



Lanna Isabely Morais Sinimbu

Microscopia Magnética de Varredura Utilizando Sensores de Efeito Hall com Polarização de Corrente Pulsada.

Dissertação de Mestrado

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

Orientador: Prof. Jefferson Ferraz Damasceno Felix Araújo

Rio de Janeiro,
agosto de 2023



Lanna Isabely Morais Sinimbu

**Microscopia Magnética de Varredura Utilizando Sensores
de Efeito Hall com Polarização de Corrente Pulsada.**

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 Felix Araújo

Orientador

Departamento de Física - PUC-Rio

Prof. Alexandre de Castro Maciel

UFPI

Prof. Elder Yokoyama

UNB

Prof. Andre Luis Albuquerque dos Reis

UERJ

Rio de Janeiro, 11 de agosto de 2023

Todos os direitos reservados. A reprodução, total ou parcial, do trabalho é proibida sem autorização da universidade, da autora e do orientador.

Lanna Isabely Morais Sinimbu

Graduou-se em Física na UFPI (Universidade Federal do Piauí) em 2021 com ênfase em Caracterização elétrica, instrumentação científica e desenvolvimento de dispositivos a base de compostos orgânicos.

Ficha Catalográfica

Sinimbu, Lanna Isabely Morais

Microscopia Magnética de Varredura Utilizando Sensores de Efeito Hall com Polarização de Corrente Pulsada/ Lanna Isabely Morais Sinimbu; Orientador: Jefferson Ferraz Damasceno Felix Araújo- Rio de Janeiro: PUC, Departamento de Física, 2023.

117f.: il, ; 29,7 cm

1.Dissertação (mestrado)- Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Física, 2023.

Incluir referências bibliográficas

1.Física- Teses. 2. Delta Mode. 3.Particulas Magnéticas, 4. Microscopia Magnética de Varredura. 6. Processamento de Modelagem. I-Araújo, Jefferson Ferraz Damasceno Felix. II- Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Física. III- Título.

CDD:530

A minha família e amigos
Pelo apoio e confiança.

Agradecimentos

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

É muito difícil realizar qualquer trabalho sozinho!!!

Então gostaria de expressar minha gratidão a todas as pessoas que me apoiaram ao longo deste processo. No entanto, há um risco de que eu possa esquecer alguém, e peço desculpas antecipadamente por isso.

Gostaria de começar agradecendo ao meu orientador Jefferson Ferraz e ao Antônio Carlos por me guiarem e indicarem os melhores caminhos a seguir, mesmo que nem sempre tenham sido os mais fáceis. Suas orientações foram sempre valiosas e proveitosas. Não esquecendo também do técnico Fredy, pelas dicas no laboratório.

Também sou grato aos meus colegas do Departamento de Física da PUC-RJ pelas conversas animadas que tivemos na copa. O café da manhã se tornou um momento especial com Juninho, Debora, Jefferson e Laís, e sou grato pela companhia.

Não posso deixar de mencionar meus novos irmãos que ganhei no RJ, Caíque e Lívio. Sua amizade e apoio foram fundamentais durante essa jornada.

Um agradecimento especial também vai para a turma do minhocão, Anu, Emilse, João Chapéu, Junior, Juan David, Spryte e Thais. Nossas interações e trocas de experiências enriqueceram meu trabalho e tornaram o ambiente acadêmico mais estimulante.

Agradeço também as agências de fomento CNPq e FAPERJ pelo o auxílio durante o desenvolvimento do trabalho.

Mais uma vez, reconheço que pode haver outras pessoas que também contribuíram para o meu trabalho e peço desculpas se não as mencionei. Agradeço a todos que estiveram ao meu lado ao longo dessa jornada.

