tivesse desaparecido do interior da bobina, fechando a entrada de fluxo, por isso o nome fluxgate, portão de fluxo.

A eletrônica dos circuitos fluxgate baseia-se no principio de excitar o núcleo do sensor com um sinal de corrente de freqüência,  $f_o$ , alinhá-lo com o campo de prova e assim detectar o sinal induzido e que contenha o dobro da freqüência de excitação, i.e. o sinal 2  $f_o$ , na bobina sensora.



Figura 3.4 - Diagrama simplificado do circuito fluxgate.

# 3.3 – Geometria de sensores fluxgate

Os núcleos dos magnetômetros fluxgate podem ter tipos diferentes de configuração geométrica, dentre as quais as duas mais destacadas são a linear e a toroidal (forma de anel), também conhecida como ring-core. No LDSM/ON a preferência é pela geometria

toroidal. É importante destacar que para cada geometria, excitação e detecção existe uma teoria de operação própria que a caracteriza.

Considerando que a excitação seja feita por uma corrente I, o campo externo por  $H_{EX}$  e  $E_S$  o sinal de tensão da bobinas secundaria, os sensores poderiam ser agrupados segundo a orientação geométrica do núcleo com relação ao campo magnético a ser medido.





Figura 3.5 - Configuração de sensores fluxgate onde (a), (b), (c), (d): Entrada de fluxo paralela, (e), (f): Entrada de fluxo ortogonal. (g): Entrada de fluxo mixta. Adaptado de Nielsen, O. V. et all., 1989.

### 3.3.1 - Núcleos lineares

Os sensores de geometria linear são conceitualmente os mais simples. Basicamente, são formados por pequenas barras filamentares isoladas ao redor das quais são montadas bobinas primárias, responsáveis pela alimentação. Sobre estas, são montadas outros enrolamentos secundários que detectarão o sinal induzido, bobinas sensoras. Dessa forma, a bobina primária irá saturar periodicamente o núcleo ao ser excitada fazendo com que a bobina secundária induza pulsos a cada período de saturação do núcleo.

Para se medir um campo externo  $H_{ext}$ , basta fazer a análise dos instantes anteriores e posteriores da saturação do núcleo para se obter uma medida.

**Vacquier**: É composto por dois núcleos ferromagnéticos, teoricamente idênticos, e alimentados em série por uma mesma corrente, de maneira que ficam magnetizados com inversão de fase. Na ausência de campo magnético externo, estes campos se anulam. A presença de um campo externo irá quebrar este desbalanceamento induzindo um sinal de tensão na bobina sensora (fig. 3.5.c).

**Förster**: Assemelha-se muito ao Vacquier, pois cada núcleo possui uma bobina diretora gerando campos opostos, mas com a diferença que cada núcleo possui também a sua própria bobina sensora independente (fig. 3.5.b).

#### **3.3.2 - O Núcleo toroidal (ring-core)**

Tem mecanismo de funcionamento semelhante ao tipo de dois núcleos em paralelo, mencionados anteriormente. Neste caso o toroide pode ser considerado como constituído de duas partes independentes, semi-núcleos e o processo de magnetização é então bastante semelhante aos anteriores. Este tipo de geometria foi desenvolvido por Aschenbrenner e Goubau, em 1928, sendo formado por um toroide com a bobina de excitação disposta em uma única camada ao longo de todo a superfície do toróide. A bobina sensora é disposta perpendicular ao plano do campo magnetizante a ser gerado, e tem as seguintes características: · As tensões internas do material são uniformemente distribuídas.

· Permite a correção da assimetria do núcleo, pela sua rotação dentro da bobina do secundário.

· Não existem efeitos de borda, geralmente associados com regiões de aumento de ruído.

• Consegue-se saturar o núcleo mais rapidamente devido ao circuito magnético de excitação ser fechado.



Figura 3.6 - Vista interna do núcleo toroidal no sensor fluxgate. Este núcleo toroidal está enrolado pela bobina excitação e ao mesmo tempo a bobina detectora envolve estes. Adaptado de Nielsen, O.V., 2000.

A forma de núcleo do tipo toroidal deriva da forma de 2 núcleos paralelos, como se fossem moldados em forma de um único anel. O formato toroidal é preferido para varias aplicações onde seja requerida alta exatidão e estabilidade por causa do offset facilmente ajustável girando o núcleo sensor em relação à bobina detectora. Este método de ajuste do zero é preferido, pois se baseia no principio da simetria [11].

### Vantagens do núcleo toroidal:

- São mais fáceis de montar, considerando que na geometria linear deve-se construir núcleos a principio idênticos para trabalhar aos pares.

- Apresentam ajustes mais precisos por permitir girar o núcleo no interior da bobina sensora determinado com facilidade e precisão o ponto exato da simetria magnética entre os seminúcleos.

- Podem ser montados em dimensões reduzidas com grande facilidade.

- Permitem detectar duas componentes do campo com um mesmo núcleo sensor.

### 3.4 – Ruídos em sensores fluxgate

Na construção de sensores fluxgate de baixo nível de ruídos, deve-se fazer uma análise detalhada no material, focando suas propriedades magnéticas. Núcleos construídos com materiais nanocristalinos são geralmente menos ruidosos do que aqueles construídos com materiais cristalinos e com materiais amorfos [12].

Os ruídos têm fontes tanto na eletrônica associada quanto no próprio elemento sensor incluindo o núcleo. Neste último caso, são ruídos de pequena escala produzidos durante o processo de magnetização do material que constitui o núcleo. Este ruído é devido a imperfeições do material que podem ser reduzidas ou eliminadas através de tratamento térmico apropriado.

A espessura da fita deve ser bastante delgada, considerando que existe uma relação da sua espessura com as correntes de Foucault. Tais correntes se pronunciam da forma a atenuar a intensidade do campo magnético no núcleo, já que esta dificulta a penetração do campo magnético no interior da liga sensora, fazendo com que a intensidade desse campo sofra uma queda exponencial entre a superfície e o interior das camadas que constituem o núcleo [13].

São diversos os ruídos que podem atuar nos sensores do tipo fluxgate. A continuação temos alguns dos principais tipos de ruídos nos fluxgate:

• **Ruído de Nyquist ou térmico**. Este ruído provém do movimento dos elétrons e é verificado mesmo a temperatura T e corrente de magnetização I constantes. O ruído térmico é uma das principais fontes de ruído nos sensores fluxgate [14].

• **Ruído Barkhausen**. Este ruído é devido a pequenas variações da magnetização do núcleo e se caracteriza pela continuidade da corrente de excitação e por ser independente da temperatura. Nos materiais ferromagnéticos o processo de magnetização é geralmente acompanhado de movimento de paredes de domínio, que são a causa do ruído Barkhausen [15]. Este ruído é de magnitude bem baixa e atualmente é um dos fatores limitantes na a sensibilidade do sensor [16].

## 3.4.1 - Como alguns fatores podem influir nos ruídos

Deve-se ter muito cuidado na escolha do material magnético com que é feito o núcleo, pois, como vimos anteriormente, imperfeições no material também causam ruído no sensor. Chegou-se a conclusão que existem regiões dentro do material que oferecem uma maior resistência à magnetização, e por isso, correntes de excitação maiores são necessárias para magnetizá-las. A construção de sensores do tipo fluxgate requer materiais com alta susceptibilidade, baixa magnetostrição e baixo ruído Barkhausen, para garantir um alto desempenho [17].

Além do material com que é feito o núcleo, a geometria do sensor também influi no ruído através do fator de desmagnetização. Com relação à freqüência de excitação o ruído diminui se esta for aumentada até um certo limite, após isso com o aumento da freqüência de excitação há um aumento do ruído, ou seja, existe uma freqüência ideal para cada tipo de material.Componentes ruidosos ou aterramentos mal feitos podem deteriorar a resposta do fluxgate [18].

Ajustes por rotação do núcleo podem minimizar os efeitos de borda, o acoplamento entre os enrolamentos primário e secundário, e contribuirá também para a redução o ruído de offset. Um sinal de excitação com o mínimo de harmônicos pares, e com filtragem adequada também ajuda a diminuir os efeitos do offset e do ruído total [13].

A dependência térmica também pode constituir em uma poderosa fonte de ruídos, cumprindo um papel importante no controle de ruído. Levando em conta o efeito da dilatação térmica dos materiais que compõem o sensor a e dependência da resistividade com a temperatura. Esta dependência pode produzir variações nas medidas em função da temperatura de operação. A utilização de materiais do núcleo com baixo coeficiente de dilatação ajuda na redução do ruído [13].

São vários outros os fatores que influenciam no nível de ruído do material, entre estes vamos considerar alguns deles [19]:

- Composição
- Temperatura de Curie
- Tratamento térmico
- Forma dos domínios
- Magnetostrição

### Composição

O ruído normalmente é dependente da composição da liga, por exemplo; ligas a base de Ni mostram um grande ruído, e as ligas a base de Co produzem pequeno ruído. Ligas a base de Fe se situam entre as duas anteriores [19].

#### **Temperatura de Curie**

No capitulo 4 é mostrado como o ruído decresce quando a temperatura Curie está próxima da temperatura de operação e que este fator está intimamente ligado à composição. Onde temos que o ruído decresce exponencialmente com a diminuição de Tc do material.

# Tratamento térmico

Cada tipo de liga tem um tipo de tratamento térmico preferencial para a redução de ruído, este está intimamente ligado à composição e estrutura atômica do material [19].

# Estrutura de domínios

A estrutura dos domínios magnéticos é um fator que determina a forma das curvas B-H, no experimento realizado [19]. Vê-se que o material com domínios de grande tamanho gera uma curva B-H de forma quadrada, o que produz um elevado nível de ruído. Por outro lado tem-se que o material com muitos domínios de tamanho pequeno gera uma curva B-H arredondada, o que produz um baixo nível de ruído.

Devido à proporcionalidade entre remanência e movimento de paredes de domínio, o ruído esperado é proporcional ao valor médio das remanências ao longo da fita.[20]

# Magnetostrição

A magnetostrição é uma das principais fontes de ruído [21]. Ligas amorfas sem magnetostrição tem mostrado um nível de ruídos muito baixo, na ordem de 17 pT, RMS 0,06-10,0 Hz [20].

# 4 - Materiais do núcleo

### 4.1 - Magnetismo na matéria

O estudo do magnetismo iniciou-se com os gregos que, há mais de 2000 anos, observaram que certas rochas na região da Magnésia atraíam pedaços de ferro. Por esta razão foram denominadas de magnetita e, a propriedade que elas possuíam de atrair materiais ferrosos, denominou-se magnetismo. Através da magnetita foram desenvolvidos os conceitos iniciais de imãs permanentes naturais. Por sua vez, um imã é um dispositivo que possui a propriedade de atrair materiais ferromagnéticos.

### 4.1.1 - Origem do momento magnético

Para começar podemos explicar este fenômeno através do eletromagnetismo clássico onde existe uma relação entre o momento magnético e o momento angular do elétron: Se um elétron se move numa órbita circular, existirá conjugado uma relação entre o momento magnético e o momento angular. Denominando de L o momento angular e de  $\mu$  o momento magnético da órbita eletrônica, a magnitude do momento angular pode ser entendida, escalarmente, como o produto da massa do elétron pela velocidade e o raio de curvatura da trajetória.

$$\mathbf{L} = \mathbf{m} \mathbf{v} \mathbf{r} \tag{4.1}$$

Como podemos ver na figura abaixo L e m são perpendiculares à superfície da órbita.



Figura 4.1 - Para qualquer órbita circular o momento magnético  $\mu$ é igual ao produto de q/2m pelo momento angular L.

O momento magnético na própria órbita é dado pelo produto da corrente pela área. A corrente é carga que passa por determinado ponto da órbita por unidade de tempo, ou seja, a carga q pela freqüência de rotação [22].

$$\mathbf{I} = \mathbf{q} \frac{\mathbf{v}}{2\,\pi\,\mathbf{r}} \tag{4.2}$$

considerando que a área é  $\pi r^2$  , logo o momento magnético,  $\mu,$  é

$$\mu = \frac{q \, v \, r}{2} \tag{4.3}$$

perpendicular ao plano da órbita, considerando que L e µ estão na mesma direção:

$$\mu = \frac{q}{2m}L \tag{4.4}$$

Cada elétron num átomo tem momentos magnéticos que se originam de duas fontes.

Uma está relacionada a seu movimento orbital ao redor do núcleo; sendo uma carga em movimento, um elétron pode ser considerado como um pequeno anel de corrente, gerando um muito pequeno campo magnético e tendo um momento magnético ao longo do seu eixo de rotação, chamado de momento angular orbital, L [23].

Pode-se também conceber que cada elétron está girando em torno do seu próprio eixo o outro momento magnético se origina a partir deste giro do elétron em torno de si mesmo, que está direcionado ao longo do eixo de auto-rotação, chamado de momento angular de spin, *S*, proposto por Uhlenbeck e Goudsmit em 1925.

Estas dois propriedades do elétron dão origem ao momento de dipolo magnético do átomo. A partir destes fenômenos de origem quântica são originadas as propriedades magnéticas da matéria. Os estados orbital e de spin são determinados pelos quatro números quânticos:

- 1. Número quântico principal (n): determina o tamanho da órbita do elétron e corresponde ao numero da camada ou nível; 1, 2, 3 ...
- 2. Número quântico secundário (1): descreve o momento angular do movimento orbital e corresponde ao tipo de subnível s, p, d, f, g, ...
- Número quântico magnético (m<sub>L</sub>): descreve a componente do momento angular orbital em uma determinada direção e corresponde a posição do elétron dentro do subnível, e os valores variam entre – l e l.
- 4. Número quântico de spin (m<sub>s</sub>): descreve a componente do spin do elétron em determinada direção e o seu valor pode ser  $\frac{1}{2}$  ou  $-\frac{1}{2}$ .



Figura 4.2 - Exemplo do subnível do tipo d, l = 2 e os seus possíveis valores de  $m_L$ 

Utilizando os números quânticos, e seguindo as regras de Hund e o principio de exclusão de Pauli, para determinar a sua configuração e os valores de *S*, *L* e *J* correspondentes, podemos calcular o momento magnético atômico de átomos ou íons isolados de diferentes elementos químicos.

São utilizados os valores *L*, *S* e as combinações entre eles. Onde *L* é o somatório do número quântico magnético m<sub>L</sub> de determinado subnível e *S* o somatório do número quântico de spin m<sub>S</sub>:  $L = \sum m_L$  e  $S = \sum m_S$ 

O valor do numero quântico da magnitude do momento angular total é J, e o valor deste é |L-S| quando a camada tem menos da metade do numero de elétrons que ela comporta, e |L+S| quando tem a metade ou mais de elétrons, portanto:

$$J = |L+S| \quad \text{ou} \quad |L-S| \tag{4.5}$$

O elétron tem um momento angular orbital e um momento angular de spin, que são representados respectivamente pelos operadores  $\vec{L}$  e  $\vec{S}$ ;

$$\vec{L} = \hbar \left[ L \left( L + l \right) \right]^{1/2} \tag{4.6}$$

$$\vec{S} = \hbar \left[ S \left( S + I \right) \right]^{1/2}$$
 (4.7)

Temos também o operador  $\vec{J}$ , representa o momento angular total;

$$\mathbf{J} = \hbar \left[ J \left( J + l \right) \right]^{1/2}$$
(4.8)

$$\vec{J} = \vec{L} + \vec{S} \tag{4.9}$$

O momento magnético total de um íon magnético livre é, aproximadamente:

$$\mu_{\rm J} = g \ \mu_{\rm B} \left[ J(J+1) \right]^{1/2} \tag{4.10}$$

onde  $\mu_B$  é o magnéton de Bohr, que é momento magnético mais fundamental. Para cada elétron num átomo o momento de "spin" magnético, no Sistema Internacional, é  $\mu_B$ 

$$\mu_{\rm B} = \frac{e\hbar}{2m} = 0.927 \times 10^{-23} \,\text{A.m}^2 \tag{4.11}$$

e g o fator de Landé;

$$g = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2 J(J+1)}$$
(4.12)

o fator g tem valor g = 2 quando L = 0 e valor g = 1 quando S = 0 [24].

Desta forma temos o momento magnético orbital e o momento magnético de spin:

$$\mu_{\rm L} = -g_L \frac{e}{2m} \vec{L}^{1/2}$$
,  $g_L \cong 1$   $\therefore$   $\mu_{\rm L} = \mu_{\rm B} [L(L+1)]^{1/2}$  (4.13)

$$\mu_{\rm S} = -g_{\rm S} \frac{e}{2m} \vec{\rm S}^{1/2}$$
,  $g_{\rm S} \cong 2$   $\therefore$   $\mu_{\rm S} = 2 \ \mu_{\rm B} \left[ S(S+1) \right]^{1/2}$  (4.14)

As regras de Hund são validas com exatidão para os elétrons em átomos ou íons isolados, nos quais o campo elétrico visto pelos elétrons tem simetria esférica. Todavia, quando um íon do grupo 3d está num cristal, os elétrons da camada 3d também sofrem influennfre643.s75999 641.15997 10.32001 10.02 reW nBT/C203 529.9201 Tm(infl7.98 0692en.e6D04 Tc

alcance, podemos ver que esta rege na escala atômica (dentro do átomo temos uma alta energia de troca).

