Pontifícia Universidade Católica
do Rio de Janeiro

Christian David Medina Garcia

Construção de um microscópio magnético de varredura usando sensores de efeito Hall modelo HG-362A

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Física do Departamento de Física da PUC-Rio.

Orientador: Prof. Jefferson Ferraz Damasceno Félix Araújo

Rio de Janeiro
Março de 2020

Pontifícia Universidade Católica
do Rio de Janeiro

Christian David Medina Garcia

Construção de um microscópio magnético de varredura usando sensores de efeito Hall modelo HG-362A

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Física da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo.

Prof. Jefferson Ferraz Damasceno Félix Araújo
Orientador
Departamento de Física - PUC-Rio

Prof. Elder Yokoyama
Departamento de Geofísica - UNB

Prof. Cleânio da Luz Lima
Departamento de Física - UFPI

Rio de Janeiro, 13 de março de 2020

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Christian David Medina Garcia

Graduou-se em Física na Universidade Central de Venezuela – UCV em 2017.

Ficha Catalográfica

Medina Garcia, Christian David

Construção de um microscópio magnético de varredura usando sensores de efeito Hall modelo HG-362A / Christian David Medina Garcia; orientador: Jefferson Ferraz Damasceno Félix Araújo. – Rio de Janeiro: PUC-Rio, Departamento de Física, 2020.

v., 128 f: il. color. ; 30 cm

Dissertação (mestrado) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Física.

Inclui bibliografia.

1. Física – Dissertações. 2. Microscópio magnético de varredura. 3. Sensor Hall. 4. Medidas magnéticas. 5. Processo de modelagem;. I. Ferraz Damasceno Félix Araújo, Jefferson. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Física. III. Título.

CDD: 530

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Para os meus país, Alfonzo e Amanda,

Pelo apoio, confiança e carinho.

Agradecimentos

O meu primeiro agradecimento é dedicado a Deus, a Natureza, o Universo, cada um do seus guardiães e manifestações, que me deram muita força, fé, saúde e esperança durante a minha vida toda, que colocarem no meu caminho as ferramentas para resolver as dificuldades e que me brindarem muita humildade para sempre continuar aprendendo.

Agradeço especialmente ao meu pai José Alfonzo Medina, minha mãe Gloria Amanda García e irmão Anthony Medina García, que sempre me deram todo o seu apoio, amor, paciência e que me guiarem pelo caminho certo até hoje, mesmo estando muito longe ficam sempre dentro do meu coração.

Agradeço ao meu orientador Jefferson Ferraz por toda a ajuda, compreensão, respeito e aprendizagem que brindou para mim. Pela ótima orientação durante minhas disciplinas e desenvolvimento da minha dissertação. Também por ter me ensinado como fazer nanopartículas magnéticas, como utilizar diferentes equipamentos do laboratório de instrumentação e por me motivar para melhorar cada dia. Também agradeço a Antônio Carlos Bruno, quem proporcionou ótimas dicas e avanços no meu projeto de dissertação. Quero agradecer ao técnico Freddy Osorio pela grande ajuda que deu para mim na construção do gradiômetro, desenho de figuras e demais conhecimentos que passou para mim. A estudante de iniciação Amanda Farias quem me ensinou como fazer cubos de micropartículas e técnicas de soldagem. Aos estudantes de mestrado Eloy Junior e Freddy que deram dicas importantes durante as aulas sobre como usar o microscópio magnético. O estudante de iniciação Daniel quem também passou conhecimentos importantes para o meu desenvolvimento no laboratório de instrumentação. Ao pessoal da oficina Mecânica Wellintong e João que fizeram um ótimo trabalho durante a construção do microscópio Hall e o pessoal da secretaria de pós-graduação Giza e Eduardo. Cada uma das pessoas mencionadas foi fundamental para fazer e concluir estre trabalho, então gratidão.

Adicionalmente queria agradecer aos professores das minhas disciplinas da PUC-Rio Tommaso Del Rosso, Arman Esmaili, Enio Frota, Victor Carozo, Welles

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Morgado, Vanessa Freitas e Isabel Cristina. Adicionalmente agradeço ao professor Geraldo Cernicchiaro do CBPF. Consegui aprender muito com cada um desses professores.

Queria agradecer a minha namorada Thais Neves pelo seu apoio e parceria em cada momento bom e ruim da minha vida, pelos risos e raivas que me faz passar e toda a ajuda para a formação deste trabalho, é maravilhosa. Também a família Neves que esteve do meu lado e sempre me receberam de braços abertos.

Agradeço a minhas primeiras amigas aqui no Rio, Juliana dos Santos e Fernanda Maria por ter me recebido na casa delas e pela amizade tão maravilhosa que deram para mim.

Quero deixar um agradecimento especial para a minha irmã de coração, Teresa Sanguino, pessoa que sempre me ajudou mesmo estando a quilômetros de distância, que sinto máxima confiança por ela, e que depois de quase 10 anos ainda rimos pelas mesmas bobeiras. Igualmente agradeço a cada um dos meus amigos na Venezuela Aysen, Carlos, Dioni, Betancourt y Gerald Saint pela companhia virtual. Deixo um agradecimento especial para Glauber por ter sido uma motivação desta viagem.

Deixo aqui toda minha gratidão para o mestre Célio Gomes, e cada um dos meus companheiros da família Aluandé: Cristina, Fagnon, Camila, Bike, Fatima, Raoni, Erida, Baoba, Ana, Tomaz, Gabriel, Marina, Leo, Marcelo, Laio, Bruno, Beatriz, Fernanda, Brutus, Fernando, Hugus e especialmente aos físicos Maria e Luis. Todos me receberam com muito carinho, me ensinaram infinidade cosas e me fizeram sentir parte da família. Com vocês aprendo cada dia como ser melhor pessoa. Axé!!!!.

Ao CNPq e à PUC-Rio, pelos auxílios concedidos, sem os quais este trabalho não poderia ter sido realizado.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Resumo

Garcia, Christian David Medina; Araújo, Jefferson Ferraz Damasceno Félix. **Construção de um microscópio magnético de varredura usando sensores de efeito Hall modelo HG-362A.** Rio de Janeiro, 2020. 128p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Física, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

A microscopia magnética de varredura tem sido um importante campo de pesquisa destinado à obtenção das propriedades magnéticas de diferentes materiais e suas aplicações em áreas como geologia, medicina, ciências e tecnologia. No Laboratório de Instrumentação do Departamento de Física da PUC-Rio construímos e calibramos um microscópio magnético de varredura capaz de medir e mapear amostras com massas na ordem de microgramas. O microscópio foi construído utilizando um sistema de leitura baseado em uma configuração gradiométrica que utiliza dois elementos sensores de efeito Hall com tamanho de 300 μm e está separado da superfície da amostra por uma distância de 143 μm. Os mapeamentos podem ser realizados sob um campo magnético aplicado de até 500 mT. Aperfeiçoamos o microscópio Hall utilizando uma plataforma feita de acrílico capaz de diminuir o ruído mecânico gerado durante o mapeamento usando um sistema de molas ligada à atuadores lineares responsáveis pela varredura bidimensional. Também foi construído um sistema de leitura composto por três placas de circuito impresso de baixo custo. O microscópio Hall possui uma sensibilidade em torno de 300 $nT_{rms}/ (Hz)^{½}$ e foi calibrado usando uma esfera de níquel com 99% de pureza. A sensibilidade em momento magnético alcançada foi da ordem de $10^{-12}\mathrm{A}m^2$. Todos os equipamentos envolvidos na operação do microscópio são controlados utilizando a linguagem LabVIEW®. Como exemplo de aplicação, fabricamos cubos feitos de micropartículas de óxido de ferro e nanopartículas magnéticas de magnetita usando o método de coprecipitação em meio alcalino. As propriedades magnéticas destes materiais foram obtidas utilizando o microscópio construído.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Palavras-chave

Microscópio magnético de varredura; Sensor Hall; Medidas magnéticas; Processo de modelagem.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Abstract

Garcia, Christian David Medina; Araújo, Jefferson Ferraz Damasceno Félix (Advisor). **Construction of a scanning magnetic microscope using Hall effect sensors model HG-362A**. Rio de Janeiro, 2020. 128p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Física, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Scanning magnetic microscopy has been an important field of research for obtaining magnetic properties of different materials and their applications in areas such as geology, medicine, science, and technology. In this study, a scanning magnetic microscope, capable of measuring and mapping samples with masses in the microgram range, was developed and calibrated at the Instrumentation Laboratory of the Physics Department of the PUC-Rio. This device was developed using a reading system based on a gradiometric configuration with two 300 μm Hall-effect sensor elements. The microscope was separated from the sample surface by a distance of 143 μm. The mappings can be performed under an applied magnetic field of up to 500 mT. The Hall microscope was improved by using a platform made of acrylic capable of reducing mechanical noise generated during the mapping, through a system of springs connected to linear actuators responsible for two-dimensional scanning. A reading system with three low-cost printed circuit boards was also developed. The Hall microscope has a sensitivity of around 300 $nT_{rms}/(Hz)^{½}$ and was calibrated using a nickel sphere (99% pure). The magnetic moment sensitivity achieved was of the order of $10^{-12}\mathrm{A}m^2$. All devices used for operating the microscope were controlled using the LabVIEW® language. As an application example, cubes of iron oxide microparticles and magnetite magnetic nanoparticles were made using the alkaline coprecipitation method. The magnetic properties of these materials were obtained using the microscope developed in this study.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Keywords

Scanning magnetic microscope; Sensor Hall; Magnetic measurements; Modeling process.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Sumário

1 Introdução 24
1.1. Introdução ao magnetismo 24
1.2. Unidades e termos magnetismo 25
1.3. Tipos de comportamento magnético 27
1.4. O conceito de domínio 28
1.5. Mapas e microscopia magnética 30
1.6. Curva de histerese magnética 31
1.7. Superparamagnetismo 32
1.8. Objetivo 33

2 Sensores 34
2.1. Magnetometria 34
2.1.1. Efeito Hall 36
2.1.2. Sensor Hall 37
2.1.3. Processo de calibração do sensor Hall 38
2.1.4. Procedimento de calibração dos sensores 43
2.2. Gradiômetro 43

3 Microscópio Magnético de Varredura 48
3.1. Funcionamento do microscópio 48
3.2. Construção do microscópio de varredura 50
3.2.1. Eletroímã 51
3.2.2. Sistema de deslocamento da amostra 56
3.2.3. Gradiômetro Hall 59
3.2.4. Sensor Hall Melexis 60
3.2.5. Porta amostra 62
3.2.6. Sistema de leitura 64
3.2.7. LabVIEW 74
3.3. Procedimento experimental 77

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

4 Calibração 79
4.1. Modelo utilizado na calibração 80
4.2. Processo de calibração 85
4.3. Material usado na calibração 85

5 Síntese e Caracterização de Amostras 91
5.1. Modelo do prisma retangular 93
5.2. Fabricação de cubos de óxido de ferro 94
5.3. Modelo do cilindro de corrente 107
5.4. Fabricação de nanopartículas magnéticas 109
5.5. Micropartículas magnéticas 114

6 Conclusões 116

7 Referências Bibliográficas 117

8 Apêndices 125
8.1. Funções em MatLab 125
8.1.1. Modelo do dipolo Magnético 125
8.1.2. Sub-rotina do dipolo magnético 126
8.1.3. Modelo do prisma rectangular 127
8.1.4. Sub-rotina do prisma retangular 128

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Lista de Figuras

Figura 1.1 - (a) Dipolo magnético; (b) Ímã. 25
Figura 1.2 - Domínios magnéticos presentes em um material magnético. (a) Material não magnetizado e com domínios organizados de forma aleatória; (b) Monodomíno gerado por alinhamento de todos os momentos dos domínios individuais teoricamente. 30
Figura 1.3 - Curva de magnetização M do material em função do campo externo H aplicado mostrando a coercividade (verde), magnetização remanescente (vermelho) e saturação nos extremos. 32
Figura 1.4 - Curva de magnetização M em função de campo aplicado H de material superparamagnético. 33
Figura 2.1 - Configuração original do efeito Hall. 36
Figura 2.2 - Sensor Hall (Escala de 1 mm). Figura retirada de [AKM User Manual, Model HG-362A]. 38
Figura 2.3 - Fonte de poder marca INSTRUTHERM, modelo FA-3030. 38
Figura 2.4 - Par de Helmholtz com detector do gaussímetro dentro dele. 39
Figura 2.5 - Equipamentos. (a) Multímetro marca HP, modelo 34401A; (b) Gaussímetro marca F.W.BELL, modelo 5080. 40
Figura 2.6 - Curva de caracterização do sensor 1 (azul), sensor 2 (vermelho) e a diferença entre elas (Verde). 41
Figura 2.7 - Diferença de voltagem das medidas dos sensores com barra de erro para cada valor de campo magnético aplicado pelo par de Helmholtz na calibração dos sensores. 42
Figura 2.8 - Diferença das medidas de campo magnético dos sensores em função do campo magnético aplicado pelo par de Helmholtz na calibração dos sensores. 42

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Figura 2.9 - Gradiômetro axial de sensores Hall. (a) Vista frontal do gradiômetro com sensor ligado na placa; (b) Vista traseira do gradiômetro sem cabos de ligação; (c) Vista lateral com sensor A (esquerda), sensor B (direita) e separação D entre os sensores. 45
Figura 2.10 - Teste do gradiômetro no magnetômetro. (a) Magnetômetro de baixas temperaturas. Figura retirada de [Araújo et al., 2013; Araújo et al., 2015]; (b) Fonte de corrente marca Sorensen, modelo DLM40-75E; (c) Curva de calibração do gradiômetro dentro do magnetometro de baixas temperaturas. 46
Figura 2.11 - Diferença das medidas de campo magnético dos sensores em função do campo magnético aplicado pelo par de Helmholtz na calibração dos sensores. 47
Figura 3.1 - Microscópio magnético de varredura mostrando os posicionadores lineares XY, amostra, sensores, câmera, estrutura e eletroímã. (a) Desenho do microscópio; (b) Vista superior do microscópio; (c) Vista lateral do microscópio. 49
Figura 3.2 - Diagrama de blocos do microscópio magnético construído. 51
Figura 3.3 - Eletroímã marca GMW Inc., modelo 3470. (a) Vista frontal; (b) Vista lateral. Figura retirada de [Araújo et al., 2013]. 52
Figura 3.4 - Prendedores do polo superior do eletroímã. (a) Coroa com 3 parafusos desde a vista superior do eletroímã; (b) Parafuso incorporado na estrutura do eletroímã fotografado lateralmente. 53
Figura 3.5 - Prendedores do polo inferior do eletroímã. (a) Parafuso incorporado na estrutura do eletroímã fotografado lateralmente; (b) Parafuso prendedor do polo inferior (parafuso preto) e parafuso que modifica a posição vertical do polo (parafuso branco) fotografados desde a base do eletroímã. 54

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Figura 3.6 - (a) Fotografia do eletroímã e câmera dentro da estrutura de alumínio; (b) Fotografia da região entre os polos onde a câmera consegue aproximar. 54
Figura 3.7 - Banho ultratermostático da marca QUIMIS, modelo Q214S2. 55
Figura 3.8 - Fluxometro da marca Brooks Instrument, modelo 1306. (a) Desenho do fluxômetro. Figura retirada de [Brooks Instrument Manual]. Fotografia do fluxômetro do laboratório de instrumentação da PUC-Rio. 56
Figura 3.9 - Campo magnético das faces de 20 mm e 40 mm do eletroímã em função da posição do sensor Melexis. 57
Figura 3.10 - Fotografias da plataforma e sistema de deslocamento do microscópio Hall. (a) Fotografia do microscópio Hall; (b) Fotografia da plataforma de acrílico e as borrachas amortecedora (verde); (c) Fotografia do atuador linear X, sistema de molas (vermelho), trilho de deslocamento da estrutura e placa de latão 58
Figura 3.11 - Posicionadores XY (vermelho), plataforma atenuadora de ruído feita de latão (azul) e suporte do porta amostras fabricado de acrílico (verde). 59
Figura 3.12 - Esquema dos componentes na região do eletroímã. (a) Polos norte e sul do eletroímã, suporte de acrílico dos sensores, placa PCB do gradiômetro, amostra e porta amostra; (b) Vista lateral região do gradiômetro mostrando os sensores 1, 2 e 3: (c) Vista superior da região do gradiômetro, mostrando sensor 1 e sensor 3. 60
Figura 3.13 - Programador Melexis, modelo PTC-01. (a) Desenho esquemático do programador com algumas especificações; (b) Esquema da configuração básica do programador para calibração do sensor MLX90215; (c) Desenho esquemático da interface serial RS232. Figuras retiradas de [Melexis User Manual]. 61

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Figura 3.14 - Sensor Hall da marca Melexis, modelo MLX90215. (a) Desenho esquemático do sensor com especificações; (b) Tabela de offset (esquerda) e sensibilidade (direita) para programação do sensor. Figuras retiradas de [Melexis User Manual]. 62
Figura 3.15 - Porta amostra de acrílico. (a) Fotografia do porta amostra com acoplamento e amostra acima; (b) Fotografia superior do porta amostra indicando dimensões da quadrilha e posição do furo central (preto) e furo de referência (branco). 63
Figura 3.16 - Fotografia do acoplamento com amostra já depositada (linha preta) através dos furos (linha branca). 63
Figura 3.17 - Fotografia do sistema de leitura do microscópio magnético do laboratório de instrumentação da PUC-Rio. 65
Figura 3.18 - Fotografias das fontes de alimentação do sistema de leitura do microscópio. (a) Fonte HP, modelo E3610A; (b) Fonte Agilent, modelo E3634A indicando modo 25 V, 7 A encerrado em vermelho. 66
Figura 3.19 - Fotografia do Pre-Amplificador Low-Noise da Marca Stanford Research Systems, modelo SR560. 66
Figura 3.20 - Amplificador Lock-In da Marca Stanford Research Systems, modelo SR830. (a) Fotografia do equipamento Lock-In; (b) Painel da sensibilidade sinalizado em amarelo; (c) Painel da fase sinalizado em vermelho. 68
Figura 3.21 - Amplificador Lock-In AJE. (a) Fotografia do AJE; (b) Esquema do circuito elétrico do AJE. Figura retirada de [Araújo et al., 2019b]. 69
Figura 3.22 - Gráfico de ruído em função da frequência lido pelo Lock-In AJE e Lock-In SR830. Figura retirada de [Araújo et al., 2019b]. 70
Figura 3.23 - (a) Fotografia da placa do eletroímã; (b) Esquema do circuito da placa do eletroímã indicando seus componentes. 71

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Figura 3.24 - Placa do gradiômetro INA105. (a) Fotografia da placa do gradiômetro indicando os canais de saída do sensor A e B, canal de entrada do sinal de referência, cabo que alimenta e recebe informação do gradiômetro e alimentação da placa através da fonte HP; (b) Gráfico com espectro de ruído em função da frequência dos dispositivos INA105 (verde) e IC LM334 (azul). Figura retirada de [Araújo et al., 2019a]; (c) Esquema do circuito da placa do gradiômetro. 72
Figura 3.25 - Dispositivo de aquisição de dados da marca National Instruments, modelo USB-6210. (a) Fotografia da placa de aquisição de dados; (b) Esquema dos canais de entrada e saída da placa da National. Figura retirada de [National Instruments User Manual]. 74
Figura 3.26 - Diagrama de blocos do programa principal LabVIEW do microscópio. 75
Figura 3.27 - Painel principal do programa do microscópio em LabVIEW, com numeração das funções. 75
Figura 3.28 - Microscópio Hall com sistema de leitura e deslocamento aperfeiçoado. 77
Figura 4.1 - Esquema da distância entre a amostra e o elemento sensível GaAs do sensor Hall HG-362A. Sendo D a distância entre a superfície do sensor e a amostra, d a distância entre o elemento sensível e o encapsulamento, z_0 é a distância total D + d, e A é a área sensível do elemento GaAs [AKM User Manual, Model HG-362A]. 80
Figura 4.2 - Dipolo localizado na origem de coordenadas, com momento magnético m_z em z positivo e a uma distância r do sensor de área A. 81
Figura 4.3 - Circuito de corrente a uma grande distância do ponto p. 82
Figura 4.4 - Gráfico da curva C formada pelos vetores **r´** e d**r´.** 83

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Figura 4.5 - Esfera de níquel com 99% de pureza. (a) Mapa magnético da amostra de níquel; (b) Fotografia da esfera de níquel no porta amostra. 86
Figura 4.6 - Ampliação do mapa magnético da amostra de níquel, com o grid feito em MatLab mostrando os setores de máxima intensidade. 87
Figura 4.7 - Resultado do mapeamento da amostra de níquel. (a) Mapa magnético da esfera com linha que atravessa o setor de máxima intensidade dela; (b) Gráfico experimental (pontos azuis) do campo magnético normalizado da amostra em função da posição X usando os dados da linha feita no mapa magnético, e gráfico teórico (linha negra) feito a partir do modelo teórico em MatLab. 87
Figura 4.8 - Campo magnético da amostra em função da posição X mostrando os pontos máximo e mínimo de intensidade (linhas vermelhas). 88
Figura 4.9 - Gráficos de magnetização da esfera de níquel feitos pelo microscópio Hall da PUC-Rio (azul) e pelo magnetômetro SQUID do CBPF (vermelho). 89
Figura 5.1 - Gráfico de magnetização dos porta amostras fabricados com vidro, latão, cobre, quartzo, e acrílico. 93
Figura 5.2 - Fotografia do cubo de óxido de ferro fabricado na PUC-Rio. 96
Figura 5.3 - Esquema do mapeamento magnético do cubo de óxido de ferro mostrando a rotação da amostra em cada medição, o polo norte e sul do eletroímã em cor vermelho e azul, o sensor Hall A do gradiômetro em cor cinza e a direção da magnetização. (a) Mapeamento da face 1; (b) Mapeamento da face 2; (c) Mapeamento da face 3; (d) Mapeamento da face 4. 97
Figura 5.4 - Mapa magnético do cubo fabricado com Epóxi. 98

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Figura 5.5 - Mapas magnéticos da amostra 1 (38,077 mg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4. 98
Figura 5.6 - Mapas magnéticos a amostra 2 (31,434 mg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4. 99
Figura 5.7 - Mapas magnéticos da amostra 3 (22,981 mg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4. 99
Figura 5.8 - Mapas magnéticos da amostra 4 (8,839 mg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4. 100
Figura 5.9 - Mapas magnéticos da amostra 5 (2,36 mg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4. 100
Figura 5.10 - Mapas magnéticos da amostra 5 (2,36 mg de µP) com campo externo de 0,5 mT. (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4. 101
Figura 5.11 - Mapas magnéticos da amostra 6 (694,8 µg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4. 101
Figura 5.12 - Mapas magnéticos da amostra 7 (217 µg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4. 102
Figura 5.13 - Mapas magnéticos da amostra 8 (57 µg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4. 102
Figura 5.14 - Mapa magnético da amostra 1 com linha horizontal que atravessa a região de máxima intensidade dela. 104
Figura 5.15 - Gráficos do campo magnético em função da posição X da amostra 1 obtidos a partir do microscópio Hall (azul) e modelo do prisma retangular (vermelho). 105

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Figura 5.16 - Mapas magnéticos da face 1 do cubo de 38,077 mg variando o campo entre 500 mT e -500 mT. 106
Figura 5.17 - Gráfico de magnetização em função do campo aplicado pelo dispositivo. 107
Figura 5.18 - Cilindro de corrente localizado na origem de coordenadas, com magnetização uniforme m_z em z positivo, raio a, comprimento l e a uma distância r do sensor de área A. 108
Figura 5.19 - Tamanho médio das nanopartículas em função do pH recém precipitadas (o) e depois de 8 dias de precipitadas (●). Figura retirada de [Vayssières et al.,1998]. 109
Figura 5.20 - (a) Imagem das nanopartículas magnéticas de óxido de ferro obtida no MET; (b) Histograma do diâmetro das nanopartículas feito a partir da imagem do MET. 111
Figura 5.21 - Mapas variando o campo magnético aplicado desde 0,5 T até - 0,5 T. 112
Figura 5.22 - Gráfico de magnetização vs campo aplicado das nanopartículas feito pelos dispositivos microscópio Hall (azul) e magnetômetro Hall (vermelho). 113
Figura 5.23 - Gráfico de magnetização vs campo aplicado das micropartículas magnéticas. 114

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Lista de Tabelas

Tabela 1.1 - Tabela de quantidades e unidades magnéticas.
A = amperes; g = grama; H = Henry; kg= kilograma;
m = metro; T = tesla. 26
Tabela 1.2 - Principais tipos de comportamento magnéticos
conhecidos. 27
Tabela 3.1 - Especificações do eletroímã [GMW User Manual]. 52
Tabela 3.2 - Especificações do eletroímã [GMW User Manual]. 57
Tabela 3.3 - Especificações do Pre-Amplificador Low-Noise
[SR560 Manual]. 67
Tabela 5.1 - Campo magnético induzido em porta amostras
de diferentes materiais. 92
Tabela 5.2 - Especificações dos cubos de óxido de ferro
feitos na PUC-Rio. 96
Tabela 5.3 - Parâmetros inseridos no microscópio Hall para
mapeamento das amostras cúbicas. 97

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Lista de Abreviações

VSM	Magnetômetro de Amostra Vibrante (do inglês, Vibrating Sample Magnetometer)
SQUID	Dispositivo Supercondutor de Interferência Quântica (do inglês, Superconducting Quantum Interference Devices)
NP	Nanopartículas
NPM	Nanopartículas Magnéticas
MMV	Microscópio Magnético de varredura
MET	Microscópio Eletrônico de transmissão
μPM	Micropartículas Magnéticas
GaAs	Arsenieto de Galio
rms	Media Quadrática (do inglês, root mean square)
PCB	Placa de circuito Impresso (do inglês, Printed Circuit Board)
NI	National Instruments
Ni	Níquel

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

-Hasta la victoria siempre!! Viviremos y venceremos!!!

Hugo Rafael Chávez Fríaz

1
Introdução

1.1.
Introdução ao magnetismo

O magnetismo é uma propriedade da matéria relacionada ao movimento de cargas elétricas, estrutura eletrônica dos átomos e a luz [Jiles, 1991; Serway, 2002]. Ao longo da história da humanidade o magnetismo tem desempenhado um papel fundamental no desenvolvimento e evolução de tecnologias [Sinnecker, 2000; Araújo, 2009]. As propriedades magnéticas de cada corpo estão diretamente ligadas ao movimento dos elétrons dos seus átomos, que desde o ponto de vista clássico são dois: o momento angular orbital do elétron e o momento angular do "spin" [Chen, 1986; Griffiths, 1999; Kittel, 2006; Cullity, Graham, 2008]. Na natureza observamos materiais chamados de ímãs permanentes que possuem propriedades de atração e repulsão por outros objetos. Seu comportamento é explicado pela existência de dois polos magnéticos, que são polo norte e polo sul (figura 1.1). A maioria dos átomos têm esse comportamento de ímãs permanentes porque também possuem polo norte e polo sul, e geralmente são chamados de dipolos magnéticos (figura 1.1 (a)).

A atração e repulsão entre corpos pode ser explicada por meio de linhas fechadas as quais são uma representação do campo magnético do material. As linhas nascem no polo norte do material e entram no polo sul como mostra a figura 1.1. Como as propriedades magnéticas dependem só do movimento dos elétrons e da estrutura eletrônica de cada átomo, qualquer tipo de corpo pode apresentar as diferentes características magnéticas sem importar o seu estado da matéria (sólido, físico ou gasoso) ou temperatura em que ele está [Kittel, 2006; Cullity, Graham, 2008; Araújo, 2009].

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

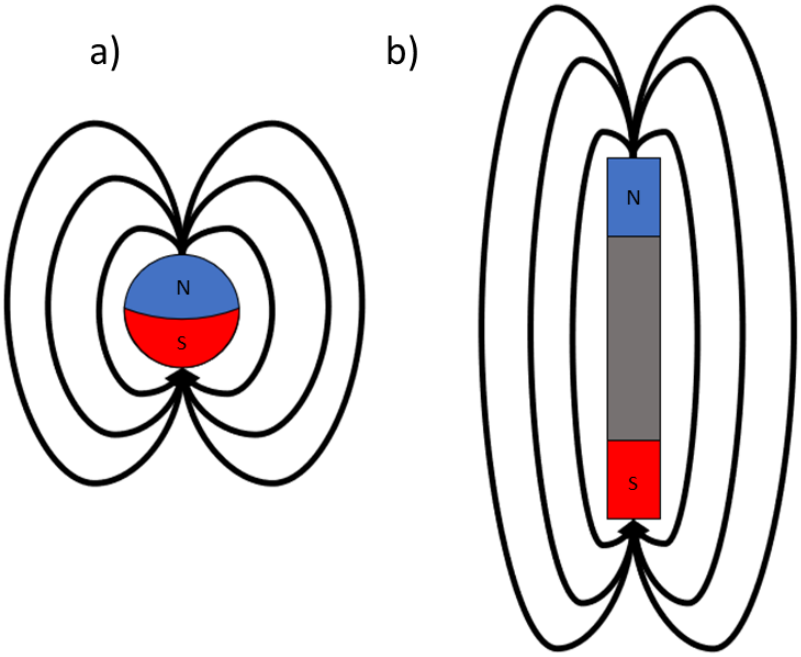


Figura 1.1: (a) Dipolo magnético; (b) Ímã.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

1.2. Unidades e termos magnetismo

O momento magnético ***m*** é um vetor. Quando um material é colocado sob a influência de um campo magnético externo **H**, os momentos magnéticos de um determinado material desmagnetizado são influenciados por este campo magnético externo gerando uma magnetização **M** no material. O campo externo **H** e a magnetização **M** do material podem ser relacionados com o campo induzido **B** por meio da equação (1) [Griffiths, 1999; Kittel, 2006; Araújo, 2009; Araújo, 2013]:

$$\mathbf{B}/\mu_0 = \mathbf{H} + \mathbf{M} \qquad (1)$$

Onde a quantidade μ_0 é a permeabilidade magnética no vácuo. A quantidade de dipolos permanentes e induzidos do material que serão alinhados com o campo externo dependerá tanto da intensidade do campo **H** quanto de uma característica própria do material que chamamos de susceptibilidade magnética $\mathcal{X}$. A quantidade escalar $\mathcal{X}$ indica o comportamento magnético do material na presença de campos externos e a facilidade com a qual é magnetizado, por tanto materiais mais susceptíveis do que outros são magnetizados mais facilmente [Reitz et al., 1982]. A susceptibilidade pode ser relacionada com a magnetização através da equação (2):

$$\mathcal{X} = \mathrm{M/H} \tag{2}$$

A magnitude da magnetização se relaciona com a quantidade de momentos alinhados por meio da equação (3):

$$\mathbf{M} = \sum_i^n \boldsymbol{m}\mathrm{i}/\ \mathrm{V} \tag{3}$$

Onde *n* indica o número total de momentos magnéticos **m** e *V* o volume do material. A direção da magnetização **M** dependerá do tipo de material, por exemplo, para materiais paramagnéticos, ferromagnéticos, ferrimagnéticos e superparamagnéticos, **M** tem a direção de **H**, e para materiais diamagnéticos **M** tem direção oposta ao campo aplicado [Jiles, 1991; Moskowitz, 2006; Araújo, 2009; Araújo, 2013]. Regularmente a magnetização **M** é dada em função da massa do material, portanto é usada a magnetização por massa σ definida como:

$$\sigma = \mathrm{n}\ m/\ \mathrm{m} \tag{4}$$

Onde m é a massa do material. Na tabela 1.1 é mostrado os termos magnéticos, símbolos e unidades usados neste trabalho:

Tabela 1.1: Tabela de quantidades e unidades magnéticas. A = amperes; g = grama; H = Henry; kg= kilograma; m = metro; T = tesla.

Termos Magnéticos	Símbolo	Unidades SI
Indução Magnética	**B**	T
Campo Magnético Externo	**H**	$A*m^{-1}$
Magnetização	**M**	$A*m^{-1}$
Magnetização por Massa	σ	$A*m^2*kg^{-1}$
Momento Magnético	***m***	$A*m^2$
Susceptibilidade Magnética	$\mathcal{X}$	
Permeabilidade Magnética no Vácuo	μ_0	$H*m^{-1}$

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

1.3. Tipos de comportamento magnético

Outra quantidade importante que ajuda a definir o comportamento magnético de um objeto é a permeabilidade μ definida pela equação (5).

$$\mathbf{B} = \mu\mathbf{H} \tag{5}$$

Como mencionamos, a máxima magnetização é alcançada quando todos os momentos magnéticos estão alinhados com o campo externo, porém a magnetização pode ser alterada pela temperatura por meio da agitação térmica, que é a perturbação dos dipolos por variações de temperatura. Quando a temperatura cresce, os dipolos são desorientados e a magnetização diminui. Por meio das quantidades μ, μ_0 e χ mostramos na tabela 1.2 os principais comportamentos magnéticos da matéria.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Tabela 1.2: Principais tipos de comportamento magnéticos conhecidos.

Material	χ	μ/μ_0
Paramagnético	>0	>1
Diamagnético	<0	<1
Ferromagnético	>>0	>>1
Ferrimagnético	>>0	>>1
Antiferromagnético	>0	>1

Os materiais paramagnéticos possuem dipolos permanentes de orientação aleatória, portanto a magnetização deles é zero. Quando o material é exposto em presença de um campo externo os dipolos são alinhados gerando uma magnetização proporcional ao campo magnético externo. Quando o campo externo é retirado a magnetização volta para o valor zero por causa da agitação térmica dos dipolos [Chen, 1986; Jiles, 1991; Moskowitz, 2006; Araújo, 2009; Araújo, 2013].

O comportamento diamagnético é identificado pelo sentido contrário da magnetização com o campo aplicado. Isso acontece porque os momentos

magnéticos dos elétrons de cada átomo se anulam, tendo assim um momento magnético total igual a zero, então através da lei de Lenz, observamos que com o crescimento do campo externo, são geradas correntes circulares que produzem campos induzidos opostos ao externo [Chen, 1986; Jiles, 1991; Moskowitz, 2006].

Os materiais paramagnéticos e ferromagnéticos têm comportamentos parecidos, porém as interações dos dipolos ferromagnéticos com os seus vizinhos são bem mais fortes, por isso eles são facilmente magnetizados por campos externos. A remanescência no ferromagnetismo é explicada pela forte interação entre os spins e os momentos magnéticos dos dipolos vizinhos, motivo pelo qual os momentos magnéticos ficam alinhados ainda quando o campo externo é removido [Hsu, Mcguire, 1968; Kittel, 2006; Araújo, 2009; Araújo, 2013; Araújo et al., 2019c]. Dependendo do tipo de material ferromagnético o valor do campo coercivo pode ser menor que outros e assim são mais fáceis de desmagnetizar. A agitação térmica dos dipolos faz o valor da magnetização diminuir, portanto quando a temperatura sobe o campo remanescente fica menor até ser zero e o material ferromagnético passa a ser um material paramagnético. Essa temperatura depende do material e é chamada de temperatura de Curie [Kittel, 2006; Araújo, 2009].

No ferrimagnetismo a resposta é muito parecida com o ferromagnetismo, mas com menor intensidade. A maior diferença entre esses dois tipos de materiais é que sem campo externo esse tipo de materiais possui dipolos permanentes de alta interação entre eles e orientados em sentidos opostos [Chen, 1986; Jiles, 1991; Moskowitz, 2006].

Materiais antiferromagnéticos possuem dipolos magnéticos orientados em sentidos opostos, que ao serem magnetizados eles são alinhados produzindo uma magnetização total, mas quando o campo é removido ele volta para seu estado original [Araújo, 2009; Araújo, 2013].

1.4.
O conceito de domínio

Segundo a literatura, uma corrente pode produzir efeitos magnéticos no seu entorno. Esse fenômeno foi descoberto por Ampére no ano 1831, e depois desse descobrimento ele propôs uma explicação para o magnetismo dos materiais. Ampére pensava que dentro de um material magnético existe uma grande

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

quantidade de correntes microscópicas circulares, que são as responsáveis de gerar o comportamento magnético do material. Posterior a essa proposta, foi desenvolvida a teoria dos domínios magnéticos, que são as regiões que possuem um magnetismo espontâneo por causa do campo magnético gerado por agrupações de dipolos magnéticos dentro do material (figura 1.2) [Martins, 1975; Araújo, 2009; Araújo 2013].

