

UNIVERSIDADE FEDERAL DO GRANDE DO SUL

NATHAN FINGER

**Utilização da detecção simultânea de duas componentes da
magnetização em sistemas magnéticos**

Porto Alegre - RS

Julho/2018

UTILIZAÇÃO DA DETECÇÃO SIMULTÂNEA DE DUAS COMPONENTES DA MAGNETIZAÇÃO EM SISTEMAS MAGNÉTICOS

Trabalho de conclusão de curso de graduação apresentado ao Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Física.

Orientador: Julian Penkov Geshev

Porto Alegre - RS

Julho/2018

CIP - Catalogação na Publicação

Finger, Nathan

Utilização da detecção simultânea de duas componentes da magnetização em sistemas magnéticos / Nathan Finger. -- 2018.

25 f.

Orientador: Julian Penkov Geshev.

Trabalho de conclusão de curso (Graduação) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Instituto de Física, Curso de Física: Pesquisa Básica, Porto Alegre, BR-RS, 2018.

1. Magnetização. 2. Magnetismo. I. Geshev, Julian Penkov, orient. II. Título.

RESUMO

A variação da magnetização é composta por rotações reversíveis e irreversíveis de domínios magnéticos e se resulta da interação desses domínios com seus vizinhos e com um campo magnético externo. A forma e os parâmetros da curva de magnetização podem ser seriamente afetados por diversos fatores, como a interação entre camadas com propriedades magnéticas distintas ou a existência de anisotropias nos materiais que proporcionam eixos preferenciais de magnetização.

Algumas propriedades como a existência de eixos preferenciais de magnetização podem ser observadas e analisadas através de medidas de magnetização da componente perpendicular ao campo aplicado. As medidas deste estudo foram realizadas em diversas amostras e além de ser observada com clareza a existência de eixos fáceis/duros de magnetização conseguimos mostrar com precisão suas orientações através da detecção simultânea de duas componentes de magnetização. Mostramos também o quanto a curva de magnetização pode ser sensível à variação de parâmetros como o ângulo do campo aplicado e o posicionamento da amostra.

ABSTRACT

The change of the magnetization is determined by reversible and/or irreversible rotations of magnetic domains and is defined by the interaction of these domains with their neighbors and with the external magnetic field. The shape and the parameters of the magnetization curves can be seriously affected by several factors, such as interactions between magnetic layers or the existence of anisotropies in materials that provide preferential magnetization axis.

Some properties such as the existence of preferential magnetization axis can be observed and analyzed by means of magnetization measurements of the component perpendicular to the applied field. The measurements of this study were performed on several samples and besides being clearly observed the existence of easy/hard magnetization axis, we were able to show, through the simultaneous detection of two magnetization components, their orientations. We also showed how sensitive the magnetization curve can be to variations of parameters such as the angle of the applied field and the sample position.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

VSM - Magnetômetro de Amostra Vibrante.

FORC - Curva de Retorno de Primeira Ordem.

H - Campo Magnético Aplicado.

H - Campo Magnético Aplicado - módulo.

M - Magnetização.

M_R - Magnetização remanente.

M_S - Magnetização de Saturação.

H_C - Campo Coercivo.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	7
2	REVISÃO TEÓRICA	8
2.1	A curva de magnetização	8
2.2	Anisotropia magnética	9
2.3	Curvas de Retorno de Primeira Ordem (FORCs)	10
3	CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA	13
3.1	Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)	13
3.2	Diagramas FORC	14
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	16
5	CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS FUTURAS	24
	REFERÊNCIAS	25

1 INTRODUÇÃO

O estudo da magnetização e seus processos de reversão vem sendo importantes tanto por interesse fundamental quanto para aplicações tecnológicas. O uso de materiais magnéticos está presente em diversas áreas, de motores a celulares, e isto é algo que demonstra a importância de pesquisas por propriedades particulares dos materiais.

Os mecanismos físicos por trás da magnetização se tornam cada vez mais complexos de serem interpretados em dimensionalidades menores [1] sendo de muita importância o estudo da magnetização de materiais nanoestruturados para aplicações futuras. Materiais nanoestruturados magnéticos apresentam potencial aplicabilidade pois suas propriedades podem ser afetadas fortemente por interações como o acoplamento entre diferentes materiais e camadas. Dessa forma é importante dispor de métodos capazes de analisar, caracterizar e qualificar essas interações.

O comportamento histerético da magnetização, em geral, inclui rotações reversíveis e irreversíveis e pode variar os parâmetros como a orientação do campo magnético externo aplicado e anisotropias magnetocristalinas. Devido a suas dimensões reduzidas, nanoestruturas representam uma classe de materiais de propriedades interessantes [2, 3]. O estudo desses fenômenos é essencial para compreendermos como ocorrem os processos de magnetização nos domínios magnéticos dos materiais.

Nesta pesquisa propomos experimentos que nos permitem analisar os mecanismos de magnetização via detecção simultânea das componentes X e Y da magnetização (paralela e perpendicular à direção do campo aplicado) visando melhorar a compreensão do comportamento da magnetização perpendicular, portanto as medidas apresentadas são feitas através do *SCV VECTOR COILS*, módulo do *VSM (Vibrating Sample Magnetometer)*, modelo EZ9 da Microsense que foi adquirido pelo laboratório de Magnetismo (LAM) do IF-UFRGS, e sua maior parte sobre amostras de filmes ou multicamadas metálicas produzidas por *magnetron sputtering* (desbastamento iônico com campo magnético).

Estudar as componentes de magnetização paralela (X) e perpendicular (Y) em relação ao campo magnético aplicado de forma simultânea é um modo de conseguir informações consistentes sobre a natureza das interações magnéticas a fim de caracterizar materiais.

2 REVISÃO TEÓRICA

Neste capítulo, são apresentados os conceitos básicos relevantes para a realização deste estudo. Inicialmente é feita uma revisão sobre conceitos da curva de magnetização e em seguida sobre conceitos de anisotropias magnetocristalinas, especificando algumas de suas características e propriedades.

2.1 A curva de magnetização

A curva de magnetização $B \times H$ ou $M \times H$ é a principal e mais utilizada ferramenta de caracterização magnética. Ela consiste em um gráfico da magnetização da amostra pelo campo aplicado, podendo ser obtida de uma amostra desmagnetizada (curva virgem) ou de uma amostra previamente magnetizada. A curva completa de magnetização é a curva de histerese, obtida através da medida de magnetização das amostras com campos aplicados pelo menos entre os campos de saturação em ambos sentidos ($\pm H_s$).

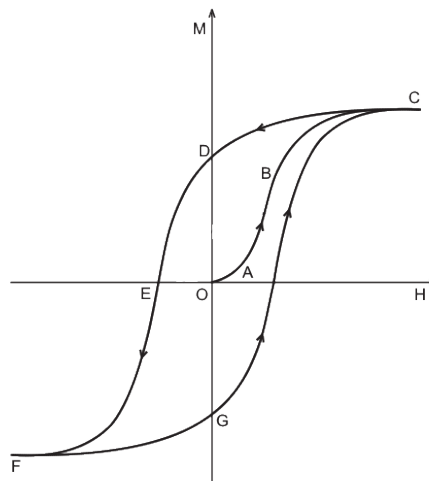


Figura 1 – Esquema da curva de magnetização inicial $OABC$ e curva de magnetização (curva de histerese) $CDEFG$.

Na figura 1 temos uma curva de magnetização esquematizada: a amostra atinge um máximo valor de magnetização (magnetização de saturação M_s) onde todas as rotações dos momentos magnéticos já aconteceram a fim de se alinhar com o campo aplicado; com o decréscimo do campo, os spins deixam de estar alinhados e a magnetização diminui; assim temos a magnetização de remanência (M_R) (D), que é a magnetização da amostra após retirada total do campo externo; a coercividade ou Campo coercivo (H_c) em (E) é a magnitude do campo externo necessário para reduzir a magnetização da amostra a zero que deve ser aplicado no sentido oposto da direção de M_R .

De maior interesse na curva de histerese é sua forma, que representa parâmetros importantes sobre as propriedades magnéticas dos materiais.

Uma curva de histerese só corresponde ao ciclo maior se o campo aplicado é suficiente para saturar a amostra; caso contrário estaríamos olhando para *minor loops* da curva de magnetização, que são ciclos que ficam por dentro deste ciclo maior, que é justamente o ciclo cujo campo H_{max} é suficiente

para saturar a amostra. A análise de minor loops em vez de uma curva saturada de magnetização pode mascarar as propriedades reais da amostra; entretanto, a análise de minor loops nos proporciona uma outra técnica de caracterização através de diagramas de FORC (*Curvas de Retorno de Primeira Ordem*).