A distribuição de carga de um sistema de dois spins depende de se estes são paralelos ou antiparalelos, já que o principio de exclusão de Pauli (1925) exclui que dois elétrons com o mesmo spin ocupem o mesmo lugar ao mesmo tempo. Mas não excluí dois elétrons de spin oposto. Assim, a energia eletrostática de um sistema depende da orientação relativa dos spins. A diferença de energia define a energia de troca U, que pode se escrever, para dois elétrons, da forma U =  $-2 J S_1 S_2$ , e como podemos notar, a energia U é minimizada quando os dois spins têm o mesmo sinal [26]. Onde J é a integral de Heisenberg, ou também chamada constante de troca, esta integral depende das distribuições eletrônicas dos átomos e de sua distância. Como a interação eletrostática diminui com o aumento da distancia, J diminui rapidamente à medida que os átomos se afastam [25].

Em elementos que tem subníveis de energia não completos, como os elementos de transição, ao preenchermos os subníveis com elétrons temos que eles seguem a regra de Hund, como podemos ver no exemplo abaixo:



Figura 4.3.a - Para o subnível d esta situação não é favorável pela alta energia de troca que existe a nível atômico. Nesta configuração os elétrons se repelem mais



Figura 4.3.b - Esta situação é mais favorável energeticamente, pois os elétrons se encontram mais afastados e se repelem menos. Configuração que é determinada pela regra de Hund e sem violar o princípio da exclusão de Pauli.

### 4.1.3 - O momento magnético nos sólidos

O momento magnético tem origem na estrutura eletrônica dos átomos ou íons que formam o material e existem, portanto, características bem distintas entre os materiais isolantes (ou semicondutores) e os metais. Exemplos clássicos de materiais isolantes são óxidos, sulfetos, cloretos ou fluoretos de elementos do grupo de transição 3d (Fe, Ni, Co, Mn por exemplo) ou de terras raras 4f (Nd, Sm, Eu, Gd entre outros). Nesses materiais os momentos magnéticos são localizados nos íons metálicos. Em contraposição, em metais como Fe ou Ni puros, assim como em alguns compostos intermetálicos de transição, os momentos não são localizados, são itinerantes [27].

### 4.1.3.1 - Nos sólidos isolantes

Nos sólidos isolantes temos os elétrons bem localizados, funções de onda estreitas com uma alta energia cinética, os átomos do material conservam seu caráter atômico. Desta forma, com o aumento da energia cinética, aumenta a velocidade aumenta, portanto também a freqüência dos elétrons, que faz com que o número de interações por unidade de tempo entre elétrons de átomos vizinhos será maior, manifestando um momento magnético espontâneo no sólido devido à interação entre estes elétrons, o que é característico de certos materiais ferromagnéticos isolantes, como o caso do fluoreto de manganês, já que o manganês no estado metálico não apresenta magnetização, mas neste caso ligado ao flúor, não metal, este conserva seu caráter atômico.



Figura 4.4.a - Neste caso temos os elétrons bastante localizados, um  $\Delta x$  pequeno e uma energia cinética alta, desta forma temos um momento magnético  $\mu_{B.}$ 

No átomo ou íon isolado o momento magnético é dado pelas contribuições do momento angular orbital L ( $m_l$ ) e do momento angular de spin S ( $m_s$ ). Sendo que em alguns sólidos tem-se apenas a contribuição do momento magnético de spin  $m_s$ .

# 4.1.3.2 - Nos sólidos metálicos

Uma situação completamente diferente disto de surge quando os átomos magnéticos formam parte de uma liga ou um composto de interm

Segundo a teoria quântica, qualquer localização dos elétrons tende a aumentar a energia cinética. O principio da incerteza de Heisenberg diz que a dispersão, correspondente do momento  $\Delta P$  é  $\Delta(mv) \ge h/2\pi\Delta x$ . assim o valor da energia cinética será pelo menos  $h^2/2m(2\pi\Delta x)^2$  [26]. Ou seja, diminuindo o  $\Delta x$  aumenta a energia cinética.

Mesmo em átomos de elementos que apresentariam momento magnético espontâneo, quando isolados, pois tem subníveis não totalmente preenchidos e disparidade de spin, ao formarem um sólido metálico (condutor) estes perdem seu caráter magnético, pois, é formada a nuvem de elétrons, perdendo o seu caráter atômico. Resultando, para a grande maioria dos elementos de transição, num metal paramagnético. Neste caso as funções de onda são largas, os elétrons estão deslocalizados, com Para simplificar assumiremos que estas bandas 3d são retangulares. A densidade de estados de elétron N(E) permanece constante sobre todo o alcance de energia atingido pela largura de banda W [23].

No caso do Fe, Ni e Co a separação das bandas é devido ao aumento na energia de troca que por sua vez este aumento ocorre por estes elementos terem a particularidade de possuírem um grande numero de estados eletrônicos na região da energia de Fermi.

É possível definir a energia de troca efetiva  $U_{eff}$  por par de elétrons 3d. Esta pode ser considerada como o ganho de energia quando há troca de spin antiparalelo a paralelo. Para compreender tal ganho em energia, elétrons têm que ser transferidos, digamos, da subbanda spin-down  $\downarrow$  para sub-banda spin-up  $\uparrow$ . Isto implica num aumento na energia cinética, o qual contrariaria esta transferência de elétron. No entanto, tal transferência é possível de ocorrer se U<sub>eff</sub> é grande e o nível da densidade de estados no nível de Fermi E<sub>F</sub> é alta.



Figura 4.5 - Bandas de energia  $3d\uparrow e \ 3d\downarrow$  parcialmente completas: (a) paramagnetismo, (b) ferromagnetismo fraco, (c) ferromagnetismo forte com n > 5, (d) ferromagnetismo forte com n < 5. fonte [23]

Onde  $n_1$  e  $n_2$  representam o número de elétrons por átomo para cada estado de spin, e onde o número total de elétrons 3d é  $n = n_1 + n_2$ .

Em resumo, quando temos um valor de  $N(E_F)$  muito grande e temos uma alta energia de troca  $U_{eff}$ , em sistemas metálicos 3d, faz com que seja mais favorável energeticamente o sistema se tornar ferromagnético, como nos casos do Fe, Ni, e Co. ou seja , a condição para que um sólido de transição 3d seja ferromagnético é [23]:

$$U_{eff}N(E_F) > 1$$
 (4.17)

Ou seja, alta energia de troca e um grande número de estados na região da energia de Fermi, são requisito para que os elementos de transição 3d formem sólidos metálicos ferromagnéticos.

#### 4.1.4 - Domínios e paredes de domínio

Os domínios magnéticos são regiões de um material ferromagnético onde os momentos magnéticos atômicos se encontram todos com a mesma orientação, estas regiões possuem magnetização saturada, e formam-se espontaneamente para diminuir a energia do sistema. As principais contribuições para a energia são; a energia magnética, devido à interação dos momentos com um campo aplicado externamente, a energia de troca, e a energia de anisotropia. A forma e o tamanho dos domínios são determinados pela minimização da energia total [25]. A estrutura de domínios tem sempre sua origem na possibilidade de diminuir a energia de um sistema passando de uma configuração saturada de energia magnética elevada a outra configuração de domínios com energia menor [26]. Procurando anular a magnetização total de certos materiais minimizando a energia magnética do sistema, como acontece, por exemplo, no ferro.



Figura 4.6 - Minimização da energia magnética através da formação de domínios de direções diferentes.

A forma dos domínios depende das energias de:

- Interação de troca (exchage)
- Interação dipolar
- Anisotropia cristalina e de forma

Na fronteira entre dois domínios a energia é minimizada com a formação de uma camada onde a orientação dos momentos magneticos varia gradualmente. Esta é chamada de parede de domínio, ou parede de Bloch.



Figura 4.7 - Parede de domínio de largura W entre dois domínios formando um ângulo de 180° entre as direções de magnetização.

O crescimento dos domínios se da através do movimento das paredes. O movimento das paredes entre os domínios é sempre "viscoso" (com atrito) que torna a curva de magnetização histerética [29].

Como a orientação dos momentos pode variar facilmente, as paredes de domínio têm grande mobilidade. As paredes de domínio têm espessuras da ordem de 100 a 1000 nm. A espessura das paredes de domínio são influenciadas pelas energias de troca e de anisotropia. Quando temos uma alta energia de troca, temos paredes de domino largas, com uma variação suave da direção dos momentos magnm os adjacentes. Esta energia de troca alta não permite que exista um ângulo grande entre as direçõe2nios momentos magnm os adjacentes. Com a energia de troca baixa e uma alta energia de anisotropia, temos paredes de domínio estreitas, com uma variação rápida entre a direção dos momentos.

### 4.1.5 - Mecanismos de magnetização e efeito Barkhausen

Durante o processo de magnetização temos duas etapas principais:

- Crescimento dos domínios que formam o menor ângulo com o campo aplicado.
- Rotação dos domínios ate todos estes se alinharem com o campo magnético aplicado ao atingir a saturação.

Na figura abaixo podemos observar dentro dos círculos, os diferentes estágios que ocorrem durante o processo de magnetização.



Figura 4.8 - Curva B-H mostrando as diferentes configurações dos domínios durante vários estágios do processo de magnetização de um material ferromagnético. (a) Para materiais ferromagnéticos convencionais, (b) para materiais de monodomínio magnético. Adaptado de Callister, 2001.

Como já vimos anteriormente, o processo de magnetização, para partículas de diâmetros menores do que a largura da parede de domínio, se da apenas pela rotação dos domínios, dado que estas partículas são monodomínios e não tem paredes de domínio, desta forma, torna-se desprezível o ruído Barkhausen, que é gerado pelo deslocamento das paredes.



Figura 4.9 - Figura esquemática mostrando os saltos Barkhausen.

É conveniente que o material utilizado no núcleo do sensor apresente baixo ruído Barkhausen. Este efeito consiste no aumento brusco do valor do campo magnético que se produze durante o processo de magnetização de um material ferromagnético. Interpreta-se como um processo de reorientação dos domínios magnéticos. É originado pela repentina reordenação dos mesmos.

Como já foi dito anteriormente, este estabelece o limite de sensibilidade e exatidão do sensor, pois é um tipo de ruído de baixo sinal [30].

Para diminuir este tipo de ruído devemos facilitar a rotação dos domínios, para isto existem vários recursos como o controle da microestrutura, composição, tratamentos, e outros.

### 4.1.6 - Magnetostrição

A magnetostrição pode ser definida como a variação das dimensões de um corpo durante o processo de magnetização, este efeito foi descoberto por Joule em 1842.

Esta deformação é relativamente pequena, da ordem de uma parte em um milhão. A fração que relaciona a mudança na dimensão  $\Delta L$  pela dimensão L é a própria magnetostrição  $\lambda$ :

$$\lambda = \frac{\Delta L}{L} \tag{4.18}$$

Esta deformação varia com a intensidade do campo e atinge um valor máximo na saturação. Este valor máximo é chamado de magnetostrição de saturação  $\lambda_s$ . A magnetostrição esta relacionada ao acoplamento spin órbita, que é uma interação fraca comparada à interação de troca. Ao aplicar um campo magnético numa amostra, seus spins tendem a ser orientados na direção deste campo. Devido a interação spin órbita esta orientação tende a afetar a órbita dos elétrons, mas como estas últimas são fortemente

ligadas á rede cristalina dos átomos do material, observa-se uma resistência à rotação dos spins, interferindo de tal forma na rede, que é observada uma deformação [31].

O efeito inverso também é observado, um material pode variar as suas propriedades magnéticas quando submetido a forças externas. A magnetostrição se origina da interação entre os momentos magnéticos atômicos e a anisotropia magnética. Esta tem varias conseqüências práticas [32].

No caso de matérias destinados à sensores magnéticos, a magnetostrição, não é desejada, esta é responsável pela geração de ruídos.

Foi mostrado [17] como a magnetostrição nas ligas nanocristalinas FeSiCuNbB depende da temperatura de tratamento térmico. Na figura abaixo podemos observar este comportamento para duas composições com diferentes taxas Si/B.



Figura 4.10 - Magnetostrição em função da temperatura de tratamento térmico, para duas composições da liga. Adaptado de [17].

Trabalhos [33, 34] mostraram como a fração volumétrica da fase cristalina pode influenciar nos valores de magnetostrição de saturação. Para isto as amostras da família FeSiCuNbB, foram tratadas termicamente durante 1 h, a várias temperaturas diferentes, como podemos observar na figura 4.11.



Figura 4.11 - Magnetostrição de saturação efetiva em função da fração volumétrica de fase nanocristalina na liga da família FeSiCuNbB. O gráfico pequeno mostra a que temperatura de tratamento térmico foi obtida cada fração volumétrica. Adaptado de [33].

# 4.1.7 - Anisotropia magnética

A anisotropia indica que as propriedades de um certo material variam com a orientação deste em relação à força ou campo aplicados.

A anisotropia magnética pode ser dividida em dois tipos principais:

- Anisotropia magnetocristalina
- Anisotropia de forma

# 4.1.7.1 - Anisotropia magnetocristalina

Os materiais cristalinos têm os átomos ordenados em arranjos periódicos isto gera direções preferenciais para algumas propriedades, tal como as mecânicas e as magnéticas. No caso das propriedades magnéticas, esta é chamada anisotropia magnetocristalina, onde as curvas de magnetização podem ser diferentes segundo a direção da aplicação do campo magnético. Num monocristal existem direções preferenciais de magnetização, as chamadas "direções de fácil magnetização" estas se dão em alguma das direções cristalográficas.

O grau de anisotropia pode ser medido pela energia de anisotropia. Esta é a energia que orienta a magnetização ao longo dos eixos de fácil magnetização [26], e de um modo geral pode ser escrita como:

$$\mathbf{E} = \mathbf{K} \, \sin^2 \theta \tag{4.19}$$

Onde K é a constante de anisotropia  $\theta$  o ângulo entre M<sub>s</sub> e a direção de fácil magnetização. Em contrapartida às propriedades mecânicas, onde a direção de fácil deslizamento durante a deformação, se da na direção de maior densidade, nas propriedades magnéticas, a direção de fácil magnetização não é diretamente influenciada pela densidade do eixo cristalográfico.



Figura 4.12 - Na figura vemos a anisotropia magnética existente num cristal de ferro de estrutura ccc e num cristal de níquel, estrutura cfc, para as três diferentes famílias de direções cristalográficas. Fonte: Chiaverini, 1965.

Nos materiais amorfos a anisotropia magnetocristalina do material é nula, portanto a anisotropia efetiva do material pode ser determinada pela presença de tensões introduzidas durante a fabricação no processo de solidificação rápida [35].

# 4.1.7.2 - Anisotropia de forma

Consideremos uma amostra policristalina onde não temos direção preferencial cristalina. Se esta tem geometria esférica, um campo aplicado produzira a mesma magnetização em qualquer uma das direções. Mas se esta não é esférico, se magnetizara

mais facilmente ao longo do eixo de maior extensão do que a longo do eixo menor [36]. A anisotropia de forma está fortemente vinculada com o campo desmagnetizante, que podemos ver a continuação.

# 4.1.8 - Campo desmagnetizante

O campo desmagnetizante pode ser visto como um campo magnético presente no interior dos corpos magnetizados que age no sentido de desordenar os domínios magnéticos, diminuindo a energia do sistema.

O campo desmagnetizante depende da geometria do corpo, e de outros fatores, como a anisotropia cristalina e de forma.

Um fator preponderante, que determina a ação deste campo desmagnetizante é a distância entre os pólos magnéticos no corpo, ou seja, a razão entre as dimensões do corpo. Quanto mais próximos os pólos magnéticos, maior será o efeito desmagnetizante.



Figura 4.13 - Na figura vemos um campo magnético sendo aplicado sobre um corpo de geometria retangular quase plano, nas três direções perpendiculares.

(a) Quando o campo é aplicado na direção de maior dimensão, temos que os pólos magnéticos se encontram bem afastados tornando o campo desmagnetizante quase desprezível

(b) O campo aplicado na direção da largura do corpo produz um efeito considerável do campo desmagnetizante

(c) Quando o campo é aplicado na direção de menor dimensão, na espessura do plano, temos um campo desmagnetizante alto.

Este efeito pode explicado analogamente, considerando cada átomo como um pequeno imã preso a um eixo, a modo de bússola. Se eles estiverem alinhados, ao aplicarmos um pequeno campo longitudinal eles se alinhariam ao campo, produzindo um momento magnético líquido na direção do campo aplicado, correspondente a soma dos momentos magnéticos de cada um dos imãs. Mas ao aplicarmos o mesmo campo, na direção transversal, nestes imãs alinhados, teremos um momento magnético líquido, na direção do campo aplicado, menor. Isto é devido à interação dipolar entre os imãs vizinhos que fará com que não todos os imãs se encontrem com a mesma orientação.



