



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
DEPARTAMENTO DE FÍSICA - CCEN
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

MAGNETOMETRIA POR EFEITO HALL

por

Janeth Fernández Pinto

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física do Departamento de Física da Universidade Federal de Pernambuco como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Física.

Banca Examinadora:

Prof. Fernando Luis de Araújo Machado (Orientador-UFPE)

Prof. Antonio Azevedo da Costa (DF - UFPE)

Prof. Adolfo Franco Júnior (IF-UFG)

Recife - PE, Brasil

Abril - 2010

Pinto, Janeth Fernández.

Magnetometria por efeito Hall. / Janeth Fernández Pinto. - Recife: O Autor, 2010.

xix, 74 folhas: il. fig. tab.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Pernambuco. CCEN. Física, 2010.

Inclui bibliografia.

1. Magnetismo. 2. Propriedades magnéticas. 3. Magnetômetro Hall. 4. Histerese.
I. Título.

538.3 CDD (22.ed.) FQ 2010-017



Universidade Federal de Pernambuco
Departamento de Física – CCEN
Programa de Pós-Graduação em Física
Cidade Universitária - 50670-901 Recife PE Brasil
Fone (+ 55 81) 2126-8449/2126-8450 - Fax (+ 55 81) 3271-0359
<http://www.df.ufpe.br/pg> e-mail: posgrad@df.ufpe.br

Parecer da Banca Examinadora de Defesa de Dissertação de Mestrado

Janeth Fernández Pinto

MAGNETOMETRIA POR EFEITO HALL

A Banca Examinadora composta pelos Professores Fernando Luis de Araújo Machado (Presidente e Orientador), Antonio Azevedo da Costa, ambos do Departamento de Física da Universidade Federal de Pernambuco e Adolfo Franco Júnior, do Instituto de Física da Universidade Federal de Goiás, consideram a candidata:

☒ Aprovado

☐ Reprovado

☐ Em exigência

Secretaria do Programa de Pós-Graduação em Física do Departamento de Física do Centro de Ciências Exatas e da Natureza da Universidade Federal de Pernambuco em sete de abril de dois mil e dez.

Prof. Fernando Luis de Araújo Machado
Presidente e Orientador

Prof. Antonio Azevedo da Costa

Prof. Adolfo Franco Júnior

Dedicado aos meus pais

Luis Francisco e Blascina Pinto

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus. Aos meus pais pelo apoio, dedicação e amor. A meus irmãos pela compreensão durante minha ausência e pelo carinho em todas as etapas da minha vida.

A Carlos Gómez pelo carinho, dedicação e amor a mim durante esses anos.

Ao meu orientador Fernando Machado, pela aceitação no seu grupo de trabalho, pela sugestão do tema, discussões e comentários, apoio e amizade.

Ao Professor Alexandre Ricalde Rodrigues, pela sua ajuda no decorrer da realização deste trabalho.

Os companheiros de laboratório, Lázaro, Geovani e Luisa pelo apoio e colaboração. Aos professores do curso de pós-graduação em física da UFPE e aos funcionários deste departamento, em especial ao Marco Aurélio e Severino da Silva.

Aos meus amigos na Colômbia pela sua amizade durante todo este tempo.

Aos meus companheiros do curso de mestrado, em especial a minha amiga Alejandra Guerrero e Eduardo Olimpio.

Aos amigos, Carolina, Edison, Yareni e Miguel Duran, obrigada pela ajuda e apoio, os cafés, as conversas e a amizade.

A Lincoln Rodrigues Sampaio e Geovani Ferreira pelas amostras.

Finalmente, agradeço a CAPES, CNPQ, FACEPE e ao FINEP, pelo apoio a esta pesquisa.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	VII
LISTA DE TABELAS.....	XIV
RESUMO.....	XV
ABSTRACT.....	XVII
APRESENTAÇÃO.....	XIX
CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO.....	1
CAPÍTULO 2 EFEITO HALL.....	10
2.1 Origem do efeito Hall.....	10
2.2 Coeficiente Hall e resistividade.....	12
2.3 Efeito Hall em metais magnéticos.....	18
CAPÍTULO 3 CONSTRUÇÃO DO MAGNETÔMETRO.....	20
3.1 Princípios de funcionamento.....	20
3.2 Componentes do magnetômetro.....	22
3.3 Calibração do sistema.....	29
3.3.1 Estudo individual dos sensores.....	30
3.3.2 Calibração do magnetômetro Hall a temperatura ambiente.....	33
3.3.3 Resposta do sensor à variação da temperatura.....	39
3.3.4 Calibração dos magnetos.....	43

CAPÍTULO 4 RESULTADOS.....	53
4.1 Ligas amorfas.....	46
4.1.1 Liga amorfa $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$	48
4.1.2 Liga amorfa $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$	51
4.2 Nanocompósito de $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$	53
4.2.1 Interações magnéticas a temperatura ambiente.....	53
4.2.2 Baixas temperaturas.....	55
4.2.3 Exchange bias.....	62
CAPÍTULO 5 CONCLUSÕES.....	72
CAPÍTULO 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	74

LISTA DE FIGURAS

- 1.1 Ilustração da curva de histerese. Variação da magnetização de um material magnético (Ferromagnético ou Ferrimagnético) variando em função da intensidade do campo magnético aplicado sobre ele. Figura extraída da referência [4]..... 5
- 1.2 Figura 1.2- Curvas de magnetização em função do campo aplicado em diferentes direções cristalográficas em uma amostra de Ni com simetria cristalina cúbica. Figura extraída da referência [1]..... 6
- 1.3 Ciclos de histerese para um sistema de partículas de Co revestidas por CoO. Curva (1) Sistema esfriado a 77 K com campo de 1 T. Curva (2) sistema esfriado a 77 K a campo nulo. Figura extraída da referência [6]..... 8
- 2.1 Diagrama esquemático representando uma tira metálica de largura d , imersa num campo magnético $\mathbf{B}$, transportando uma corrente i . V_d é a velocidade de deriva do elétron, $\mathbf{F}_B$ é a força magnética que age sobre o elétron devido ao campo magnético aplicado e $\mathbf{F}_E$ é a força elétrica que age sobre o elétron em decorrência do surgimento de um campo elétrico transversal ao comprimento da amostra..... 11

2.2	Representação dos tipos mais comuns de orientação do campo externo aplicado e dos contatos para medida da tensão usados para obtenção de coeficientes galvanométricos: caso geral (a), magnetoresistência longitudinal (b), magnetoresistência transversal <i>out-of-plane</i> (campo magnético perpendicular a corrente e ao plano da amostra) (c) e efeito Hall (d). Pode-se ainda definir uma magnetoresistência transversal quando o campo aplicado perpendicularmente a corrente está no plano da amostra (<i>in-plane</i>). Figura extraída da referência [28].....	13
2.3	Representação esquemática da resistividade Hall ρ_H em função da indução magnética B em material ferromagnético. A figura mostra ainda a forma de se determinar os coeficientes Hall ordinário e espontâneo nesses materiais. Figura extraída da referência [28].....	19
3.1	Representação do fluxo de campo gerado por uma amostra magnética, sobre um sensor Hall, na presença de um campo magnético externo.....	21
3.2	Princípio de funcionamento do magnetômetro por efeito Hall e eliminação do background.....	22
3.3	(a) Representação da localização dos sensores e dos contactos elétricos no software Layout5. (b) Aparência final do conjunto placa e sensores.....	23
3.4	Suporte empregado na adaptação do magnetômetro no sistema Displex ou no PPMS. (a) e (b) vista frontal e superior do suporte. (c) Placa montada no suporte.....	23
3.5	Indicação da localização da amostra magnética no magnetômetro por efeito Hall.....	24
3.6	Magnetos utilizados para a geração de campos magnéticos. (a) Par de bobinas de Helmholtz. (b) e (c) magneto e eletrônica de controle do magneto permanente.....	25

3.7	Diagrama do circuito amplificador desenhado com o software sPlan70_Viewer.....	26
3.8	Diagrama do sistema de refrigeração Displex constituído por duas unidades: o expansor e o compressor. O expansor, por sua vez, apresenta dois estágios de refrigeração. O magnetômetro é montado no segundo estágio no qual são produzidas as temperaturas mais baixa no sistema.....	28
3.9	Foto do magnetômetro montado no segundo estágio de refrigeração do expansor do Displex.....	29
3.10	Diagrama da montagem experimental utilizada na calibração dos sensores à temperatura ambiente.....	31
3.11	Voltagem Hall medido em função do campo aplicado para (a) Sensor 1 e (b) Sensor 2.....	32
3.12	Fotografia ampliada da amostra cilíndrica de níquel, usada na calibração do magnetômetro.....	33
3.13	Fotografia do sistema utilizado para medidas de magnetização.....	34
3.14	Voltagem Hall da amostra cilíndrica de níquel versus a amplitude da corrente elétrica, na presença de um campo magnético de 1 T. Dados experimentais (círculos), enquanto que a linha cheia melhor ajuste linear.....	36
3.15	Curva de histerese para a amostra de calibração de Ni obtida no magnetômetro Hall na temperatura ambiente.....	37

3.16	Curva de Histerese da amostra cilíndrica de níquel, utilizando uma corrente alternada de 1 mA de amplitude e frequência de 1 kHz. O deslocamento observado no gráfico resulta da diferença de fase na voltagem Hall produzida pelos dois sensores Hall não permitindo assim o cancelamento completo do sinal no modo diferencial, fazendo com que exista um <i>background</i> no sinal.....	38
3.17	Curva de Histerese da amostra cilíndrica de níquel, utilizando corrente alternada passando pelos sensores.....	39
3.18	Medida da voltagem Hall em função da temperatura resfriando na ausência de campo e com campo ligado, para $H = 0,1$ T, e corrente <i>ac</i> de 1 mA de magnitude e frequência de 1 kHz, mostrando a reversibilidade no sinal do sensor Hall com respeito a esses procedimentos.....	41
3.19	Medida da voltagem hall do sensor magnético em função da temperatura para diferentes valores de campo aplicado.....	42
3.20	Variação da voltagem Hall com o campo magnético externo para um dos sensores, medidos para dois valores diferentes de temperatura, 11 K (quadrados) e 150 K (círculos). As linhas cheias representam o ajuste de uma função linear a esses dados.....	43
3.21	Campo magnético medido no centro do par de bobinas de Helmholtz versus amplitude de corrente usadas para geração de H . Os círculos abertos representam os valores medidos enquanto que a linha cheia representa o ajuste de uma função linear a esses dados.....	44
3.22	Campo magnético no centro do magneto composto de um sistema de magnetos permanentes descrito na seção 3.2. Os círculos abertos representam os valores de campo lidos pela ponta Hall externa enquanto que a linha cheia representa uma função linear ajustada aos dados experimentais.....	45

4.1	Fotografia ampliada da liga amorfa de $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$	47
4.2	Difratograma de raios X da amostra $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$ à direita e $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ à esquerda.....	47
4.3	Curva de histerese da fita amorfa $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$ de 5 cm de comprimento, realizada utilizando o magnetômetro por efeito Hall.....	49
4.4	Susceptibilidade magnética versus H para a liga amorfa $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$ obtida utilizando um susceptômetro ac (a) e através da magnetização medida com o magnetômetro por efeito Hall (b).....	50
4.5	Curva de histerese da fita amorfa $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ de 5 cm de comprimento, realizada utilizando o magnetômetro por efeito Hall.....	51
4.6	Susceptibilidade magnética versus H para a liga amorfa $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ obtida utilizando um susceptômetro ac (a) e através da magnetização medida com o magnetômetro por efeito Hall (b).....	52
4.7	Fotografia de um disco magnético de 2 mm de diâmetro, 0,3 mm de espessura e massa de 4,3 mg do nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ utilizado para realização de medidas de magnetização.....	53
4.8	Curva de histerese do material $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$. Disco magnético de 2 mm de diâmetro e 0,3 mm de espessura (pontos brancos) medido com o magnetômetro por efeito Hall e disco magnético de 3,2 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura (pontos pretos) medida utilizando a técnica VSM.....	54
4.9	Curvas de histerese para $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ medidas em 10 K (pontos pretos) e em 300 K (pontos brancos).....	56

4.10	Curvas de histerese do disco magnético, nas temperaturas 60 K, 100 K, 140 K e 220 K. As linhas que unem os pontos são apenas guias para os olhos.....	57
4.11	Magnetização de saturação M_S versus temperatura para $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$	58
4.12	Magnetização de remanência M_R versus temperatura para $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$	59
4.13	Comportamento da magnetização de saturação reduzida $[M_S(10 \text{ K}) - M_S(T)] / M_S(10 \text{ K}) = B T^{3/2}$ em função da temperatura para o disco magnético de $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$	61
4.14	Medida do campo coercivo versus temperatura para o disco magnético de $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$. Dados experimentais (pontos) e ajuste linear para a temperatura com $T^{3/4}$	62
4.15	(a) Efeito de <i>exchange-bias</i> em $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ medido em 10 K resfriando a amostra na ausência de campo magnético (quadros) e na presença de um campo H_R de 0,2 T (pontos). Na parte (b) da figura é mostrada uma ampliação da curva de histerese em torno de $H = 0$. 63	
4.16	Campo de <i>exchange-bias</i> H_{EB} para o nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$, obtido após o resfriamento da amostra até 10 K na presença de diferentes valores de campo magnético H_R . A linha cheia representa um ajuste dos dados experimentais do modelo apresentado na referência [38].....	65
4.17	Configuração de spins na interface AF-FM, (a) na temperatura ambiente e (b) abaixo da temperatura de Néel, para campos baixos de resfriamento H_R	66

- 4.18 Configuração de spins na interface AF-FM, (a) na temperatura ambiente e (b) abaixo da temperatura de Néel, para campos altos de resfriamento H_R 67
- 4.19 Representação esquemática da estrutura de spins na interface AF-FM esfriando o sistema abaixo de T_N com um campo aplicado $0 < H_R < H_S$. As setas indicam os momentos magnéticos do FM (acima da interface) e AF (Abaixo da interface). Na interface os spins adjacentes estão acoplados pela constante de Exchange J do AF (Linha solida) e uma constante adicional J' para os degraus da interface (Linha tracejada)..... 68

LISTA DE TABELAS

1.1	Valores do fator desmagnetizante N_D para diferentes formas do material magnético.....	7
4.1	Comparação dos valores obtidos para os parâmetros estabelecidos no ajuste da expressão 4.2, para um nanocompósito de $(Fe_{0,6}Co_{0,4})_{0,35}(MnO)_{0,65}$ e um sistema de bicamada de FeF_2-CoPt	70

RESUMO

Construímos um magnetômetro utilizando dois sensores Hall de GaAs (Toshiba-THS118) operando em um modo diferencial. Cada sensor tem um circuito pré-amplificador associado a ele e a diferença de voltagem entre eles é amplificada com um ganho variável de 30 - 7000. Os sensores Hall têm dimensões típicas de $1,5 \times 1,7 \times 0,6 \text{ mm}^3$ e foram montados separados um do outro de 0,71 mm, em uma configuração espacial planar. O magnetômetro foi testado usando tanto correntes *dc* (I_{dc}) quanto correntes *ac* (I_{ac}), variando a amplitude de 0,1 a 3 mA. Um amplificador lock-in foi utilizado para a leitura da voltagem Hall para as correntes ac. O controle e a aquisição dos dados foram feitos utilizando uma interface GPIB e o software Labview. A frequência f das correntes I_{ac} foram variadas de 10 Hz até 1 kHz. O magnetômetro Hall foi montado em um refrigerador de ciclo fechado do tipo Displex (Advanced Research Systems) o qual permite uma variação de temperatura no intervalo de 4 - 800 K, podendo, inclusive, ser facilmente colocado na presença de um campo magnético. Para aplicações de campos baixos (até 0,003T), foi utilizado um par de bobinas de Helmholtz, enquanto que para campos maiores (até 1 T) foi usado um magneto permanente (Advancing Magnetic-electronics). A amostra a ser investigada é fixada nas vizinhanças da área ativa de um dos sensores, produzindo uma componente de campo perpendicular à superfície do sensor. Esse sinal, por sua vez, é proporcional a magnetização da amostra. A calibração do magnetômetro foi feita usando uma amostra padrão de Ni, de geometria cilíndrica e com 6,1 mg produzida pela Oxford Instruments. Em seguida, o magnetômetro foi utilizado para medidas de histerese das ligas ferromagneticamente moles $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{10}$ e $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_3\text{B}_{10}$, a temperatura ambiente, e do nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ para temperaturas desde ambiente até 10 K. Os resultados obtidos para as ligas amorfas foram

comparados com os obtidos usando medidas de susceptibilidade *ac* em baixas frequências. Para o nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ foi possível estudar o comportamento da magnetização de saturação, da remanência e do campo coercivo em função da temperatura. Esses resultados estão em acordo com os obtidos na mesma amostra por magnetometria por amostra vibrante. A dependência do efeito *exchange-bias* com o campo magnético de resfriamento H_R foi investigado pela primeira vez. Foi observado que o campo de *exchange-bias* H_E cresce inicialmente com H_R , apresenta um valor máximo de 22,5 mT em torno de $H_R = 500$ mT e, em seguida, decresce monotonicamente com o aumento de H_R . A dependência de H_E com H_R foi explicada qualitativamente utilizando o modelo proposto por Kagerer, Binek e Kleemann.

Palavras chaves: Magnetômetro Hall, Magnetometria por Amostra Vibrante, Ligas Amorfais, Nanocompósito, Magnetização de Saturação, Magnetização Remanente, Coercividade, Exchange-Bias.

ABSTRACT

In this work, a magnetometer made of two small size ($1.5 \times 1.7 \times 0.6 \text{ mm}^3$) Toshiba GaAs (TSH118) Hall sensors operating in a differential mode is reported. The Hall sensors were mounted 2mm far from each other in a planar spatial configuration. The output signal of the Hall sensors is pre-amplified while the pre-amplified signal is further amplified in a differential mode, yielding an overall gain in the range 30 - 7000. The magnetometer can be operated using either *dc* (I_{dc}) or *ac* (I_{ac}) electrical current and for the present work their amplitude was varied from 0.1 to 3 mA. A lock-in (voltmeter) was used to measure the Hall voltage for *ac* (*dc*) electrical current. The frequency f of the *ac* current was varied from 10 Hz to 1 kHz. The magnetometer was mounted in a closed cycle refrigerator (Displex, made by Advanced Research Systems) which allows a temperature variation in the range of 4 - 800K and the application of magnetic fields. For magnetic fields below 0.003 T we used a pair of Helmholtz coils while for higher fields (up 1 T) it was used a permanent magnet made by Advancing Magnetic-electronics. The control and the data acquisition were made using a GPIB interface and the Labview software. The magnetization measurements are made fixing the magnetized sample close to the active area of one of the Hall sensors which, in turn, produce a dipolar magnetic field with a component transverse to the surface of the sensor. The Hall signal is then proportional to the magnetization of the sample. The Hall magnetometer was calibrated using a 6.1 mg cylindrical sample of Ni made by Oxford Instruments and it was used to measure hysteresis loops of the soft ferromagnet alloys $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{10}$ and $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_3\text{B}_{10}$ at room temperature. The magnetometer was also used to study the nanocomposite $(\text{Fe}_{0.6}\text{Co}_{0.4})_{0.35}(\text{MnO})_{0.65}$ from room temperature down to 10K. The results obtained for the amorphous alloys were compared with those

obtained using ac susceptibility measurements at low frequencies. For the nanocomposite $(\text{Fe}_{0.6}\text{Co}_{0.4})_{0.35}(\text{MnO})_{0.65}$ it was possible to study the behavior of the saturation magnetization, the remanent and coercive field as a function of temperature. These results are closely related with those obtained by using vibrating sample magnetometry. Furthermore, we investigated for first time the dependence of the *exchange-bias* effect with the freezing magnetic field H_R in this sample material. It was observed that the field of *exchange-bias* H_E increases with H_R , reaching 22.5 mT for $H_R = 500$ mT. Afterward, H_E decreases monotonically when H_R is further increased. The dependence of H_E with H_R was account for by adjusting the data to a model proposed by Kager, Binek and Kleemann.

Keywords: Magnetometer Hall, Vibrating Sample Magnetometer, Amorphous Alloys, Nanocomposite, Saturation Magnetization, Remanent Magnetization, Coercivity, Exchange-Bias.

APRESENTAÇÃO

A presente dissertação foi dividida em cinco capítulos. No capítulo 1 descrevem-se alguns conceitos teóricos de relevância no estudo das propriedades magnéticas, a motivação e objetivo deste trabalho, proporcionando ao leitor uma rápida visão da importância do tema. No capítulo 2 é feita uma revisão do efeito Hall e são descritas as origens de algumas das quantidades físicas relevantes ao tema. Detalhes da construção do magnetômetro, do seu princípio de funcionamento, a instrumentação utilizada e do controle e aquisição dos dados são apresentados no capítulo 3. Em seguida, no capítulo 4 são apresentados os resultados obtidos com o magnetômetro Hall juntamente com as interpretações desses resultados. Por fim, no capítulo 5, apresentaremos as conclusões e sugestões para continuidades das pesquisas.

CAPÍTULO 1

Introdução

Os materiais magnéticos desde suas origens vêm desempenhando um papel importante na história das civilizações no desenvolvimento de novas tecnologias. Suas contribuições vão desde uma simples bússola utilizada na navegação, passando pela criação do telefone e do telégrafo, baseados no princípio de Oersted, até os tempos mais recentes no armazenamento de dados em meios magnéticos [1] e na medicina como, por exemplo, em hipertermia para eliminação de tumores malignos e para aplicação de drogas em locais específicos do corpo humano (*drug delivery*) [2,3].

A origem do magnetismo está associada ao movimento dos elétrons ao redor do núcleo atômico. Quando os elétrons realizam esse movimento, se associa a eles o operador momento angular orbital $\mathbf{L}$. Classicamente, o momento angular do elétron é determinado pelo produto vetorial do vetor de posição em relação ao núcleo, pela quantidade de movimento. Esse movimento gera o momento magnético orbital $\boldsymbol{\mu}_L = (-e/2m_e)\mathbf{L}$. Os elétrons possuem ainda outra característica, chamada de *spin* $\mathbf{S}$. O *spin* é uma propriedade puramente quântica e inerente a todas as partículas que compõem a matéria. Essa propriedade intrínseca determina, por exemplo, a maneira como os elétrons ocupam os níveis de energia no átomo. Um elétron pode ter componentes de spin paralelas (*spin up*) ou antiparalelas (*spin down*) a um campo magnético aplicado. O spin é ainda responsável pelo momento magnético de spin $\boldsymbol{\mu}_S = (-g_S\mu_B/\hbar)\mathbf{S}$. As propriedades magnéticas surgem então da combinação dos momentos angular orbital e de spin e do acoplamento entre eles.

Quando algum material magnético é colocado em um campo magnético externo H , os momentos magnéticos atômicos individuais no material contribuem para a sua resposta M a este campo externo. Energeticamente o alinhamento do momento com o campo magnético é mais favorável $E = -(\mu_L + \mu_S) \cdot H$. Quando há predomínio de uma direção do momento dizemos que o material está magnetizado.

Descreve-se um material magnetizado por sua magnetização M , que é definida como a soma de todos os momentos magnéticos elementares, por unidade de volume $M = \sum \mu_i / V$, com $i=1\dots n$, onde n corresponde ao número total de momentos magnéticos μ e V o volume total que eles ocupam [1]. Na prática é mais apropriado dividir a magnetização pela massa do que pelo volume $\sigma = n\mu/m$.

Dependendo da origem microscópica da sua magnetização e das interações internas, os materiais magnéticos são comumente classificados em diamagnéticos, paramagnéticos, ferromagnéticos, antiferromagnéticos e ferrimagnéticos.

Os materiais diamagnéticos são caracterizados pelo fato dos átomos ou moléculas não produzirem um momento magnético resultante, ou seja, seus momentos magnéticos orbitais e de spin se somam vetorialmente, resultando um momento total nulo. Nessas circunstâncias, quando aplicamos um campo magnético, de acordo com a lei de Lenz, as correntes são tais que se opõem ao crescimento do fluxo aplicado. Assim os momentos magnéticos induzidos nos átomos terão sentido oposto ao campo aplicado. Algumas substâncias diamagnéticas são: o bismuto, o cobre, a prata, o chumbo, etc.

Os materiais paramagnéticos na ausência de campo externo têm seus momentos de dipolo orientados aleatoriamente no espaço, portanto, a magnetização resultante é zero. Na presença de um campo externo, os dipolos tendem a alinhar-se com o campo. Se este é removido, então os momentos de

dipolo tendem novamente as direções aleatórias, devido a que as interações magnéticas entre os átomos são muito fracas para manter o alinhamento. Dentre os materiais paramagnéticos temos: o alumínio, o magnésio, o sulfato de cobre, etc.

No entanto, os materiais ferromagnéticos apresentam características bem diferentes das características dos materiais diamagnéticos e paramagnéticos. Estes materiais se imantam fortemente se são colocados na presença de um campo magnético. Isso acontece devido a que existe nos ferromagnéticos uma forte interação entre momentos de dipolos atômicos vizinhos que os mantêm alinhados mesmo quando o campo externo é removido. Dentre as substâncias ferromagnéticas temos: o ferro, o cobalto, o níquel e as ligas que são formadas por essas substâncias.

Nos materiais antiferromagnéticos o comportamento magnético é caracterizado pelo alinhamento antiparalelo de seus momentos de dipolo. Quando é submetido a um campo magnético externo, alguns dos momentos magnéticos alinham-se paralelamente com o campo. Geralmente, se requer um campo magnético intenso para conseguir alinhar todos os momentos magnéticos da amostra. Dentro dos materiais antiferromagnéticos temos: MnO , FeO , CoO e NiO .

Quando a interação entre os momentos de dipolo causa um alinhamento antiparalelo e desigual o material é ferrimagnético e na presença de campo magnético externo seus momentos de dipolo alinham-se na direção e sentido do campo. Quando o campo externo é removido, alguns momentos de dipolo continuam magnetizados dando origem a uma magnetização permanente, mas de menor intensidade do que nos ferromagnéticos. Este tipo de comportamento magnético se dá principalmente em matérias cerâmicos, óxidos, monocristais e ferritas etc.