2.2 Anisotropia magnética

A maioria dos materiais apresenta alguma forma de anisotropia que afeta o comportamento dos mecanismos de magnetização; alguns dos tipos de anisotropia magnética são: anisotropia magnetocristalina, anisotropia de forma, anisotropia de stress, anisotropia induzida (por deformação plástica, *annealing* ou irradiação magnética), anisotropia de superfície e anisotropia de troca [4].

A anisotropia magnética é o fenômeno de preferência de orientação da magnetização \mathbf{M} em direções determinadas pela cristalografia e estrutura atômica, portanto é uma característica de cada material, isto é, há uma energia interna que varia quando a magnetização aponta em diferentes direções.

A forma da curva de magnetização depende fortemente da direção do campo externo aplicado (H). Este efeito é devido às orientações dos momentos magnéticos no interior do material, que tem uma preferência de direção devido a efeitos da anisotropia magnetocristalina.

A energia de anisotropia magnetocristalina vem da interação do momento angular orbital eletrônico com o campo das cargas da rede, e o momento de spin dos átomos está envolvido nessa interação através do acoplamento de spin-órbita.

A Energia de anisotropia uniaxial (E_u) pode ser expressa a expandindo em séries de potência de $\sin \theta$:

$$E_u(\theta) = K_1^u \sin^2 \theta + K_2^u \sin^4 \theta + \dots, \quad (2.1)$$

onde as constantes K_i são constantes de anisotropia de i -ésima ordem que podem ser calculadas a partir das curvas de magnetização. Geralmente apenas o termo de primeira ordem é suficiente para expressar a energia; portanto a anisotropia pode ser escrita, na sua forma mais simplificada como:

$$E = K_{\text{eff}} V \sin^2 \theta, \quad (2.2)$$

onde K_{eff} é o coeficiente efetivo de energia anisotrópica por volume, V o volume e θ o ângulo entre o momento magnético e um determinado eixo onde a energia é minimizada.

A forma da energia de anisotropia (E) depende da rede cristalina, por exemplo para um cristal cúbico pode ser escrita como:

$$E = K_1 V (\alpha_1^2 \alpha_2^2 t^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 V (\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^3), \quad (2.3)$$

onde α_i são os cossenos diretores correspondentes aos eixos cristalinos.

Contudo, E em geral é muito menor que seu valor máximo pois a magnetização acontece com maior facilidade nas direções dos eixos fáceis, e como E é uma função apenas do ângulo em que o campo externo é aplicado essa direção preferencial depende apenas do ângulo do campo aplicado em relação a estes eixos.

A direção preferencial da magnetização, onde a energia anisotrópica é minimizada é conhecida como eixo fácil, que coincide com a orientação da magnetização espontânea na ausência de \mathbf{H} , enquanto a direção de maior dificuldade de magnetização é chamada de eixo duro. Alguns materiais podem ter múltiplos eixos fáceis e difíceis, ademais, algumas simetrias cristalinas permitem a existência de planos fáceis. [4, 5, 6]

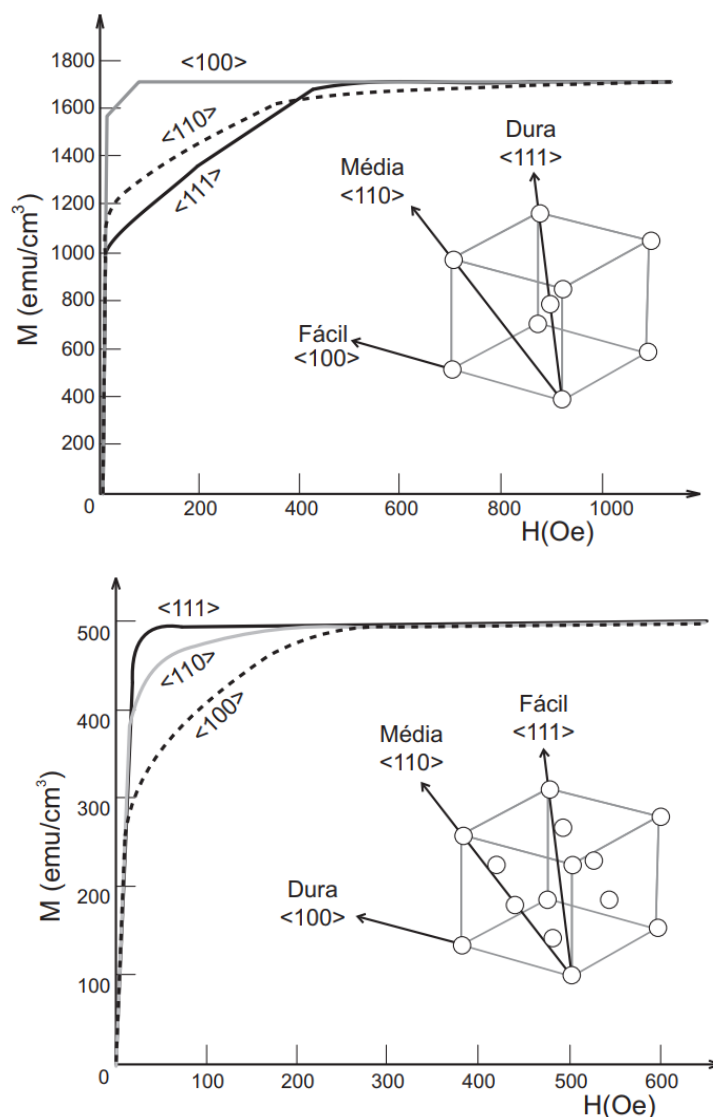


Figura 2 – Dependência da magnetização com o campo magnético \mathbf{H} aplicado em diferentes direções de Fe e Ni. Adaptado de [5].

Uma amostra policristalina sem preferência de orientação de grãos não deve apresentar eixos preferenciais devido à existência de grãos com todas as orientações possíveis dispersos aleatoriamente.

O acoplamento magnético na interface dos materiais cria uma direção preferencial para a orientação dos spins no material ferromagnético da forma de anisotropia uniaxial [7].

2.3 Curvas de Retorno de Primeira Ordem (FORCs)

Diagramas FORC possuem informações detalhadas sobre o comportamento histerético de um sistema magnético [8] e vêm sendo explorados principalmente nos campos da física e geologia a fim de

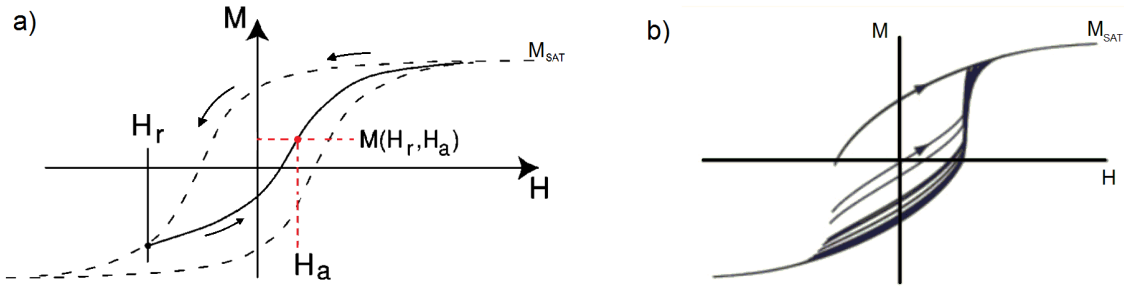


Figura 3 – Curva de reversão de primeira ordem: representação da magnetização da amostra entre seu valor mínimo e máximo por dentro da curva de histerese para um determinado campo aplicado H_a (trecho contínuo em (a)). Em (a) temos uma única FORC, onde podemos ver que as curvas de retorno passam por dentro da histerese; em (b) temos um conjunto de FORCs.

obter informações sobre a contribuição dos processos reversíveis de magnetização.

Diagramas FORC são construídos a partir de curvas conhecidas como de retorno de primeira ordem, como representadas na figura 3.

Uma FORC é medida partindo da saturação inicial da amostra em um campo positivo aplicado (H_s), então, diminuímos o campo até um valor determinado conhecido como campo de reversão (H_r).

Neste determinado campo (H_r), a magnetização da amostra está menor que M_s , entre seu valor máximo e mínimo. Logo, voltamos com o campo em direção ao campo de saturação positiva ($+H_s$), a magnetização da amostra neste segundo trecho estará no interior da curva de histerese (figura 3).

Os dados obtidos sobre a magnetização da amostra são utilizados para determinar a distribuição das FORCs, que é definida como uma segunda derivada mista [9, 10]:

$$\rho(H_r, H) = -\frac{1}{2} \frac{\partial^2 M(H_r, H)}{\partial H_r \partial H}. \quad (2.4)$$

A partir da diferença finita entre os dados, é possível montar os diagramas FORC.