Quando o material não está sendo magnetizado por campos externos, os campos de cada domínio ficam desorganizados e assim o campo total do material é igual a zero (figura 1.2 (a)). Porém, quando o material fica submerso sob a influência de um campo externo H, os momentos magnéticos dos domínios são alinhados, e o número de momentos alinhados depende da intensidade do campo externo. Como se observa na figura 1.2 (b), temos teoricamente uma magnetização total causado pelo alinhamento de todos os domínios presentes no material gerando um único domínio magnético, nesse caso mesmo o campo externo crescendo, a magnetização do material fica no mesmo valor. Experimentalmente o monodomínio é produzido quando estatisticamente a maioria dos momentos magnéticos estão alinhados e quando acontece esse fenômeno dizemos que o material alcançou a saturação.

Quando o campo externo é removido, os domínios magnéticos adquirirão direções aleatórias novamente, portanto a magnetização do material diminuirá e dependendo do material essa magnetização atingira seu valor original igual a zero. Para materiais ferromagnéticos e ferrimagnéticos ou desalinhamento dos campos dos domínios é parcial, portanto apresentam campos remanescentes.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

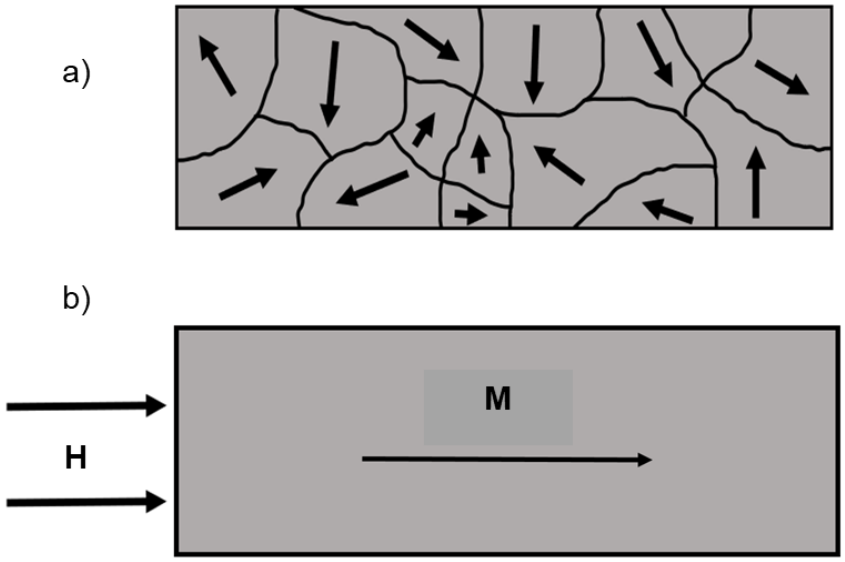


Figura 1.2: Domínios magnéticos presentes em um material magnético. (a) Material não magnetizado e com domínios organizados de forma aleatória; (b) Monodomíno gerado por alinhamento de todos os momentos dos domínios individuais teoricamente.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

1.5. Mapas e microscopia magnética

A obtenção das propriedades magnéticas de um material tem sido um tópico de muita relevância para a pesquisa e desenvolvimento de diferentes áreas como: Tecnologia, física, geologia, medicina, ciência dos materiais, biofísica, paleomagnetismo e outros campos [Araújo, Bruno, Carvalho, 2010; Rondin et al., 2014; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Araújo et al., 2019c; Araújo et al., 2020]. Diferentes técnicas foram desenvolvidas nos últimos anos para a obtenção dessas propriedades, porém dois das técnicas mais evoluídas são os magnetômetros e microscópios magnéticos [Araújo, Bruno, Carvalho, 2010; Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Araújo et al., 2019c; Araújo et al., 2020].

Essas técnicas conseguem proporcionar informações relevantes sobre o comportamento magnético das amostras como momento magnético, magnetização, saturação, campos remanescentes e coercivos e curva de histerese. Cada técnica possui uma variedade de dispositivos altamente usados e comerciais e sua escolha dependerá de diferentes fatores como: Tipo de amostra, quantidade e tamanho de amostra, sensibilidade, temperatura, preço do dispositivo e rapidez. Entre os magnetômetros comerciais mais usados temos o VSM, SQUID, efeito Hall, Efeito

Kerr, bobina buscadora e gradiente alternado [Morello et al., 2005; Teixeira et al., 2011; Lima et al., 2014; Araújo, Bruno, Louro, 2015; Araújo et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Araújo et al., 2019c; Araújo et al., 2020]. A diferença principal entre os magnetômetros e microscópios, é que por meio dos microscópios é possível obter mapas magnéticos em tempo real na superfície da amostra.

Com os mapas magnéticos é possível obter as propriedades magnéticas já mencionadas, e adicionalmente proporcionam imagens que mostram a forma e intensidade do campo magnético que gera a amostra [Lima et al., 2014; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Araújo et al., 2019c; Araújo et al., 2020]. Os microscópios magnéticos oferecem uma vantagem em preço em comparação com dispositivos comerciais como SQUID, e desde anos recentes já ajudaram a resolver diferentes problemas na área da ciência e engenharia [Lima et al., 2014]. Particularmente os microscópios baseados no efeito Hall são mais econômicos porque utilizam sensores Hall de baixo custo. No nosso trabalho construímos e calibramos um microscópio magnético baseado no efeito Hall, que usa um sistema de leitura gradiométrico.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

1.6. Curva de histerese magnética

Os materiais ferromagnéticos possuem domínios magnéticos que inicialmente têm orientação aleatória. Em presença de campos externos os domínios são magnetizados proporcionalmente ao campo. Se todos os domínios ficam alinhados com o campo externo o material entra na região de saturação. Os materiais ferromagnéticos e ferrimagnéticos se caracterizam por ter ciclos de histerese como na figura 1.3, com valores de campo coercivo e magnetização remanescente. A curva da figura 1.3 mostra a magnetização M do material em função do campo externo H. A curva parte da origem sendo magnetizada com um campo H crescente até sua região de saturação. Quando o campo H diminui, a magnetização também diminui, mas neste tipo de materiais quando H = 0 o valor de M é diferente de zero, e esse valor no eixo das ordenadas é chamado de magnetização remanescente.

Este comportamento é causado porque um número considerável de domínios magnéticos permanece alinhados mesmo sem campo externo. Quando o campo H é invertido, a magnetização do material diminui até zero. Esse valor de campo H onde M = 0 é chamado de campo coercivo, e representa o campo magnético externo necessário para desorientar os domínios magnéticos para que o material seja desmagnetizado. Seguindo a curva da figura 1.3 o campo H cresce no sentido oposto até a magnetização chegar na saturação, e se o campo H diminui a magnetização alcança seu valor de remanescência invertido. Seguindo o ciclo o campo H cresce e o material atinge os valores de coercividade e saturação novamente [Sinnecker et al., 1994; Araújo, 2009; Araújo, 2013]. Dependendo do volume do material ferromagnético a forma do ciclo de histerese pode mudar, de modo que para materiais com mais volume são mais difíceis de magnetizar do que materiais com menos volume.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

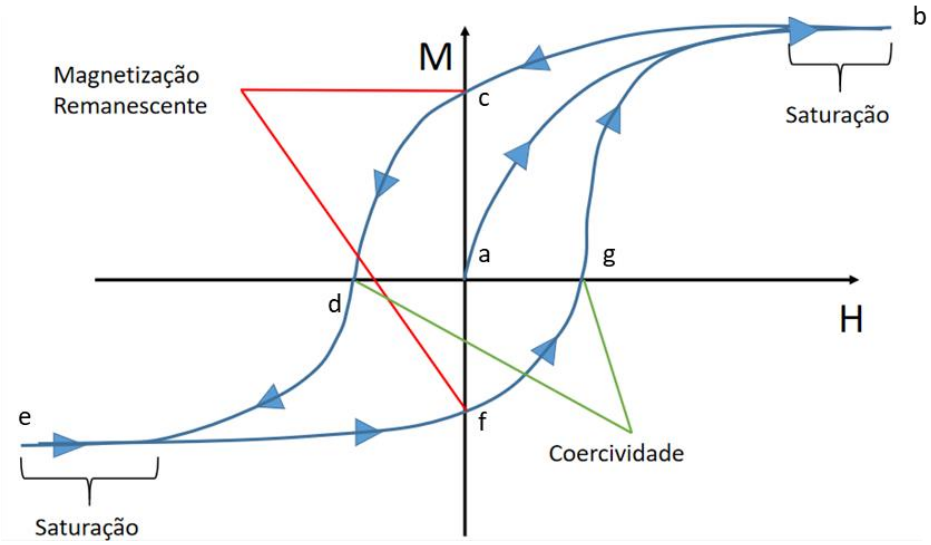


Figura 1.3: Curva de magnetização M do material em função do campo externo H aplicado mostrando a coercividade (verde), magnetização remanescente (vermelho) e saturação nos extremos.

1.7. Superparamagnetismo

O superparamagnetismo é um comportamento magnético que apresentam materiais com diâmetros na ordem de dezenas de nanômetros. Esse comportamento é causado pela diminuição da região dos domínios magnéticos. O tamanho dos

domínios diminui com o diâmetro da nanopartículas, e para um diâmetro determinado as nanopartículas possuem um único domínio chamado de monodomínio que gera um momento magnético de alta intensidade. A curva de histerese de uma nanopartícula superparamagnética é parecida com a curva de um material paramagnético pela falta de magnetização remanescente, campos coercivos e um valor de saturação, porém o momento magnético das nanopartículas é muito maior (figura 1.4) [Guimarães, 2000; Guimarães, 2006; Araújo, 2009; Araújo, 2013].

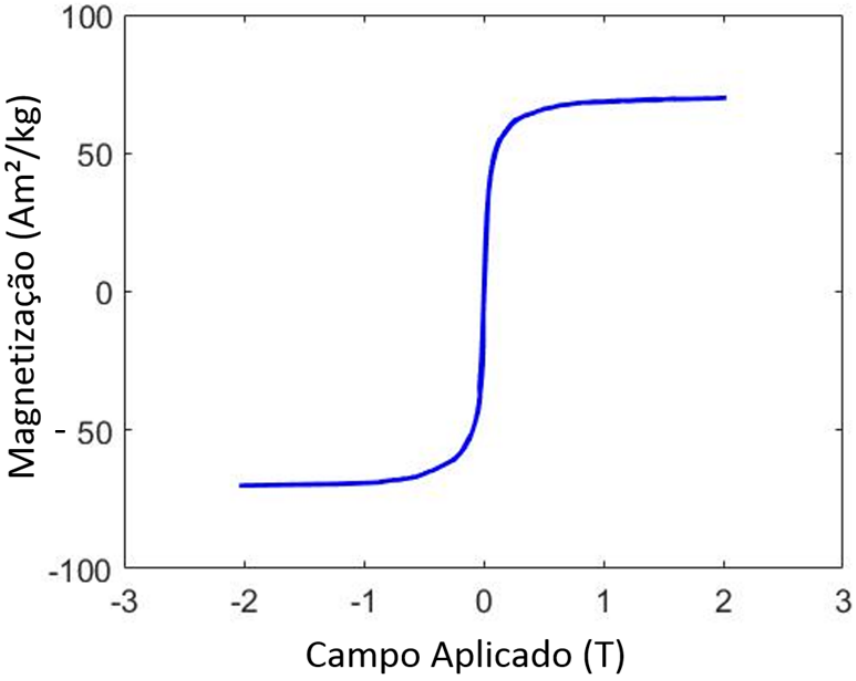


Figura 1.4: Curva de magnetização M em função de campo aplicado H de material superparamagnético.

1.8. Objetivo

Construir e calibrar um microscópio magnético de varredura, utilizando um sistema de medida gradiométrico construído com sensores de efeito Hall de baixo custo para caracterização e mapeamento de amostras magnéticas.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

2
Sensores

Para construir o microscópio de varredura com um sistema de leitura baseado em um gradiômetro axial foi necessário fazer um estudo relacionado com os sensores de efeito Hall. Neste capítulo será mostrado a construção e calibração dos sensores Hall HG-362A e gradiômetro axial Hall construído no laboratório de instrumentação e medidas magnéticas da PUC-Rio.

2.1.
Magnetometria

A detecção e mapeamento de pequenos campos magnéticos de diferentes materiais tem sido um tema de muito interesse no campo da ciência e engenharia recentemente [Rondin et al., 2014], por causa das múltiplas aplicações em diferentes áreas e o potencial que tem para dar resposta a um grande número de problemas no mundo da ciência e tecnologia [Lima et al., 2014; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Araújo et al., 2020]. O desenvolvimento de tecnologias e técnicas para obter imagens do campo magnético de amostras tem gerado grandes avanços em uma ampla gama de disciplinas de pesquisa como: paleomagnetismo, ciência dos materiais, magnetismo e biofísica [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Araújo et al., 2020].

Portanto, a comunidade científica desenvolveu diversos equipamentos para a obtenção de campo magnético através do estudo da magnetometria [Araújo, 2009; Carvalho 2010; Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015; Araújo, Bruno, Araújo et al., 2017, Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Araújo et al., 2020], que é a disciplina encarregada de obter a intensidade, direção e sentido do campo magnético de alguma fonte usando diversas tecnologias como magnetômetros ou microscópios magnéticos [Araújo, 2013]. Com os equipamentos já mencionados é possível obter propriedades magnéticas da amostra, tais como: curvas de magnetização, momento magnético, histerese, saturação e suscetibilidade [Araújo, Bruno, Louro, 2015; Pereira et al., 2017].

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Para realizar pesquisa na área do magnetismo com alguma amostra, é necessário escolher o dispositivo adequado ao experimento, porém não existe uma única técnica ou dispositivo que se adapte para todos os experimentos, então a escolha dele não é trivial, pois depende de diferentes fatores relacionados com o tipo de medida. Esses fatores podem ser: tamanho, peso ou quantidade da amostra, sensibilidade e precisão do dispositivo, operação de diferentes temperaturas, custo e desempenho do dispositivo, estado físico da amostra, aplicação ou rapidez da medição [Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015]. Como exemplo das técnicas de magnetometria temos magnetômetros que conseguem satisfazer os fatores acima mencionados para pesquisa, por exemplo: VSM, SQUID, efeito Hall, efeito Kerr, bobina indutiva, gradiente de campo alternado, chave de spin e magneto-resistência [Sampaio et al., 2000; Morello et al., 2005; Teixeira et al., 2011; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b]. Os dispositivos mencionados podem ter um eletroímã que gera um campo magnético externo com a finalidade de magnetizar a amostra, e assim medir o campo induzido na amostra com o sistema de leitura do dispositivo, porém também podem trabalhar sem eletroímã obtendo leituras só de campos remanescentes na amostra. Após a coleta de dados de campo induzido para diferentes campos magnéticos aplicados pelo eletroímã, os dados são processados e comparados com os modelos teóricos desenvolvidos em diferentes plataformas para a obtenção das propriedades de interesse [Araújo, 2013].

Outro equipamento comumente usado na magnetometria são os microscópios magnéticos de varredura, os quais são novos tipos de magnetômetros capazes de construir mapas do campo magnético induzido na amostra com resolução espacial sub-milimétrica em presença de um campo aplicado constante e uniforme [Araújo et al., 2019b]. Geralmente os microscópios de varredura usam um eletroímã, um sistema de deslocamento de amostra, um sistema de leitura e um dispositivo detector [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2020]. Normalmente os microscópios de varredura trabalham da seguinte forma: O eletroímã gera um campo magnético uniforme entre seus polos, ao mesmo tempo que o campo é aplicado a amostra é deslocada no plano XY na região dos polos e nesta mesma região temos um sistema de leitura que fica muito próximo da superfície da amostra.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

2.1.1. Efeito Hall

O sensor de campo magnético a ser utilizado no microscópio magnético de varredura deve obedecer a certos requisitos, como possuir um diâmetro de sensibilidade na escala de µm, ter resposta linear com o campo aplicado, ter sensibilidade de pelo menos alguns mV/mT. Depois de testar vários sensores, o que melhor se adapta ao nosso sistema foi o sensor de efeito Hall [Araújo et al., 2013].

O efeito Hall é um fenômeno físico de grande importância para a microscopia magnética [Araújo et al., 2017; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Araújo et al., 2019c] e estudado nos últimos dois séculos, pois é capaz de descrever a criação de uma diferença de potencial dentro de um condutor de corrente quando este é submetido a um campo magnético externo. Este efeito foi descoberto pelo físico Edwin Herbert Hall em 1879 [Hall, 1879] e, posteriormente, este efeito foi descrito pelo modelo de Drude, que foi feito pelo físico alemão Paul Drude em 1900 [Drude, 1900a; Drude, 1900b]. Neste efeito os portadores de carga que viajam dentro de um material condutor ou semicondutor e quando eles entram em uma região onde existe um campo magnético externo, estes transportadores de carga são desviados e agrupados em direção às bordas do material condutor e perpendicular ao campo magnético externo, isso se deve à força de Lorentz que desvia a trajetória dos transportadores de carga conforme ilustra a figura 2.1 [Araújo, 2009; Araújo, 2013].

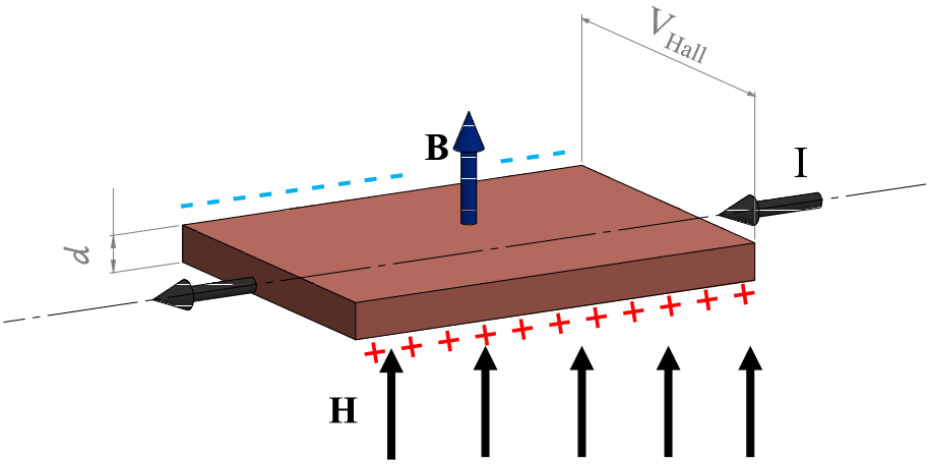


Figura 2.1: Configuração original do efeito Hall.

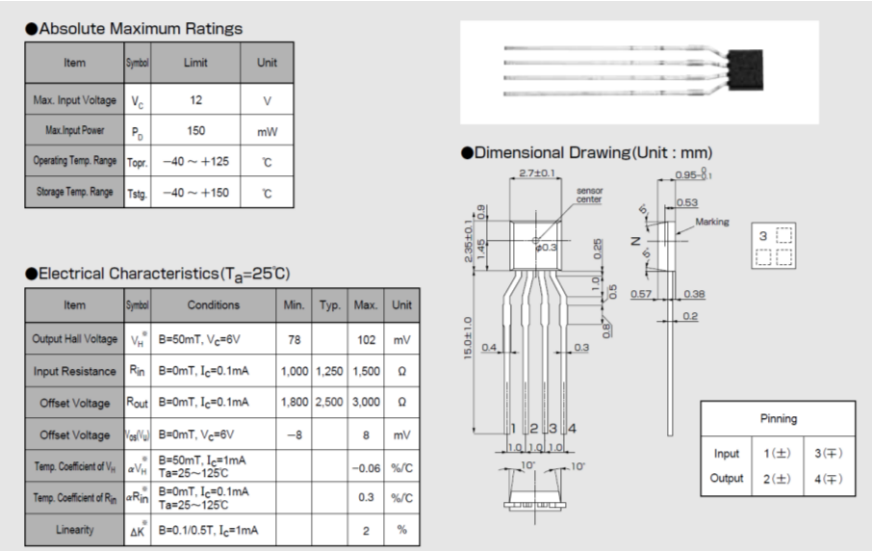
PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

No momento em que isso acontece, um campo elétrico é gerado entre as bordas, causado pelo gradiente de cargas positivas e negativas em ambas as extremidades do condutor, o que cria uma diferença de potencial chamada potencial Hall, que é possível medir. Um dos grandes benefícios desse efeito é a possibilidade de medir a intensidade do campo magnético, pois isso é proporcional à tensão Hall que aparece dentro do condutor. Outros benefícios já estão relacionados às aplicações, como a detecção de regiões de campo magnético com diferentes intensidades e a medição de campos AC e DC [Araújo, 2009; Araújo, 2013].

2.1.2. Sensor Hall

O sensor escolhido para o nosso trabalho foi o sensor de efeito Hall HG-362A, um sensor que efetivamente baseia sua operação no que já foi explicado sobre o efeito Hall. Os sensores de efeito Hall já mostraram uma grande vantagem pelo fato de não possuir remanência ao fazer medições magnéticas [Araújo, 2009; Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015; Araújo et al., 2017; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019b]. Além disso, foi escolhido por ter uma resposta linear e uma sensibilidade na ordem de mV/mT, no entanto o nosso sensor tem uma diferença diante dos outros sensores que é o diâmetro da área de detecção do sensor, que tem um valor aproximado de 300 μm [Araújo, Bruno, Louro, 2015; Araújo et al., 2019a; AKM User Manual, Model HG-362A]. O efeito Hall é possível em nosso sensor graças ao seu elemento de arsenito de gálio (GaAs) que permite uma grande mobilidade dos portadores de carga dentro do material. O sensor HG-362A possui todas as suas especificações na sua folha de dados (tensão máxima, ganho de tensão, limites de operação, temperatura de trabalho, offset, etc) [AKM User Manual, Model HG-362A]. Ele é capaz de medir campos magnéticos apenas aplicando uma tensão de polarização DC com um valor máximo de 12V à temperatura ambiente. Como é visto na figura 2.2 este sensor possui quatro terminais, dos quais dois são de alimentação e dois de saídas da resposta em tensão na presença do campo magnético externo.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA



●Absolute Maximum Ratings

Item	Symbol	Limit	Unit
Max. Input Voltage	V_C	12	V
Max.Input Power	P_D	150	mW
Operating Temp. Range	Topr.	−40 ~ +125	℃
Storage Temp. Range	Tstg.	−40 ~ +150	℃

●Electrical Characteristics(T_a=25℃)

Item	Symbol	Conditions	Min.	Typ.	Max.	Unit
Output Hall Voltage	V_H*	B=50mT, V_C=6V	78		102	mV
Input Resistance	R_{in}	B=0mT, I_C=0.1mA	1,000	1,250	1,500	Ω
Offset Voltage	R_{out}	B=0mT, I_C=0.1mA	1,800	2,500	3,000	Ω
Offset Voltage	V_{OE}(V_H)	B=0mT, V_C=6V	−8		8	mV
Temp. Coefficient of V_H	αV_H*	B=50mT, I_C=1mA Ta=25~125℃			−0.06	%/℃
Temp. Coefficient of R_{in}	αR_{in}*	B=0mT, I_C=0.1mA Ta=25~125℃			0.3	%/℃
Linearity	ΔK*	B=0.1/0.5T, I_C=1mA			2	%

●Dimensional Drawing(Unit : mm)

Pinning		
Input	1(±)	3(∓)
Output	2(±)	4(∓)

Figura 2.2: Sensor Hall (Escala de 1 mm). Figura retirada de [AKM User Manual, Model HG-362A].

2.1.3. Processo de calibração do sensor Hall

A caracterização do sensor Hall foi realizada aplicando uma tensão de polarização DC (Vp = 6V) fornecida por uma fonte de alimentação da marca INSTRUTHERM, modelo FA-3030, à temperatura ambiente (figura 2.3). O sensor foi introduzido dentro de uma montagem experimental que inclui um par de bobinas de Helmholtz, um gaussímetro marca F. W. BELL, modelo 5080, duas fontes de alimentação marca INSTRUTHERM, modelo FA-3030 e um multímetro de alta precisão marca HP, modelo 34401A. Usando uma das fontes de voltagem foi alimentado o par de Helmholtz com uma corrente definida para gerar um campo magnético entre as bobinas, que é medido com o gaussímetro.

Figura 2.3: Fonte de poder marca INSTRUTHERM, modelo FA-3030.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Entre as bobinas foi colocado o sensor Hall, que foi alimentado com voltagem através da segunda fonte de alimentação, e o sinal de saída do sensor foi detectado pelo multímetro para observar a resposta em função do campo magnético gerado pelas bobinas (figura 2.4).

Figura 2.4: Par de Helmholtz com detector do gaussímetro dentro dele.

Para mudar a intensidade do campo magnético foi necessária uma mudança na corrente das bobinas em um intervalo de (3 A, -3 A) com um passo de 0,5 A. Portanto, para cada valor de campo magnético (medido com gaussímetro) foi possível obter o ganho do sensor Hall lendo a medição com o multímetro (figuras 2.5(a), 2.5(b)).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

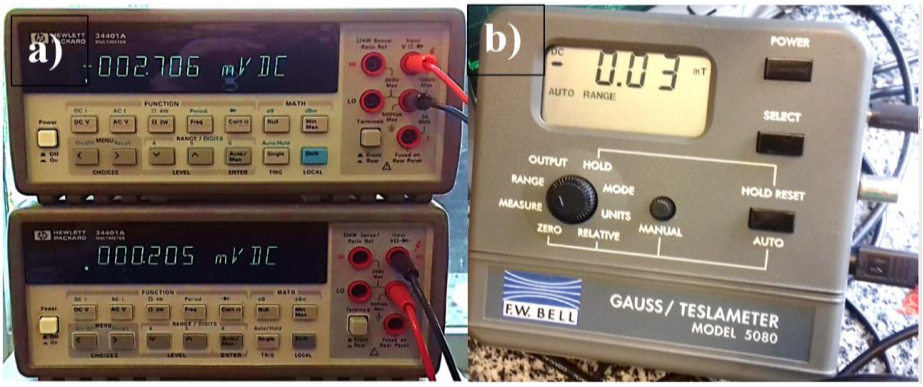


Figura 2.5: Equipamentos. (a) Multímetro marca HP, modelo 34401A; (b) Gaussímetro marca F.W.BELL, modelo 5080.

A finalidade desta caracterização era achar dois sensores Hall que sejam os mais parecidos possíveis entre eles para construir um gradiômetro baseado no efeito Hall, por tanto, foram testados 42 sensores Hall diferentes até conseguir achar dois com um ganho muito próximo. Depois foi necessário verificar se a resposta do sensor Hall era linear para qualquer voltagem de polarização, então foi testado com voltagens de alimentação de 2, 4, 5, 6, 8 e 12 V, e foi obtido que a melhor resposta é para valores de voltagens intermediárias (5 e 6 V), porque com alimentações muito baixas ou muito altas pertos do limite de operação o sensor apresenta comportamentos diferentes.

Este experimento foi repetido 5 vezes para cada sensor testado, iniciando de 3A a -3A e retornando ao valor original, a fim de verificar se os sensores apresentaram algum comportamento com histerese. Feitas as medições, os dados foram analisados construindo a curva característica de cada sensor e foram obtidas as seguintes sensibilidades; sensor 1 = 0,99 mV/mT e sensor 2 = 0,98 mV/mT (figura 2.6). É possível observar que a resposta dos sensores são lineares e têm um ganho da mesma ordem em mV/mT, além disso, eles não exibem comportamentos com histerese.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

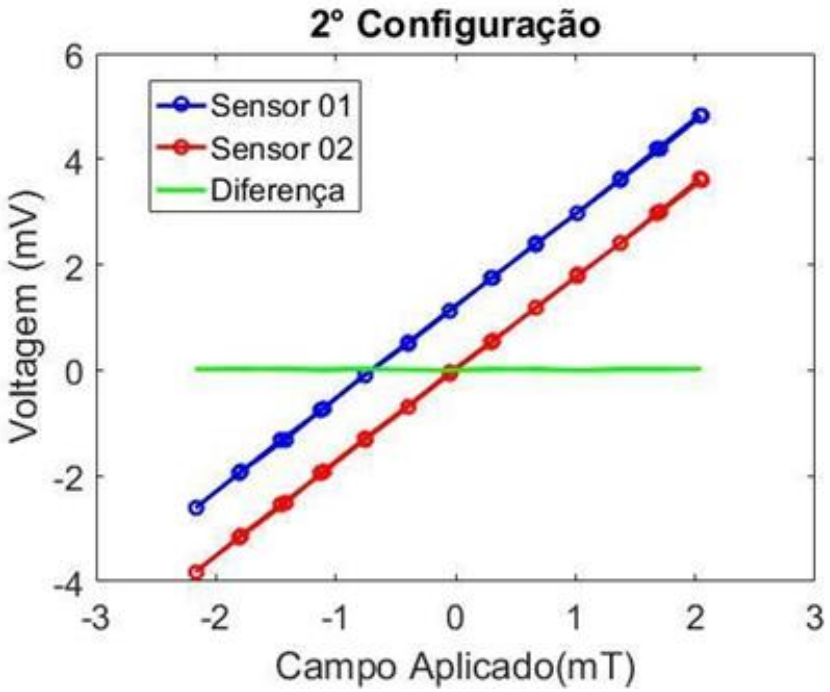


Figura 2.6: Curva de caracterização do sensor 1 (azul), sensor 2 (vermelho) e a diferença entre elas (Verde).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Olhando os ganhos de 0,99 mV/mT e 0,98 mV/mT de cada sensor é possível perceber quanto eles são parecidos e que a maior diferença entre eles é o valor do offset, que foi: Offset do sensor 1 = 1,96 mV e offset do sensor 2 = 3,29 mV. Após a calibração dos dois sensores Hall, eles foram testados por uma semana repetindo o experimento 4 vezes por dia, assim verificamos que os valores de offset são constantes e independentes do campo magnético externo aplicado sobre os sensores. Como o offset é constante é possível eliminá-o das curvas de calibração dos sensores e também das curvas de magnetização de alguma amostra. Por tanto, como os valores do ganho dos nossos sensores são tão próximos e o offset de cada sensor é constante e independente do campo magnético externo se conclui que eles são candidatos ótimos para construir o gradiômetro desejado. Outro dado de interesse obtido da figura 2.6 é a diferença entre os sinais de cada sensor do nosso gradiômetro e sem offset. Ao subtrair cada sinal se observa que o sinal resultante tem um valor próximo de zero, que é o comportamento que se precisa para o funcionamento do nosso gradiômetro.

Na figura 2.7 foi feito um gráfico que mostra a diferença da leitura de voltagem de cada sensor com barra de erro para os diferentes valores de campo magnético usados na calibração.

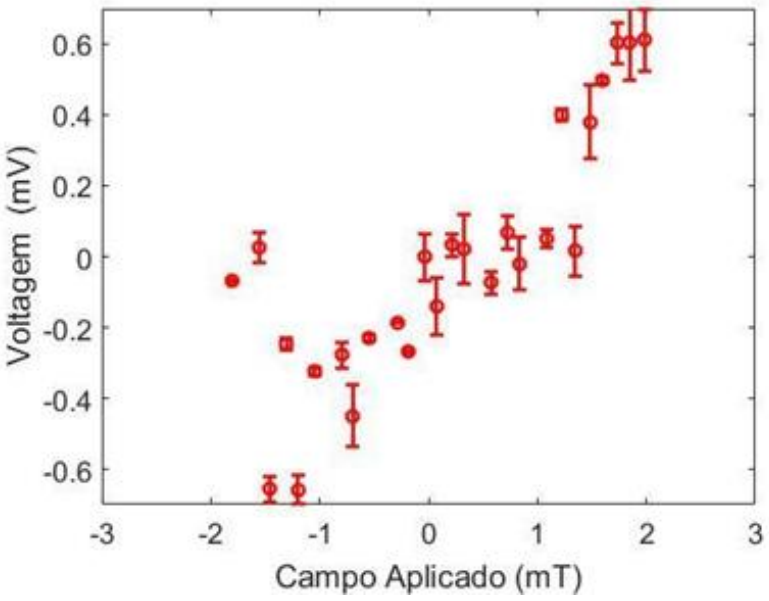


Figura 2.7: Diferença de voltagem das medidas dos sensores com barra de erro para cada valor de campo magnético aplicado pelo par de Helmholtz na calibração dos sensores.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Com a finalidade de saber a quantidade de campo magnético que os sensores estão medindo em relação com o campo externo, foi construído na figura 2.8 um gráfico que representa a diferença do campo magnético lido para cada sensor em função do campo magnético aplicado pelas bobinas.

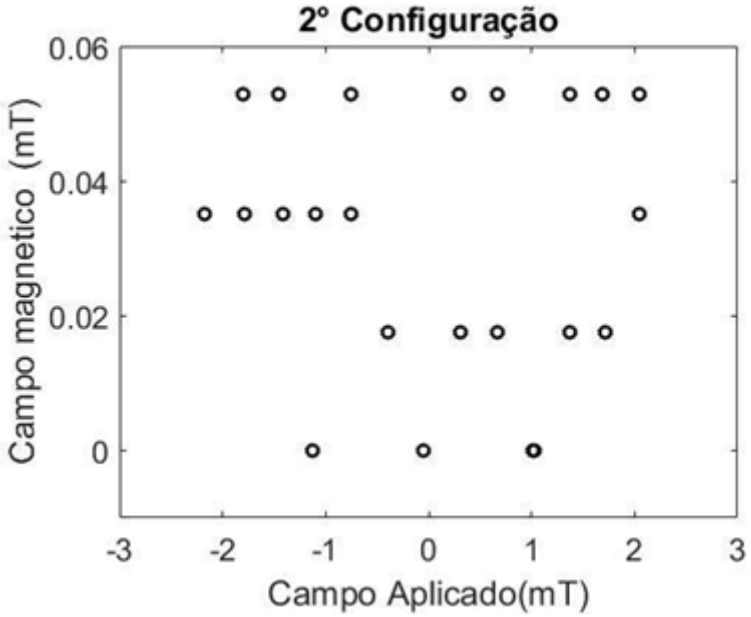


Figura 2.8: Diferença das medidas de campo magnético dos sensores em função do campo magnético aplicado pelo par de Helmholtz na calibração dos sensores.

É possível observar que na figura 2.8 que para os valores de campo aplicado mais intensos a diferença dos campos medidos pelos sensores fica entre 0,04 e 0,06 mT. Para um valor constante de campo magnético aplicado de 0,40 mT o fator de rejeição ao campo foi 8.

2.1.4. Procedimento de calibração dos sensores

Para calibrar os sensores de efeito Hall HG-362A, realizamos o seguinte procedimento:

- Fixar o sensor Hall no centro geométrico do par de Helmholtz;
- Ligar o gaussímetro, zerar a leitura dele colocando a barra sensível dentro da blindagem e depois fixar a barra dentro do par de Helmholtz e muito perto do sensor Hall;
- Conectar uma fonte de poder ao par de Helmholtz e a outra fonte conectá-la na entrada do sensor Hall;
- Conectar a saída do sensor ao multímetro;
- Programar a fonte do par de Helmholtz em modo corrente e a fonte do sensor em modo voltagem;
- Ligar fonte do sensor e aplicar 6 V de alimentação (recomendado);
- Ligas os outros equipamentos;
- Aplicar uma corrente fixa no par de Helmholtz e coletar os dados de corrente aplicada, campo aplicado (lido pelo gaussímetro) e resposta em voltagem do sensor (lido pelo multímetro);
- Trocar a corrente das bobinas e repetir o processo de medição;
- Não deixar a fonte do eletroímã ligada por muito tempo (o aquecimento das bobinas altera o valor do campo aplicado);
- Usando o programa MatLab para plotar a curva de calibração (voltagem do sensor em função do campo aplicado) e calcular sensibilidade em mV/mT.