A temperatura tem um papel importante nas propriedades magnéticas destes materiais. Nos materiais ferromagnéticos e ferrimagnéticos existe uma temperatura chamada temperatura de Curie, na qual acima deste valor os materiais perdem suas propriedades magnéticas devido a um desarranjo na disposição de seus momentos e passam a ser puramente paramagnéticos. Este tipo de comportamento também é observado nos materiais antiferromagnéticos e a temperatura na qual acontece esta transição é chamada temperatura de Néel.

Das diversas propriedades marcantes dos materiais magnéticos, a histerese é das que mais ressalta. A histerese é uma característica dos materiais ferromagnéticos e ferrimagnéticos abaixo das suas temperaturas críticas, o que se deve ao rearranjo dos domínios magnéticos dentro do material. A curva de histerese (figura 1.1) destes materiais é criada partindo de uma amostra desmagnetizada na qual é aplicado um campo magnético crescente que tende a orientar os momentos de dipolo do material na mesma direção do campo. A magnetização do material cresce até que todos os momentos de dipolo estão na mesma direção do campo, nesse ponto um aumento do campo magnético externo não faz diferença na orientação do sistema e a magnetização é constante, chegando à magnetização de saturação do material M_S (figura 1.1). Partindo desta configuração se diminui a intensidade do campo até zero, encontrando que a magnetização do material nesse ponto não é nula. Então o material possui uma magnetização remanente M_R , devido à forte interação de seus momentos magnéticos. Para eliminar esta remanência é invertido o sinal do campo magnético até diminuir a magnetização do material a zero. Esta propriedade, onde a magnetização é zero e o campo aplicado é diferente de zero chamamos de coercividade do material H_C (figura 1.1). Continuando a aumentar negativamente o campo aplicado, observamos que a magnetização do material fica com a direção oposta devido à mudança no sentido do campo externo, só que agora como podemos verificar na figura 1.1 a magnetização

de saturação está no sentido oposto. Depois de saturado no sentido inverso ao inicial, aumentamos o campo aplicado até conseguir de novo a magnetização de saturação positiva, obtendo então a curva total apresentada na figura 1.1.

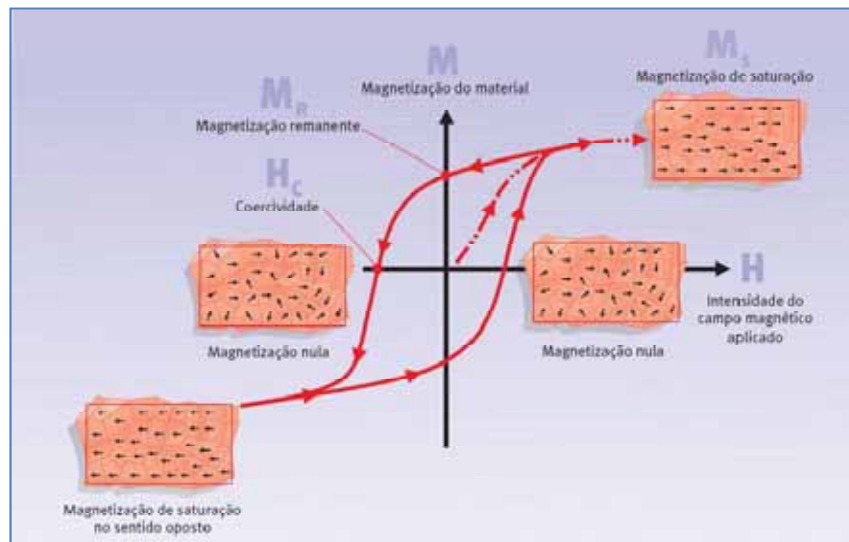


Figura 1.1- Ilustração da curva de histerese. Variação da magnetização de um material magnético (Ferromagnético ou Ferrimagnético) variando em função da intensidade do campo magnético aplicado sobre ele. Figura extraída da referência [4].

Quando um material magnético tem a mesma intensidade de magnetização induzida qualquer que seja a direção do campo magnético aplicado denomina-se de magneticamente isotrópico. No caso contrário se diz que o material apresenta uma anisotropia magnética. Diversos fatores, intrínsecos ou não, geram esta anisotropia causando uma direção preferencial na magnetização do material. Fatores extrínsecos como, por exemplo, a forma do material, defeitos cristalográficos introduzindo tensões de rede, entre outros, são conhecidos por gerar anisotropias em sistemas cristalinos. Dentro dos principais tipos de anisotropias temos a anisotropia magnetocristalina, anisotropia de forma, a magnetoestrictiva, e a anisotropia unidirecional ("*exchange-bias*").

A anisotropia magnetocristalina é responsável pela observação de diferentes valores de componentes da magnetização (paralela ao campo) para um dado valor de campo, quando este é aplicado em diferentes direções na amostra. Como exemplo, para uma amostra de Ni com simetria cristalina cúbica (figura 1.2) a direção cristalográfica $\langle 100 \rangle$ é a de maior anisotropia magnética magnetocristalina, portanto neste material a magnetização depende da simetria cristalina do material.

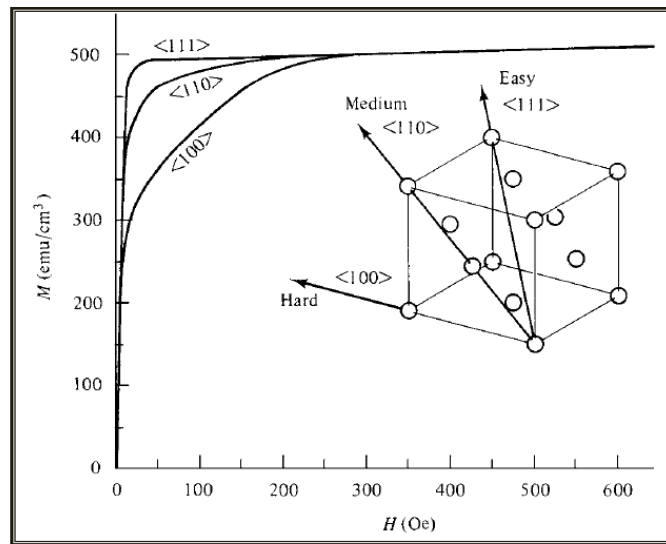


Figura 1.2- Curvas de magnetização em função do campo aplicado em diferentes direções cristalográficas em uma amostra de Ni com simetria cristalina cúbica. Figura extraída da referência [1].

A anisotropia de forma como seu nome o indica esta relacionada com a forma do material magnetizado. Assim, para uma dada direção de campo aplicado H , momentos magnéticos não compensados na superfície de um material induzem o surgimento de um campo dito desmagnetizante H_D . Dessa forma, o campo interno H_{int} resultante na amostra é $H_{int} = H - H_D$. O campo H_D é proporcional à magnetização local M da amostra e pode ser aproximado por $H_D = -N_D M$, onde N_D é o fator desmagnetizante que depende da forma da amostra. Na tabela 1.1 são apresentados os valores do fator desmagnetizante

para diferentes formas de materiais magnéticos, estes dados foram extraídos da referência [1].

Forma da amostra	Direção da medida	N_D (SI)	N_D (CGS)
Plano	Perpendicular	1	4π
Plano	Paralelo	0	0
Cilindro infinito	Paralelo	0	0
Esfera	Qualquer	$\frac{1}{3}$	$\frac{4\pi}{3}$

Tabela 1.1- Valores do fator desmagnetizante N_D para diferentes formas do material magnético [1].

No caso do cilindro curto, para uma direção do campo levamos em consideração a relação entre o comprimento do cilindro e o diâmetro. Detalhes dos cálculos da relação entre o fator de desmagnetização e as dimensões do cilindro podem ser encontradas na referência [5].

Temos também a anisotropia por magnetostricção a qual é caracterizada pela variação das dimensões de um cristal quando este é magnetizado ao longo de uma determinada direção. Da mesma forma que as outras anisotropias, tensões mecânicas induzidas por deformação da rede cristalina, por exemplo, induzem neste cristal uma direção preferencial de magnetização. Outra anisotropia magnética conhecida é a anisotropia unidirecional, que está associada ao fenômeno de *exchange-bias*. Este fenômeno foi observado pela primeira vez por Meiklejohn e Bean [6], em 1956, quando da investigação magnética de um sistema de partículas de Co (ferromagnético) recobertas por CoO (antiferromagnético), a curva de histerese apresentara um deslocamento no eixo do campo quando o sistema era esfriado até 77 K na presença de um

campo, como mostrado na figura 1.3. O fenômeno foi atribuído a uma interação de "exchange" ou de troca na interface entre o núcleo de Co (FM) e a casca de CoO (AFM).

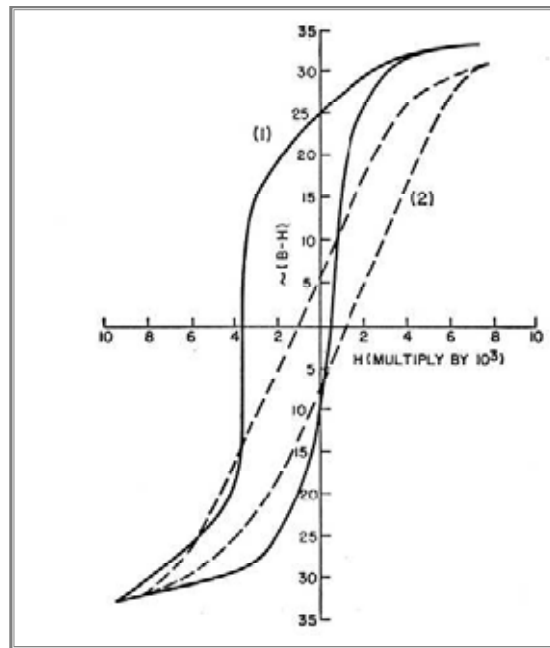


Figura 1.3- Ciclos de histerese para um sistema de partículas de Co revestidas por CoO. Curva (1) Sistema esfriado a 77 K com campo de 1 T. Curva (2) sistema esfriado a 77 K a campo nulo. Figura extraída da referência [6].

A necessidade do estudo da magnetização e caracterização dos diferentes tipos de materiais magnéticos mencionados acima, assim como as propriedades geradas por eles e a influência das diferentes anisotropias trouxe consigo a construção de inúmeras técnicas para medir sua resposta magnética. Alguns destes métodos são sensíveis à magnetização de toda a amostra. Exemplos dessas técnicas são: magnetometrias por SQUID (*Superconducting QUantum Interference Device*), por VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) e por LTEM (*Lorentz Transmission Electron Microscopy*) [7-12]. Outras técnicas são sensíveis apenas a magnetização da superfície. Dentre elas estão a microscopia por efeito Kerr, a SEMPA (*Scanning Eletron microscopy with Polarization Analysis*) e a MFM (*Magnetic Force Microscopy*) [13-16].

Além dos exemplos mencionados acima, existem também magnetômetros baseados nos efeitos Hall [17-21] e Hall planar [22-26] e que são também amplamente utilizados. Dentre as características que os tornam atraentes estão o baixo custo e a facilidade de construção e operação podendo também ser facilmente implantada em qualquer laboratório, pois demanda uma infra-estrutura relativamente pequena. Essas técnicas pertencem ao grupo das que são sensíveis à magnetização de toda a amostra. Outra grande vantagem das técnicas baseadas nos efeitos Hall e Hall planar é que elas podem ser adaptadas a um sistema de ciclo fechado de hélio que permite medir amostras magnéticas a baixas temperaturas. Essa característica é muito importante, pois, embora o hélio seja o segundo elemento mais abundante no universo, ele compõe apenas 0,0018% da atmosfera terrestre e sua produção industrial é extremamente limitada e diretamente vinculada à extração do gás natural e de petróleo. Algumas previsões feitas recentemente apontam que o preço do gás hélio continuará subindo e a sua oferta comercial será fortemente reduzida em um prazo de cerca de 20 anos. Assim, tem sido uma tendência mundial a utilização de sistemas fechados de refrigeração em medidas que requerem o uso de baixas temperaturas. A operação desse tipo de sistema é muito simples ao contrário das plantas para liquefação de líquidos criogênicos que trabalham de forma intermitente por diversas razões. Por essas razões, construímos um magnetômetro por efeito Hall acoplado a um sistema de refrigeração Displex fabricado pela ARS (*Advanced Research Systems*).

CAPÍTULO 2

Efeito Hall

2.1 Origem do efeito Hall

Em 1879, durante uma investigação da natureza da força que age sobre um material condutor transportando uma corrente e na presença de um campo magnético, E. H. Hall [27] observou que quando o campo magnético é aplicado na direção transversal à velocidade de deriva de seus portadores de cargas, há uma deflexão desses portadores para um dos lados da amostra, conforme esquematizado na figura 2.1 (a). Desde um ponto de vista simples isto pode ser visto como o resultado da força de Lorentz sobre os elétrons livres no material. A deflexão, que é o resultado da presença de uma força magnética, provoca um acúmulo de cargas com sinais opostos em lados opostos da amostra. As cargas acumuladas, por sua vez, criam um campo elétrico transversal à corrente, como mostrado na figura 2.1 (b). O campo elétrico produz uma força elétrica que se opõe a força magnética diminuindo assim o fluxo transversal de elétrons. A migração das cargas cessa quando as forças, magnética e elétrica têm módulos iguais (ver figura 2.1 (c)).

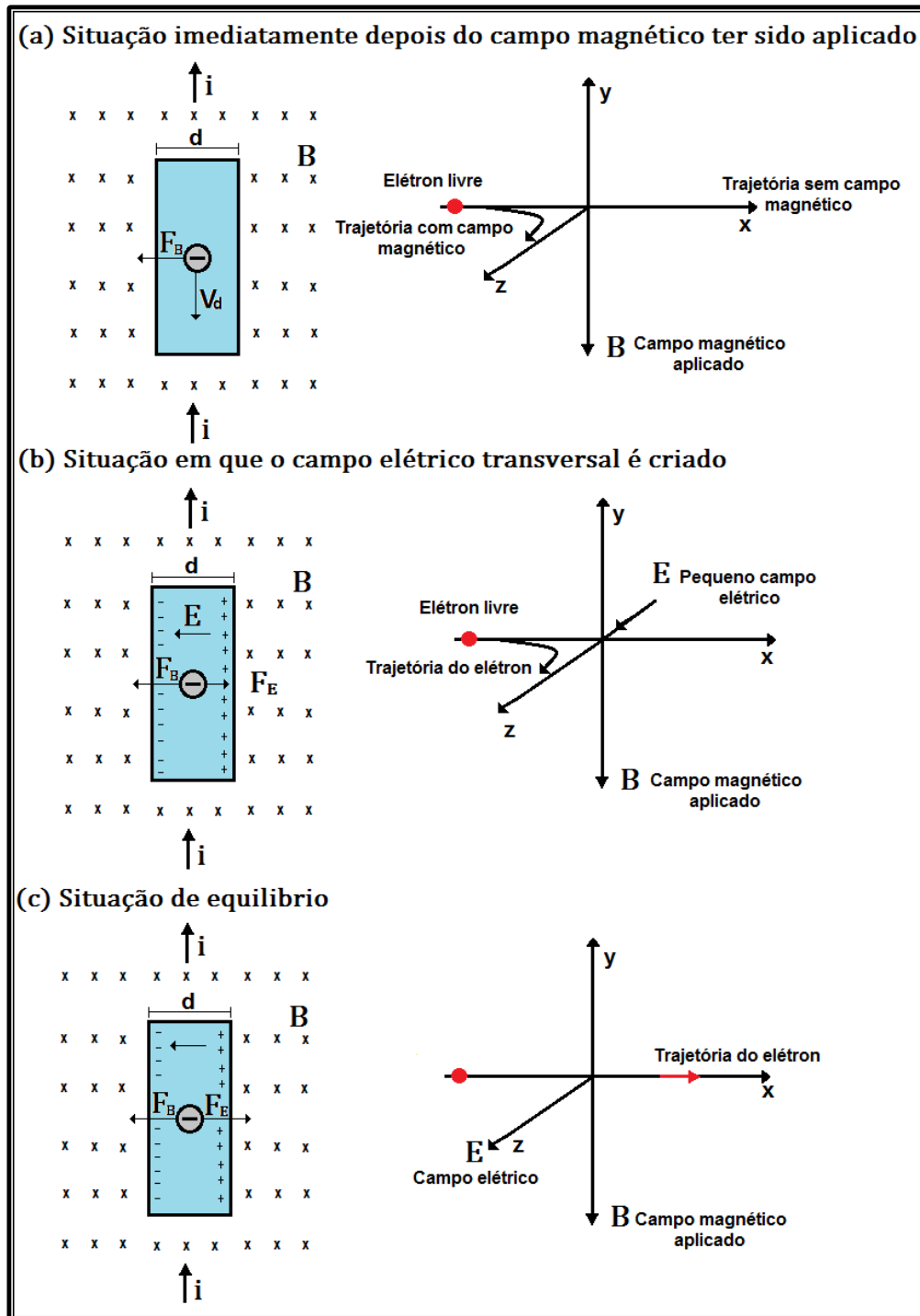


Figura 2.1- Diagrama esquemático representando uma tira metálica de largura d , imersa num campo magnético B , transportando uma corrente i . V_d é a velocidade de deriva do elétron, F_B é a força magnética que age sobre o elétron devido ao campo magnético aplicado e F_E é a força elétrica que age sobre o elétron em decorrência do surgimento de um campo elétrico transversal ao comprimento da amostra.

O campo elétrico originado pela configuração das cargas no estado estacionário é conhecido como efeito Hall, e a medição da tensão gerada por ele pode ser usada para obter informações importantes sobre o movimento dos portadores de cargas dentro do material. A sua amplitude é ainda útil na medição de campos magnéticos e na determinação do número de portadores por unidade de volume, existente em uma dada amostra [28]. É por estas razões, que o efeito Hall é ainda hoje considerado uma das mais importantes técnicas utilizadas na investigação das propriedades de transporte dos materiais, além de ter interessantes aplicações práticas, principalmente na construção de sensores de campo magnético [29].

1.2 Coeficiente Hall e Resistividade

A figura 2.2 mostra os diferentes tipos de arranjos de campo magnético e corrente normalmente usados no estudo de magneto-transporte. Note que os contactos elétricos de tensão são colocados em pontos estratégicos, definidos pelas letras A e B. A posição desses contactos é tal que, a componente E_d do campo elétrico possa ser determinada ao longo da direção d . Convencionalmente, o sistema de coordenadas é escolhido tal que a densidade de corrente fique na direção x e d localizada no plano xy , como mostra a figura 2.2(a). A configuração de campo magnético aplicado determina que efeitos galvanomagnéticos serão gerados. Entre os mais conhecidos e usados no estudo das propriedades de transporte de materiais estão a magnetoresistência e o efeito Hall.

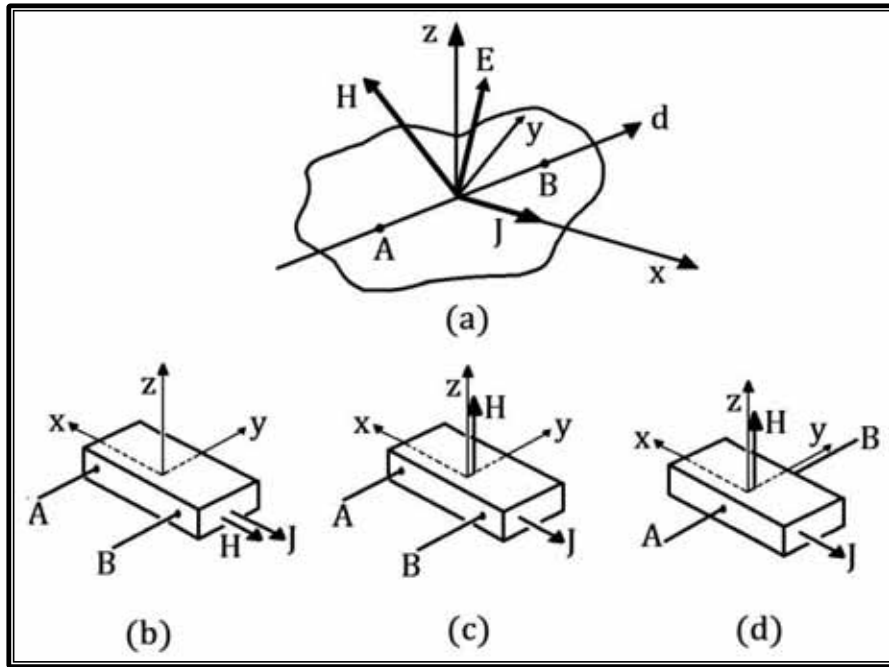


Figura 2.2-. Representação dos tipos mais comuns de orientação do campo externo aplicado e dos contatos para medida da tensão usados para obtenção de coeficientes galvanométricos: caso geral (a), magnetoresistência longitudinal (b), magnetoresistência transversal *out-of-plane* (campo magnético perpendicular a corrente e ao plano da amostra) (c) e efeito Hall (d). Pode-se ainda definir uma magnetoresistência transversal quando o campo aplicado perpendicularmente a corrente está no plano da amostra (*in-plane*). Figura extraída da referência [28].

A variação percentual da magnetoresistência pode ser definida por:

$$\frac{\Delta\rho}{\rho(0)} (\%) = \frac{\rho(H) - \rho(0)}{\rho(0)} * 100, \quad (2.1)$$

Onde $\rho(H)$ ($\rho(H) = E_d(H)/J$) é a resistividade elétrica medida na presença de um campo magnético H , E_d é o campo elétrico desenvolvido entre os contatos A e B e J é a densidade de corrente. Para medida da magnetoresistência os contatos elétricos são colocados ao longo da direção de propagação da corrente. É ainda conveniente distinguir entre três casos:

- (a) H paralelo a corrente elétrica (figura 2.2 (b)). Essa configuração define a magnetoresistência longitudinal.
- (b) H perpendicular a corrente e ao plano da amostra, (figura 2.2 (c)). Esse esquema é usado para medir a magnetoresistência transversal *out-of-plane*.
- (c) Com H perpendicular a corrente e no plano da amostra obtém-se a magnetoresistência transversal *in-plane*.

Já para medida do efeito Hall, os contatos são colocados transversalmente a direção de propagação da corrente elétrica (figura 2.2(d)) entre os quais se desenvolve o campo elétrico transversal, denominado de campo Hall E_H . Em materiais não magnéticos E_H é proporcional a quantidade JH . E_H é determinado através da situação de equilíbrio entre as forças elétrica e magnética (figura 2.1(c)):

$$E_H = R_H JH, \quad (2.2)$$

Onde R_H é o coeficiente Hall. Esse parâmetro é característico de cada material. É possível ainda generalizar esta expressão incluindo casos nos quais a relação linear entre E_H e JH não é observada. Nesses casos, $R_H(H)$ é definido pelo gradiente local da curva E_H Vs H :

$$R_H(H') = J^{-1} \left(\frac{\partial E_H}{\partial H} \right)_{H=H'} \quad (2.3)$$

A equação 2.2 é freqüentemente encontrada em outras formas como, por exemplo:

$$\tan \theta = R_H \sigma H = \mu_H H, \quad (2.4)$$

Onde σ é a condutividade elétrica, μ_H a mobilidade Hall e θ o ângulo Hall. Outra expressão pode ser obtida dividindo o campo Hall dado pela equação (2.2) pela densidade de corrente longitudinal. Fazendo assim, obtém-se a resistividade Hall:

$$\rho_H = \frac{E_H}{J_x} = R_H H \quad (2.5)$$

Como a resistividade é uma propriedade extremamente dependente da anisotropia do material, é mais conveniente escrevê-la usando a notação tensorial:

$$\rho = \begin{bmatrix} \rho_{xx} & \rho_{xy} & \rho_{xz} \\ \rho_{yx} & \rho_{yy} & \rho_{yz} \\ \rho_{zx} & \rho_{zy} & \rho_{zz} \end{bmatrix}, \quad (2.6)$$

onde os índices ij representam a direção do campo elétrico e da corrente elétrica, respectivamente. Utilizando esta notação, e com o campo magnético dirigido no eixo z , as duas propriedades galvanométricas, aqui discutidas podem ser reescritas da seguinte forma:

(a) Variação percentual da magnetoresistência transversal:

$$\frac{\Delta\rho}{\rho(0)} = \frac{\rho_{xx}(H) - \rho_{xx}(0)}{\rho_{xx}(0)} \quad (2.7)$$

(b) Variação percentual da magnetoresistência longitudinal:

$$\frac{\Delta\rho}{\rho(0)} = \frac{\rho_{zz}(H) - \rho_{zz}(0)}{\rho_{zz}(0)} \quad (2.8)$$

(c) Coeficiente Hall:

$$R_H = \frac{\rho_{yx}(H) - \rho_{yx}(-H)}{2H} \quad (2.9)$$

Em uma medida do efeito Hall, o campo elétrico não é a quantidade física medida, mas sim a diferença de potencial entre os contatos elétricos. Para uma amostra com espessura t e largura d , e usando as relações $V_H = E_H d$ e $I = Jtd$, pode-se mostrar que a tensão Hall é dada por:

$$V_H = \frac{R_H I H}{t}. \quad (2.10)$$

O coeficiente Hall depende, por sua vez, do tipo de material. Por exemplo, para uns metais ele é dado por:

$$R_H = \frac{1}{nq}. \quad (2.11)$$

Já para semicondutores, o coeficiente Hall é relacionado com densidade n e p e mobilidade dos portadores μ_e e μ_h dos elétrons e buracos, respectivamente, e é dado por:

$$R_H = \frac{p\mu_h^2 - n\mu_e^2}{e(p\mu_h + n\mu_e)^2}, \quad (2.12)$$

onde e é a carga do elétron. Essas diferenças ocorrem principalmente pelo fato dos condutores possuírem majoritariamente um único tipo de portadores, enquanto os semicondutores possuem elétrons e buracos

Para ter um sinal Hall forte é preciso que o coeficiente Hall do material seja grande, então em acordo com as expressões encontradas para R_H , o material deve ter uma densidade de portadores e resistividade elétrica relativamente pequena. Os materiais metálicos não são ideais neste aspecto, por exemplo, uma lamina metálica de aproximadamente 10nm de espessura têm uma densidade de portadores da ordem 10^{23} cm^{-3} o que o faz ter um coeficiente Hall pequeno, comparado com um dispositivo Hall feito de um material semicondutor o qual pode ter uma densidade de portadores da ordem

de 10^{17} cm^{-3} . Estes dispositivos geralmente são fabricados de hetero-estruturas semicondutoras como GaAs/AlGaAs, formando um gás de elétrons bidimensional de aproximadamente dez nanômetros abaixo da superfície do material.