Os diagramas são montados geralmente usando *colormaps* para a intensidade da distribuição (termo proveniente da derivada mista) como função de dois parâmetros, H_U (Campo de interação magnética) e H_C (Termo relacionado ao campo coercivo) sendo:

$$H_U \equiv \frac{H_r + H}{2}, \quad (2.5)$$

e

$$H_C \equiv \frac{H_r - H}{2}. \quad (2.6)$$

Os diagramas auxiliam na caracterização da amostra, contendo um mapa da resposta magnética de todos os domínios com rotações irreversíveis em termos de H_c (eixo horizontal) e H_u (eixo vertical). Detalhes sutis sobre seus complexos mecanismos de magnetização das diferentes componentes responsáveis podem ser revelados, ou como a forma que suas camadas interagem (caso de filmes multicamadas). Um diagrama FORC é mostrado na figura 4 ao lado de seu conjunto de curvas de retorno.

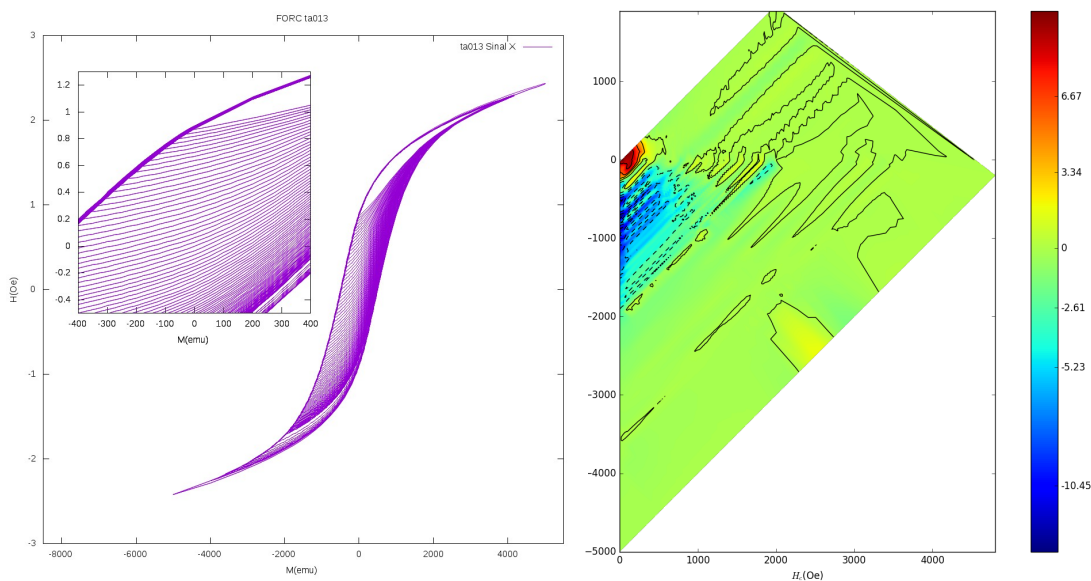


Figura 4 – Medida de FORCs de uma amostra de pó de CoFe_2O_4 obtido de maneira descrita em [11]: FORCs à esquerda e seu diagrama à direita (referente à componente X da magnetização).

A partir do modelo clássico de Preisach [12] podemos expor através de um diagrama *FORC* de forma simples que a distribuição representa a mudança na coercividade e na interação do campo local [13]. Desta forma, diagramas FORC se tornam uma poderosa ferramenta para representar um mapa das distribuições de interação de campo nos domínios e de coercividade contendo muita informação sobre os processos de magnetização.

3 CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA

3.1 Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)

O Magnetômetro de Amostra Vibrante (*VSM - Vibrating Sample Magnetometer*) é o equipamento mais versátil [14] de obter informação sobre propriedades magnéticas e pode ser encontrado em algumas variações. O princípio de funcionamento consiste em uma haste (geralmente de vidro ou quartzo) com um porta amostra numa extremidade, e a outra extremidade é fixada a um vibrador que faz a amostra oscilar perpendicularmente à direção do campo aplicado. A amostra fica imersa em um campo magnético DC gerado por eletroímãs rodeada por algumas bobinas detectoras (*pick up coils*), que no caso do módulo utilizado, há dois pares.

Para a detecção do sinal de magnetização da amostra, o VSM utiliza o princípio básico de que quando o fluxo de campo magnético que passa por suas bobinas detectoras muda, uma diferença de potencial é gerada entre os terminais da bobina, este fluxo é proporcional ao momento magnético da amostra.

A partir da lei de Maxwell (lei da indução de Faraday) temos:

$$\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}. \quad (3.1)$$

Portanto, se uma bobina é colocada em um campo magnético de modo que parte do fluxo contido por ela muda, esta variação de fluxo causa uma indução na bobina de acordo com a eq. (3.1) que podemos reescrever como:

$$\oint \mathbf{E} \, d\mathbf{l} = -\frac{d}{dt} \int B \, ds = -\frac{d\phi}{dt}, \quad (3.2)$$

onde \mathbf{E} é o campo integrado ao longo de uma volta da bobina; assim, para uma bobina de N voltas temos

$$V_{ind} = -N \frac{d\phi}{dt}. \quad (3.3)$$

Para medir a magnetização da amostra com o campo estático, precisamos que a variação do fluxo seja induzida externamente; no caso do *VSM* é proposta a vibração vertical (Z) da haste que segura o porta amostra. Esta haste é conectada no vibrador (esquema na figura 5) que vibra numa frequência controlada por software e a variação de fluxo, portanto, é obtida devido à vibração desse sistema.

O mecanismo de detecção do *VSM* que utilizamos conta com 4 bobinas detectoras localizadas de forma que um par seja responsável pela detecção da variação do fluxo na direção paralela ao campo (X , ou M_{\parallel}) e outro par pela variação na direção perpendicular (Y , ou M_{\perp}).

A diferença de potencial gerada nas bobinas de detecção é proporcional ao momento magnético total naquela direção:

$$V = k |\vec{\mu}|.$$

A constante k acima é determinada pela calibração do equipamento, geralmente usando uma amostra padrão de Ni que tem momento magnético bem conhecido.

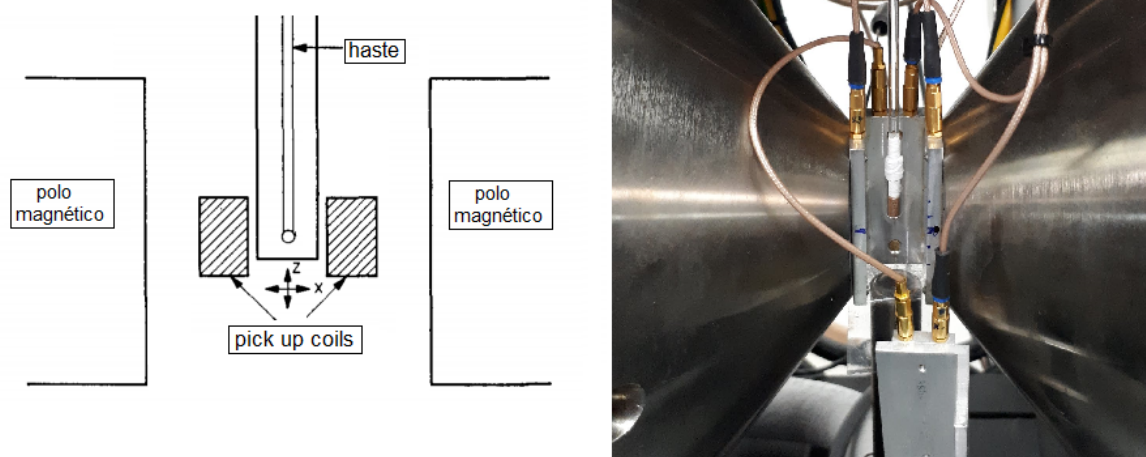


Figura 5 – À esquerda, esquema do sistema de vibração/detecção do VSM (simplificado, adaptado de [14]) e à direita foto de uma amostra colocada no VSM onde podemos ver os pares de pick up coils relacionadas aos eixos X (nas laterais) e Y (à frente e ao fundo).

Devemos ter uma contribuição mínima de ruído nas bobinas de detecção; teoricamente, a mais importante deve ser devido ao ruído térmico (*Johnson Noise*). A proporção de sinal e ruído do VSM é limitada pela proporção da ddp induzida e a ddp desse ruído. A ddp induzida é determinada pelos momentos magnéticos da amostra, pelo formato das bobinas, pelo número (N) de voltas e pela velocidade (ou frequência) de vibração. O design do *VSM* é proposto de forma que obtenhamos a melhor proporção entre sensibilidade absoluta, precisão e confiabilidade. Dado o posicionamento das bobinas detectoras mais próximo às amostras, o posicionamento se torna algo ainda mais importante.