Resumo

Sinimbu, Lanna Isabely Moraes Sinimbu; Araújo, Jefferson Ferraz Damasceno Felix. **Microscopia Magnética de Varredura Utilizando Sensores de Efeito Hall com Polarização de Corrente Pulsada**. Rio de Janeiro, 2023. 117p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Física, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

A pesquisa de caracterização de materiais é fundamental para o desenvolvimento de diversas tecnologias. No campo de estudo de amostras anisotrópicas como o caso encontrado no paleomagnetismo, é importante estudar a caracterização magnética de minerais rochosos para compreender o campo geomagnético. A caracterização de amostras anisotrópicas, como rochas, tem aplicações na datação do tempo geológico e na caracterização de minérios que sofrem mudanças magnéticas em temperaturas superiores à de Curie. Assim, é necessário conhecer as propriedades físicas desses materiais em relação ao comportamento magnético. Existem várias instrumentações usadas neste estudo, como magnetômetro utilizando sensores Superconducting Quantum Interference Device (SQUID), magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM), Magnetic Property Measurement System (MPMS) e os Microscópios Magnéticos de Varreduras (MMV) entre outros. Entretanto, o MMV permite mapear o comportamento magnético do material realizando desta forma uma caracterização magnética local da amostra. Nesse contexto, foi proposta uma alternativa de leitura usando a técnica Delta Mode da empresa Keithley no MMV. O objetivo é eliminar os efeitos termoelétricos, realizar medições com baixo ruído de tensão e obter uma alternativa para a leitura do campo magnético induzido no MMV. No desenvolvimento do trabalho, foram utilizados sensores de efeito Hall do modelo HQ-811 em uma configuração gradiométrica, juntamente com uma fonte de corrente (Keithley, modelo 6220) e um Nanovoltímetro (Keithley, modelo 2182A). Os resultados iniciais da calibração revelaram um desvio de cerca de 6% nas medições. Com base nessa calibração, nosso objetivo final é empregar a técnica Delta Mode no MMV para obter as curvas de magnetização das amostras, mesmo em situações desafiadoras de sobreposição de sinais de campo magnético induzido. A metodologia adotada envolve o uso de partículas magnéticas de óxido de ferro em escala nano e micro, posicionadas em três cavidades cilíndricas (A1, A2 e A3) de aproximadamente 800 μm de diâmetro com 800 μm de profundidade, dentro do mesmo porta-amostra. Durante o experimento, um dos desafios foi lidar com a sobreposição de sinais quando aplicado um campo magnético perpendicular ao plano do porta-amostra. Para determinar o valor de magnetização de cada amostra, utilizamos um modelo teórico de um cilindro de corrente devido ao formato das cavidades onde as amostras foram depositadas. Os valores de magnetizações encontrados para diferentes espaçamentos de posicionamento das amostras foram em média de $AM_1 = 62,59 \text{ Am}^2/\text{kg}$, $AM_2 = 13,14 \text{ Am}^2/\text{kg}$ e $AM_3 = 10,13 \text{ Am}^2/\text{kg}$ para um campo de 0,5 T, onde apresentaram reprodutividade para diferentes situações.

Palavras-chave

Delta Mode; Partículas Magnéticas; Microscopia Magnética de Varredura; Processo de Modelagem.

Abstract

Sinimbu, Lanna Isabely Morais Sinimbu; Araújo, Jefferson Ferraz Damasceno Felix. **Scanning Magnetic Microscopy Using Hall Effect Sensors Biased With Pulsed Current.** Rio de Janeiro, 2023. 117p. Master's Dissertation - Department of Physics, Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro.