Os sensores Hall na sua maioria são fabricados de materiais semicondutores, devido à propriedade explicada acima. Os primeiros sensores fabricados tinham dimensões (comprimento e espessura) de alguns milímetros, enquanto os mais modernos são da ordem de nanômetros, e a maioria deles tem semelhança com a estrutura desenhada na figura 2.2. Enquanto a forma geométrica além da forma retangular, o dispositivo pode ser quadrado, octogonal ou em cruz. O sinal registrado por todas estas formas geométricas poderia se transformar de uma para outra em acordo com a teoria de mapeamento.

Pode-se ainda definir uma magnetoresistência transversal quando o campo aplicado perpendicularmente a corrente está no plano da amostra, na figura 2.2 d. Nesta configuração a componente do campo elétrico E pode aparecer normal a J e ter a direção ao longo dos contactos A e B, fazendo o chamando pseudo-efeito Hall, que é devido à diferença entre a resistividade elétrica ($\rho_{||}$) medida ao longo de H e ($\rho_{\perp}$) medida perpendicularmente a H , em um meio isotrópico. Por exemplo, se H fizer um ângulo θ com a densidade de corrente J então, devido à diferença entre $\rho_{||}$ e $\rho_{\perp}$, a resistividade da amostra é efetivamente anisotrópica já que E e J não são paralelos. Esta componente de E que é perpendicular a J é dado por:

$$E_{\rho l} = \frac{J}{2} (\rho_{||} - \rho_{\perp}) \sin 2\theta \quad (2.13)$$

Este é $E_{\rho l}$ conhecido como efeito Hall planar (*in-plane*).

1.3 Efeito Hall em metais magnéticos

Como mostrado acima, o campo Hall varia linearmente com o vetor de indução magnética em condutores e em semicondutores. Entretanto, o comportamento observado para um material metálico magnético difere do não magnético. A dependência da resistividade Hall ρ_H com B ($=H+4\pi M$) para um material magnético, de magnetização M , é mostrada de forma esquemática na figura 2.3. Nesta figura, observa-se que a resistividade Hall assemelha-se a uma curva de histerese. Entretanto, mesmo acima da saturação, a resistividade Hall continua crescendo linearmente com B . Esse crescimento linear corresponde ao efeito Hall ordinário, i.e., proporcional a H , enquanto que a contribuição com origem na magnetização do material é denominado de efeito Hall anômalo. A resistividade Hall em um material magnético pode ser empiricamente ajustada pela seguinte expressão:

$$\rho_H = R_0 B + 4\pi R_S M. \quad (2.13)$$

O primeiro termo da equação acima representa o efeito Hall ordinário enquanto que o segundo termo, com origem no campo interno criado pela magnetização do material e, portanto presente mesmo na ausência de um campo aplicado representa o efeito Hall anômalo. A contribuição espontânea é caracterizada por R_S , o coeficiente Hall espontâneo, enquanto que a contribuição ordinária é representada pelo coeficiente R_0 . Experimentalmente, como esperado, o efeito Hall espontâneo acompanha a dependência com o H e com a temperatura como determinado pelo estado magnético em que se encontra o material, i.e., se está em um estado ferromagnético, antiferromagnético, paramagnético, dentre outros. Existem algumas diferenças na nomenclatura usada por alguns autores para escrever a equação 2.13. A quantidade $4\pi(R_0+R_S)$ é freqüentemente chamado de coeficiente Hall

extraordinário e é designado por R_I . O uso desta expressão implica que a equação 2.13 pode ser alternativamente escrita como:

$$\rho_H = R_0 H + R_1 M \quad (2.14)$$

A figura 2.3 mostra como R_0 , R_S , e R_I são determinados a partir de uma curva experimental para um material ferromagnético.

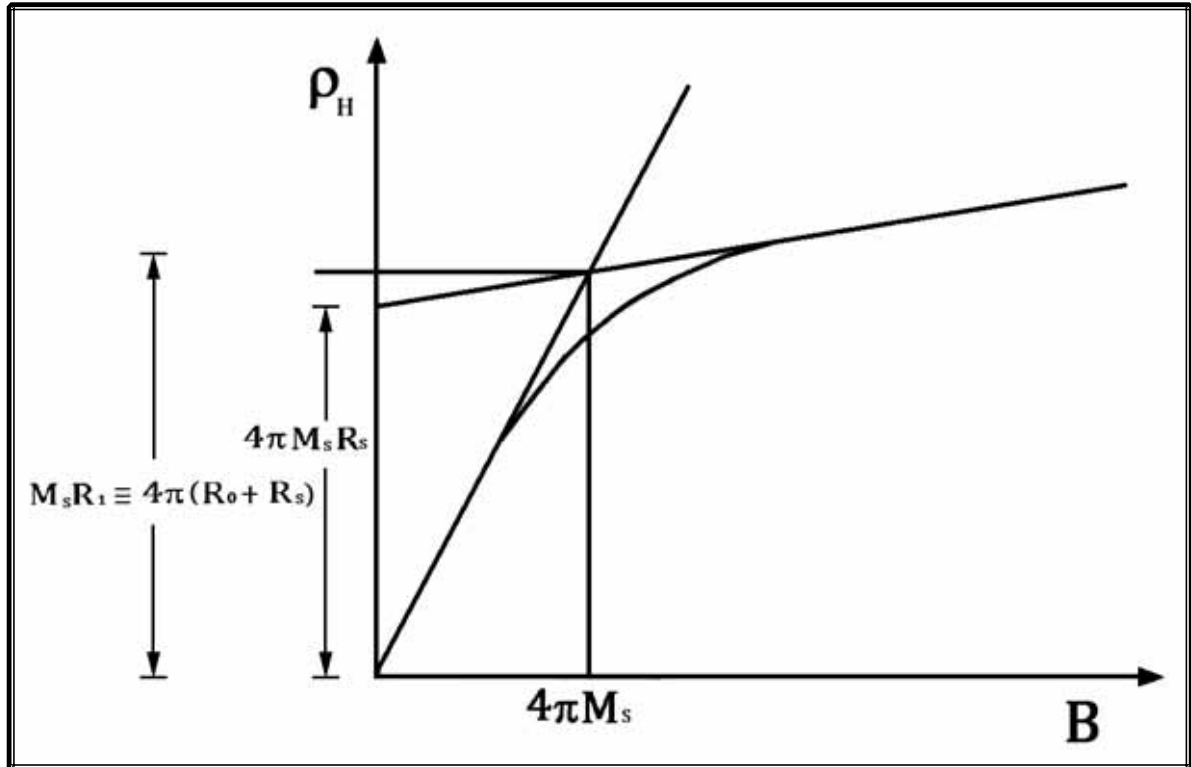


Figura 2.3- Representação esquemática da resistividade Hall ρ_H em função da indução magnética B em material ferromagnético. A figura mostra ainda a forma de se determinar os coeficientes Hall ordinário e espontâneo nesses materiais. Figura extraída da referência [28].

CAPÍTULO 3

Construção do Magnetômetro Hall

Neste capítulo são apresentados os detalhes da construção do magnetômetro Hall. Começaremos com uma breve discussão do princípio de funcionamento de nosso sistema de medida. A seguir, na segunda seção, serão descritos os componentes do magnetômetro, a instrumentação utilizada e o controle e aquisição dos dados. Por último é apresentada a calibração do sistema para realização de medidas tanto à temperatura ambiente quanto em baixas temperaturas.

3.1 Princípios de funcionamento

Tendo em vista que o efeito Hall é sensível a campos magnéticos e que amostras magnetizadas produzem campos magnéticos nas suas vizinhanças pode-se, então, explorar esse efeito para medir a magnetização de materiais magnéticos utilizando sensores Hall. Assim, a idéia básica para funcionamento do magnetômetro é localizar uma amostra magnética próxima à área ativa do sensor. No sistema sensor-amostra, é aplicado um campo magnético externo alinhado com o plano do sensor, como é representado na figura 3.1. A força magnetizante externa orienta os momentos de dipolo na mesma direção do campo gerando assim um campo dipolar na amostra. As linhas de campo

geradas pela amostra penetram na área ativa do sensor, produzindo a deflexão dos portadores de carga e, conseqüentemente, a voltagem Hall.

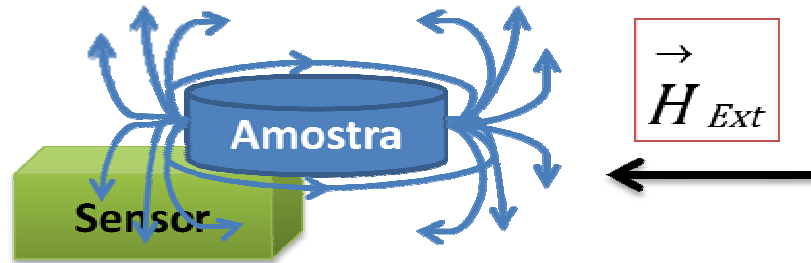


Figura 3.1- Representação do fluxo de campo gerado por uma amostra magnética, sobre um sensor Hall, na presença de um campo magnético externo.

A voltagem Hall $V_H = R_H JH$ é proporcional à componente normal do campo gerado pela amostra. Somado a esse sinal observa-se ainda uma pequena contribuição devido à componente normal do campo aplicado resultante de pequenos desalinhamentos desse campo com relação ao plano do sensor Hall ou devido à inhomogeneidade do campo externo. Esse sinal espúrio (*Background*) é eliminado utilizando dois sensores Hall colocados na mesma região de campo e em uma configuração diferencial. Dois amplificadores operacionais independentes (pré-amplificadores) amplificam o sinal de cada um dos sensores Hall (o da amostra e o outro sem amostra). A diferença entre os sinais dos dois sensores Hall é finalmente amplificada produzindo um sinal proporcional à magnetização da amostra como é apresentado na figura 3.2, funcionando assim como um magnetômetro.

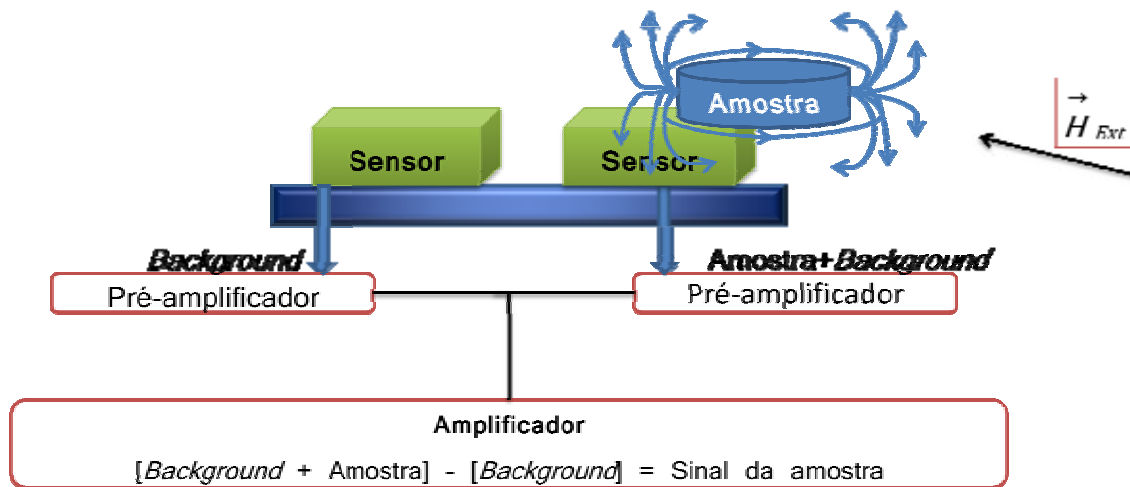


Figura 3.2- Princípio de funcionamento do magnetômetro por efeito Hall e eliminação do background.

3.2 Componentes do magnetômetro

Para construção do magnetômetro foram utilizados sensores Hall fabricados pela Toshiba [30]. Os sensores são de arseneto de gálio GaAs e têm dimensões aproximadas de $1,7 \times 1,5 \times 0,6 \text{ mm}^3$. A montagem dos sensores foi feita em uma placa de fibra de vidro e dimensões $10 \times 13 \text{ mm}^2$ cuja diagramação das trilhas e contatos para aplicação de corrente e leitura das tensões Hall foram feitos utilizando o software Viewlayout50. A diagramação é mostrada em detalhes na figura 3.3(a). Os sensores foram separados entre si por uma distância de 0,71 mm. O circuito foi então impresso sobre uma placa apropriada para circuito impresso sobre a qual os sensores foram cuidadosamente soldados (fig. 3.3-b).

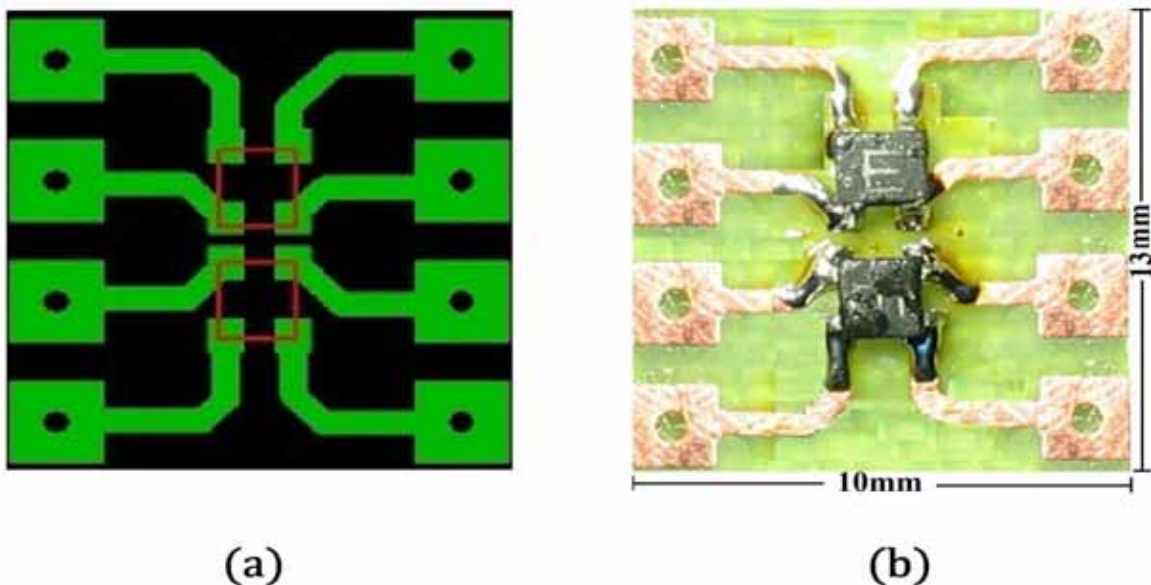


Figura 3.3- (a) Representação da localização dos sensores e dos contactos elétricos no software Layout5. (b) Aparência final do conjunto placa e sensores.

Em seguida, a placa foi fixada em um suporte usado em medidas de transporte elétrico em PPMS (*Physical Properties Measurement System*), conforme mostrado na figura 3.4, utilizando verniz. Dessa forma, além de poder ser utilizado no sistema Displex o magnetômetro Hall pode ser usado também no PPMS. Os contatos elétricos entre a placa e o suporte foram fixados utilizando tinta prata. Optamos por colocar os dois sensores Hall em série de tal forma que só se faz uso de uma única fonte de corrente para alimentá-los.

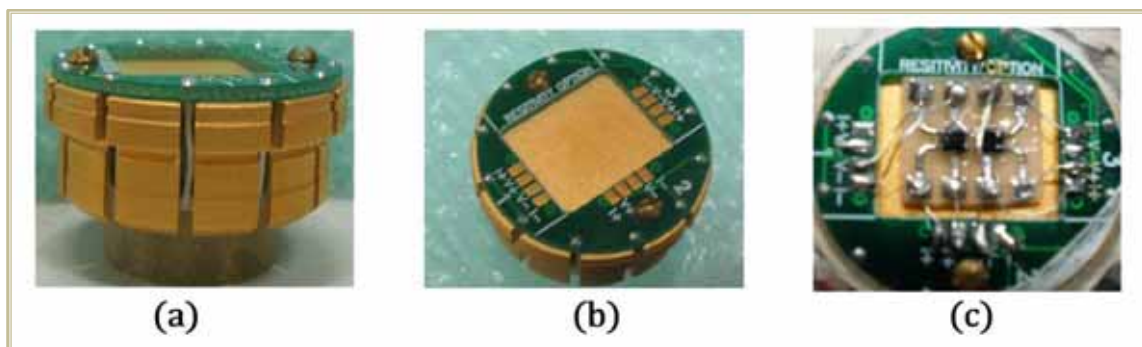


Figura 3.4- Suporte empregado na adaptação do magnetômetro no sistema Displex ou no PPMS. (a) e (b) vista frontal e superior do suporte. (c) Placa montada no suporte.

Finalmente, montado o suporte, resta fixar a amostra no magnetômetro como descrito no princípio de funcionamento. No nosso sistema, a amostra é presa com verniz sobre um dos sensores conforme indicado pela seta na figura 3.5.

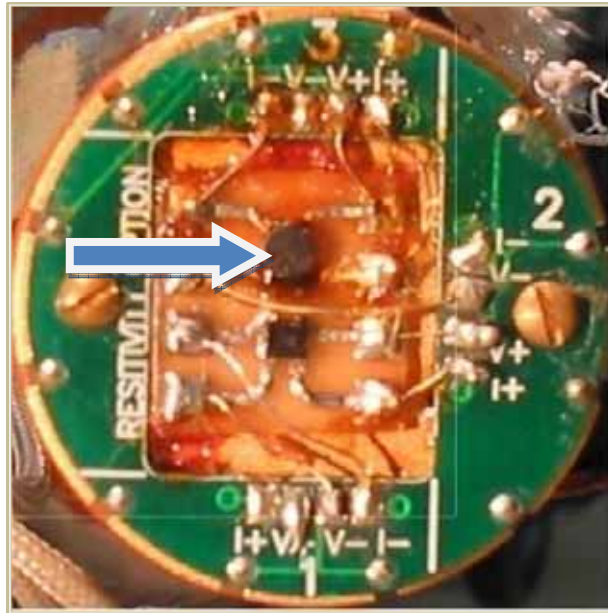


Figura 3.5- Indicação da localização da amostra magnética no magnetômetro por efeito Hall.

Os equipamentos básicos necessários para o funcionamento do magnetômetro são: uma fonte de corrente *ac* ou *dc*, uma fonte de campo magnético (eletro-ímã, bobinas de Helmholtz ou bobina supercondutora) e eletrônica (nanovoltímetro ou lock-in) para medida da voltagem Hall. A caracterização do magnetômetro utilizando corrente *dc* foi feita utilizando uma fonte fabricada pela Lake Shore a qual gera alguns valores discretos de correntes no intervalo 1 - 3000 μA . Já para correntes alternadas foi um gerador de sinal HP (HEWLETT PACKARD) modelo 33120A em serie com uma resistência de 10 $\text{k}\Omega$. A amplitude da corrente *ac* foi variada no intervalo 5 - 5000 μA enquanto que a frequência dela foi varrida de 10 a 10^3 Hz.

As bobinas de Helmholtz, mostradas na figura 3.6, e que foram utilizadas para geração de campo magnético, têm 108 espiras cada uma e estão separadas entre si por uma distância igual ao raio delas (18,3 cm). As bobinas foram alimentadas por uma fonte de corrente bipolar KEPCO cuja amplitude I foi varrida de -4 a 4 A tendo produzido campos magnéticos H no intervalo $-2,9 \leq H \leq 2,9$ mT. As bobinas de Helmholtz permitem criar campos magnéticos uniformes em volumes relativamente grandes. O segundo magneto utilizado é um arranjo especial de ímãs fabricado pela *Advancing magneto-electronics*. Nas figuras 3.6 (b) e (c) são mostrados o magneto com o respectivo sistema de controle. Este magneto utiliza um sistema chamado de cilindro de Halbach, o qual permite que a direção da magnetização local de um anel de magnetos permanentes pode ser girada continuamente utilizando motores de passo produzindo um campo magnético uniforme através do diâmetro do cilindro. Na prática, o cilindro é simulado por um arranjo de blocos de ímãs uniformemente magnetizados e dispostos em um octógono [1]. O arranjo de ímãs permite variar a intensidade de H no intervalo $-1 \leq H \leq 1$ T.

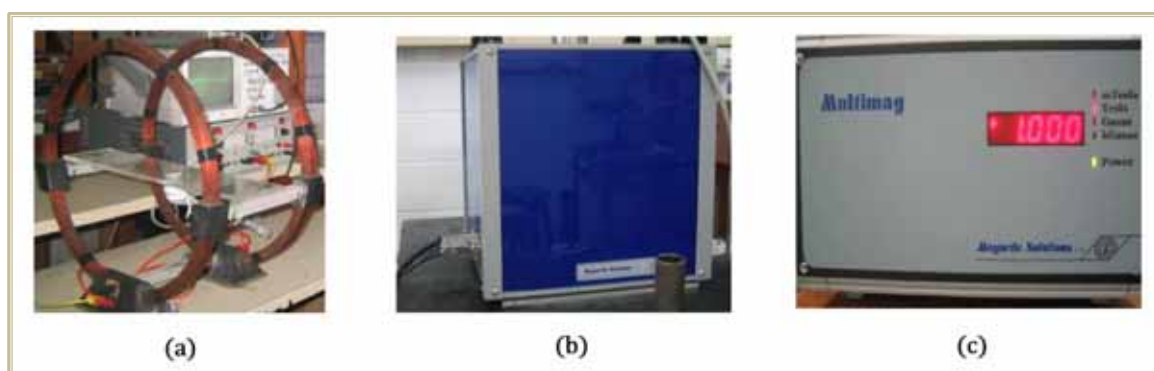


Figura 3.6- Magnetos utilizados para a geração de campos magnéticos. (a) Par de bobinas de Helmholtz. (b) e (c) magneto e eletrônica de controle do magneto permanente.

O sinal Hall gerado pelo magnetômetro depende da corrente que passa pelos sensores e da componente de campo magnético normal a eles. Essa componente normal tem origem tanto na amostra magnetizada e colocada nas vizinhanças de um dos sensores quanto pela componente normal do campo aplicado resultante de desalinhamentos desse campo com relação ao plano do magnetômetro. Essa última componente do sinal é proporcional ao campo e o seu valor é praticamente o mesmo em ambos os sensores. Isso facilita a eliminação dele utilizando detecção eletrônica diferencial. Assim, construímos um circuito eletrônico composto por três amplificadores operacionais do tipo INA126, fabricados pela BURR-BROWN. Dois amplificadores operacionais são utilizados como pré-amplificadores, sendo um por sensor Hall, e o terceiro amplifica a diferença do sinal gerado pelos dois pré-amplificadores. O diagrama do circuito completo é apresentado na figura 3.7.

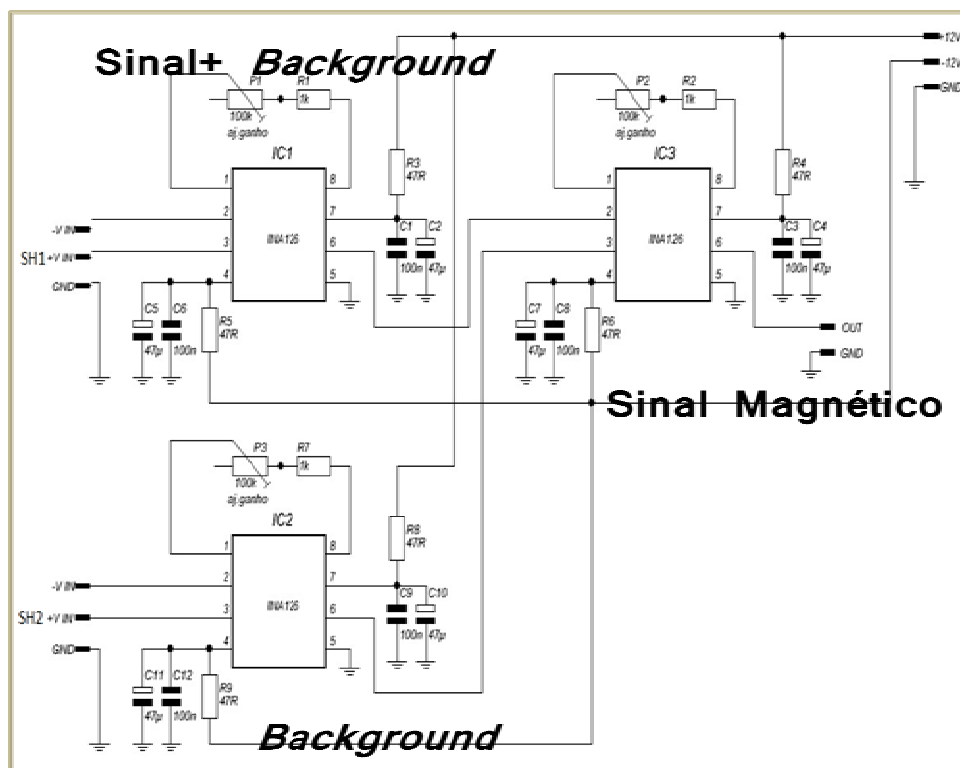


Figura 3.7- Diagrama do circuito amplificador desenhado com o software sPlan70_Viewer.

Cada amplificador operacional tem oito contactos elétricos, sendo os pinos 2 e 3 os correspondentes a leitura da voltagem Hall. A alimentação do amplificador é feita através dos pinos 4 e 7 por baterias recarregáveis de 9 V fabricadas pela Rontek. O ganho de cada amplificador operacional é determinado pela expressão $G = 5 + R_0/R_G$, onde $R_0 = 80 \text{ k}\Omega$ e $R_G = R_1 + R_2$ é a soma de duas resistências, $R_1 = 1 \text{ k}\Omega$ e R_2 pode assumir valores no intervalo $0 \leq R_2 \leq 100 \text{ K}\Omega$. Para esses valores de resistência R_2 o ganho sobre o sinal Hall em cada um dos sensores pode ser variado no intervalo $5,8 \leq G \leq 85$. No circuito, a resistência equivalente R_G é conectada aos pinos um e oito do sensor enquanto que a terra do circuito é conectada ao pino cinco. Finalmente, o pino seis dá o sinal amplificado. Como pode ser observado na figura 3.7, as saídas dos sensores SH1 e SH2 são ligados a entrada do terceiro amplificador. Este, por sua vez, tem em sua saída amplificada a diferença entre os sinais de saída dos dois sensores Hall. O ganho final do conjunto (pré-amplificadores de cada um dos sensores e ganho no modo diferencial) pode ser variado entre 34 e 7225. Para medidas usando correntes ac, a aquisição do sinal Hall foi feita por meio de um amplificador tipo lock-in, modelo 5209, fabricado pela EG&G-PAR. Já para medidas usando correntes dc a leitura da voltagem foi feita por meio de um nano-voltímetro, modelo 180 fabricado pela KEITHLEY.