Temos controle sobre o posicionamento da amostra no VSM através de um sistema sensível de calibração da posição, e o software de controle do módulo, além de ter controle sobre alguns parâmetros como ângulo de aplicação do campo e frequência de oscilação da haste, também possui um sistema de correção automática de efeitos como o *Image Effect*, que ocasionaria em uma medida de uma amostra virtual, devido ao fluxo mais intenso das linhas de campo perto de regiões com maior coeficiente de permeabilidade magnética. Este efeito gera um ganho maior no sinal de detecção X em relação ao sinal Y, portanto a calibração do sistema se torna mais sensível para medidas precisas de magnetização simultânea das duas componentes. Assim, a cada medida que é feita, obtemos os dados tanto em sua forma pré correções como pós correções.

Entre outras medidas utilizando o *VSM*, podemos obter dados para os diagramas FORC e curvas de histerese magnética, cujos parâmetros são essenciais para a caracterização das amostras.

3.2 Diagramas FORC

As medidas de FORCs são feitas no *VSM* como uma série de curvas de magnetização e os dados obtidos são utilizados posteriormente para a geração dos diagramas FORC em um programa desenvolvido no laboratório.

Um diagrama FORC descreve a distribuição da interação do campo local e da coercividade e portanto demonstra a força da interação entre os domínios de forma realista [13]. O diagrama é construído a partir de dados obtidos através de qualquer equipamento que possa medir histereses magnéticas com alta precisão.

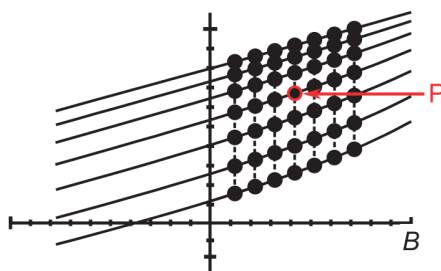
Através da expressão da eq (2.4) e dos dados obtidos na medida, é possível calcular diretamente

as derivadas mistas de um ponto através da diferença finita entre os dados obtidos, utilizando os pontos vizinhos para suavizar o erro de ruído. A segunda derivada mista é feita computacionalmente através do fitting de um polinômio do tipo:

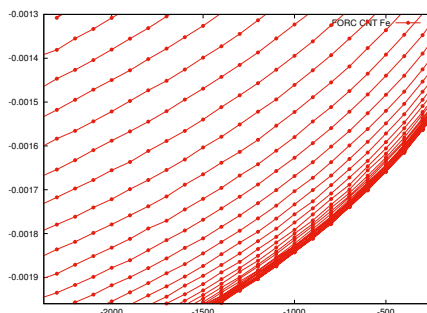
$$a_1 + a_2B + a_3B_r + a_4B^2 + a_5B_r^2 + a_6B_rB. \quad (3.4)$$

A escala das constantes a_i é ajustada e depois a função $\rho(B_r, B)$ é calculada e plotada. Usualmente são utilizados *color maps* que representam a distribuição FORC.

Dados parâmetros utilizados para a concepção do diagrama e cálculo das derivadas, devido às diferenças serem finitas acabamos por amplificar o sinal de ruído, então temos uma dependência notável para a qualidade da imagem no chamado *Smoothing Factor (SF)*. O *SF* se refere à quantidade de pontos vizinhos que utilizamos para calcular $\rho(B_r, B)$ em cada ponto. Habitualmente utilizamos $SF = 3$ para amostras com forte sinal magnético, o equivalente a utilizar uma grade 7×7 de pontos (número de vizinhos = $(2SF + 1)^2$), mas para amostras com baixa proporção entre sinal de magnetização e ruído devemos aumentar o *SF*; entretanto isso acaba aumentando a suavização e podemos ter um diagrama de má qualidade, que nos levaria a interpretar equivocadamente as informações contidas nele. Sendo assim devemos sempre utilizar o menor *SF* viável.



(a) Esquema que representa um ponto e seus vizinhos para um $SF = 3$: 49 pontos em uma grade 7×7 . Adaptado de [13].



(b) Imagem demonstrando a diferença na distância entre os pontos em locais mais sensíveis à variação do campo (à direita), o que nos mostra que nem sempre o ponto mais próximo é o vizinho de menor ordem.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Realizamos um estudo sobre como obter medidas confiáveis e mais abrangentes de forma que reduza o seu tempo no *VSM* a fim de otimizar seu uso e ainda obter informações importantes para a caracterização de amostras.

A correta calibração e manipulação dos parâmetros do sistema para a realização das medidas é algo ainda mais sensível quando estamos interessados na magnetização simultânea (X e Y), logo, aprender a manipular o equipamento e a interpretar seus resultados é algo de muita importância, assim como consolidar o funcionamento e a confiabilidade das técnicas e conceitos utilizados para poder desenvolver técnicas experimentais para melhor caracterização.

Com o propósito de aprender sobre a obtenção de dados e a confiabilidade do posicionamento correto da amostra, tanto quanto sobre a frequência da necessidade de calibração do *VSM*, foram realizadas algumas medidas em sequência variando a posição vertical (Z) da amostra de um cilindro de Ni maciço, como mostrado nas figuras 7 e 8.

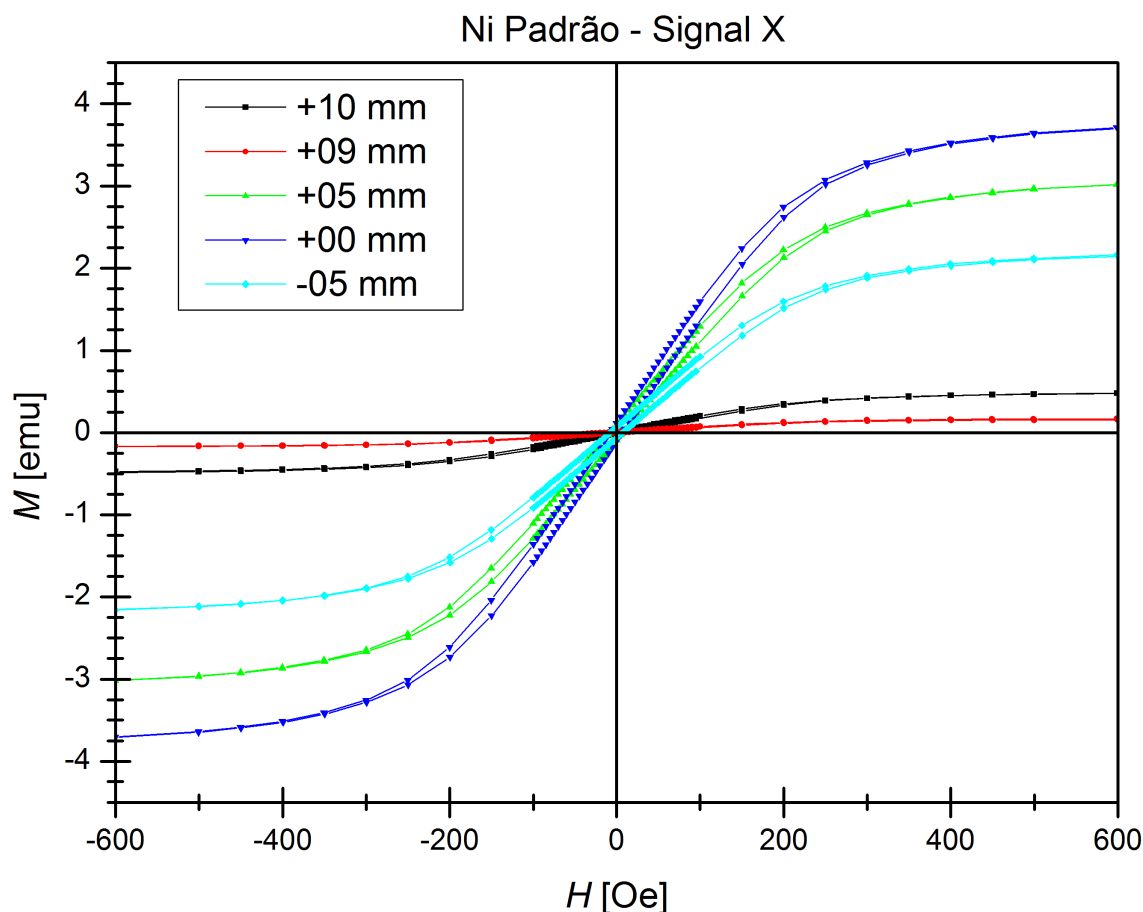


Figura 7 – Cilindro padrão de Ni próprio para a calibração do equipamento: Magnetização paralela ao campo aplicado (M_{\parallel}). As diferentes curvas correspondem à variação do posicionamento da amostra em relação à posição ideal (plano das *pick up coils*). São mostradas as curvas com o posicionamento ideal (pós calibração) e com a amostra deslocada alguns milímetros pelo eixo vertical.