Figura 4.14 - figura :corpos magnetizados alinhados

(a) Com o campo aplicado na direção longitudinal temos o alinhamento de todos os momentos na mesma orientação.

(b) Quando aplicamos o campo transversal temos perda no momento magnético liquido devido à rotação provocada pela interação dipolar dos corpos vizinhos.

Partindo da equação da indução magnética B, equação (3.2)

$$\mathbf{H} = \mathbf{H}_0 + \mathbf{H}_D \tag{4.20}$$

também considerando:

$$H_D = -N_D \cdot M \tag{4.21}$$

Temos então que:

$$B = \mu (H_0 + H_D)$$
 (4.21)

Onde : B = Indução magnética  $\mu$  = permeabilidade magnética H<sub>0</sub> = Campo aplicado H<sub>D</sub> = Campo desmagnetizante N<sub>D</sub> = fator de desmagnetização

O fator de desmagnetização depende da forma do corpo e da direção do campo aplicado. Existem valores tabelados e equações que determinam o fator de desmagnetização  $N_D$  para diferentes geometrias e razoes dimensionais. Temos que a soma dos  $N_D$  nas três direções é  $N_{Dx} + N_{Dy} + N_{Dz} = 1$ 

Por exemplo, no caso da esfera, que possui uma simetria radial, o fator de desmagnetização é  $N_D = 1/3$ , para qualquer uma das direções. Para um plano infinito  $N_D = 1$  quando o campo externo é aplicado perpendicularmente ao plano e  $N_D = 0$  quando o campo é aplicado paralelamente ao plano. O efeito do fator de desmagnetização pode ser analisado quando comparamos curvas de magnetização de núcleos de magnetômetros do mesmo material em geometrias diferentes [37].

# 4.1.9 - Temperatura de Curie

Outro dos fatores que influenciam no desempenho do sensor é a temperatura de Curie,  $T_C$ , é recomendável que ela não esteja muito acima da temperatura ambiente, já que quanto mais próximo de Tc , maior a susceptibilidade magnética,  $\chi$ , e menor o nível de ruídos.



Figura 4.15 - Gráfico teórico da susceptibilidade em função da temperatura para um material ferromagnético.

Foi demonstrado [19] que o ruído decresce com o aumento da temperatura, ou bem, quando o material trabalha a uma temperatura cada vez mais próxima a temperatura de Curie. Este fator está intimamente ligado à composição, já que deve-se variar esta, para variar Tc.

Então temos que o ruído decresce exponencialmente com a diminuição de Tc.



Figura 4.16 - Relação exponencial entre a temperatura de Curie, Tc, de materiais similares e o ruído, Nac. Podemos observar que as amostras de materiais com temperaturas de Curie mais baixas, possuem menor nível de ruído. Fonte [19].

O material nanocristalino possui duas diferentes temperaturas de Curie [38] uma correspondente à fase amorfa e outra à fase nanocristalina, estas duas possuem composições químicas diferentes. Podemos observar que a temperatura de Curie do material se encontra na faixa entre 300 e 400 °C



Figura 4.17 - Relação entre a temperatura de Curie  $T_c$  e a temperatura de tratamento térmico da liga amorfa  $Fe_{73,5}Si_{15,5}Cu_1Nb_3B_7$ . Adaptado de [38].

### 4.1.10 - Efeitos das correntes de Foucault

Embora o processo de magnetização para a fita é rotacional quase puro alguma demora é presente devido à ocorrência de correntes de Focault no material. É importante que cada volta esteja isolada uma da outra [20].

Há um aumento das perdas de energia com o aumento de freqüência devido a correntes de Foucault induzidas no material [35].

Veremos posteriormente que uma das formas de eliminar as correntes de Foucault é adicionando Si dentro da liga, aumenta consideravelmente a resistividade desta, diminuindo as correntes de Foucault e as perdas do núcleo [39], como vemos nas figuras abaixo.



Figura 4.18 - Efeito do silício na resistividade do ferro. Fonte [39].



Figura 4.19 - Curvas de histerese de Fe puro e da liga de grão orientado composta de Fe 97% e Si 3%. B e H são dados nas unidades T e A/m respectivamente. Fonte [23]

As correntes de Foucault são uns dos fatores que influenciam no nível de ruído do material [19]. A pequena espessura da fita e alta resistividade tampem são características que ajudam a diminuir as correntes de Foucault. O efeito das correntes de Foucault pode ser evidenciado quando comparamos curvas do mesmo núcleo obtidas com diferentes freqüências de excitação [37].

#### 4.2 - Classificação dos materiais magnéticos

Em 1846, Michael Faraday observou que as substâncias podem ser classificadas em duas categorias conforme sejam repelidas ou atraídas para a região em que o campo magnético é mais intenso. As primeiras são chamadas substâncias diamagnéticas, e as segundas paramagnéticas. Materiais como o ferro, cujas propriedades magnéticas permanecem quando são retiradas do campo, chamados ferromagnéticos; as forças que agem sobre eles são pelo menos mil vezes mais intensas do que as que se exercem sobre corpos paramagnéticos ou diamagnéticos [40].

Dentro do grupo dos ferromagnéticos encontramos, além dos próprios ferromagnéticos, os antiferromagnéticos e ferrimagnéticos. Cada um destes grupos mostra comportamentos diferentes ao ser submetido a um campo magnético.



Figura 4.20 - Representação esquemática da indução magnética B versus o campo magnético aplicado H para materiais diamagnéticos, paramagnéticos e ferromagnéticos. Adaptado de [28].

### 4.2.1 - Diamagnetismo

Os materiais diamagnéticos, quando submetidos a um campo magnético, têm os seus momentos magnéticos orientados em sentido oposto ao campo aplicado. Todos os materiais possuem uma pequena contribuição diamagnética, gerada pelas camadas eletrônicas internas. Nos metais a contribuição diamagnética e por parte dos elétrons de condução.

Pela lei de Lenz: quando varia um fluxo que atravessa um circuito elétrico, se induz uma corrente num sentido tal que se opõe a esta variação do fluxo. Num circuito desprovisto de resistência, numa órbita eletrônica ou num supercondutor, a corrente induzida persiste enquanto o campo está presente. O campo magnético produzido pela corrente induzida se opõe ao campo aplicado o momento magnético associado com a corrente é um momento diamagnético [26]. Desta forma a susceptibilidade magnética é negativa, isto é, a magnitude do campo B no interior de um sólido diamagnético é menor do que no vácuo [28]. Excelentes materiais diamagnéticos são os supercondutores os quais são de grande aplicação pratica, utilizando o efeito Meissner, onde o campo magnético é repelido para fora do material com a mesma intensidade do próprio campo, produzindo levitação magnética.

# 4.2.2 - Paramagnetismo

É uma forma muito fraca de magnetismo que não é permanente e que existe somente enquanto um campo externo está sendo aplicado. Na ausência de um campo magnético externo, as orientações dos momentos magnéticos atômicos são aleatórias, de tal modo que o material não possui qualquer magnetização macroscópica liquida ou global. Estes dipolos magnéticos atuam individualmente, sem qualquer interação mutua entre dipolos adjacentes [28].

### 4.2.3 - Ferromagnetismo

O ferromagnetismo acontece quando existe uma diminuição da energia com o alinhamento (parcial ou total) dos spins dos elétrons de um material. Isso ocorre abaixo de uma temperatura crítica  $T_c$  [41].

Neste tipo de materiais existe um tipo de interação que faz com que os momentos magnéticos atômicos adjacentes tenham a mesma orientação, desta forma provocando um momento magnético espontâneo.

Na natureza poucas substâncias puras possuem esta característica, entre elas está o ferro, níquel, cobalto e alguma terras raras.

#### 4.2.3.1 - Ferrimagnetismo

Macroscopicamente o ferrimagnetismo é indistinguível de ferromagnetismo, os dois tipos de comportamento manifestam um momento magnético espontâneo. Sendo que, nos ferrimagnéticos, este momento é produto do resultado de momentos magnéticos de direções antiparalelas de diferentes magnitudes, dando um momento magnético liquido, geralmente menor do que nos materiais ferromagnéticos. Este comportamento é muito comum nas ferritas cerâmicas, onde os íons de  $Fe^{3+}$  e  $Fe^{2+}$  possuem momentos magnéticos em direções antiparalelas um do outro, ocorrendo o cancelamento de momentos magnéticos, dando um momento magnético líquido proporcional à diferença entre o numero de íons  $Fe^{3+}$  e  $Fe^{2+}$ .

### 4.2.3.2 - Antiferromagnetismo

Neste caso temos que os íons que formam o material possuem momentos magnéticos de igual magnitude com orientações antiparalelas, dando num momento magnético liquido nulo. Este efeito é de grande aplicação tecnológica. O efeito "Magneto Resistência Gigante", onde a resistividade do material antiferromagnético varia em função de um campo aplicado e permitindo armazenamento de dados. Para isto é produzido, por eletrodeposição, um material "multicamada" que apresenta comportamento antiferromagnético.

# 4.2.4 - Superparamagnetismo

É um estado magnético instável, que possui comportamento similar ao ferromagnético, com a diferença de não apresentar curva de histerese durante o ciclo de magnetização, ou seja, tanto a área de dentro do ciclo de histerese e o campo coercivo H<sub>c</sub> são nulos. O superparamagnetismo acostuma aparecer em sistemas de partículas (grãos ou cristais) de tamanho muito pequeno, da ordem de nm. Existe uma relação direta com do volume da partícula com a ativação do regime superparamagnético. Considerando que a energia de anisotropia é  $E = K \sin^2 \theta$ . Se o volume de cada partícula é V, então a energia de ativação  $\Delta E$  para reverter a magnetização deve ser K V. Em materiais com pequenas partículas, ou seja, V muito pequeno, temos que a energia necessária para movimentar os momentos magnéticos é muito baixa, podendo acontecer a reversão espontaneamente sem nenhum campo aplicado, as vezes sendo ativado, o processo, por energia térmica [36].

Em um trabalho [42] é mostrada a existência de superparamagnetismo nas ligas nanocristalinas a base de Fe.
Apos a nanocristalização, o material torna-se mais mole magneticamente. Isto pode ser explicado pela redução da anisotropia magnetocristalina devido as interações de troca ferromagnéticas entre os cristais.

Substituição de Fe por Cr e Mo realça a estabilidade térmica contra a nanocristalização e abaixa a temperatura de Curie da fase amorfa da liga Fe<sub>68,5</sub>Cr<sub>4</sub>Mo<sub>1</sub>Si<sub>13,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>9</sub> que após tratamento térmico a 500 °C durante 1 h apresentou comportamento superparamagnético



Figura 4.21 - Curva M(B) sem histerese, a varias temperaturas diferentes, das ligas  $Fe_{68,5}Cr_4Mo_1Si_{13,5}Cu_1Nb_3B_9$  tratadas termicamente a 500° C durante 1h, onde apresentam curvas típicas do comportamento superparamagnético. Fonte [42]

#### 4.2.5 - Propriedades ferromagnéticas

Podemos classificar os materiais ferromagnéticos em três grandes classes, de acordo com sua aplicação: ímãs permanentes (duros), materiais de alta permeabilidade (moles) e materiais para gravação magnética. O que determina a aplicação de cada material é seu ciclo de histerese, que representa a magnetização, M (ou indução, B) em função do campo aplicado, H.

Os materiais de alta permeabilidade, também chamados materiais magnéticos moles (soft) ou doces, são utilizados para criar um alto fluxo magnético a partir de uma corrente elétrica ou para produzir uma grande indução magnética devido a um campo externo. Essas propriedades devem ser alcançadas com requisitos diversos de variação no tempo e no espaço e com um mínimo de dissipação de energia. Os materiais de alta permeabilidade devem então ter um ciclo de histerese estreito (baixa coercividade) e uma grande inclinação na parte linear da curva B–H [27].

**B** é conhecido como indução magnética e **H** como intensidade de campo magnético. Eles estão relacionados com a magnetização da forma:

A indução magnética ou densidade do fluxo magnético **,B** é dada pelas equações (3.2) e (3.3):

onde  $\mu_o$  é a permeabilidade do vácuo e seu valor é  $\mu_o = 4 \pi \cdot 10^{-7}$  H/m (Henry / metro ) e M é a magnetização

$$\mathbf{M} = \chi \mathbf{H} \tag{4.23}$$

onde  $\chi$  é chamado de susceptibilidade magnética, esta é uma medida adimensional e indica a relação entre a magnetização M e o campo aplicado H. Esta está relacionada à permeabilidade relativa  $\mu_r$  da seguinte forma:

$$\mu_{\rm r} = \chi + 1 \tag{4.24}$$

Desta forma os materiais diamagnéticos caracterizam-se por ter valores de susceptibilidade negativos, os paramagnéticos valores positivos, porem valores muito pequenos, e os ferromagnéticos caracterizam-se por ter valores positivos bem elevados.

E onde a permeabilidade relativa  $\mu_r$  também é adimensional e indica quantas vezes a permeabilidade de certa substância é maior que a do vácuo.

$$\mu_{\rm r} = \frac{\mu}{\mu_0} \tag{4.25}$$



Figura 4.22 - Curva de histerese típica de um material magnético mole e suas quantidades relevantes. Adaptado de [23].

A largura da curva de histerese é altamente influenciada pelo tempo de duração do ciclo, ou bem, pela freqüência. Teoricamente, se produzimos um ciclo de magnetização em tempos muito longos num material ferromagnético, daremos tempo a que ocorra re-ordenamento dos momentos magnéticos atômicos e dos domínios, e desta forma teremos um ciclo sem histerese, ou seja, a forma da curva depende da taxa de variação  $\frac{dH}{dt}$ , modificando também o campo coercivo H<sub>C</sub>.



Figura 4.23 - Nas figuras vemos dois ciclos de magnetização teóricos para um mesmo material: (a) Um ciclo em tempo normal, onde temos um sistema de "não equilíbrio", com um certo  $H_{C.}$ (b) Temos um ciclo de magnetização teórico, com período de tempo tendendo a infinito,  $t \to \infty$ , e fazendo com que a variação do campo H tenda para zero,  $\lim \frac{dH}{dt} \to 0$ , dando em um sistema de equilíbrio e sem  $H_{C.}$ 

## 4.3 - Seleção dos materiais do núcleo

Para obtenção de bons magnetômetros, são necessários materiais com características especiais, é a escolha desse material inicialmente a parte mais importante para a obtenção de um magnetômetro de qualidade. Para essa finalidade, um parâmetro importante para a seleção do material magnético do núcleo, é o ruído de Barkhausen, que na prática determina os limites de sensibilidade e precisão do sensor a ser construído .

Os primeiros magnetômetros deste tipo eram construídos com ligas cristalinas de níquelferro, denominadas  $\mu$ -metal (Ni<sub>77</sub>Fe<sub>16</sub>Cr<sub>2</sub>Cu<sub>5</sub>). Posteriormente, surgiram vários tipos de ligas cristalinas com maior estabilidade, resolução e baixo nível de ruído. A liga mais conhecida foi desenvolvida pela marinha americana conhecida como 6-81 Mo-Permalloy (Ni<sub>81</sub>Fe<sub>13</sub>Mo<sub>6</sub>), que foi amplamente aplicada no programa espacial da NASA. Devido ao seu caráter estratégico, a venda dessas ligas é controlada e sua obtenção extremamente difícil.

Nos anos 80, um grupo do Instituto de Pesquisas Espaciais da Dinamarca, iniciou o estudo de novos materiais para compor o núcleo dos magnetômetros a partir de vidros metálicos amorfos. Na seqüência, vários trabalhos mostraram que algumas fitas de vidro metálico amorfo apresentam excelentes propriedades para aplicação em magnetômetros do tipo fluxgate.

Os sensores fluxgate desde o seu aparecimento na década de 1980, eram construídos utilizando como núcleo sensor, materiais magnéticos do tipo Mumetal, Permalloy e Ferrite. A partir dessa época, visando obter dispositivos que apresentassem maior sensibilidade, com menor nível de ruído, foram desenvolvidos novos materiais, de estrutura amorfa.

| Núcleo    | Hc (A/m) | $\mu_{max}$ | $T_{C}(^{o}C)$ |
|-----------|----------|-------------|----------------|
| Ferrite   | 7        | 90.000      | 450            |
| Mumetal   | 4        | 100.000     | 460            |
| Permalloy | 4        | 100.000     | 460            |
| Amorfos   | 0,5      | 130.000     | 250            |

Tabela 4.1 - Materiais já utilizados em núcleos de magnetômetros fluxgate

Na tabela 4.1 vimos como os materiais amorfos, usados atualmente nos nossos sensores fluxgate, apresentam maior desempenho, possuem um campo coercitivo menor e uma permeabilidade maior que os outros materiais usados anteriormente.