O magnetômetro foi montado em um sistema Displex fabricado pela *Advanced Research Systems*. Esse tipo de refrigerador permite realizar medidas na faixa de temperatura 10 - 300 K. O princípio de funcionamento do sistema Displex é fundamentado no sistema de refrigeração de Stirling. Nele, é usado um ciclo regenerador que consiste de quatro passos inteiramente reversíveis em serie: compressão isotérmica do estado 1 para o estado 2 a uma temperatura T_a , aquecimento a volume constante do estado 2 para o estado 3, expansão isotérmica do estado 3 para o estado 4 a uma temperatura T_b e um resfriamento a volume constante do estado 4 para o estado 1, completando o ciclo. Uma das desvantagens do refrigerador de Stirling é a

incapacidade de se separar as sessões de compressão e expansão, limitando assim a flexibilidade do refrigerador. No final de 1950, H. O. McMahon e W.E. Gifford desenvolveram um conceito de separação do compressor do expensor. Em sua abordagem, o compressor é apenas o gerador de alta pressão que está ligado à unidade de expansão por duas linhas de gás as quais podem até ter vários metros de comprimento (ver figura 3.8). O expensor do sistema Displex é composto de dois regeneradores os quais se encontram em dois estágios ligados em série. Cada estágio troca calor com o gás para maximizar o processo de refrigeração. O magnetômetro Hall foi montado no segundo estágio, que é o que pode atingir temperaturas mais baixas, conforme mostrado na figura 3.9.

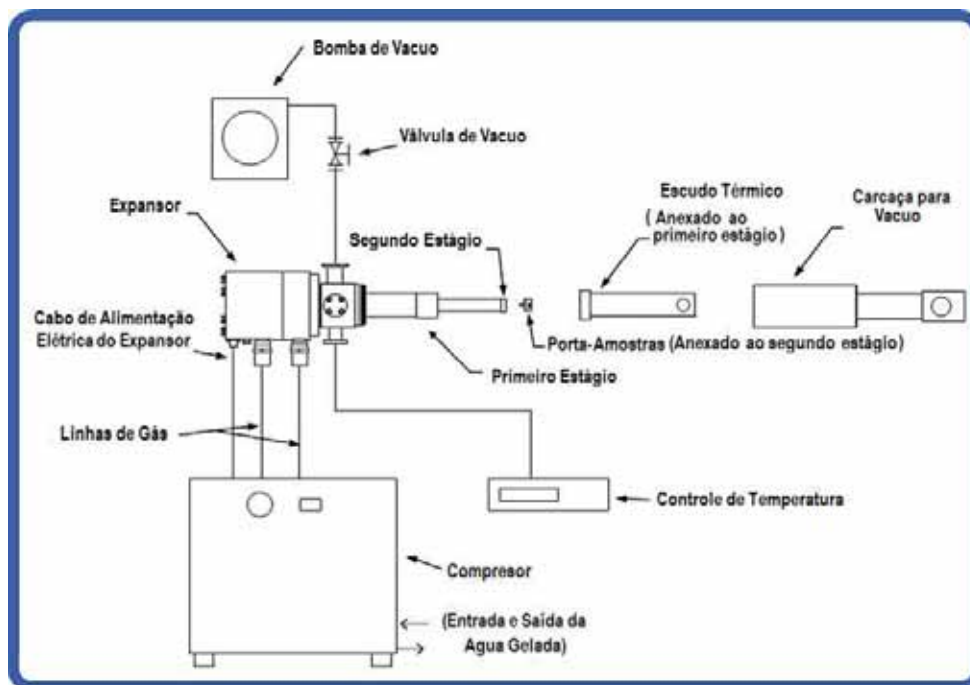


Figura 3.8- Diagrama do sistema de refrigeração Displex constituído por duas unidades: o expensor e o compressor. O expensor, por sua vez, apresenta dois estágios de refrigeração. O magnetômetro é montado no segundo estágio no qual são produzidas as temperaturas mais baixa no sistema.

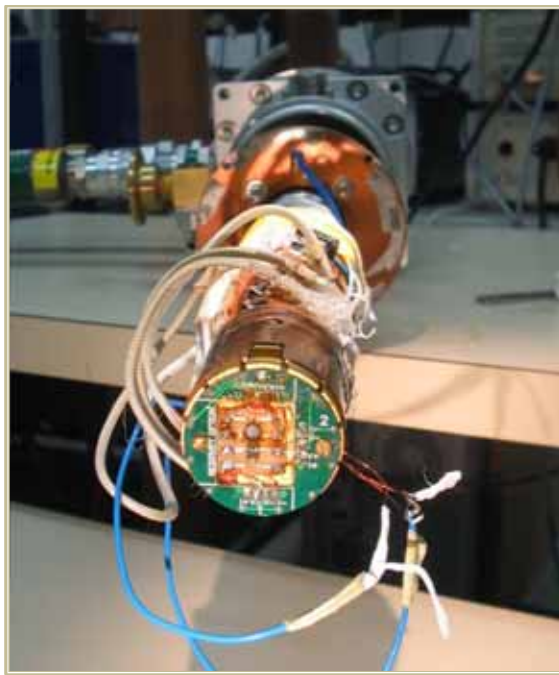


Figura 3.9- Foto do magnetômetro montado no segundo estágio de refrigeração do expensor do Displex.

A aquisição dos dados em nosso sistema foi automatizada realizando um via GPIB com o uso do software Labview.

3.3 Calibração do Sistema

Nesta seção, descrevemos de forma detalhada como foi feita a calibração do sistema. Inicialmente, foi medida a resposta individual de cada um dos sensores através da medida da voltagem Hall em função do campo magnético aplicado para um valor de corrente fixo. Nessa mesma direção medimos também a resposta dos sensores fixando o campo magnético e variando a amplitude da corrente elétrica. Esse tipo de procedimento é bastante importante, pois indica o grau de linearidade dos sensores no intervalo de parâmetros usados para fabricação do magnetômetro. Em seguida, utilizando uma amostra padrão, medimos a voltagem Hall gerada pelo magnetômetro para

uma amostra de Ni, obtendo assim uma curva de magnetização versus campo magnético aplicado. Estes experimentos iniciais foram feitos à temperatura ambiente. Por fim, medimos o *background* resultante dos sensores Hall, mais circuitos amplificadores, variando a temperatura no intervalo de 10 a 300 K, para diversos valores de campos e de correntes elétricas. Esse procedimento foi importante para assegurarmos de que o sinal produzido era de fato o esperado da amostra magnética ou, para casos onde esse sinal não fosse desprezível, ele permite eliminar esse sinal espúrio. Uma vez calibrado o magnetômetro com a amostra de Ni pudemos então utiliza-lo para medir a magnetização em algumas amostras produzidas no nosso grupo em função da temperatura e do campo magnético aplicado.

3.3.1 Estudo individual dos sensores

A seguir apresentamos medidas da voltagem Hall obtidas para cada um dos sensores utilizados na fabricação do magnetômetro. Essas medidas foram feitas colocando os sensores em uma haste de acrílico com conectores bnc os quais foram usados para alimentação da corrente e para leitura da voltagem. Nessa etapa, foram utilizadas apenas correntes dc e o sinal Hall foi lido através do nanovoltímetro. Para a geração do campo externo foram utilizadas as bobinas de Helmholtz apresentadas no capítulo anterior. Os campos produzidos pelas bobinas foram lidos por um gaussímetro, modelo 9500, fabricado pela F.W.BELL. Um diagrama da montagem experimental utilizada para realizar esse tipo de medida é apresentado na figura 3.10.

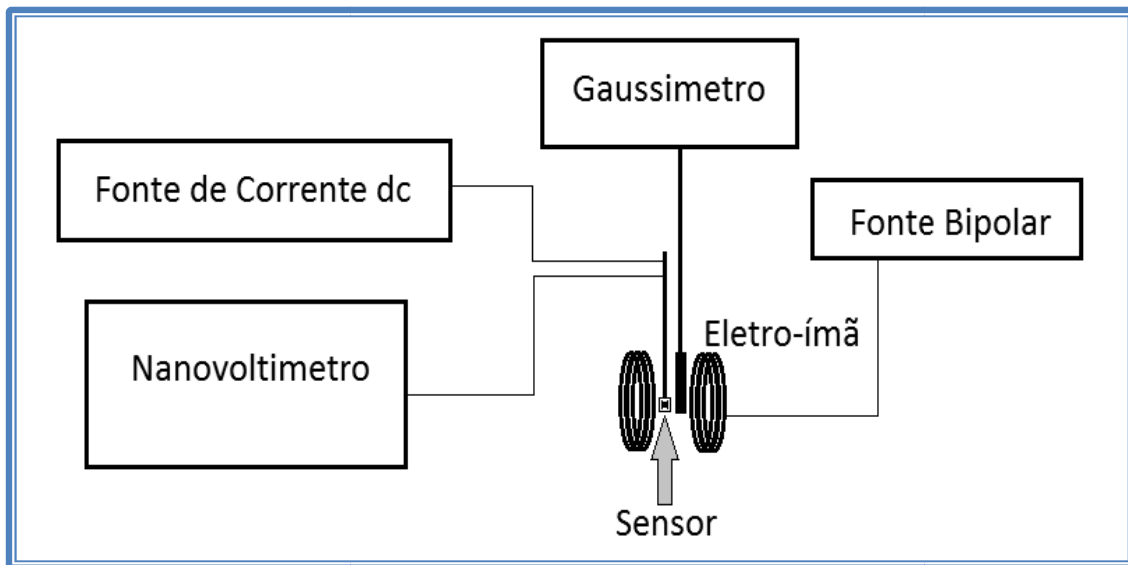


Figura 3.10- Diagrama da montagem experimental utilizada na calibração dos sensores à temperatura ambiente.

O procedimento para realização das medidas foi feito como segue. Primeiro, a amplitude da corrente que percorre o sensor é fixada. Em seguida, a voltagem Hall é medida para cada valor de campo magnético aplicado, tanto para valores positivos quanto para valores de H negativos. Na figura 3.11 apresentam-se as curvas de voltagem Hall V_H versus o campo externo H para os dois sensores, utilizados na construção do magnetômetro e para dois valores de correntes dc : 1 mA e 3 mA.

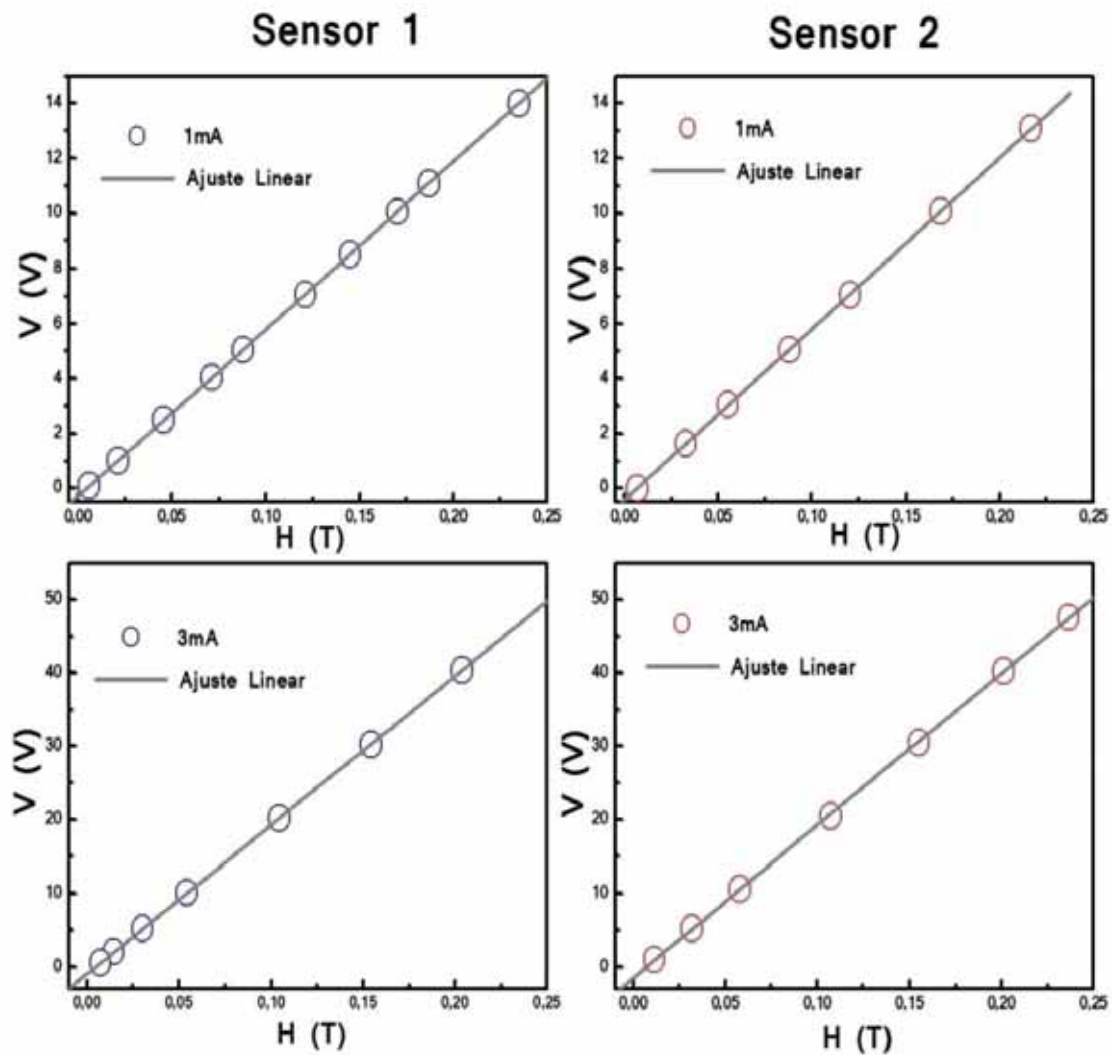


Figura 3.11- Voltagem Hall medido em função do campo aplicado para (a) Sensor 1 e (b) Sensor 2.

Neste gráfico podemos observar que a resposta de voltagem é lineal com o campo magnético aplicado para uma dada corrente passando pelos sensores, como esperado. Mostra-se também que a resposta dos sensores é semelhante quando se varia o campo magnético para um mesmo valor de corrente aplicada.

3.3.2 Calibração do magnetômetro Hall a temperatura ambiente

Como foi explicado no princípio de funcionamento, a amostra magnetizada produz um campo magnético na vizinhança, proporcional à sua magnetização, a qual, por sua vez, gera uma voltagem Hall. Para verificar que isso de fato ocorre e para determinar o parâmetro de proporcionalidade entre a voltagem Hall e a magnetização da amostra, escolhemos uma amostra magnética cujo valor de magnetização de saturação é bem conhecido. A partir dessas medidas foi então possível converter leitura de voltagens (Hall) em unidades de momento magnético ($V \rightarrow Am^2$). A amostra magnética padrão escolhida é um cilindro de níquel de 1 mm de comprimento, 0,5 mm de diâmetro e uma massa de 6,1 mg, utilizada para a calibração de um VSM produzido pela *Oxford Instruments*. Esta amostra de níquel vem encapsulada em expoxy, protegendo-a de oxidação e eventuais perdas de massa, e apresenta uma magnetização de saturação de $33,7 \times 10^{-5} Am^2$ para campos maiores que 0,5 T. Uma imagem ampliada da amostra é apresentada na figura 3.12.

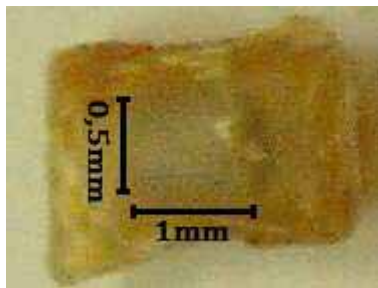


Figura 3.12- Fotografia ampliada da amostra cilíndrica de níquel, usada na calibração do magnetômetro.

O arranjo experimental utilizado nesse tipo de medida é apresentado na figura 3.13. Nela, é apresentada uma foto mostrando os equipamentos que compõem de fato o sistema de medidas de magnetização utilizando corrente *dc*, o displer, o magneto, a fonte de corrente, o nanovoltímetro e o computador para a aquisição de dados. Para medidas com corrente *ac* troca-se apenas a fonte de corrente *dc* por uma de corrente alternada I_{ac} e utiliza-se um lock-in para leitura da voltagem Hall.



Figura 3.13- Fotografia do sistema utilizado para medidas de magnetização.

Na configuração de equipamentos apresentada na figura 3.13, o magnetômetro Hall encontra-se localizado dentro do magneto a nove centímetros da superfície superior externa. Essa corresponde à região na qual

o campo gerado pelo magneto é mais homogêneo. Um bom alinhamento dos sensores com o campo magnético aplicado reduz significativamente a contribuição da componente vertical desse campo e, conseqüentemente, no valor do *background* do sistema que é proporcional ao campo magnético aplicado. A eliminação desse sinal é feita ainda ajustando o ganho dos pré-amplificadores. Para demonstrar que a proporcionalidade entre a corrente e voltagem gerada pelo magnetômetro, foram feitas medidas para a amostra de níquel na presença de um campo de 1 T (valor acima do campo de saturação da amostra) e para diversos valores de amplitude de corrente I_{dc} . Esses resultados são mostrados na figura 3.14.

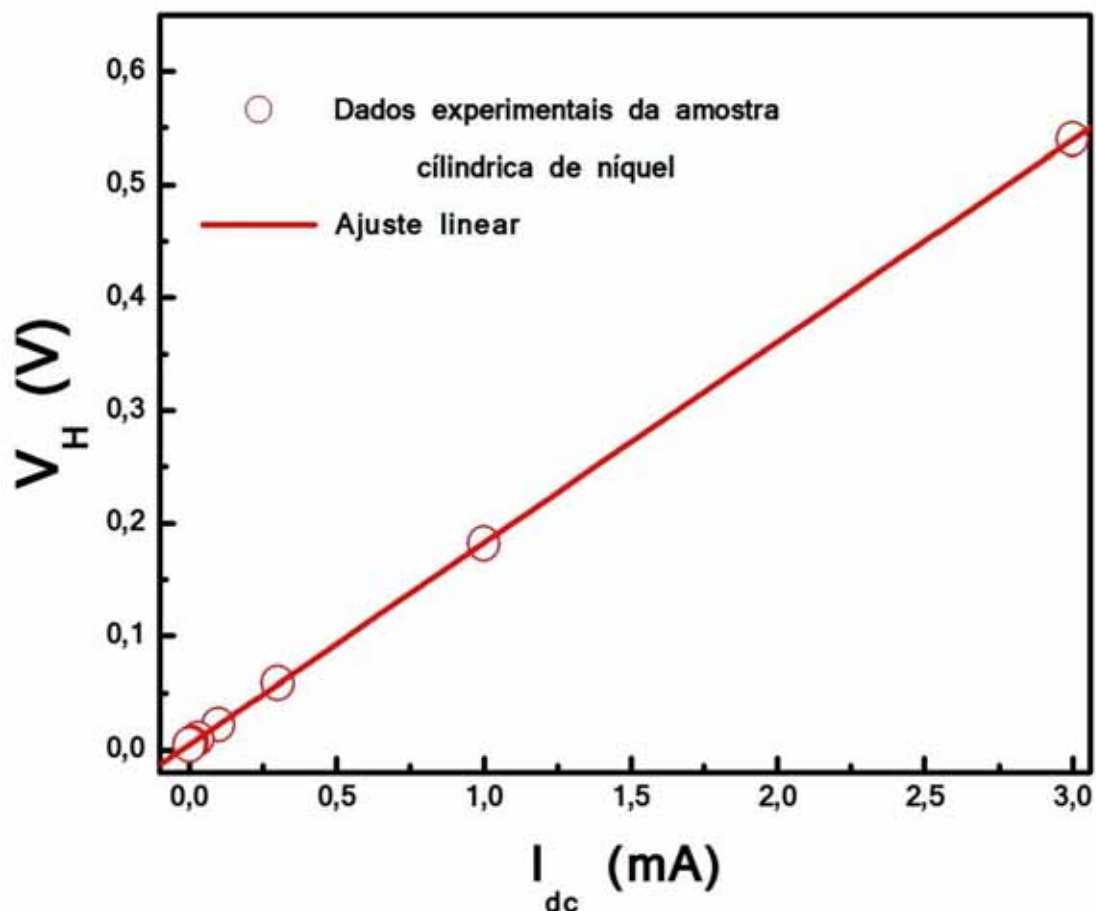


Figura 3.14- Voltagem Hall da amostra cilíndrica de níquel versus a amplitude da corrente elétrica, na presença de um campo magnético de 1 T. Dados experimentais (círculos), enquanto que a linha cheia melhor ajuste linear.

Neste gráfico, pode-se observar que V_H é de fato proporcional a I_{dc} , conforme esperado. Dessa forma, é possível então medir a voltagem Hall usando amplitudes de correntes no intervalo investigado, sem que com isso sejam observadas não linearidades introduzidas pela resposta do magnetômetro. O valor escolhido neste intervalo por nós para realização das medidas foi 1 mA. Esse valor produz um sinal de saturação relativamente alto (0,2 V) sem produzir aquecimentos desnecessários oriundos da dissipação de calor pelos sensores Hall. Uma curva de histerese obtida no nosso magnetômetro Hall

para a amostra de Ni, utilizando valores de campo magnético no intervalo de ± 1 T e para $I_{dc} = 1$ mA é mostrada na figura 3.15.

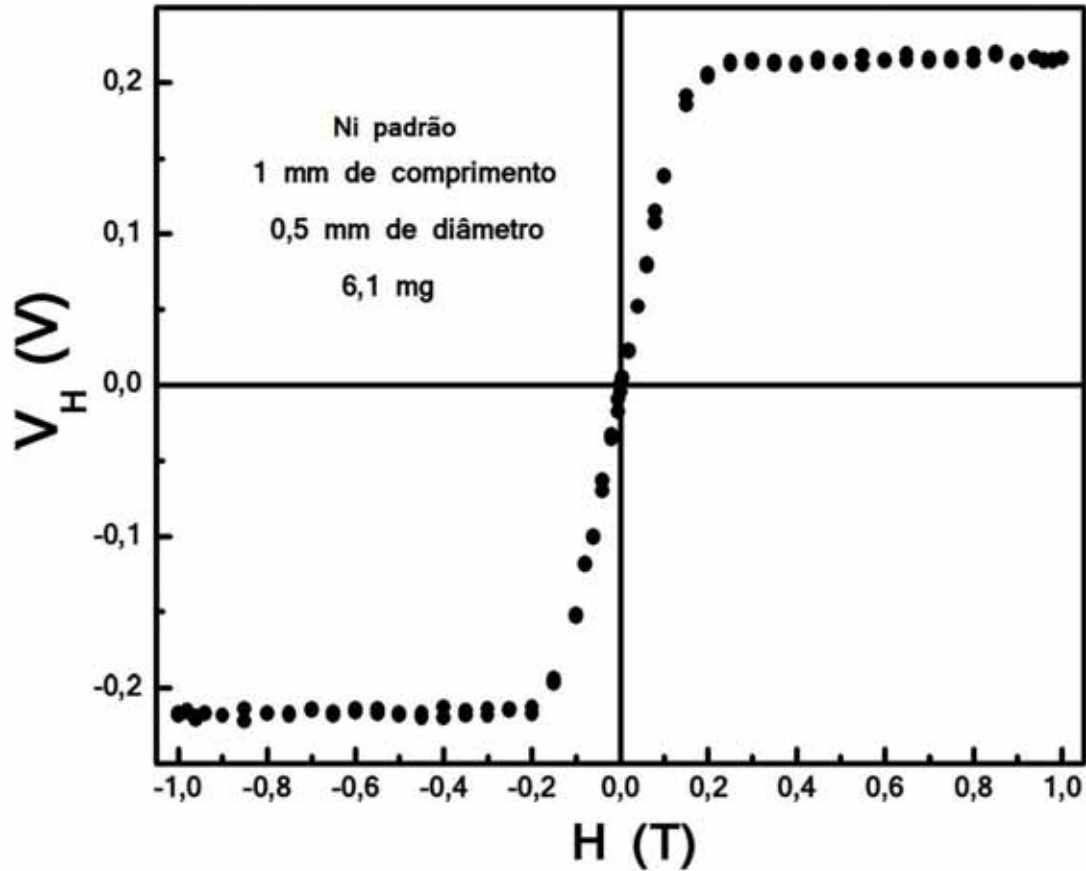


Figura 3.15- Curva de histerese para a amostra de calibração de Ni obtida no magnetômetro Hall na temperatura ambiente.

Note que para o valor do ganho total $G = 50$ produzido pelos amplificadores o valor da tensão Hall V_H corresponde a aproximadamente 0,215V na saturação da magnetização da amostra de níquel. Em geral, quando se trata de realizar medidas de sinais relativamente pequenos, a utilização de técnicas de detecção tipo lock-in se mostra, em alguns casos, mais apropriadas. Por conta disso, conforme mostrado figura 3.16, medimos a tensão Hall gerada pela amostra de níquel utilizando correntes *ac*. Como no

caso anterior, a amplitude da corrente foi mantida em 1 mA enquanto que a frequência de oscilação utilizada foi de 1 kHz.