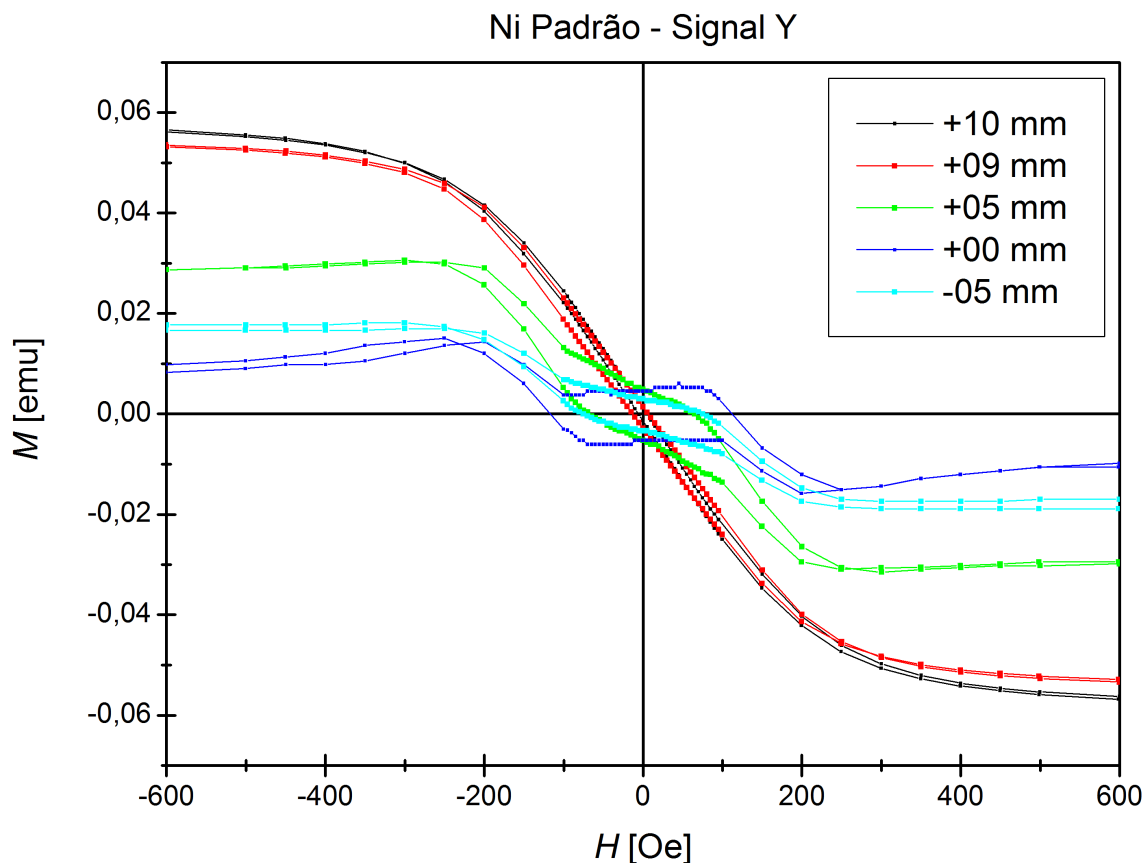


Figura 8 – Magnetização perpendicular (M_{\perp}) da amostra (cilindro) padrão de Ni equivalente à figura 7; as diferentes curvas correspondem a variações verticais no posicionamento da amostra. O sinal esperado de magnetização em Y para a amostra saturada é nulo, diferenças a partir disso podem indicar mau posicionamento (longe do centro das *pick-up coils* onde o sinal é melhor otimizado).

Observamos que a variação no posicionamento da amostra mesmo na componente vertical pode alterar o sinal de magnetização obtido pelo equipamento e que posicionando a amostra longe do centro temos muita perda de sinal, principalmente na direção X. De acordo com o posicionamento das bobinas que captam o sinal, esperamos alguma perda com o afastamento da amostra do centro do eixo Z, e podemos perceber que existe um limite, a partir do qual o experimento passa a estar totalmente comprometido. O sistema é sensível ao mau posicionamento da amostra por parte do usuário, dado que um deslocamento vertical de alguns milímetros do posicionamento ideal, dado pela calibração do posicionamento de cada amostra, compromete a qualidade da curva e do sinal obtido. Com o um melhor posicionamento e calibração podemos ver que a intensidade do sinal é maximizada, o que é esperado, sendo que a posição da amostra deve ser calibrada encontrando, sempre que possível, o ponto de cela em que a posição vertical maximiza o sinal. Aumentando a frequência da calibrações do sistema, principalmente quando ocorrem trocas de amostra, de hastes ou qualquer manipulação análoga, podemos evitar esse tipo de erro.

Com interesse na magnetização simultânea das componentes X e Y, a obtenção de medidas com variação angular é primordial. Foi possível obter curvas de magnetização utilizando diversas hastes e amostras no VSM, possibilitando assim obter dados da magnetização com \mathbf{H} em várias orientações tanto para a amostra paralela ao plano (XY) quanto com a amostra perpendicular, como é mostrado na figura 9

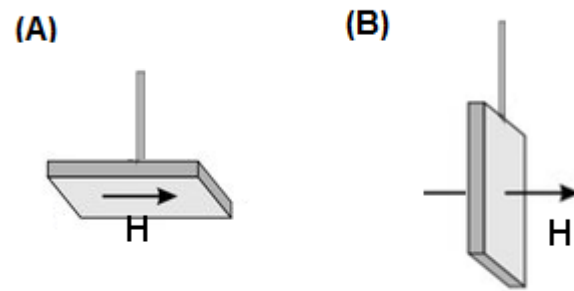


Figura 9 – Esquema do posicionamento paralelo (A) e perpendicular (B) da amostra em relação ao plano XY.

Com variações pequenas na orientação da amostra em relação a H podemos observar mudanças consideráveis na magnetização da amostra devido a seus eixos fáceis e duros. Isso depende da forma e da intensidade da anisotropia. Nas figuras 10 e 11, podemos observar a sensibilidade do sinal de magnetização perto de seus eixos fáceis. Além do aumento da magnetização na direção da componente perpendicular com o aumento do ângulo entre o campo e o eixo fácil, podemos perceber a variação no campo coercivo da histerese do sinal paralelo.

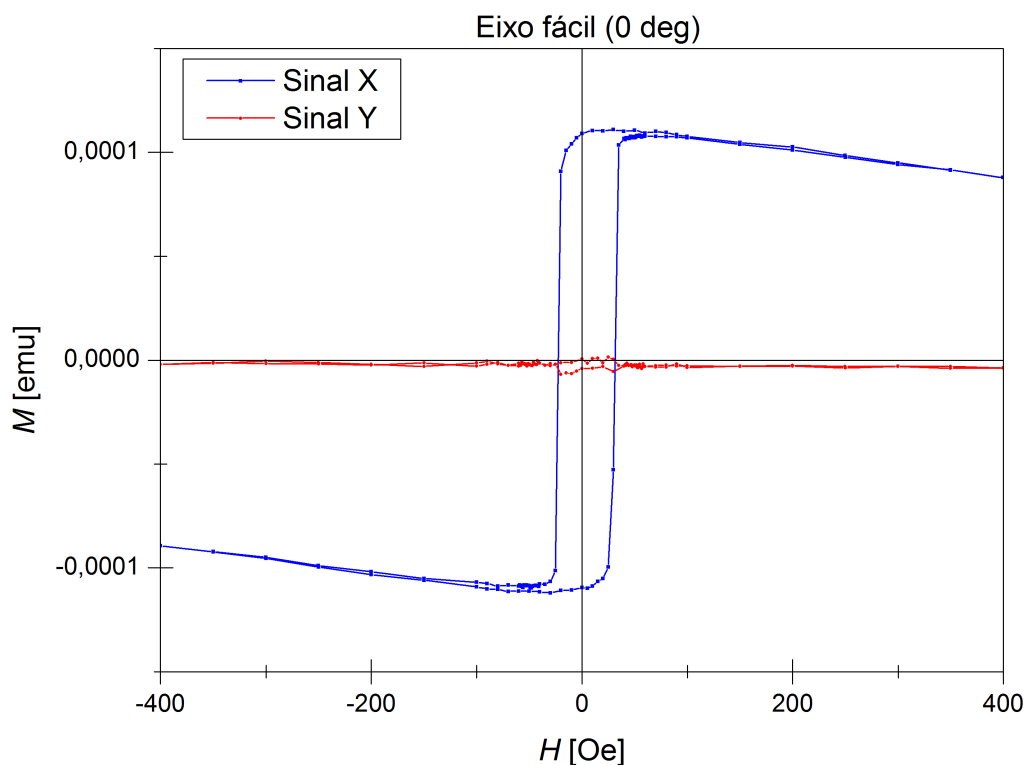


Figura 10 – Curva de magnetização de um filme de Co com espessura de 5nm [15] (temperatura ambiente) no seu eixo fácil. Podemos ver que a magnetização da amostra referente à componente Y é mínima, indicando que estamos aplicando o campo em uma direção favorável à magnetização.

