

8 PROCEDIMENTOS E DADOS EXPERIMENTAIS

8.1. Introdução

No nosso sistema as nanopartículas são detectadas quando elas passam por um dos furos do SQUID (ver Figura 7). Dos dados obtidos se extrai a diferença de fluxo magnético entre a situação em que elas estão no meio do furo do SQUID e a situação em que elas estão fora do SQUID.

Este sistema permite medir amostras com volume desde aproximadamente 1 μl até $\sim 50 \mu\text{l}$. Em resultados preliminares usamos o SQUID1 para analisar suspensões contendo partículas com cobertura de sílica (MagPrep®) em várias concentrações. Depois disto começamos a usar outros tipos de nanopartículas (Nanomag®, Estapor®). Para estas nanopartículas magnéticas usamos os dois modelos de SQUID, o SQUID1 e o SQUIDi.

Neste capítulo serão apresentados os resultados das medições destas nanopartículas com os dois SQUIDs testados.

8.2. Procedimento e análise das medições com MagPrep®

Para testar o SQUID construído, nós usamos partículas magnéticas comerciais recobertas com sílica conhecidas como MagPrep® [44] utilizadas principalmente para realizar purificação de ácido nucléico. Elas têm um formato cúbico, para aumentar a área de adsorção, e também são normalmente usadas para se acoplar a vírus, bactérias etc. Nós medimos sua distribuição de tamanhos, como mostrado na Figura 35, usando um analisador de tamanho de partículas a laser.

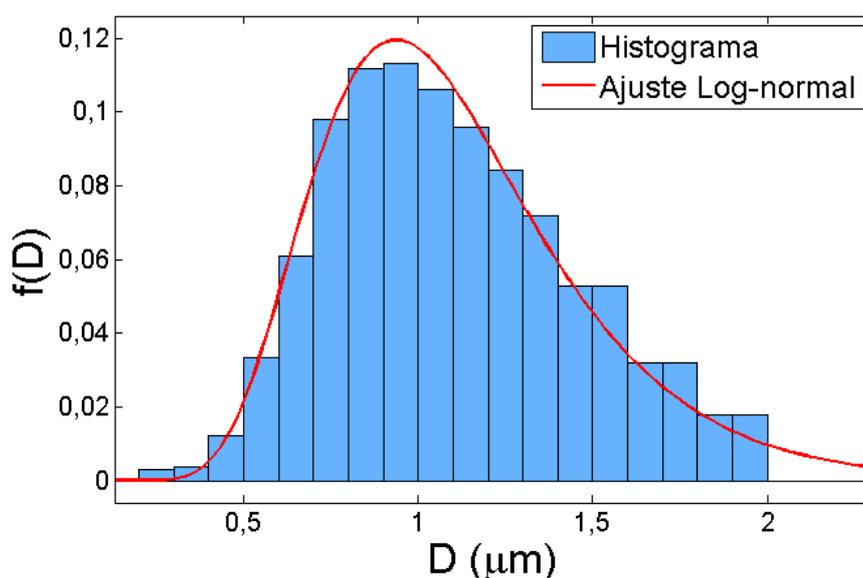


Figura 35: Distribuição experimental da MagPrep (barras) e curva log-normal.

O resultado mostra uma distribuição log-normal. Este mesmo perfil de distribuição é encontrado nas partículas menores, como será visto mais adiante. A medida do tamanho médio da partícula é de 900 nm, o que leva a um volume médio da partícula de $7,3 \times 10^{-19} \text{ m}^3$. Usando as densidades da magnetita e da sílica a massa média da partícula foi estimada em 2,9 pg, o tamanho mediano do núcleo de magnetita foi estimado em 770 nm e o volume médio do núcleo é $4,6 \times 10^{-19} \text{ m}^3$. De acordo com o fabricante, o conteúdo da magnetita dentro de cada partícula é aproximadamente 80% em massa. A massa média de magnetita presente em cada partícula é, então, aproximadamente 2,3 pg.

Partículas de diâmetro total de aproximadamente 1 μm e de núcleo de 770 nm são consideradas partículas grandes. As propriedades magnéticas das partículas magnéticas com tamanhos desta ordem têm sido estudadas extensivamente na literatura, incluindo seu funcionamento em baixas temperaturas [45], [46]. Partículas de magnetita com esta faixa de tamanho têm poucos domínios, aproximadamente 2 ou 3. Entretanto, em vez de terem propriedades magnéticas de remanência como partículas de multidomínio, elas funcionam como partículas com único domínio. Delas se diz que exibem remanência de pseudo mono domínio, que vem basicamente da ancoragem das paredes de domínio que ocorre

depois da exposição das partículas magnéticas a um forte campo magnético [22]. Cuidado especial tem que ser tomado para se trabalhar com partículas magnéticas grandes, para evitar precipitação, agregação e interação magnetostática. A suspensão original de MagPrep 50 mg/ml foi desmagnetizada antes do uso, com um desmagnetizador comercial. Para garantir uniformidade na dispersão das partículas, um meio viscoso formado por polietileno glicol (PEG) em água miliQ (2:1 em massa) foi preparado. Então, uma diluição de fator 1000 foi produzida em dois passos a partir da suspensão original gerando então uma suspensão de 50 $\mu\text{g/ml}$. Depois disto, várias diluições foram produzidas em sequência, adicionando 50 μl da solução anterior em cada tubo contendo 50 μl de PEG e agitando vigorosamente para misturar, ver Figura 36.

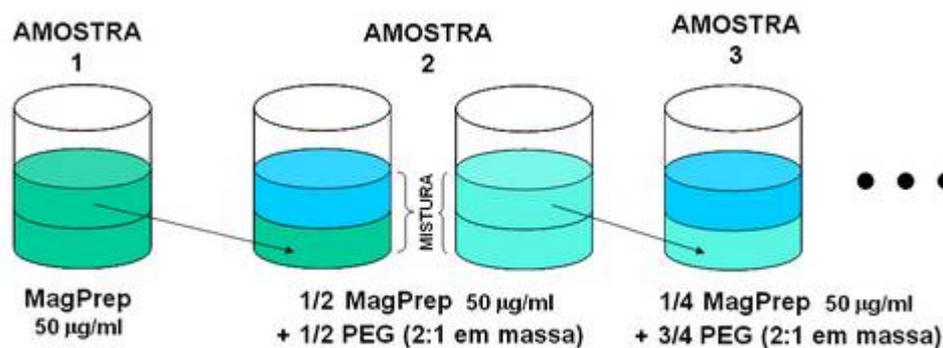


Figura 36: Diluição da MagPrep. A chamada “AMOSTRA 1” já é uma primeira diluição de fator 1000 da solução original que era de 50 mg/ml.