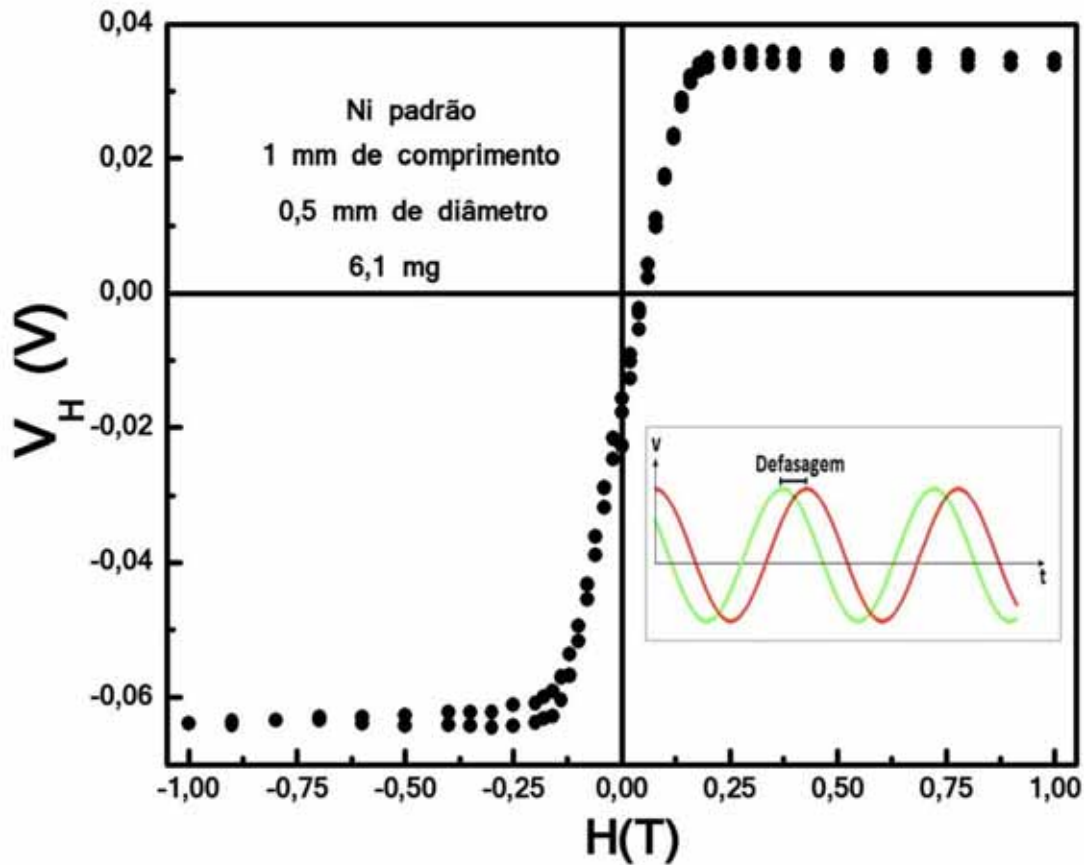


Figura 3.16- Curva de Histerese da amostra cilíndrica de níquel, utilizando uma corrente alternada de 1 mA de amplitude e frequência de 1 kHz. O deslocamento observado no gráfico resulta da diferença de fase na tensão Hall produzida pelos dois sensores Hall não permitindo assim o cancelamento completo do sinal no modo diferencial, fazendo com que exista um *background* no sinal.

Como observamos na figura 3.16 a curva de histerese do níquel esta deslocada no eixo da tensão. Esta contribuição está associada à defasagem entre os sinais gerados em cada um dos sensores Hall não permitindo assim cancelar o *background*. Esta defasagem é observada, embora menor, mesmo

para valores menores de frequência. Entretanto, como a defasagem não depende do campo magnético ela pode ser facilmente subtraída do sinal, produzindo assim uma histerese também simétrica para os valores de magnetização. A mesma histerese mostrada na figura 3.16, após a subtração do *background*, é mostrada na figura 3.17.

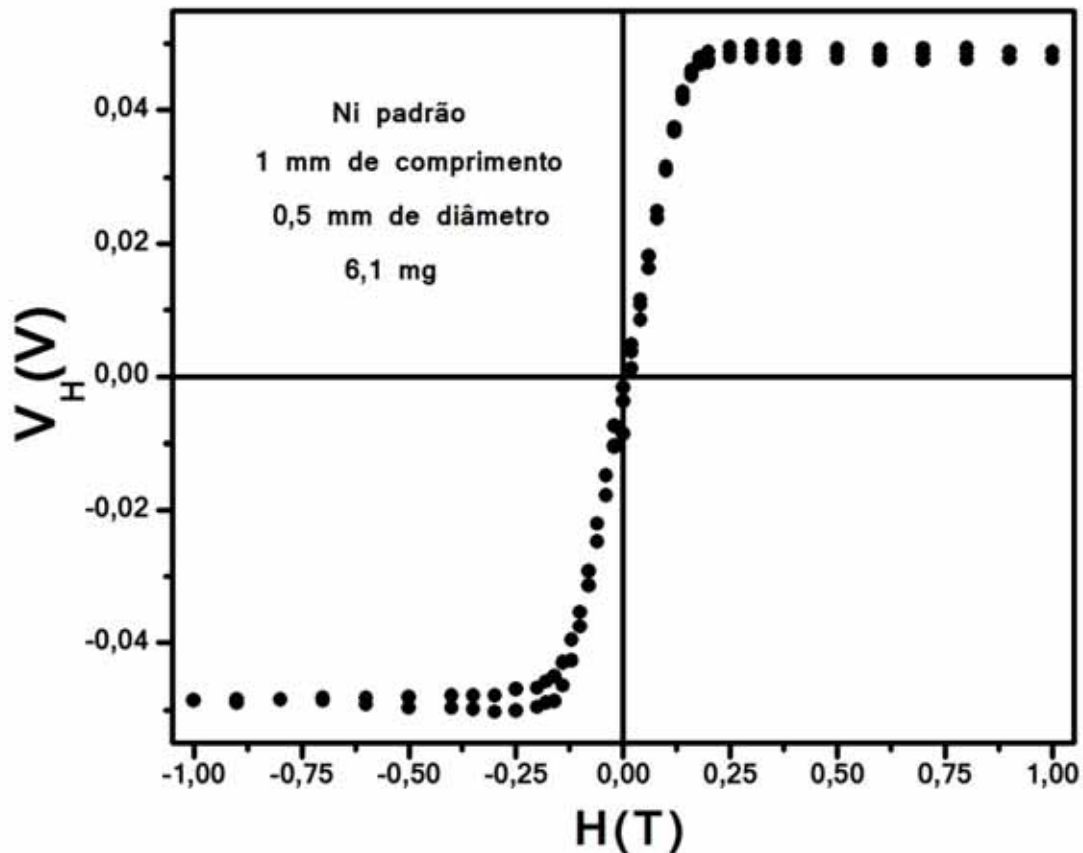


Figura 3.17- Curva de Histerese da amostra cilíndrica de níquel, utilizando corrente alternada passando pelos sensores.

3.3.3 Resposta do sensor à variação de temperatura

Nesta seção, apresentamos os resultados obtidos para a voltagem Hall V_H obtidos para diferentes valores de temperatura T para um dos sensores

empregados na construção do magnetômetro. A montagem experimental utilizada para realização destas medidas foi mostrada na figura 3.13. As medidas foram feitas de 10 K a 300 K, em intervalos de temperatura de 10 K.

As medidas foram feitas aplicando-se um campo de 0,1 T utilizando os procedimentos de resfriamento a partir de 300 K até 10 K com o campo aplicado, também conhecido como *field-cooled*, e resfriando sem o campo até 10 K e aplicando em seguida o campo magnético, também chamado de *zero-field-cooled*. Como mostrado na figura 3.18, os resultados são idênticos, dentro da margem de erro, indicando que a resposta do sensor Hall é reversível com relação à variação de temperatura e aplicação de campos magnéticos. Os resultados foram ainda obtidos com o campo magnético aplicado perpendicularmente a área ativa do sensor e para uma corrente *ac* de 1 mA e frequência de 1 kHz.

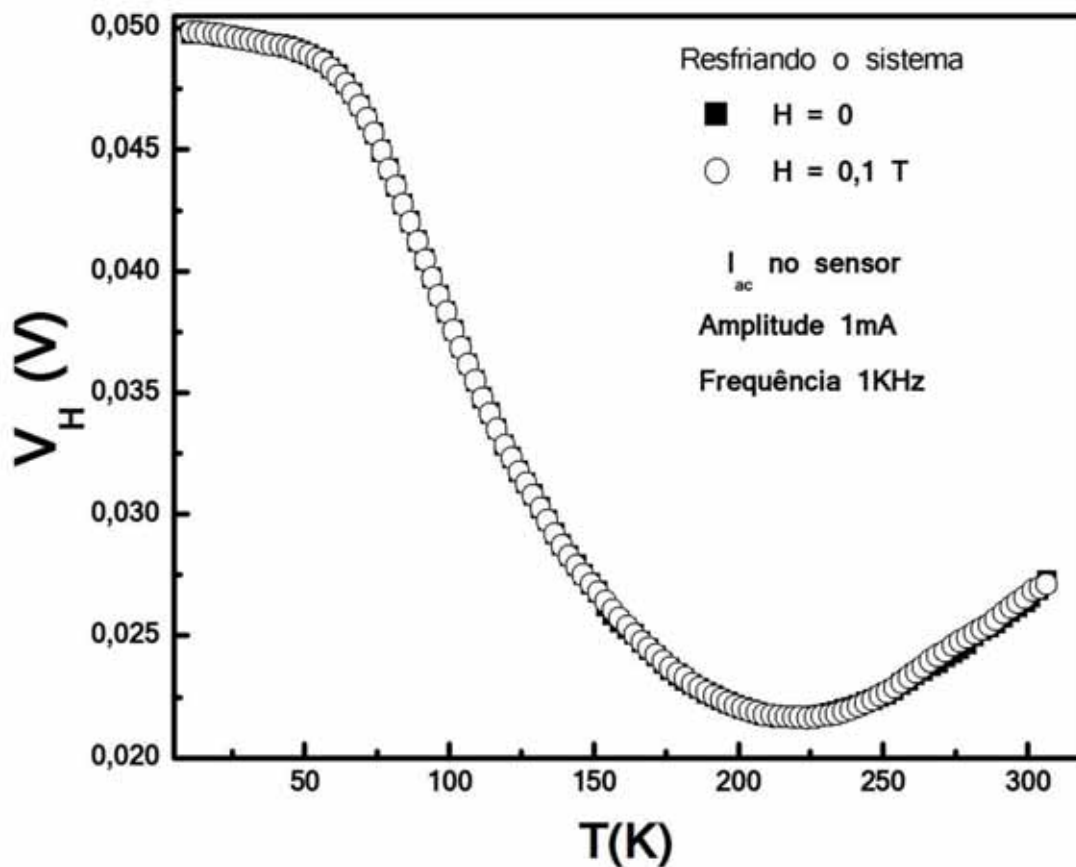


Figura 3.18- Medida da voltagem Hall em função da temperatura resfriando na ausência de campo e com campo ligado, para $H = 0,1 \text{ T}$, e corrente ac de 1 mA de magnitude e frequência de 1 kHz, mostrando a reversibilidade no sinal do sensor Hall com respeito a esses procedimentos.

Essas medidas foram feitas ainda para os seguintes valores de campo magnético aplicado: 0 T, 0,1 T, 0,3 T, 0,5 T, 0,7 T e 1T (ver figura 3.19). Observamos que a voltagem Hall do sensor em função da temperatura apresenta um comportamento no linear com H para uma dada temperatura. Resultados para dois valores de temperatura (11 K e 150 K) são mostrados na figura 3.20.

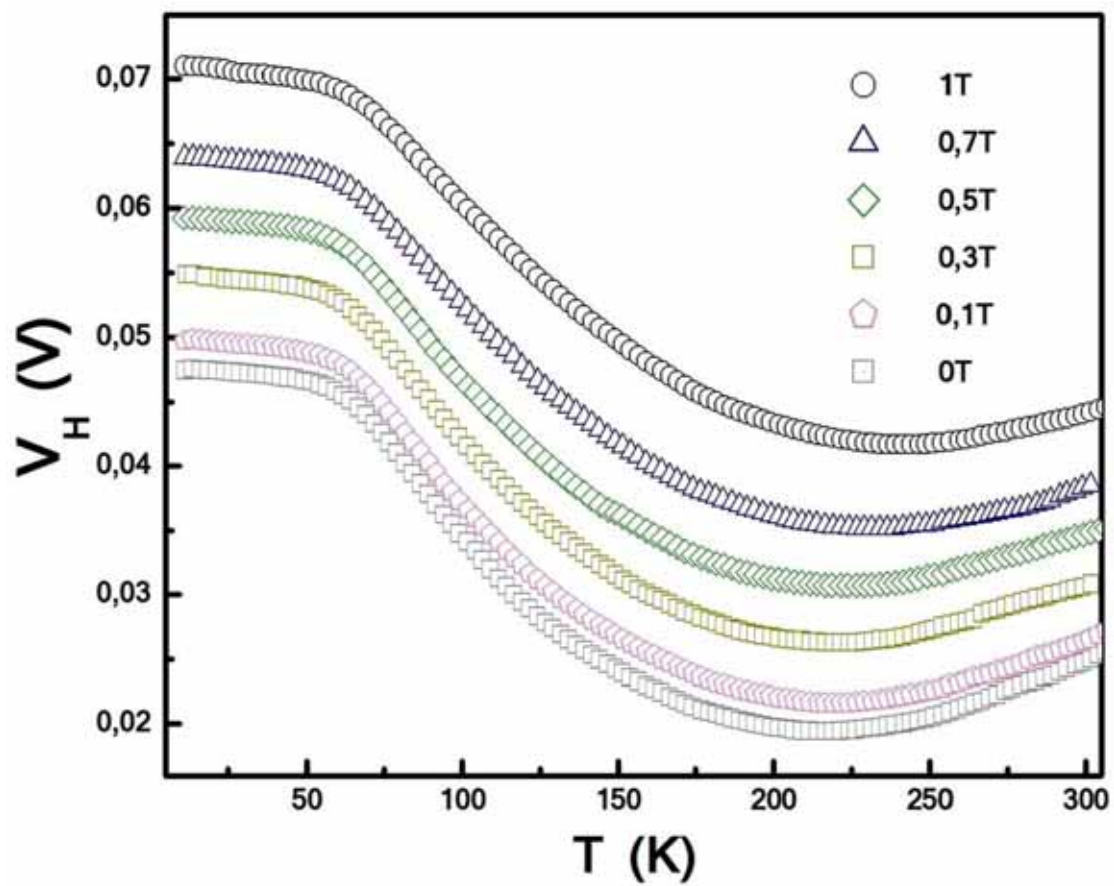


Figura 3.19- Medida da voltagem hall do sensor magnético em função da temperatura para diferentes valores de campo aplicado.

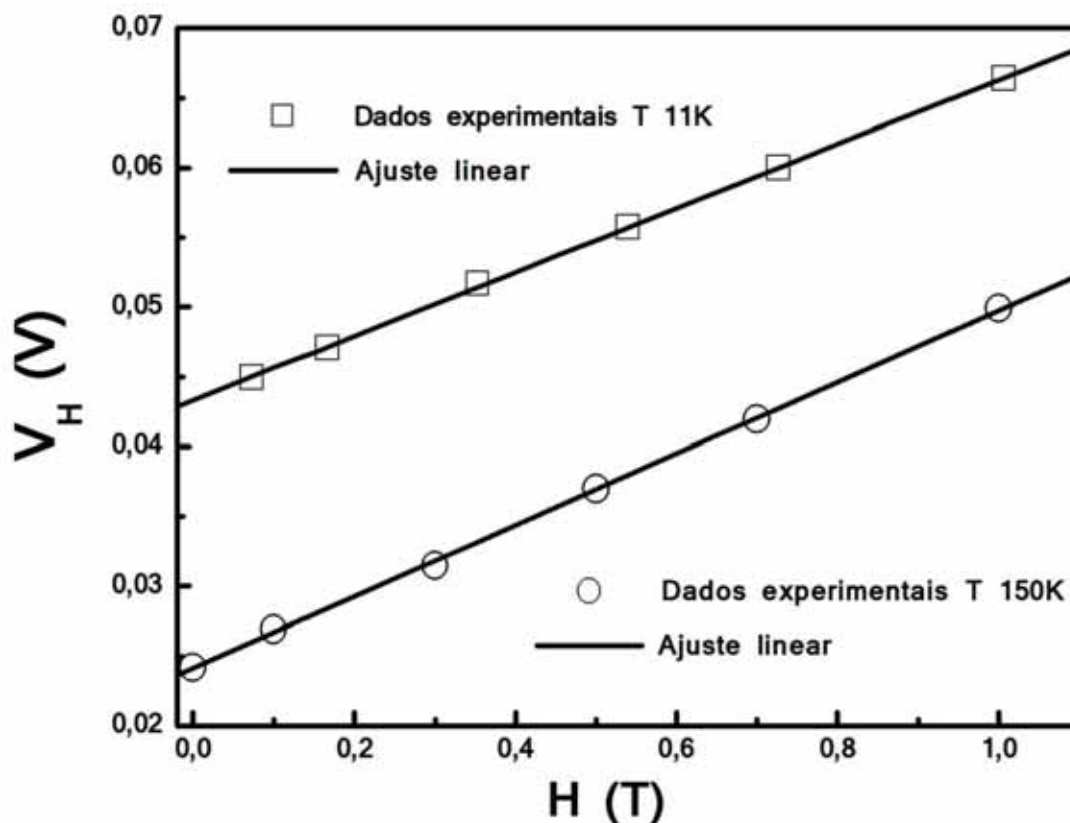


Figura 3.20- Variação da tensão Hall com o campo magnético externo para um dos sensores, medidos para dois valores diferentes de temperatura, 11 K (quadrados) e 150 K (círculos). As linhas cheias representam o ajuste de uma função linear a esses dados.

3.3.4 Calibração dos magnetos

Detalhes das bobinas de Helmholtz utilizadas nas medidas a campos baixos foram descritas no capítulo 3.2. Entretanto, antes do seu uso, medimos a curva de calibração do campo gerado por ela em função da corrente aplicada nas bobinas. Essa calibração foi feita usando um gaussímetro F. W. Bell. A figura 3.21 mostra os valores de campos magnéticos lidos com o gaussímetro (círculos abertos) em função da corrente de alimentação das bobinas. A curva cheia representa o ajuste de uma função linear aos dados experimentais. Para

essas bobinas e para o maior valor de corrente utilizada, i.e., 4 A, foi possível se obter um campo magnético de 2,9 mT.

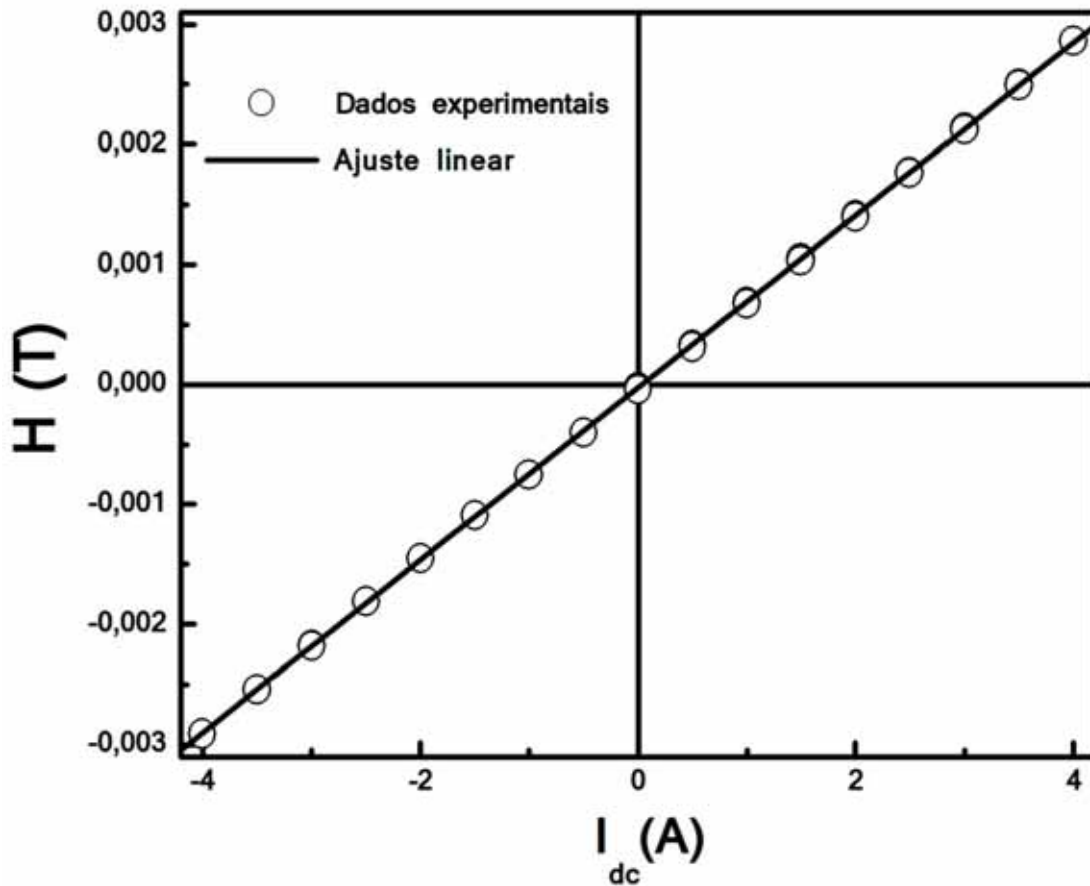


Figura 3.21- Campo magnético medido no centro do par de bobinas de Helmholtz versus amplitude de corrente usadas para geração de H . Os círculos abertos representam os valores medidos enquanto que a linha cheia representa o ajuste de uma função linear a esses dados.

Para o magneto que usa um sistema de ímãs permanentes a calibração foi verificada colocando uma ponta Hall no centro do magneto. Os valores medidos foram então comparados com aqueles produzidos pela eletrônica de controle do magneto. Um gráfico mostrando a forte correlação dos dois valores de campo H (o medido pela ponta Hall externa e o indicado pela eletrônica

do sistema) é apresentado na figura 3.22. Nesta figura, os círculos abertos representam os dados experimentais enquanto que a linha cheia é o ajuste de uma função linear a esses dados.

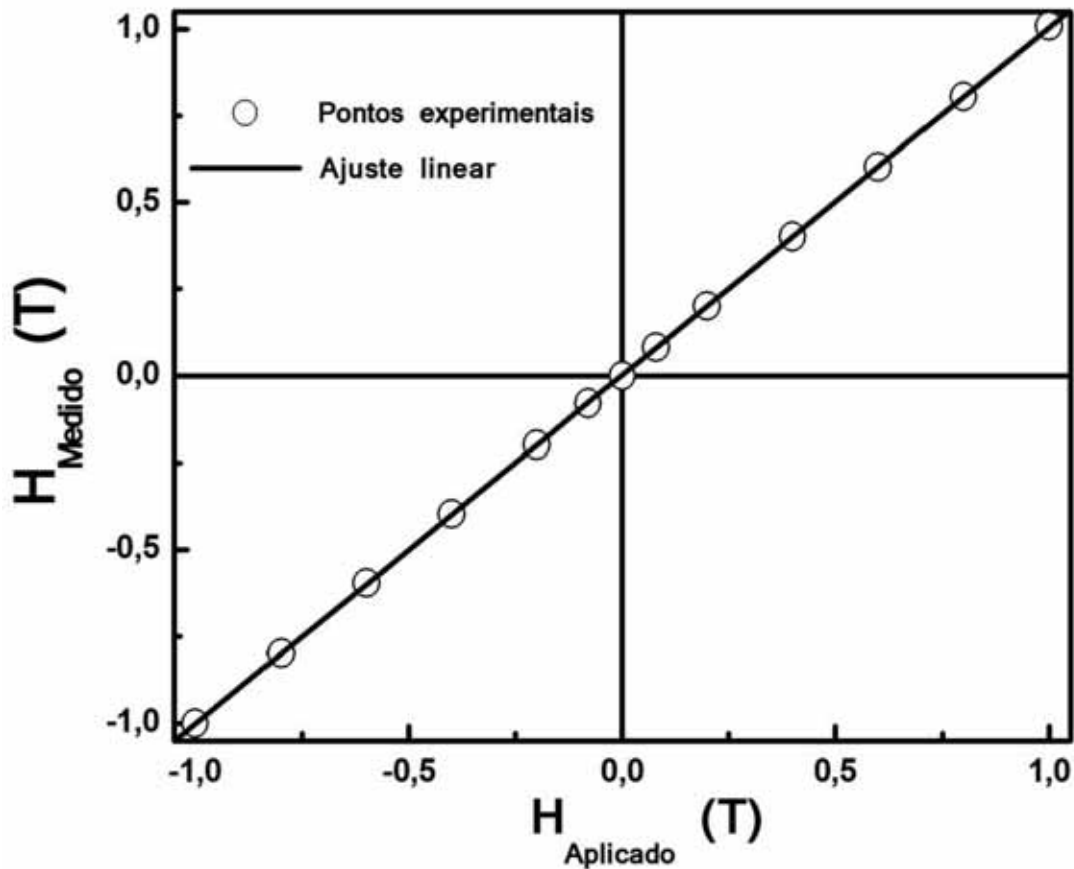


Figura 3.22- Campo magnético no centro do magneto composto de um sistema de magnetos permanentes descrito na seção 3.2. Os círculos abertos representam os valores de campo lidos pela ponta Hall externa enquanto que a linha cheia representa uma função linear ajustada aos dados experimentais.

Em resumo, conforme apresentado nesse capítulo, foi exercido um cuidado especial em verificar possíveis fontes de sinais externos, a linearidade na resposta do magnetômetro a variação de parâmetros externos, a calibração das fontes de campo magnético utilizando correntes *dc* e *ac*.

CAPÍTULO 4

Resultados

Este capítulo é destinado à apresentação e discussão dos resultados obtidos com o magnetômetro por efeito Hall. Na primeira seção apresentamos os resultados para as ligas amorfas de $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$ e $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$. Para estas duas ligas foram medidas as curvas de histerese e foram comparadas com os resultados obtidos usando susceptibilidade ac. Na segunda seção estudamos um disco magnético feito do nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$. Para este material foi possível estudar o comportamento da magnetização de saturação, da remanência e do campo coercivo em função da temperatura. Os resultados obtidos para esta amostra foram comparados com obtidos na mesma amostra por magnetometria por amostra vibrante. Para finalizar apresentamos o efeito de *exchange-bias* neste material e estudamos a dependência do campo de exchange com o campo de resfriamento do sistema, investigado pela primeira vez neste material.

4.1 Ligas amorfas

Foram estudadas duas ligas amorfas com composições $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$ e $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$. As quais foram produzidas e caracterizadas por G. F. Barbosa, no nosso grupo de pesquisa, utilizando um sistema melt-spinning. Uma imagem ampliada de umas das ligas amorfas estudadas é apresentada na figura 4.1.



Figura 4.1- Fotografia ampliada da liga amorfa de $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$.