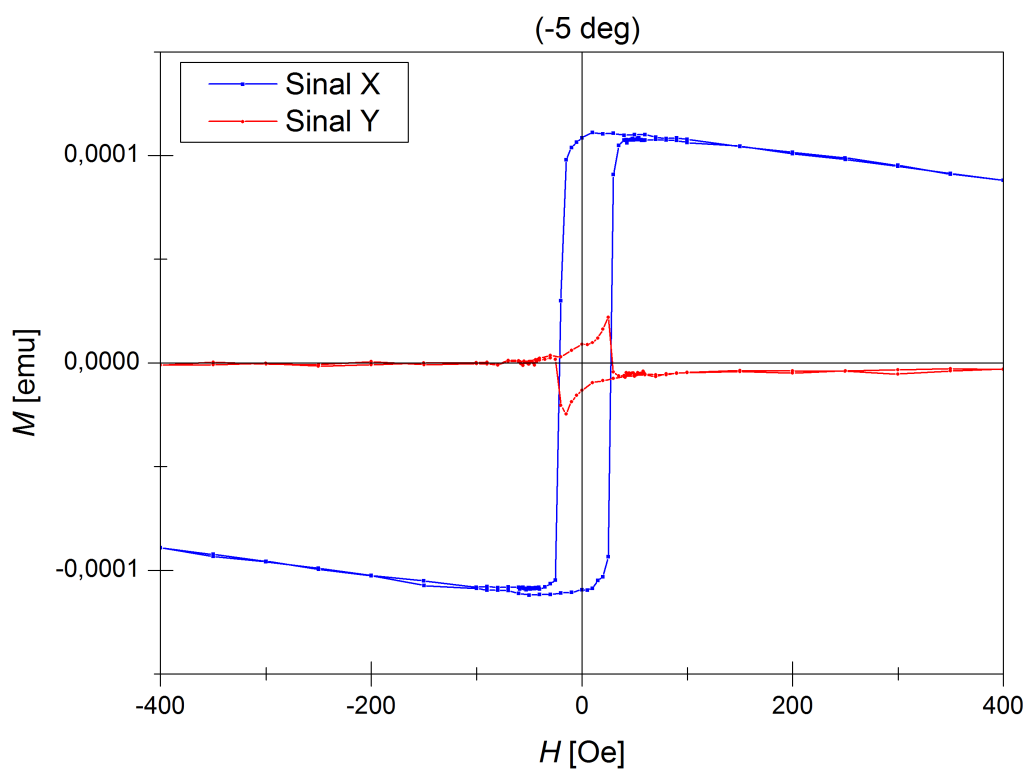


Figura 11 – Mesma amostra da figura 10 a 5 graus do eixo fácil. As medidas foram feitas em sequência sem alteração qualquer nas condições do experimento além da rotação da amostra. Há uma diferença de 10% de H_C medido e é possível ver a variação da magnetização na direção Y.

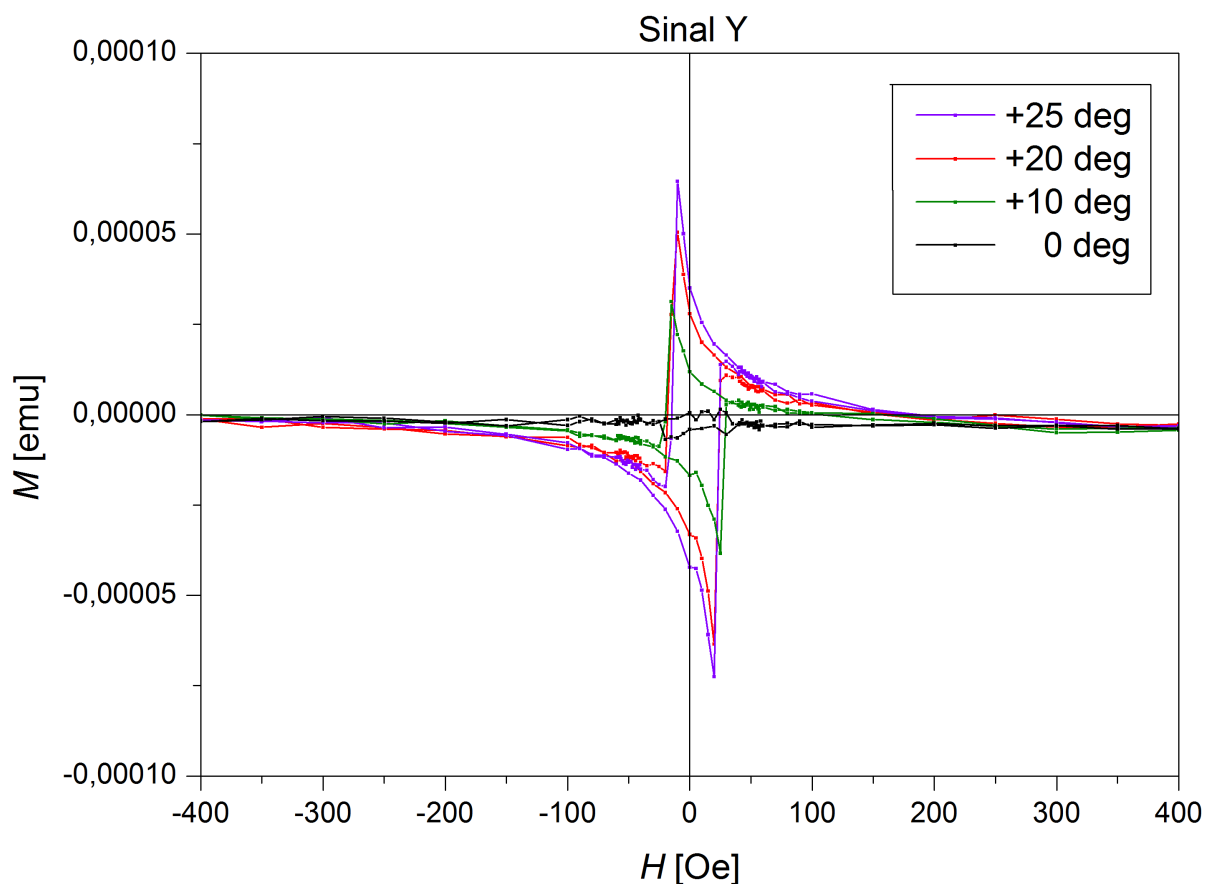


Figura 12 – Medidas de magnetização na direção Y com variação no ângulo do campo aplicado mostrando a aproximação do eixo fácil. Mesma amostra de filme de Co mostrada nas figuras 10 e 11.

Em algumas amostras é ainda mais evidente a necessidade de encontrarmos com precisão os eixos fáceis/duros devido a grandes mudanças na forma e nos parâmetros da curva de histerese. Podemos ver na figura 13 e 12 que a variação de poucos graus do campo aplicado incide em uma ampla mudança da magnetização na direção Y da amostra, além de modificar a forma da histerese obtida para a magnetização na direção X. Conforme o ângulo que aplicamos o campo passa pelo eixo fácil da amostra, esperamos ver a magnetização perpendicular passar o mais próximo de 0 possível, mas para esta série de medidas, a variação no ângulo é tão sensível que rotacionando mesmo que apenas 1° por volta do eixo fácil, a variação da magnetização em Y ainda é notável.