Microtubos de 5 cm de comprimento foram cortados de micropipetas de vidro (0,75 mm/ μl) e selados em uma das extremidades. Aproximadamente 10 μl da suspensão de partículas foram transferidas para os microtubos. Os volumes são calculados pela massa das amostras, obtidas por pesagem, pois a medição direta do volume da amostra fica dificultada devido a sua alta viscosidade.

Este procedimento resulta em amostras cilíndricas com raio $a = 0,67 \text{ mm}$ e tamanho $2\ell_1 = 7,0 \text{ mm}$, onde ℓ_1 é a metade do comprimento da amostra e é uma variável usada no modelo de [10].

Desta forma foram geradas as seguintes amostras:

Identificador da amostra	Fator de diluição	Massa estimada de partículas (ng)	Massa estimada de magnetita (ng)
"1"	1×10^3	500	400
"2"	2×10^3	250	200
"3"	4×10^3	125	100
"4"	8×10^3	62,5	50
"5"	16×10^3	31,3	25
"6"	32×10^3	15,6	12,5
"7"	64×10^3	7,81	6,25
"8"	128×10^3	3,91	3,13
"9"	256×10^3	1,95	1,56
"10"	512×10^3	0,977	0,781
"11"	1024×10^3	0,488	0,391
"12"	2048×10^3	0,244	0,195
"13"	4096×10^3	0,122	0,0977

Tabela 3: Diluições de MagPrep em PEG, as massas foram estimadas pelo fator de diluição e a massa de magnetita estimada pela razão informada pelo fabricante (80 % da massa da partícula).

As suspensões de partículas no interior do microtubos foram magnetizadas ao longo do comprimento do microtubo por meio um ímã de NdFeB. Depois, elas foram introduzidas no furo do SQUID1 e extraídas. O tempo total entre a magnetização e a extração foi de aproximadamente um minuto. A Figura 37 mostra o fluxo dentro do SQUID1 em função da posição do microtubo para cinco diluições identificadas como "5", "6", "7", "8" e "11" na Tabela 3. As massas de partículas estimadas pela massa nominal da solução original e pelo fator de diluição são, respectivamente: 31,3 ng; 15,6 ng; 7,81 ng; 3,91 ng e 0,488 ng. Logo, as massas estimadas de magnetitas (80 % da massa da partícula) seriam, respectivamente: 25 ng; 12,5 ng; 6,25 ng; 3,13 ng; 0,391 ng. Mais abaixo, será mostrado que estes valores estimados não são confiáveis para as pequenas concentrações e será necessário outro procedimento para obtê-las.

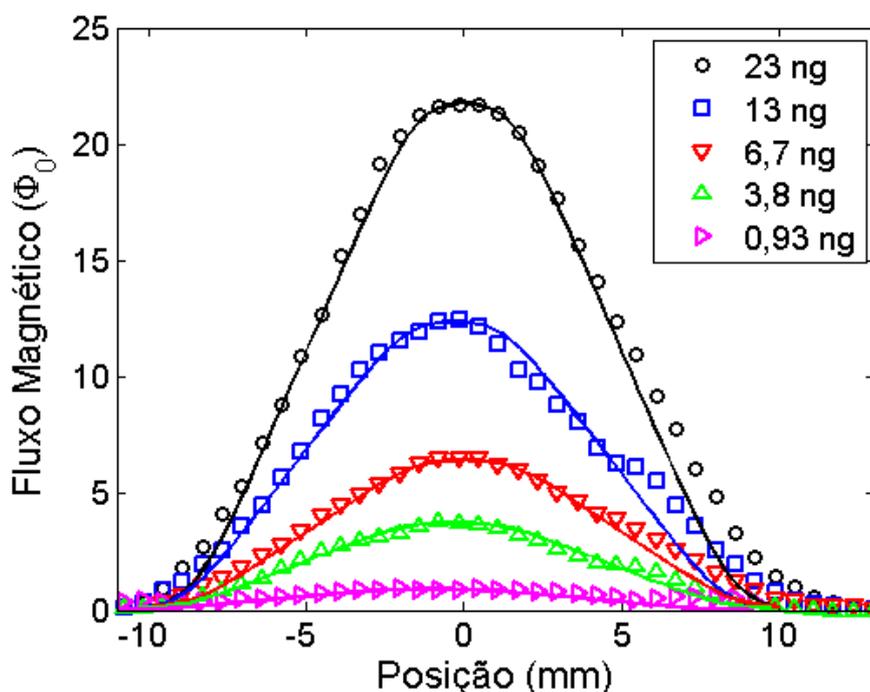


Figura 37: Medidas de fluxo magnético das amostras de partículas MagPrep em concentrações identificadas como “5”, “6”, “7”, “8” e “11” na Tabela 3 (círculos, quadrados, triângulos para cima, para baixo e para a direita respectivamente) em função da posição dada pela distância z . As linhas contínuas representam os ajustes usando [10]. Todas têm volume de $10 \mu\text{L}$ e tamanho de 7 mm . Na legenda estão os valores das massas de magnetita estimadas pelo procedimento descrito no texto.

As magnetizações remanentes das partículas nos microtubos foram adquiridas depois de submetê-las a um campo magnético de $0,28 \text{ T}$ ao longo do seu comprimento à temperatura ambiente.

Os gráficos das medidas obtidas das extrações estão na Figura 37. Os valores em Φ_0 foram obtidos usando a calibração do SQUID de acordo com o item 7.7 ($78 \text{ mV}/\Phi_0$).

Depois de fazer a conversão dos dados experimentais para Φ_0 é necessário usar um modelo. Note que, devido ao tamanho das amostras, aproximadamente 7 mm , o fluxo medido não tem a mesma dependência espacial que o fluxo de um dipolo magnético pontual. Então, foi necessário usar o modelo mais completo [10]. As linhas contínuas no gráfico da Figura 37 representam os ajustes por mínimos quadrados obtidos usando [10], a indutância mútua \mathcal{M} e parâmetros dos microtubos

com as dispersões de partículas: raio $a = 0,67 \text{ nm}$, comprimento $2\ell_2 = 7,0 \text{ nm}$ para todas as amostras. Aplicando então ao modelo temos os seguintes momentos magnéticos: $740 \times 10^{-12} \text{ Am}^2$, $420 \times 10^{-12} \text{ Am}^2$, $215 \times 10^{-12} \text{ Am}^2$, $125 \times 10^{-12} \text{ Am}^2$ e $30 \times 10^{-12} \text{ Am}^2$ da maior para a menor concentração da dispersão.