Em meados dos anos '90 surgiu um novo tipo de material que tem ainda atraído especial atenção. Possuem uma estrutura nanocristalina embebida numa matriz amorfa e permitem obter sensores fluxgate com alta sensibilidade e baixo nível de ruídos, com economia de custos.

#### 4.3.1 - Características do material do núcleo sensor

As características presentes nos materiais magnéticos de maneira geral têm fundamental importância na determinação de sua escolha como elementos sensores. Estes materiais devem possuir as principais características abaixo:

•alta magnetização de saturação, M<sub>S</sub>

•baixa coercividade, H<sub>C</sub>

•alta permeabilidade inicial,  $\mu_i$ 

•baixa magnetostrição,  $\lambda_s$ 

Em estudos realizados anteriormente em materiais nanocristalinos, para sensores fluxgate, duas ligas se destacam; Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>13,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>9</sub> e Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>15,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>7</sub>. Estas são obtidas, a partir de materiais amorfos, submetidos a tratamentos térmicos. As duas ligas acima possuem valores reduzidos de magnetostrição no estado nanocristalino, o que evidencia suas qualidades para ser utilizado como núcleo de sensores fluxgate [17].

## 4.3.2 - Classificação da estrutura atômica dos materiais do núcleo

Os materiais utilizados em sensores magnéticos em geral, podem ser classificados em função da sua estrutura atômica, em três grandes grupos:

•Cristalinos

•Amorfos

Nanocristalinos

# 4.3.2.1 - Cristalinos

Os materiais cristalinos possuem estrutura periódica: apresentam considerável anisotropia magnetocristalina, possuem direções preferenciais de magnetização.



Figura 4.24.a - Sólido Cristalino

# 4.3.2.2 - Amorfos

Os vidros metálicos ou ligas amorfas correspondem a um estado metaestável, estas se encontram no estado sólido fora do equilíbrio. Os materiais amorfos possuem uma estrutura não repetitiva, insensível a deformações mecânicas, não possuem contorno de grão, facilitando o movimento de paredes de domínio.



Figura 4.24.b - Material Amorfo

Quando um metal líquido é resfriado abaixo da sua temperatura de fusão, inicia-se um processo de nucleação dos átomos, que se posicionam de modo a formar uma estrutura ordenada que se repete por todo o volume do material; o sólido assim formado é chamado de cristal. Esse processo é o que geralmente ocorre em metais (ou ligas metálicas) que são resfriados desde o estado líquido. Entretanto, descobriu-se recentemente que, sob certas condições, é possível a obtenção de ligas metálicas, a partir do estado líquido, cujos átomos, ao invés de se agruparem ordenadamente, o fazem de modo aleatório. Esses sólidos assim formados recebem a denominação geral de materiais amorfos ou vidros.

Diferentemente dos sólidos cristalinos, os vidros não apresentam ordenamento espacial periódico de seus átomos; eles são estruturas amorfas [43].



Figura 4.25 - Na figura vemos esquematizadas comparativamente as estruturas (a) cristalina e amorfa (b).

A ausência de ordenação de longo alcance também faz dos vidros metálicos excelentes materiais magnéticos moles. Estas ligas amorfas ferromagnéticas são facilmente magnetizáveis devido à ausência de anisotropia magnetocristalina e defeitos cristalinos tais como discordâncias e contornos de grão [35, 44].

A resistividade elétrica das ligas amorfas é 4 vezes maior que o valor verificado no sólido cristalino correspondente [45].

Características favoráveis das ligas amorfas:

- Alta permeabilidade
- Alta resistividade
- Baixa magnetostrição

Desde a produção dos primeiros vidros metálicos verificou-se que algumas de suas propriedades, notadamente as de origem magnética, se prestariam bastante bem para muitas aplicações tecnológicas. Devido a suas propriedades magnéticas intrínsecas, apresentando efeitos de maior megn.007 0 0 12.007 85.08128 2nc.18 6Tm(ior m)Tj12.p07 0 0 12.007 291.80334 3.13 A aplicação tecnológica das ligas amorfas convencionais é ainda limitada devido às complicações inerentes à produção e processamento desses materiais. A formação desses vidros não permite que sejam produzidos em peças de grande tamanho, de forma a assegurar altas taxas resfriamento.

# 4.3.2.3 - Nanocristalinos

A estrutura nanocristalina é obtida a partir de certos materiais amorfos, submetidos a tratamento térmico. Estas ligas nanocristalinas também são chamadas de ligas parcialmente cristalizadas ou compósitos metálicos, pois, possuem na estrutura duas ou mais fases, os nanocristais e matriz amorfa e as vezes algum precipitado. Uma das grandes vantagens deste tipo de ligas é que contem nanogrãos de domínio único, o que implica num baixo nível de ruído, por não ter deslocamento de paredes de domínio (seção 4.1.5). Por outro lado elas também têm uma alta permeabilidade magnética e uma magnetostrição próxima de zero.



Figura 4.26 - Pequenos nanocristais da ordem de 10 nm. Fonte: Metglass-Hitachi

Os materiais metálicos têm enorme propensão à cristalização e estão disponíveis predominantemente como sólidos cristalinos, ou melhor, policristalinos. Por outro lado, alguns materiais metálicos podem ser obtidos no estado completamente amorfo. Esses materiais amorfos quando aquecidos, iniciam um processo de cristalização. Em um estado intermediário pode-se obter um a mistura de fases cristalinas e amorfas [46].

## 4.3.3 - Características dos materiais nanocristalinos

Os materiais nanocristalinos possuem grãos suficientemente pequenos, da ordem de 10 nm, de forma que são grãos de domínio magnético único, favorecendo assim as propriedades magnéticas. Grãos menores que tamanho da parede de domínio, permitem a fácil reversão dos domínios produzindo uma magnetostrição próxima de zero [47].

Numa partícula pequena com um só domínio, a inversão da magnetização não pode ocorrer por deslocamento das paredes, é preciso que esta se inverta em bloco, de acordo com o conceito clássico, isto exigiria cam sabido que Hc cresce quando o tamanho da partícula ou grão diminui. Contudo no caso de grãos muito finos um conceito diferente deve ser aplicado. Segundo H. Hoffman´s, Hc cresce em proporção com  $D^{1/2}$  [48]. Na figura abaixo podemos ver a relação do campo coercivo e o tamanho de grão.

Em partículas com diâmetros muito menores que 10 nm deixamos de ter comportamento ferromagnético para dar lugar ao comportamento superparamagnético, este comportamento é instável, onde temos influência da energia térmica, que desordena os momentos magnéticos, é claro que o comportamento magnético será definido pelo tamanho da partícula e pela temperatura.

Figura 4.27 - Relação do campo coercivo, Hc, com o tamanho de grão, D, para várias ligas magnéticas metálicas. Adaptado de Herzer, 1990.

Devido à pequena dimensão dos cristais, teremos um Hc baixo, melhorando as propriedades magnéticas. É importante ressaltar que o processo de magnetização das ligas nanocristalizadas se da quase puramente por rotação de domínios

Tabela 4.2 - Valores típicos de tamanho de grão D, magnetização de saturação Ms, magnetostrição de saturação  $\lambda$ s, coercividade Hc, permeabilidade inicial  $\mu_i$ , resistividade elétrica  $\rho$ , perda do núcleo,  $P_{Fe}$ , (a 0,2 T, 100 KHz) e espessura usual da fita, t, para algumas ligas utilizadas em sensores magnéticos. Adaptado de Herzer 1997 [34].

| Alloy  | D (nm)  | Ms(T) | $\lambda_{\rm S}(10^{-6})$ | $H_C(A/m)$ | $\mu_i(1KHz)$ | ρ(mWcm) | P <sub>Fe</sub> (W/Kg) | t(µm) |
|--|---------|-------|----------------------------|------------|---------------|---------|------------------------|-------|
| Fe <sub>73,5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb <sub>3</sub> Si <sub>13,5</sub> B <sub>9</sub> | 13      | 1,24  | 2,1                        | 0,5        | 100 000       | 118     | 38                     | 18    |
| $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{15,5}B_7$  | 14      | 1,23  | ~0                         | 0,4        | 110 000       | 115     | 35                     | 21    |
| Fe <sub>84</sub> Nb <sub>7</sub> B <sub>9</sub>                                      | 9       | 1,49  | 0,1                        | 8          | 22 000        | 58      | 76                     | 22    |
| $\mathrm{Fe}_{86}\mathrm{Cu}_{1}\mathrm{Zr}_{7}\mathrm{B}_{6}$                       | 10      | 1,52  | ~0                         | 3,2        | 48 000        | 56      | 116                    | 20    |
| $Fe_{91}Zr_7B_3$   | 17      | 1,63  | -1,1                       | 5,6        | 22 000        | 44      | 80                     | 18    |
| Co <sub>68</sub> Fe <sub>4</sub> (MoSiB) <sub>28</sub>                               | amorfo  | 0,55  | ~0                         | 0,3        | 150 000       | 135     | 35                     | 23    |
| Co72(FeMn)5(MoSiB)23   | amorfo  | 0,8   | ~0                         | 0,5        | 3 000         | 130     | 40                     | 23    |
| Fe <sub>76</sub> (SiB) <sub>24</sub>   | amorfo  | 1,45  | 32                         | 3          | 8 000         | 135     | 50                     | 23    |
| 80%Ni-Fe(Permalloys)   | ~100000 | 0,75  | <1                         | 0,5        | 100000        | 55      | >90(e)                 | 50    |
| 50% – 6 0 % Ni–Fe  | ~100000 | 1,55  | 25                         | 5          | 40000         | 45      | >200(e)                | 70    |

## 4.4 - Ligas Fe-Si-Cu-Nb-B

As ligas Fe-Si-B aditivadas com Cu e Nb tem apresentado excelentes propriedades magnéticas moles, estas novas ligas possuem uma estrutura de grão ultrafino de estrutura ccc (cúbica de corpo centrado) em solução sólida [49], elas combinam alta saturação com alta permeabilidade. Estas ligas são produzidas em forma de fita de estrutura amorfa, pelo método de solidificação rápida *melt spinning*. A nanoestrutura é obtida, posteriormente, por tratamento térmico de fitas amorfas numa faixa de temperatura onde ocorre a cristalização primária dos grãos  $\alpha$ -Fe(Si). Após este tratamento térmico de cristalização, os nanocristais ficam embebidos na matriz amorfa remanescente [50].

Estes nanocristais são cristais Fe-Si de uns poucos nm de tamanho, entre 10 - 20 nm, que constituem a fase denominada  $\alpha$ -Fe(Si), onde o Si forma uma solução sólida substitucional supersaturada com o Fe.

O conteúdo local de Si nos grãos ccc é consideravelmente maior que o conteúdo médio de Si da liga. Para as ligas de alto conteúdo de Si, a composição de grãos ccc está numa estequiometria próxima de Fe<sub>3</sub>Si que resulta em estrutura de rede DO<sub>3</sub> [34, 51, 52].

A concentração média encontrada nos grãos foi de um valor bem próximo à composição  $Fe_{80}Si_{20}$  e contém uma quantidade desprezível de outros elementos, somente 1% de B é medido nos nanocristais, onde o teor de Cu e Nb são próximos de 0% at. [53]. Esta concentração de Si nos cristais pode variar dependendo do conteúdo de Si total na liga.



Figura 4.28 - O conteúdo local de Si na fase nanocristalina vs. o conteúdo de Si total da liga tratada isotermicamente a 540 °C durante 1 h.

O conteúdo de Si na fase cristalina, também, pode variar em função da temperatura de tratamento térmico como é mostrado na figura abaixo [52], onde a liga  $Fe_{73,5}Si_{13,5}Cu_1Nb_3B_9$  foi tratada termicamente a varias temperaturas diferentes.



Figura 4.29 - Variação do teor de Si na fase nanocristalina em função da temperatura de tratamento térmico. Adaptado de [52].

De acordo com a composição dos nanocristais a fração volumétrica é determinada de acordo com a regra da alavanca

$$f_{v}^{x} = \frac{C_{x}^{0} - C_{x}^{m}}{C_{x}^{n} - C_{x}^{m}}$$
(4.26)

onde  $C_x^0$  é a concentração total do elemento X,  $C_x^m$  é a concentração do elemento X na matriz amorfa e  $C_x^n$  é a concentração do elemento X nos nanocristais [50].

Estas boas propriedades magnéticas são possíveis somente quando as ligas contem uma concentração de Cu 1% ou pouco mais. Foi mostrado também que para ter estas boas propriedades magnéticas é necessária a adição de 3% de Nb, W, Mo, ou Ta, qual o Nb tem dado melhores propriedades magnéticas. A função do Nb de refinar a microestrutura é atribuída ao fato deste elevar a temperatura de cristalização da liga com conteúdo de Cu e de retardar o crescimento dos cristais [53].

A análise detalhada da distribuição dos elementos de liga na matriz amorfa retida revela a formação de uma camada rica em Nb em torno dos nanocristais  $\alpha$ -Fe(Si) revestindo-os. É proposto que este revestimento é formado durante o crescimento dos nanocristais e a decomposição da matriz. Apesar desta camada rica em Nb, a união entre grãos adjacentes pode ocorrer, mesmo sendo raro este fenômeno.

Observações revelaram um forte enriquecimento de Nb (acima de 35 at%) entre os nanocristais e o núcleo da matriz amorfa, tendendo à composição Fe<sub>3</sub>B.

A formação de uma camada recobridora rica em Nb ao redor dos nanocristais  $\alpha$ -Fe(Si) é explicada pela formação dos nanocristais, os quais segregam Nb para a matriz. É suposto que esta camada rica em Nb atua como uma barreira de difusão que inibe o crescimento dos nanocristais  $\alpha$ -Fe(Si) [49, 50]. Ao mesmo tempo o enriquecimento de B e Nb da fase amorfa, produz nesta, fragilização [54].

#### 4.4.1 - Elementos da liga Fe-Si-Cu-Nb-B

Cada elemento químico dentro da liga nanocristalina cumpre uma função especifica e as propriedades magnéticas principais são produto dos nanocristais de Fe-Si.

O papel de cada elemento dentro da liga (Fe, Si, B, Cu e Nb) pode ser explicado a grandes rasgos a continuação.

#### Ferro

O ferro puro é um material ferromagnético de alta saturação, boa permeabilidade, ciclo de histerese estreito e baixa resistividade. Como já foi explicado anteriormente o Fe serve para ter uma alta magnetização de saturação, pois ele possui um alto momento magnético. Por isso este serve como base da liga, os outros elementos de liga servem para melhorar as outras propriedades magnéticas moles, ainda que diminuam a magnetização de saturação a melhora nas outras propriedades é bem favorável.

#### Silício

A adição de Si ao Fe diminui a magnetização de saturação um pouco, mas por outro lado reduz a anisotropia magnetocristalina, a magnetostrição e o campo coercitivo, e aumenta a resistividade consideravelmente [55].

Isto pode ser observado nos resultados dos gráficos das figuras abaixo, onde vemos que a presença do silício nas ligas produz melhorias nas propriedades magnéticas moles com exceção da magnetização de saturação.



Figura 4.30 - Magnetização de saturação e permeabilidade relativa em função do teor de Si. Adaptado de Yoshizawa, 2001.



Figura 4.31 - Coercividade, Hc, e permeabilidade inicial  $\mu_i$  de algumas ligas nanocristalinas da família Fe-Si-Cu-Nb-B recozidas durante 1 h a 540 °C vs. conteúdo de Si. Adaptado de [34]

Em trabalhos anteriores foi mostrado que a liga contendo um teor de aproximadamente 15 % atômico de Si apresentam uma magnetostrição próxima de zero [34].



Figura 4.32 - Influencia do conteúdo de Si no estado nanocristalino, na magnetostrição de saturação,  $\lambda_s$ , das ligas Fe-Si-Cu-Nb-B, adaptado de (Susuki et al.) apud [34].

# Cobre

O cobre é responsável pela nucleação dos nanocristais. Foi mostrado que ligas nanocristalinas contendo 1 % de Cu apresentaram uma distribuição homogênea das nanopartículas, que ocorre durante o primeiro estagio de cristalização durante o tratamento térmico. O forte efeito do Cu pode ser atribuído a que aglomerados, "*clusters*", de Cu atuam como catalisadores da nucleação dos cristais de estrutura DO<sub>3</sub>, que é uma estrutura do similar a ccc , mas com átomos de espécies diferente em proporção de três átomos de Fe para cada um de Si [53].

Na figura abaixo podemos ver como 1 % de Cu na liga produz um maior desempenho em relação às propriedades magnéticas moles.



é promovido com a presença simultânea do Nb [34]. Alem do Cu produzir a nucleação do Fe ccc em solução sólida, este suprime a formação de compostos Fe-metalóide [49].