As fitas apresentaram uma espessura média de 35 e 26 μm para a liga com Ni e Nd, respectivamente, tendo sido caracterizadas por difração de raios-X e por microscopia eletrônica de varredura. Na figura 4.2 são apresentados difratogramas de raios X obtidos para as amostras $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$ e $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ respectivamente.

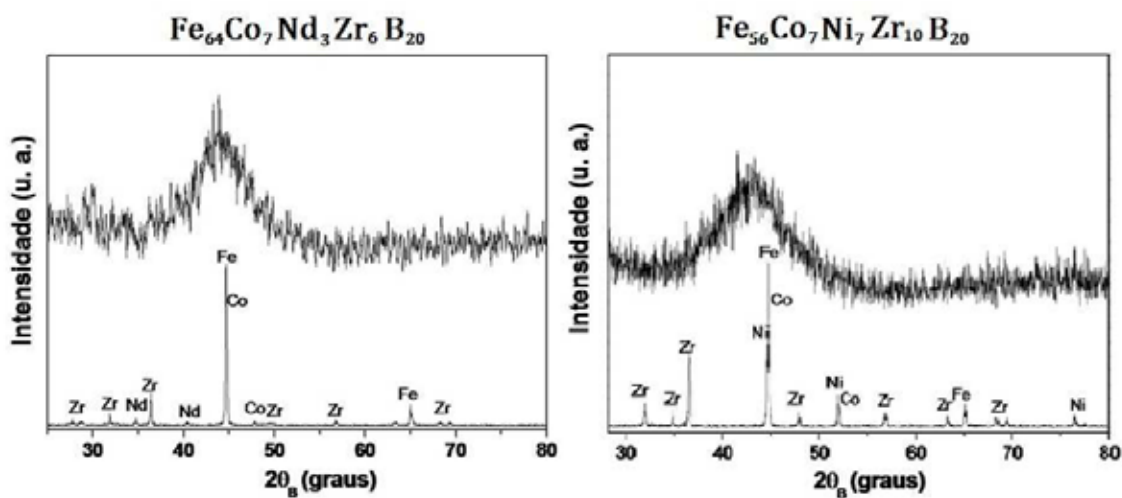


Figura 4.2- Difratograma de raios X da amostra $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$ à direita e $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ à esquerda.

As medidas de magnetização nessas amostras foram feitas utilizando correntes alternadas de amplitude $I_{ac} = 1 \text{ mA}$ e frequência $f = 80 \text{ Hz}$. Os campos magnéticos aplicados nessas medidas foram gerados usando um par de bobinas de Helmholtz, tendo sido variados em intervalos de 0,2 mT. Já o intervalo de tempo total gastado para se obter cada um dos ciclos de histerese foi de aproximadamente vinte minutos.

4.1.1 Liga amorfa $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$

As ligas amorfas são caracterizadas por possuir uma baixa, ou quase nula, anisotropia magnética podendo ter a sua magnetização facilmente alinhada ao campo magnético aplicado. Esse comportamento (baixo campo de saturação) é denominado de magneticamente mole. Apesar de ter uma anisotropia magnética intrínseca baixa, podem-se induzir anisotropias nesses materiais no processo de fabricação da liga, como também através de tratamentos termomecânicos produzindo tensões na liga. Por conta da alta permeabilidade magnética inerente às ligas magneticamente moles e, conseqüentemente, a influência que esse parâmetro tem ao determinar o campo desmagnetizante, esses materiais têm sido comumente investigados por medida de susceptibilidade magnética. No nosso magnetômetro esse tipo de problema é minimizado pelo fato de se poderem usar fitas longas para realização das medidas. Uma curva típica de magnetização versus campo magnético aplicado, obtida para a liga magneticamente mole $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$, é mostrada na figura abaixo (figura 4.3). Esta medida foi feita para um pedaço da fita amorfa com 5 cm de comprimento.

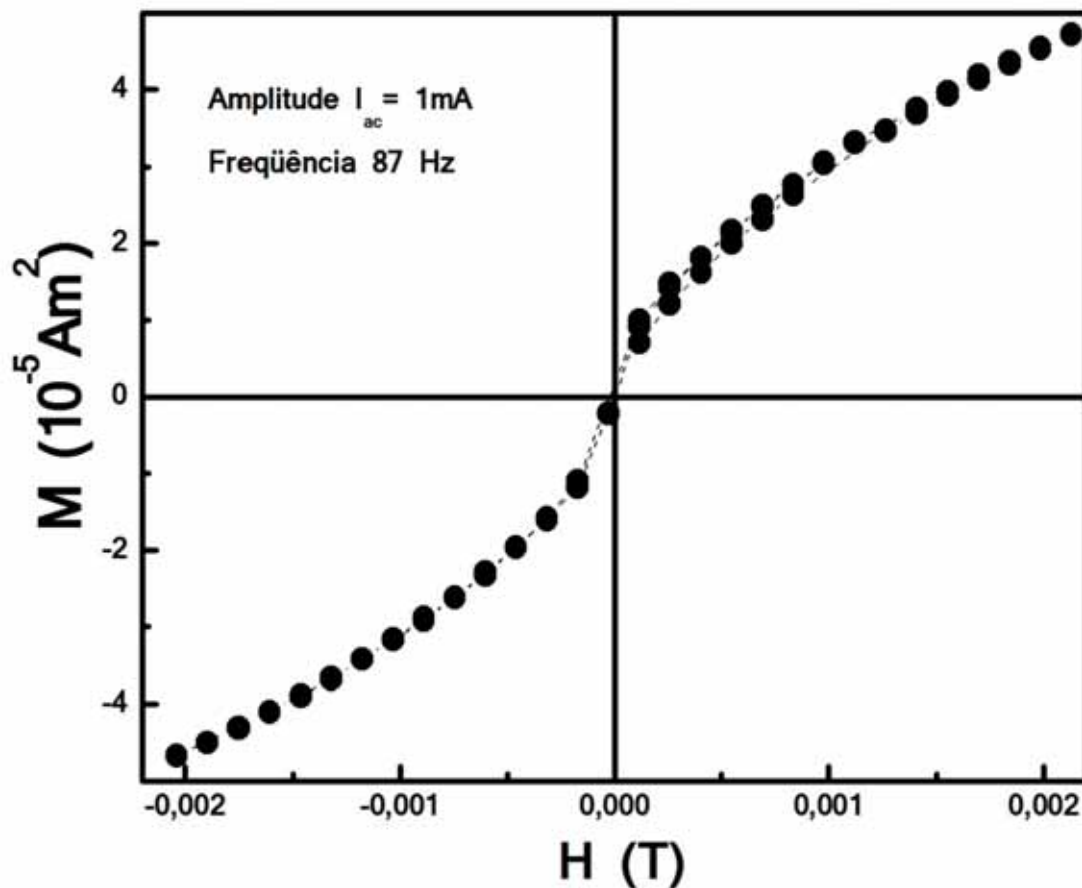


Figura 4.3- Curva de histerese da fita amorfa $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$ de 5 cm de comprimento, realizada utilizando o magnetômetro por efeito Hall.

A partir da curva de magnetização versus H é possível determinar a dependência da susceptibilidade magnética com H . Esse resultado permite fazer uma comparação com medidas de susceptibilidade *ac*. As medidas da susceptibilidade *ac* foram feitas para um pedaço de fita de 8.5 cm e um campo alternado na frequência de 280 Hz. Essa comparação é mostrada na figura 4.4.

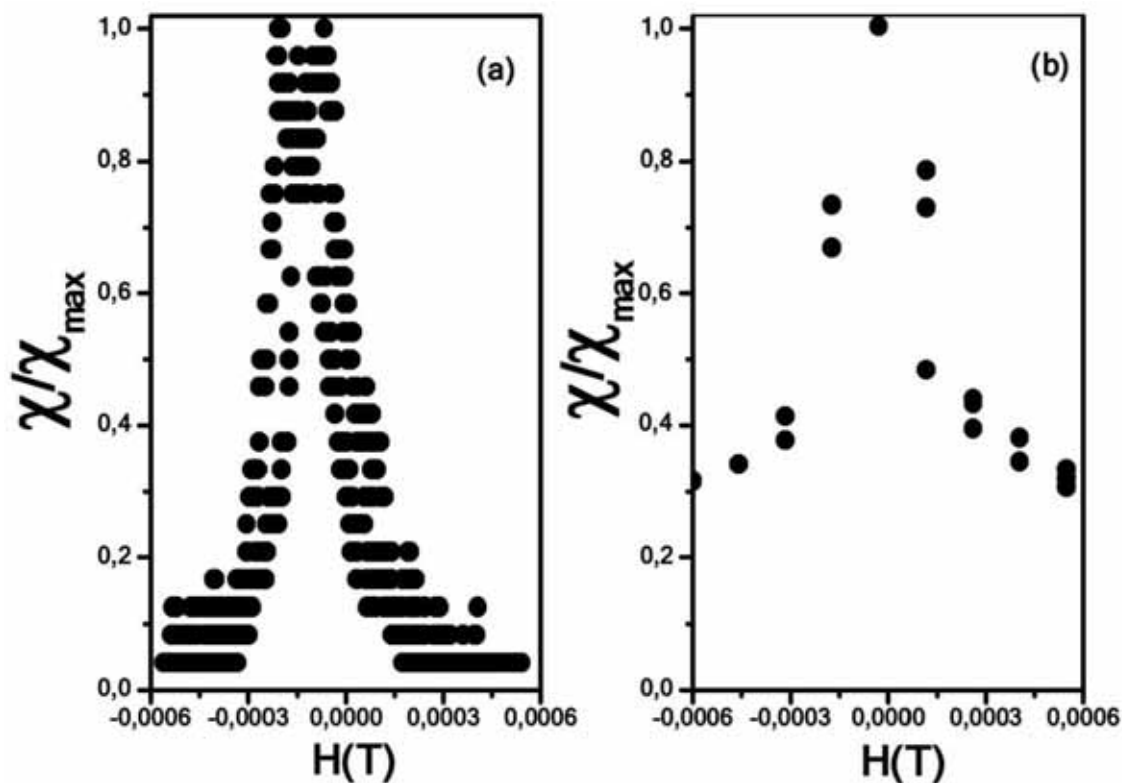


Figura 4.4- Susceptibilidade magnética versus H para a liga amorfa $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$ obtida utilizando um susceptômetro ac (a) e através da magnetização medida com o magnetômetro por efeito Hall (b).

Em parte, as diferenças observadas entre as medidas realizadas pelo susceptômetro e pelo magnetômetro podem ser entendidas como segue. No caso da medida feita no magnetômetro, uma das extremidades da fita é localizada sobre o sensor. Dessa forma, o sinal é influenciado pela existência de domínios de fechamento típico desses sistemas. Por outro lado, a medida realizada no susceptômetro ac é feita em praticamente todo o comprimento da fita e as medidas são feitas com campo ac. Por fim, como é visualizada na figura 4.3, a magnetização possui uma contribuição linear que resultou principalmente do desbalanceamento (ganho nos pré-amplificadores) do sinal, refletindo em uma componente constante adicional na derivada da curva de magnetização.

4.1.2 Liga amorfa $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$

Na figura 4.5 é apresentada a curva de histerese para a liga amorfa $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ de 5cm de comprimento, medida utilizando o magnetômetro por efeito Hall.

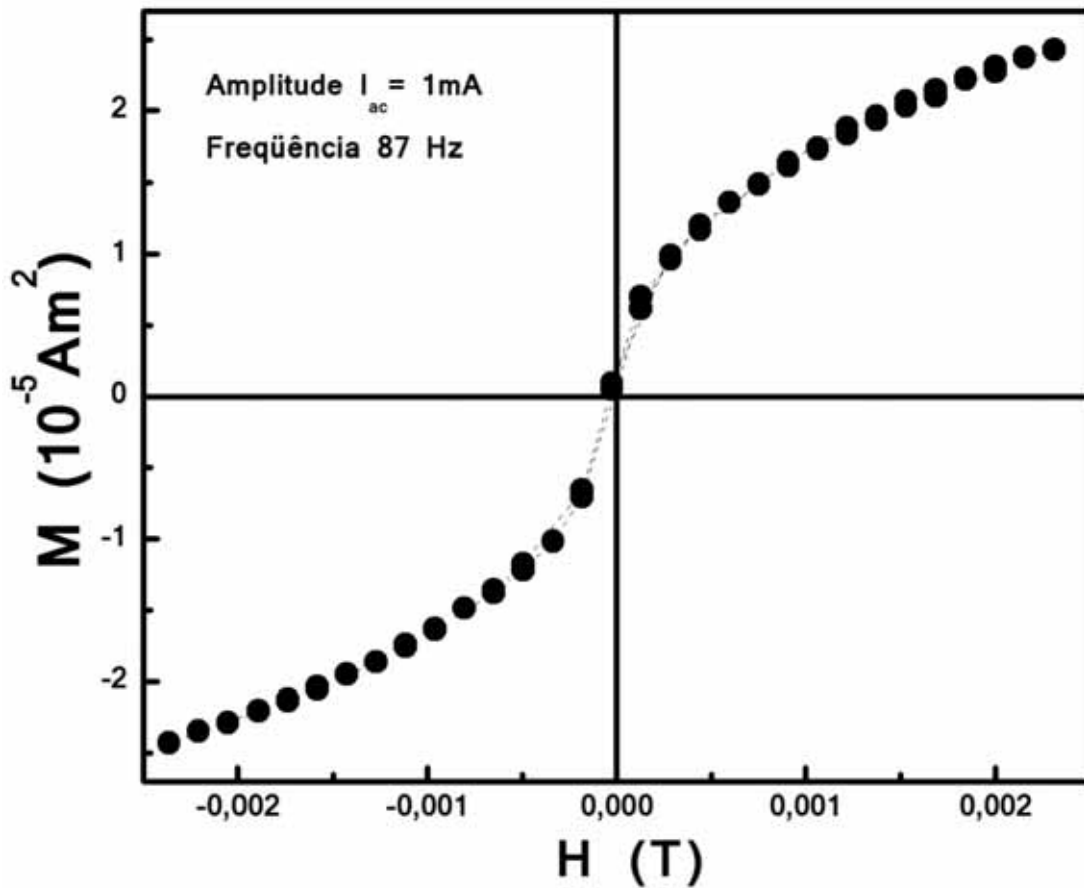


Figura 4.5- Curva de histerese da fita amorfa $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ de 5 cm de comprimento, realizada utilizando o magnetômetro por efeito Hall.

É feita também para esta liga amorfa a respectiva comparação com a susceptibilidade medida com o susceptômetro ac também para uma frequência de 280 Hz. Para a liga de $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ usou-se um pedaço de fita com

8.5 cm de comprimento. Os dois resultados, para comparação, são mostrados na figura 4.6

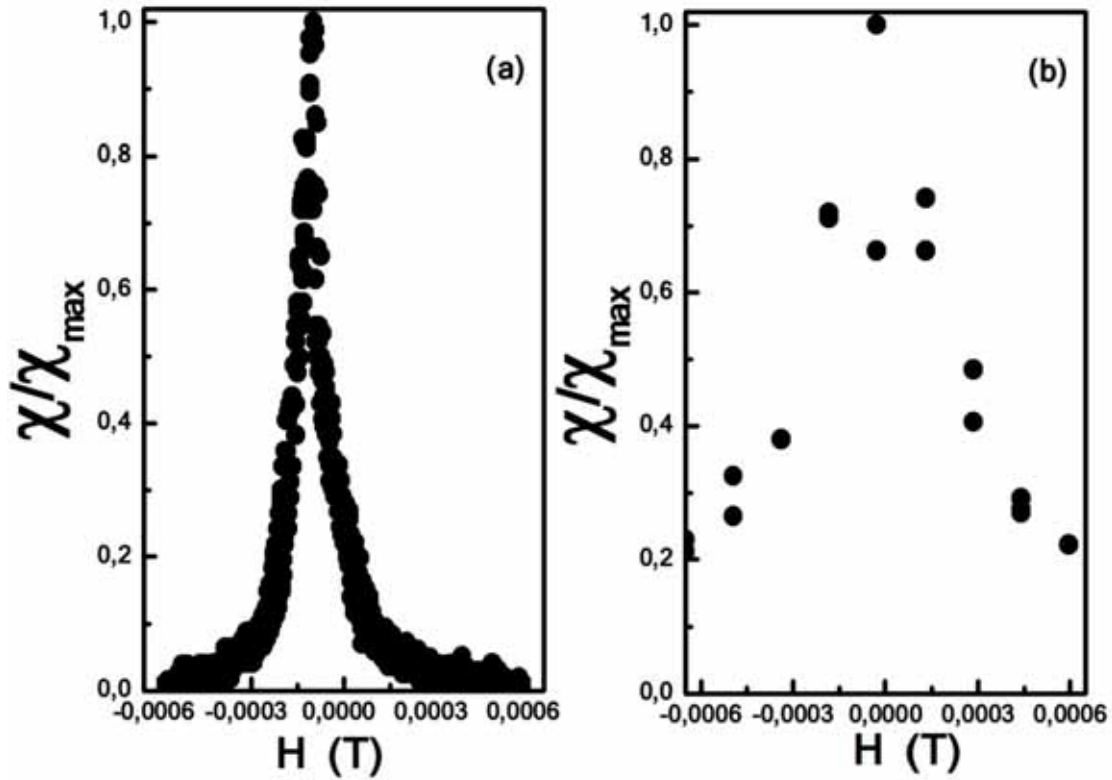


Figura 4.6- Susceptibilidade magnética versus H para a liga amorfa $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ obtida utilizando um susceptômetro ac (a) e através da magnetização medida com o magnetômetro por efeito Hall (b).

No entanto, em valores absolutos, a susceptibilidade magnética obtida através da magnetização é ligeiramente menor que a obtida por susceptibilidade ac.

4.2 Nano-compósito de $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$

Para realizar medidas no nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ compactamos, fazendo uso de uma prensa mecânica e aplicando uma pressão de 2 ton por 5 min, amostras no formato de um disco magnético de 2 mm de diâmetro e 0,3 mm de espessura, com uma massa total de 4,3 mg. O nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ é constituído de 35% de partículas ferromagnéticas (FM) com composição $\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4}$ e 65% de partículas antiferromagnéticas (AF) de MnO. Este nanocompósito foi produzido pela técnica mecano-síntese por L. R. S. Araújo. As características físicas e estruturais dessas amostras podem ser encontradas na referência [31]. Na figura 4.7 é apresentada uma fotografia do disco magnético.

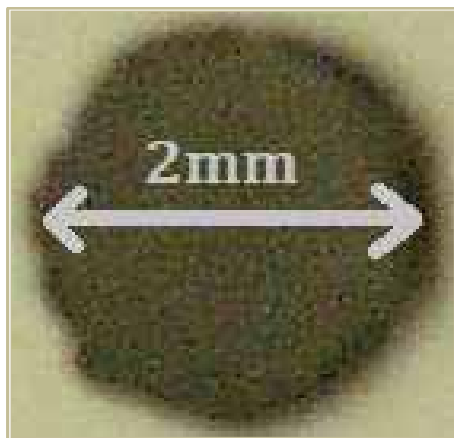


Figura 4.7- Fotografia de um disco magnético de 2 mm de diâmetro, 0,3 mm de espessura e massa de 4,3 mg do nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ utilizado para realização de medidas de magnetização.

4.2.1 Interações magnéticas a temperatura ambiente

Na figura 4.8 é mostrada uma curva de histerese (círculos brancos) para o disco de $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ obtida a temperatura ambiente, obtida no magnetômetro por efeito Hall. Nessa figura, a magnetização está normalizada

pela magnetização de saturação ($M_S = 67,19 \text{ Am}^2/\text{kg}$). Foi encontrado para magnetização remanente o valor de $M_R = 24,85 \text{ Am}^2/\text{kg}$ e para o campo coercivo o valor de $H_C = 0,058 \text{ T}$. O tempo de medida para obtenção de meio ciclo da curva de histerese foi de aproximadamente de 30 min.

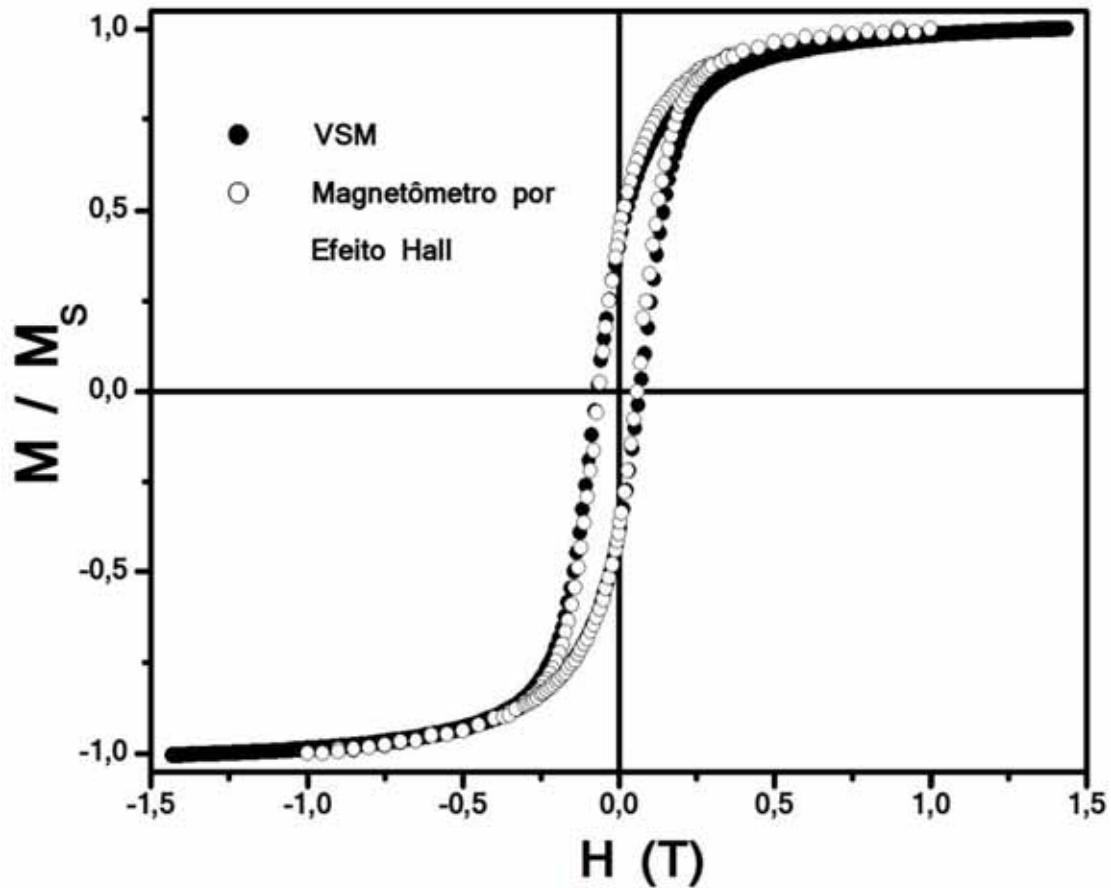


Figura 4.8- Curva de histerese do material $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$. Disco magnético de 2 mm de diâmetro e 0,3 mm de espessura (pontos brancos) medido com o magnetômetro por efeito Hall e disco magnético de 3,2 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura (pontos pretos) medida utilizando a técnica VSM.

A título de comparação, uma curva de histerese medida em um magnetômetro por amostra vibrante VSM (Vibrating Sample Magnetometer) modelo PAR 150A é também mostrada na figura 4.8 (círculos escuros). Essas

medidas foram feitas em uma amostra com formato de um disco de 3,2 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura, as quais foram extraídas da referência [31]. Os gráficos são comparados normalizando as duas curvas de histerese pela magnetização de saturação.

4.2.2 Baixas temperaturas

A magnetização do nanocompósito foi medida também em função da temperatura com a amostra inicialmente desmagnetizada. O valor mais baixo de temperatura medida pelo sistema foi de 10 K e o tempo médio para atingir este valor de temperatura foi aproximadamente de uma hora. Ao atingir esse valor de temperatura o sistema como um todo entra em equilíbrio em aproximadamente vinte minutos. Iniciaremos a nossa análise com as curvas de histerese medidas nas temperaturas 10 K e 300 K, as quais são apresentadas na figura 4.9. Comparando as duas curvas de histerese obtidas nestas temperaturas observamos um aumento significativo nos valores da magnetização de saturação ($M_S = 71,81 \text{ Am}^2/\text{kg}$), da magnetização remanente ($M_R = 42,12 \text{ Am}^2/\text{kg}$) e do campo coercivo ($H_C = 0,127 \text{ T}$) para a curva de histerese obtida para 10K em relação à obtida a temperatura ambiente.

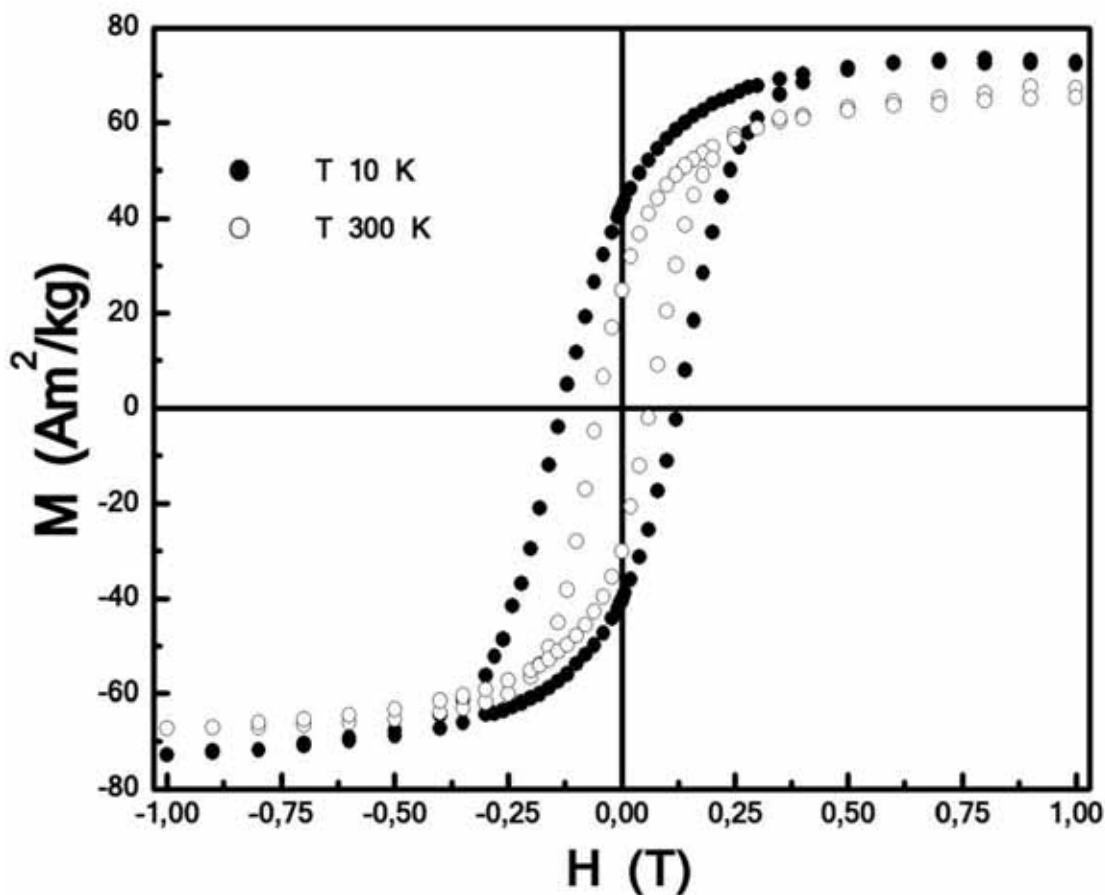


Figura 4.9- Curvas de histerese para $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ medidas em 10 K (pontos pretos) e em 300 K (pontos brancos).