O objetivo final do ensaio imunológico é quantificar os alvos biológicos detectados e isto pode ser realizado avaliando a massa de magnetita presente nas partículas magnéticas ligadas a eles.

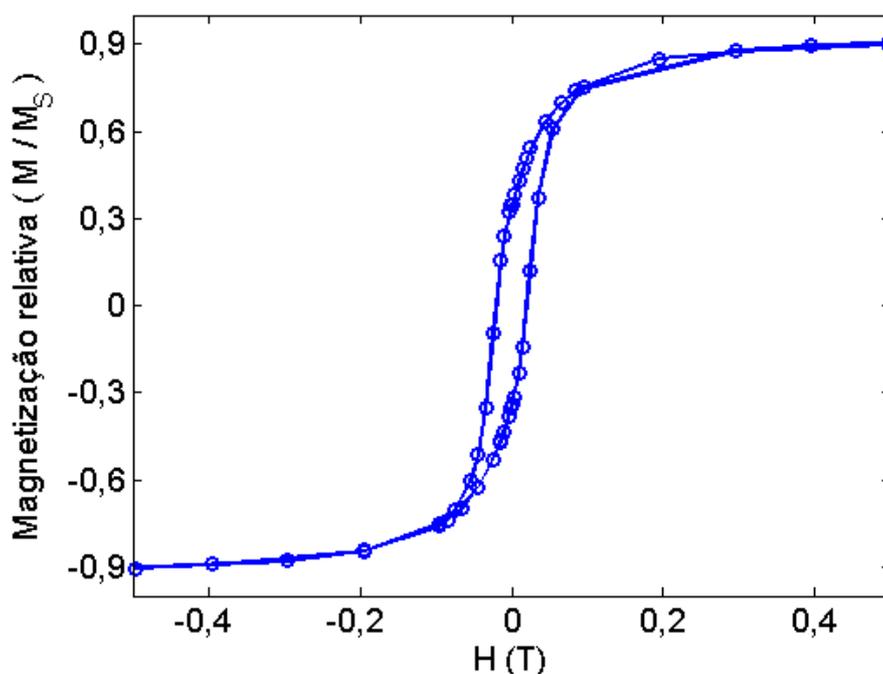


Figura 38: Curva da magnetização relativa a magnetização de saturação (M_s) por campo aplicado à temperatura ambiente de MagPrep (dados obtidos na UFRJ).

A curva de magnetização relativa por campo aplicado à temperatura ambiente na Figura 38 mostra que o campo de 0,28 T é o suficiente para se obter a máxima remanência nesta temperatura e que o momento magnético desta remanência é de aproximadamente 0,37 do momento de saturação (como será confirmado a seguir).

A estimativa da massa de magnetita das amostras pelo fator de diluição não é confiável. A desvantagem de obter uma curva de calibração por massa, usando a massa estimada pela série dos fatores de diluição, é que os erros de diluição podem ocorrer para as amostras menos

concentradas. Isto gera erros correlacionados que levará a uma estimativa tendenciosa [47] e [2]. Para evitar isto, nós usamos um procedimento para obter a massa da magnetita na amostra baseado na remanência relativa R das partículas magnéticas definida como:

$$R = \frac{\mu_r(4,2 K)}{\mu_s(300 K)} \quad (51)$$

onde o $\mu_s(300 K)$ é o momento magnético de saturação à temperatura ambiente, onde a amostra é magnetizada e $\mu_r(4,2 K)$ é o momento magnético remanente em hélio líquido, onde a medição é feita. A remanência relativa é uma característica das partículas e necessita ser medida apenas uma vez. Ou seja, tanto $\mu_s(300 K)$ quanto $\mu_r(4,2 K)$ são proporcionais à massa de tal forma que esta razão independe dela. Note que a remanência relativa como definida em (51) é diferente da remanência reduzida geralmente reportada na literatura [45], [46] onde a remanência e saturação são medidas na mesma temperatura.

Definindo σ como magnetização específica, ou seja, $\sigma = \mu/m$, temos que:

$$R = \frac{\sigma_r(4,2 K)}{\sigma_s(300 K)} \quad (52)$$

O valor de $\sigma_s(300 K)$ é conhecido como o momento magnético específico de saturação da magnetita à temperatura ambiente e seu valor é $87 \text{ Am}^2/\text{kg}$ [48], [49]. E $\sigma_r(4,2 K)$ é $\mu_r(4,2 K)/m$. Logo a massa pode ser determinada pela seguinte expressão:

$$m = \frac{\mu_r(4,2 K)}{R \cdot \sigma_s(300 K)} \quad (53)$$

Para obter R para a MagPrep, nós realizamos medições do momento magnético em um magnetômetro SQUID S600X [50] no Laboratório de Baixas Temperaturas do Instituto de Física da UFRJ.