2.2. Gradiômetro

Em nosso sistema de leitura utilizamos um gradiômetro, que é uma configuração de sensores que é capaz de ler a diferença das intensidades de campo

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

magnético entre dois pontos do espaço. No campo do magnetismo existem diferentes configurações gradiométricas, porém, no nosso projeto foi trabalhado com um gradiômetro axial que foi construído a partir de dois sensores Hall localizados em lados opostos de uma placa de circuito que obedecem a equação (6) [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a].

$$\Delta B = B_1 - B_2 \tag{6}$$

Este sistema de leitura lê a quantidade ΔB, que é a diferença dos campos magnéticos B_1e B_2, medidos pelo sensor 1 e sensor 2 respetivamente. As grandes vantagens desta configuração gradiométrica são observadas quando eles são inseridos dentro de um magnetômetro, o qual consegue gerar campos magnéticos mais intensos em comparação com o par de Helmholtz. No momento da leitura do campo, o gradiômetro axial já demonstrou diminuir as contribuições do ruído magnético provenientes de fontes externas e campo magnético aplicado pelo eletroímã [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2020]. A diminuição do ruído e eliminação da leitura do campo aplicado pelo eletroímã devido a configuração gradiométrico pode ser explicada da seguinte forma: o sensor 1 que fica mais próximo da amostra lê o campo da amostra, ruído e campo aplicado, já o sensor 2 que fica mais distante da amostra só detecta o campo aplicado pelo eletroímã e o ruído, então no momento que é calculado a diferença das duas medições com a fórmula (6) se obtém somente o valor do campo induzido da amostra. Portanto, o gradiômetro melhora consideravelmente a relação sinal-ruído das medições obtidas pelo magnetômetro [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a]. Usando os dois sensores que foram anteriormente caracterizados foi possível montar essa configuração gradiometrica numa placa de circuito como é mostrado na figura 2.8 (a-c). A distância entre os sensores foi medida e se obteve D = 1,74 mm entre eles. Os sensores do gradiômetro foram colocados na placa em uma configuração diferencial (as faces dos sensores são opostas uma à outra).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

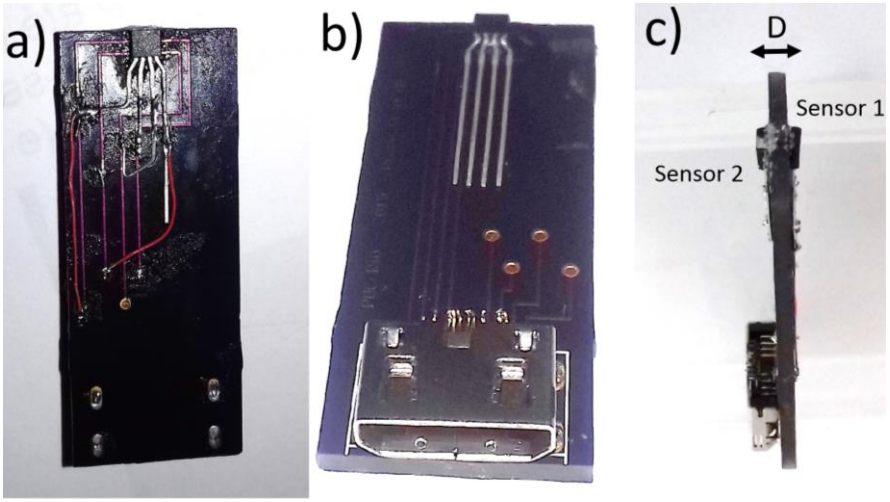


Figura 2.9: Gradiômetro axial de sensores Hall. (a) Vista frontal do gradiômetro com sensor ligado na placa; (b) Vista traseira do gradiômetro sem cabos de ligação; (c) Vista lateral com sensor A (esquerda), sensor B (direita) e separação D entre os sensores.

Uma vez o gradiômetro já construído, ele foi testado novamente usando nossa montagem de calibração dos sensores com o par de Helmholtz e também foi testado dentro do magnetômetro de baixas temperaturas do laboratório de instrumentação e medidas magnéticas da PUC-Rio [Araújo et al., 2013; Araújo et al., 2015]. O objetivo de colocar o nosso gradiômetro dentro do eletroímã era verificar a rejeição dos sensores para campos magnéticos mais intensos em comparação com o campo gerado pelas bobinas usadas na calibração. O eletroímã do magnetômetro (marca GMW, Inc., modelo 3470) tem 8 mm de espaço entre os polos de 40 mm de diâmetro sendo diferente do par de Helmholtz pelas seguintes razões: o campo magnético do eletroímã é mais intenso do que o par de Helmholtz, adicionalmente campo gerado pelo eletroímã é uniforme entre os pólos dele [Araújo et al., 2013; Araújo et al., 2015], diferente do par de Helmholtz que gera um campo uniforme só no seu centro, mas com pouca intensidade. O gradiômetro foi colocado entre os polos do eletroímã do magnetômetro e este foi ligado adequadamente a uma fonte de corrente marca Sorensen, modelo DLM40-75E, mais potente do que as fontes já usadas (figura 2.10 (a) e 2.10 (b)).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

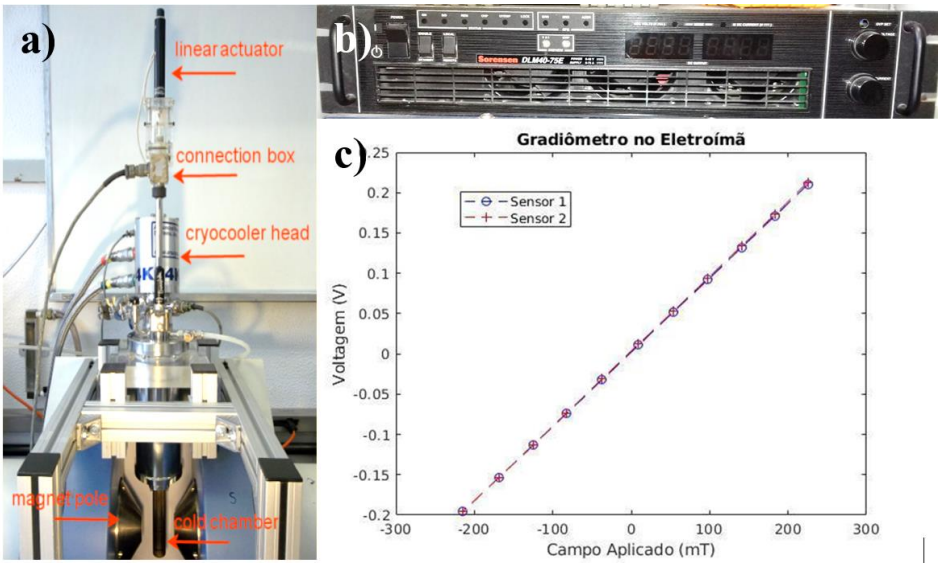


Figura 2.10: Teste do gradiômetro no magnetômetro. (a) Magnetômetro de baixas temperaturas. Figura retirada de [Araújo et al., 2013; Araújo et al., 2015]; (b) Fonte de corrente marca Sorensen, modelo DLM40-75E; (c) Curva de calibração do gradiômetro dentro do magnetometro de baixas temperaturas.

Foi medida a resposta do gradiômetro em presença de campos magnéticos mais intensos do que na primeira calibração, começando com valores de campo aplicado de -215 mT até 225 mT. Com os dados de campo aplicado e campo medido pelos sensores foi desenhada na figura 2.10 (c) as curvas de calibração de cada sensor do nosso dispositivo construído. Neste caso conseguimos as seguintes sensibilidades para cada sensor; sensor 1 = 0,92 mV / mT e sensor 2 = 0,93 mV / mT. Usando estas sensibilidades e as curvas de calibração dos sensores dentro do eletroímã foi possível construir o gráfico da figura 2.11, que mostra a diferença das medidas de campo magnético dos sensores do dispositivo em função do campo aplicado pelo eletroímã. Com os dados da figura 2.11 foi estudada a rejeição do dispositivo ao campo aplicado, portanto para um campo constante e uniforme de 225,0 mT o nosso gradiômetro respondeu com uma medição de 0,6 mT, portanto foi obtido uma rejeição ao campo em um fator de 375.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

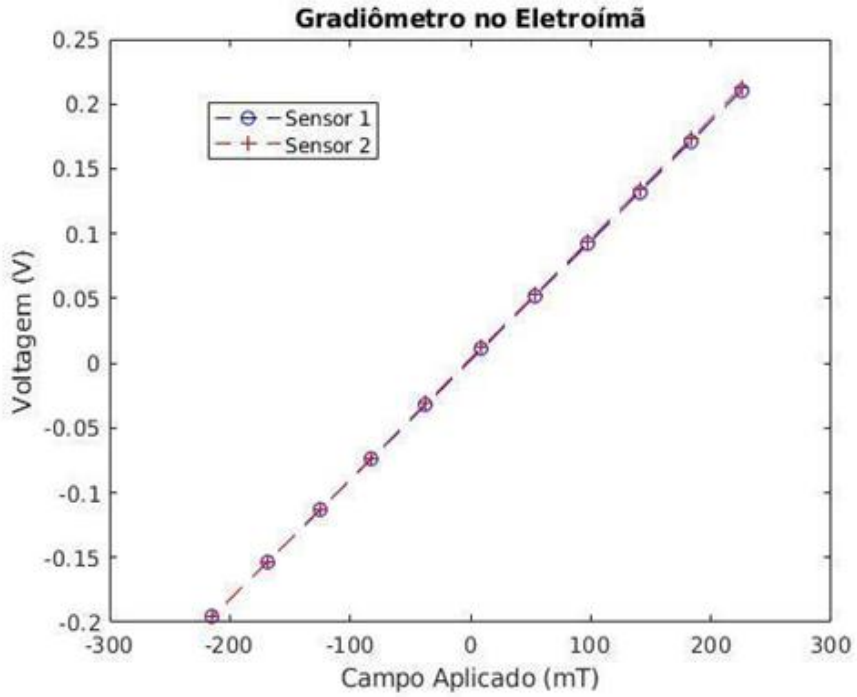


Figura 2.11: Diferença das medidas de campo magnético dos sensores em função do campo magnético aplicado pelo par de Helmholtz na calibração dos sensores.

Embora as sensibilidades dos sensores sejam um pouco diferentes em comparação com as medições feitas no par de Helmholtz, eles conseguem manter os seus comportamentos lineares e o mesmo valor de offset. Por conseguinte, com os testes realizados, foi demonstrado que o nosso dispositivo baseado em sensores HG-362A é adequado para ser utilizado como dispositivo de leitura de magnetômetros ou microscópios magnéticos de varredura.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

3
Microscópio Magnético de Varredura

Geralmente um microscópio magnético é formado por um conjunto de equipamentos, os quais trabalham simultaneamente para obter o momento magnético e gerar o mapa magnético da amostra [Araújo et al., 2009; Araújo et al., 2013; Araújo et al., 2015; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019]. Basicamente os componentes do microscópio são:

- Eletroímã;
- Sensores de campo magnético;
- Sistema de deslocamento da amostra;
- Sistema de leitura.

Foram criados diversos programas na plataforma LabVIEW que integram e controlam os diferentes componentes mencionados acima, incluindo um modelo teórico encarregado de calcular o momento magnético da amostra para os diferentes valores de campo magnético aplicado [Araújo, 2009; Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b]. Abaixo descreveremos a construção, funcionamento e os elementos do microscópio magnético de varredura.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

3.1.
Funcionamento do microscópio

O microscópio magnético de varredura Hall mostrado na figura 3.1 pode ser descrito da seguinte forma: uma fonte de corrente fornece uma alimentação DC através das bobinas do eletroímã, elas geram um campo magnético uniforme de até 500 mT entre seus polos que é a região onde fica a amostra (figura 3.1 (c)) [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2020]. Por causa do campo externo gerado pelas bobinas a amostra é magnetizada e assim ela produz um campo magnético induzido que é medido pelo sistema de leitura do microscópio. A amostra é movimentada através de um sistema de motores lineares (figura 3.1 (b) e (c)) [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a], e para cada posição é lido o seu

campo magnético induzido da amostra. O programa LabVIEW usa os dados obtidos pelo sistema de leitura e produz uma figura que representa o mapa magnético da amostra. Com os valores de campo magnético da amostra e usando um modelo teórico adequado com a geometria da amostra podemos obter o momento magnético para cada valor de campo magnético aplicado e assim finalmente caracterizá-la.

Os microscópios magnéticos já têm demonstrado serem muito úteis para diversas aplicações [Lima et al., 2014; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Araújo et al., 2020], utilizando esta técnica conseguimos medir diferentes informações de interesse sobre a amostra e desta forma podemos estudar suas propriedades elétricas e magnéticas.

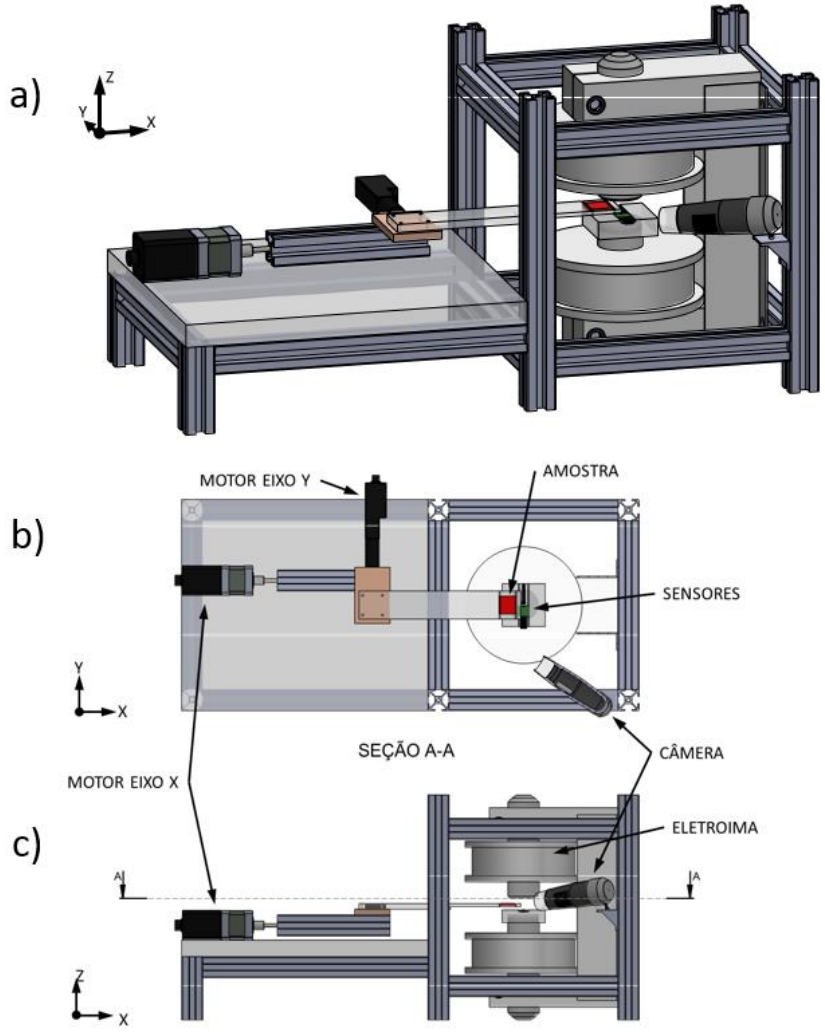


Figura 3.1: Microscópio magnético de varredura mostrando os posicionadores lineares XY, amostra, sensores, câmera, estrutura e eletroímã. (a) Desenho do microscópio; (b) Vista superior do microscópio; (c) Vista lateral do microscópio.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

O microscópio que construímos é baseado em sensores de efeito Hall, então eles transformam as leituras de campo magnético induzido da amostra em sinais elétricos que são recolhidos pelo sistema de leitura [Araújo, 2009; Araújo, 2013], e como explicamos acima, através do movimento no espaço XY gerado pelos motores lineares é construído o mapa magnético da amostra. O sistema gradiométrico que construímos utilizando os sensores de efeito Hall demonstrou ter um comportamento adequado para ser instalado dentro do microscópio magnético e realizar leituras de campo magnético para fazer mapeamentos em diversas amostras. Após explicado o funcionamento do microscópio, descreveremos abaixo a construção dele e seus componentes.

3.2. Construção do microscópio de varredura

O microscópio de varredura funciona com um sistema de leitura baseado em uma configuração gradiométrica axial de sensores de efeito Hall de baixo custo [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b]. Os sensores trabalham a partir do efeito Hall. No capítulo 2 já foi explicado o processo de construção e calibração do nosso sistema de leitura utilizando um sistema gradiométrico, agora mostraremos como ele foi instalado dentro do microscópio magnético. O microscópio magnético foi montado no laboratório de instrumentação e medidas magnéticas do departamento de Física da PUC-Rio. Para realizar esse trabalho foram necessários os seguintes equipamentos:

- Eletroímã marca GMW, modelo 3470;
- Dois motores lineares marca Zaber, modelo X- LSM100A-S;
- Gradiômetro axial utilizando sensores de efeito Hall;
- Sensor Hall marca Melexis, modelo MLX90215;
- Fontes de corrente marca HP, modelo E3610A;
- Fontes de corrente marca Agilent, modelo E3634A;
- Pre-amplificador Low-in marca Stanford Research Systems modelo SR560;
- Amplificador Lock-In marca Stanford Research Systems modelo SR830;
- Placa de circuito do gradiômetro;
- Placa de circuito do eletroímã;
- Placa de aquisição de dados.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

O equipamento que nós construímos foi automatizado utilizando a linguagem LabVIEW que é encarregado da comunicação entre os equipamentos e o computador como é mostrado no diagrama de blocos da figura 3.2. O software LabVIEW foi programado para fazer as análises dos dados das medições. Agora apresentaremos cada um dos componentes do microscópio.

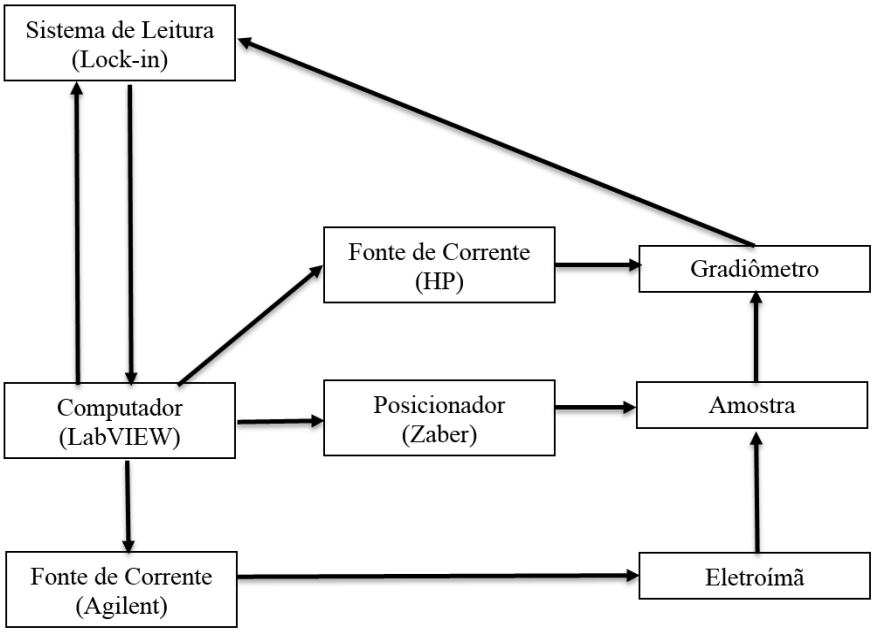


Figura 3.2: Diagrama de blocos do microscópio magnético construído.

3.2.1. Eletroímã

Para magnetizar a amostra o microscópio usa um eletroímã da marca GMW Inc., modelo 3470. O eletroímã gera um campo magnético DC uniforme entre seus pólos. Ele possui dois polos com diâmetro de 45 mm e cada um deles tem duas faces com diâmetros de 40 mm e 20 mm como é mostrado na figura 3.3 (a). As bobinas do eletroímã estão ligadas em série e tem uma resistência interna máxima de 8,8 ohm a 25ºC [Araújo, 2009; Araújo, 2013; GMW User Manual].

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

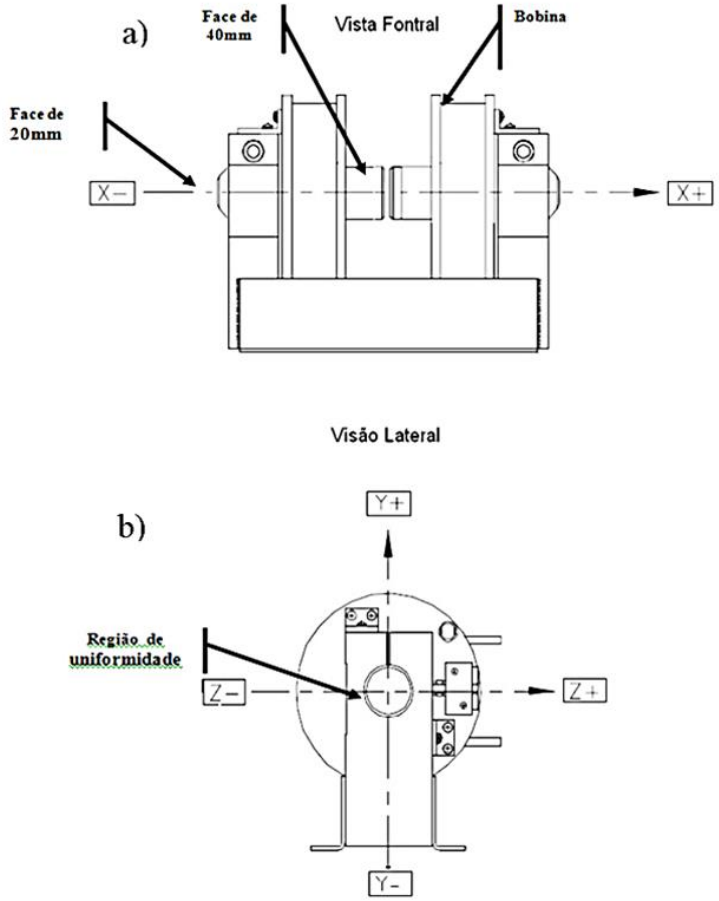


Figura 3.3: Eletroímã marca GMW Inc., modelo 3470. (a) Vista frontal; (b) Vista lateral. Figura retirada de [Araújo et al., 2013].

O eletroímã pode gerar campos magnéticos uniformes de até 500 mT entre suas faces de 40 mm com uma alimentação de 3A e uma separação de 10 mm entre os polos [Araújo, 2009; Araújo, 2013; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Pereira et al., 2017; GMW User Manual]. Quando o eletroímã forma parte do conjunto de equipamentos do microscópio, o eixo que atravessa os polos fica na direção vertical. As especificações do eletroímã são mostradas na tabela 3.1.

Tabela 3.1: Especificações do eletroímã [GMW User Manual].

Modelo	Polo Diâmetro	Polo Face	Corrente Máximo (ar)	Campo Máximo (ar)	Separação Polos
3470	45 mm	40 mm	3,5 A	500 mT	10 mm

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

O polo superior do eletroímã é preso por dois sistemas diferentes. O primeiro é um parafuso integrado na base das bobinas (figura 3.4 (b)), [GMW User Manual], e o segundo é uma coroa com 3 parafusos feitos de latão na oficina mecânica do departamento de Física da PUC-Rio (figura 3.4 (a)). A função principal da coroa é ser um sistema de segurança, caso o primeiro parafuso da base do eletroímã não esteja segurando o polo superior, os parafusos da coroa de latão suportam o polo na parte superior do eletroímã, e adicionalmente ele gera praticidade na hora de tirar o polo superior quando for necessário.

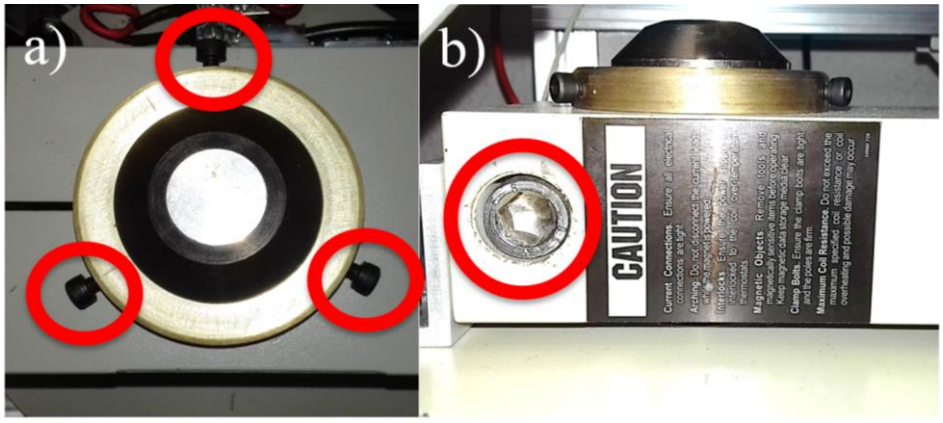


Figura 3.4: Prendedores do polo superior do eletroímã. (a) Coroa com 3 parafusos desde a vista superior do eletroímã; (b) Parafuso incorporado na estrutura do eletroímã fotografado lateralmente.

O sistema que prende o polo inferior do eletroímã está formado por dois parafusos conforme demonstrado na figura 3.5. O primeiro parafuso está integrado na estrutura do eletroímã igual ao polo superior [GMW User Manual], o segundo foi desenhado como sistema de segurança caso o primeiro parafuso não consiga prender o polo (figura 3.5 (a) e (b)). O polo inferior precisa ser deslocado no eixo vertical para aproximar os sensores com a amostra, portanto foi desenhado mais um parafuso que movimenta o polo nessa direção (figura 3.5 (b)).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

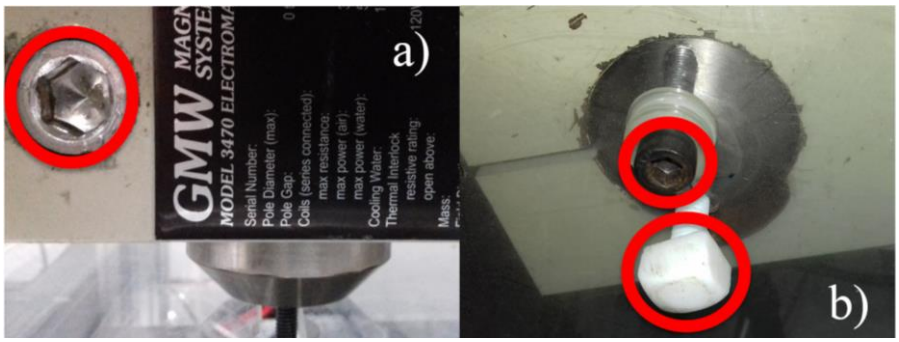


Figura 3.5: Prendedores do polo inferior do eletroímã. (a) Parafuso incorporado na estrutura do eletroímã fotografado lateralmente; (b) Parafuso prendedor do polo inferior (parafuso preto) e parafuso que modifica a posição vertical do polo (parafuso branco) fotografados desde a base do eletroímã.

Construímos uma estrutura feita de alumínio para adaptar o eletroímã para que o campo aplicado na amostra esteja na direção vertical (figura 3.6). Essa estrutura também foi fabricada na oficina mecânico do nosso departamento, montada no laboratório de instrumentação e medidas magnéticas. Para facilitar a movimentação da estrutura de alumínio com o eletroímã foi colocado na base 4 retângulos de borracha. Montamos uma câmera marca Veho modelo Discovery VSM-001 para facilitar a aproximação da amostra e o sistema gradiométrico (figura 3.6 (b)).

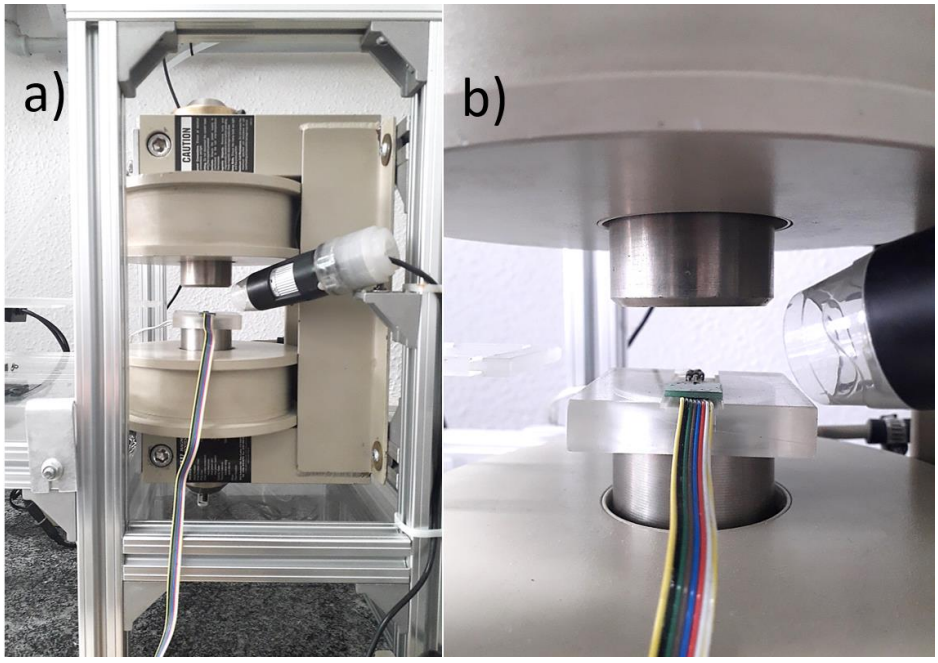


Figura 3.6: (a) Fotografia do eletroímã e câmera dentro da estrutura de alumínio; (b) Fotografia da região entre os polos onde a câmera consegue aproximar.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

A potência máxima do eletroímã sem nenhum resfriamento é de 0,11 KW e com uma corrente máxima de 2,7 A. O campo magnético gerado com essa corrente e sem banho térmico é de uns 400 mT para uma separação de 10 mm, porém se as bobinas são ligadas com um sistema de resfriamento, então o valor do campo máximo pode ser acrescentado até 500 mT com essa mesma separação entre os polos. Adaptamos um banho ultratermostático da marca QUIMIS, modelo Q214S2 mostrado na figura 3.7, a potência máxima cresce até 0,22 KW e a corrente máxima muda a 3,5 A, só quando o banho térmico é ligado a uma vazão de 1 litro por minuto.

Figura 3.7: Banho ultratermostático da marca QUIMIS, modelo Q214S2.

Com a intenção de verificar a vazão de água por minuto montamos um fluxômetro da marca Brooks Instrument, modelo 1306 mostrado na figura 3.8 (a) e (b). Portanto o fluxo de água sai do banho térmico e passa pelo fluxômetro, depois entra nas bobinas do polo norte e sul do eletroímã e volta ao banho térmico, assim se mantém a refrigeração das bobinas.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

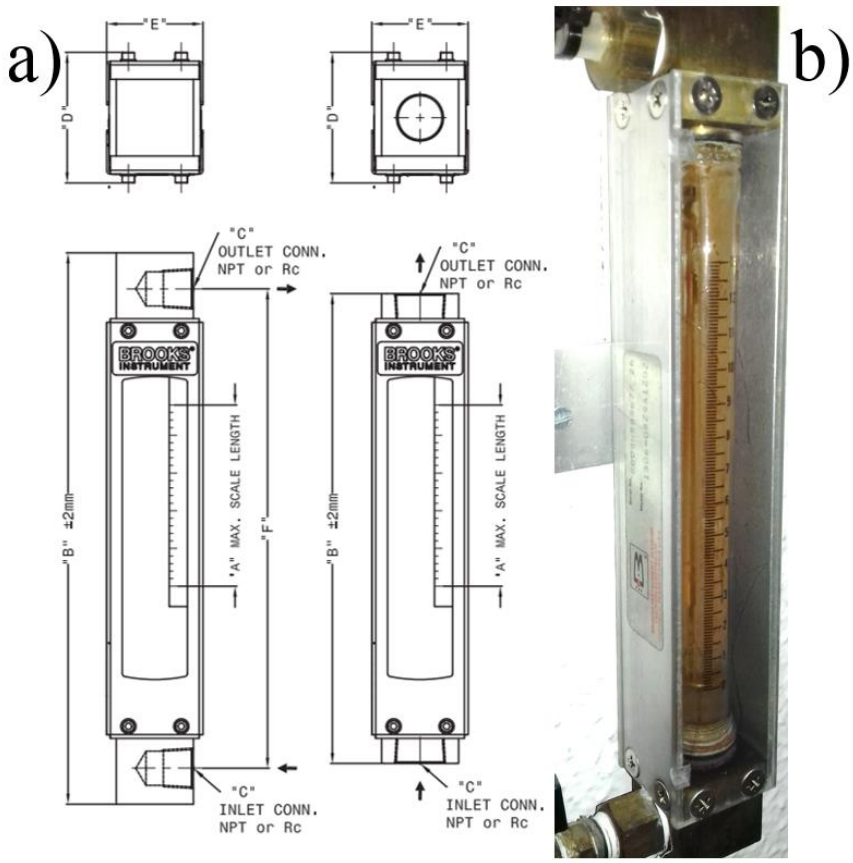


Figura 3.8: Fluxometro da marca Brooks Instrument, modelo 1306. (a) Desenho do fluxômetro. Figura retirada de [Brooks Instrument Manual]. Fotografia do fluxômetro do laboratório de instrumentação da PUC-Rio.

3.2.2. Sistema de deslocamento da amostra

O dispositivo montado para a movimentação e leitura da posição da amostra foram atuadores lineares ambos da marca Zaber, modelo X-LSM100A-S, que são instrumentos de alta precisão [Araújo, 2009; Araújo, 2013; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a]. A resolução do atuador corresponde ao menor passo possível que ele pode se mover. Como é mostrado na tabela 3.2 o passo mínimo do atuador Zaber é aproximadamente 0,05 µm [Zaber User Manual].

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Tabela 3.2: Especificações do eletroímã [GMW User Manual].

Modelo	Faixa	Resolução	Repetitividade	Carga Máxima	Velocidade Máxima
X-LSM100A-S	101,6 mm	0.047625 µm	< 3 µm	10 Kg	26 mm/s

O dispositivo Zaber tem a função de movimentar a amostra dentro da região de campo magnético fornecido pelo eletroímã. O campo dessa região deve ser o mais uniforme possível, portanto foi verificada essa área de uniformidade através do uso de um sensor Hall Melexis, modelo MLX 90215, com uma sensibilidade já conhecida de 140 mV/mT. O gráfico da figura 3.9 mostra a leitura do campo magnético entre os polos de 20 mm e 40 mm quando o sensor Melexis é deslocado nessas regiões através do atuador linear. Observando o gráfico 3.9 determinamos que a uniformidade entre as faces dos polos é diferente. O polo de 40 mm gera um campo uniforme num diâmetro de aproximadamente 30 mm, e o polo de 20 mm produz um campo uniforme numa área de aproximadamente de 12 mm [Araújo, 2009; Araújo, 2013].