# Nióbio

O efeito principal do Nb é inibir o crescimento dos nanocristais durante o tratamento térmico, como será mostrado no capitulo 5. O Nb também provoca um aumento na temperatura de nanocristalização, aumentando assim a estabilidade da liga.

Resultados de experiências mostraram que amostras contendo maior teor de nióbio apresentam menor tamanho de cristal, do que amostras sem ou com teores mais baixos de Nb [47]. Foi mostrado que nas ligas sem Nb os grãos DO<sub>3</sub> atingiram tamanhos maiores e cresceram mais rapidamente do que nas ligas com Nb.



Figura 4.34 - Influencia do teor de Nb no tamanho de grão médio. Adaptado de [35].

O Nb é importante não só por estabilizar a fase amorfa a altas temperaturas, mas também por alterar a solubilidade do Cu na liga, assim como promover a formação dos *clusters* de Cu de escala muito mais fina [53]. A adição de Nb também aumenta significativamente a separação entre os dois estágios de cristalização, promovendo a cristalização primaria Fe ccc e estabilizando a fase amorfa residual contra a precipitação de compostos Fe-B.

#### Boro

Sua função e auxiliar o nióbio inibindo o crescimento dos nanocristais. Este elemento também realiza ligação com o ferro e forma o borato, Fe<sub>2</sub>B, que por sua vez é indesejado, já que é a fase Fe-Si que produz excelentes propriedades magnéticas. A indução magnética B<sub>80</sub> (com H = 80 A/m) vs. teor de boro na liga Fe<sub>82,5-x</sub>CU<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13,5</sub>B<sub>x</sub> para diferentes temperaturas de tratamento térmico é mostrada na figura abaixo [56]. O decréscimo da indução magnética, B<sub>80</sub>, com o aumento do teor de B resulta do decréscimo do momento magnético total causado pelo decréscimo do teor de Fe. Na outra figura é mostrado como varia a permeabilidade magnética inicial  $\mu_{0,4}$  (com H = 0,4 A/m) em função da temperatura de tratamento térmico para ligas com diferentes teores de boro e diferentes espessuras. Os maiores valores de  $\mu_{0,4}$  foram obtidos após tratamento térmico à 550 °C e com 9% at. de Boro.



Figura 4.35 - Indução magnética,  $B_{80}$ , vs. teor de boro para diferentes temperaturas de tratamento térmico. Fonte [55].



Figura 4.36 - A permeabilidade inicial,  $\mu_{0,4}$ , (com H = 0,4 A/m) em função da temperatura de tratamento térmico,  $T_a$ , para diferentes teores de boro e espessuras. Fonte [55].

Em outros trabalhos anteriores com ligas  $Fe_{78}B_{13}Si_9$ , sem adição de Nb nem Cu, foi observado que após tratamento térmico houve o aparecimento não só da fase  $\alpha$ -Fe como também de uma pequena fração da fase metaestável Fe<sub>3</sub>B [57].

## 4.4.2 - Comportamento das ligas em freqüências variadas

Foi mostrado em vários trabalhos [34, 49] que o desempenho dos materiais magnéticos diminui com o aumento da freqüência de operação. As ligas Fe-Si-Cu-Nb-B têm um bom desempenho entre 1 e 20 KHz aproximadamente, aumentando a freqüência temos uma queda nas propriedades magnéticas moles, nas figuras abaixo podemos ver como varia a permeabilidade relativa das ligas  $Fe_{73,5}Si_{13,5}Cu_1Nb_3B_9$  e  $Fe_{73,5}Si_{15,5}Cu_1Nb_3B_7$ 



Figura 4.37 - Permeabilidade relativa,  $\mu_r$ , em função da freqüência, f, para a liga Fe<sub>73.5</sub>Si<sub>13.5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>9</sub> e outros materiais. Adaptado de [49].



Figura 4.38 - Permeabilidade,  $\mu$ , em função da freqüência, f, para a liga Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>15,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>7</sub> e outros materiais magnéticos moles de baixa remanência, de aplicações comparáveis. Adaptado de [34].

As notáveis propriedades magnéticas moles, e outras características favoráveis, tal como a resposta em freqüência da magnetostrição próxima de zero, fazem dos materiais amorfos serem ideais para núcleos magnéticos e dispositivos eletrônicos, tais como detectores de campo magnético [58].

# 5 - Produção das ligas

### 5.1 - Materiais utilizados

Em um estudo prévio foram selecionadas 4 composições diferentes para as ligas que servirão como núcleo de sensores fluxgate. Todas pertencem a família: Fe-Si-B-Cu-Nb. Para cada liga foi calculada uma massa de aproximadamente 26 gramas. Os componentes utilizados foram elementos químicos com purezas de aproximadamente 99,99 %. Considerando que a composições nominais apresentadas pelos fabricantes talvez possam não corresponder ao percentual efetivo, foram selecionadas as composições:

Fe75,5Si13,5Cu1Nb3B7

Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>15,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>7</sub> (comercialmente chamada VITROPERM 800) [34]

Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>13,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>9</sub> (comercialmente chamada FINEMET) [30, 47, 48, 49, 54]

 $Fe_{74,3}Si_{14,2}Cu_1Nb_3B_{7,5}$ 

As ligas foram preparadas com materiais de pureza em torno de 99,99 % em diferentes formatos, grânulos chips e outros. Inicialmente foi preparada a liga mãe de cada composição, fundida em forno plasma e posteriormente fundida novamente no forno de indução do próprio *melt spinner*.

A tabela a seguir apresenta a descrição de cada componente utilizado:

|    | Pureza | Descrição   |
|----|--------|---|
| Fe | M3N8   | Chapa plana de aprox. 1,5 mm com um lado plano e outro granulado áspero |
| Si | M6N    | Cristais  |
| В  | 99,8   | Cristais  |
| Cu | 99,99  | Tarugos   |
| Nb | M2N8   | Pedaços irregulares   |

| Т | abela | 5. | 1 | - Descrição | o dos | componentes | utilizados. |
|---|-------|----|---|-------------|-------|-------------|-------------|
|   |       |    |   | <u> </u>    |       | 1           | -           |

Os elementos foram pesados utilizando balança com precisão de 10<sup>-4</sup> g e colocados em recipientes individuais nomeados da forma abaixo, seguindo esta convenção:

Amostra 1: Fe<sub>75,5</sub>Si<sub>13,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>7</sub>

Amostra 2: Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>15,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>7</sub>

Amostra 3: Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>13,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>9</sub>

Amostra 4: Fe<sub>74,3</sub>Si<sub>14,2</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>7,5</sub> \*

|                           | 1   |             |                           | 2   |             |                           | 3   |              |
|---------------------------|---|-------------|---------------------------|---|-------------|---------------------------|---|--------------|
| Fe <sub>75,5</sub> S      | Si <sub>13,5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb           | $_{3}B_{7}$ | Fe <sub>73,5</sub> S      | i <sub>15,5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb            | $_{3}B_{7}$ | Fe <sub>73,5</sub> S      | i <sub>13,5</sub> Cu <sub>1</sub> Nb            | 3 <b>B</b> 9 |
| Fe<br>Si<br>B<br>Cu<br>Nb | 23,1198<br>2,0811<br>0,4180<br>0,3485<br>1,5280 | ත ත ත       | Fe<br>Si<br>B<br>Cu<br>Nb | 21,5256<br>2,2828<br>0,3971<br>0,3331<br>1,4620 | ත ත ත       | Fe<br>Si<br>B<br>Cu<br>Nb | 21,6767<br>2,0021<br>0,5140<br>0,3359<br>1,4715 | ගත ගත ගත     |
| Total                     | 27,4954   | g           | Total                     | 26,0006   | g           | Total                     | 26,0002   | g            |

#### Tabela 5.2 - Massas dos componentes registrados na pesagem

\* A amostra 4 foi preparada posteriormente por re-fusão da combinação da Amostra 1, 2 e 3, em proporção de 6 g de cada uma delas, resultando numa massa total de 18 g de composição  $Fe_{74,3}Si_{14,2}Cu_1Nb_3B_{7,5}$ .

Na tabela 5.3 podemos ver algumas das características dos elementos químicos usados na liga. Algumas destas características influenciam enormemente no comportamento do material durante os processamentos, tanto na fusão, como na amorfização e na nanocristalização.

| Prop.       | Raio Atômico | Ponto de fusão | Estrutura  | Resistividade | Configuração            |
|-------------|--------------|----------------|------------|---------------|-------------------------|
| Elem.       | a / 2 (Â)    | (°C)           | cristalina | (mΩ.cm)       | eletrônica              |
| Ferro(Fe)   | 1,241        | 1535           | CCC        | 9,7           | $[Ar] 3d^6 4s^2$        |
| Silício(Si) | 1,176        | 1410           | CCC        | 10            | $[Ne] 2s^2 2p^1$        |
| Boro(B)     | 0,795        | 2300           | Н          | $1,8.10^{12}$ | $[\text{He}] 3s^2 3p^2$ |
| Cobre(Cu)   | 1,278        | 1083,4         | CFC        | 1,67          | $[Ar] 3d^{10}4s^1$      |
| Nióbio(Nb)  | 1,429        | 2468           | CCC        | 2,5           | $[Kr] 4d^4 5s^1$        |

Tabela 5.3 - Propriedades dos elementos químicos utilizados

## 5.2 - Fusão do material

A primeira etapa a ser seguida foi a fusão do material, ou seja pré-fusão, já que a liga foi fundida varias vezes antes da produção da fita. Esta fusão previa teve como finalidade garantir a homogeneidade da liga.

A primeira fusão foi feita no forno de plasma do Laboratório de Hidrogênio (LABH-COPPE-UFRJ), já que na tentativa anterior de fundir no próprio *melt spinner*, não deu certo, pois os materiais estavam muito fracionados em pequenos pedaços e no forno de indução é conveniente inserir blocos maiores para conseguir a fusão da mistura. A temperatura para fundir alguns dos materiais puros (em torno de 2500 °C) para formar a liga é muito maior do que a temperatura necessária para fundir a liga já pronta (1200 °C aproximadamente), pois elementos como o Boro e o Nióbio tem temperaturas de fusão acima de 2300 °C

O forno a plasma utilizado foi um EDC Discovery de fabricação nacional. Este forno utiliza plasma como meio de transmissão de energia para fundir a maioria dos metais (exceto metais com alto teor de zinco).

#### Dimensões:

Altura: 874 mm x Largura.:452 mm x Profundidade:539 mm.

### Características:

- Capacidade de fusão: 40g.
- Ciclos de fusão: 10 a 15 fusões/hora.
- Gás protetor: Argônio tipo DIN 32526.
- Consumo: 25 a 30 litros/min.
- Pressão de trabalho: 6kg/cm2 (90 lb/pol2).
- Dados Elétricos: Tensão de alimentação: 127v 60 Hz. Consumo: 100 watts/hora.

#### 5.2.1 - Método

Plasma é um gás ionizado e altamente aquecido, no caso por uma corrente elétrica de grande intensidade. O calor gerado pelo plasma é suficiente para fundir quase todos os metais e suas ligas de forma eficiente. È utilizado gás argônio, que tem como característica principal ser inerte. Atmosferas de argônio permitem fundir metais e suas ligas totalmente livres de oxidação. Também para evitar a contaminação do metal fundido pelo material do cadinho, é utilizado o processo Skull de fusão, onde o material é fundido sobre uma fina camada dele mesmo.

Este forno gerencia todo o processo por meio de um software que calcula e controla automaticamente todos os parâmetros, bastando o operador entrar pelo teclado com o código do tipo e peso de material a ser fundido. [59]

#### 5.2.2 - Procedimento

Os elementos não metálicos que compõem a liga apresentaram maior dificuldade para serem fundidos, especialmente o Boro que alem de ter alto ponto de fusão é muito leve o que provoca sua dispersão dentro do forno.

Cada uma das ligas foi dividida e colocada por três vezes no cadinho do forno de plasma, pois o espaço interno não era suficiente para colocar as 26 g de uma vez, dessa maneira teve necessidade de ser realizada três fusões para cada composição. Os matérias à serem fundidos foram colocados no cadinho do forno de forma que não se espalhem. Os pedaços mais leves e menores foram colocados na parte de baixo e cobertos pelos maiores. A fusão do material ocorreu rapidamente, em um tempo de aproximadamente 20 s. Após a

fusão no forno de plasma, foi realizada uma segunda fusão no forno de indução do próprio *melt spinner* utilizando um cadinho fechado de quartzo. O objetivo era homogeneizar a liga.

O forno de indução opera utilizando o efeito Joule gerado pelas correntes de Foucault induzidas pela bobina que envolve o cadinho, por esta bobina passa uma corrente alternada com freqüência controlável. Neste experimento foi utilizada uma freqüência próxima de 16 kHz. Para garantir uma boa fusão das amostras, é desejável que os materiais tenham as seguintes características principais:

- Ser condutoras de eletricidade, pelo menos grande parte destes (se forem vários fragmentos de natureza diferente)
- Ter um volume continuo, para que os elétrons possam se movimentar livremente por toda a extensão da amostra, facilitando o aquecimento desta (evitar colocar os materiais fragmentados em pedaços muito pequenos).

Ouve uma tentativa anterior de fusão no forno de indução do *melt spinner*, mas, não houve sucesso, pois, a amostra não tinha passado ainda pelo forno de plasma e não possuía as características apropriadas para fusão por indução, esta se encontrava no formato de pequenos fragmentos dos cinco componentes em questão, dos quais dois eram não metálicos. Ao observar o resultado, após a tentativa, verificarmos que somente os fragmentos de cobre tinham sofrido fusão, o melhor condutor elétrico da composição.

Nesta segunda pré-fusão, o material já tinha passado pela fusão no forno de plasma, assim as amostras estavam na forma de lingotes metálicos e com alguns pequenos fragmentos soltos dos materiais leves. As amostras começaram a fundir com um tempo de entre 15 a 20 min, quando o pirômetro óptico registrava uma temperatura de aproximadamente 1200 °C. Estas foram mantidas no estado liquido a uma temperatura de aproximadamente 1400 °C durante um tempo aproximado de 10 min, para garantir a homogeneização da liga. Desta forma foram obtidas as ligas, em forma de lingote cilíndrico. Após as pré-fusões as fitas foram produzidas através do método de solidificação rápida *melt spinning*.

# 5.3 - Preparação fitas por solidificação rápida "melt spinning"

Para produzir as ligas no estado amorfo é necessário que o material seja fundido e logo solidificado com alta taxa de resfriamento. Para este procedimento foi utilizado um processo de solidificação rápida chamado *melt-spinning* onde foi utilizado um *melt spinner* comercial do Laboratório de Hidrogênio da COPPE-UFRJ, neste processo o material é fundido e resfriado rapidamente ocorrendo uma solidificação tão rápida que não permite a formação de fase cristalina. A carga metálica é inserida num cadinho de quartzo com um furo em sua extremidade inferior e fundida por indução dentro da câmara.

Uma vez fundido, o material é ejetado sob pressão pelo orifício, contra uma roda de cobre girando em alta velocidade. A ejeção do material se da pela aplicação de uma pressão de argônio ultrapuro, pela parte superior do cadinho.

O contato do material líquido com a roda provoca uma solidificação rápida pela troca térmica entre os dois corpos. Assim a liga solidifica na forma de fita com taxa de resfriamento da ordem de  $10^7$  °C/s. Desta forma, é possível preservar no sólido uma estrutura desordenada típica dos líquidos.



Figura 5.1 - Esquema da ejeção da liga sobre a roda do melt spinner.

A superfície da roda deve estar devidamente polida e isenta de umidade. A velocidade da roda é um parâmetro importante no controle da espessura da fita e conseqüentemente da taxa de resfriamento. A distância cadinho-roda pode ser regulada com precisão de mícrons.

A largura da fita depende do comprimento do rasgo e da distância da ponta do cadinho e a superfície da roda. O material geralmente é ejetado a temperatura de entorno 200°C acima da temperatura de fusão da liga.

Para se obter fitas sem rebarbas, o líquido deve fluir do cadinho para roda sob um regime de escoamento laminar. Isto é controlado pela pressão, a geometria interna da ponta do cadinho e a velocidade da roda [44]. Este método permite controlar a geometria das fitas produzidas através dos parâmetros do *melt spinner*. A seguir os parâmetros operacionais que devem ser levados em consideração durante a preparação de fitas no melt spinner:

Composição da liga - Temperatura de fusão - Temperatura de ejeção - Atmosfera da câmara - Pressão da câmara - Pressão do cadinho - diâmetro do furo do cadinho - Distancia cadinho roda - Ângulo de incidência da liga liquida sobre a roda - Velocidade da roda.



Figura 5.2 - (a)Alguns dos parâmetros de produção das fitas do melt spinner. (b)Ilustração da poça de fusão formada durante a produção das fitas.

A variação da velocidade tangencial e a variação do fluxo do material que é dada pela pressão de ejeção do gás argônio permitem obter fitas de diferentes espessuras. As espessuras são inversamente proporcionais à velocidade e diretamente à pressão de ejeção.