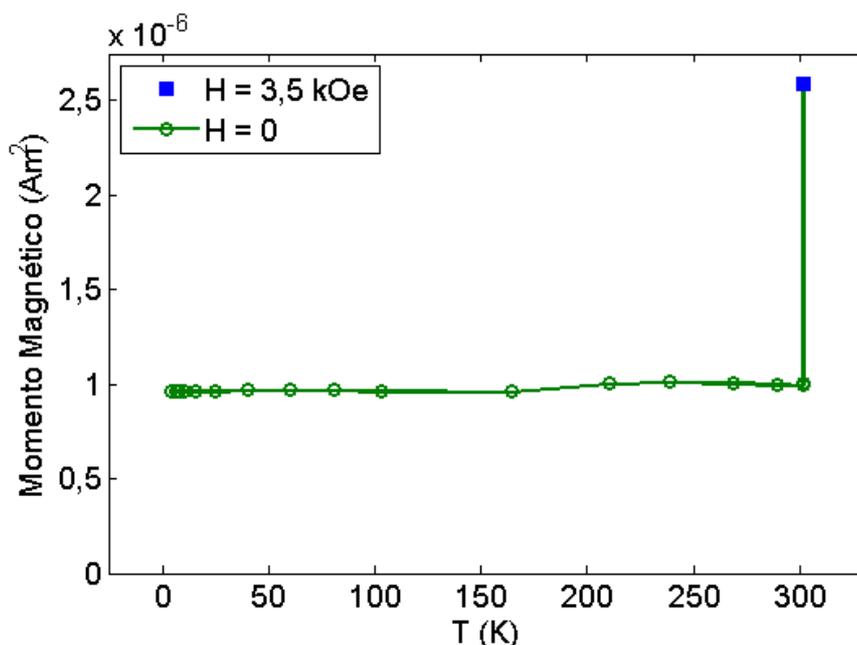


Figura 39: Retentividade MagPrep. Medições de momento magnético em função da temperatura da MagPrep feitas em um magnetômetro comercial [50]. A medição começa na temperatura ambiente com um campo aplicado de 0,35 T (quadrado). Depois o campo é desligado, ainda à temperatura ambiente, e o momento magnético remanente é medido diminuindo a temperatura até a temperatura de hélio líquido (dados obtidos na UFRJ).

O resultado desta medição pode ser visto na Figura 39. A remanência relativa (R) é aproximadamente constante com o valor de 0,37, desde a temperatura ambiente até 4,2 K, um pouco inferior ao valor teórico esperado (0,5) para partículas de monodomínio com anisotropia uniaxial [45].

Então a massa de magnetita pode ser calculada do momento remanente como sendo

$$m = \frac{1}{0,37 \times 87} \mu_r(4,2 K) = 0,031 \mu_r(4,2 K), \quad (54)$$

para $\mu_r(4,2 K)$ em Am^2 , m fica em kg.

Os valores de massa de magnetita para as amostras, mostrados na legenda da Figura 37, foram calculados usando os valores de $\mu_r(4,2 K)$ obtidos acima pelas medições de fluxo e usando o modelo [10]. Eles são 23 ng; 13 ng; 6,7 ng; 3,8 ng e 0,93 ng. Isto corresponde, para nosso sistema, a uma sensibilidade em fluxo de aproximadamente $1,0 \Phi_0/\text{ng}$ de

magnetita. Nós podemos comparar estes resultados com aquele obtido com a massa estimada pelo fator de diluição usado na solução estoque de MagPrep a 50 mg/ml, que significa 40 mg/ml de magnetita. Os resultados são mostrados na Figura 40. Como pode ser notado, embora os valores de massa obtidos pelos dois métodos concordem para as maiores concentrações, para as menores concentrações os valores de massa obtidos usando os fatores de diluição diferem da massa obtida usando nosso método por até 50%.

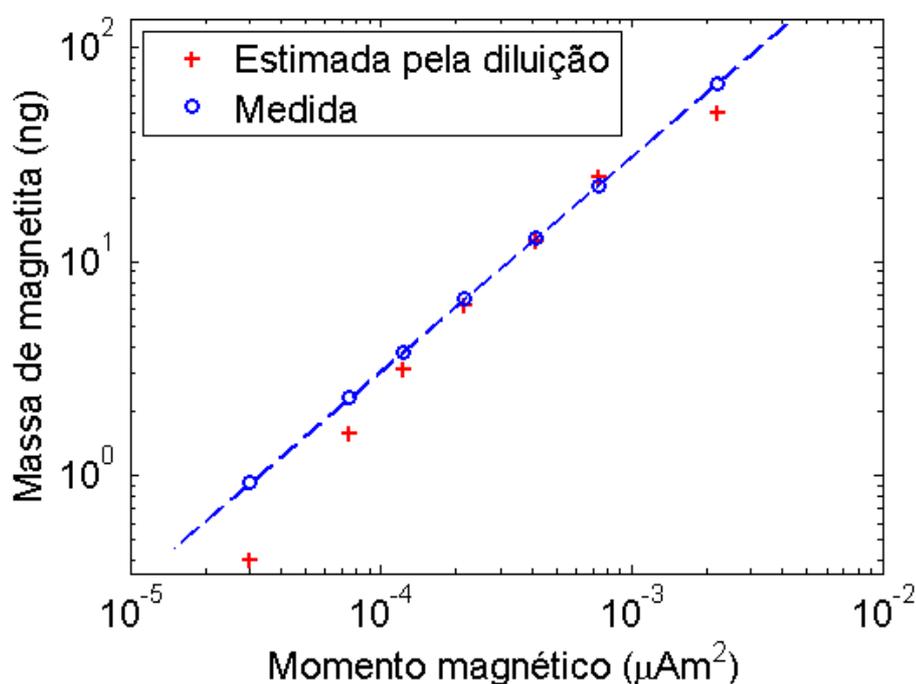


Figura 40: Massa de magnetita estimada tendo em conta os fatores de diluição usando a solução estoque de 50 mg/ml (cruzes) e massa de magnetita obtida tendo em conta o momento magnético medido (círculos).

8.3.

Procedimento e análise das medições com Nanomag50

8.3.1.

Metodologia

No prosseguimento da pesquisa, passamos a usar nanopartículas magnéticas com comportamento superparamagnético cujos diâmetros são bem menores que os da MagPrep. Uma série delas, de vários

tamanhos, denominadas Nanomag foram usadas primeiramente e outras denominadas Estapor, em seguida.

No caso da Nanomag50, não foram estudados os momentos magnéticos (ou massa) em função da diluição, como foi feito com a MagPrep, mas medimos a mesma amostra variando o campo aplicado para a magnetização, visando a quantificação das partículas nas amostras. Como extensão, usando o modelo descrito em [23], visto no item 3.3, é possível verificar detalhes da distribuição de tamanhos das nanopartículas.

O procedimento experimental apropriado para a magnetização destas nanopartículas é diferente do adotado para as partículas de MagPrep. Como elas são pequenas, o tempo de relaxação Browniano e de Néel são pequenos à temperatura ambiente. O problema devido à relaxação Browniana é resolvido substituindo o PEG por cola Araldite®, mas o problema ligado à relaxação de Néel não é resolvido desta forma. Isto impede o uso da aplicação e desligamento do campo fora do *container* de hélio líquido. Na Nanomag50 é necessário fazer o procedimento denominado magnetização termorremanente (já descrito no item 3.4). Para implementar isto, foram feitas algumas mudanças na ponteira como, por exemplo, a colocação de uma bobina magnetizadora já apresentada no item 7.3 desta tese.