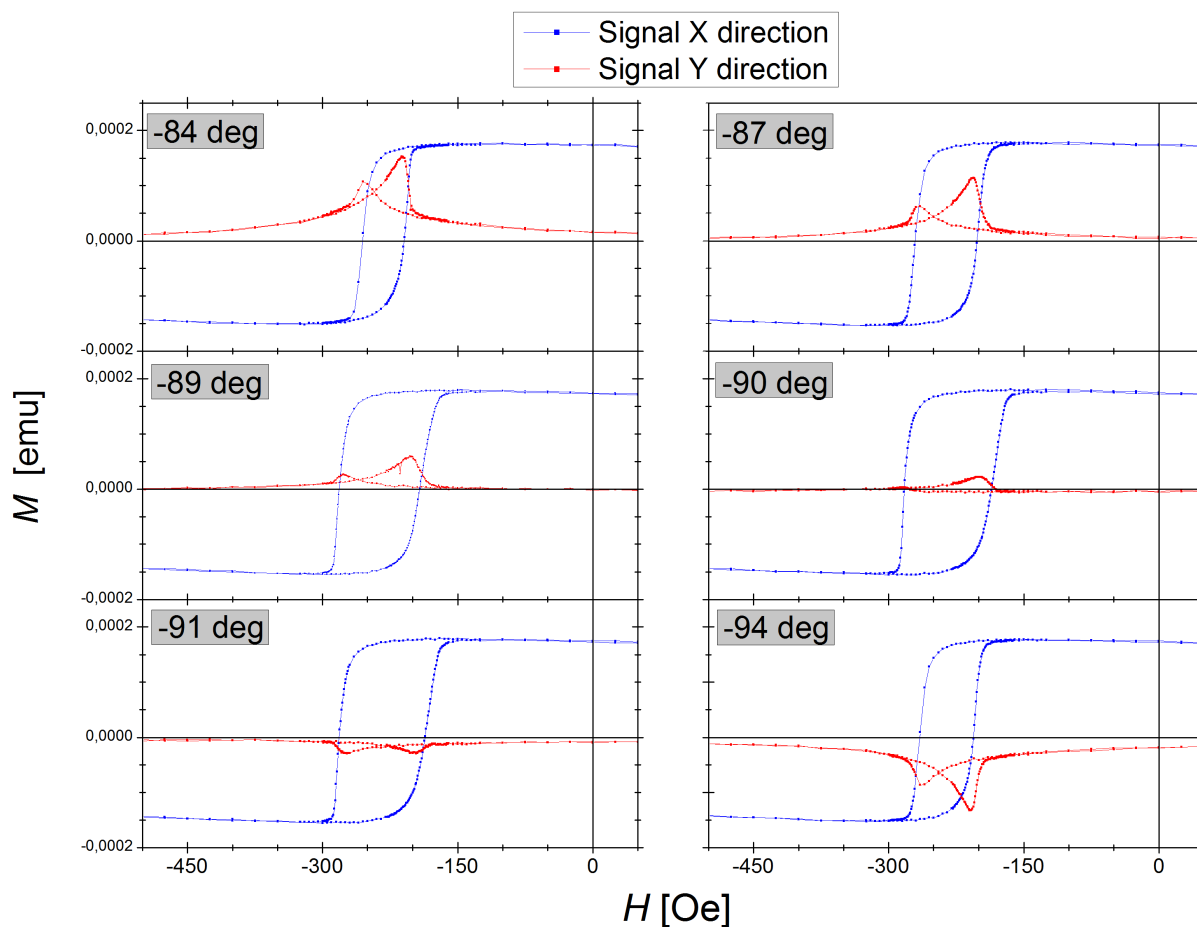


Figura 13 – Amostra de filme de Co/IrMn [15] (5nm/7nm, à temperatura ambiente) que apresenta Exchange Bias: histereses magnéticas com variação angular em torno de um eixo inicial arbitrário. O eixo fácil da amostra se encontrava a aproximadamente 90° da posição inicial.

A análise dos diagramas FORC, como demonstrados nas figuras 14 e 15, nos indica que existe muita informação contida tanto nos diagramas a respeito do eixo Y quanto da diferença entre os diagramas de X e de Y. Esperamos que as regiões de maior intensidade nos diagramas de X sejam as regiões de menor intensidade no diagrama de Y, portanto, o que esperamos são diagramas 'negativos' um do outro, o que não é observado como um todo nas medidas obtidas.

As regiões onde os diagramas da magnetização em Y que diferem do negativo de X indica que há informação sobre os processos de magnetização que podem ser obtidas através deste método e requerem estudo mais aprofundado para obter relações entre essas regiões e os processos físicos do processo de magnetização.

Além da diferença entre os diagramas podemos ver que conforme o campo é aplicado em diferentes direções (figuras 15, 16 e 17), o diagrama com respeito ao sinal Y muda significativamente enquanto o diagrama corresponde à componente X quase não muda.

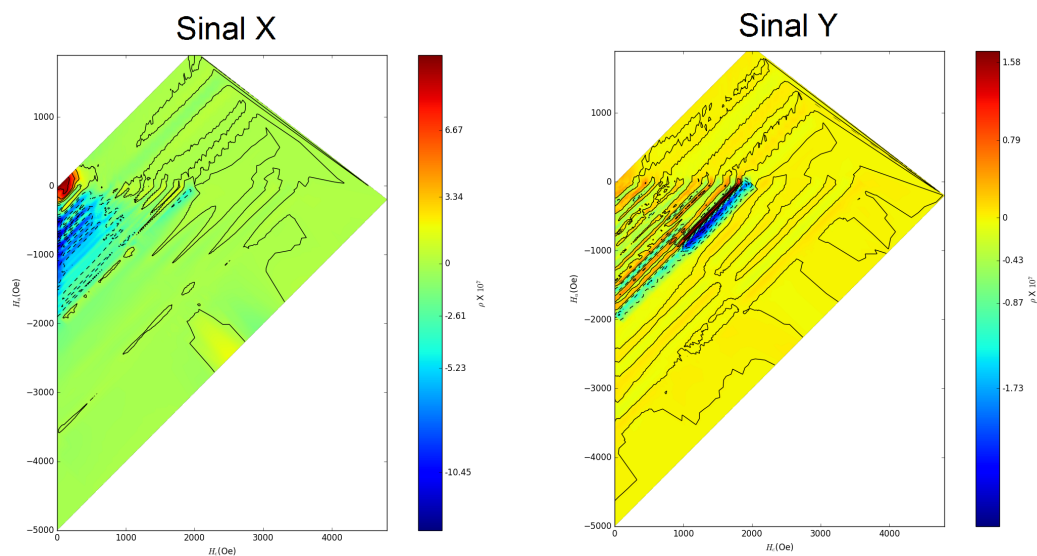


Figura 14 – Diagramas FORC de uma amostra de CoFe_2O_4 (pó), mostrando que mesmo temos grande diferença entre as componentes X e Y.

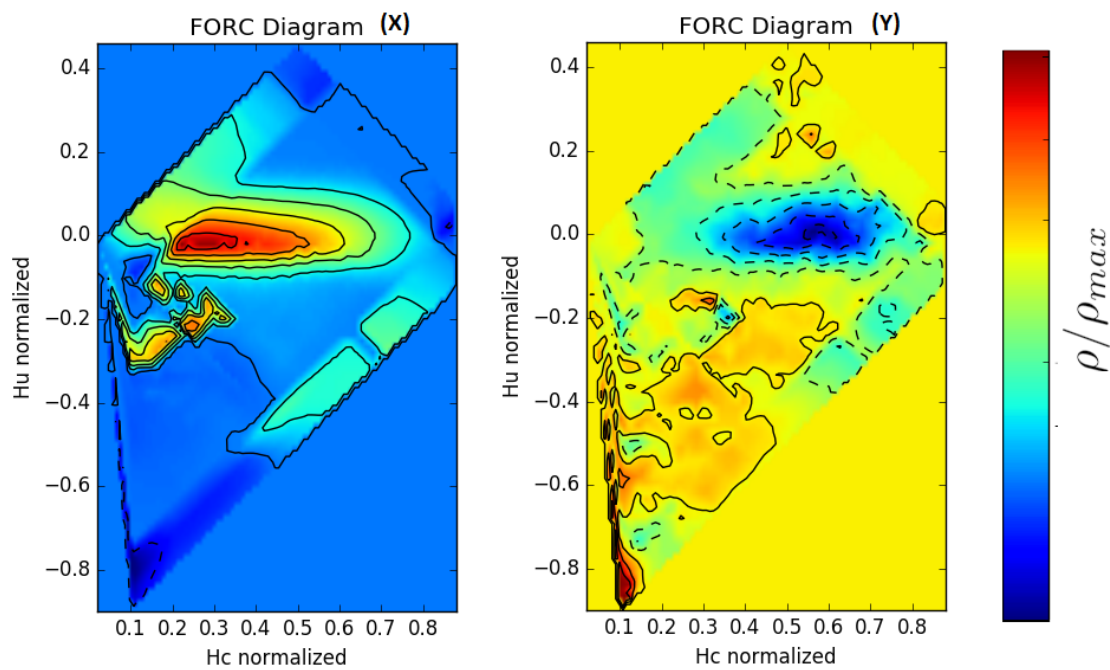


Figura 15 – FORC a 45 graus da amostra de uma amostra de partículas de ferro encapsuladas em nanotubos de carbono, exemplificando a diferença entre os diagramas FORC referentes aos eixos X (à esquerda) e Y (à direita). A intensidade da distribuição está normalizada; as regiões mais vermelhas representam a distribuição mais intensa. Fundo colorido artificialmente na região não abrangida pelo diagrama.