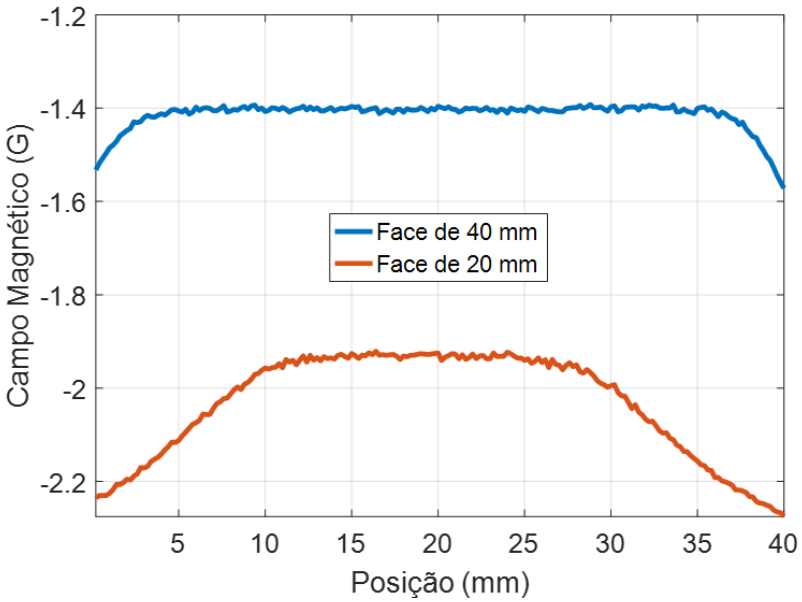


Figura 3.9: Campo magnético das faces de 20 mm e 40 mm do eletroímã em função da posição do sensor Melexis.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Para a construção do microscópio foram usados dois atuadores Zaber, um sistema de molas ligado ao suporte do porta amostras e uma plataforma pesada que suporta todo o sistema de deslocamento da amostra (figura 3.10). Para a montagem da plataforma fabricamos uma estrutura de alumínio que possui 4 retângulos de borracha na sua base e tem a função de atenuar o ruído mecânico do sistema colocado acima da plataforma (figura 3.10 (a)). Acima da plataforma colocamos uma estrutura metálica que possui duas funções: a primeira é suportar o atuador X o qual é fixo; e a segunda função é servir de trilho para uma estrutura de alumínio que se desloca no eixo X e que também suporta uma placa feita de latão (figura 3.10 (b)). Entre a estrutura de alumínio é o atuador X colocamos 3 molas que tem a função de diminuir as vibrações mecânicas geradas pelos motores dos atuadores X e Y (figura 3.10 (c)). A placa de latão também serve para atenuar o ruído mecânico e adicionalmente dois componentes fundamentais do sistema de deslocamento, que são o atuador linear Y e o suporte do porta amostras fabricado de acrílico (figura 3.11).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

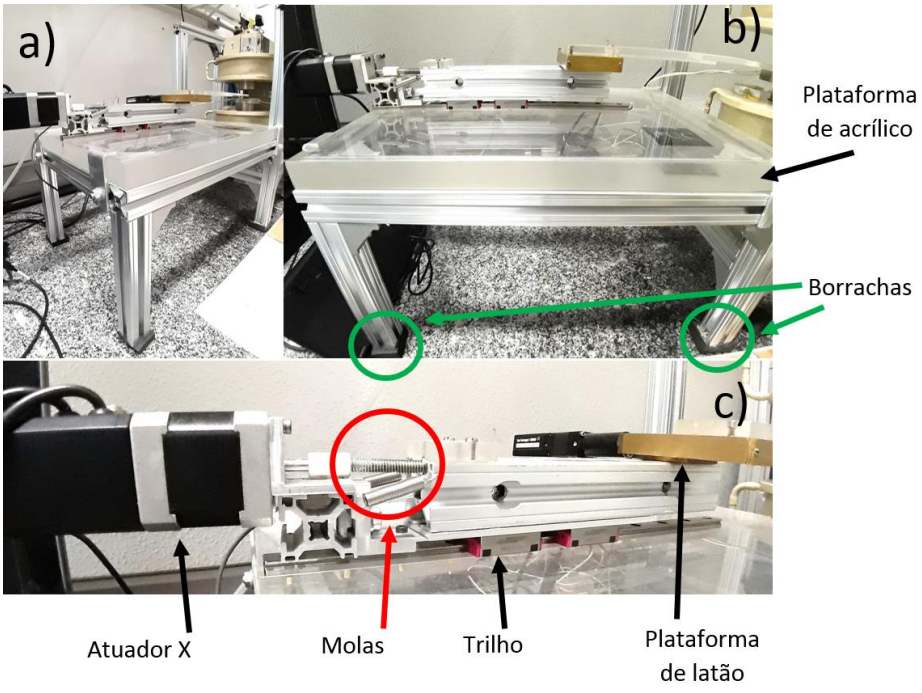


Figura 3.10: Fotografias da plataforma e sistema de deslocamento do microscópio Hall. (a) Fotografia do microscópio Hall; (b) Fotografia da plataforma de acrílico e as borrachas amortecedora (verde); (c) Fotografia do atuador linear X, sistema de molas (vermelho), trilho de deslocamento da estrutura e placa de latão

Na figura 3.11 é possível observar como a plataforma de latão dá suporte ao atuador Y e o suporte de acrílico do porta amostra, portanto enquanto a estrutura de alumínio é deslocada pelo atuador X através do trilho, o atuador Y desloca a plataforma de latão no eixo Y. Nosso sistema de deslocamento já demonstrou diminuir o ruído durante os mapeamentos em comparação com uma versão mais antiga do microscópio Hall.

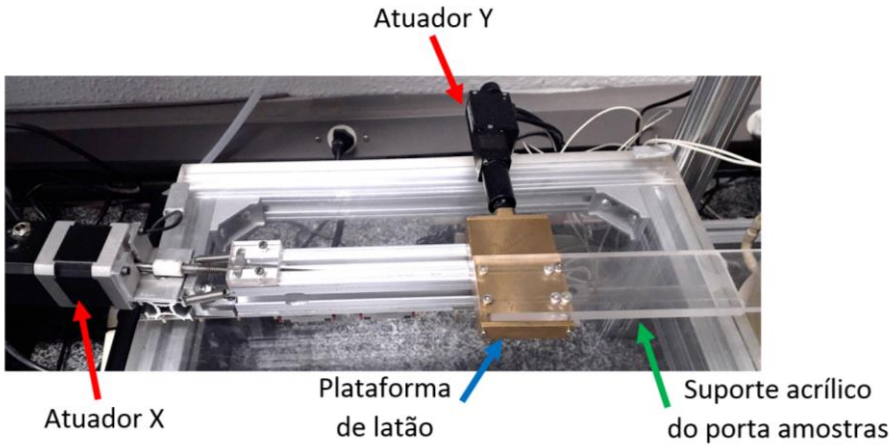


Figura 3.11: Posicionadores XY (vermelho), plataforma atenuadora de ruído feita de latão (azul) e suporte do porta amostras fabricado de acrílico (verde).

3.2.3. Gradiômetro Hall

Acima do polo inferior do eletroímã encontra-se uma superfície acrílica que tem a função de dar suporte ao nosso gradiômetro axial Hall e o sensor Hall Melexis MLX90215. Como se observa na figura 3.12 o sensor 1 fica mais perto da amostra, o sensor 2 fica do lado oposto da placa de circuito (embaixo do sensor 1), e o sensor 3 (Melexis MLX90215) foi montado em cima do suporte de acrílico e afastado dos sensores da configuração gradiométrica. A distância medida entre os sensores 1 e 2 foi de 1,74 mm (espessura da placa PCB de circuito).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

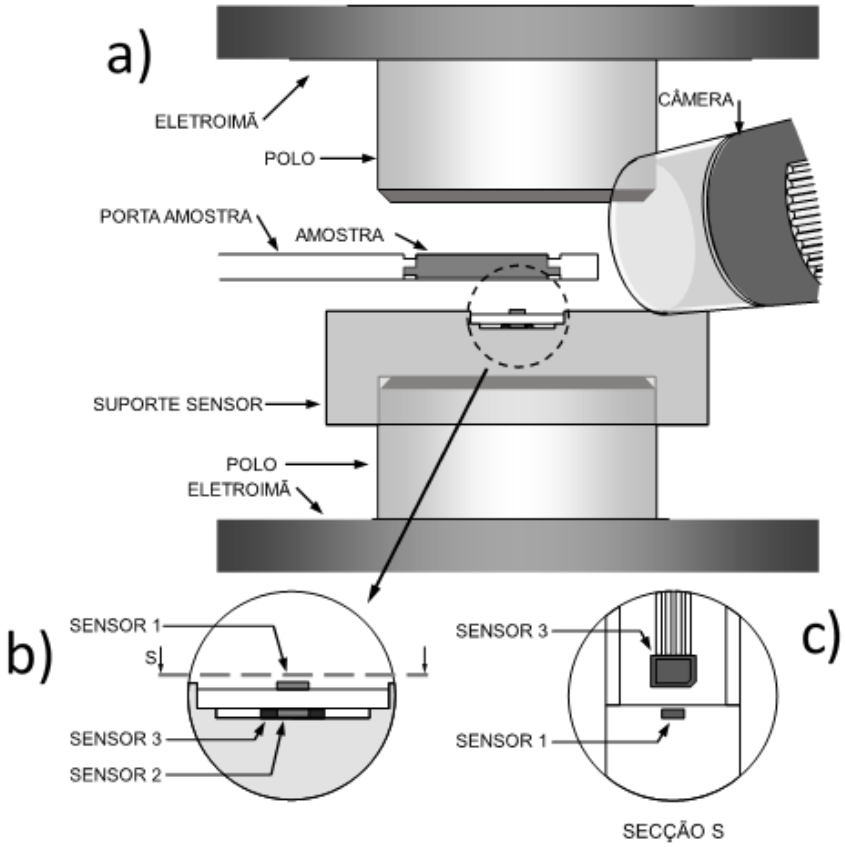


Figura 3.12: Esquema dos componentes na região do eletroímã. (a) Polos norte e sul do eletroímã, suporte de acrílico dos sensores, placa PCB do gradiômetro, amostra e porta amostra; (b) Vista lateral região do gradiômetro mostrando os sensores 1, 2 e 3: (c) Vista superior da região do gradiômetro, mostrando sensor 1 e sensor 3.

O terceiro sensor Hall (sensor 3) é responsável pelas leituras dos campos aplicados pelo eletroímã.

3.2.4. Sensor Hall Melexis

Como mencionamos anteriormente, na região do gradiômetro existe mais um sensor Hall de modelo e função diferente com os sensores do gradiômetro, o sensor Melexis de modelo MLX90215. O funcionamento do sensor Melexis é baseado no efeito Hall, e possui resposta linear em presença de campos magnéticos similar ao sensor HG-362A [Araújo, 2009; Araújo, 2013], mas a característica diferente do sensor Melexis é possuir um ganho programável [Melexis User Manual]. Para programar o sensor Melexis foi necessário usar um dispositivo programador da marca Melexis, modelo PTC-01 (figura 3.13 (a)). O programador PTC-01 possui um software compatível com Windows, portanto ele se comunica com o computador através da interface serial RS232 (figura 3.13 (c)). A calibração do

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

sensor Melexis é feita através da configuração básica do dispositivo PTC-01 (figura 3.13 (b)), onde o sensor é montado na região de referência magnética do programador seguindo as instruções do manual [Melexis User Manual]. O programador é alimentado com 24 V através de uma fonte DC e ao mesmo tempo ligado ao computador, onde o software será o encarregado de facilitar ao usuário realizar diferentes tarefas, como carregar as configurações de ganho e offset do sensor, fazer medições, calibrar e programar o sensor MLX90215 [Melexis User Manual].

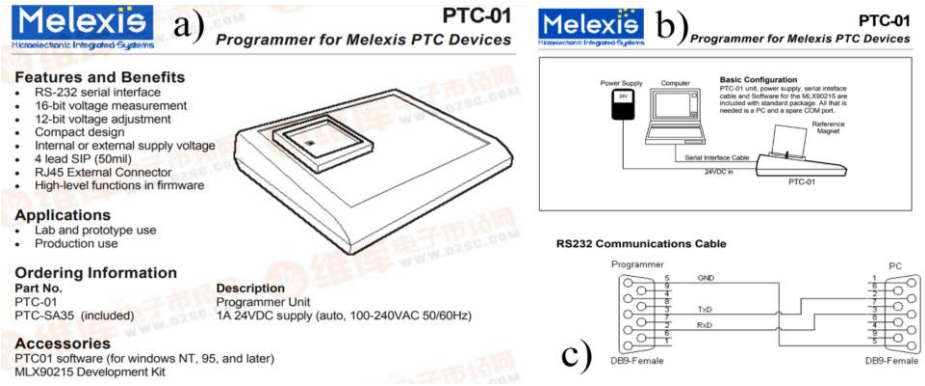


Figura 3.13: Programador Melexis, modelo PTC-01. (a) Desenho esquemático do programador com algumas especificações; (b) Esquema da configuração básica do programador para calibração do sensor MLX90215; (c) Desenho esquemático da interface serial RS232. Figuras retiradas de [Melexis User Manual].

O sensor MLX90215 possui 4 pins, um de entrada, saída e aterramento e um de teste como mostra a figura 3.14 (a), e tem uma região sensibilidade de 400 µm [Melexis User Manual]. Como já mencionamos o valor de offset e sensibilidade do sensor Melexis pode ser programado com os valores da tabela mostrada na figura 3.14 (b), portanto para os nossos objetivos o sensor foi calibrado com um valor de offset de 2,5 V e sensibilidade de 4,1 mV/mT [Melexis User Manual]. Como foi explicado anteriormente, os valores de campo magnético do eletroímã são calibrados em função da distância entre os seus polos, mas o polo inferior precisa se deslocar na direção vertical para aproximar ou afastar o sensor da amostra e assim evitar acidentes, então não é eficiente obter a calibração do eletroímã para cada separação entre os polos, portanto entra o sensor Melexis como resposta a esse problema.

A função do sensor MLX90215 é monitorar as leituras do campo gerado pelo eletroímã para ter certeza do valor do campo para cada afastamento entre os polos

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

[Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2019b; Pereira et al., 2017]. Essas leituras são recolhidas através de uma placa de aquisição de dados da marca National que forma parte do sistema de leitura do microscópio e que ao mesmo tempo se comunica com o programa LabVIEW que controla o equipamento.

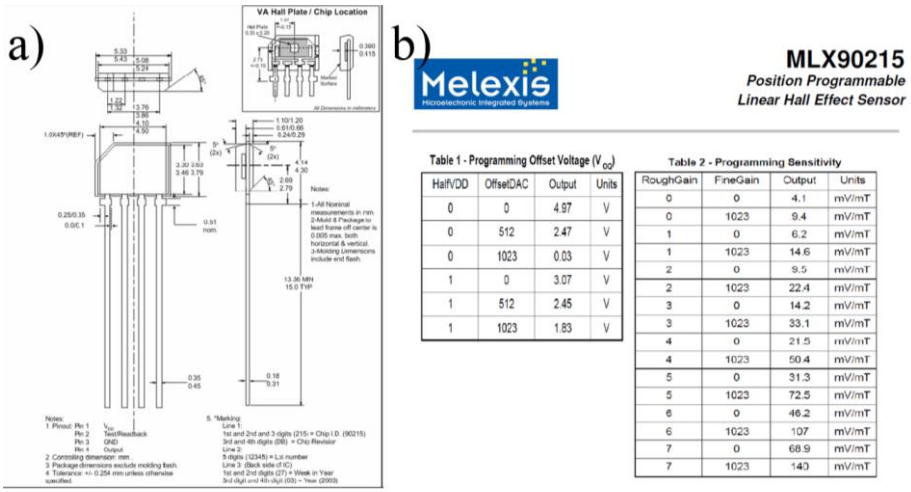


Figura 3.14: Sensor Hall da marca Melexis, modelo MLX90215. (a) Desenho esquemático do sensor com especificações; (b) Tabela de offset (esquerda) e sensibilidade (direita) para programação do sensor. Figuras retiradas de [Melexis User Manual].

3.2.5. Porta amostra

Para mapear uma amostra no microscópio, é necessário fixá-la sobre uma superfície de características especiais (Porta amostra) que será conectado aos atuadores para movimentá-la, portanto vamos explicar como está formado o conjunto do porta amostra. Inicialmente é preciso verificar qual será o material do porta amostra, para isso foram feitos testes de suscetibilidade magnética com diferentes materiais como: cobre, macor, acrílico, latão, vidro e quartzo. O material que demonstrou ter o melhor comportamento foi o acrílico por causa de sua baixa suscetibilidade magnética comparado com outros materiais, além disso possuí um campo magnético induzido uniforme. Depois de escolher o material mais eficiente para realizar as medições, foi fabricado o porta amostra de acrílico. No porta amostra foram feitos dois furos: o primeiro furo fica no centro da plataforma; o segundo furo serve para indicar um ponto de referência no mapeamento de amostras com forma irregular (figura 3.15 (a)). O porta amostra possui também um formato

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

quadrangular com dimensões 5 mm x 5 mm como é mostrado na figura 3.15 (b), ela serve de referência para o tamanho das amostras.

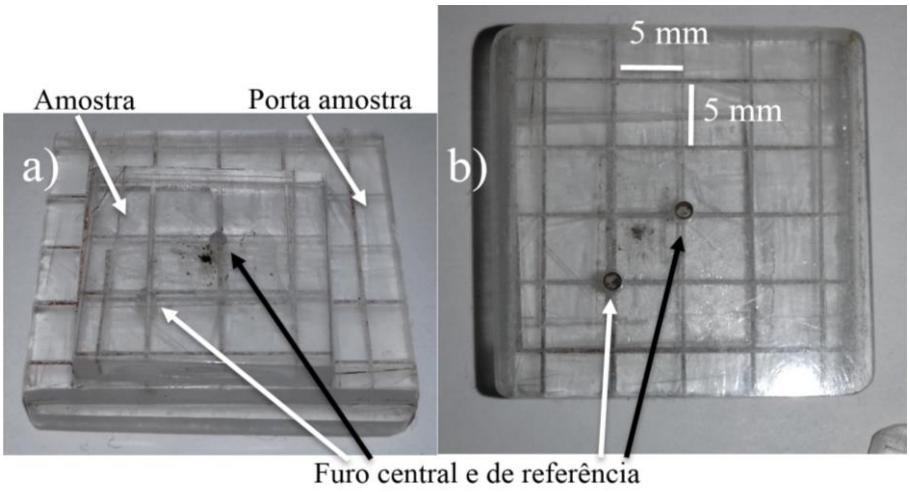


Figura 3.15: Porta amostra de acrílico. (a) Fotografia do porta amostra com acoplamento e amostra acima; (b) Fotografia superior do porta amostra indicando dimensões da quadrilha e posição do furo central (preto) e furo de referência (branco).

Adicionalmente foi construído um acoplamento para o porta amostra, desenhado especificamente para amostras que tenham formato de pó. No porta amostra da figura 3.15 a amostra é fixada acima, mas no acoplamento mostrado na figura 3.16 são feitos pequenos furos para depositar as amostras em forma de nano ou micro partículas. A forma do furo do acoplamento por ser escolhida, e dependendo do modelo teórico as partículas podem ser depositadas em cavidades esféricas, cilíndricas o em forma de cubo.

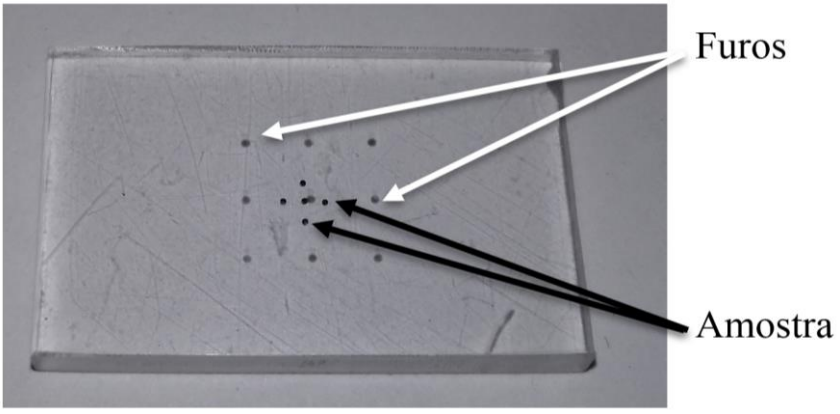


Figura 3.16: Fotografia do acoplamento com amostra já depositada (linha preta) através dos furos (linha branca).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Para juntar o porta amostra e o acoplamento se usa fita adesiva dupla face entre eles. Depois que a amostra é colocada no porta amostra é necessário montar o conjunto dentro do microscópio, por isso o porta amostras foi desenhado com um tamanho específico para encaixar dentro do suporte de acrílico ligado ao Zaber. O suporte consegue segurar o porta amostras através de um sistema de duas ligas, que adicionalmente reduzir o ruído mecânico gerado pelo Zaber na amostra (figura 3.17). No momento de montar a amostra dentro do microscópio é importante realizar esse trabalho com muita delicadeza, por causa da fragilidade dos atuadores lineares. Após a montagem da amostra, os atuadores começam a deslocar o suporte, portanto a amostra fica na região do campo magnético gerado pelo eletroímã.

3.2.6. Sistema de leitura

O sistema de leitura do microscópio magnético é formado por um conjunto de dispositivos que desempenham diferentes funções (figura 3.17). Os componentes do sistema de leitura são: duas fontes de alimentação, um filtro, um amplificador Lock-in, construímos 2 placas; uma placa para o eletroímã necessário para inverter a corrente no eletroímã, outra placa para atenuar a leitura de ruído do sistema gradiométrico e para a aquisição de dados utilizamos uma placa da NI modelo USB-6210. Abaixo descreveremos o funcionamento de cada dispositivo.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

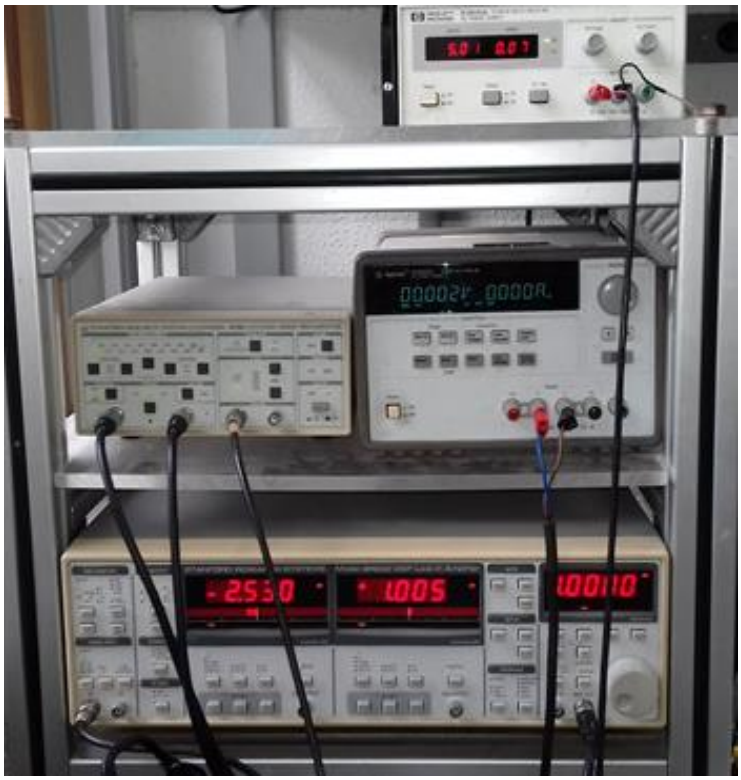


Figura 3.17: Fotografia do sistema de leitura do microscópio magnético do laboratório de instrumentação da PUC-Rio.

O sistema de leitura possui duas fontes de alimentação, a primeira fonte é da marca HP, modelo E3610A (figura 3.18(a)). A fonte HP trabalha em modo voltagem e é encarregada de alimentar tanto a placa do gradiômetro quanto o sensor Hall Melexis, portanto a placa e o sensor estão ligados em paralelo com a fonte. A fonte fornece uma voltagem DC fixa de 5 V com uma resolução de 10 mV nos dois dispositivos [HP Operating and Service Manual]. A segunda fonte (figura 3.18(b)) é da marca Agilent, modelo E3634A. A função da fonte Agilent é aplicar uma corrente nas bobinas do eletroímã na configuração 25 V, 7 A (figura 3.18 (b)) [Agilent Service Manual]. A fonte Agilent é uma fonte de bancada comercial de baixo custo que fornece correntes unidirecionais DC, portanto ele não consegue gerar correntes negativas, e como já foi mencionado o limite de corrente das bobinas é até ±3,5 A.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

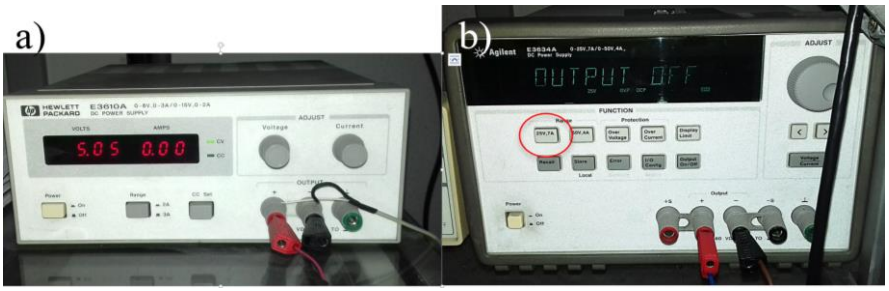


Figura 3.18: Fotografias das fontes de alimentação do sistema de leitura do microscópio. (a) Fonte HP, modelo E3610A; (b) Fonte Agilent, modelo E3634A indicando modo 25 V, 7 A encerrado em vermelho.

O filtro usado no nosso sistema de leitura foi o pré-amplificador Low-Noise da marca Stanford Research Systems, modelo SR560 (figura 3.19). Ele tem dois canais de entrada, um canal de saída programável e diferentes opções de acoplamento [SR560 Manual]. Na tabela 3.3 podem ser observadas as especificações do pré-amplificador. O filtro tem a função de receber os sinais AC do sensor A e sensor B que vem da placa do gradiômetro através das entradas sinalizadas na figura 3.19 das cores azul e verde. Depois os dados dos sensores passam por um processo de filtragem dentro do instrumento SR560 com o objetivo eliminar ruídos de baixa frequência. Finalmente o filtro envia um sinal através de sua saída, indicada na cor amarela na figura 3.19, para o dispositivo Lock-In, onde a saída pode ser só o sinal do sensor A, sensor B ou o sinal A-B (figura 3.19 (vermelho)) [SR560 Manual]. Adicionalmente o filtro desenvolve um papel importante no momento de colocar em fase o sensor A com o ambiente o qual será explicado posteriormente.

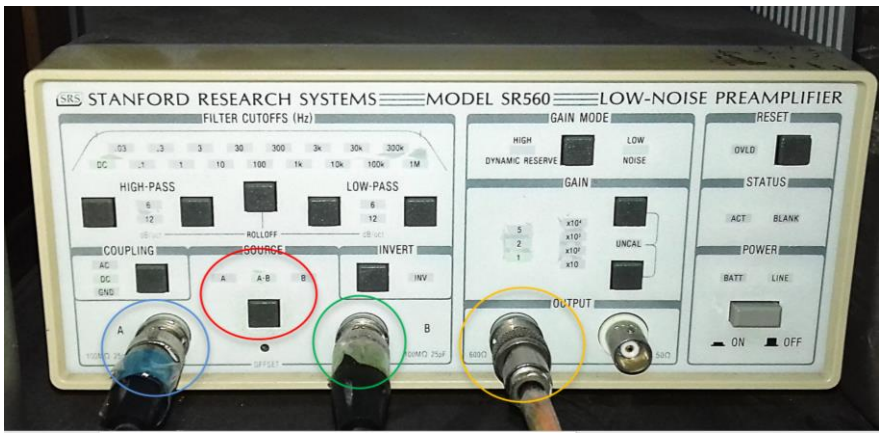


Figura 3.19: Fotografia do Pre-Amplificador Low-Noise da Marca Stanford Research Systems, modelo SR560.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Tabela 3.3: Especificações do Pre-Amplificador Low-Noise [SR560 Manual].

Modelo	Ruído de entrada	Ganho	Saída Máxima	Filtros
SR 560	<4 nV/√Hz a 1 kHz	1 a 50.000	10 Vpp	0.03 Hz a 1 MHz

Dentro do sistema de leitura está incluso outro dispositivo de alta importância, que é o amplificador Lock-In da marca Stanford Research Systems, modelo SR830 (figura 3.20 (a)). O amplificador Lock-In é um instrumento comercial altamente usado nos laboratórios de pesquisa que oferece diferentes funções como: recuperação de sinais submersas em ruído; Filtragem, amplificação e medição sensível de fase de sinais; E, voltímetro e analisador de espectro [Nunes, De Albuquerque, De Albuquerque, 2006; Corrêa, 2018; SR830 Manual]. O Lock-In é formado fundamentalmente por 3 componentes, que são: um amplificador de entrada, um demodulador e filtro passa-baixa na saída. Ele possui diferentes vantagens, como realizar medições com alto índice de precisão, mas pelo contrário ele é um instrumento custoso e de difícil operação e manutenção [Corrêa, 2018; SR830 Manual].

O trabalho principal do Lock-In dentro do sistema de leitura é gerar um sinal de referência AC de amplitude 1 V e frequência 1 kHz [SR830 Manual] que será enviado à placa do gradiômetro. A finalidade desse sinal de referência é modular as leituras do gradiômetro dentro de uma onda senoidal de alta frequência e assim escapar das frequências do ruído do ambiente. Depois o amplificador recebe um sinal AC que vem do filtro SR560 e contém as leituras de campo obtidas pelos sensores (usualmente o sinal é a subtração dos dados dos sensores, configuração A-B do filtro). Os dados chegam no Lock-In passam por um processo de demodulação para assim separar o sinal de referência do sinal real e recuperar os dados dos sensores submersos na referência e no ruído. Finalmente o sinal real é filtrado para eliminar ruídos que ficam em outras faixas de frequência e é enviado ao computador para ser processado pelo programa LabVIEW. Se a frequência do sinal que volta ao Lock-In for diferente da emitida na referência o sinal de saída passa a ser zero [Corrêa, 2018].

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Quando o microscópio está desligado pode existir um campo magnético na região do gradiômetro, onde esse campo é a mistura do ruído magnético mais o campo remanente gerado pelo eletroímã, portanto quando o equipamento é ligado é importante colocar o sensor A em fase (porque ele é quem obtém as leituras das amostras). Para cumprir essa tarefa o filtro é colocado na configuração Source A, para que o sinal de saída emitido seja só do sensor A. Quando Lock-In recebe o sinal que vem do filtro é necessário apertar o botão Phase (figura 3.20 (c)) para que o sensor A entre em fase com o ambiente. Depois de realizar esse processo se devolve o filtro para a configuração de Source A-B e o equipamento está pronto para medir. Durante a medição de alguma amostra o mapeamento é feito em tempo real no programa LabVIEW, portanto se a medida da amostra supera a sensibilidade escolhida no Lock-In, o programa dá uma alerta de erro do Lock-In. Para resolver esse problema é necessário aumentar a sensibilidade no Lock-In através do painel mostrado na figura 3.20 (b).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

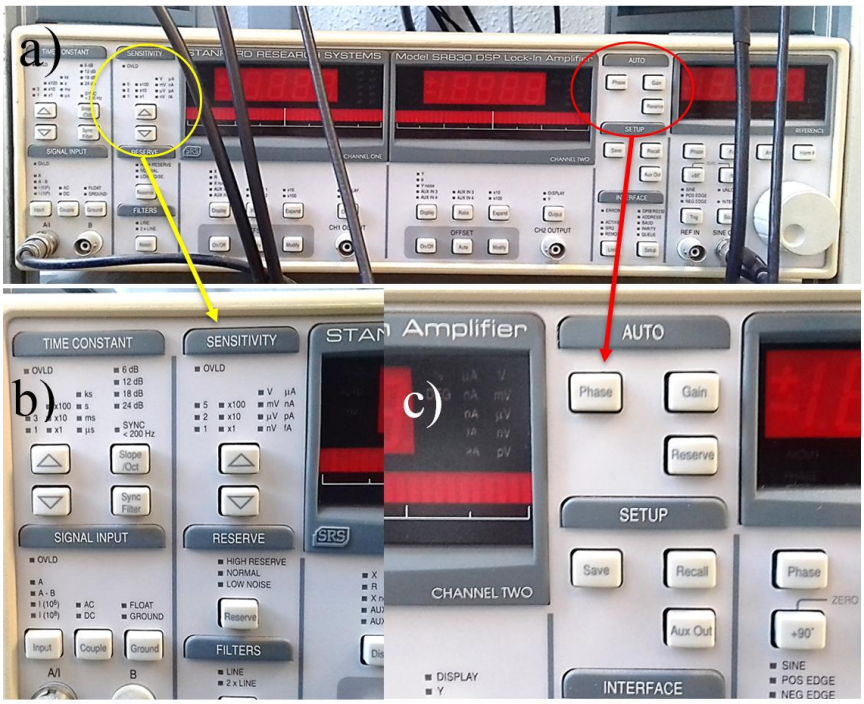


Figura 3.20: Amplificador Lock-In da Marca Stanford Research Systems, modelo SR830. (a) Fotografia do equipamento Lock-In; (b) Painel da sensibilidade sinalizado em amarelo; (c) Painel da fase sinalizado em vermelho.

Pelas desvantagens de custo, manutenção e operação do amplificador SR 830, foi desenvolvido e construído recentemente um dispositivo para sua substituição. O instrumento Lock-In AJE (figura 3.21 (a)), foi desenvolvido e construído pelo

grupo do prof. Elder Yokoyama do Instituto de Geociência da Universidade de Brasília (UNB) e aperfeiçoado nos laboratórios instrumentação do grupo do Prof. Jefferson Ferraz do departamento de Física da PUC-Rio.

O AJE foi feito numa placa de circuito integrado e dentro do seu circuito elétrico possui os 3 componentes principais do Lock-in comercial substituídos por: Um amplificador de entrada AD620, um demodulador síncrono AD630 e um amplificador de instrumentação OP27 (figura 3.21 (b)), os quais são encontrados no mercado nacional [Corrêa, 2018; Araújo et al., 2020]. O amplificador AJE cobre uma faixa de frequência de 10-100 KHz, possui 3 canais que indicam a entrada, saída e referência, um potenciômetro de ajuste de ganho e pode ser alimentado com uma fonte de voltagem comercial DC [Corrêa, 2018; Araújo et al., 2019c; Araújo et al., 2020]. O amplificador AD620 tem a função de amplificar o sinal de entrada (sinal desejado junto com sinal de ruído e referência), depois o demodulador AD630 se encarrega de separar o sinal real e sinal de referência e finalmente o amplificador OP27 é o responsável de produzir o sinal DC e filtrar o ruído do sinal demodulado [Corrêa, 2018; Araújo et al., 2019b].

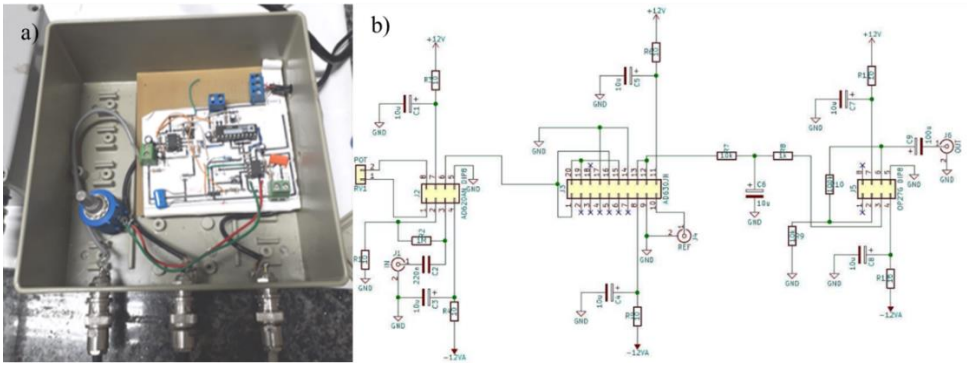


Figura 3.21: Amplificador Lock-In AJE. (a) Fotografia do AJE; (b) Esquema do circuito elétrico do AJE. Figura retirada de [Araújo et al., 2019b].

No laboratório da PUC-Rio foi realizado um teste de ruído entre o amplificador Lock-In comercial SR 830 e o Lock-In AJE com a finalidade de comparar o desempenho deles, portanto ambos equipamentos foram usados para medir um sinal de campo magnético alternado de frequência 4 Hz e 5 μT de amplitude. O instrumento AJE foi alimentado através de uma fonte de voltagem DC de ± 15 V, e foi ajustado para ter um ganho de 1,77 V / mT. O Lock-In comercial foi ajustado com um ganho de 0.228 V / mT. Os dois instrumentos Lock-In foram

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

ligados ao magnetômetro para emitir um sinal de referência de 1 kHz com uma amplitude de 1 V. Na figura 3.22 são mostrados os gráficos de ruído em função da frequência para ambos amplificadores [Corrêa, 2018; Araújo et al., 2019b].