Para a preparação da amostra de Nanomag50 foi usada uma balança de precisão. A suspensão original foi misturada com araldite da seguinte forma:

Primeiramente foi medida a massa de um recipiente, e depois foram colocadas nele pequenas quantidades iguais das duas partes de araldite, mas ainda sem misturá-las e medido a massa do conjunto. Com isto ficou determinada a massa de araldite. Foram colocados então 5 μ l da solução original de Nanomag50 e medida a massa do conjunto. Então também ficou determinada a massa de 5 μ l da solução original que entrou na mistura. A mistura foi feita com uma haste de vidro até que ficasse bem homogênea. Esta mistura foi chamada de “A”.

Foram preparadas duas micropipetas de 5 cm de comprimento, 1,48 mm de diâmetro externo e 0,85 mm de diâmetro interno. Foi

colocado em cada uma delas aproximadamente 1 mm da mistura “A”. Suas massas foram medidas antes e depois da colocação da mistura. Logo as massas transferidas ficaram determinadas. Uma foi chamada de “A1” e a outra de “A2”. Esperamos 24 horas para a araldite curar.

Várias outras amostras foram produzidas seguindo procedimento igual ao anterior. Segue a relação das amostras produzidas desta forma:

- Nanomag50 → amostras A1 e A2;
- Nanomag130 → amostras B1 e B2;
- Nanomag250 → amostras C1 e C2;
- Estapor176 → amostras D1 e D2;
- Estapor760 → amostras E1 e E2;
- Estapor990 → amostras F1 e F2;
- Estapor1100 → amostras G1 e G2;

O procedimento para medição das nanomags foi o seguinte:

- Deixar a ponteira toda levantada de tal forma que tanto a bobina como o SQUID fiquem numa posição do container onde a temperatura se aproxime da temperatura ambiente (item 7.3, Figura 20).
- Colocar a amostra na ponteira na posição em que ela fique aproximadamente no centro da bobina.
- Ligar a corrente da bobina com o valor apropriado para gerar o campo desejado para a magnetização da amostra.
- Ir abaixando a ponteira lentamente com a corrente ligada para diminuir a temperatura na amostra até a temperatura de hélio líquido com o campo aplicado.
- Com a amostra já em hélio líquido, diminuir a corrente até zero, desconectar o conector de entrada da corrente e blindá-lo.
- Abaixar a amostra desde o centro da bobina até depois do centro do furo do SQUID.
- Ligar a eletrônica do SQUID e fazer os ajustes dos triângulos, se necessário, e levantar a relação mV/Φ_0 .
- Mover a amostra através do furo do SQUID enquanto se mede a tensão na saída da eletrônica.

8.3.2. Análise dos dados com o SQUID1

Foram feitas várias medições com nanopartículas magnéticas diferentes com o SQUID1. Abaixo são mostrados alguns destes resultados para a Estapor de 176 nm de diâmetro externo médio.

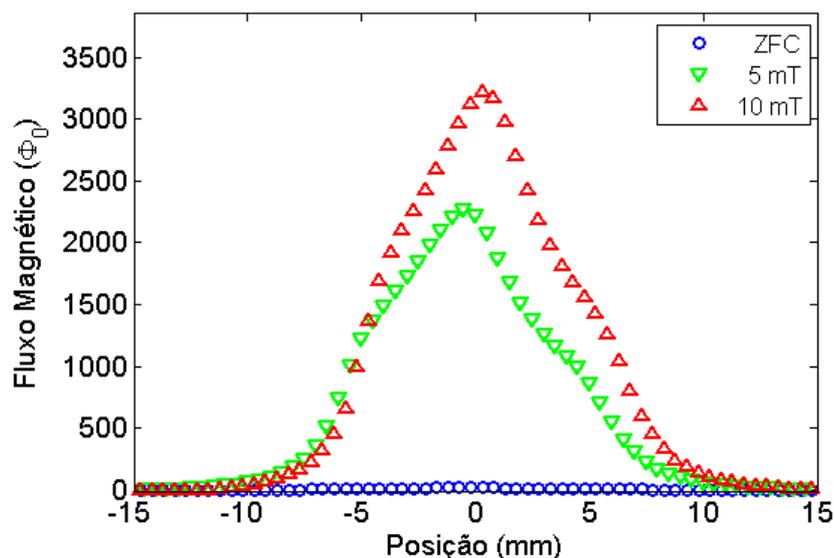


Figura 41: Fluxo magnético gerado pela magnetização remanente da Estapor176 no SQUID1 em função da posição para vários campos previamente aplicados. Os valores máximos do fluxo são: $2265,7 \Phi_0$ e $3220,9 \Phi_0$ para campos de 5 mT e 10 mT respectivamente.

E, a seguir são mostrados os resultados para duas as nanomags, uma de 250 nm e outra de 130 nm de diâmetro externo médio. Depois serão mostrados os estudos completos dos resultados da nanomag de 50 nm de diâmetro externo.

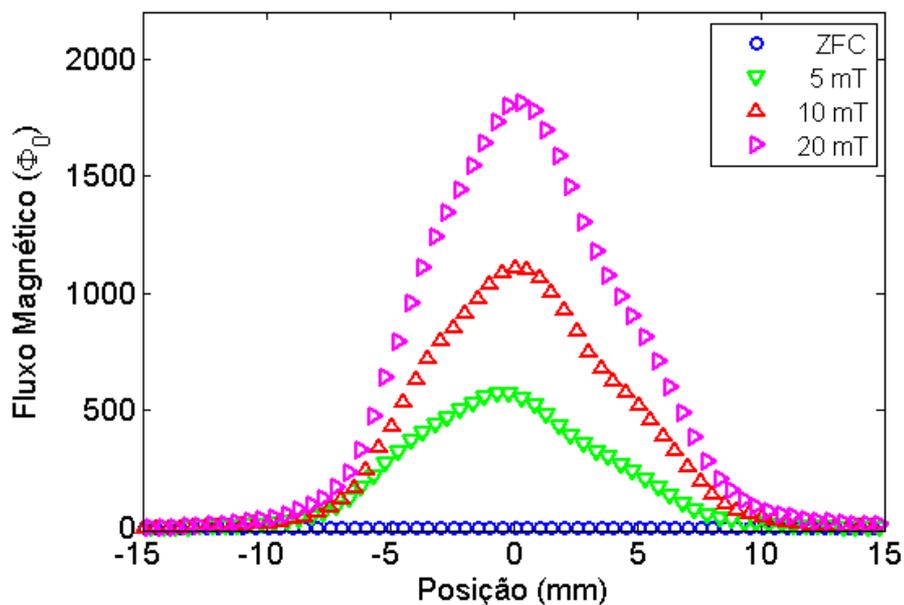


Figura 42: Fluxo magnético da Nanomag250 no SQUID1. Os valores máximos do fluxo são: $572 \Phi_0$; $1109 \Phi_0$ e $1809 \Phi_0$ para campos de 5 mT; 10 mT e 20 mT respectivamente.