O diâmetro do orifício do cadinho é quem define a largura da fita obtida. A equação abaixo dá valores espessura t, em função de alguns parâmetros [45].

t ~ 
$$\pi/4 \frac{d^2}{LV} \cdot \left(\frac{2}{\rho}\right)^{1/2} \cdot (\Delta P)^{1/2}$$
 (5.1)

onde :

- t = Espessura da fita
- L = Largura da fita
- d = Diâmetro do furo do cadinho
- $P_e = Pressão do cadinho$
- $P_c = Pressão da câmara$
- $\Delta P$ = Diferença de pressão cadinho-câmera (P<sub>e</sub> P<sub>c</sub>)
- V = Velocidade da roda
- $\rho$  = Densidade do liquido
- D = Distância cadinho-roda

Para V constante, temos que a espessura da fita obtida (t) é diretamente proporcional a  $(\Delta P)^{1/2}$ 

$$t \alpha \left( \Delta P \right)^{\frac{1}{2}} \tag{5.2}$$

Mantendo,  $\Delta P$  constante, temos que a espessura é inversamente proporcional à velocidade da roda.

 $( \tau, \alpha )$ 

$$t \alpha \frac{1}{V}$$
(5.3)

Utilizando um fluxo planar, foi obtida a seguinte relação empírica [60] onde vemos que a espessura t é proporcional à raiz quadrada pressão P e à raiz quarta da distância D, e inversamente proporcional à velocidade V:

$$t \alpha \frac{\Delta P^{1/2} D^{1/4}}{V}$$
(5.4)

Estudos utilizando pequenas distâncias cadinho-roda, D, confirmaram que há uma grande influência da velocidade da roda na largura da fita [60].



Figura 5.3 - Variação da espessura, t, ( $\Box$ ) e taxa de resfriamento (•), para fitas Fe-Ni-P-B a pressão constante. Adaptado de [60]

Existe uma taxa mínima de resfriamento para a obtenção do estado amorfo, abaixo da qual o material solidifica em estado cristalino. Altas taxas de resfriamento necessárias para se obter o estado amorfo, não permitem que impurezas presentes formem precipitados [52].

As composições mais favoráveis para a formação de ligas amorfas, isto é, aquelas que requerem menor velocidade de resfriamento da fase líquida, são as que estão próximo ao eutético profundo do diagrama de fase. Pois desta forma, diminuindo a temperatura de fusão, a fase líquida se torna mais estável.

A estabilidade da liga amorfa pode ser explicada por meio de três aproximações [45]:

- Uma estrutura de esferas rígidas de dois ou mais raios diferentes assume a sua distribuição compacta mais estável se a relação entre o número de esferas maiores e menores for 80/20, onde geralmente as esferas maiores correspondem a metais de transição e as menores metalóides.
- O efeito das ligações químicas interatômicas sobre a estabilidade do sistema amorfo.
- A energia dos elétrons de condução de uma liga metálica é menor no estado líquido do que no correspondente estado cristalino, por isso o processo de cristalização a longo alcance é mais difícil.

Nas figuras abaixo vemos os diagramas de fase das ligas binárias Fe-Si e Fe-B onde podemos observar como o eutético ocorre próximo ao 20% de elemento de liga em ambos casos.



Figura 5.4 - Diagrama de fase da liga binária Fe-Si. Adaptado de Bain, 1939, Diagrama de fase da liga Fe-B, fonte: [45], nestes diagramas podemos observar que os eutéticos se encontram próximos ao 20% atômico de elemento de liga.

# 5c3x1 - Parâmetros de grande relevância na obtenção das fitas amorfas

# Temperatura

O superaquecimento além da temperatura de fusão dissolve heterogeneidades que podem existir no metal líquido favorecendo a amorfização. Existe uma faixa adequada para a temperatura de ejeção. Esta temperatura deve ser um pouco acima da temperatura de fusão do além a

e

tempo seja maior, maior quantidade de material se acumula na poça de fusão, ocorrendo acréscimo da espessura e largura da fita. Em um trabalho anterior [60] foi feito um levantamento deste mecanismo e seu comportamento.



Figura 5.6 - Variação da espessura em função da pressão de ejeção para as fitas Fe-Ni-P-B. Adaptado de [60].

# Diâmetro do furo

O tamanho do orifício do cadinho está ligado à área e forma da poça de fusão, quanto maior o orifício maior será a largura da fita.

## Velocidade da roda

A velocidade da roda afeta fortemente o tamanho da poça de fusão e, assim, tem importância significativa na espessura e largura da fita e na microestrutura, maior será a taxa de resfriamento quanto maior a velocidade da roda. Quando aumentamos a velocidade, o material depositado sobre a roda é arrastado mais rapidamente, fazendo com que haja menos acumulo de material líquido na poça de fusão. Como resultado ocorre redução da espessura e largura da fita.



Figura 5.7 - Relação da espessura da fita com a velocidade da roda para alguns tipos de liga. Fonte: manual do fabricante do melt spinner Edmund Bühler.

## Distância cadinho roda

Este parâmetro não se comporta de forma regular, este depende da diferença de pressão cadinho-câmara, pois é esta que ira determinar o quanto a distância ira influir nas características da fita. Um efeito relacionado à distancia é a geometria do jato, se o jato é paralelo não teremos um efeito significativo, mas se o jato é convergente ou divergente, haverá efeito. Em experimentos realizados [61], onde foram variados a pressão e distância, e mantidos constantes todos os outros parâmetros, foi mostrado que trabalhando com alta pressão, quanto menor a distância maior a largura da fita obtida, mas, utilizando pressão baixa temos o efeito inverso, quanto maior a distância maior a largura da fita.

# 5.3.2 - Procedimentos para produção das fitas amorfas

O equipamento utilizado foi um *melt spinner* comercial fabricado pela empresa alemã Edmund Bühler modelo HV, com roda de diâmetro  $\phi = 250$  mm. As amostras das ligas, em forma de lingotes de formato cilíndrico, foram colocadas no cadinho com furo que foi fixado no interior da câmara do melt spinner. Logo iniciamos a preparação da atmosfera da câmara que consta de três etapas:

- a) 10 min de vácuo
- b) 10 min de argônio
- c) 40 min de vácuo até atingir a pressão de aproximadamente  $10^{-2}$  mbar.

Na tabela 5.4 vemos os diferentes parâmetros de produção. O nome das amostras segue a convenção apresentada no começo deste capítulo.

|           | d (mm) | P <sub>c</sub> (mbar) | P <sub>e</sub> (mbar) | V(m/s) | D(mm) | T (°C) | t (µm) | L (mm) |
|-----------|--------|-----------------------|-----------------------|--------|-------|--------|--------|--------|
| Amostra 1 | 1,7    | 20                    | 400                   | 35     | 2,0   | ~1350  | 60     | 4,0    |
| Amostra 2 | 1,7    | 20                    | 300                   | 28     | 2,0   | ~1350  | 65     | 3,5    |
| Amostra 3 | 1,7    | 20                    | 200                   | 32     | 0,5   | ~1350  | 60     | 2,9    |
| Amostra 4 | 1,7    | 20                    | 100                   | 48     | 0,3   | ~1350  | 40     | 1,8    |

Tabela5.4 - Parâmetros de produção e as características das fitas obtidas.

Observação: as fitas produzidas das amostras 1, 2 e 3 apresentaram imensa fragilidade. A fita produzida da amostra 4 apresentou propriedades bem diferentes das fitas anteriores, esta não apresentou fragilidade.

### 5.4 - Tratamento térmico

O tratamento térmico tem como objetivo provocar o aparecimento de cristais nanoscópicos, os nanocristais, a partir das ligas em estado amorfo produzidas. A cristalização é uma transformação de fase do estado sólido freqüentemente controlada pela cinética de nucleação e de crescimento. O processo de transformação isotérmica, Esta transformação pode ser representada pela equação de de JMAK [62] a evolução temporal do volume de fração cristalizada.

$$X(t) = 1 - \exp[(-Kt)^{n}]$$
(5.5)

Onde:

- X : fração volumétrica da fase cristalizada
- n : expoente de Avrami, que depende do mecanismo e da dimensão do cristal
- K : constante da taxa de reação, que varia com a temperatura, com a eq. de Arrhenius:

$$k = k_o \exp\left(\frac{-Q}{k_B T}\right)$$
(5.6)

Onde:

- K<sub>0</sub>: fator de freqüência
- T : temperatura absoluta
- Q : energia de ativação para cristalização

K<sub>B</sub> : constante de Boltzman

Foi mostrado, pela combinação dos dados de dois trabalhos, que a temperatura de ativação para o processo de nanocristalização para a liga Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>13,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>9</sub> se encontra acima de 470 [52] e abaixo de 490 °C [51].

O tratamento térmico típico para este tipo de ligas é feito geralmente a uma temperatura próxima de 550°C durante o tempo de 1 h de duração [63].



Figura 5.8 - Tratamento térmico típico realizado nas ligas. Existe um tratamento apropriado de acordo com as propriedades magnéticas desejadas. Fonte [63].

Durante o tratamento térmico podem se destacar três estágios principais:

- 1. Formação de pequenos núcleos de cobre
- 2. Nucleação dos nanocristais de Fé-Si
- 3. Crescimento dos nanocristais



Figura 5.9 - Representação esquemática da seqüência de nucleação e crescimento das ligas Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>13,5</sub>B<sub>9</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>durante o processo de tratamento térmico. Adaptado de Ayers et all, 1998.

Para o estágio inicial do tratamento térmico a 550°C são formados núcleos de Cu de poucos nm. Nos estágios finais temos três fases diferentes, baseadas na composição química:

- Fe-Si ccc, em solução sólida, com aproximadamente 20 % at. de Si sem Nb e Cu.
- Fase amorfa residual contendo 10-15 % at de Nb e B.
- Núcleos de Cu concentrado.

Nesta etapa inicial do recozimento ocorre a difusão de Cu de modo que se formam núcleos ricos em Cu em um grande número, que serve de locais de nucleação para a formação da fase nanocristalina, nucleados ao redor dos núcleos de Cu. Estes núcleos de Cu continuam crescendo durante o processo de cristalização [48, 62].

Resultados indicam que o Cu atua como catalisador da nucleação dos nanocristais ricos em Fe, mas esses núcleos de Cu se formam em escala fina quando o Nb é acrescentado na liga, pode ser que ele provoque uma solubilização lenta do Cu na fase amorfa [53].

Regiões ricas em Fe se tornam núcleos para a formação da solução sólida Fe de estrutura ccc (cúbica de corpo centrado). As regiões ricas em Cu e Nb ao redor dos grãos ccc de Fe dificultam a cristalização e impedem o crescimento dos grãos de Fe ccc, em torno desta região existem outras regiões ricas em Fe onde á cristalização preferencial. Isto resulta numa textura randômica da liga [49].

Com tratamento a 550 °C, em 10 min começam a aparecer os núcleos de Cu os quais crescem até em torno de 5 nm de diâmetro. Que aparentemente possuem estrutura cfc. Após 1 h de tratamento é formada a estrutura  $DO_3$  [51, 53].

Além disso o Cu produz a nucleação da fase Fe ccc em solução sólida e suprime a formação de compostos Fe-metalóide. Esta solução sólida de Fe ccc contem Si e B e é composta por uma estrutura de grão ultrafino de diâmetro da ordem de 10 nm [49].
Foi mostrado em diversos trabalhos que a ligas livre de Cu apresentaram uma estrutura heterogênea e de relativamente grande D~50 nm, as ligas com 1% at. de Cu mostraram estrutura homogênea e grão fino D~10 nm. O Cu aumenta a nucleação dos grãos ccc e junto com o Nb suprime a precipitação de compostos [48] e tem efeito de promover antecipadamente a cristalização [54].

Verificou-se que amostras com maior teor de nióbio apresentaram menor tamanho de cristal, demonstrando o efeito do nióbio, como inibidor de crescimento dos nanogrãos [47]. Durante a formação dos nanocristais o Nb é segregado do cristal para a matriz amorfa, este permanece na interface entre a fase cristalina e a amorfa, recobrindo o nanocristal e se torna uma barreira de difusão dificultando o crescimento dos nanocristais [53].

Além disso, o aumento de teor de nióbio provoca um aumento de temperatura de nanocristalização, aumentando a estabilidade da liga, ou seja, para que a liga sofra algum tipo de transformação, é necessário que se forneça mais energia. Sem nióbio a instabilidade aumenta, e a temperatura de nanocristalização diminui 100°C aproximadamente, permitindo assim a formação de boratos, tais como Fe<sub>2</sub>B, que são prejudiciais para as propriedades magnéticas da liga [47].

A natureza frágil destes materiais é um problema [11]. Uma das principais causas da fragilização é o aparecimento de borato como fase intergranular após tratamento térmico, isto é mais eventual nas ligas com baixo teor de Nb, com picos de cristalização bem próximos,  $\Delta T < 100$  K [54].

A temperatura de tratamento térmico é um fator preponderante nas propriedades do material [34].



Figura 5.10 - Tamanho de grão médio, coercividade e permeabilidade inicial das ligas  $Fe_{74,5.}$ <sub>x</sub> $Cu_xSi_{15,5}B_7Nb_3$  (x 0 e 1 % at.) em função da temperatura de tratamento térmico. Adaptado de [34].

Devemos ter em conta também a relação tempo-temperatura de cristalização, onde existe uma relação exponencial inversa, quanto maior a temperatura menor será o tempo necessário.



Figura 5.11 - Fases constituintes da liga  $Fe_{73,5}Si_{13,5}B_9Cu_1Nb_3$  vs. temperatura de tratamento térmico e tempo. Adaptado de [48].

# 5.4.1 – Procedimento

#### Primeiro tratamento térmico

Este tratamento térmico foi realizado no laboratório de Materiais Cerâmicos na COPPE-UFRJ. O forno utilizado foi EDGCON 3P F 3000. Este é um forno elétrico programável com uma potência de 1700 W, com dimensões internas 150 x 100 x 200 mm com volume interno de 3 Litros, e que trabalha entre temperaturas de 100 a 1100 °C. As amostras foram colocadas dentro do forno. Foi utilizada atmosfera de N<sub>2</sub> que era injetado no forno por meio de um tubo de quartzo conectado na mangueira do tanque de N<sub>2</sub>.

O forno foi programado para atingir a temperatura de 550 °C e permanecer nesta temperatura durante 1 h. A taxa de aquecimento foi de  $30^{\circ}$ C/min, o que levou um tempo de 20 min para atingir a temperatura desejada de 550°C. A taxa de resfriamento foi de 5°C/min inicialmente , logo foi diminuindo assintoticamente até que foi aberto o forno com 250°C as 2 h e 56 min de operação. Com os dados acima montamos o gráfico, abaixo, da temperatura em função do tempo, T-t.



Figura 5.12 - Gráfico do primeiro tratamento térmico realizado nas primeiras amostras: 550°C durante 1 h.

# Segundo tratamento térmico

Este tratamento foi realizado no Laboratório de Hidrogênio na COPPE-UFRJ. Foi utilizado um forno programável de formato tubular da INTI modelo FT 1200/H/BI com dimensões internas 100 x 300 mm com volume interno de 2.8 L, com 3000 W de potência e uma temperatura máxima de 1200 °C.

A taxa de aquecimento utilizada foi de 10 °C/min, o que levou um tempo de aproximadamente 1 h para atingir a temperatura desejada de 550 °C. O resfriamento foi natural com taxa de aproximadamente 5°C/min inicialmente, logo o forno foi aberto gradualmente até atingir a temperatura ambiente completando um tempo total de 3 h e 20 min de operação.

Abaixo temos o gráfico da temperatura em função do tempo, T-t.



Figura 5.13 - Gráfico do segundo tratamento térmico realizado nas amostras mais recentes.

Ainda foi realizado um terceiro tratamento térmico utilizando o forno do primeiro, do Laboratório de Materiais Cerâmicos, mas programado com as mesmas rampas de aquecimento e esfriamento do segundo, e com atmosfera controlada de N<sub>2</sub>.

# 6 - Resultados

#### 6.1 - Caracterização estrutural

A caracterização estrutural foi realizada por difração de raio x (XRD) para determinar os tipos de fase, e com microscópio de força atômica (AFM) para verificar o tamanho dos cristais.

#### 6.1.1 - Caracterização estrutural por XRD

As amostras utilizadas para a montagem dos núcleos foram caracterizadas por difração de raio x para determinar o tipo de estrutura. A formação dos picos é dada quando a condição  $\lambda = 2d \operatorname{sen} \theta$  (lei de Bragg) é satisfeita.

As medições utilizando difração de raio x foram realizadas em parte no CBPF (Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas) no Laboratório de Hidrogênio e no Laboratório de Instrumentação Nuclear os dois últimos são parte da COPPE/UFRJ.