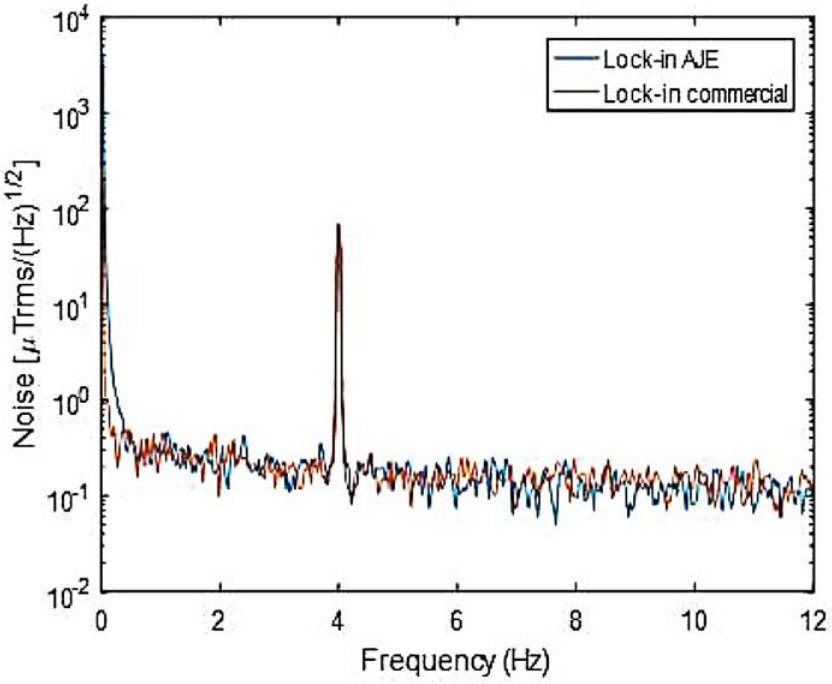


Figura 3.22: Gráfico de ruído em função da frequência lido pelo Lock-In AJE e Lock-In SR830. Figura retirada de [Araújo et al., 2019b].

Por meio da figura 3.22 observamos que não existem grandes diferenças nos sinais emitidos por cada instrumento, as curvas de ruído são muito próximas, portanto para essas condições os instrumentos possuem desempenhos similares, mas é importante considerar que o dispositivo AJE tem um baixo custo de operação [Araújo et al., 2019b]. Conclui-se que o Lock-In AJE é uma ótima alternativa para substituir o amplificador Lock-In comercial e pode ser usado como parte dos componentes do sistema de leitura do microscópio magnético.

A fonte de corrente do sistema de leitura entrega uma desvantagem, ela é uma fonte comercial que fornece somente correntes em um sentido. Porém esse problema foi consertado através do desenho e fabricação de uma placa de circuito que chamaremos de placa do eletroímã. A placa do eletroímã construída no laboratório da PUC-Rio e mostrada na figura 3.23, é ligada com a fonte de corrente Agilent e o eletroímã, e tem a importante função de fornecer correntes negativas no eletroimña. A troca no sinal da corrente é automatizada pelo fato que a placa se

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

comunica em tempo real com o programa LabVIEW, portanto no momento de escolher a opção de correntes negativas no programa, o circuito da placa é ativado e acontece a troca do sinal. Enquanto o sinal da corrente seja positivo no programa LabVIEW a placa fica em repouso.

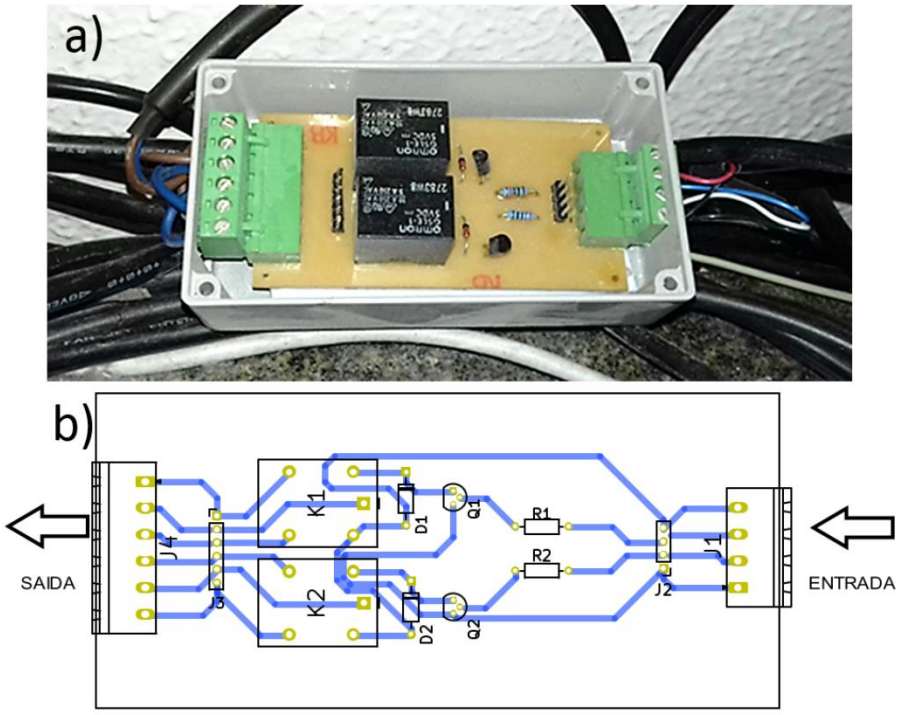


Figura 3.23: (a) Fotografia da placa do eletroímã; (b) Esquema do circuito da placa do eletroímã indicando seus componentes.

O gradiômetro é alimentado com corrente AC por meio de uma placa de circuito que chamamos placa do gradiômetro, na primeira versão do microscópio as fontes de corrente que alimentam o dispositivo de leitura são baseadas no IC LM334, que é um circuito controlado com potenciômetros, mas isso produzia problemas como altos níveis de ruído ou uma forte dependência com a temperatura [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a]. Os problemas que gerava o LM334 foram solucionados com um novo dispositivo construído no laboratório da PUC-Rio, esse dispositivo é a placa do gradiômetro (INA105) mostrada na figura 3.24 (a).

A placa do gradiômetro é alimentada através da fonte HP, ela se comunica com o gradiômetro através de um cabo (USB) onde o gradiômetro é alimentado e ao mesmo tempo são recebidos os dados de leitura dos sensores. Dentro da placa existem uma série de filtros que melhoram a qualidade do sinal dos sensores A e B. Como se observa na figura 3.24 (a) a placa tem dois canais de saída que enviam o

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

sinal do sensor A e o sinal do sensor B já filtrados para o pré-amplificador SR560, e possui um canal de entrada onde recebe o sinal de referência gerado pelo Lock-In, que é um sinal senoidal de frequência 1 kHz e amplitude 1 V. Com a finalidade de verificar a eficiência da placa do gradiômetro em comparação com o circuito LM334, foi feito na figura 3.24 (b) um gráfico que compara os espectros de ruído em função da frequência dos dois dispositivos [Araújo et al., 2019a]. O teste de ruído foi feito aplicando um sinal magnético de frequência 4 Hz e amplitude 5 μT.

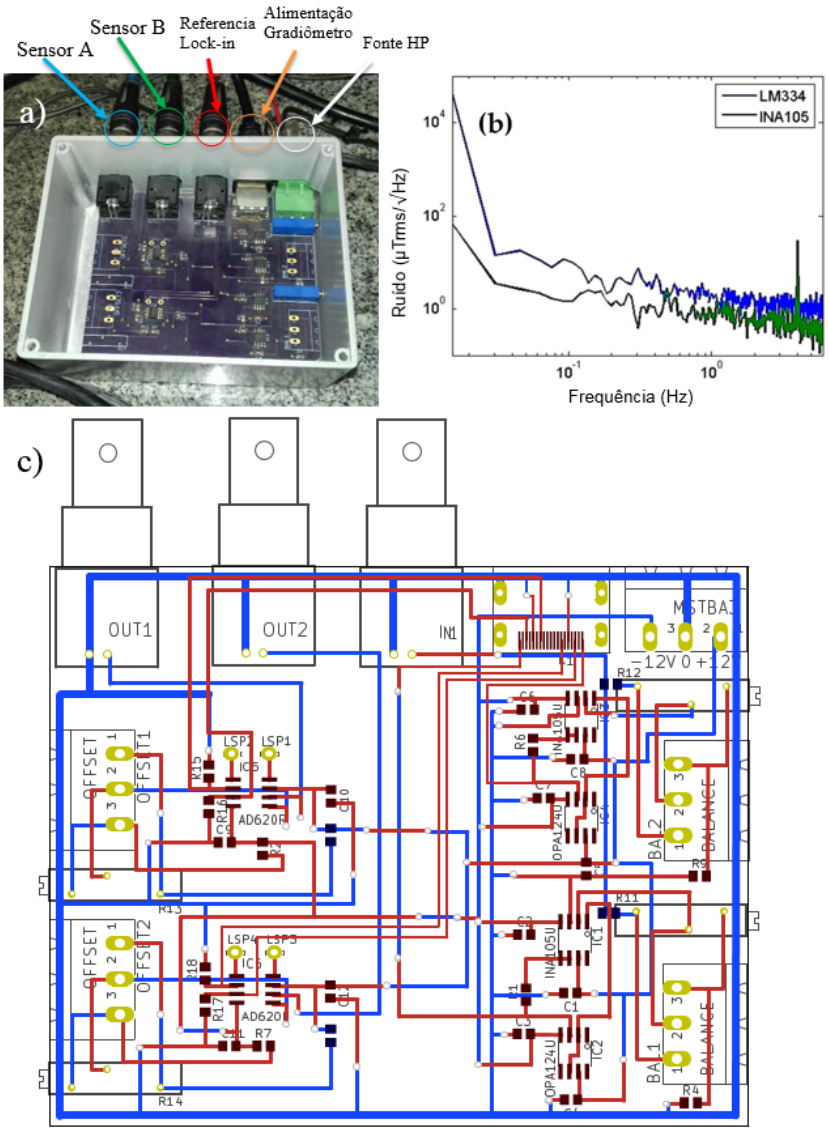


Figura 3.24: Placa do gradiômetro INA105. (a) Fotografia da placa do gradiômetro indicando os canais de saída do sensor A e B, canal de entrada do sinal de referência, cabo que alimenta e recebe informação do gradiômetro e alimentação da placa através da fonte HP; (b) Gráfico com espectro de ruído em função da frequência dos dispositivos INA105 (verde) e IC LM334 (azul). Figura retirada de [Araújo et al., 2019a]; (c) Esquema do circuito da placa do gradiômetro.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Analisando o gráfico da figura 3.24 (b) foi obtido que o nível de ruído do IC LM334 em 6 Hz foi 1,0 µTrms/(Hz)½, e ruído do INA105 na mesma frequência foi 300 nTrms/(Hz)½ [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a]. Podemos concluir que a placa do gradiômetro mostrou ter uma melhor filtragem de ruído do que o circuito LM334. Outra vantagem além da filtragem do ruído nos sinais dos sensores é a alimentação do gradiômetro com um sinal AC. O sinal AC é útil porque a alimentação DC é ruidosa e também porque o gradiômetro trabalhará realizando leituras em altas frequências (1 kHz gerado pelo Lock-In) em comparação com as frequências onde ficam a maioria dos sinais de ruído do laboratório. Portanto com o sinal AC se consegue escapar das leituras de ruído de fontes externas e fazer uma aquisição de dados AC.

O último elemento do sistema de leitura é a placa de aquisição de dados da marca National. Essa placa tem a função de recolher as leituras do campo do eletroímã feitas pelo sensor Melexis e transmití-las ao programa LabVIEW. O dispositivo Multifuncional da marca National Instruments, modelo USB-6210 mostrado na figura 3.25 (a), é um instrumento multifuncional de aquisição de dados. A placa da National possui entradas e saídas digitais, entradas analógicas e dois contadores de 32 bits como se mostra na figura 3.25 (b), ele se comunica com o computador via USB e consegue receber e transmitir dados de alta velocidade [National Instruments User Manual].

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

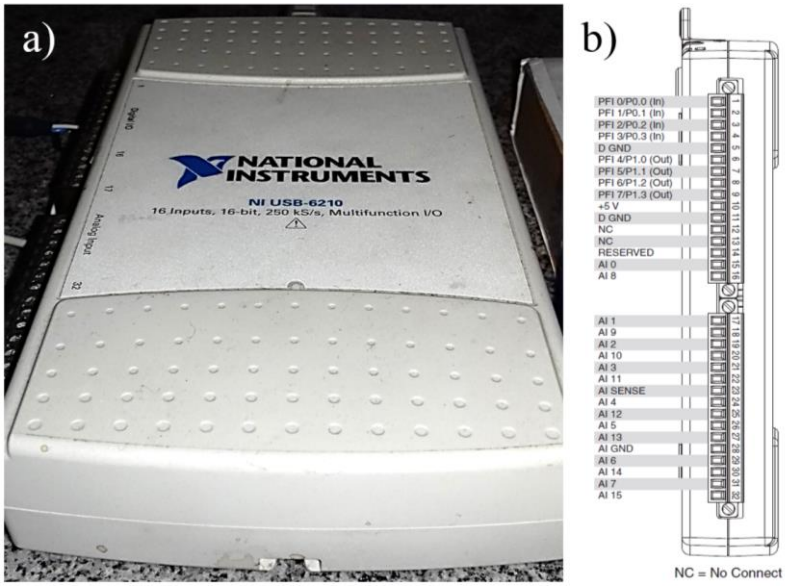


Figura 3.25: Dispositivo de aquisição de dados da marca National Instruments, modelo USB-6210. (a) Fotografia da placa de aquisição de dados; (b) Esquema dos canais de entrada e saída da placa da National. Figura retirada de [National Instruments User Manual].

3.2.7. LabVIEW

Com a finalidade de ter comunicação com os diferentes componentes do microscópio e automatizar o processo de medição foi desenvolvido na linguagem LabVIEW um programa que é o encarregado de governar as funções do microscópio e recolher os dados de cada experimento. O programa foi construído no LabVIEW usando diagramas de blocos como é possível observar na figura 3.26, porém o usuário se comunica com o aparelho só através do painel frontal do programa. Deste modo com a intenção de documentar as diferentes funções de controle do programa principal do microscópio, será feita uma breve descripção do painel frontal do programa.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

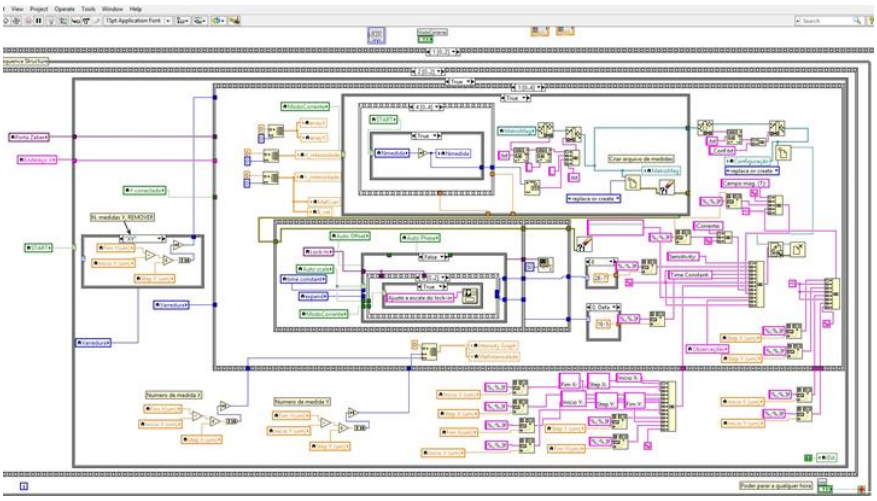


Figura 3.26: Diagrama de blocos do programa principal LabVIEW do microscópio.

O painel frontal do programa do microscópio está formado por dois sub painéis, que são o painel principal e ou painel de configuração. Começaremos explicando cada um dos componentes do painel principal numerados na figura 3.27.

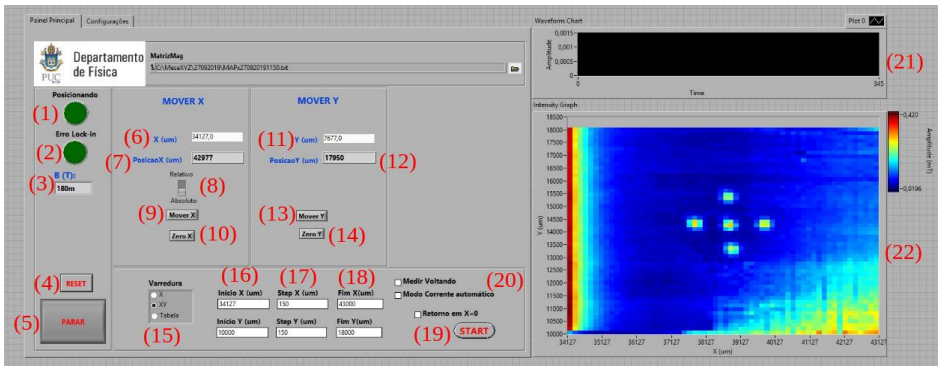


Figura 3.27: Painel principal do programa do microscópio em LabVIEW, com numeração das funções.

1) Luz que indica erro espacial do Zaber, por exemplo algum obstáculo no caminho no suporte.
2) Luz que indica erro no Lock-In (leitura fora da escala de sensibilidade), se recomenda começar com sensibilidade mais baixa e se conserta o erro aumentando a escala no Lock-In.
3) Leitura do campo magnético do eletroímã medido pelo sensor Melexis.
4) Reset coloca o posicionador XY na posição zero.
5) O botão “Parar” como indica a palavra para a medição e sai do sistema.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

6) X indica a posição onde o atuador vai deslocar o suporte no eixo horizontal X, medido em µm.
7) Posição X mostra a posição atual no eixo X do atuador, medido em µm.
8) Controle que troca a configuração do botão mover (9). Ele tem a opção Absoluto (O atuador X vai para a posição indicada em (6) uma vez só) e tem a opção Relativo (O atuador X se desloca a distância indicada em (6) as vezes que o controle (9) seja usado). A recomendação é usar o modo absoluto.
9) O controle Mover X desloca o atuador X até a posição indicada pelo controle (6).
10) Zero leva o posicionador X até a posição 0 µm.
11) Tem a mesma função que o controle (6) no eixo Y.
12) Tem a mesma função que o controle (7) no eixo Y.
13) Tem a mesma função que o controle (9) no eixo Y.
14) Tem a mesma função que o controle (10) no eixo Y.
15) Indica o modo de varredura, ele possui 3 modos, que são X, XY e o modo Tabela. Quando é selecionado o modo tabela o microscópio tem a função de magnetômetro, o posicionador XY fica fixo na posição indicada e é feita uma varredura de campo magnético.
16) São os controles que indicam a posição inicial X e Y da varredura.
17) Indica o passo do deslocamento X e Y (É recomendado usar 250 µm para o passo da primeira medição para ver a sensibilidade)
18) São os controles que indicam a posição final X e Y da varredura.
19) Start controla o começo da varredura.
20) São controles para a configuração do modo Tabela.
21) Gráfico que mostra em tempo real o valor de voltagem detectada.
22) Gráfico que mostra em tempo real o mapa no espaço XY do campo induzido da amostra.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

3.3. Procedimento experimental

Acima foi descrito cada um dos componentes do microscópio Hall, porém para realizar mapeamentos e caracterização de amostras é necessário seguir um procedimento padrão para ligar os equipamentos do microscópio Hall (figura 3.20).

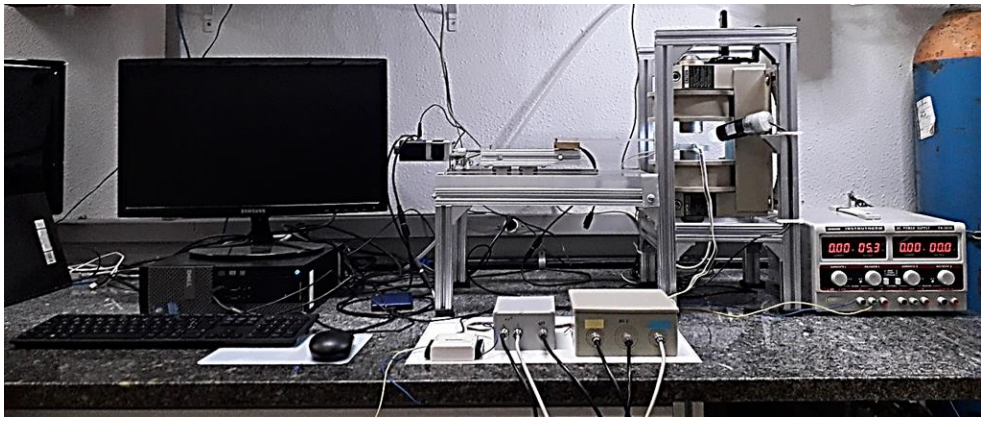


Figura 3.28: Microscópio Hall com sistema de leitura e deslocamento aperfeiçoado.

Abaixo explicaremos o protocolo para ligar e realizar medidas no microscópio Hall:

- Ligar todos os equipamentos (Zaber, fonte de 5V, fonte de corrente, filtro SR560 e Lock-In) deixando por último o computador e aguardar por 1 hora para operar o microscópio;
- Abrir no computador o programa LabVIEW que controla o microscópio (EXE-Painel_V4,6_jeff);
- Pressionar o botão Run do programa LabVIEW para iniciar o programa (lado esquerdo e acima);
- Apertar botão reset do painel principal;
- Tirar polo norte do eletroímã;
- Colocar canal de saída do filtro em modo Sensor A;
- Apertar no Lock-In o controle Phase para colocar sensor A em fase com o ambiente;
- Devolver canal de saída do filtro ao modo A-B;
- Devolver polo norte do eletroímã;
- Colocar a mostra no porta amostra ou acoplamento;

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

- Afastar o eletroímã para montar delicadamente a amostra dentro do suporte;
- Colocar eletroímã no seu lugar, e aproximar o polo sul o mais próximo possível da amostra (sem fazer contato);
- Apertar o botão Reset no programa e tirar polo norte novamente para configurar a posição inicial e final do mapeamento;
- Usando os controles dos posicionadores X e Y se desloca manualmente a amostra até o ponto inicial do mapeamento (olhando através do buraco do polo norte). Com a posição inicial já definida se inserem os dados dentro do programa e se repete o procedimento para definir a posição final (sempre começando com a posição Y);
- Se pulsa Reset e se devolve o polo norte ao eletroímã;
- No Lock-In se coloca o offset em modo auto e a sensibilidade na mínima quantidade;
- Se define o passo do deslocamento XY em 250 µm para primeira medição;
- No programa LabVIEW, no painel de configurações se preenche o quadro de observações da amostra (Campo, corrente, tipo de amostra, etc.);
- Finalmente se seleciona opção de varredura XY e se começa a medição pulsando START e OK.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

4
Calibração

Neste capítulo será apresentado o desenvolvimento do modelo do dipolo magnético junto com o processo de calibração do microscópio magnético de varredura e os materiais utilizados. A caracterização de uma amostra é feita por meio da obtenção do momento magnético em função do campo magnético aplicado, porém para conseguir essa quantidade é necessário ter um modelo teórico apropriado com a geometria da amostra e também conhecer outras grandezas físicas importantes, como a distância entre a amostra e o sensor, com a finalidade de que a única variável do modelo teórico seja só o momento magnético [Araújo, 2009; Araújo, 2013; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a]. A distância vertical da amostra ao sensor é uma quantidade desconhecida no nosso sistema, em razão do elemento sensível do sensor (GaAs) ficar dentro de um encapsulamento, conforme figura 4.1. Embora seja conhecido a distância D entre a superfície do sensor e a amostra, não temos certeza do espaçamento d entre a superfície do encapsulamento e o elemento GaAs.

Portanto, antes de realizar medições com o microscópio, foi necessário fazer a calibração do dispositivo a partir da obtenção do momento magnético de uma amostra já conhecida com o intuito de encontrar a distância d. Usamos como amostra uma esfera de níquel, onde seu momento magnético é conhecido na literatura e pode ser achado na literatura. Por intermédio das medições e um modelo teórico apropriado com a geometria da amostra fizemos a calibração do microscópio e achamos a distância d desconhecida. Como modelo teórico foi escolhido o modelo do dipolo magnético localizado no centro da amostra [Araújo, 2009; Araújo, 2013].

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

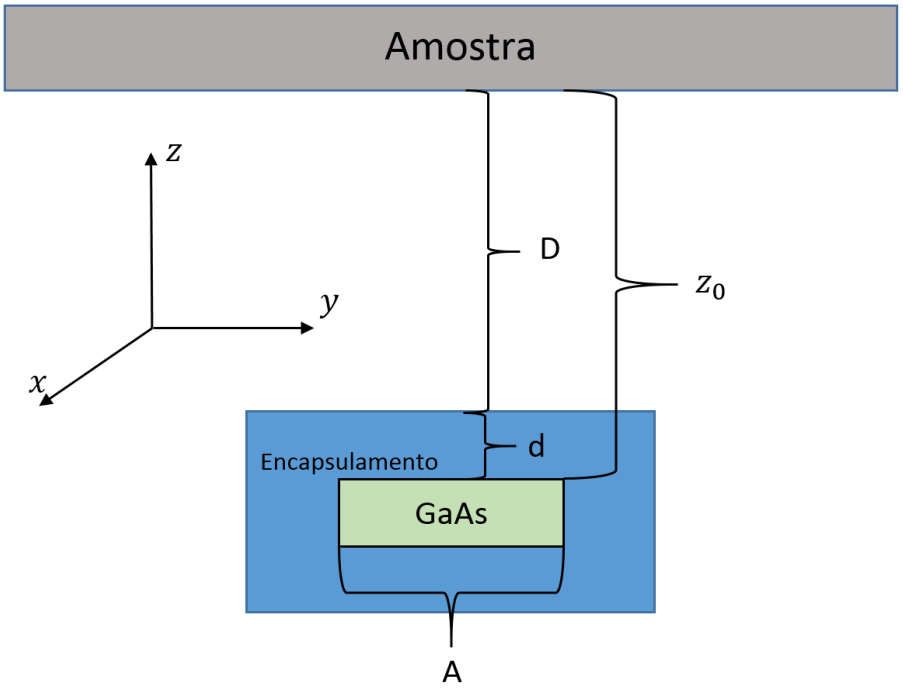


Figura 4.1: Esquema da distância entre a amostra e o elemento sensível GaAs do sensor Hall HG-362A. Sendo D a distância entre a superfície do sensor e a amostra, d a distância entre o elemento sensível e o encapsulamento, z_0 é a distância total D + d, e A é a área sensível do elemento GaAs [AKM User Manual, Model HG-362A].

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

4.1. Modelo utilizado na calibração

Conforme mencionamos acima, a calibração do microscópio foi feita usando uma esfera de níquel, sendo assim o modelo teórico adequado com a geometria da amostra é o modelo de um dipolo magnético, pois o campo magnético produzido por uma esfera uniformemente magnetizada é o mesmo do campo de um dipolo magnético [Griffiths, 1999; Machado, 2013]. Como os campos gerados pelo dipolo e a esfera são iguais, foi escolhido o modelo teórico de um dipolo para realizar a calibração do microscópio [Griffiths, 1999; Araújo, 2009; Araújo, 2013; Machado, 2013]. O dipolo magnético localizado na origem do centro de coordenadas encontra-se a uma distância **r (x,y,z)** = x **i** + y **j** + z **k**, e possui um momento magnético m_z que aponta na direção do eixo z positivo como se mostra na figura 4.2.

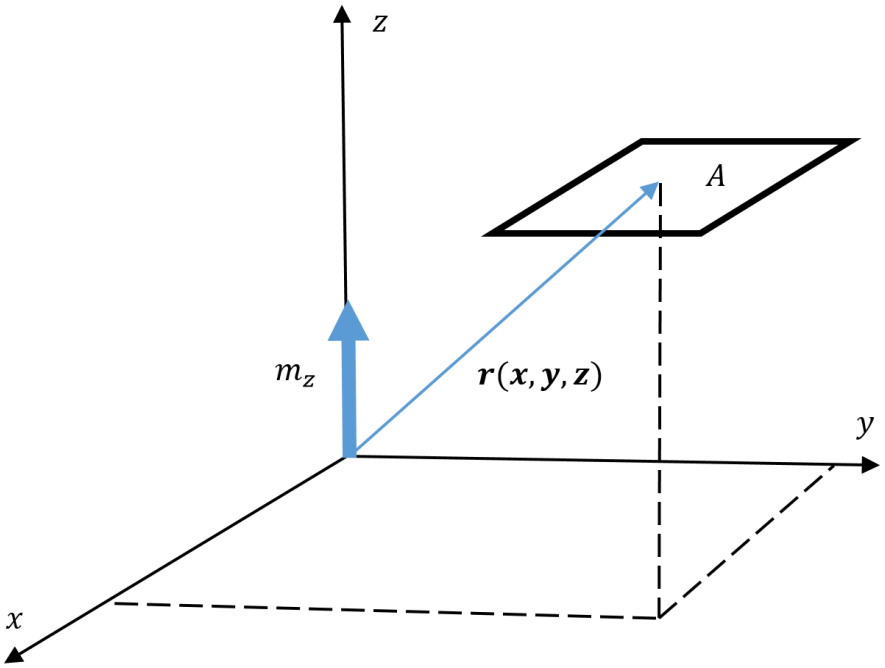


Figura 4.2: Dipolo localizado na origem de coordenadas, com momento magnético m_z em z positivo e a uma distância r do sensor de área A.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Precisamos de uma expressão que relacione o campo magnético da amostra no eixo z, com o seu momento magnético e a distância desconhecida d (distância entre elemento GaAs do sensor e encapsulamento), dessa maneira partiremos das seguintes equações:

$$\mathbf{B} = \nabla \times \mathbf{A(r)} \tag{7}$$

$$\mathbf{A(r)} = \frac{\mu_0 I}{4\pi} \oint (1/|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|) d\mathbf{r}' \tag{8}$$

Onde **A(r)** é o potencial vetor magnético, μ_0a permeabilidade magnética no vácuo, **r** a posição onde será calculado o potencial vetor e **r´** a posição onde circula a corrente I. Definimos nosso sistema conforme figura 4.3, um circuito fechado onde percorre uma corrente I e cada posição da linha está definido pelo vetor **r´**. O circuito da figura 4.3 simula a circulação de corrente da nossa amostra esférica e o ponto p indica a posição do elemento sensível do sensor Hall, o qual fica bem afastado da amostra, dessa forma temos a condição **r** >> **r´**.

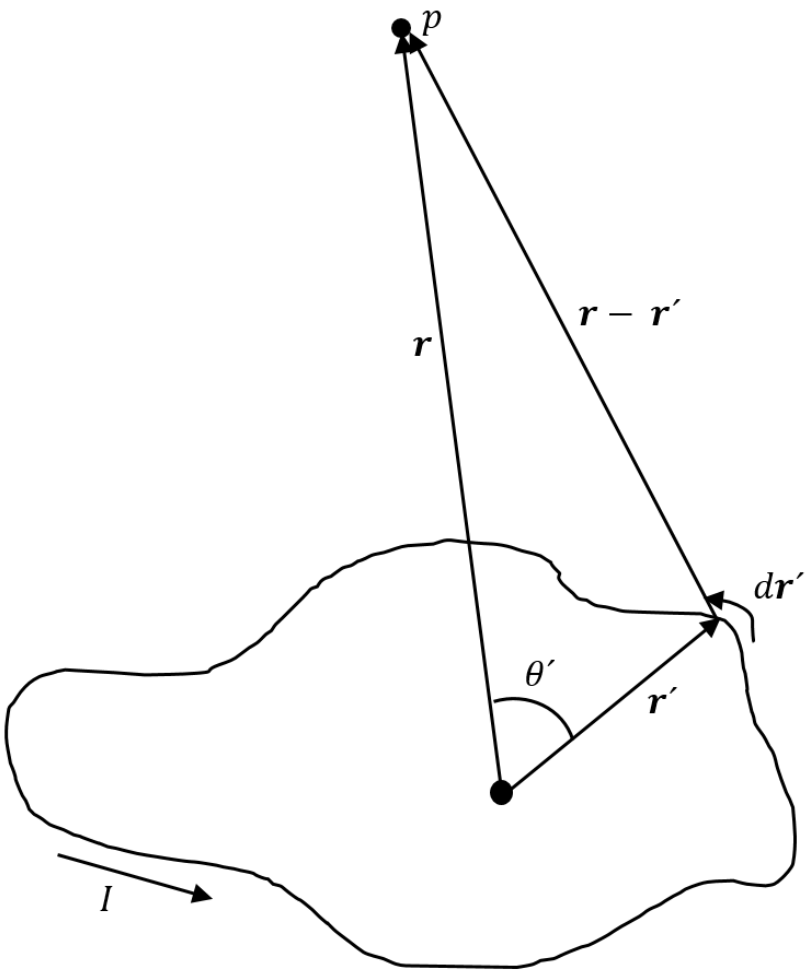


Figura 4.3: Circuito de corrente a uma grande distância do ponto p.