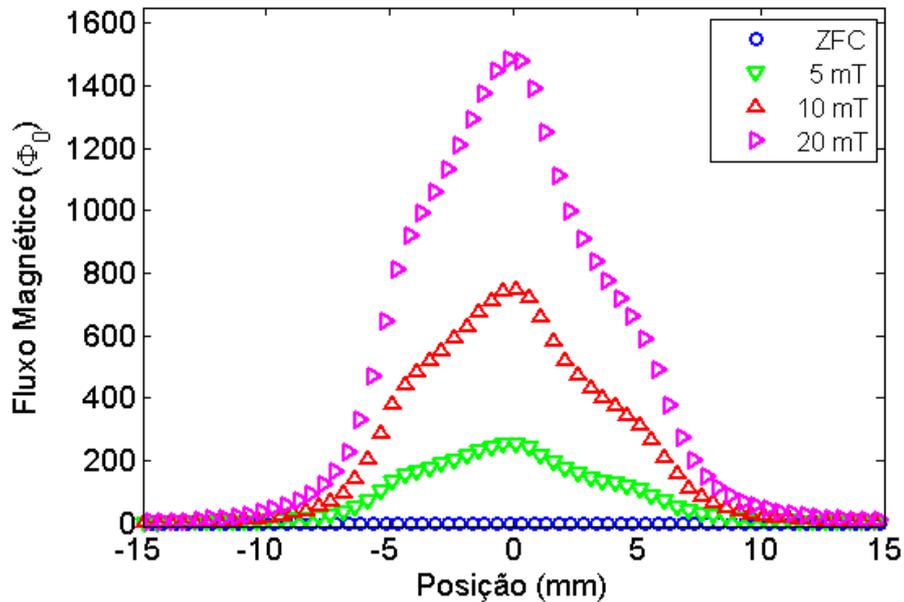


Figura 43: Fluxo magnético da Nanomag130 no SQUID1. Os valores máximos do fluxo são: $251 \Phi_0$; $747 \Phi_0$ e $1484 \Phi_0$ para campos de 5 mT; 10 mT e 20 mT respectivamente.

No gráfico abaixo são mostrados os resultados para a Nanomag50, amostra “A1”:

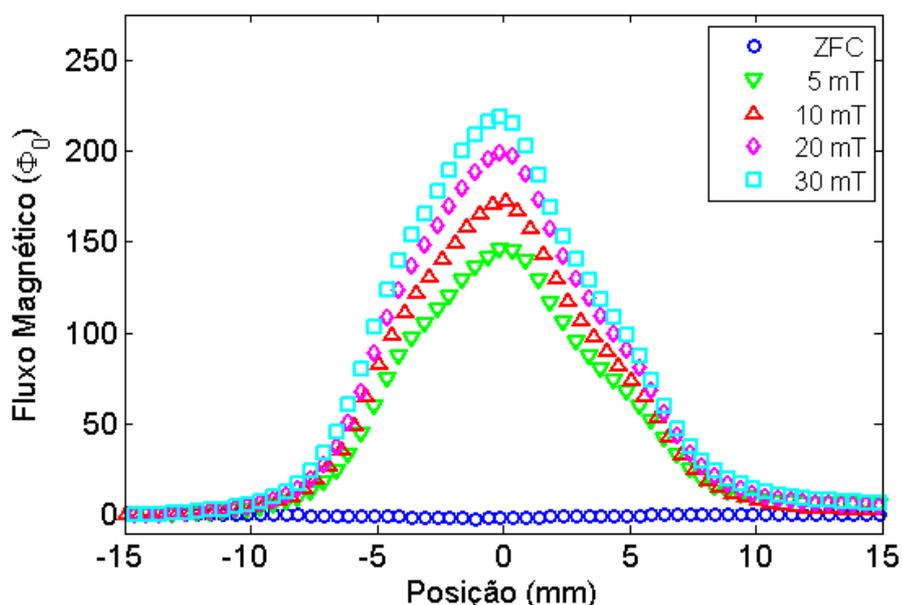


Figura 44: Fluxo magnético da Nanomag50 no SQUID1. Os valores máximos do fluxo são: 145,9 Φ_0 ; 172,3 Φ_0 ; 199,6 Φ_0 e 218,5 Φ_0 para campos de 5 mT; 10 mT; 20 mT e 30 mT respectivamente.

Na figura acima temos os gráficos de uma amostra de Nanomag50 em He líquido (4,2K) passando por um dos furos do “SQUID1”. Foi corrigido o OFFSET e transformado em quantidades de Φ_0 levando em conta o valor V/Φ_0 medido no início de cada medição.

Na legenda da figura existem as informações sobre o campo usado durante a magnetização termostremanente e o valor de pico em quantidades de Φ_0 .

O comprimento da amostra é aproximadamente 2 mm, logo muito menor que o comprimento do furo. Neste caso o perfil da curva esperada pelo modelo [10] seria mais parecido com o da Figura 13 do que o da Figura 15. Como o perfil é diferente do esperado, não é possível ajustar as curvas experimentais com o modelo. Apesar disto, o ponto de máximo pode ser comparado com o máximo do modelo obtendo-se uma corrente equivalente. Uma vez encontrada esta corrente equivalente, o momento pode ser estimado multiplicando esta corrente pela área da secção reta da amostra.

O pico experimental acontece quando a amostra está no centro do furo que é também a posição de pico na simulação. Por exemplo: para a curva experimental relativa à magnetização por um campo de 5 mT e pico de $145,9 \Phi_0$ verificamos então que o momento magnético é de $\mu \cong 4,94 \times 10^{-9} \text{ Am}^2$.

Para obter a magnetização específica é necessário saber a massa da amostra “A1”. Este valor foi obtido durante a confecção da amostra como narrado em 8.3.1.