No CBPF foi utilizado um gerador de raio x da Seifert, modelo ID 3000 com difratômetro de alta resolução da Zeiss HZG4. este utiliza um alvo de Cu que gera um raio de comprimento de onda  $\lambda = 1,54060$  Å Step 0,05 e a varredura foi feita de 10° a 1000°

Tanto no Laboratório de Hidrogênio como no Laboratório de Instrumentação Nuclear (LIN) da COPPE/UFRJ foi utilizado um Shimadzu XRD-6000, este também possui alvo de Cu que gera um raio de igual comprimento de onda. Foi utilizado um *step* de 0,02 e a varredura foi de 20° ate 90°.

#### 6.1.1.1 - Resultados das ligas produzidas

As amostras produzidas no melt-spinner foram caracterizadas por difração de raio X, as três primeiras, as amostras 1, 2 e 3, apresentaram difratogramas muito similares, como pode-se ver na figura 6.1.a, onde pode-se observar os picos de difração característicos das

fases cristalinas, o que indica que durante a produção destas fitas não foi atingido o estado amorfo.

Isto pode ter sido provocado por vários fatores, mas principalmente pela grande quantidade de fluxo ejetado do cadinho durante o processo, devido ao grande orifício do cadinho (d=1,7 mm), que deve ter diminuído a taxa de resfriamento.

Outro fator também que tem influído é a velocidade, esta não foi alta o suficiente para atingir a amorfização das fitas.

Somente a amostra 4 que atingiu o estado amorfo, na figura abaixo pode-se observar o difratograma das quatro fitas produzidas no *melt-spinner*. Para a produção da fita da amostra 4, foi utilizada uma velocidade da roda consideravelmente maior do que para a produção das fitas anteriores, no difratograma abaixo pode-se observar que na amostra 4 não há existência de picos de difração, o que é característico do material amorfo, desta forma, pode-se concluir que o aumento da velocidade da roda fez com que aumentasse a taxa de esfriamento, produzindo o estado amorfo.



Figura 6.1.a - Difratograma de raio X das quatro fitas produzidas sem nenhum tipo de tratamento (as-cast). Pode-se ver que somente a amostra 4 atingiu o estado amorfo.

Apos verificar a existência da fase amorfa na amostra 4, esta foi submetida a tratamento térmico com a intenção de formar os nanocristais.

Abaixo pode-se ver o difratograma da amostra 4 após ter recebido tratamento térmico a 554 °C (Figura 6.1.b).



Figura 6.1.b - Difratograma de raio X da amostra 4 após tratamento térmico, onde pode-se observar os picos de difração típicos da fase Fe<sub>3</sub>Si.

#### 6.1.1.2 - Resultados da liga comercial

Na seqüência realizamos os difratogramas da liga comercial VITROPERM 800, no estado amorfo e após os tratamentos térmicos. No difratograma da figura 6.2.a pode-se observar que não temos picos de difração, o que corresponde à estrutura amorfa. O difratograma da figura 6.2.b corresponde à mesma liga depois ter sofrido tratamento térmico, e como pode-se ver, temos vários picos de intensidades diferentes, o que indica que houve formação de fase cristalina durante o tratamento térmico. Segundo os modelos padronizados disponíveis no banco de dados, estes picos correspondem à fase Fe<sub>3</sub>Si.



Figura 6.2.a - Difratograma de raio x da liga comercial VITROPERM 800 sem tratamento térmico, onde pode-se observar um padrão XRD típico de estrutura amorfa.



Na figura 6.3, abaixo, foram inseridos, a nível de comparação, os difratogramas realizados na amostra 4 e na amostra comercial antes e depois do tratamento térmico. Onde pode-se observar que os resultados obtidos são praticamente iguais.



Figura 6.3 - Difratogramas de raio x realizados (a) na amostra 4 e na amostra comercial (b) antes e depois do tratamento térmico.

# 6.1.2 - Caracterização estrutural por AFM

Parte da caracterização estrutural foi feita utilizando o microscópio de força atômica (AFM) do DCMM-COPPE-UFRJ. Foi utilizado o equipamento Topo Metrix modelo ACUREX II, posteriormente as imagens foram tratadas utilizando o software gratuito WSxS 4.0 SPMAGE 0.7.

Na figura 6.4 pode-se observar as imagens de aquisição em 3D, onde pode-se notar a diferença na topografia entra a amostra amorfa e a nanocristalina, e as imagens em 2D, onde pode-se ver os nanocristais de tamanho de algumas dezenas de nm.



Figura 6.4 – Micrografia AFM; (a) material amorfo, (b) material nanocristalino, onde pode-se observar os nanocristais.

# 6.2 - Caracterização térmica

Para determinar a temperatura de cristalização foi utilizado o DSC (calorímetro diferencial de varredura) do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC (DCMM-PUC). O equipamento utilizado foi um DSC 7 da Perkin Elmer, foram utilizados porta amostra de alumínio e as varreduras foram de 400 a 600 °C com taxas de aquecimento de 5, 10, 20 e 40 °C/min.

Foram registrados picos exotérmicos indicando o início de uma transformação de fase a partir de uma temperatura de aproximadamente entre 480 e 550 °C, onde efetivamente ocorreu a formação da fase Fe-Si.



Figura 6.5 - Gráfico DSC da liga 4.

# 6.3 - Caracterização magnética das fitas

As fitas produzidas da a partir da liga 4 Fe<sub>74,3</sub>Si<sub>14,2</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>7,5</sub> e da liga comercial VITROPERM 800, fornecida pela empresa Vacuumschmelze foram caracterizadas magneticamente através das suas curvas de histerese, no Laboratório de baixas temperaturas do Instituto de Física da UFRJ.

A composição da liga comercial é nominalmente: Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>15,5</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub>B<sub>7</sub>. Foram caracterizadas duas amostras com microestruturas diferentes:

- Em estado amorfo (*as-cast*)
- Em estado nanocristalino (tratadas termicamente)

As amostras "4" e "Comercial" no estado nanocristalino foram obtidas a partir de ligas amorfas submetidas a tratamento térmico a 554 °C e a 550° C respectivamente durante 1 h . Estas tinham geometria reta (fita) de espessura 40 $\mu$ m e largura aproximada de 2 mm, e as comerciais com aproximadamente 3 mm de largura e uma espessura de 18 $\mu$ m, e com um comprimento de aproximadamente 6 cm cada amostra.



Figura 6.6 - Ilustração das amostras utilizadas, acima liga amorfa, abaixo nanocristalina.

Para isto foi montado um circuito onde eram introduzidas as amostras e obtidas as curvas de histerese. Foram montadas as bobinas para abrigar a amostra, como pode-se ver na fig. 6.7. Este solenóide é composto por duas bobinas uma primária e outra secundaria, as duas com 43 voltas cada uma e 20,0 mm de comprimento.



Figura 6.7 - Ilustração do solenóide porta amostra utilizado no circuito com uma das amostras dentro.

O aparato utilizado foi composto por:

- 1. Osciloscópio Tektronix TDS 2024
- 2. Gerador da Agilent
- 3. Amplificador
- 4. Integrador
- 5. Bobinas
- 6. Resistor de 58  $\Omega \pm 5\%$  ou de 1 $\Omega$
- 7. PC



Figura 6.8 - Esquema do circuito utilizado no levantamento da histerese.

As medidas das fitas da "Amostra 4". Foram utilizados seis valores de freqüência: 0.1, 0.5, 1.0, 5.0, e 10.0 KHz, como pode-se ver na figura 6.9.a.



Figura 6.9.a - Curvas de histerese das ligas  $Fe_{74,3}Si_{14,2}Cu_1Nb_3B_{7,5}$  no estado amorfo e nanocristalino a seis diferentes freqüências; 0.1, 0.5, 1.0, 5.0, e 10.0 KHz.

As medidas das fitas comerciais foram feitas também em amostras amorfas e nanocristalinas. Foram utilizados três valores de freqüência: 1, 5, e 10 KHz.



Figura 6.9.b - Curvas de histerese das ligas  $Fe_{73,5}Si_{15,5}B_7Cu_1Nb_3$  no estado amorfo e nanocristalino a três diferentes freqüências; 1, 5, e 10 KHz.

#### 6.4 - Construção dos núcleos

Normalmente os núcleos toroidais são montados a partir de uma base toroidal construída com material não magnético ao redor da qual são dispostas camadas concêntricas da fita do material, neste trabalho os núcleos de forma toroidal também foram montados por superposição de finas laminas em forma de anel plano sobre uma base toroidal. Esta etapa precedeu ao tratamento térmico.

#### Ligas utilizadas nos núcleos

Foram utilizadas duas ligas para montar os núcleos:

 Fe<sub>74,3</sub>Si<sub>14,2</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>7,5</sub>
40 μm x 1,8 mm, Produzida por melt-spinning na COPPE/UFRJ.

- Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>15,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>7</sub> 16 μm x 46 mm, Vacuumschmelze GmbH, (cortadas em anéis).

A liga 4 de composição Fe<sub>74,3</sub>Si<sub>14,2</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>B<sub>7,5</sub>, produzida no melt-spinner do Laboratório de Hidrogênio da COPPE/UFRJ,

A liga comercial  $Fe_{73,5}Si_{15,5}Cu_1Nb_3B_7$  (VITROPERM 800), fornecida pela Vacuumschmelze, possuía forma de fita de grande largura (46 mm), e aproximadamente uns 3 m de comprimento, o que deu a possibilidade de cortar esta em forma de anéis. Desta forma foram cortadas varias amostras toroidais de diferentes tamanhos.

# 6.4.1 - Preparação das amostras toroidais

As fitas amorfas comerciais possuem uma espessura de 0,018 mm e 46 mm de largura, estas foram cortadas em forma de anéis com diâmetros variados. Nas primeiras tentativas de cortar as fitas em forma de anel por meio de um vazador e martelo, o material mostrou fragilidade no momento do corte mecânico, apresentando fraturas. O vazador foi feito a partir de uma barra de torção, esta peça possuía a o formato e um tipo de aço bastante apropriado para a confecção deste.

Posteriormente o os anéis foram cortados por torno mecânico nas oficinas do ON, tendo sido utilizadas ferramentas de corte especiais. Para isto, eles eram empilhados varias camadas de fita da liga amorfa fixadas com fita adesiva dupla face, desta forma era produzido o núcleo de geometria toroidal. Foi observado que o corte simples das fitas não destrói as propriedades magnéticas isto torna fácil o processo de fabricação [30]

A partir desta fita foram montados 3 núcleos tamanhos diferentes, os anéis tinham as seguintes dimensões:



Figura 6.10 - Medidas dos anéis feitos com a fita amorfa comercial, utilizados na montagem dos núcleos.

# 6.4.2 - Suporte dos anéis e fitas

Como foi observado, estas ligas adquirem enorme fragilidade [17] após tratamento térmico portanto para evitar o manuseio destas após o tratamento, elas já foram introduzidas no forno nos próprios suportes do núcleo sensor, para isto estes suportes foram feitos em materiais que suportem a temperatura de tratamento térmico (550 °C). Os materiais utilizados foram bronze e alumínio, estes suportes também foram feitos no torno mecânico das oficinas do ON.

Estes suportes foram feitos na medida correspondente as dimensões das fitas e os anéis que eles iriam suportar. Foram utilizados varios suportes, cada um destes com dimensões diferentes.



Figura 6.11.a - Ilustração dos suportes com as suas dimensões. (a) Suportes para as ligas cortadas em forma de anel. (b) Suporte para as ligas em formato de fita. \* Feitos em alumínio somente os dois de cima à esquerda, os outros foram feitos de bronze especial.

Teve um tipo de suporte para fita que se mostrou mais eficaz, tanto, por facilitar a montagem, aproveitando a elasticidade da fita, como também por ter uma área transversal menor, permitindo a que a bobina seja mais estreita dando um campo mais concentrado no seu interior, permitindo desta forma, a saturação do núcleo com uma corrente baixa.



Figura 6.11.b - Este tipo de suporte obteve melhores resultados, nele, a fita é inserida de uma forma tal que a própria elasticidade do material ajuda na montagem.

# 6.4.3 - Montagem dos núcleos

As fitas retas  $Fe_{74,3}Si_{14,2}Cu_1Nb_3B_{7,5}$  foram enroladas em forma espiral dentro da fenda do suporte antes do tratamento térmico, como vemos na figura abaixo.



Figura 6.12 - Ilustração indicando como são enroladas as fitas nos suportes toroidais.

Os anéis planos, que foram cortados da fita  $Fe_{73,5}Si_{15,5}Cu_1Nb_3B_7$ , foram empilhados um sobre outro dentro dos suportes correspondentes.



Figura 6.13 - Método de empilhamento dos anéis dentro do suporte.

Após a montagem dos núcleos estes foram conduzidos ate o forno para receber tratamento térmico com a intenção de formar a estrutura nanocristalina a partir da estrutura amorfa.

Posteriormente os núcleos toroidais foram bobinados (bobina primaria), e logo colocados numa bobina secundaria que foi produzida nas dimensões correspondentes aos respectivos núcleos bobinados.

# Bobinagem dos núcleos

Os núcleos foram bobinados com fio, tal como mostra a figura abaixo.



Figura 6.14 - Ilustração do núcleo bobinado

# 6.4.4 - Montagem das bobinas secundarias

Primeiramente foram produzidas as estruturas com forma de caixa onde foram enrolados os fios das bobinas secundarias. Estas tinham as dimensões internas conforme os tamanhos dos núcleos toroidais bobinados. Foram produzidas de poliestireno transparente e com reforço de acrílico nas bordas, e durante a montagem, as junções foram feitas com resina epóxi de media viscosidade. Estes materiais foram de fácil manuseio, pois não foi necessária a utilização de ferramentas especiais.



Figura 6.15 - Ilustrações das estruturas para as bobinas secundarias produzidas de poliestireno e acrílico.

Logo estas estruturas foram bobinadas com 400 voltas de fio, um pouco mais fino que o fio dos núcleos.



Figura 6.16 - Ilustração de uma das bobinas secundarias onde posteriormente é inserido o núcleo toroidal bobinado.

# 6.5 - Teste dos núcleos

Para realizar o teste dos núcleos sensores, foi construído um magnetômetro fluxgate de circuito aberto (fig. 6.17) com o qual foram realizadas as medidas no Laboratório de Desenvolvimento de Sensores Magnéticos do Observatório Nacional (LDSM/ON).

Para isto foram utilizados os seguintes equipamentos:

- Fluxgate de circuito aberto
- Fontes de alimentação DC
- Gerador de funções
- Multímetros
- Osciloscópio digital
- Bobina de Helmholtz

Cada núcleo construído foi introduzido dentro da bobina secundaria e testado. Foi aplicada uma freqüência de operação de 750Hz, escolhida com base no desempenho observado nas curvas de histerese (ver fig 6.9).

Vários núcleos se mostraram resultados insatisfatórios, apresentando uma indutância muito abaixo do esperado. Pela geometria da bobina de excitação e pelas propriedades magnéticas do material, foi calculada uma indutância da ordem de 3mH. Apenas um núcleo atingiu este valor. Os demais apresentaram valores inferiores a 1 mH.

A baixa indutância pode ser atribuída a danos mecânicos ocorridos durante o tratamento térmico ou no manuseio do material nanocristalino, que é extremamente frágil ou a configuração geométrica dos suportes.O núcleo que apresentou comportamento dentro dos parâmetros previstos foi utilizado para o teste de linearidade.

Foi realizado o teste de linearidade, com o auxílio da bobina de Helmholtz. O campo gerado pela bobina, em função da corrente que passa por esta, é de 170 nT / mA. Na figura 6.18 temos o arranjo utilizado no teste, e nas figuras 6.19 os resultados deste.



Figura 6.17 - Circuito aberto fluxgate construído para a realização dos testes.



Figura 6.18 - Arranjo montado para medir a linearidade do sensor.



Figura 6.19.a - Teste de linearidade do sensor nanocristalino.



Figura 6.19.b - Teste de linearidade do sensor amorfo a base de cobalto.

O núcleo foi testado dentro de uma faixa de campo de entre aproximadamente –150000 e 150000 nT, ou seja, campos de quase 5 vezes o campo terrestre. Foi observado que o núcleo apresentou uma ótima linearidade em toda a faixa de operação (fig. 6.19.a).

Um núcleo amorfo com base de cobalto foi testado (fig. 6.19.b) conjuntamente para efeito de comparação.

Pode-se observar que o núcleo nanocristalino produziu uma dispersão menor em suas leituras, mesmo apresentando uma amplitude de sinal (sensibilidade) um pouco inferior, o que sugere um nível de ruídos menor que aquele do núcleo amorfo.