Pelo fato de **r** ser muito maior do que **r´**, é possível reescrever a equação (8) usando a seguinte expansão em serie de Taylor [Araújo, 2009; Griffiths, 1999; Machado, 2013]:

$$1/|\mathbf{r} - \mathbf{r}'| = \frac{1}{r}[1 + (\mathbf{r} \cdot \mathbf{r}')\ /r^2 + r'^2/r^3 \ldots] \quad (9)$$

Como r´<< r, os termos da equação (9) com ordem maior da primeira são desprezíveis, portanto inserindo a aproximação (9) dentro da equação (8) para obter:

$$\mathbf{A(r)} = \frac{\mu_0 I}{4\pi}[\frac{1}{r}\oint \mathrm{d}\,\mathbf{r}' + \frac{1}{r^3}\oint(\mathbf{r} \cdot \mathbf{r}')\mathrm{d}\,\mathbf{r}'] \quad (10)$$

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

O primeiro termo da equação (10) está relacionada com a existência de monopólios, portanto como não há monopólios magnéticos é possível demonstrar que esse termo é nulo [Griffiths, 1999; Machado, 2013], então com essa informação a equação (10) fica:

$$\mathbf{A(r)} = \frac{\mu_0 I}{4\pi}\frac{1}{r^3}\oint(\mathbf{r}\cdot\mathbf{r}')\,\mathrm{d}\,\mathbf{r}' \tag{11}$$

Através de manipulações matemáticas, a equação (11) se transforma na seguinte expressão:

$$\mathbf{A(r)} = \frac{\mu_0 I}{4\pi}[\frac{1}{2}\oint(\mathbf{r}'\times\mathrm{d}\,\mathbf{r}')]\times(\mathbf{r}/r^3) \tag{12}$$

Como é mostrado na figura 4.4 os vetores **r´** e d **r´** geram um triangulo de área s, essa área é relacionada com os dois vetores **r´** e d **r´** por meio da integral [Griffiths, 1999; Machado, 2013]:

$$\mathbf{S} = \frac{1}{2}\oint \mathbf{r}'\times\mathrm{d}\,\mathbf{r}' \tag{13}$$

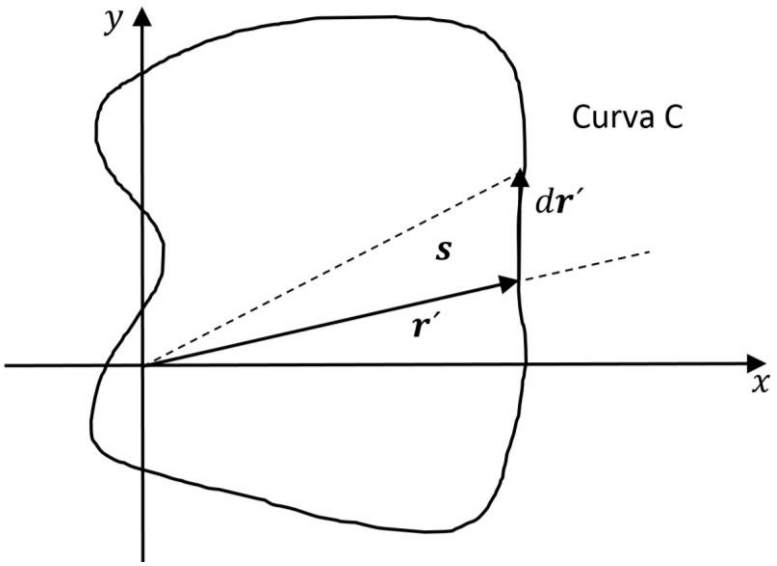


Figura 4.4: Gráfico da curva C formada pelos vetores **r´** e d**r´.**

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

O momento magnético é definido como **m** = I **S** [Griffiths, 1999; Machado, 2013], portanto substituindo a relação (13) na definição de momento magnético, se obtém:

$$\mathbf{m} = \frac{I}{2}\oint \mathbf{r}' \times \mathrm{d}\,\mathbf{r}' \tag{14}$$

Inserindo a equação do momento magnético (14) dentro da equação (12) conseguimos a relação que precisamos para o potencial vetor.

$$\mathbf{A(r)} = \frac{\mu_0 I}{4\pi}\mathbf{m} \times \mathbf{r}\,\frac{1}{r^3} \tag{15}$$

Agora é possível determinar o campo magnético usando a relação (7) e a equação (15), assim conseguimos:

$$\mathbf{B(r)} = \frac{\mu_0 I}{4\pi}[3(\mathbf{m}\cdot\mathbf{r})\mathbf{r}\frac{1}{r^5} - \mathbf{m}\,\frac{1}{r^3}] \tag{16}$$

Lembrando que **m** = $m_z\mathbf{k}$, a equação (16) fica com a seguinte forma:

$$B_z(x,y,z) = \frac{\mu_0 I}{4\pi}[3\frac{m_z(z-z_0)z_0}{[(x)^2+(y)^2+(z)^2]^{5/2}} - \frac{m_z}{[(x)^2+(y)^2+(z)^2]^{3/2}}] \tag{17}$$

Calculamos também o fluxo magnético que atravessa a área sensível A do sensor Hall [Griffiths, 1999].

$$\Phi_z(x,y,z) = \frac{\mu_0 I}{4\pi}\int_{-l/2}^{l/2}\int_{-l/2}^{l/2}[3\frac{m_z(z-z_0)z_0}{[(x)^2+(y)^2+(z)^2]^{5/2}} - \frac{m_z}{[(x)^2+(y)^2+(z)^2]^{3/2}}]\ \mathrm{dx}\ \mathrm{dy} \tag{18}$$

Onde as coordenadas (x, y, z) representam a posição do centro do sensor medida desde a posição do dipolo. Com ajuda das expressões (17) e (18) foi escrito na plataforma MatLab uma sub-rotina que é capaz de simular a curva magnética do dipolo quando ela é magnetizada pelo eletroímã e deslocada pelos atuadores lineares.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

4.2. Processo de calibração

No modelo teórico escrito no MatLab os valores das posições x e y são conhecidas, e representam a distância horizontal do sensor Hall superior do gradiômetro até a amostra. Mas para obter o momento magnético da amostra por intermédio do nosso modelo teórico temos o seguinte problema, a distância z entre a amostra e o elemento sensível do sensor é desconhecida, consequentemente parte do processo de calibração consiste na obtenção exata da posição z partindo de uma amostra de momento magnético conhecido. Para o processo de calibração seguimos os seguintes passos:

- Seleção e montagem de uma amostra de momento magnético conhecido no porta amostra (esfera de níquel);
- Mapeamento magnético da amostra;
- Identificação da posição de máxima intensidade do mapa magnético;
- Graficação do campo induzido da amostra em função da posição na região de maior intensidade do mapa;
- Obtenção da distância vertical z por comparação com o modelo teórico;
- Inserção do valor z e dados experimentais da amostra para obter o momento magnético;
- Usar os valores de campo magnético de saturação da amostra para gerar a curva de magnetização dela.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

4.3. Material usado na calibração

Para a calibração foi utilizado a esfera de níquel mostrada na figura 4.5 (a), ela possui 99 % de pureza, 3 mm de diâmetro e 126×10^{-6}Kg de massa [Goodfellow, 2019]. De acordo com a literatura, o níquel 100 % puro satura em presença de um campo magnético de aproximadamente 0,5 T e com um valor de 55,18 Am^2/kg a temperatura ambiente [Araújo, 2009; Araújo, 2013]. A amostra de níquel foi colocada dentro do porta amostra (figura 4.5 (a)) e foi magnetizada pelo eletroímã com um campo magnético externo de 20 mT com o objetivo de ser escaneada pelo gradiômetro Hall. Na figura 4.5 (b) podemos observar o mapa magnético da amostra obtido pelo microscópio, onde as diferentes cores

representam a distribuição de intensidade de campo magnético induzido na amostra em função das posições X e Y e vista verticalmente (eixo Z).

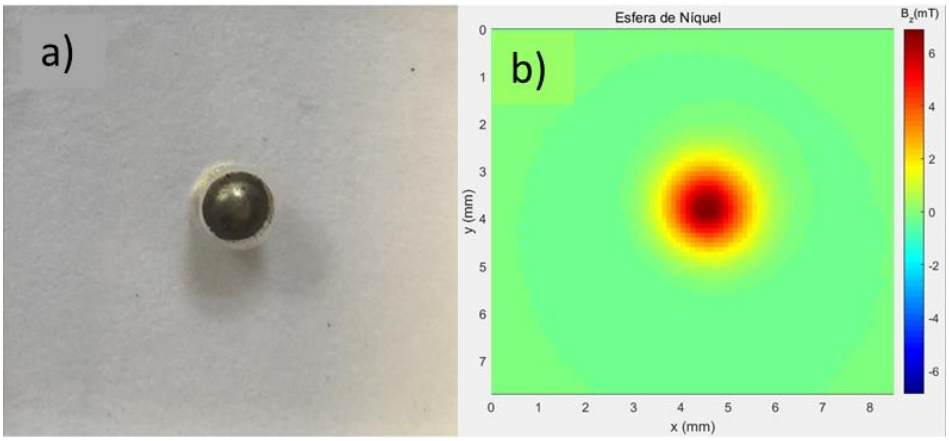


Figura 4.5: Esfera de níquel com 99% de pureza. (a) Mapa magnético da amostra de níquel; (b) Fotografia da esfera de níquel no porta amostra.

Como mostra a figura 4.5 (b), no centro da esfera se concentra a maior intensidade de campo magnético induzido, porém para calibrar o microscópio é necessário ter a certeza das posições das regiões de máxima intensidade, sendo assim foi feito através da plataforma MatLab um “grid” no mapa magnético da amostra (figura 4.6).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

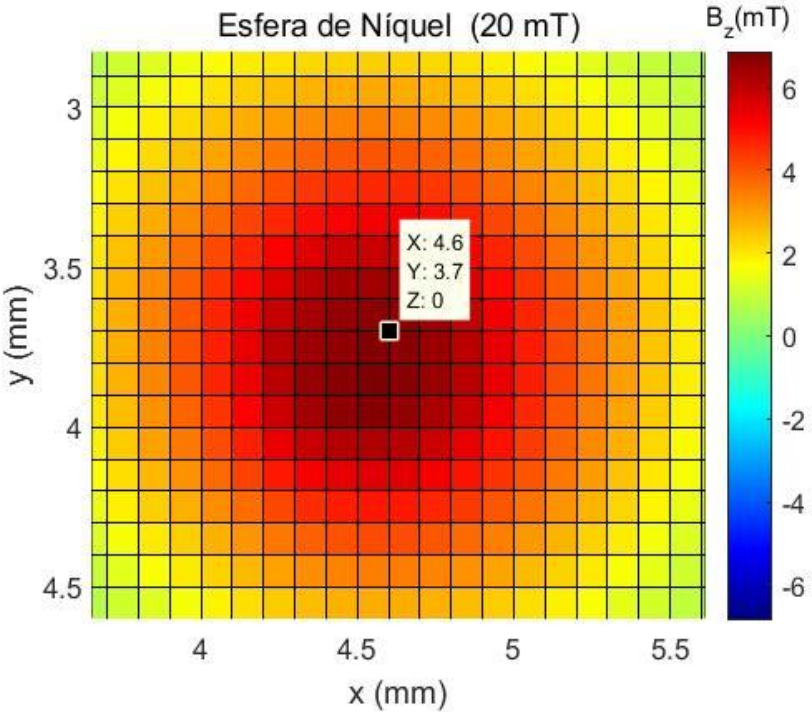


Figura 4.6: Ampliação do mapa magnético da amostra de níquel, com o grid feito em MatLab mostrando os setores de máxima intensidade.

Mediante o grid conseguimos a posição onde fica a intensidade máxima da amostra, depois foi traçada uma linha horizontal no mapa magnético com a finalidade de graficar o campo magnético induzido na amostra em função do eixo X. Na figura 4.7 (a) foi realizado o traço da linha no mapa da amostra, e na figura 4.7 (b) é mostrado o gráfico da intensidade do campo magnético da esfera de níquel realizado na plataforma MatLab usando os dados experimentais.

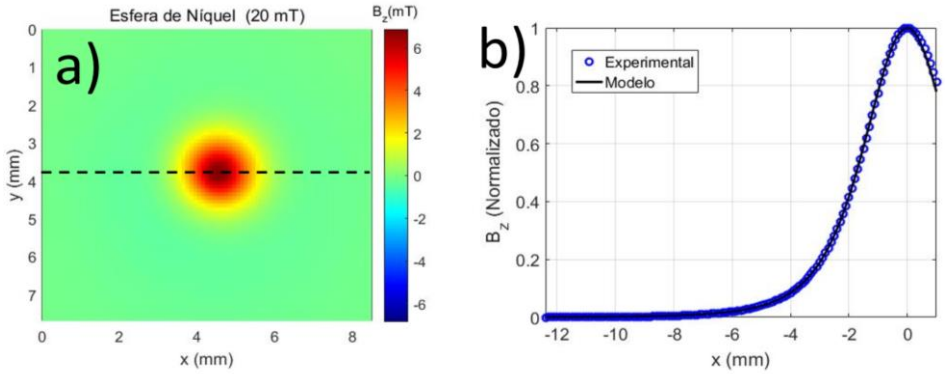


Figura 4.7: Resultado do mapeamento da amostra de níquel. (a) Mapa magnético da esfera com linha que atravessa o setor de máxima intensidade dela; (b) Gráfico experimental (pontos azuis) do campo magnético normalizado da amostra em função da posição X usando os dados da linha feita no mapa magnético, e gráfico teórico (linha negra) feito a partir do modelo teórico em MatLab.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Ao observamos a figura 4.7 (b) notamos que o valor máximo do campo induzido da amostra fica na posição X = 0 mm. Usando a equação (18) foi construído na plataforma MatLab o modelo de um dipolo magnético com direção de magnetização no eixo Z. Com ajuda do modelo teórico foi realizado o gráfico do campo magnético da amostra em função da posição x. Essa curva teórica foi ajustada com a curva experimental (Figura 4.7 (b)) de forma que as duas sejam iguais. Quando o ajuste foi feito a distância z do elemento sensível do sensor até o encapsulamento foi conseguida por meio da equação (18) e os gráficos da figura 4.7 (b). Através desse processo conseguimos obter o valor z = 143 µm. Com o microscópio magnético já calibrado, procuramos o momento magnético da amostra usando o gráfico mostrado na figura 4.8. Nesse gráfico foi feito a diminuição do valor máximo de campo magnético normalizado em relação com o valor mínimo da curva, em razão do valor mínimo não ser zero, já que nas proximidades da amostra existem campos magnéticos remanescentes. O ajuste da figura 4.8 foi feito com um erro na ordem de 10^{-12} Am^2 e ele foi usado junto com os valores x, y, z, para calcular o momento magnético.

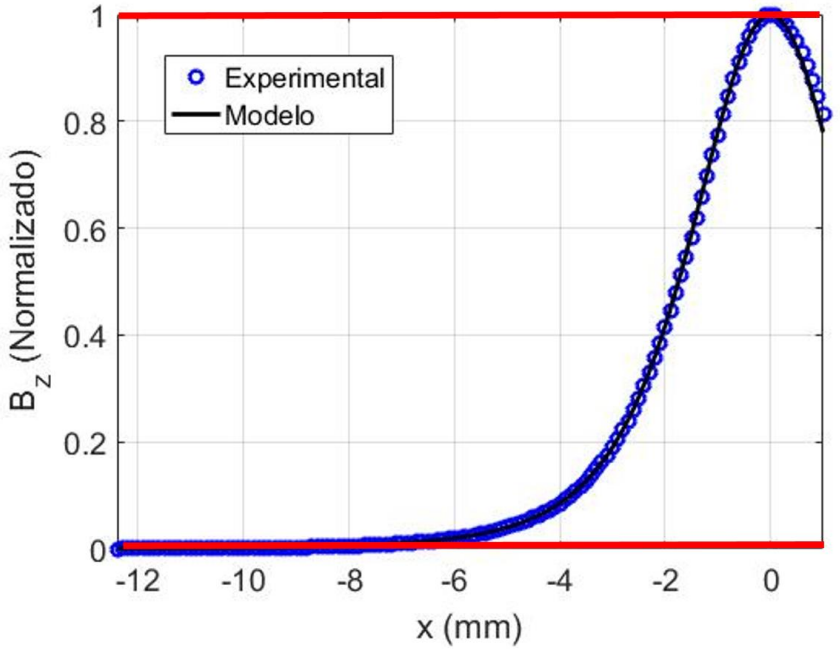


Figura 4.8: Campo magnético da amostra em função da posição X mostrando os pontos máximo e mínimo de intensidade (linhas vermelhas).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Posteriormente, a amostra foi magnetizada com diferentes valores de campo externo para repetir o processo de obtenção do momento magnético, com o intuito de obter o gráfico de magnetização da esfera de níquel (figura 4.9).

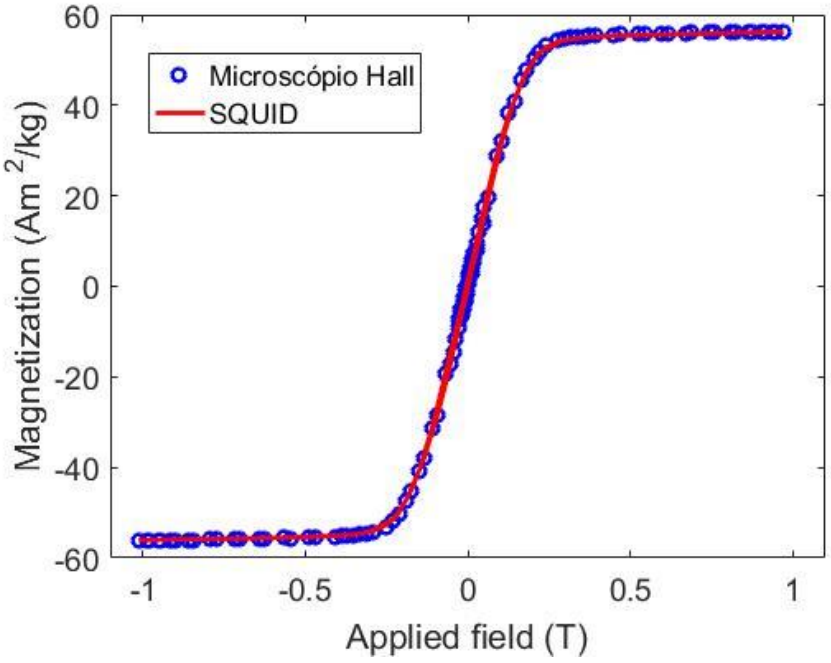


Figura 4.9: Gráficos de magnetização da esfera de níquel feitos pelo microscópio Hall da PUC-Rio (azul) e pelo magnetômetro SQUID do CBPF (vermelho).

Usando a densidade do níquel ρ = 8900 kg/ m^3 e os valores de momento magnético para cada campo aplicado, construímos o gráfico mostrado a cima, que representa a magnetização da esfera de níquel. Por meio do gráfico identificamos que a região de saturação da amostra começa a partir de um campo aplicado de 0,4 T e com uma magnetização de 55 Am^2/kg. Foram feitos em torno de 100 repetições do gráfico de magnetização com o objetivo de obter o erro do equipamento. Conseguimos um erro de ±0,17 Am^2/kg na região de saturação e na região de baixos campos (remanência) um erro de ±0,6 Am^2/kg. Adicionalmente, nos laboratórios do CBPF, foi examinada a mesma amostra de níquel, com o magnetômetro SQUID da marca Quantum Desing, modelo MPMSXL, e no gráfico da figura 4.9 foi representada a curva de magnetização (vermelho) da esfera. Examinando as duas curvas de magnetização obtidas pelo microscópio Hall e pelo magnetômetro SQUID verifica-se que as duas têm comportamentos muito próximos. O erro do valor tabulado da saturação da esfera de níquel encontrada na literatura em relação ao erro que conseguimos experimentalmente na região de

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

saturação da curva foi de 0,6 %. Adicionalmente foi calculado a sensibilidade de momento magnético do microscópio através do gráfico 4.9 na região de remanescência, e achamos uma sensibilidade de $2\times 10^{-12}\mathrm{A}m^2$.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

5
Síntese e Caracterização de Amostras

Como foi visto antes, calibramos o microscópio Hall por meio da caracterização de uma amostra esférica de níquel padrão e o modelo de um dipolo magnético que simula o campo magnético de uma esfera uniformemente magnetizada, porém nem todas as amostras podem ser caracterizadas através desse modelo teórico devido aos diferentes formatos, tamanhos e quantidades que tem cada uma delas. Para cada amostra de formato diferente é necessário desenvolver na plataforma MatLab um modelo teórico adequado com a geometria da amostra, com o objetivo de encontrar o momento magnético dela.

No momento de realizar medições com o microscópio Hall é importante levar em consideração o tipo de amostra que vai ser medido para saber se o equipamento é o adequado para realizar o mapeamento, por exemplo, amostras com resposta muito intensa não conseguem ser lidas pelo sistema gradiométrico do microscópio Hall, pois tanto o sensor 1 quanto o sensor 2 detectam o mesmo campo da amostra, campo externo e o ruído do ambiente, portanto o sistema de leitura mostrará valores errados do campo da amostra.

Outra consideração importante é a quantidade de amostra que será mapeada, já que para quantidades muito pequenas de amostra o campo que elas geram é de baixa intensidade e o sensor Hall não consegue distinguir entre o sinal da amostra e o ruído ambiente. Já foi demonstrado através de mapeamentos de nanopartículas magnéticas de magnetita que a quantidade mínima de amostra que o microscópio medir consegue ler é de dezenas de µg [Araújo et al., 2020], mas é importante lembrar que essa quantidade mínima pode ser diferente, pois depende do material da amostra medida. Para amostras com sensibilidade magnética bastante pequena (Algo em torno de µT) o porta amostra deve ser levado em consideração, portanto a escolha do material em que o porta amostra é feito deve ser fundamental para obter leituras precisas da amostra. A razão dessa limitação do microscópio é porque o porta amostra também é magnetizado junto com a amostra pelo eletroímã e o

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

sistema de leitura do microscópio Hall recebe os dois sinais misturados, portanto não era possível diferenciar entre o sinal da amostra e o sinal do porta amostra.

Recentemente foi feito um estudo nos laboratórios de instrumentação do departamento de Física da PUC-Rio onde foi medida a resposta magnética de vários porta amostras fabricados com diferentes materiais e foi determinada qual é a mais adequada para realizar mapeamentos de amostras menos sensíveis. Para esse trabalho foram mapeados pelo microscópio Hall porta amostras fabricados de vidro, Latão, Cobre, quartzo e acrílico, em presença de campos externos de 500 mT e 100 mT e obtiveram os resultados mostrados na tabela.

Tabela 5.1: Campo magnético induzido em porta amostras de diferentes materiais.

Material	Resposta a 500 mT	Resposta a 100 mT
Vidro	3,0 mT	0,80 mT
Latão	2,1 mT	0,66 mT
Cobre	1,8 mT	0,54 mT
Quartzo	1,5 mT	0,43 mT
Acrílico	1,0 mT	0,25 mT

Adicionalmente, usando um modelo teórico adequado com a geometria de cada porta amostra foi feito o gráfico de magnetização para cada material (figura 5.1). Baseado nos resultados da tabela 5.1 e a figura 5.1 foi concluído que o acrílico demonstrou ter a susceptibilidade mais baixa e a resposta mais uniforme em comparação com os outros 2 materiais, portanto ele é o melhor material disponível para ser usado como porta amostra do microscópio Hall [Araújo et al., 2020].

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

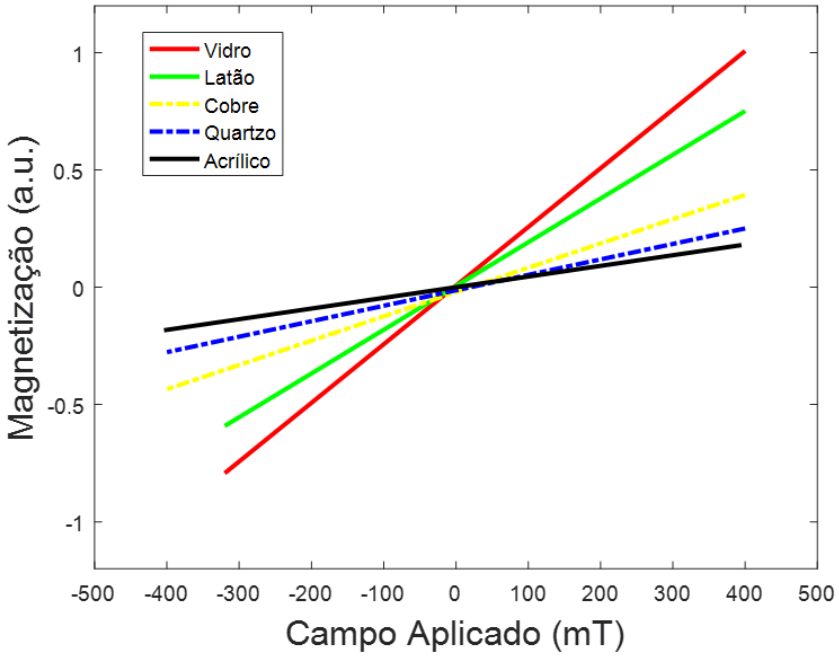


Figura 5.1: Gráfico de magnetização dos porta amostras fabricados com vidro, latão, cobre, quartzo, e acrílico.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Nos laboratórios de instrumentação do departamento de Física da PUC-Rio fabricamos, mapeamos e caracterizamos diferentes amostras feitas de óxido de ferro usando o microscópio Hall. Ao longo deste capítulo será apresentado o processo de fabricação de cada amostra, o modelo teórico usado, a caracterização e resultados obtidos através do mapeamento de cada uma delas.

5.1. Modelo do prisma retangular

Anteriormente, mencionamos que a caracterização de uma amostra depende basicamente da obtenção do seu momento magnético em função do campo aplicado, porém para esse trabalho foi feito um estudo do ajuste da curva obtida das medições experimentais de amostra com formato diferentes e composições diferentes com modelos teóricos. A escolha do modelo teórico depende fundamentalmente da geometria da amostra e sua homogeneidade. No caso do cubo feito por micropartículas de óxido de ferro, foi escolhido o modelo teórico de um prisma retangular magnetizado uniformemente no eixo vertical [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2020]. Na plataforma MatLab foi escrito a

componente B_z(x,y,z) do campo magnético produzido por um prisma com magnetização uniforme M_z por meio da equação (19):

$$B_z(x, y, z) = -\frac{\mu_0 M_z}{4\pi}[\, F(-x, y, z) + F(-x, y, -z) + F(-x, -y, z) + F(-x, -y, -z) + F(x, y, z) + F(x, y, -z) + F(x, -y, z) + F(x, -y, -z)\,] \quad (19)$$

Onde μ_0 é a permeabilidade no vácuo e a função F se define através da seguinte fórmula:

$$F(x, y, z) = \arctan\frac{(x+a)(y+b)}{(z+c)\sqrt{(x+a)^2+(y+b)^2+(z+c)^2}} \quad (20)$$

Na equação (20), os termos 2a, 2b e 2c representam as dimensões do prisma nas direções x, y e z. Por meio das equações (19) e (20) foi desenhada a sub-rotina que será de ajuda para obter o momento magnético da amostra de formato retangular [Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2020].

5.2. Fabricação de cubos de óxido de ferro

No laboratório de bioquímica do departamento de Física da PUC-Rio fabricamos 9 amostras com formato de cubo e utilizamos como material de fabricação Epóxi e diferentes quantidades de micropartículas magnéticas. A fabricação dos cubos foi feita com o intuito de serem mapeadas e caracterizadas pelo microscópio Hall e assim observar propriedades de remanescência. Para o processo de fabricação dos cubos foi necessário usar os seguintes materiais: Micropartículas de óxido de ferro (Supermagna RW222); molde de formato cúbico; fita adesiva; base para amostras; Epóxi (endurecedor e resina) e uma balança eletrônica (marca A&D company, modelo FX-40). A baixo descreveremos o procedimento geral para elaboração dos cubos:

- Primeiro é preparado o molde colocando fita adesiva preta nas bordas da sua abertura, isto facilita a extração do cubo no final do procedimento;
- Mede-se o peso da base e do molde individualmente;

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

- Na base são colocados a resina e o endurecedor em quantidades iguais (aproximadamente uma gota de cada um), e novamente é medido o peso da base com o conteúdo;
- Coloca-se as micropartículas de óxido de ferro dentro da base, porém afastadas da cola, e mais uma vez se mede o peso;
- Usando uma pequena espátula mistura-se o conteúdo da base por aproximadamente 1 minuto até ter uma textura de creme bem homogênea. Após a mistura é colocada dentro do molde;
- Uma vez verificado que a cavidade do molde esteja totalmente cheia, se mede o peso do molde e da base com os resíduos separados;
- O molde deve repousar por 4 ou 5 dias. Passado esse tempo, delicadamente retira-se o cubo de óxido de ferro do molde e se mede a massa do cubo e do molde afim de conhecer as proporções de ferro e cola no cubo.

Usando o método mostrado acima, foram feitas 8 amostras com diferentes proporções de Epóxi e micropartículas. Adicionalmente, fabricamos mais um cubo usando só Epóxi. Como a mistura de Epóxi e micropartículas é homogênea durante a fabricação, então é possível calcular as proporções de cada um deles. As quantidades de micropartículas de óxido de ferro, Epóxi e peso total do cubo de cada amostra podem ser vistas na tabela 5.2.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Tabela 5.2: Especificações dos cubos de óxido de ferro feitos na PUC-Rio.

Amostra	Micropartículas + Epóxi - massa do cubo (mg)	Massa de Micropartículas	Massa de Epóxi (mg)
0	70,0	0	70
1	95,9	38,1 mg	57,8
2	90,7	31,4 mg	59,3
3	83,5	22,9 mg	60,5
4	86,5	8,83 mg	77,7
5	81,9	2,36 mg	79,5
6	72,3	695 µg	71,6
7	60,9	217 µg	60,7
8	61,2	57 µg	61,1

Para cada amostra medimos o comprimento das suas aristas e conseguimos que cada cubo tem aproximadamente as mesmas dimensões, de 4,20 mm × 4,20 mm × 4,20 mm (figura 5.2)

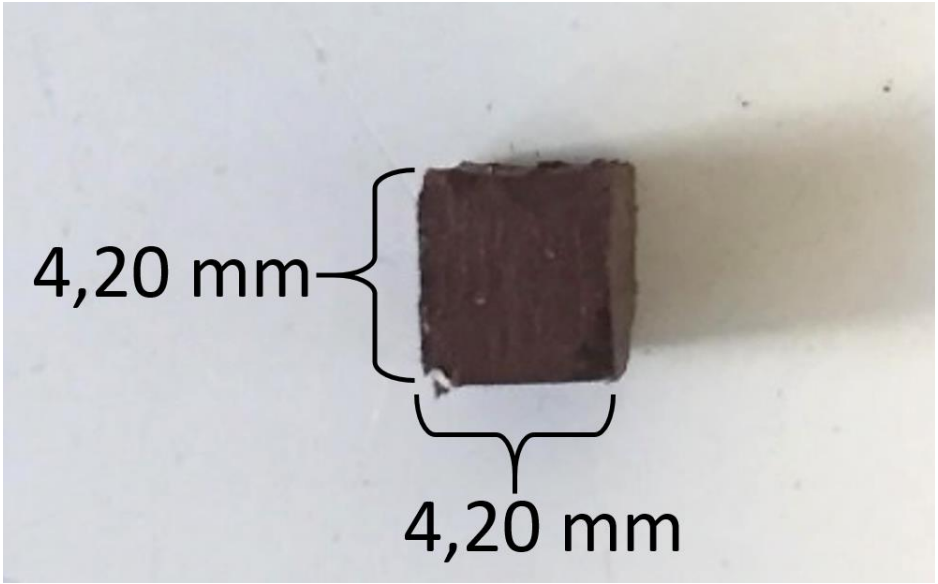


Figura 5.2: Fotografia do cubo de óxido de ferro fabricado na PUC-Rio.

Cada amostra foi mapeada pelo microscópio Hall com a finalidade de observar a influência da quantidade de material magnético dentro da amostra sobre

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

o mapa magnético. A medição foi feita da seguinte maneira: Antes de fazer o mapeamento, o cubo foi montado no porta amostra de acrílico e colocado dentro do eletroímã. Ele foi magnetizado com um campo externo de 0,5 T que é o campo magnético máximo que produz o eletroímã, isso foi feito com a finalidade de magnetizar a amostra até a saturação. Depois de magnetizar o cubo, o eletroímã é desligado e a amostra fica com um campo remanente. Sem campo externo e sem trocar de posição o cubo, é mapeada a face do cubo mais próxima ao sensor, que chamamos de 'face 1' (figura 5.3). Depois de ter o primeiro mapa, a posição do cubo é trocada fazendo uma rotação de 90 graus como se mostra na figura 5.3, e mantendo as mesmas condições da medição anterior é mapeada a face 2. Repetindo o procedimento de rotação do cubo, foi mapeada a face 3 e face 4 do cubo, tendo em total 4 mapas magnéticos por cubo onde o gradiômetro lê o campo magnético remanente do cubo.

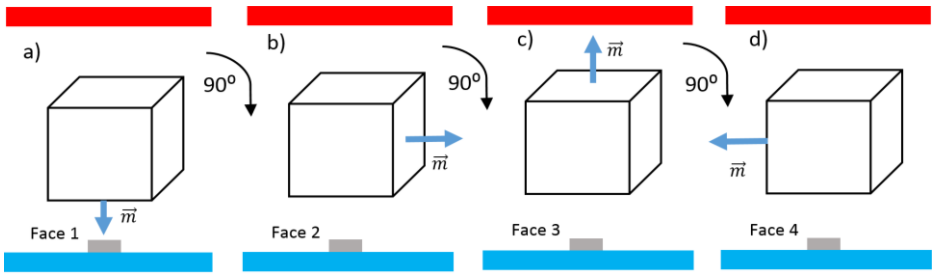


Figura 5.3: Esquema do mapeamento magnético do cubo de óxido de ferro mostrando a rotação da amostra em cada medição, o polo norte e sul do eletroímã em cor vermelho e azul, o sensor Hall A do gradiômetro em cor cinza e a direção da magnetização. (a) Mapeamento da face 1; (b) Mapeamento da face 2; (c) Mapeamento da face 3; (d) Mapeamento da face 4.

O processo de magnetização do cubo foi feito para cada cubo incluindo o cubo de Epóxi. Cada mapeamento foi feito usando os parâmetros mostrados na tabela 5.3.

Tabela 5.3: Parâmetros inseridos no microscópio Hall para mapeamento das amostras cúbicas.

Passo X (µm)	Passo Y (µm)	Distância entre sensor Hall e amostra (µm)	Campo magnético do eletroímã (mT)
100	100	150	0

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Como mencionamos acima, para cada cubo com material magnético mapeamos 4 das faces dele. Abaixo vamos apresentar os mapas que conseguimos para cada amostra seguindo a mesma ordem da tabela 5.2 (figura 5.4 - 5.13).

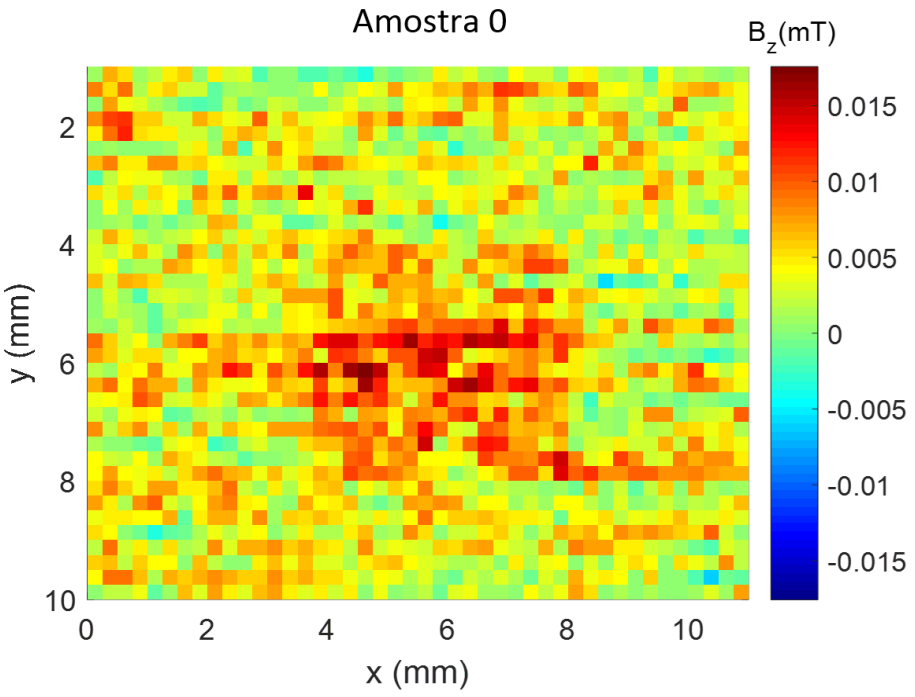


Figura 5.4: Mapa magnético do cubo fabricado com Epóxi.

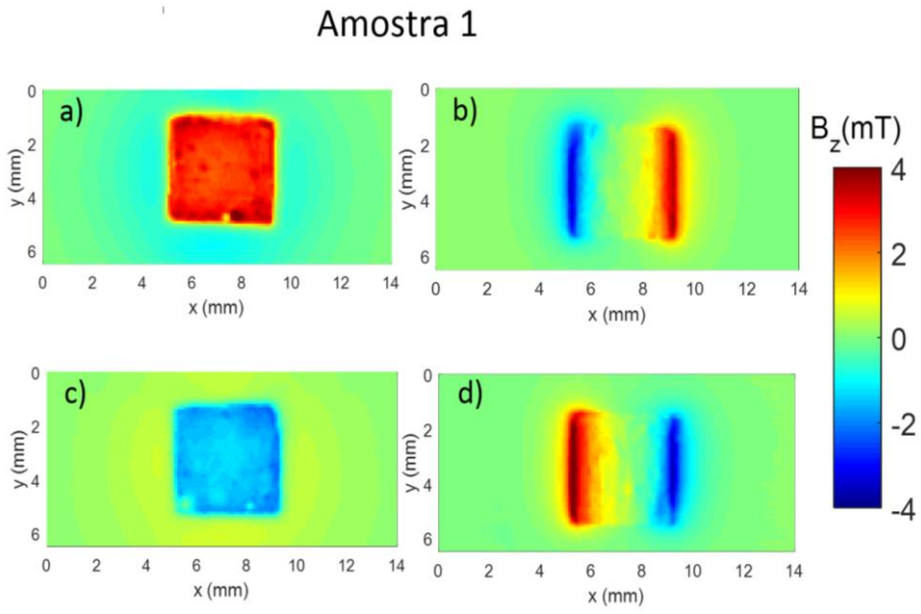


Figura 5.5: Mapas magnéticos da amostra 1 (38,077 mg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

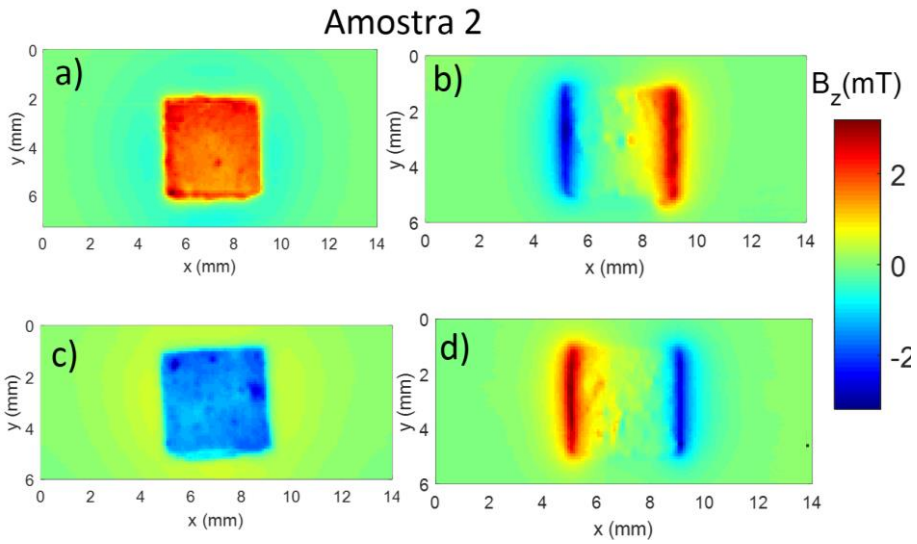


Figura 5.6: Mapas magnéticos a amostra 2 (31,434 mg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4.