Dados de massa relativos à amostra “A1”:

- Massa de araldite na mistura “A” = 41,2 mg;
- Massa de 5 μl da solução original de Nanomag50 = 4,4 mg
- Massa total da mistura “A” = 45,6 mg;

Usando as informações do fabricante sabemos que a concentração de partículas de Nanomag50 na solução original é de 10 mg/ml. Logo 5 μl da solução original tem 50 μg de partículas. Como consta nestas informações que 1 ml tem aproximadamente $1,1 \times 10^{14}$ partículas, 5 μl têm $5,5 \times 10^{11}$ partículas.

Outra informação do fabricante é que 35 % da massa da partícula é de magnetita. Logo a massa de magnetita na mistura era de 35% de 50 μg = 17,5 μg . Ou seja, 17,5 μg de magnetita para 45,6 mg de massa total.

Foi colocada na pipeta 1 uma massa de 1,3 mg de massa da mistura (este valor vem da diferença entre a massa da pipeta com e sem a mistura). Então, massa de partículas em A1 é:

$$m = \frac{1,3\text{mg} \times 50\mu\text{g}}{45,6\text{mg}} = 1,43\mu\text{g} = 1,43 \times 10^{-9} \text{ kg} \quad (55)$$

E a massa de magnetita em A1 é:

$$m = \frac{1,3\text{mg} \times 17,5\mu\text{g}}{45,6\text{mg}} = 0,499\mu\text{g} = 499 \times 10^{-12} \text{ kg} \quad (56)$$

(ou 35 % de 1,43 μg)

A quantidade de partículas colocadas em “A1” foi então:

$$5,5 \times 10^{11} \text{ partículas} \times \left(\frac{1,3 \text{ mg}}{45,6 \text{ mg}} \right) = 1,6 \times 10^{10} \text{ partículas} \quad (57)$$

A magnetização remanente por massa da amostra “A1” para um campo aplicado de 5 mT é de

$$\frac{4,94 \times 10^{-9} \text{ Am}^2}{1,3 \times 10^{-6} \text{ kg}} = 3,8 \times 10^{-3} \text{ Am}^2/\text{kg} \quad (58)$$

E a magnetização remanente por massa de magnetita para o mesmo campo aplicado é de

$$\frac{4,94 \times 10^{-9} \text{ Am}^2}{499 \times 10^{-12} \text{ kg}} = 9,90 \text{ Am}^2/\text{kg} \quad (59)$$

Foi feita uma estimativa preliminar do volume da amostra sabendo que o diâmetro interno da micropipeta é de 0,85 mm e a altura da amostra A1 é de aproximadamente 2,0 mm. Isto é um pouco incerto, pois a geometria da amostra dentro da micropipeta não é um cilindro perfeito. Uma melhor estimativa pode ser obtida levantando a densidade da solução, que muito provavelmente não será muito diferente da densidade do araldite. A estimativa preliminar do volume da amostra então é

$$V = \pi \left(\frac{0,85 \text{ mm}}{2} \right)^2 \times 2,0 \text{ mm} = 1,13 \text{ mm}^3 = 1,13 \times 10^{-9} \text{ m}^3 \quad (60)$$

Já a fração deste volume que é ocupado por magnetita pode ser obtido usando a informação de que a densidade da magnetita é de 5197 kg/m³. Logo o volume de magnetita na amostra A1 é de

$$V_{Mag} = \frac{499 \times 10^{-12} \text{ kg}}{5197 \text{ kg/m}^3} = 9,60 \times 10^{-14} \text{ m}^3 \quad (61)$$

Do gráfico da Figura 44 e das informações de massa e volume acima podemos montar a seguinte tabela para as diversas magnetizações da amostra de Nanomag50 “A1”.

	Campo aplicado para magnetização de "A1"				
	ZFC	5 mT	10 mT	20 mT	30 mT
Pico experimental do gráfico. (Φ_0)	-2,22	145,94	172,27	199,59	218,50
Momento remanente. ($\times 10^{-9} \text{ Am}^2$)	-	4,94	5,84	6,76	7,40
Magnetização remanente específica da amostra. ($\times 10^{-3} \text{ Am}^2/\text{kg}$)	-	3,80	4,49	5,20	5,69
Magnetização remanente específica da magnetita na amostra. (Am^2/kg)	-	9,69	11,45	13,25	14,51
Magnetização remanente da amostra. (A/m)	-	4,35	5,15	5,96	6,52
Magnetização remanente da magnetita na amostra. ($\times 10^3 \text{ A/m}$)	-	51,46	60,83	70,42	77,08

Tabela 4: Resumo da análise de dados experimentais da amostra "A1" (Nanomag50) medida com o SQUID1.

Logo, quando uma amostra de aproximadamente $1,6 \times 10^{10}$ partículas é magnetizada com 30 mT no procedimento de termorremanência, medimos, no nosso sistema, um momento magnético de $7,4 \times 10^{-9} \text{ Am}^2$.

8.3.3. Análise dos dados com o SQUIDi

A figura a seguir mostra os resultados das medições com SQUIDi da mesma amostra de Nanomag50 medida anteriormente ("A1") com SQUID1.

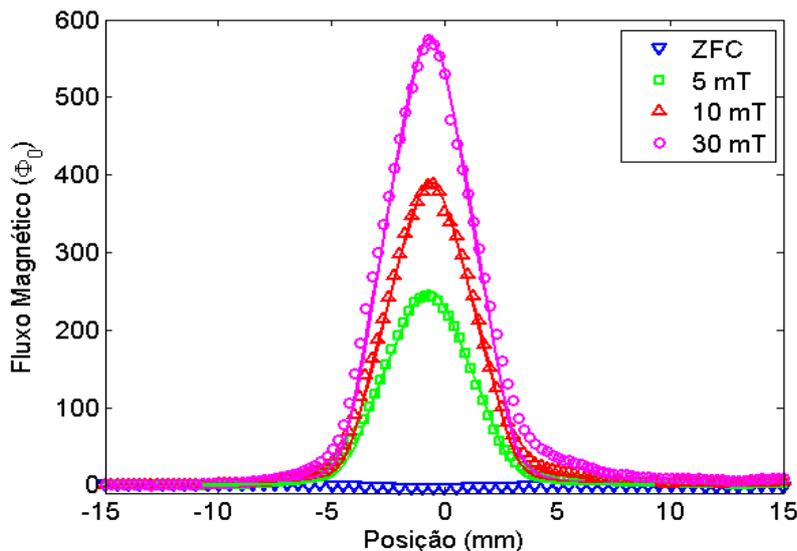


Figura 45: Fluxo magnético gerado pela magnetização remanente da Nanomag50 no SQUIDi em função da posição para vários campos previamente aplicados. Os valores máximos do fluxo são: $250 \Phi_0$; $390 \Phi_0$ e $580 \Phi_0$ para campos de 5 mT; 10 mT e 30 mT respectivamente. As linhas representam o ajuste pelo modelo de elementos finitos.