# 6.6 - Discussões

Após a produção das fitas pelo processo de solidificação rápida , *melt-spinning* , foi verificado que nas amostras 1, 2 e 3 não ouve amorfização durante este processo. Isto foi notado primeiramente pelas características destas fitas obtidas, elas eram muito frágeis e rígidas, ao ser comparadas com outras fitas amorfas disponíveis no nosso laboratório. A não formação da fase amorfa foi efetivamente mostrada quando foi realizada a difração de raio x nas amostras (figuras 6.1), estas apresentaram picos de difração típicos de fase cristalina principalmente Fe<sub>3</sub>Si e outras. A espessura destas também era grande isto ajudou a concluir que a velocidade da roda e por conseqüência, a taxa de resfriamento não foram o suficientemente altas para a grande quantidade de fluxo de material ejetado pelo orifício do cadinho, que por vez possuía um diâmetro grande o bastante (1,7mm).

A principio tentamos diminuir o fluxo de material líquido, diminuindo a pressão do cadinho (tabela 5.4), mas não foi o suficiente. As fitas continuavam saindo frágeis e quebradiças.

Como sabemos, quanto maior a velocidade da roda, maior será a troca de calor entre o material liquido e a roda. Por isso foi decidido aumentar consideravelmente a velocidade da roda. Então, para a produção da amostra 4 foram redefinidos os parâmetros, alem diminuímos a pressão de ejeção como vínhamos fazendo gradualmente, aumentamos a velocidade da roda (de 35 para 48 m/s) e diminuímos a distância cadinho-roda, estes parâmetros foram modificados de forma de aumentar a taxa de resfriamento. Como resultado desta modificação de parâmetros obtivemos uma fita de espessura e largura fina (40 µm x 1,8 mm) e com características próprias das fitas amorfas, alta flexibilidade e maior ductilidade e tenacidade do que as amostras produzidas anteriormente. Possibilitando, desta forma, a construção dos núcleos sensores.

Tanto as amostras da liga 4 produzida como as ligas comerciais VITROPERM 800 utilizadas neste trabalho, após serem submetidas a tratamento térmico, foi verificado que houve formação de nanocristais, dando excelentes propriedades magnéticas moles como pode-se ver nas curvas de histerese das figuras 6.9.

A ligas tratadas termicamente mostraram ser de grande aptidão para aplicação em sensores fluxgate. Pode-se ver que para qualquer uma das freqüências, as ligas tratadas termicamente, possuem melhores propriedades magnéticas moles, maior saturação Bs e menor campo coercitivo Hc. Outra observação é que o desempenho magnético da liga diminui um pouco freqüências muito altas, aumentando a coercividade Hc e perdendo saturação Bs como pode-se ver nas figuras 6.9. Em freqüências acima de 10 KHz, as ligas não mostraram tão bons resultados.

Durante os testes dos núcleos no magnetômetro fluxgate de circuito aberto, observamos que núcleos montados com a liga 4, com dimensões similares, mas com suportes diferentes, apresentaram resultados bem diferentes, o que da a concluir que durante a preparação e montagem dos núcleos é fundamental ter muito cuidado com a escolha da geometria e dimensões do suporte e também com o manuseio durante a inserção da fita dentro deste, já que o suporte que apresentou bons resultados foi aquele tinha menor área tranversal e a fita se encontrava mais relaxada, sem tensões.

# 6.7 - Conclusões

1 - Durante a produção das fitas, ao diminuirmos a pressão de ejeção e aumentarmos a velocidade da roda, aumentamos a taxa de resfriamento, garantindo a obtenção da estrutura amorfa.

2 - Foi observado que as fitas tratadas termicamente possuem melhores propriedades magnéticas do que as fitas amorfas, o que torna mais viável sua utilização como núcleo de sensores fluxgate.

3 - O desempenho do material, tanto no estado amorfo como no nanocristalino, cai gradualmente com o aumento da freqüência de operação, mostrando bons resultados a uma freqüência característica mais baixa que a dos materiais atualmente utilizados.

4 - A liga 4 entre 500 Hz e 1kHz apresentou baixa coercividade, rápida saturação e alta permeabilidade.

5 - Durante a preparação e montagem dos núcleos é fundamental ter muito cuidado com o manuseio e com a escolha da geometria do suporte do sensor.

6 - Foi observado que o núcleo construído - utilizando o material nanocristalino apresentou ótima linearidade com baixa dispersão, o que indica baixo nível de ruídos,. Os resultados são compatíveis com similares que equipam magnetômetros comerciais.

# Referências

- [1] Merrill, R. T. and Mc Elhinny, M. W., The Earth's Magnetic Field, academic press, 1983.
- [2] Jacobs, J. A., Geomagnetism, Vol. I, 1 ed. London, Academic Press, 1987.
- [3] Gilbert, W., De Magnete, 1600, tradução no inglês 1893, Dover publications Inc. New York, 1958.
- [4] Guimarães, A. P., "William Gilbert os 400 anos do *De Magnete*", Revista Ciência Hoje, volume 77, dezembro 2000.
- [5] Stern, D. P., "A millennium of Geomagnetism", Reviws of Geophisicsv. 40, n. 3, pp. 1-30, Sept. 2002.
- [6] de Miguel, L., Geomagnetismo, Instituto Geográfico Nacional, Espanha, 1980.
- [7] Notas de aulas de Geomagnetismo, Professor Luiz Muniz Barreto, 2004.
- [8] Wiermann, A., Desenvolvimento de um magnetômetro por precessão de prótons para observatórios geomagnéticos, dissertação de mestrado, ON, 2003.
- [9] Macintyre, Steven A., Magnetic Field Measurement Measurement, Instrumentation, and Sensors Handbook, 1 ed. Boca Raton, CRC Press LLC, 1999.
- [10] Foner, S. Vibrating sample magnetometer. Rev. Sci. mere. 21:548. 1956.
- [11] Nielsen O. V., Petersen, J. R., Hernando, B., Gutierrez, J., Primdahl, F., Metallic glasses for fluxgate applications, Soft magnetic materials 9, El Escorial, Spain, 1989.
- [12] Perez, G. e Benyosef, L. C. C. Desenvolvimento de Sensores Nanocristalinos, II Simpósio Brasileiro de Geofísica, Natal - RN, 2006.
- [13] Benyosef, L. C. C., Caracterização de materiais magnéticos amorfos de base cobalto, para sensores de magnetômetro fluxgate, tese de doutorado, 1995.
- [14] Scouten, D. C., Sensor Noise in Low-Level Flux-Gate Magnetometers, IEEE Transactions on Magnetics, Vol. Mag-8, No. 2, 1972.
- [15] Nielsen O. V., Petersen, J. R., Fernandez, A., Hernando, B., Spisak, P., Primdahl, F. and Moser, N., Analysis of a fluxgate magnetometer based on metallic glass sensor, Meas. Sci. Technol. 2, 435-440, 1991.

- [16] Van bree, J. L. M. J., Poulis, J. A., and Hooge, Barkhausen noise in fluxgate magnetometers, Appl. Sci. Res. 29, 1974.
- [17] Nielsen, O. V., Petersen, J. R., Herzer, G., Temperature Dependence of the Magnetostriction and Induced Anisotropy in Nanocrystalline FeCuNbSiB Alloys, and their Fluxgate Properties, IEEE Transactions on Magnetizcs, Vol. 30, No. 2, 1994.
- [18] Andrighetto, E., Estudos experimentais visando o desenvolvimento de instrumentação para medidas geomagnéticas - Magnetômetro de núcleo saturado. Relatório final de projeto de iniciação científica (PIBIC/CNPq/INPE), 2005.
- [19] Shirae, K., Noise in Amorphous Magnetic Materials, IEEE Transactions in magnetics, vol. mag 20. No 5, september 1984.
- [20] Nielsen, O.V., Primdahl, F., Petersen, J.R. and Hernando, B., Selection and processing of metallic glass materials for fluxgate applications, III International Workshop on non-crystalline solids, Universidad de Sevilla (Spain), 1991.
- [21] Weiner, M. M., Magnetostrictive Offset and Noise in Flux Gate Magnetometers, IEEE Transactions on Magnetics, Vol. Mag-5. No. 2, 1969.
- [22] Feynman, R.B., Feynman lecture of Physics Vol. 2 Cap. 34, 1963.
- [23] Buschow, K. H. J. and de Boer, F. R., Physics of Magnetism and Magnetic Materials, Kluwer Academic Publishers, 2004.
- [24] Crangle, J., Solid state mgnetism, Publisher Springer, 1991.
- [25] Rezende, S.M., A Física de Materiais e Dispositivos Eletrônicos, Editora da UFPE, Recife, Brasil, 1996.
- [26] Kittel C., Introducción a la física del estado sólido, Ed. Reverté, 1976.
- [27] Rezende S. M., Magnetismo e Materiais Magnéticos no Brasil, Departamento de Física, Universidade Federal de Pernambuco, 50670-901, Recife-PE, Texto revisto em relação ao publicado no Boletim da SBF, No 3, Setembro 1998.
- [28] Callister, W. D. Jr., Materials Science and Engineering an Introduction, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1991.
- [29] de Oliveira, Jr. N. F., Ensaios Magnéticos, I Seminário de Materiais Magnéticos, ABM, S. P., novembro 1987.
- [30] Nielsen, O.V., Hernando, B., Herzer, G., Spisak, P., Nanocrystaline materials as the magnetic core in high-performance fluxgate sensors, NATO Workshop on Nanomagnetic Devices, Madrid, September 1992.

- [31] Severino, A. M., Magnetostricção em materiais magnéticos, I Seminário de Materiais Magnéticos, ABM, S. P., novembro 1987.
- [32] Sinnecker, J. P., Estudo da Permeabilidade Inicial em Ligas Amorfas de Magnetostrição Aproximadamente Zero, Tese de Mestrado, UNICAMP, 1992.
- [33] Lachowicz, H. K., Záveta, K. and Slawska-Waniewska, A., Magnetic Properties of Partially Devitrified Metallic Glasses, IEEE Transactions on Magnetics, VOL. 38, No. 5, 2002.
- [34] Herzer, G., Nanocrysalline soft magnetic alloys, Handbook of Magnetic Materials, Vol. 10, Ed. K.H.J. Buschow, 1997.
- [35] Altoé, M. V. P. ; Lancarotte, M. S. ; Missell, F. P. . Desenvolvimento de Ligas Amorfas de Alta Permeabilidade Magnética, I Seminário de Materiais Magnéticos, ABM, S. P., novembro 1987.
- [36] Cullity, B. D., Introduction to Magnetic Materials, Addison-Wesley Publishing Company, 1972.
- [37] Ohl, W. J., Magnetômetros do tipo fluxgate, Base Naval de Aratu-Bahia, I Seminário de Materiais Magnéticos, ABM, novembro 1987, S. P.
- [38] Miguel, C., Kaloshkin, S., Gonzalez, J., Zhukov, A., Curie temperature behaviour on annealing of Finemet type amorphous alloys, Journal of Non-Crystalline Solids 329 (2003) 63–66.
- [39] Chiaverini, V., Aços-carbono e Aços-liga, publicação da associação brasileira de metais, 1965.
- [40] Leite Lopez, J., A estrutura quântica da matéria, 2º edição, editora UFRJ, 1993.

- [45] Imaizumi, M., Fabricação de fitas metálicas amorfas e estudo de sua estabilidade, Tese de Mestrado, UNICAMP, 1987.
- [46] Ribeiro, R. M., Estudo da cinética de cristalização de ligas metálicas amorfas a base de Fe-Si-B, Tese de mestrado COPPE/UFRJ, 2005.
- [47] Mariano, N. A., May, J. E., Kuri, S. E., Ligas Finemet nanocristalizadas a partir de precursores amorfos, 133 R. Esc. Minas, Ouro Preto, 57(2): 129-133, abr. jun. 2004.
- [48] Yamauchi, K., Yoshizawa Y., Recent development of nanocrystaline soft magnetic alloys, Nanostructured Materials, Volume 6, Number 1, 1995, pp. 247-254(8)
- [49] Yoshizawa, Y., Oguma, S. and Yamauchi, K., New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure, J.Appl. Phys. 64 (10), 15 November 1988.
- [50] Lefebvre, W., Morin-Grognet, S., Danoix, F., Role of Niobium in the nanocrystallization of a Fe<sub>73,5</sub>Si<sub>13,5</sub>B<sub>9</sub>Nb<sub>3</sub>Cu alloy., Journal of magnetism and magnetic materials. 301 343–351, 2006.
- [51] Zhang, X. Y., Zhang, J. W., Xiao, F. R., Liu, J. H., Liu, R. P., Zhao, J. H., Zheng, Y. Z., Ordering of the crystalline phase α-Fe(Si) in annealed Fe<sub>73,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13,5</sub>B<sub>9</sub> alloy, Materials Letters 34 85-89, 1998.
- [52] Hampel, G. Pundt, A. and Hesse, J., Crystallization of Fe<sub>73,5</sub>Cu<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13,5</sub>B<sub>9</sub> : structure and kinetics examined by x-ray diffraction and Mössbauer effect spectroscopy, J. Phys.: Condens Matter 4 3195-3214, 1992.
- [53] Ayers, J. D., Harris, V. G., Sprague, J. A. and Elam, W. T., On the role of Cu and Nb in the formation of nanocrystals in amorphous Fe<sub>73,5</sub>Nb<sub>3</sub>Cu<sub>1</sub>Si<sub>13,5</sub>B<sub>9</sub>, Naval Research Laboratory, Washington, DC 20375-5000, 1993.
- [54] Olofinjana, A. O. and Davies, H. A., Preparation and mechanical properties of Fe-Si-B-Nb-Cu nanocrystalline alloy wire, Nanostructured Materials, Vol. 6 p., 465-468, 1995.
- [55] Sinnecker, J. P., Materiais Magnéticos Doces e Materiais Ferromagnéticos Amorfos, Revista Brasileira de Ensino de Física, vol. 22, no. 3, Setembro 2000.
- [56] Gawior, W., Woch, M., Kolano, R., Wójcik N., The structure and magnetic properties of Fe<sub>82,5-x</sub>CU<sub>1</sub>Nb<sub>3</sub>Si<sub>13,5</sub>B<sub>x</sub> alloys, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 157/158 207-208, 1996.
- [57] dos Santos, A.D. S., dos Santos, D. R., Crystallization kinetics of Fe-B-Si metallic glasses, Journal of Non-Crystalline Solids 304 56-63, 2002.

- [58] Marín, P., Hernando, A., Applications of amorphous and nanocrystalline magnetic Materials, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 215}216729}734, 2000.
- [59] Informações técnicas do fabricante EDG, www.edg.com.br , acesso em fevereiro 2007.
- [60] Tkatch, V. I., Limanovskii, A. I., Denisenko, S. N., Rassolov, S. G., The effect of the melt-spinning processing parameters on the rate of cooling, Materials Science and Engineering A323 91-96, 2002.
- [61] Genuncio, C.G.A., Efeitos de Parâmetros de Processo na Geometria de Fitas de Liga Mg-10Al produzidas por Melt Spinning, Projeto de Formatura, Depto. De Engenharia Mecânica / UFRJ, Rj, Brasil, 2003.
- [62] McHenry, M. E., Johnson, F., Okumura, H., Ramanan, V. R. V., Laughlin, D. E., The kinetics of nanocrystallization and microstructural observations in Finemet, Nanoperm and Hhitperm nanocomposites magnetic materials, Scrpita Materialia 48 881-887, 2003.
- [63] Hitachi-Metglas, Nanocrystalline soft magnetic material FINEMET, 2005, http://www.hitachi-metals.co.jp/e/prod/prod13/pdf/hl-fm10-c.pdf, acesso em Janeiro 2007.

# Livros Grátis

(<u>http://www.livrosgratis.com.br</u>)

Milhares de Livros para Download:

Baixar livros de Administração Baixar livros de Agronomia Baixar livros de Arquitetura Baixar livros de Artes Baixar livros de Astronomia Baixar livros de Biologia Geral Baixar livros de Ciência da Computação Baixar livros de Ciência da Informação Baixar livros de Ciência Política Baixar livros de Ciências da Saúde Baixar livros de Comunicação Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE Baixar livros de Defesa civil Baixar livros de Direito Baixar livros de Direitos humanos Baixar livros de Economia Baixar livros de Economia Doméstica Baixar livros de Educação Baixar livros de Educação - Trânsito Baixar livros de Educação Física Baixar livros de Engenharia Aeroespacial Baixar livros de Farmácia Baixar livros de Filosofia Baixar livros de Física Baixar livros de Geociências Baixar livros de Geografia Baixar livros de História Baixar livros de Línguas

Baixar livros de Literatura Baixar livros de Literatura de Cordel Baixar livros de Literatura Infantil Baixar livros de Matemática Baixar livros de Medicina Baixar livros de Medicina Veterinária Baixar livros de Meio Ambiente Baixar livros de Meteorologia Baixar Monografias e TCC Baixar livros Multidisciplinar Baixar livros de Música Baixar livros de Psicologia Baixar livros de Química Baixar livros de Saúde Coletiva Baixar livros de Servico Social Baixar livros de Sociologia Baixar livros de Teologia Baixar livros de Trabalho Baixar livros de Turismo