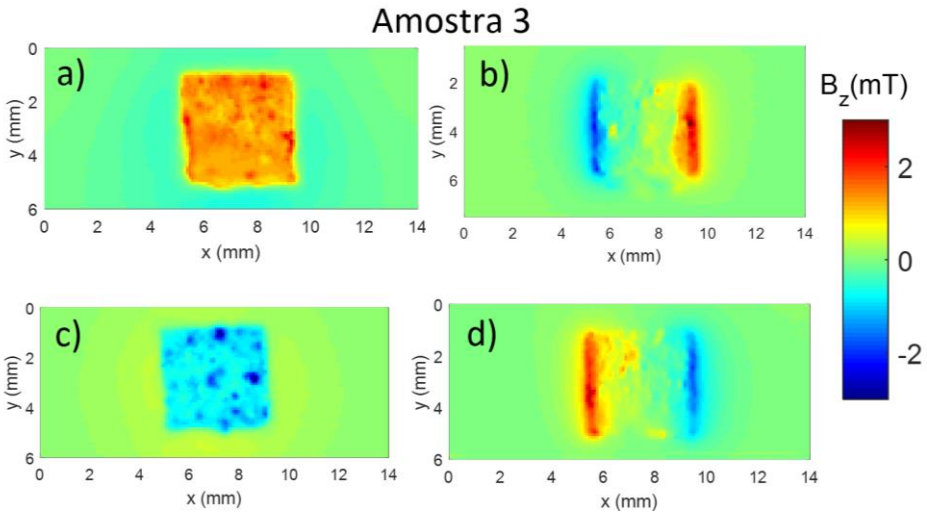


Figura 5.7: Mapas magnéticos da amostra 3 (22,981 mg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

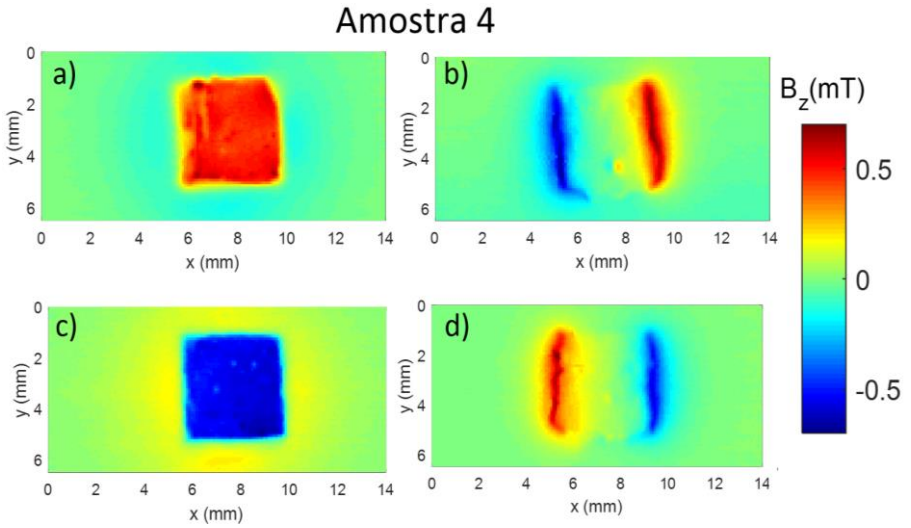


Figura 5.8: Mapas magnéticos da amostra 4 (8,839 mg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4.

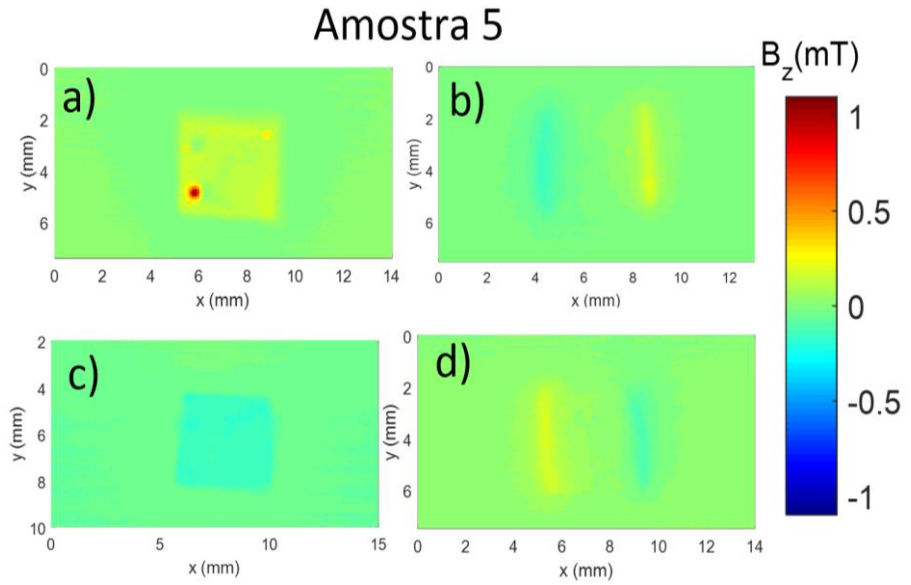


Figura 5.9: Mapas magnéticos da amostra 5 (2,36 mg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

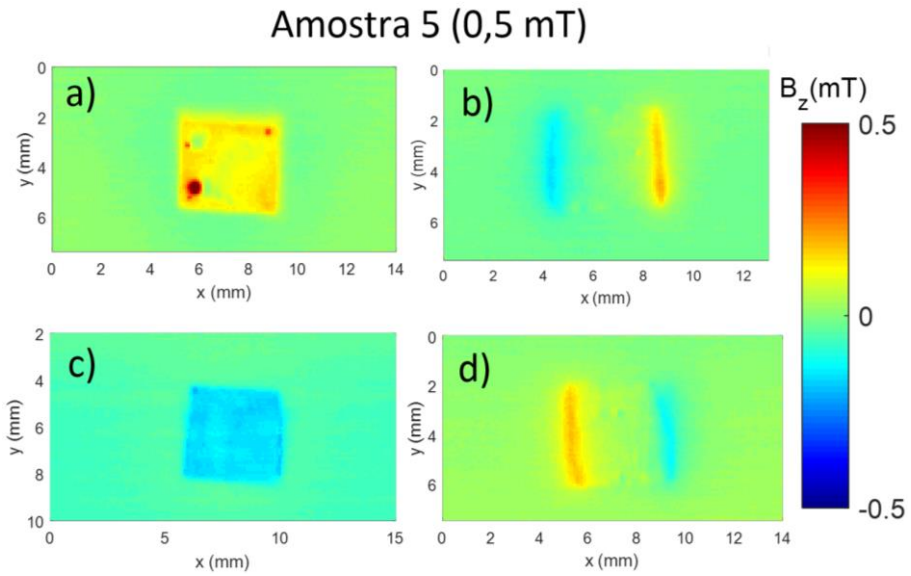


Figura 5.10: Mapas magnéticos da amostra 5 (2,36 mg de µP) com campo externo de 0,5 mT. (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4.

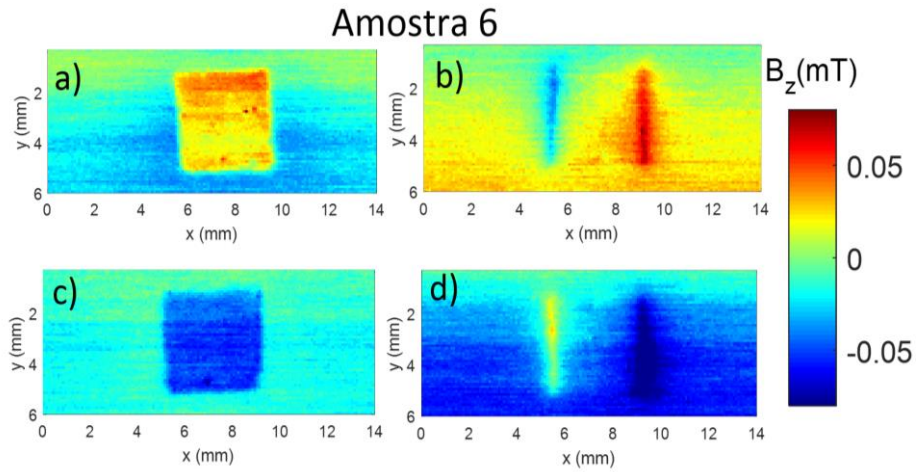


Figura 5.11: Mapas magnéticos da amostra 6 (694,8 µg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

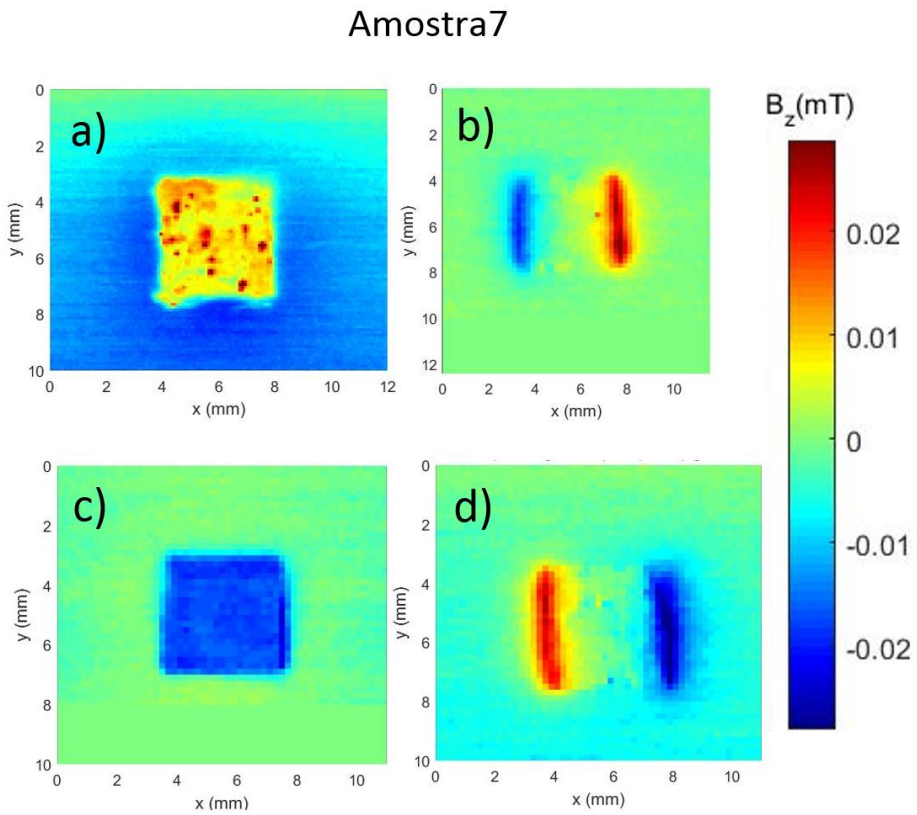


Figura 5.12: Mapas magnéticos da amostra 7 (217 µg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4.

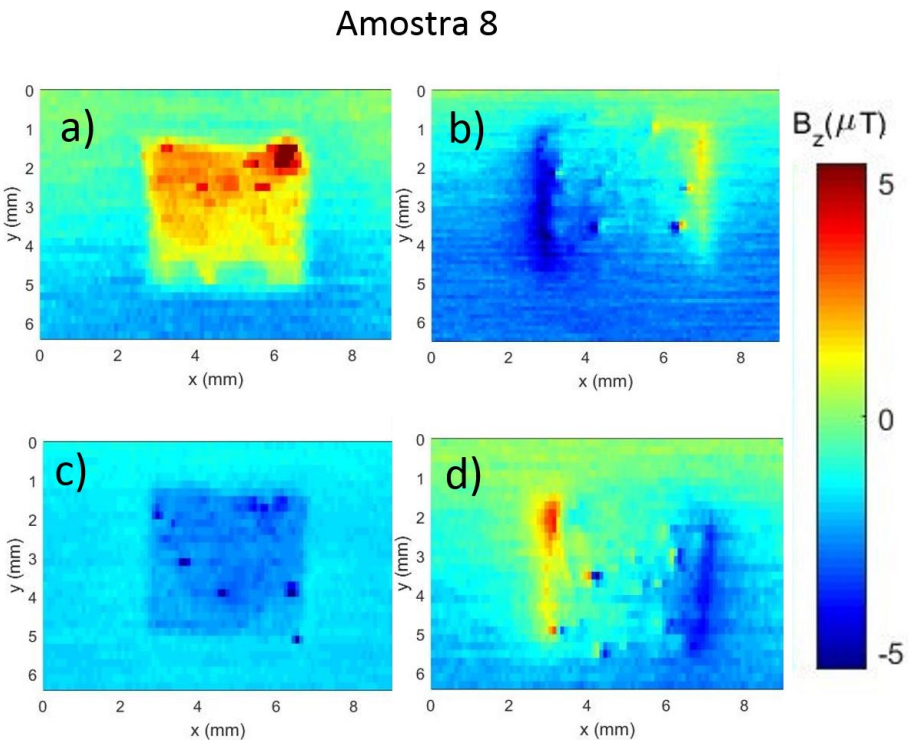


Figura 5.13: Mapas magnéticos da amostra 8 (57 µg de µP). (a) Mapa da face 1; (b) Mapa da face 2; (c) Mapa da face 3; (d) Mapa da face 4.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Examinando os mapas das amostras 1 até 8, podemos observar que a intensidade do campo magnético remanescente dos cubos diminui com a quantidade de material magnético dentro de cada um deles. No mapa da amostra 0 (cubo só de Epóxi) podemos ver que mesmo que o cubo foi submerso sob um campo externo, nem toda a superfície do cubo possui remanência, e as regiões da superfície do cubo que foram magnetizadas não apresentaram campos magnéticos remanescentes em comparação com as outras amostras. Das 8 amostras analisadas, escolhemos a amostra 1 para ser caracterizada pelo microscópio Hall porquê esta amostra possui a maior resposta magnética em comparação com as outras amostras. A intensidade do campo magnético da amostra 1 está entrono de 38,1 mg. Com o objetivo de obter o momento magnético do cubo contendo 38,1 mg de micropartículas magnéticas seguimos o mesmo procedimento utilizado na calibração do dispositivo. Colocamos o cubo novamente no porta amostra para ser mapeado a face 1 dela pelo microscópio, só que neste caso foi aplicado um campo externo de 300 mT pelo eletroímã e utilizamos um passo de 50 µm no atuador linear no espaço XY para o deslocamento da amostra. Depois de obter o mapa foi feito um grid para conhecer as regiões de maior intensidade magnética e foi traçada uma linha horizontal que atravessa essa região (figura 5.14).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

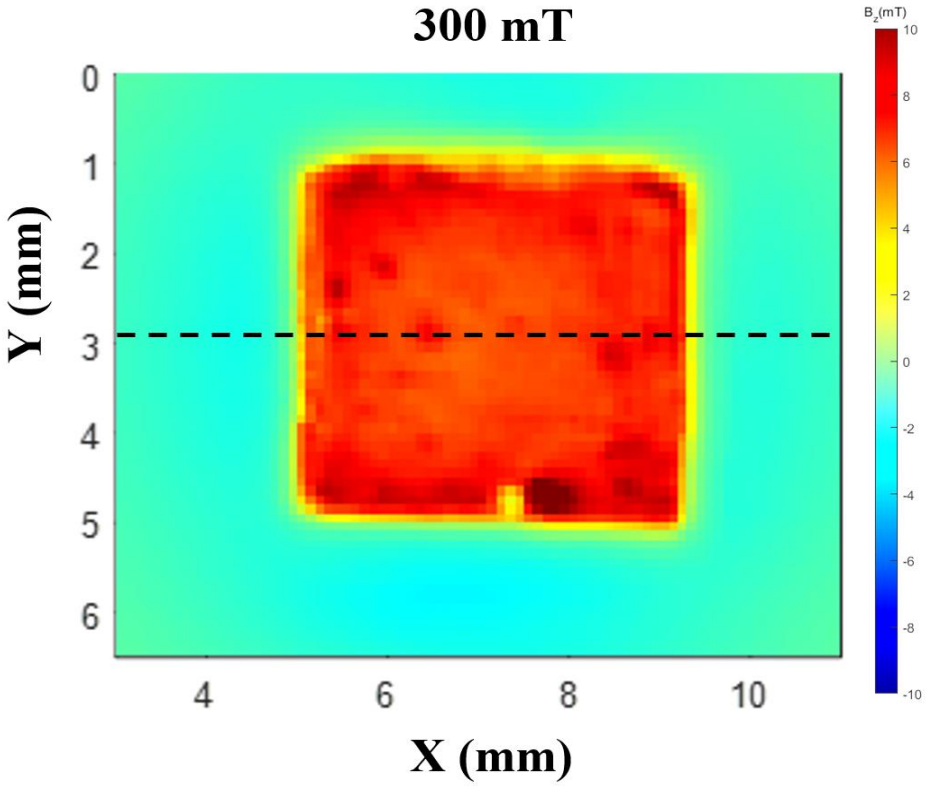


Figura 5.14: Mapa magnético da amostra 1 com linha horizontal que atravessa a região de máxima intensidade dela.

Da figura 5.14 construímos o gráfico mostrado na figura 5.15, que representa o campo magnético da amostra 1 em função da distância X. Para achar o momento magnético do cubo desenvolvemos um modelo teórico utilizando o programa MatLab que se adapta bem com a geometria do cubo, portanto usamos o modelo de um prisma retangular uniformemente magnetizado [Pereira et al., 2017, Araújo et al., 2020]. Na figura 5.15 também se observa a curva que obtivemos usando o modelo teórico.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

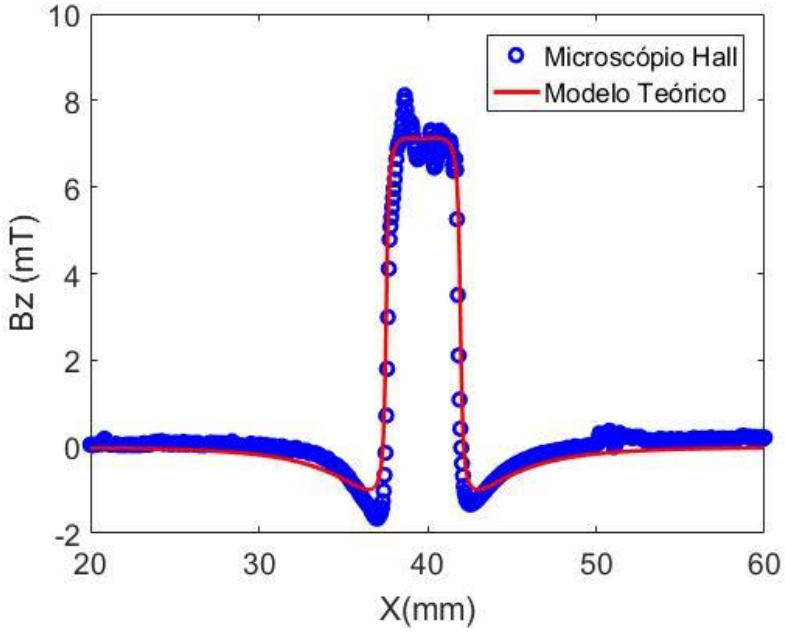


Figura 5.15: Gráficos do campo magnético em função da posição X da amostra 1 obtidos a partir do microscópio Hall (azul) e modelo do prisma retangular (vermelho).

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Examinando a figura 5.15 podemos notar que a curva experimental obtida no microscópio Hall apresenta uma região “plana” em torno da posição X = 40 mm que corresponde com a superfície do cubo e nas bordas de ambos lados a curva possui valores negativos de campo, fenômeno causado pela proximidade do sensor Hall com a superfície da amostra. Observando a curva do modelo teórico podemos determinar que se adapta bem com a forma da curva obtida das medições do microscópio, sendo assim o modelo do prisma retangular é adequado para nossa amostra de formato cúbico. Repetimos esse procedimento 15 vezes com diferentes valores de campo magnético entre 500 mT e -500 mT, e para cada valor foi achado o seu momento magnético. Na figura 5.16 mostramos os mapas magnéticos da face 1 do cubo para cada campo aplicado pelo eletroímã.

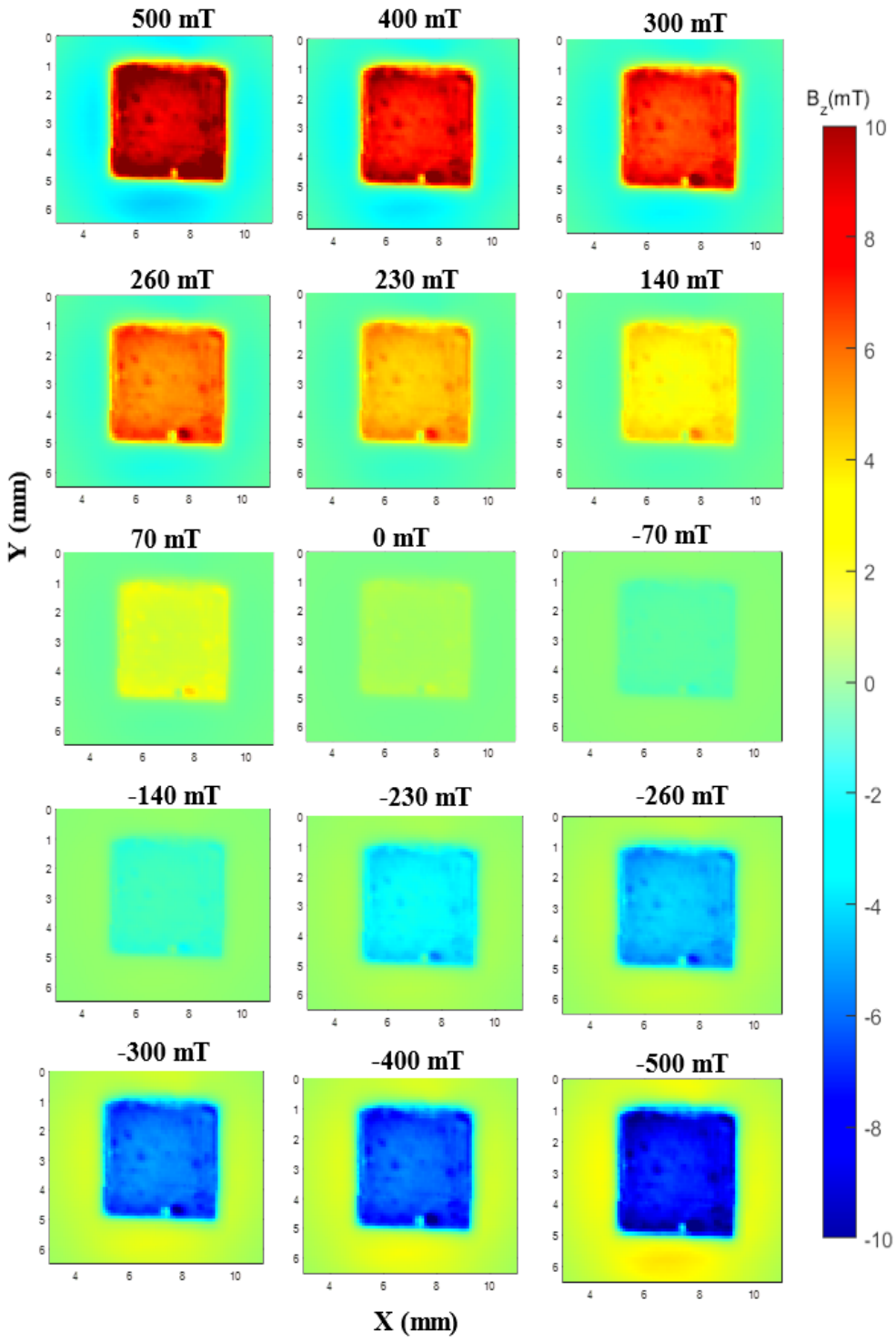


Figura 5.16: Mapas magnéticos da face 1 do cubo de 38,077 mg variando o campo entre 500 mT e -500 mT.

De cada mapa magnético da figura 5.16 foi extraído o momento magnético, e usando a massa do material magnético do cubo construímos o gráfico de magnetização em função do campo aplicado mostrado na figura 5.17.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

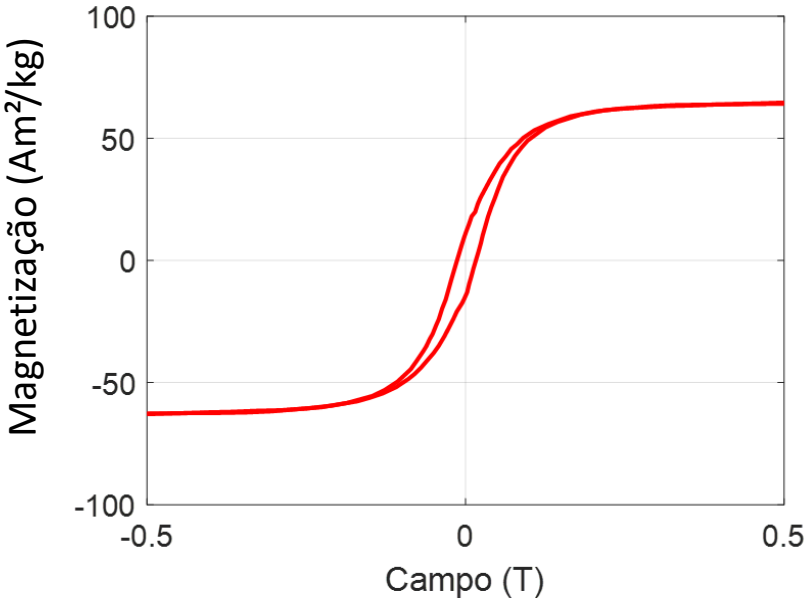


Figura 5.17: Gráfico de magnetização em função do campo aplicado pelo dispositivo.

Por meio da figura 5.17 podemos observar que a curva de histerese do cubo possui valores de coercividade (14,9 mT), remanência (11,7 Am^2/kg) e saturação (63,1 Am^2/kg), com isso o comportamento do cubo segundo a literatura corresponde com um material ferromagnético [Kittel, 2006; Araújo, 2013, Araújo et al., 2019c]. Por meio desse método foi possível realizar mapeamentos magnéticos e fazer caracterizações de amostras, porém só contempla uma das faces da amostra, sendo assim no caso do cubo a figura 5.17 representa a curva de magnetização só da face 1 da amostra.

5.3. Modelo do cilindro de corrente

Para amostras líquidas ou amostras sólidas que tenham formato em pó, micro ou nanopartículas foi necessário desenvolver um modelo teórico que esteja diretamente relacionado com a geometria da cavidade do porta amostra. O fundamento de criar um modelo teórico novo para esse tipo de amostras é pelo seguinte motivo, as amostras líquidas ou granulares necessariamente têm que ser depositadas numa cavidade para serem medidas pelo microscópio, logo a amostra adquirirá a mesma geometria da cavidade [Araújo, 2009; Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2020]. Para o nosso caso, foi feito uma cavidade cilíndrica de dimensões conhecidas no

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

acoplamento do porta amostra. Em função do formato cilíndrico do porta amostra, foi feito na linguagem computacional MatLab o modelo teórico de um cilindro de corrente magnetizado uniformemente ao longo do seu comprimento. Como se mostra na figura 5.18, o centro da cavidade cilíndrica do porta amostra está localizada na origem de coordenadas e tem comprimento l e raio a.

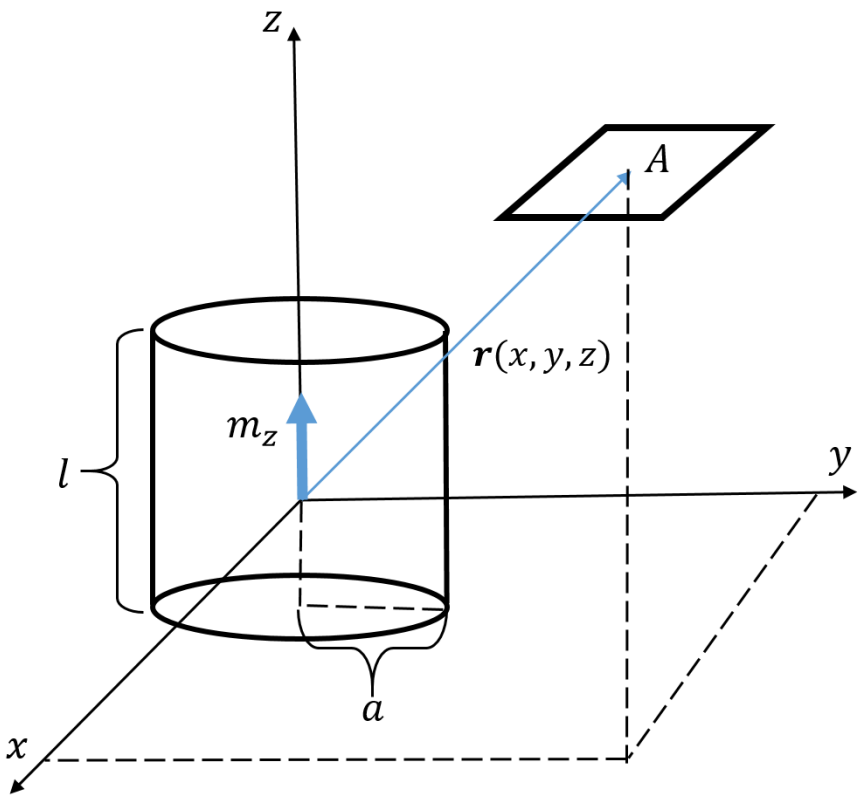


Figura 5.18: Cilindro de corrente localizado na origem de coordenadas, com magnetização uniforme m_z em z positivo, raio a, comprimento l e a uma distância r do sensor de área A.

Para a construção do modelo teórico, calculamos a componente z do campo magnético B_z(x,y,z) do sistema mostrado acima na figura 5.18, e conseguimos obter a seguinte equação por meio da lei de Biot-Savart [Araújo et al., 2009; Araújo et al., 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a; Araújo et al., 2020]:

$$B_z(x,y,z) = \frac{\mu_0 m_z}{4\pi}\left[\int_{-l/2}^{l/2}\int_0^{2\pi} \frac{xa\cos\varphi}{r^3} d\varphi dx\right]/\pi a^2 \qquad (21)$$

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Onde μ_0 é a permeabilidade no vácuo e m_z o momento magnético no eixo z. Por meio deste modelo é possível caracterizar amostras que possuam geometria cilíndrica.

5.4. Fabricação de nanopartículas magnéticas

Além dos cubos de óxido de ferro, também fabricamos nanopartículas magnéticas de óxido de ferro usando o método de co-precipitação [Araújo et al., 2013; Araújo et al., 2015; Araújo et al., 2020]. Este método já demonstrou ser muito útil por conta das múltiplas vantagens que ele tem, por exemplo, é um método rápido, versátil e de baixo custo; produz grandes quantidades de nanopartículas com pouca aglomeração; o tamanho e distribuição das nanopartículas pode ser controlado por meio da mudança de alguns parâmetros, como pH por exemplo (figura 5.19) [Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015; Araújo et al., 2020]. A baixo será descrito passo a passo como fabricamos as nanopartículas com o método de co-precipitação.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

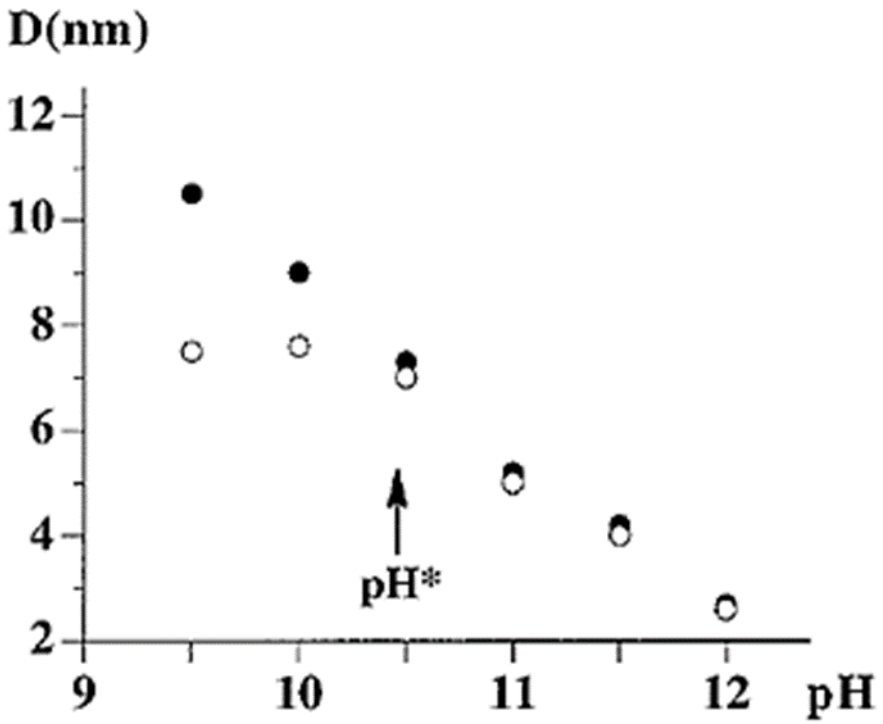


Figura 5.19: Tamanho médio das nanopartículas em função do pH recém precipitadas (o) e depois de 8 dias de precipitadas (●). Figura retirada de [Vayssières et al.,1998].

Para a fabricação das nanopartículas precisamos dos seguintes materiais e produtos químicos:

- $FeCl_3 \cdot 6H_2O$;
- $FeSO_4 \cdot 7H_2O$;
- NH_4OH (Hidróxido de Amônia);
- $NaNO_3$;
- Água destilada;
- Etanol.

Usando os materiais mencionados acima foi feito o seguinte procedimento. Com os sais de ferro $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ e $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ preparamos duas soluções com concentrações 2 mol/l e 1 mol/l respetivamente. Depois foi recolhido de cada solução o mesmo volume e misturamos na proporção ($2Fe^{+3}$: Fe^{+2}), assim conseguimos uma solução que contém só íons de ferro com uma relação de 2:1. Na solução de íons foi adicionado 0,5 M do sal $NaNO_3$ com a finalidade de ter controle sobre o tamanho das nanopartículas [Araújo, 2013, Araújo, Bruno, Louro, 2015]. Adicionalmente foi preparado 25 ml de solução de hidróxida de amônia com uma concentração 4,0 mol/l. Da solução de íons de ferro recolhimos 2,5 ml que foram injetados nos 25 ml de NH_4OH para obter um precipitado na cor preta de nanopartículas de óxido de ferro. A precipitação de nanopartículas só acontece em soluções de pH alto [Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015], em torno de 11-12, isso é conhecido através de vários testes realizados com soluções de NH_4OH de concentrações diferentes, onde se tentou produzir nanopartículas com concentrações de NH_4OH que variam desde 0,15 mol/l até 4 mol/l.

Por meio desses testes foi possível concluir que a melhor concentração de NH_4OH possível para a precipitação de nanopartículas é de 4 mol/l por causa que a amônia é absorvida durante a reação e o hidróxido fica na solução mantendo o pH alto e constante [Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015]. A injeção dos 2,5 ml de íons de ferro dentro dos 25 ml de NH_4OH pode ser feita através de duas formas diferentes: da primeira forma os íons de ferro são adicionando lentamente em gotas e a solução final é misturada com agitação contínua; Da segunda forma os íons de ferro são agregados na solução de forma abrupta e a solução é misturada rapidamente. A forma recomendada para agregar os íons de ferro é por meio de

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

gotas e de agitação lenta, esta forma já demonstrou ser eficaz para manter a uniformidade da solução durante a reação e assim manter o pH constante (aproximadamente em 11) e o tamanho das nanopartículas uniformes [Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015].