Materials characterization research is fundamental for the development of various technologies. In the field of anisotropic sample studies, such as in paleomagnetism, it is important to investigate the magnetic characterization of rock minerals to understand the geomagnetic field. Characterizing anisotropic samples, such as rocks, has applications in geological time dating and the characterization of ores that undergo magnetic changes at temperatures higher than the Curie temperature. Therefore, it is necessary to understand the physical properties of these materials in relation to their magnetic behavior. Various instrumentation techniques are used in this study, including magnetometers using Superconducting Quantum Interference Device (SQUID) sensors, Vibrating Sample Magnetometer (VSM), Magnetic Property Measurement System (MPMS), and Magnetic Scanning Microscopes (MMV), among others. However, MMV allows for mapping the magnetic behavior of the material, thus providing a local magnetic characterization of the sample. In this context, an alternative reading technique using the Delta Mode of the Keithley company was proposed for MMV. The objective is to eliminate thermoelectric effects, perform low-noise voltage measurements, and provide an alternative for reading the induced magnetic field in MMV. In the course of this work, Hall effect sensors of the HQ-811 model in a gradiometric configuration, along with a current source (Keithley, model 6220), and a Nanovoltmeter (Keithley, model 2182A) were used. The initial calibration results revealed a deviation of about 6% in the measurements. Based on this calibration, our ultimate goal is to employ the Delta Mode technique in the MMV to obtain the magnetization curves of the samples, even in challenging situations of overlapping induced magnetic field signals. The adopted methodology involves the use of nano- and micro-scale iron oxide magnetic particles positioned in three cylindrical cavities (A1, A2, and A3) of approximately 800 μm in diameter with 800 μm in depth, within the same sample holder. During the experiment, one of the challenges was dealing with signal overlap when a magnetic field was applied perpendicular to the plane of the sample holder. To determine the magnetization value of each sample, a theoretical model of a current cylinder was used due to the shape of the cavities where the samples were deposited. The magnetization values found for different sample positioning spacings were on average $AM1 = 62.59 \text{ Am}^2/\text{kg}$, $A2 = 13.14 \text{ Am}^2/\text{kg}$, and $A3 = 10.13 \text{ Am}^2/\text{kg}$ for a magnetic field of 0.5 T, which showed reproducibility for different situations.

Keywords

Delta Mode; Magnetic particles; Scanning Magnetic Microscopy; Modeling Process.

Sumário

1. INTRODUÇÃO	16
2 OBJETIVOS	17
2.1 Objetivo geral	17
2.1 Objetivos específicos	17
3 FUNDAMENTOS TEORICOS	18
3.1 Microscopia Magnética de Varredura	18
3.2 Sensor de efeito Hall	19
3.3 Modelagem do Campo Magnético	20
3.3.1 Modelo de um cilindro	22
3.3.2 Modelo de uma esfera	25
3.3.3 Modelo de dipolo magnético	26
3.4 Curvas de Magnetização	28
3.5 Óxidos de Ferro	31
3.6 Sistema de leitura Lock-in.	33
3.7 Técnica de Delta Mode (DM)	35
4 ADAPTAÇÃO DO MICROSCÓPIO MAGNETICO DE VARREDURA VIA DELTA MODE	40
4.1 Instrumentação de Hardware	40
4.1.1 Arranjo do circuito de alimentação/leitura dos sensores	40
4.1.2 Hardware da Técnica de Delta Mode	41
4.1.3 Controlador de Refrigeração	44
4.1.4 Setup da Microscopia Magnética de Varredura- MMV	44
4.2 Instrumentação de Software	46
5 CALIBRAÇÃO	52
5.1 Calibração do Setup	52
5.2 Calibração Setup com Delta Mode	56
5.3 Estudo temporal no Setup com Delta Mode	57
5.4 Estudo do sistema Gradiometrico com resposta magnética	58

5.5 Calibração para offset de Setup com Delta Mode	62
5.6 Comparação de sinal ruído entre a técnica Delta Mode, Lock-in e outras técnicas.	64
5.7 Calibração com Níquel	67
5.8 Sensibilidade do MMV via Delta Mode e Lock-in	73
6 APLICAÇÃO EM AMOSTRAS CONSIDERANDO O ESTUDO DA RESPOSTA MAGNÉTICA	75
6.1 Amostras de partículas magnéticas	75
6.1.1 Óxido de Ferro Comercial	75
6.1.2 Partículas magnéticas fluorescentes	77
6.1.3 Fe ₃ O ₄ Sintetizada	80
6.2 Metodologia teórica para as três cavidades	82
6.3 Metodologia experimental para três cavidades	86
6.4 Amostras anisotrópicas: Rochas magnéticas	95
6.5 Amostras anisotrópicas: Cédulas de Dinheiro	97
7 CONCLUSÃO	100
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	101
9 Apêndices	105
9.1 Apêndice A	105
9.2 Apêndice B	107
9.3 Apêndice C	109
9.4 Apêndice D	110
9.5 Apêndice E	114