Usando um modelo de elementos finitos com 900000 elementos onde é levada em conta a geometria do SQUIDi e da amostra, é possível obter o valor do momento magnético remanente. A magnetização específica remanente também é encontrada, pois a massa já é conhecida pelo procedimento de confecção da amostra, narrado acima.

Com base nestas informações pode ser montada a tabela a seguir:

Campo Aplicado (mT)	$\Phi_{SQ} (\Phi_0)$	$\mu_r (\text{nAm}^2)$	$\sigma_r (\text{Am}^2/\text{kg})$
5	250	3,8	2,7
10	390	5,9	4,1
30	580	8,7	6,1

Tabela 5: Resumo da análise de dados experimentais da amostra “A1” (Nanomag50) medida com o SQUIDi. Onde: “ μ_r ” é o momento magnético remanente e “ σ_r ” é a magnetização específica remanente.

A sensibilidade do SQUIDi na medição da amostra pode ser estimada da seguinte forma.

No item 7.9 foi mostrado que o menor fluxo no furo que o SQUIDi mediu com segurança foi de $1,8 m\Phi_0$.

Usando este valor como limite inferior, pode ser estimado que a menor massa detectável por nosso sistema com o SQUIDi para um campo aplicado de 30 mT é de aproximadamente 4,4 pg.

$$\begin{aligned} \mu_{r\min} &= \Phi_{\min} \left[\frac{\mu_r}{\Phi_{SQ}} \right]_{\mu, H=30mT} = 1,8 \times 10^{-3} \frac{8,7 \times 10^{-9}}{580} = 2,7 \times 10^{-14} \text{ Am}^2 \\ m_{\min} &= \frac{\mu_{r\min}}{[\sigma_r]_{\mu, H=30mT}} = 4,4 \times 10^{-15} \text{ kg} = 4,4 \text{ pg} \end{aligned} \quad (62)$$

onde $\mu_{r\min}$ é o menor momento magnético detectável.

Neste caso, a razão fluxo por momento magnético da amostra é de $66 \times 10^9 \Phi_0/\text{Am}^2$.

O maior campo aplicado nesta experiência (30 mT) não foi suficiente para atingir a remanência de saturação. Se este ponto for atingido, assumindo que as nanopartículas da amostra têm anisotropia uniaxial e os eixos fáceis estão orientados de forma aleatória, a magnetização específica de remanência máxima que pode ser atingida é metade do seu valor de saturação [24, 19]. Então, a menor massa detectável ficaria em 1,6 pg.

$$\begin{aligned} \sigma_s = 34 \text{ Am}^2/\text{kg} \Rightarrow \sigma_{r\max} = \frac{\sigma_s}{2} = 17 \text{ Am}^2/\text{kg} \\ m_{\min} = \frac{\mu_{r\min}}{\sigma_{r\max}} = 1,6 \times 10^{-15} \text{ kg} = 1,6 \text{ pg} \end{aligned} \quad (63)$$

Além da Nanomag50, a Estapor176 também foi medida no SQUIDi. Os resultados são mostrados no gráfico abaixo.

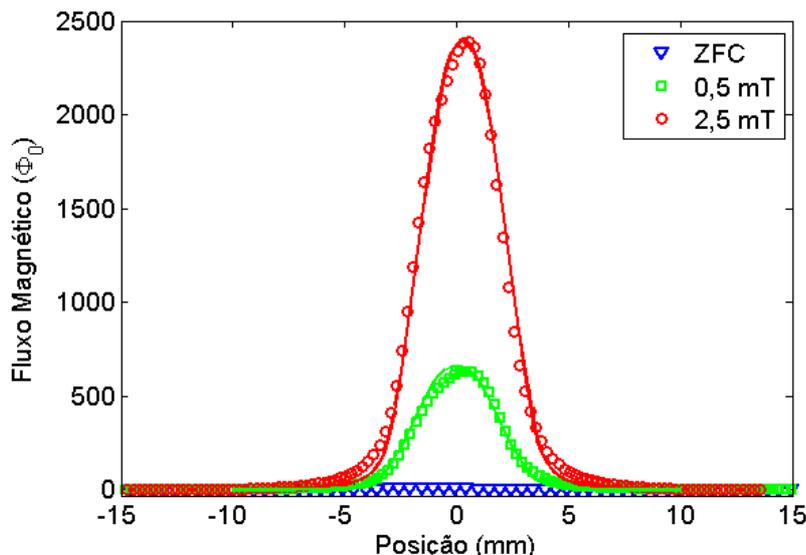


Figura 46: Fluxo magnético da Estapor176 no SQUIDi. Os valores máximos do fluxo são: $640 \Phi_0$ e $2390 \Phi_0$ para campos de 0,5 mT e 2,5 mT respectivamente. As linhas representam o ajuste pelo modelo de elementos finitos.

Fazendo procedimentos semelhantes aos feitos para Nanomag50 chegamos a seguinte tabela

Campo Aplicado (mT)	$\Phi_{SQ} (\Phi_0)$	$\mu_r (nAm^2)$	$\sigma_r (Am^2/kg)$
0,5	640	9,5	0,6
2,5	2390	34,5	2,2

Tabela 6: Resumo da análise de dados experimentais da amostra "D1" (Estapor176) medida com o SQUIDi.

Dos dados acima podemos determinar também a menor massa detectável (m_{min}) e de quanto seria este menor valor se a amostra atingisse a remanência de saturação.

$$\mu_{r_{min}} = 2,7 \times 10^{-14} Am^2$$

$$m_{min} = \frac{\mu_{r_{min}}}{[\sigma_r]_{\mu, H=2,5mT}} = 12 \times 10^{-15} kg = 12 pg$$

(64)

$$\sigma_s = 52 Am^2/kg \Rightarrow \sigma_{r_{max}} = \frac{\sigma_s}{2} = 26 Am^2/kg$$

$$m_{min} = \frac{\mu_{r_{min}}}{\sigma_{r_{max}}} = 1,04 \times 10^{-15} kg = 1 pg$$