O precipitado preto foi recolhido do recipiente e submerso por um processo de ressuspensão e centrifugação, onde o precipitado foi lavado com 20 ml de água destilada e 20 ml de etanol de forma alternada. Repetimos o processo de lavagem por 5 vezes com uma centrifugação de 2500 rpm com a finalidade de tirar a base e os produtos químicos que não reagiram do precipitado de nanopartículas. Finalmente as nanopartículas foram separadas magneticamente e analisadas no microscópio eletrônico de transmissão (MET) (figura 5.20). Por meio do estudo feito com microscopia eletrônica conseguimos a fotografia apresentada na figura 5.20 (a), que mostra as nanopartículas preparadas usando a solução de concentração 4 mol/l de NH_4OH.

Através da análise da imagem 5.20 (a) foi possível obter a distribuição de tamanho das nanopartículas (figura 5.20 (b)), e revelou que a maioria delas tem um diâmetro entre 10 e 15 nm.

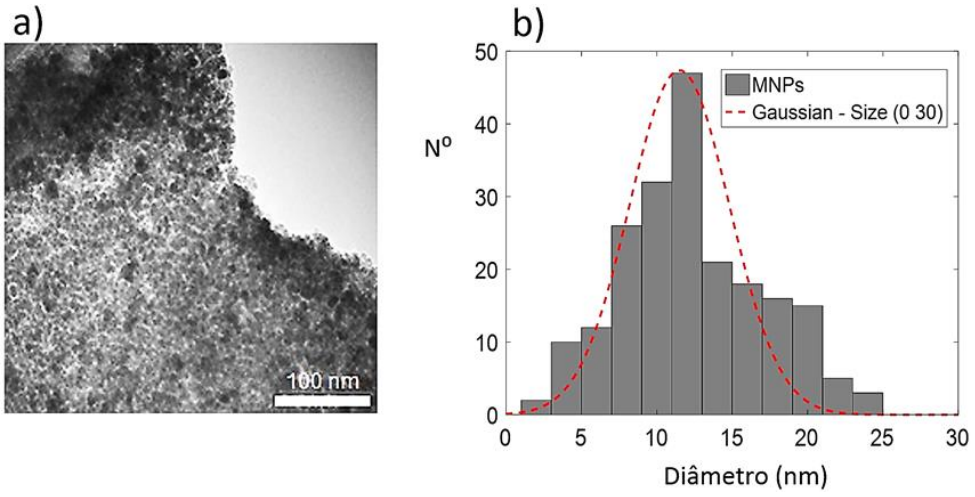


Figura 5.20: (a) Imagem das nanopartículas magnéticas de óxido de ferro obtida no MET; (b) Histograma do diâmetro das nanopartículas feito a partir da imagem do MET.

Posteriormente estudamos a resposta magnética das nanopartículas que fabricamos usando o microscópio Hall. As nanopartículas foram colocadas no porta amostra de cavidade cilíndrica para serem escaneadas pelo microscópio. Foram

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

feitos diferentes mapeamentos variando o campo magnético desde 0,5 T até - 0,5 T (Figura 5.21).

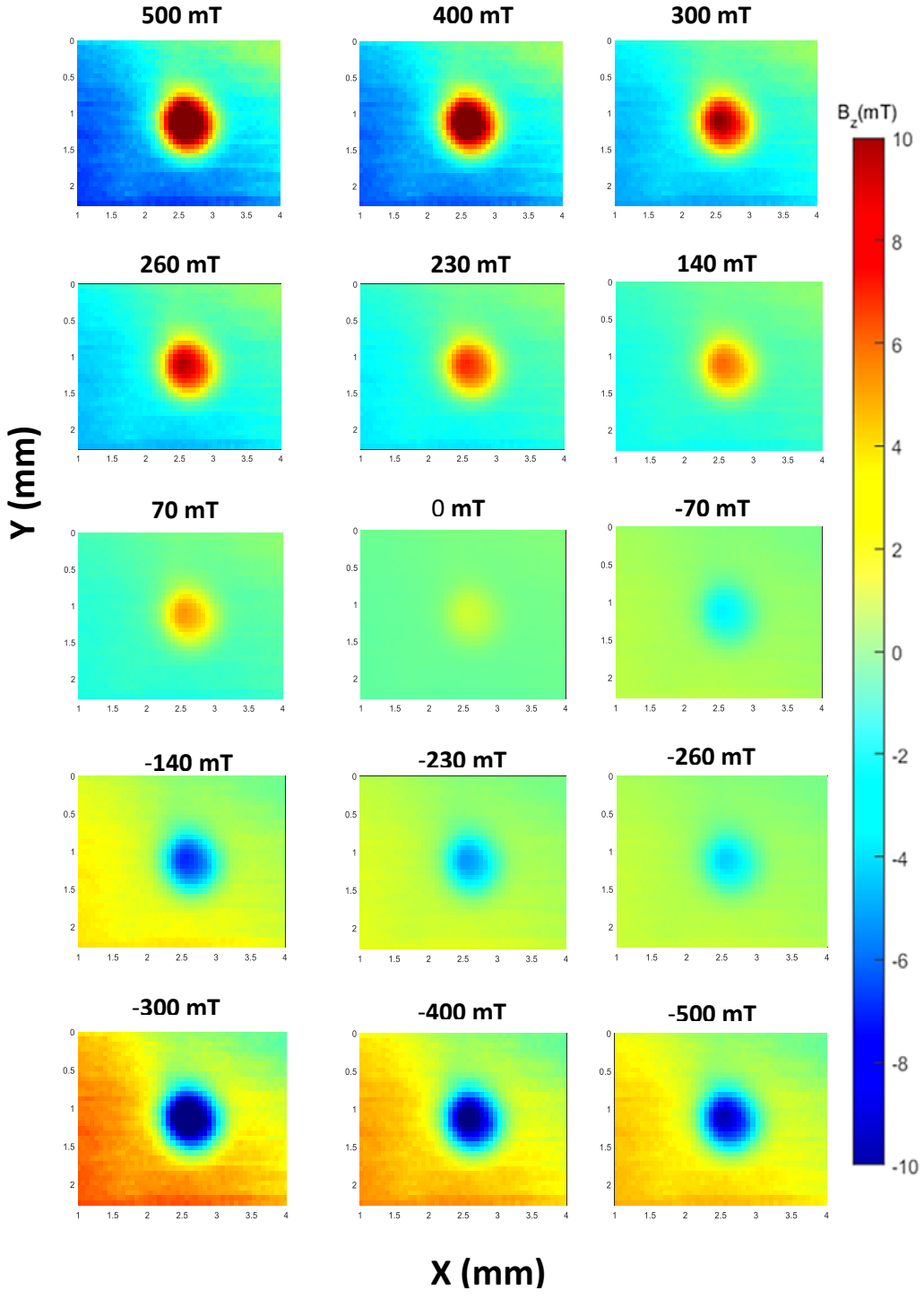


Figura 5.21: Mapas variando o campo magnético aplicado desde 0,5 T até - 0,5 T.

Para caracterizar nossa amostra de nanopartículas foi necessário desenvolver no MatLab um modelo teórico adequado com a geometria do porta amostra, sendo

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

assim usamos o modelo de um cilindro de corrente uniformemente magnetizado [Araújo, 2009; Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015; Pereira et al., 2017; Araújo et al., 2019a, Araújo et al., 2020]. Com ajuda do modelo teórico foi possível obter a magnetização da amostra para cada campo aplicado e assim construímos o gráfico mostrado na figura 5.22, onde se observa a curva de magnetização vs campo aplicado das nanopartículas obtidas por meio de dois dispositivos diferentes.

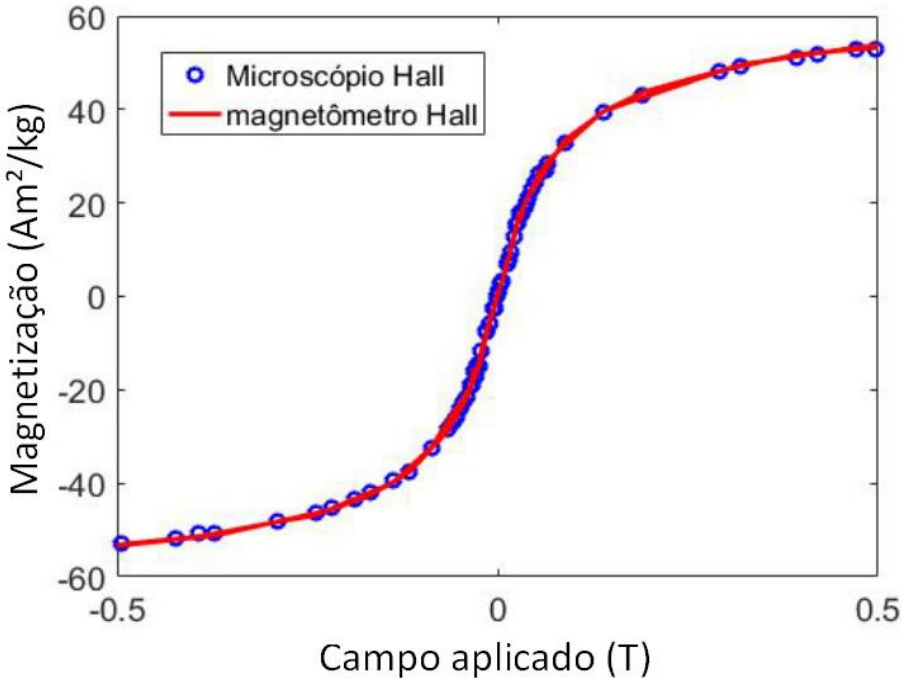


Figura 5.22: Gráfico de magnetização vs campo aplicado das nanopartículas feito pelos dispositivos microscópio Hall (azul) e magnetômetro Hall (vermelho).

Por meio das figuras 5.21 e 5.22 podemos extrair a seguinte informação, a curva obtida pelo microscópio Hall foi comparada com outro dispositivo disponível nos laboratórios de instrumentação do departamento de Física da PUC-Rio, que é o magnetômetro Hall, dispositivo que já tinha demonstrado ser capaz de realizar medições em diferentes amostras incluindo nanopartículas [Araújo, 2013, Araújo, Bruno, Louro, 2015], comparando as duas curvas é possível notar que elas são muito próximas e portanto o microscópio Hall tem a capacidade de realizar medições em amostras de tamanho nanométrico. Adicionalmente, através da curva 5.22 determinamos que as nanopartículas possuem comportamento superparamagnético. Esse último resultado é fundamentado na forma da curva de magnetização, pelo fato que as nanopartículas superparamagnético não possuem

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

valores de coercividade e remanência, fenômeno que acontece usualmente em nanopartículas de diâmetro entre 2-14 nm [Araújo, 2009; Araújo, 2013; Araújo, Bruno, Louro, 2015].

5.5. Micropartículas magnéticas

Além das nanopartículas e os cubos de óxido de ferro, também fizemos medições usando como amostra as micropartículas magnéticas (Supermagna RW2220), que foi o mesmo material de fabricação dos cubos. O processo de caracterização das micropartículas foi idêntico com a caracterização das nanopartículas. Usando o porta amostras com cavidade cilíndrica, as micropartículas foram depositadas dentro dela para ser escameada pelo microscópio Hall. Foram feitos múltiplos mapeamentos usando diferentes valores de campo externo e com ajuda do modelo cilíndrico que desenhamos foi possível conseguir o momento magnético para cada valor de campo externo. Na figura 5.23 é mostrada a curva de magnetização das micropartículas magnéticas que conseguimos por meio do microscópio Hall.

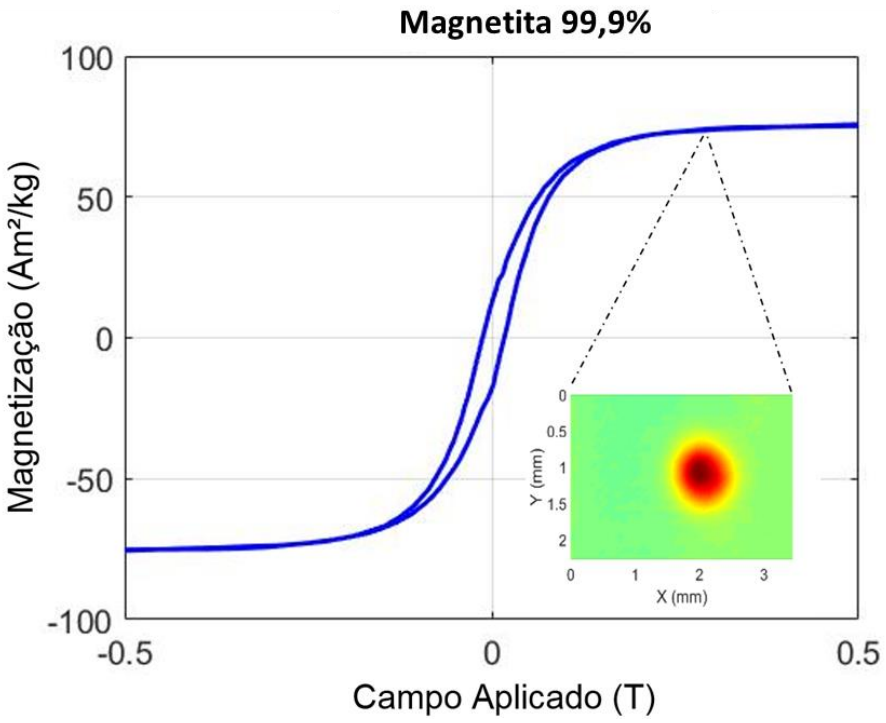


Figura 5.23: Gráfico de magnetização vs campo aplicado das micropartículas magnéticas.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

Na figura 5.23 observamos que a curva de histerese tem o comportamento de um material ferromagnético por conta dos campos remanescentes e coercivos diferentes de zero que ela apresenta [Araújo, 2009; Araújo 2013]. Também podemos notar que tanto as micropartículas magnéticas como os cubos feitos com ela têm comportamento ferromagnéticos nas suas curvas de magnetização. Comparando as curvas de magnetização das figuras 5.17 e 5.23 é possível notar que possuem pequenas diferenças nos valores dos campos remanescentes e coercivos. O motivo dessas diferenças entre as curvas pode ser causado pela agitação térmica das micropartículas de oxido de ferro, já que na cavidade cilíndrica as micropartículas têm mais liberdade de movimento, enquanto as micropartículas dentro do cubo ficam fixas por conta da mistura com o Epóxi.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

6
Conclusões

Construímos um novo microscópio magnético de varredura, que utiliza 2 sensores Hall de baixo custo em configuração gradiométrica como sistema de leitura e é controlado por médio da plataforma LabVIEW®. Conseguimos diminuir o ruído mecânico produzido durante a movimentação da amostra por meio de um sistema de molas ligada ao atuador X, uma placa de latão ligada ao atuador Y e uma plataforma de acrílico que dá suporte ao sistema de deslocamento. Aperfeiçoamos o microscópio Hall desenvolvendo 3 placas de circuito impresso, os quais conseguem substituir as funções do sistema de leitura descrito no capítulo 3 (amplificador Lock-In e filtro Low-In), portanto nosso microscópio é independente de outros instrumentos. Calibramos o microscópio Hall usando uma esfera de níquel com 99%. Através da calibração conseguimos uma distância de 143 μm entre o elemento detector GaAs do sensor 1 e sua superfície. Conseguimos para o microscópio Hall uma sensibilidade de $2\times 10^{-12}\mathrm{A}m^2$ e um erro de 0,6% na saturação da esfera em comparação com a literatura. Adicionalmente encontramos o ruído de 300 nTrms/(Hz)½ no sistema de leitura gradiométrico.

Desenvolvemos modelos teóricos na plataforma MatLab para a obtenção do momento magnético de cada amostra mapeada pelo microscópio Hall. Fabricamos nanopartículas magnéticas de óxido de ferro usando o método de co-precipitado e cubos de oxido de ferro feito de micropartículas de magnetita. Caracterizamos cubos, nanopartículas e micropartículas de oxido de ferro usando o microscópio Hall. Identificamos comportamento superparamagnético nas nanopartículas e comportamento ferromagnético nas micropartículas e nos cubos de oxido de ferro.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

7
Referências Bibliográficas

ADAMO, M.; NAPPI, C.; SARNELLI, E.. **Magnetic dipole imaging by a scanning magnetic microscope**. Measurement Science and Technology, 19: 015508, 2008.

AGILENT SERVICE MANUAL, E3633A AND E3634A DC POWERS SUPPLIES.

AKM USER MANUAL, MODEL HG-362A.

ARAÚJO, J. F. D. F.. **Construção de um magnetômetro Hall para caracterização de partículas magnéticas utilizadas em ensaios imunológicos**. Dissertação de mestrado, PUC-Rio, 2009.

ARAÚJO, J. F. D. F.; BRUNO, A. C.; CARVALHO, H. R.. **Characterization of magnetic nanoparticles by a modular Hall magnetometer**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 322: 2806–2809, 2010.

ARAÚJO, J. F. D. F.; BRUNO, A. C.; CARVALHO, H.R.. **Characterization of magnetic nanoparticles by a modular Hall magnetometer**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 322; 2806–2809, 2010.

ARAÚJO, J. F. D. F.. **Construção de um magnetômetro Hall a baixas temperaturas para caracterização de nanopartículas magnéticas**. Tese de doutorado, PUC-Rio, 2013.

ARAÚJO, J. F. D. F.; BRUNO, A. C.; LOURO, S. R. W.. **Versatile magnetometer assembly for characterizing magnetic properties of nanoparticles**. Review of Scientific Instruments, 86: 105103, 2015.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

ARAÚJO, J. F. D. F.; COSTA, M. C.; LOURO, S. R. W.; BRUNO, A. C.. **A portable Hall magnetometer probe for characterization of magnetic iron oxide nanoparticles**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 426: 159-162, 2017.

ARAÚJO, J. F. D. F.; REIS, A. L. A.; VANDERLEI, C. O. J.; SANTOS, A. F.; LUZ-LIMA, C.; YOKOYAMA, E.; MENDOZA, L. A. F.; PEREIRA, J. M. B.; BRUNO, A. C.. **Characterizing complex mineral structures in thin sections of geological samples with a scanning hall effect microscope**. Sensors, 19: 1636, 2019a.

ARAÚJO, J. F. D. F.; REIS, A. L. A.; CORRÊA, A. A. P.; YOKOYAMA, E.; VANDERLEI C. O. J.; MENDOZA, L. A. F.; PACHECO, M. A. C.; LUZ-LIMA, C.; SANTOS, A. F.; OSORIO, G. F. G.; BRITO, G. E.; ARAÚJO, W. W. R.; TAHIR, BRUNO, A. C.; DEL ROSSO, T.. **Scanning Magnetic Microscope Using a Gradiometric Configuration for Characterization of Rock Samples**. Materials, 12: 4154, 2019b.

ARAÚJO, J. F. D. F.; VIEIRA, D. R. P.; OSORIO, F.; POTTKER, W. E.; LA PORTA, F. A.; DE LA PRESA, P.; PEREZ, G.; BRUNO, A. C.. **Versatile Hall magnetometer with variable sensitivity assembly for characterization of the magnetic properties of nanoparticles**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 489: 165431, 2019c.

ARAÚJO, J. F. D. F.; TAHIR, ARSALANI, S.; FREIRE, F. L. J.; MARIOTTO, G.; CREMONA, M.; MENDOZA, L. A. F.; LUZ-LIMA, C.; ZAMAN, Q.; DEL ROSSO, T.; BAFFA, O.; BRUNO, A. C.. **Novel scanning magnetic microscopy method for the characterization of magnetic nanoparticles**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 499: 166300, 2020.

BENDING, S. J.. **Scanning Hall probe microscopy of vortex matter**. Physica C, 470: 754–757, 2010.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

BROOKS INSTRUMENT MANUAL, GT130x SERIES FLOWMETER MODEL 1306 DATASHEET.

CHEN, C. W.. **Magnetism and Metallurgy of Solt Magnetic Materials**. Illustrated Ed Books, publicado por Courier Dover Publications, 1986.

CORRÊA, A. A. P.. **Desenvolvimento de dispositivo de recuperação de sinais microscopia magnética aplicada em estudos paleomagnéticos**. Dissertação de mestrado, Universidade de Brasília, 2018.

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D.. **Introduction to Magnetic Materials**. 2ed Books, Publicado por Wiley-IEEE, 2008.

DINNER, R. B.; BEASLEY, M. R.; MOLER, K. A.. **Cryogenic scanning Hall-probe microscope with centimeter scan range and submicron resolution**. Review of Scientific Instruments, 76: 103702, 2005.

DRUDE, P.. **Zur Elektronentheorie der metalle**. Annalen der Physik, 3 (306): 566, 1900a.

DRUDE, P.. **Zur Elektronentheorie der Metalle; II. Teil. Galvanomagnetische und thermomagnetische Effecte**. Annalen der Physik, 11 (308): 369, 1900b.

EL-ALAILY, T. M.; EL-NIMR, M. K.; SAAFAN, S. A.; KAMEL, M. M.; MEAZ, T. M.; ASSAR, S. T.. **Construction and calibration of a low cost and fully automated vibrating sample magnetometer**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 386: 25–30, 2015.

FONER, S.. **Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer**. Review of Scientific Instruments, 30: 548, 1959.

GMW USER MANUAL, MODEL: 3470, 45MM ELECTROMAGNET.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

GOODFELLOW CAMBRIGE LIMITED, NICKEL (NI) SPHERE, DIAMETER 3.0mm, PURITY 99.0%, QUANTILY 50 pcs, NET WEIGHT 6.29g.

GREGORY, J. K.; BENDING, S. J.; SANDHU, A.. **A scanning Hall probe microscope for large area magnetic imaging down to cryogenic temperatures**. Review of Scientific Instruments, 73: 3515–9, 2002.

GRIFFITHS, D. J.. **Introduction to electrodynamics**. 3ed, Prentice Hall, Upper Saddle River N J 1999.

GUIMARÃES, A. P.. **Propriedades Magnéticas de Sistemas Granulares**. Revista Brasileira de Ensino de Física, 22: 3, 2000.

GUIMARÃES, A. P.. **Introdução ao Nanomagnetismo**. Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas: 18-25, 2006.

HALL, E.. **On a new action of the magnet on electric currents**. American Journal of Mathematics, 2: 287-292, 1879.

HP OPERATING AND SERVICE MANUAL, HP361xA SERIES 30W.

HSU, C.; MCGUIRE, T. R.. **Magnetism and magnetic materials**. New York: Academic Press, 1968.

JARAMILLO, G.; CHAN, M-L.; MILESWKI, J. O.; FIELD, R. D.; HORSLEY, D.. **A Ferrite scanning microscope based on magnetic tunnel junction sensor**. IEEE Transactions on Magnetics, 48(11): 3677-3680, 2012.

JILES, D.. **Introduction to Magnetism and Magnetic Materials**. Chappman&Hall Ed, Books, 1991.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

KAZAKOVA, O.; PUTTOCK, R.; BARTON, C.; CORTE-LEÓN, H.; JAAFAR, M.; NEU, V.; ASENJO, A.; **Frontiers of magnetic force microscopy**. Journal of Applied Physics, 125: 060901, 2019.

KITTEL, C.. **Introdução à Física do Estado Sólido**. Editora LTC, 8A Ed: pag-273, 2006.

KIRTLEY, J. R.; PAULIUS, L.; ROSENBERG, A. J.; PALMSTROM, J. C.; HOLLAND, C. M.; SPANTON, E. M.; SCHIESSL, D.; JERMAIN, C. L.; GIBBONS, J.; FUNG, Y. -K. -K.; HUBER, M. E.; RALPH, D. C.; KETCHEN, M. B.; GIBSON JR, G. W.; MOLER, K. A.. **Scanning SQUID susceptometers with submicron spatial resolution**. Review of Scientific Instruments, 87: 093702, 2016.

KLETETSCHKA, G.; SCHNABL, P.; ŠIFNEROVÁ, K.; TASÁRYOVÁ, Z.; MANDA, S.; PRUNER, P.. **Magnetic scanning and interpretation of paleomagnetic data from Prague Synform's volcanics**. Studia Geophysica et Geodaetica, 57: 103–117, 2013.

LI, G.; SUN, S.; WILSON, R. J.; WHITE, R. L.; POURMAND, N.; WANG, S. X.. **Spin valve sensors for ultrasensitive detection of superparamagnetic nanoparticles for biological applications**. Sensors and Actuators A: Physical, 126: 98-106, 2006.

LIMA, E. A.; BRUNO, A. C.; CARVALHO H. R.; WEISS B. P.. **Scanning magnetic tunnel junction microscope for high-resolution imaging of remanent magnetization fields**. Measurement Science and Technology, 25: 105401, 2014.

MACHADO, K. D.. **Eletromagnetismo**, Editora UEPG, vol 2, 363-423, Paraná, 2002.

MELEXIS USER MANUAL, MODEL MLX90215.

MELEXIS USER MANUAL, MODEL PTC-01.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

MIZOO, M.; KAWAMURA, Y.; NISHIOKA, T.; KATO, H.; MATSUMURA, M.. **Performance of magnetometer using a commercial Hall sensor**. Journal of Physics: Conference Series, 200: 112007, 2010.

MORELLO, A.; ANGENENT, W. G. J.; FROSSATI, G.; DE JONGH, L. J.. **Automated and versatile SQUID magnetometer for the measurement of materials properties at millikelvin temperatures**. Review of Scientific Instruments, 76: 023902, 2005.

MOSKOWITZ, B. M.. **Hitchhiker Guide to magnetism**, 3 ed, 2006.

MARTINS, N.. **Introdução à Teoria da Eletricidade e do Magnetismo**. Editora Edgard Blucher LTDA livro, 1975.

NUNES, R. A. A.; DE ALBUQUERQUE M. P.; DE ALBUQUERQUE, M. P.. **O amplificador Lock-In**. Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Notas Técnicas, 002, 2006.

NATIONAL INSTRUMENT USER MANUAL, MODELO USB-6210.

ORAL, A.; BENDING, S. J.; HENINI, M.. **Scanning Hall probe microscopy of superconductors and magnetic materials**. Journal of Vacuum Science & Technology B, 14: 1202-1205, 1996.

PEREIRA, J. M. B.; PACHECO, C. J.; ARENAS, M. P.; ARAÚJO, J. F. D. F.; PEREIRA, G. R.; BRUNO, A. C.. **Novel scanning dc-susceptometer for characterization of heat-resistant steels with differents states of aging**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 442: 311-318, 2017.

REITZ, J. R.; MILFORD, F. J.; CHRISTY, R. W.. Fundamentos da teoria eletromagnetica, 3. ed livro, Rio de Janeiro, 1982

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

REZENDE, S. M.. **Magnetismo na Terra Brasilis**, Revista Brasileira de Ensino de Física, vol. 22 (3): 293-298, 2000

RHOUNI, A.; SOU, G.; LEROY, P.; COILLOT, C.. **Very Low 1/f Noise and Radiation-Hardened CMOS Preamplifier for High-Sensitivity Search Coil Magnetometers**, IEEE Sensors Journal, 13(1):159-166, 2013.

RONDIN, L.; TETIENNE, J. P.; HINGANT, T.; ROCH, J. F.; MALETINSKY, P., JACQUES, V.. **Magnetometry with nitrogen-vacancy defects in diamond**, Reports on Progress in Physics, 77: 056503, 2014.

SAMPAIO, L. C.; GARCIA, F.; CERNICCHIARO, G. R. C.; TAKEUCHI, A. Y.. **Técnicas de Magnetometria**. Revista Brasileira de Ensino de Física, 22 (3): 406-410, 2000.

SERWAY, R. A.; BEICHNER, R. J.. **Física para Ciencias e Ingeniería**. Editora McGraw-Hill/Interamericana Vol. 2 (5ed). 2002

SINNECKER, J. P.. **Materiais Magnéticos Doces e Materiais Ferromagnéticos Amorfos**. Revista Brasileira de Ensino de Física, 22: 3, 2000.

SINNECKER, J. P.; GROSSINGER, R.; TURTELLI, R. S.; EXEL, G.; GREIFENEDER, G.; KUSS, G.. **Quenched-in stresses in amorphous ribbons**. Journal of magnetism and magnetic materials, 133 (1-3): 20-23, 1994.

SHAW, G.; KRAMER, R. B. G.; DEMPSEY, N. M.; HASSELBACH, K.. **A scanning Hall probe microscope for high resolution, large area, variable height magnetic field imaging**. Review of Scientific Instruments, 87 (11): 113702, 2016.

SR560 MANUAL, MODEL SR560 LOW-NOISE PREAMPLIFIER.

SR830 MANUAL, MODEL SR830 DSP LOCK-IN AMPLIFIER.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

TEIXEIRA, J. M.; LUSCHE, R.; VENTURA, J.; FERMENTO, R.; CARPINTEIRO F.; ARAUJO J. P.; SOUSA J. P.; CARDOSO S.; FREITAS P. P.. **Versatile, high sensitivity, and automatized angular dependent vectorial Kerr magnetometer for the analysis of nanostructured materials**. Review of Scientific Instruments, 82: 043902, 2011.

URBANO-BOJORGE, A. L.; FÉLIX-GONZÁLEZ, N.; FERNÁNDEZ, T.; DEL POZO-GUERRERO, F.; RAMOS, M.; SERRANO-OLMEDO, J. J.. **A Comparison of Magnetometry and Relaxometry Measures of Magnetic Nanoparticles Deposited in Biological Samples**, Journal of Nano Research, 31: 129-137, 2015.

VAYSSIERES, L.; CHANÉAC, C.; TRONC, E.; JOLIVET, J. P.. **Size Tailoring of**
Magnetite Particles Formed by Aqueous Precipitation: An Example of Thermodynamic Stability of Nanometric Oxide Particles, Journal of Colloid and Interface Science, 205: 205-212, 1998.

YAMAMOTO, S. Y.; SCHULTZ, S.. **Scanning magnetoresistance microscopy**. Applied Physics Letters, 69: 3263, 1996.

WEISS, B. P.; LIMA, E. A.; FONG, L. A.; BAUDENBACHER, F. J.. **Paleomagnetic analysis using SQUID microscopy**. Journal of Geophysical Research, 112: B09105, 2007.

ZABER USER MANUAL, X-LSM SERIES DARASHEET.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

8
Apêndices

8.1.
Funções em MatLab

Desenvolvemos 2 modelos teóricos adequados com a geometria da esfera de níquel e cubo de oxido de ferro caracterizado neste trabalho para a obtenção do momento magnético de cada um.

8.1.1.
Modelo do dipolo Magnético

```
%%%%%%MODELO DIPOLO MAGNETICO%%%%%%
%%%%%%Função Principal%%%%%%

clear
clc
format long

      %campos magneticos nos eixos x,y,z

      %B_x = 'campoB_x(x,y,z,m_x,m_y,m_z)'
      %B_y = 'campoB_y(x,y,z,m_x,m_y,m_z)'
B_z = 'campoB_z(x,y,z,m_x,m_y,m_z)'
      %type campoB_z

      %posições X,Y,Z da esfera de niquel

X = (-12.0 : 0.05 : 12.0); %X em mm
XX = X';

Y = 1.5;  %Y em mm


Z = 3;  %Z em mm

      %momento magnetico so em eixo Z em A*m^2
M_x = 0;
M_y = 0;
M_z = 3*10^4;

medidas = [XX Y*ones(481,1) Z*ones(481,1) M_x*zeros(481,1)
M_y*zeros(481,1) M_z*ones(481,1)];

save ('medidas.txt','medidas','-ascii')
```

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

```
      %type medidas.txt

      %Dados de entrada da função da sub-rotina x,y,z,M-x,m_y,m_z

D = load('medidas.txt');
x = D(:,1);
y = D(:,2);
z = D(:,3);
m_x = D(:,4);
m_y = D(:,5);
m_z = D(:,6);

      %Chamado da sub-rotina B_z

      %B_x = campoB_x(x,y,z,m_x,m_y,m_z);

      %B_y = campoB_y(x,y,z,m_x,m_y,m_z);

B_z = campoB_z(x,y,z,m_x,m_y,m_z);

plot(x,B_z,'r');
title('Grafico de B vs x');
xlabel('x (m)');
ylabel('B (T)');
legend('B_z');

dados = [XX B_z];
save ('dados.txt','dados','-ascii');

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

8.1.2. Sub-rotina do dipolo magnético

```
%%%%%%Função do dipolo%%%%%%

function B_z = campoB_z(x,y,z,m_x,m_y,m_z)
format long
%campo magnetico no eixo z
m_0 = 4 * pi * 10.^-7;

A = m_0 / (4 * pi);


      % x = 1:1:10;
      % y = 1:1:10;
      % z = 1:1:10;
      % m = 10 : 10 : 100;

R = sqrt (x.^2 + y.^2 + z.^2);

p_x = x.*z.*m_x;
p_y = y.*z.*m_y;
p_z = z.*z.*m_z;

B_z = A*(3*(p_x + p_y + p_z)./R.^5) - A*(m_z./R.^3);
```

```
end
%%%%%%%%%%%%%%%%
```

8.1.3.
Modelo do prisma rectangular

```
%%%%%%%%%%%%MODELO PRIMSA RETANGULAR%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%%%%%%%%FUNÇÃO PRINCIPAL%%%%%%%%%%%

clear
format long

B_z = 'prismaB_z(x,y,z,m_z)'
      %type campoB_z

      %posições do sensor (x,y,z)

X = (-30.0 : 0.05 : 30.0); %X em mm
XX = X';

Y = 2.1;  %Y em mm
%YY = Y';

Z = 2.22; %1.64*10^-3;  %Z em mm

      %Magnetização no eixo Z em A/m do cubo de ferro
M_z = 3.0*10^4;

medidaprisma = [XX Y*ones(1201,1) Z*ones(1201,1)
M_z*ones(1201,1)];

save ('medidaprisma.txt','medidaprisma','-ascii')
      %type medidas.txt

      %dados de entrada da função do prisma (x,y,z,m_z)

D = load('medidaprisma.txt');
x = D(:,1);
y = D(:,2);
z = D(:,3);
m_z = D(:,4);


      %Chamado da sub-rotina B_z

B_z = prismaB_z(x,y,z,m_z);

plot(x,B_z,'r');
title('Grafico de B_z vs x');
xlabel('x (mm)');
ylabel('B_z (T)');
legend('B_z');

dados = [XX B_z];
save ('dados.txt','dados','-ascii');

     %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA

8.1.4.
Sub-rotina do prisma retangular

```
%%%%%%%%%%%%Função do prisma retangular%%%%%%%%%%%%%%%%%%

function B_z = prismaB_z(x,y,z,m_z)
format long
%campo magnetico no eixo z
m_0 = 4 * pi * 10.^-7;

A = m_0 / (4 * pi);

%dimensões (x,y,z) do prisma dividido 2a,2b,2c

a = (2.20);
b = (2.10);
c = (2.10);

F1 = atan((-x + a).*(y + b)./((z + c).*sqrt (((-x + a).^2) + ((y +
b).^2) + ((z + c).^2))));
F2 = atan((-x + a).*(y + b)./((-z + c).*sqrt (((-x + a).^2) + ((y
+ b).^2) + ((-z + c).^2))));
F3 = atan((-x + a).*(-y + b)./((z + c).*sqrt (((-x + a).^2) + ((-y
+ b).^2) + ((z + c).^2))));
F4 = atan((-x + a).*(-y + b)./((-z + c).*sqrt (((-x + a).^2) + ((-
y + b).^2) + ((-z + c).^2))));
F5 = atan((x + a).*(y + b)./((z + c).*sqrt (((x + a).^2) + ((y +
b).^2) + ((z + c).^2))));
F6 = atan((x + a).*(y + b)./((-z + c).*sqrt (((x + a).^2) + ((y +
b).^2) + ((-z + c).^2))));
F7 = atan((x + a).*(-y + b)./((z + c).*sqrt (((x + a).^2) + ((-y +
b).^2) + ((z + c).^2))));
F8 = atan((x + a).*(-y + b)./((-z + c).*sqrt (((x + a).^2) + ((-y
+ b).^2) + ((-z + c).^2))));

B_z = -A.*m_z.*(F1 + F2 + F3 + F4 + F5 + F6 + F7 + F8);

end
     %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1813287/CA