Lista de Figuras

Figura 3-1 Os microscópios magnéticos de varredura foram construídos no LMM da PUC-Rio. (a) com blindagem (b) sem blindagem.	18
Figura 3-2 Princípio de funcionamento de um sensor Hall. Imagem adaptada da fonte [29].	20
Figura 3-3 Cilindro de raio a e altura L .	23
Figura 3-4 Esfera de raio a .	26
Figura 3-5 Dipolo localizado em na origem a uma distância r de um sensor localizado na origem.	27
Figura 3-6 Ciclo de histerese para diferentes materiais magnéticos. Imagem adaptada da fonte [30].	29
Figura 3-7 Curva de histerese típica de materiais ferromagnéticos. Nela é possível observar a variação da magnetização em função do campo aplicado. Imagem adaptada da Fonte [26].	30
Figura 3-8 Comportamento de histerese para diferentes materiais. (a) Materiais duro e (b) materiais mole. Imagem adaptada da fonte [34].	31
Figura 3-9 Representação da estrutura química dos óxidos de Ferro, variando os arranjos. Imagem adaptada da Fonte [36].	31
Figura 3-10 Princípio de funcionamento de detecção síncrona no Lock-In.	33
Figura 3-11 Diagrama do Lock-In para duas fases.	35
Figura 3-12 Comparação de ruído de um amplificador lock-In típico e medição de reversão DC sistema Delta Mode. Imagem adaptada da Fonte [40].	36
Figura 3-13 Medida de voltagem alternada e ignorando os efeitos termoelétricos, usando uma rotina no Python.	38
Figura 3-14 Medida de Voltagem com os efeitos termoelétricos.	38
Figura 4-1 Estrutura do arranjo da alimentação dos sensores. (a)- Representação esquemática de alimentação para sensor Hall industrial com dimensões de 1,6 mm de comprimento, 0,8mm de largura e 0,2 mm de diâmetro de detecção para o modelo HQ-811. (b)- Circuito impresso para uma configuração gradiométrica de sensores Hall, onde possui a mesma fonte de alimentação AC e com a possibilidade de leitura em paralelo.	41
Figura 4-2 Representação da montagem da técnica de delta Mode, em (a)- Apresenta os modelos da Keithley utilizadas. Imagem adaptada da fonte [47]. (b)- As conexões entre as Keithley para o armamento da técnica Delta Mode para um arranjo de circuito com medição DC.	42
Figura 4-3 Sinais de teste e tensão de erro termoelétrico durante medições de reversão DC (delta).	43
Figura 4-4 Diagrama geral do setup MMV via Delta Mode.	45
Figura 4-5 Diagrama da montagem para aplicação de campo e varredura superficial na amostra.	45
Figura 4-6 Diagrama funcional para as medidas de mapeamento com Delta Mode ou lock-in.	47
Figura 4-7 Página Principal do software do MMV via DM.	48
Figura 4-8 Página inicial. (a) configuração do DM, para calibração. (b) Posições iniciais e finais para o mapeamento e em (c) calibração do offset da medida.	48
Figura 4-9 Página de Configuração.	49