Curvas de histerese foram também obtidas para valores de temperatura intermediários, com o intuito de se obter a dependência com a temperatura para M_S , M_R e H_C . Essas medidas foram feitas resfriando a amostra na ausência de campo magnético, partindo inicialmente de $T = 10$ K em intervalos de 10 K. O procedimento para variar a temperatura foi estabelecendo passos de $T = 1$ K e, após atingir a temperatura desejada esperamos aproximadamente 10 minutos para que o sistema pudesse atingir o equilíbrio térmico. Em seguida, a amostra era desmagnetizada, através de laços de histereses cada vez mais estreitos, apagando assim a memória da medida anterior. Esse procedimento foi seguido até que a temperatura ambiente fosse

atingida. Na figura 4.10 são apresentadas, para fins de clareza, apenas as curvas de histerese obtidas em 60 K, 100 K, 140 K e 220 K.

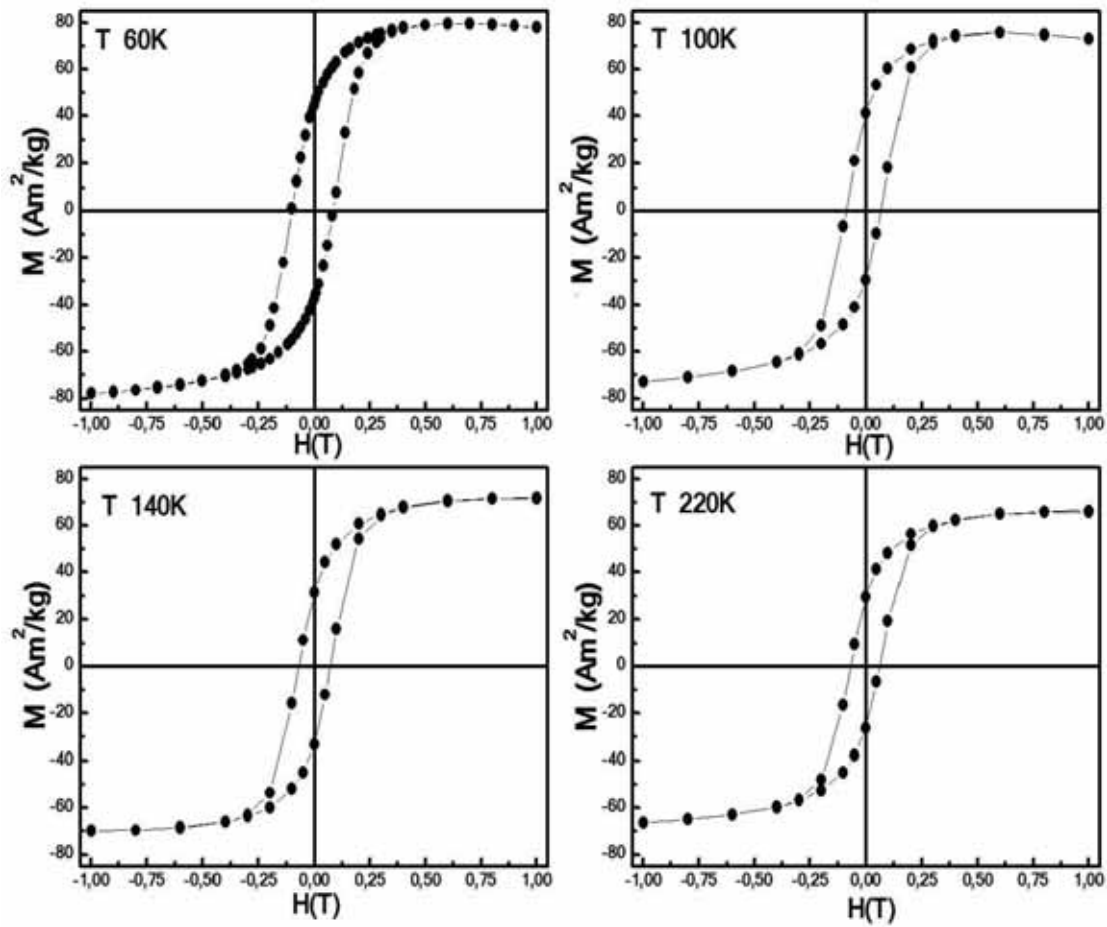


Figura 4.10- Curvas de histerese do disco magnético, nas temperaturas 60 K, 100 K, 140 K e 220 K. As linhas que unem os pontos são apenas guias para os olhos.

A partir das curvas de histerese medidas em diferentes valores de temperatura foi possível construir curvas de magnetização de saturação M_S , magnetização remanente M_R e campo remanente H_C em função da temperatura T . Os dados para M_S e para M_R são apresentados na figura 4.11 e 4.12 enquanto que os para H_C são mostrados mais a frente (figura 4.14).

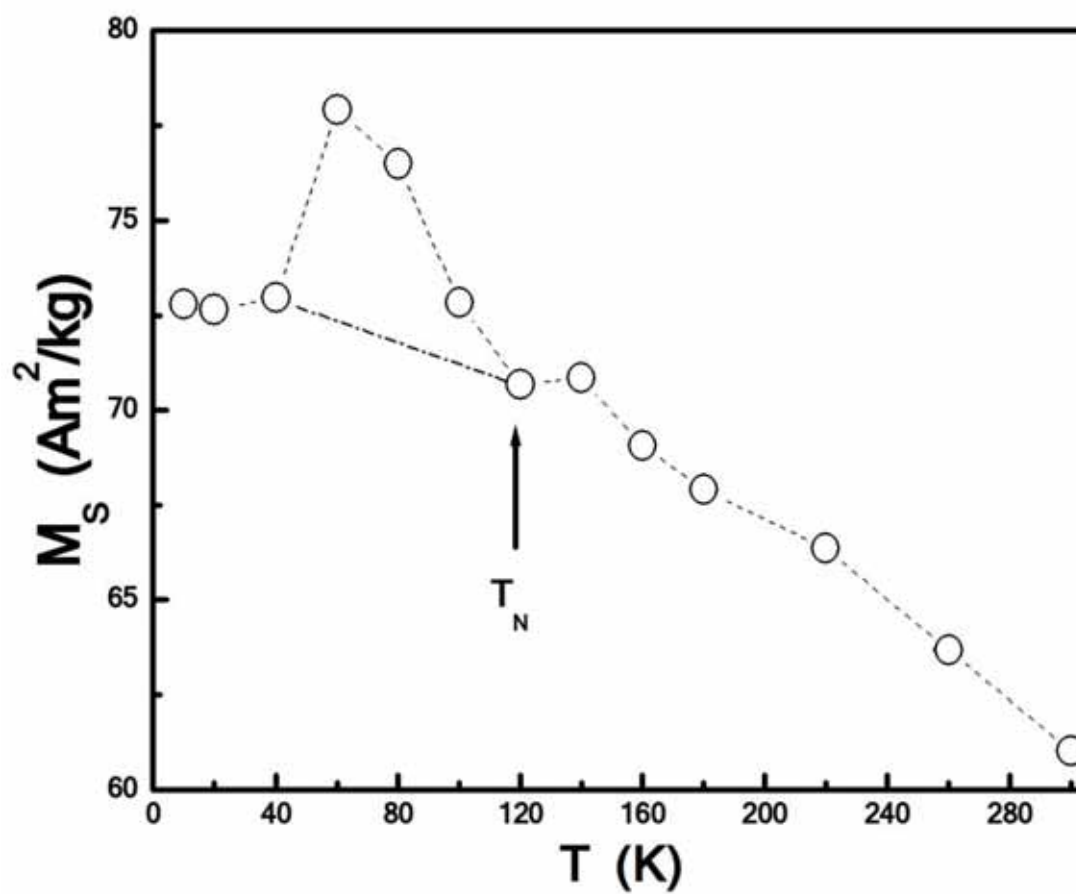


Figura 4.11- Magnetização de saturação M_S versus temperatura para $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$.

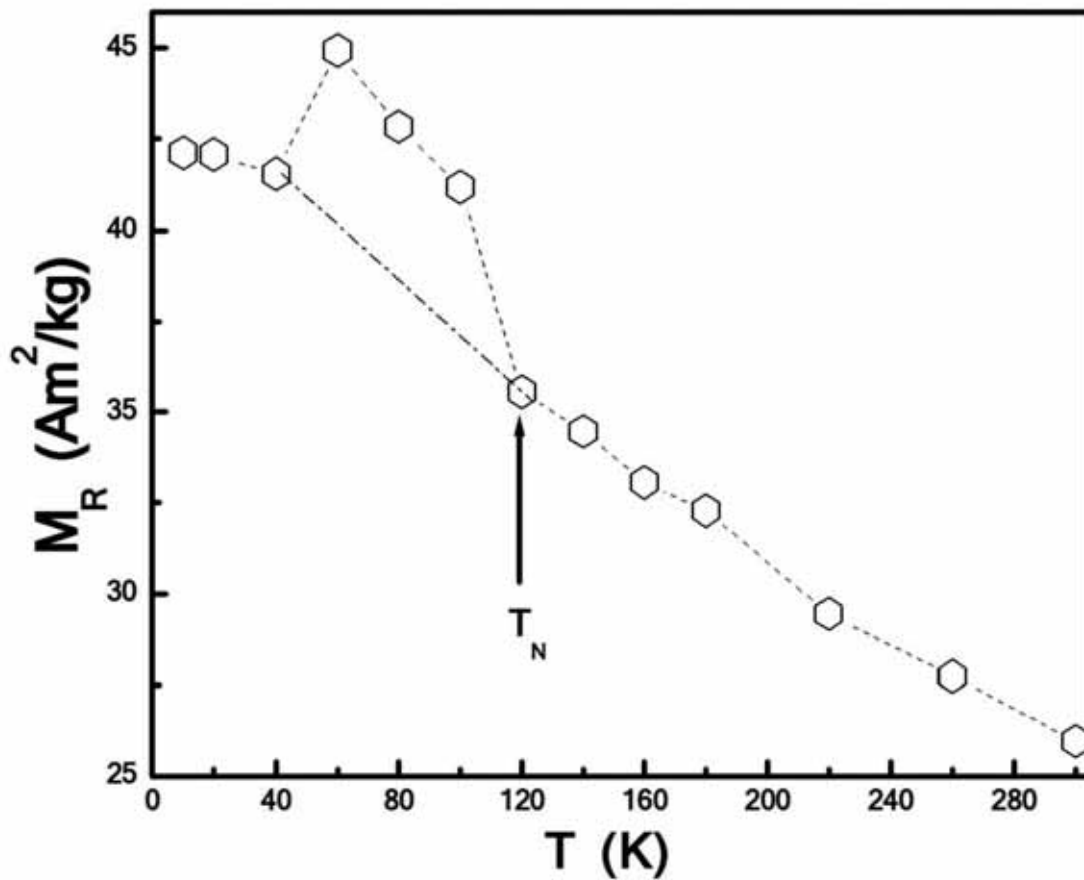


Figura 4.12- Magnetização de remanência M_R versus temperatura para $(\text{Fe}_{0.6}\text{Co}_{0.4})_{0.35}(\text{MnO})_{0.65}$.

Nos gráficos acima é observado o aumento de M_S e M_R com a diminuição da temperatura cujo comportamento resulta principalmente pela diminuição das vibrações térmicas dos átomos (fônons) e dos desvios dos momentos magnéticos (magnons) à medida que a temperatura na amostra diminui. Por fim, a redução na energia térmica reduz processos de ativação. Seguindo esse raciocínio, $M_S(T)$ e $M_R(T)$ deveriam atingir valores máximos nas menores temperaturas medidas, que no presente caso, foi de 10 K. Entretanto, observa-se que os valores máximos de $M_S(T)$ e $M_R(T)$ ocorrem em uma temperatura próxima de 60 K e, como pode ser observado nas figuras 4.11 e 4.12, esses parâmetros apresentam um comportamento anômalo para temperaturas menores do que 120 K. Esse comportamento resulta do fato do MnO ser antiferromagneto abaixo dessa temperatura ($T_N = 120$ K). Para temperaturas

abaixo de T_N o óxido de manganês deixa de ser um material paramagnético e seus momentos de dipolo magnético se ordenam na fase antiferromagnética. Em razão do acoplamento AF-FM, próximo de T_N , o FM atua no AF competindo com a desordem térmica e fazendo com que os momentos do AF se alinhem com os do FM resultando em um aumento em M_S e em M_R . Entretanto, quando o acoplamento AF predomina, esses parâmetros diminuem por conta do alinhamento antiparalelo no AF, se somando cada vez menos com a magnetização da fase FM. A dependência em temperatura da magnetização de saturação para partículas ultrafinas de Fe e Co foi reportado por Gangopadhyay [32,33]. Neste trabalho o comportamento do material ferromagnético com a temperatura foi aquele predito pela lei de Bloch [34] ($M_S(T) / M_S(0) = B T^{3/2}$). Alguns autores [35,36] apontam para o estudo de materiais que apresentem desvios da lei de Bloch $T^{3/2}$. Na figura 4.13 apresentamos os dados experimentais relativos à M_S e o ajuste de uma função do tipo $[M_S(0) - M_S(T)] / M_S(0) = B T^{3/2}$ indicando mais claramente que o desvio ocorre abaixo de T_N para o nanocompósito. No qual é mostrado o desvio do comportamento $T^{3/2}$ para valores de temperaturas inferiores a $T = 120$ K.

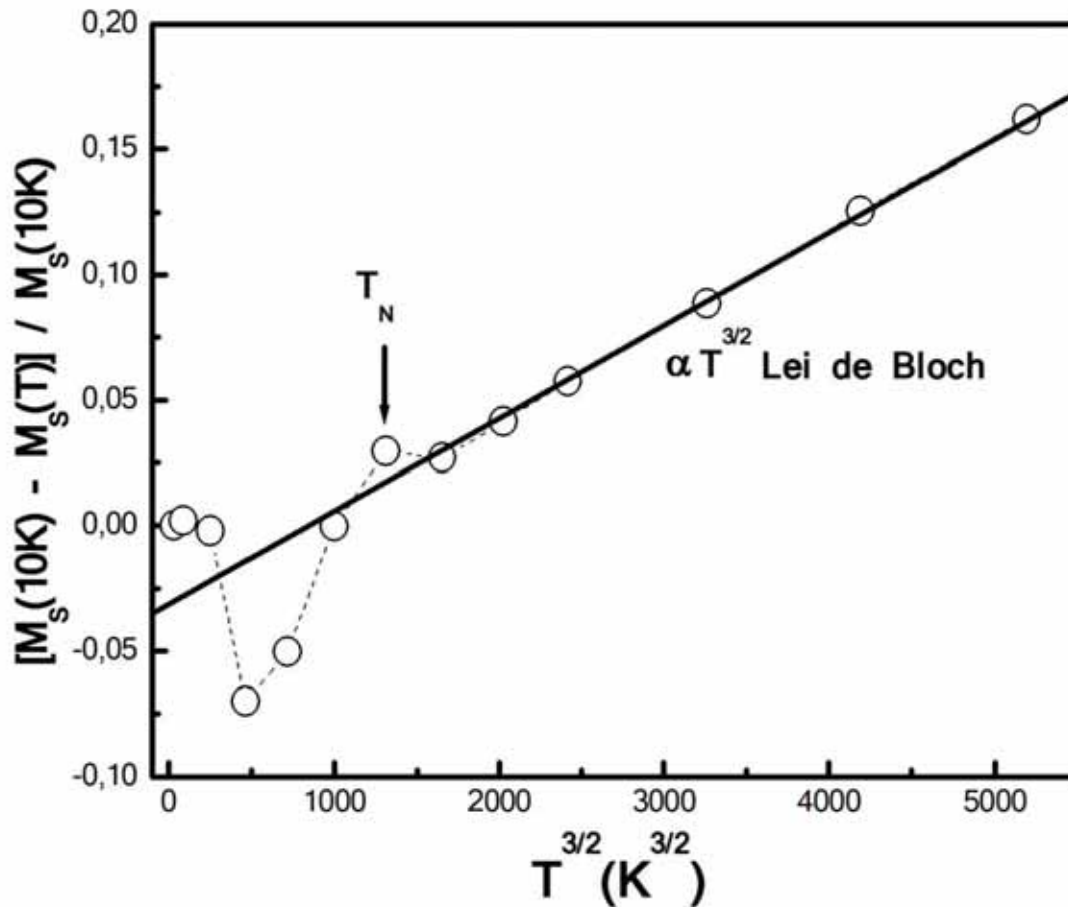


Figura 4.13- Comportamento da magnetização de saturação reduzida $[M_s(10\text{K}) - M_s(T)] / M_s(10\text{K}) = B T^{3/2}$ em função da temperatura para o disco magnético de $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$.

A seguir discutiremos o comportamento do campo coercivo em função da temperatura (ver figura 4.14). A magnitude desta quantidade pode ser obtida usando a relação $H_C = |H_{C1} - H_{C2}| / 2$, onde H_{C1} é o valor de campo coercivo que anula a magnetização no segundo quadrante da curva de histerese e H_{C2} o que anula a magnetização no quarto quadrante. Foi observado que H_C aumenta mais rapidamente com T para temperaturas abaixo de T_N . Essa é também uma clara indicação do acoplamento através da interação de troca entre o AF e o FM. Como foi estudado na referência [31] o campo coercivo do nanocompósito varia $T^{3/4}$ até T_N em acordo com o modelo de Stoner-Wohlfarth [37] para um arranjo de partículas de domínio único.

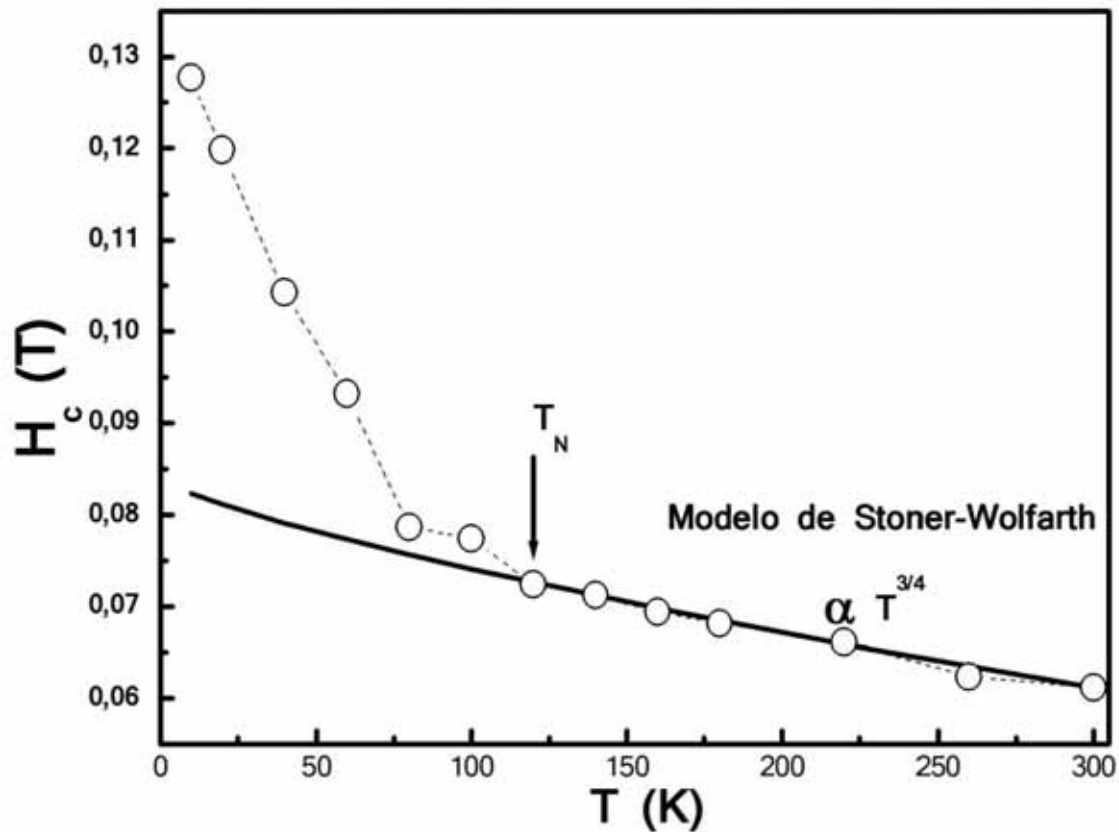


Figura 4.14- Medida do campo coercivo versus temperatura para o disco magnético de $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$. Dados experimentais (pontos) e ajuste linear para a temperatura com $T^{3/4}$.

4.2.3 Exchange bias

As medidas anteriores foram feitas resfriando a amostra na ausência de campo magnético aplicado. Entretanto, é conhecido que certos sistemas magnéticos do tipo FM-AF apresentam um deslocamento em campo na curva de histerese quando o resfriamento da amostra é feito na presença de um campo aplicado. Esse efeito é conhecido como *exchange-bias* e o campo de deslocamento da histerese como campo de *exchange-bias* H_{EB} . Em função disso, estudamos o comportamento H_{EB} no nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ em função do campo de resfriamento. Na figura 4.15 (a) são mostradas duas curvas de histerese obtidas em 10 K com a amostra resfriada sem (quadrados) e com um campo aplicado H_R de 0,2 T (círculos).

Uma amplificação da região em torno de $H = 0$ é mostrada na figura 4.14 (b).

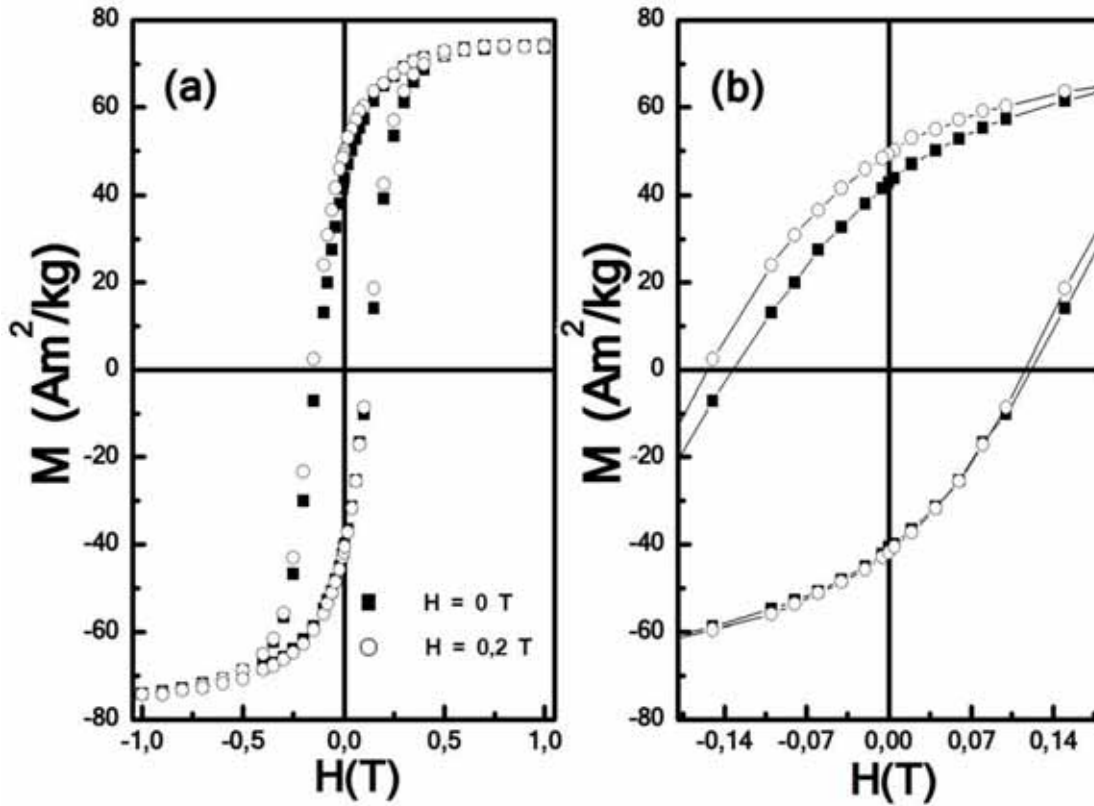


Figura 4.15- (a) Efeito de *exchange-bias* em $(\text{Fe}_{0.6}\text{Co}_{0.4})_{0.35}(\text{MnO})_{0.65}$ medido em 10 K resfriando a amostra na ausência de campo magnético (quadros) e na presença de um campo H_R de 0,2 T (pontos). Na parte (b) da figura é mostrada uma ampliação da curva de histerese em torno de $H = 0$.