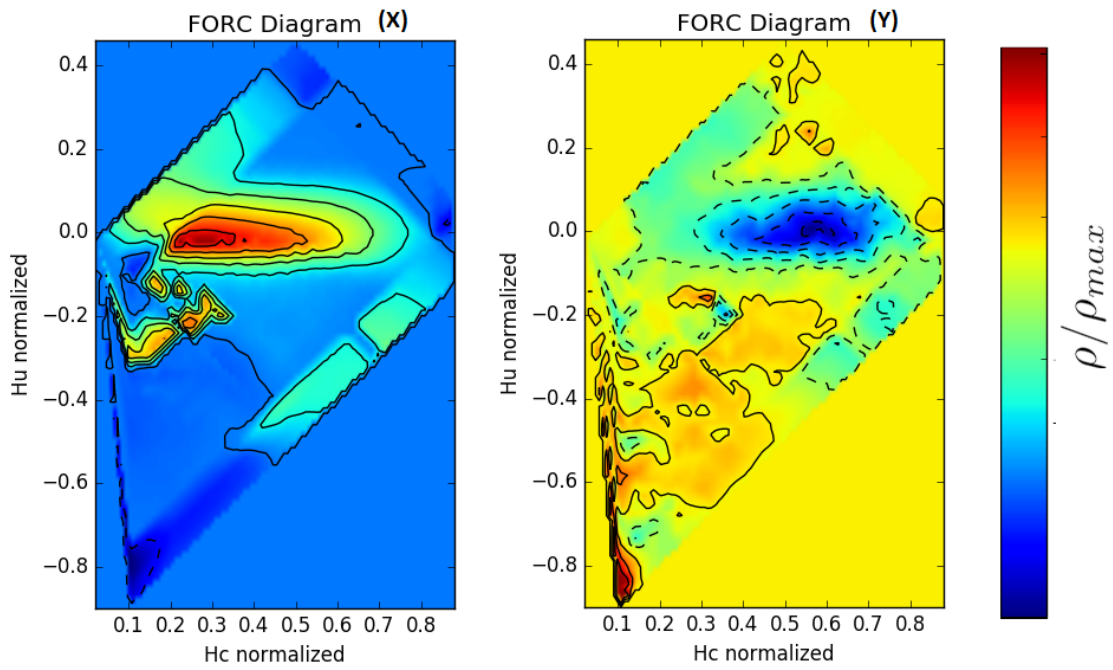


Figura 16 – Mesma amostra da figura 15, com o campo aplicado a 45 graus da posição mostrada anteriormente.

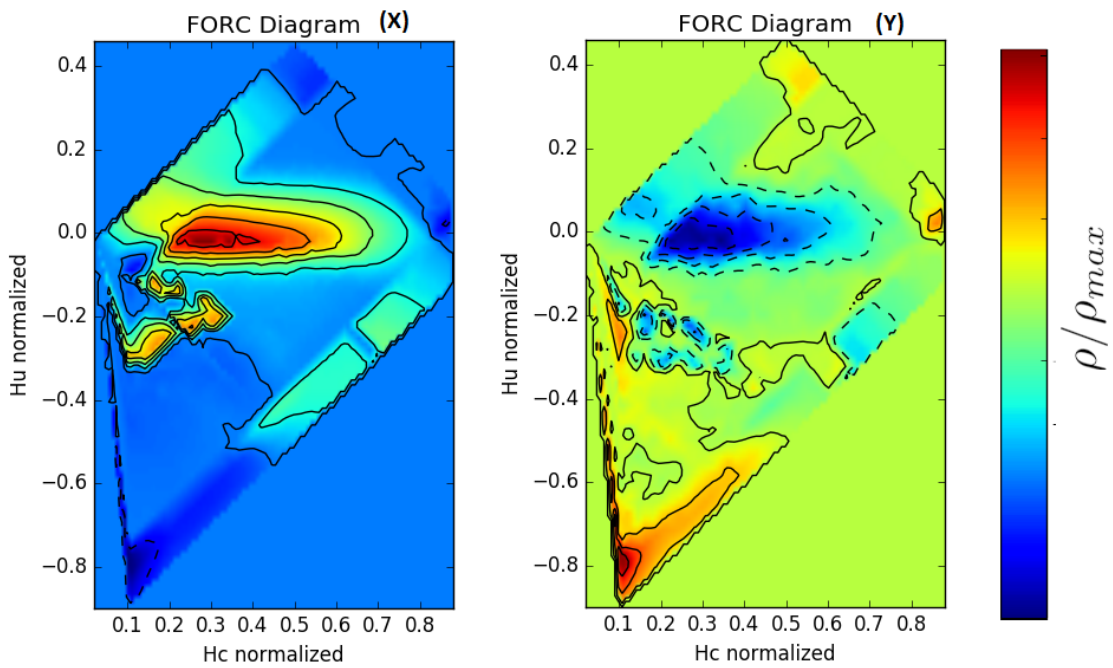


Figura 17 – Mesma amostra da figura 15, com o campo aplicado a 89 graus da posição mostrada inicialmente.

5 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS FUTURAS

Em diversas amostras conseguimos observar a existência e detectar a direção dos eixos fáceis e duros através de medidas com variação angular visualizando o sinal de magnetização perpendicular e do campo coercivo, assim comprovando a eficácia e a compatibilidade do método utilizado que assim se prova bem fundamentado.

Diagramas FORC construídos a partir do sinal Y apresentam regiões que contém informações sobre aspectos da magnetização que podem se somar às informações que já vêm aproveitadas.

Experimentos seguem sendo feitos para tentar relacionar diferentes anisotropias com tais regiões das curvas de histerese através dos diagramas FORC a fim de tentar obter mais informações sobre os mecanismos de magnetização de forma a obter uma caracterização magnética mais completa e de forma mais direta.

Ainda devem ser feitas medidas de magnetização de amostras variando seu o posicionamento no *VSM* através das diferentes configurações e hastes de forma que possamos obter a magnetização das amostras na direção das três componentes.

REFERÊNCIAS

- 1 CUÑADO, J. L. F. et al. Emergence of the stoner-wohlfarth astroid in thin films at dynamic regime. *Scientific reports*, Nature Publishing Group, v. 7, n. 1, p. 13474, 2017. Citado na página 7.
- 2 MARKOU, A. et al. Study of magnetization reversal in layered heterostructures by vector magnetometry. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 445, n. Supplement C, p. 95 – 102, 2018. ISSN 0304-8853. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304885317300999>>. Citado na página 7.
- 3 LI, Z.-P. et al. Anomalous spontaneous reversal in magnetic heterostructures. *Phys. Rev. Lett.*, American Physical Society, v. 96, p. 137201, Apr 2006. Disponível em: <<https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.96.137201>>. Citado na página 7.
- 4 CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. *Introduction to magnetic materials*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2011. Citado 2 vezes nas páginas 9 e 10.
- 5 GUIMARÃES, A. P. *Magnetism and magnetic resonance in solids*. Wiley, 1998. Citado na página 10.
- 6 COEY, J. M. *Magnetism and magnetic materials*. [S.l.]: Cambridge University Press, 2010. Citado na página 10.
- 7 MEIKLEJOHN, W. Exchange anisotropy—a review. *Journal of Applied Physics*, AIP, v. 33, n. 3, p. 1328–1335, 1962. Citado na página 10.
- 8 PIKE, C. First-order reversal-curve diagrams and reversible magnetization. *Physical Review B*, APS, v. 68, n. 10, p. 104424, 2003. Citado na página 10.
- 9 WILDE, H.; GIRKE, H. Die messung der wahrscheinlichkeitsverteilung der barkhausensprünge in einem ferromagnetikum. *Z. Angew. Phys.*, v. 11, p. 339–342, 1959. Citado na página 11.
- 10 MAYERGOYZ, I. Mathematical models of hysteresis. *IEEE Transactions on magnetics*, IEEE, v. 22, n. 5, p. 603–608, 1986. Citado na página 11.
- 11 VENTURINI, J. et al. Sol-gel synthesis of substoichiometric cobalt ferrite (cofe₂o₄) spinels: Influence of additives on their stoichiometry and magnetic properties. *Ceramics International*, Elsevier, v. 44, n. 11, p. 12381–12388, 2018. Citado na página 12.
- 12 PREISACH, F. Über die magnetische nachwirkung. *Zeitschrift für physik*, Springer, v. 94, n. 5-6, p. 277–302, 1935. Citado na página 12.
- 13 ROBERTS, A. P. et al. Understanding fine magnetic particle systems through use of first-order reversal curve diagrams. *Reviews of Geophysics*, Wiley Online Library, v. 52, n. 4, p. 557–602, 2014. Citado 3 vezes nas páginas 12, 14 e 15.
- 14 FONER, S. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, AIP, v. 30, n. 7, p. 548–557, 1959. Citado 2 vezes nas páginas 13 e 14.
- 15 HARRES, A. et al. Remanence plots technique extended to exchange bias systems. *Journal of Applied Physics*, AIP, v. 114, n. 4, p. 043902, 2013. Citado 2 vezes nas páginas 19 e 21.