O deslocamento na curva de histerese para temperaturas menores que a temperatura de Néel é associado à interação de troca entre os momentos magnéticos na interface entre os materiais FM (ferromagnético) e AF (antiferromagnético). Assim, quando um campo magnético é aplicado em $T_N < T_i < T_C$, os momentos magnéticos do material FM se alinham com o campo, enquanto que os momentos do AF estão em estado paramagnético. Após o resfriamento da amostra a uma temperatura $T_F (\leq T_N)$ e na presença de um campo magnético, os momentos magnéticos do AF na interface entre os dois

materiais alinham-se com o FM enquanto que os momentos magnéticos em outros planos acompanham a ordem AF. Quando o campo aplicado é invertido, os momentos do material FM iniciam um movimento de rotação. Se a anisotropia magnetocristalina do AF for suficientemente alta, os momentos AF permanecerão imóveis. Assim, devido à interação de troca, os momentos interfaciais AF exercem um torque microscópico sobre os momentos FM, que tende a mantê-los na sua posição original, alinhados a interface e na direção do campo de resfriamento. Por isso, o campo necessário para inverter completamente a magnetização de um material FM será maior se ele estiver interagindo por contato com um AF, já que é necessário um campo extra para superar o torque microscópico originado pelo acoplamento. O FM se comporta como se existisse um campo de bias, por isso, a curva de histerese do FM é assimétrica com relação ao eixo do campo, como mostra o ciclo de histerese da figura 4.15.

A magnitude do deslocamento na curva de histerese pode ser calculada utilizando a expressão $H_{EB} = (H_{C1} + H_{C2}) / 2$, onde H_{C1} e H_{C2} são os campos coercivos no segundo e quarto quadrantes, respectivamente. A dependência do campo H_{EB} com o valor do campo de resfriamento H_R é apresentada na figura 4.16. Os dados experimentais são representados por círculos e com as respectivas barras de erro, enquanto que o ajuste de um modelo teórico (discutido a seguir) é representado pela linha cheia (equação 4.2). O campo H_{EB} apresenta um crescimento para valores crescentes de H_R , atinge um valor máximo de 22,5 mT para $H_R = 0,5$ T e decresce para valores maiores de H_R , atingindo 17 mT em $H_R = 1$ T.

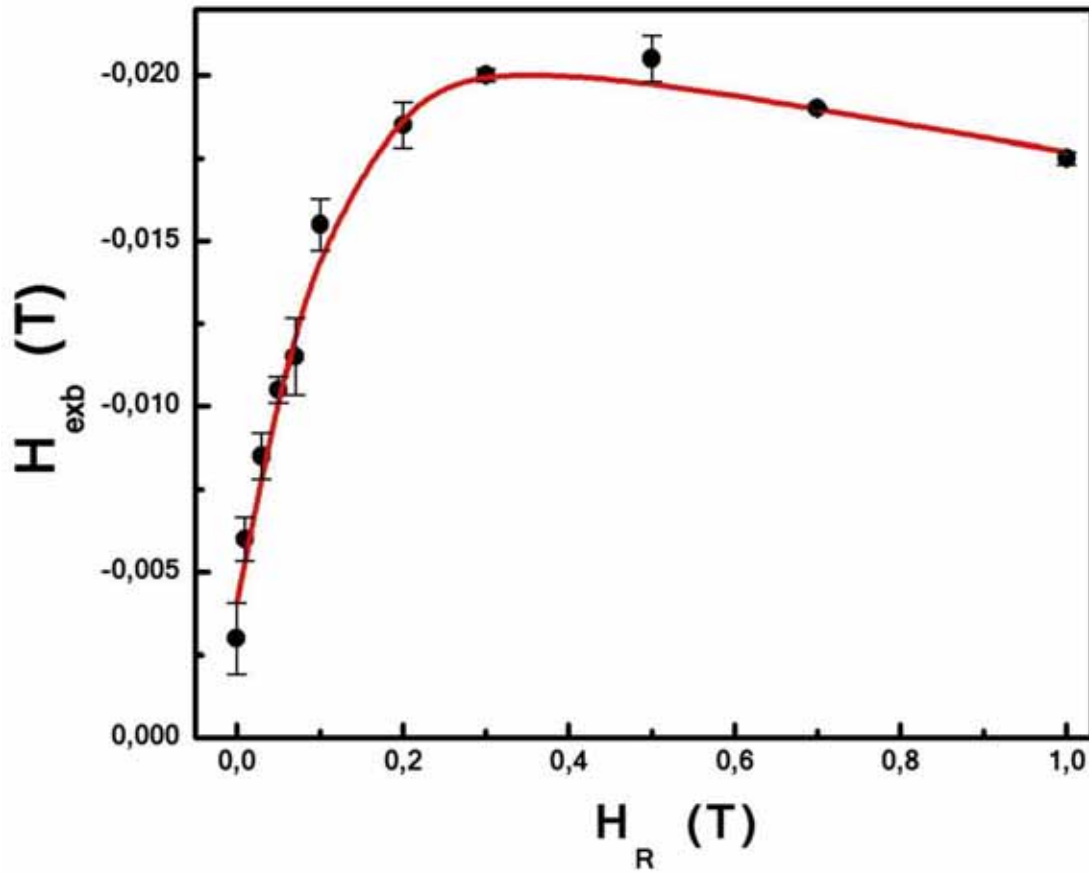


Figura 4.16- Campo de *exchange-bias* H_{EB} para o nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$, obtido após o resfriamento da amostra até 10 K na presença de diferentes valores de campo magnético H_R . A linha cheia representa um ajuste dos dados experimentais do modelo apresentado na referência [38].

O ajuste apresentado na figura 4.16 foi baseado num modelo teórico do campo de exchange bias realizado por B. Kagerer, Ch. Binek, W. Kleemann, para um heterosistema uniaxial de $\text{FeF}_2\text{-CoPt}$ com anisotropia perpendicular [36].

Neste modelo o comportamento do campo de exchange observado na figura 4.16 é explicado qualitativamente, como uma competição entre a interação de troca $E = -J\mathbf{S}_F \cdot \mathbf{S}_{AF}$ (Exchange) do AF-FM e a energia de acoplamento $E = -g\mu_B\mathbf{S}_{AF} \cdot \mathbf{H}$ (Energia Zeeman) do AF com o campo de resfriamento H_R assim

como a rugosidade da superfície. Para campos baixos de acoplamento de Exchange AF-FM prevalece sobre a energia J como resultado um crescimento do campo H_{EB} , como pode ser configuração de spins formada na interface para campos baixos apresentada na figura 4.17.

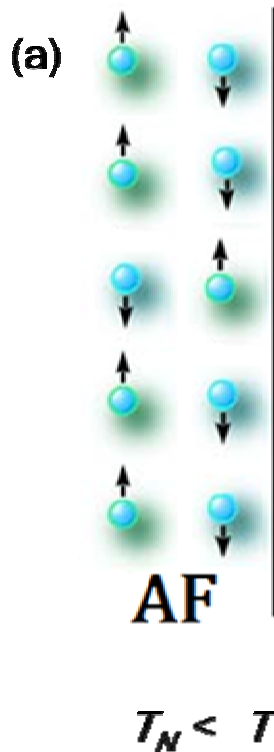


Figura 4.17- Configuração de spins na interface AF-FM, (a) ambiente e (b) abaixo da temperatura de Néel, para campo de resfriamento H_R .

Para campos altos a energia Zeeman supera a energia de troca, então a maioria dos átomos no FM e AF estão alinhadas com o campo, formando um cluster de spins na mesma direção, como é apresentado na figura 4.18 (a). Para baixas temperaturas a interação de *exchange-bias* não é desprezível, ver figura 4.18 (b) e a magnetização é mais facilmente invertida, dando como resultado uma diminuição de H_{EB} .

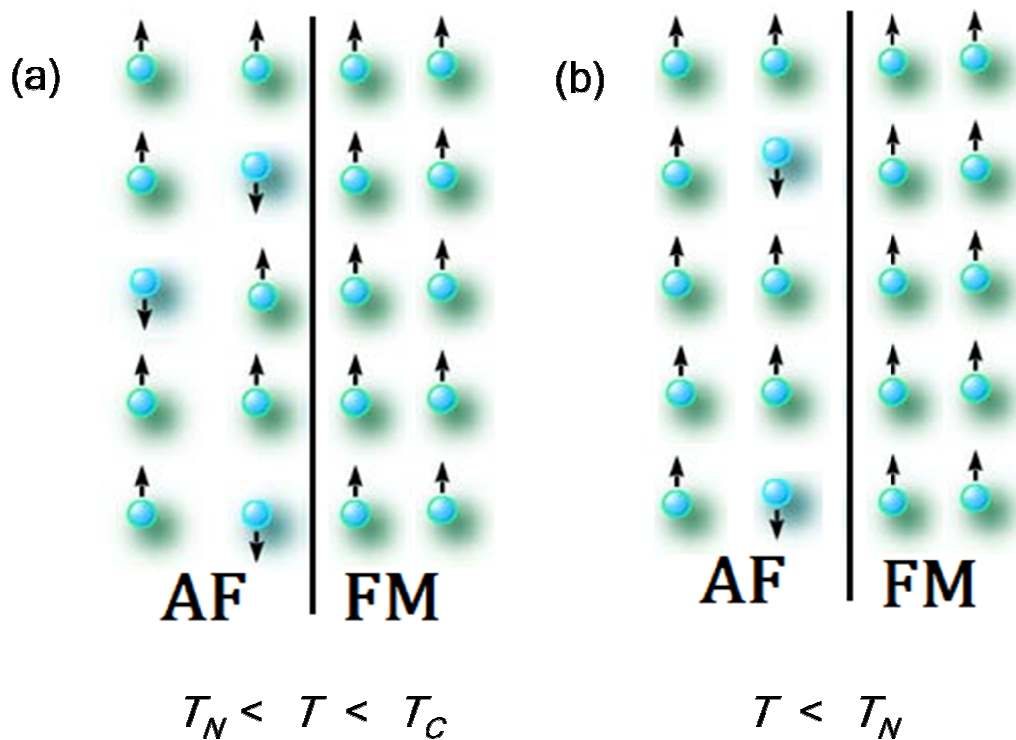


Figura 4.18- Configuração de spins na interface AF-FM, (a) na temperatura ambiente e (b) abaixo da temperatura de Néel, para campos altos de resfriamento H_R .

Para descrever qualitativamente a forte dependência do campo H_{EB} com o campo H_R antes do resfriamento do sistema é preciso considerar a estrutura de spins na superfície do AF-FM na temperatura de Néel. Temperatura na qual o estado AF é estabelecido. Assim para valores intermédios de H_R teremos valores intermédios de H_{EB} , região na qual não existira um completo alinhamento dos spins do FM e AF com o campo. É útil considerar um estado de equilíbrio termodinâmico da interface na temperatura $T \approx T_N \ll T_C$ sob a restrição de um campo externo fixo aplicado. Assume-se também que a estrutura dos spins no FM não muda com a temperatura. Devido a que esta configuração se estabelece numa temperatura $T_N < T < T_C$ e com um campo aplicado H_R . Para $T < T_N$ o ordenamento do material AF não muda a

configuração do FM, mas o acoplamento de *exchange-bias* gera a anisotropia unidirecional.

Uma representação da estrutura dos spins na interface AF-FM e suas capas adjacentes depois de resfriar o sistema abaixo de T_N para um campo de resfriamento de $0 < H_R < H_S$ é apresentada na figura 4.19. H_S é o campo de saturação do material FM.

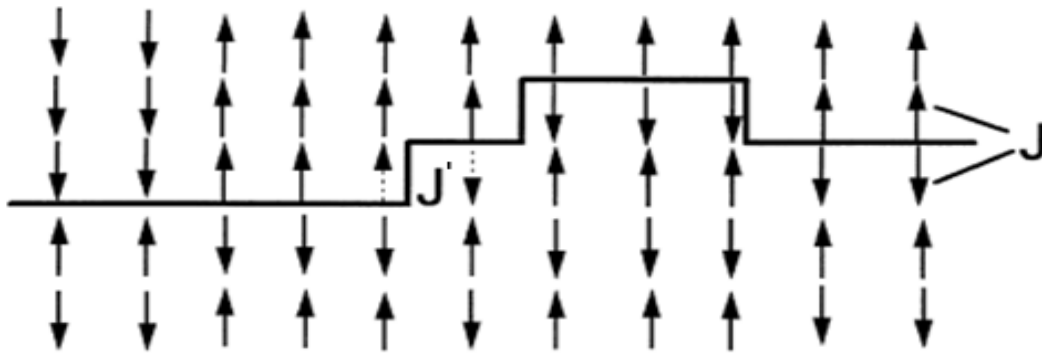


Figura 4.19- Representação esquemática da estrutura de spins na interface AF-FM esfriando o sistema abaixo de T_N com um campo aplicado $0 < H_R < H_S$. As setas indicam os momentos magnéticos do FM (acima da interface) e AF (Abaixo da interface). Na interface os spins adjacentes estão acoplados pela constante de Exchange J do AF (Linha solida) e uma constante adicional J' para os degraus da interface (Linha tracejada).

Consideram-se somente quatro possíveis orientações dos pares de spins do AF-FM na interface, $\mathbf{S}_F = \pm 1$ e $\mathbf{S}_{AF} = \pm 1$. Na energia consideram-se só a energia de Exchange e a energia Zeeman. Esta ultima só afeta $\mathbf{S}_{AF}$, por que se supôs que a orientação de $\mathbf{S}_F$ é independente na temperatura $T < T_C$, assim não preciso ter considerações termodinâmicas com $\mathbf{S}_F$. Considera-se que o ordenamento dos spins do AF na interface AF-FM começa na temperatura $T = T_N + \delta T$, onde $0 < \delta T \ll T_N$. Por tanto o acoplamento de Exchange na interface é considerado só entre $\mathbf{S}_{AF}$ e $\mathbf{S}_F$, depreciando a interação de $\mathbf{S}_{AF}$

com as vizinhanças do AF, este ordenamento requiere $T < T_N$. Uma vez a estrutura dos spins esteja estabelecida na interface, os subjacentes AF desenvolvem sua estrutura de domínio na interface em todo o cristal. A estrutura de domínio final do AF dará origem à anisotropia unidirecional final, a qual caracteriza o Exchange bias.

Com todas as aproximações apresentadas acima se define a função de energia que controla a configuração de spins na interface:

$$E = -J\mathbf{S}_F \cdot \mathbf{S}_{AF} - g\mu_B \mathbf{S}_{AF} \cdot \mathbf{H} \quad (4.1)$$

Onde J é a constante de troca dos spins $\mathbf{S}_F$ e $\mathbf{S}_{AF}$, μ_B o magnéton de Bohr, e g a constante giromagnética do elétron. Utilizando todas as aproximações anteriormente mencionadas na interface AF-FM, assim como a expressão para a energia, e dentro das considerações do modelo de Stoner-Wohlfarth o campo de Exchange bias é considerado como:

$$H_{EB} \propto J \left((1 - \alpha) + \alpha \frac{J'}{J} \right) (2n_F^+ - n_0) m_F \left\{ n_F^+ (1 - \alpha) \Delta m + n_0 (1 - \alpha) m^- + \frac{J'}{|J|} \alpha m_0 (2n_F^+ - n_0) \right\} \quad (4.2)$$

Onde n_F^+ é o numero de spins localizados nos degraus da figura 4.19, n_0 o numero total de spin no material FM, α é a rugosidade definida pelo numero de spins nos degraus sobre o numero de spins nos terraços da figura 4.19, m_F e m_0 são os momentos magnéticos do FM e AF respectivamente, e $\Delta m = m^+ - m^-$. Definindo a magnetização media:

$$m^{\pm} = g\mu_B \tanh[(\pm J + g\mu_B H) / K_B T] \quad (4.3)$$

A expressão 4.2 foi ajustada para os dados experimentais apresentados na figura 4.16, substituindo nesta equação $H = H_R$. É assumido que a configuração definida na interface para $T = T_N$ não variará para as medidas feitas em 10 K. Também são depreciadas as interações entre as capas do FM e AF com as outras capas da amostra. Os parâmetros considerados para a realização do ajuste são: $J / K_B T$, H_S , α , $J / |J|$ e $g\mu_B / K_B T_N$. Enquanto que n_0 , m_F e $J[(1-\alpha)+\alpha J / |J|]$ são absorvidos dentro de uma constante de proporcionalidade P dentro da equação 4.2.

Na tabela 4.1 são apresentados os valores determinados para estes parâmetros, para o melhor ajuste obtido no nanocompósito $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ e no sistema de bicamadas de FeF_2 -CoPt.

Bicamada de FeF_2 -CoPt	Nanocompósito de $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$
$g\mu_B / K_B = 95,48 \text{ K/T}$	$g\mu_B / K_B = 785,9 \text{ K/T}$
$H_S = 0,12 \text{ T}$	$H_S = 0,4 \text{ T}$
$J/K_B T = -0,46$	$J/K_B T = 0,05074$
$\alpha = 0,2$	$\alpha = 0,02956$

Tabela 4.1- Comparação dos valores obtidos para os parâmetros estabelecidos no ajuste da expressão 4.2, para um Nanocompósito de $(\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$ e um sistema de bicamada de FeF_2 -CoPt.

Na figura 4.16 o campo de exchange bias apresenta um valor de H_E ($H_R = 0$) = 3 mT, quando o sistema tem sido resfriado sem campo aplicado. Este valor pode ser atribuído a um erro sistemático do calculo do campo de

exchange bias. Esta constante foi introduzida no ajuste como um parâmetro no nosso sistema obtendo como valor $H_E = 3,11$ mT. A constante de acoplamento $J/|J| = -1$ toma um valor negativo para obter a forma apropriada da curva.

O parâmetro $g\mu_B / K_B T_N$ obtido para nosso sistema é 600 vezes maior do que o valor esperado para o momento magnético do elétron no AF, esta discrepância pode ser atribuída a que nosso sistema é formado por nanopartículas, nas quais a interação de troca é estabelecida na superfície AF-FM e o número de spins AF-FM interagindo é em proporção, muito maior do que na interface de um material em bloco. Em comparação com os sistemas de capas, a curvatura das nanopartículas beneficia a desordem do spin e por tanto uma diminuição do acoplamento, assim a constante $J/K_B T_N$ teria um valor positivo. O campo de saturação H_S dado pelo ajuste é aceito já que para este valor o disco magnético alcança o 93% da magnetização de saturação ver figura 4.14, estando no limite de $H_R < H_S$ no qual não todos os spins do FM são alinhados com o campo, assim o subsequente incremento de H_R será entendido como o domínio do efeito Zeeman sobre o acoplamento de troca.

CAPÍTULO 5

Conclusões

Construímos um magnetômetro por efeito Hall utilizando dos sensores Hall de GaAs e foi montado em um refrigerador de ciclo fechado do tipo Displex (Advanced Research Systems) o qual permite uma variação de temperatura no intervalo de 4 - 800 K, podendo, inclusive, ser facilmente colocado na presença de um campo magnético. Para aplicações de campos baixos (até 0,003 T), foi utilizado um par de bobinas de Helmholtz, enquanto que para campos maiores (até 1 T) foi usado um magneto permanente (Advancing Magnetic-electronics). O magnetômetro foi testado usando tanto correntes *dc* (I_{dc}) quanto correntes *ac* (I_{ac}), variando a amplitude de 0,1 a 3 mA. Conclui-se que o magnetômetro é sensível ao desalinhamento do plano dos sensores com o campo externo aplicado, introduzindo uma constante (*background*) na medida de magnetização que pode facilmente ser eliminada quando é utilizada corrente *dc*. No entanto, quando utilizamos corrente *ac* uma defasagem no sinal dos sensores é encontrada, não permitindo assim cancelar o *background*. Para uso de *ac* esta constante pode ser subtraída na saturação da amostra na temperatura ambiente assim com em baixas temperaturas, realizando a curva de histerese da amostra na temperatura desejada. A sensibilidade do magnetômetro foi estimada a ser $3 \times 10^{-6} \text{ Am}^2$. Dentre as possíveis fontes de limitação na sensibilidade a maior delas é o alinhamento do magnetômetro com relação ao campo magnético. Contudo, embora o magnetômetro não possa competir em sensibilidade com outras técnicas, ele é de baixo custo,

fácil de ser implementado e de fácil adaptação a sistemas de refrigeração de ciclo fechado.

Foram medidas as curvas de histerese das ligas $\text{Fe}_{64}\text{Co}_7\text{Zr}_6\text{Nd}_3\text{B}_{20}$ e $\text{Fe}_{56}\text{Co}_7\text{Ni}_7\text{Zr}_{10}\text{B}_{20}$ e os resultados foram comparados com medidas de susceptibilidade ac. Concluindo que o sinal medido pelo magnetômetro nas duas amostras é influenciado pela existência de domínios de fechamento típico desses materiais, além da forte influência do *background* gerado pelo desalinhamento do sistema com o campo externo, considerando estas, as principais causas nas diferenças encontradas nas duas técnicas. No entanto, o magnetômetro constitui uma ferramenta prática e útil na medida de magnetização, que a diferença de outras técnicas e não diminui o comprimento da amostra.

Com o magnetômetro foi possível medir a dependência da magnetização de saturação, da remanência e do campo coercivo com a temperatura para o nanocompósito $(\text{Fe}_{0,4}\text{Co}_{0,6})_{0,35}(\text{MnO})_{0,65}$. Foi observada uma boa correspondência entre nossas medidas de magnetização com as medidas em um VMS. Foi observado ainda o efeito de *exchange bias* neste material e foi estudado pela primeira vez o comportamento do campo de *exchange-bias* em função do campo de resfriamento para este material. Este comportamento foi modelado utilizando uma análise qualitativa na qual a energia que controla a configuração de spin na interface de um AF-FM resulta da competição entre a energia de exchange na interface AF-FM e a energia Zeeman do AF com o campo externo aplicado.

Como perspectiva futura, se faz necessário reduzir a contribuição do campo externo aplicado (alinhamento). Isso pode ser feito construindo um guia que permita localizar o magnetômetro sempre na mesma região de campo magnético ou utilizando um eletro-ímã mais homogêneo. Além disso, é recomendável utilizar correntes constantes as quais não são influenciadas por efeito de fase.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] B. D. Cullity and C.D. Graham, *Introduction to Magnetic Materials*, John Wiley & Sons, 2nd edition, 2008.
- [2] Irène Brigger Catherine Dubernet and Patrick Couvreur, *Nanoparticles in cancer therapy and diagnosis*, Advanced Drug Delivery Reviews. **54**, 631 (2002).
- [3] Manuel Arruebo, Rodrigo Fernández-Pacheco, M. Ricardo Ibarra, and Jesús Santamaría, *Magnetic nanoparticles for drug delivery*, nanotoday. **2**, 22 (2007).
- [4] Marcelo Knobel, *Aplicações do magnetismo*, Ciência Hoje, **18**, 36 (2005)
- [5] Du-Xing Chen, James A. Brug, and Ronald B. Goldfarb, IEEE Trans. Magn. **27**, 3601 (1991).
- [6] W. H. Meiklejohn and C. P. Bean, Phys. Rev. **102**, 1413 (1956).
- [7] R. L. Fagaly Rev. Sci. Instr. **77**, 101101 (2006).
- [8] Hong-chang Yang et al. Tamkang. J. Sci. Eng. **6**, 9 (2003).
- [9] S. Foner, Rev. Sci. Instr. **27**, 548 (1956)
- [10] D. O. Smith, Rev. Sci. Instr. **27**, 261 (1956).
- [11] S. Foner, J. Appl. Phys. **79**, 4740 (1996).
- [12] J. N. Chapman, M. R. Scheinfein, J. Magn. Magn. Mater. **200**, 729 (1999).

- [13] K. J. Kirk, J. Appl. Phys. **85**, 5237 (1999)
- [14] J. Wrona et al, Phys. Stat. Sol. A **196**, 161 (2003).
- [15] J. Unguris. M. R. Scheinfein, R. J. Celotta and D. T. Pierce, IEEE Trans Magn. **25**, 4204 (1989)
- [16] Roger Proksch et al, Appl. Phys. Lett. **69**, 2599 (1996)
- [17] Jefferson Ferraz Damasceno Félix Araújo, *Construção de um magnetômetro Hall para caracterização de partículas magnéticas utilizadas em ensaios imunológicos*, Dissertação de Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Física, Pontifícia Universidade Católica de Rio de Janeiro, 2008.
- [18] Walter Vienman, Rev. Sci. Instrum. **33**, 527 (1962).
- [19] Pierre-A. Besse et al, Appl. Phys. Lett. **80**, 4199 (2002).
- [20] Yongqing Li, Peng Xiong and Stephan Von Mdnár, Appl. Phys. Lett. Vol **80**, 4644 (2002).
- [21] Quantum Desing. Application Note 1084-701, Rev. A0
- [22] Velo A. Marsocci and Thomas T. Chem, J. Appl. Phys. **40**, 3361 (1969).
- [23] A. Schuhl, F. Nguyen Van Dau and J. R. Childerss, Appl. Phys. Lett. **66**, 2751 (1995).
- [24] A. Nemoto et al, Appl. Phys. Lett. **74**, 4026 (1996).
- [25] F. Montaigne et al, Sensor and Actuators **81**, 324 (2000)
- [26] L. Ejasing, M. F. Hansen and A. K. Menon, Appl. Phys. Lett. **84**, 4729 (2004).
- [27] E. H. Hall, "*On a New Action of the Magnet on Electric Currents*". American Journal of Mathematics. **2**, 287 (1879).

- [28] Hurd. C. H, *The Hall Effect in Metals all Alloys*. Plenum Press, New York- London, 1972.
- [29] Lenz. J. E, *A Review of Magnetic Sensor*. Proceedings of the IEEE. **78**, 973 (1990).
- [30] Data sheep. Toshiba Hall Sensor, GaAs (THS118).
- [31] L. L. Araujo, Propriedades magnéticas do nanocompósito $(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_y(\text{MnO})_{1-y}$, Tesis doctoral, Pograma de Pos-Graduação em Física, Universidade Federal de Pernambuco, 2009.
- [32] S. Gangopadhyay et al, Phys. Rev. B **45**, 9778 (1992).
- [33] S. Gangopadhyay, G. C. Hadjipanayis, C. M. Sorensen, and K. J. Klabunde, IEEE Trans. Magn. **28**, 3174 (1992).
- [34] C. Kittel, Introdução à física do estado sólido, LTC, Oitava Edição- Traduzido, 2006
- [35] U. Köbler, D. Hupfeld, W. Schnelle, K. Mattenberger, and T. Brückel, J. Magn. Mater. **205**, 90 (1999).
- [36] U. Kobler, A. Hoser, M. Kawakami, T. Chatterji, and J. Rebizant, J. Magn. Mater. **205**, 343 (1999).
- [37] E. C. Stoner and E. P. Wohlfarth, Phil. Trans. R. Soc. A. **240**, 599 (1948).
- [38] B. Kagerer, Ch. Binek, W. Kleemann, J. Magn. Mater. **217**, 139(2000).