Figura 4-10 Página de configuração. (a) conexão com a fonte de alimentação do eletroímã, (b) comunicação serial com o refrigerador e em (c) comunicação com os zabers.	49
Figura 4-11 Interface criado em Python para análise dos dados experimentais.	50
Figura 5-1 Relação entre a alimentação do sensor com a resposta de saída para o sensor A e obteve-se um GAN de 0,19V/mA.	53
Figura 5-2 Curvas de calibração do sensor A no modelo Hall-HQ-0811.	54
Figura 5-3 Resposta elétrica com um estímulo magnético encontrado no datasheet de um sensor Hall no modelo HQ-0811.	55
Figura 5-4 Resultados de estudo temporal do sensor A.	57
Figura 5-5 Representação do arranjo gradiométrica de posicionamento de sensores de efeito Hall.	59
Figura 5-6 Estudo da arquitetura gradiométrica dos sensores hall para um campo aplicado de 210 mT . (a)- Resposta do fio de níquel no sensor A em 3D em função do campo induzido, já em (b)- no plano em 2D em função da tensão. (c)- Resposta da esfera de níquel no sensor B no mapa em 3D e em (d)- no plano de 2D.	60
Figura 5-7 Medida de campo induzido em função da posição para o fio de níquel, onde tem a resposta dos sensores A e B, A-B.	60
Figura 5-8 Estudo da arquitetura gradiométrica dos sensores hall para um campo aplicado de 160 mT para esfera de níquel. (a)- Resposta da esfera de níquel no sensor A. (b)- Resposta da esfera de níquel no senso B. (c)- gráfico de investigação da resposta magnética do sensor B para a esfera. (d)- Resposta elétrica do sensor B	61
Figura 5-9 Medida de campo induzido em função da posição para a esfera de níquel, onde tem a resposta dos sensores A e B, A-B.	62
Figura 5-10 Visualização frontal das posições utilizadas para os testes de escolha de zeragem do sistema MMV via Delta Mode.	63
Figura 5-11 Medidas das três situações para posição de zeragem, onde se utilizou como amostra um fio de níquel.	63
Figura 5-12 Diagrama para as medidas de sinal/ruído. Esse sistema é adaptado para outros sistemas de leitura de tensão dos sensores Hall.	65
Figura 5-13 Análise de espectro usando a técnica Delta Mode com diferentes alimentações no sensor Hall.	66
Figura 5-14 Análise de espectro comparativo do sensor A com as demais técnicas, Lock-In e Placa DUE.	67
Figura 5-15 Amostra de Níquel. (a) -Para o fio de níquel com 99,9% de pureza. (b)- Esfera de Níquel 99,0%.	68
Figura 5-16 Resultado de análise do mm via o modelo de dipolo magnético, no fio de Níquel e usando a técnica Delta Mode no MMV.	69
Figura 5-17 Resultado de análise do mm via modelo de dipolo magnético, na esfera de Níquel e usando a técnica Delta Mode no MMV.	70
Figura 5-18 Resultado de análise do mm via Biot-Sarvat, no fio de Níquel e usando a técnica Delta Mode no MMV.	71
Figura 5-19 Resultado de análise do mm via Biot-Sarvat, na esfera de Níquel e usando a técnica Delta Mode no MMV.	71
Figura 6-1 Curva de Magnetização por massa para amostra da Metal Cherk.	76
Figura 6-2 Fit realizado para as medidas de usando o cilindro condutor para amostra AM1.	77

Figura 6-3 Amostra AM1. (a) AM1 dentro do porta-amostra de cavidade cilíndrica. (b) o mapeando da amostra AM1 no plano 2D.	77
Figura 6-4 Curva de Magnetização da amostra fluorescente.	78
Figura 6-5 Estudo do momento magnético da amostra AM2.	79
Figura 6-6 Amostra AM2. (a) imagem das partículas dentro do porta-amostra de acrílico. (b) mapa do fluxo de campo induzido na amostra AM2 teoricamente usando matlab.	79
Figura 6-7 Curva de magnetização por massa de partículas sintetizadas na PUC-RJ.	81
Figura 6-8 Amostra AM3. (a) AM3 colocada dentro da porta-amostra de acrílico. (b) Simulação do fluxo magnético da amostra.	82
Figura 6-9 Situação genérica para uma porta-amostra com três cavidades cilíndricas e três amostras diferente, e quando aplicado um campo magnético as amostras respondem com uma resposta magnética de intensidades diferentes.	82
Figura 6-10 Medida feitas com as amostra AM1, AM2 e AM3 em porta-amostra individuais nos diâmetros de 2 mm por 900 um de profundidade.	84
Figura 6-11 Estudo da variação da distância entre as amostras. (a) para uma distância de $L=8,30$ mm. (b) para distancia de $L= 3,50$ mm. (c) uma disntancia de $L= 1,90$ mm e (d) $L= 0,6$ mm.	85
Figura 6-12 Setup da montagem para realizar as medições das amostras.	86
Figura 6-13 Porta-amostra utilizados para os estudos das limitações envolvendo a sobreposição de sinal, ou seja, campo magnético induzido.	86
Figura 6-14 Metodologia do programa para encontrar os valores de máximo.	87
Figura 6-15 Mapas experimentais dos quatro porta-amostra, feito com as amostras AM1, AM2 e AM3.	89
Figura 6-16 Curvas magnéticas das amostras AM1, AM2 e AM3 utilizando o porta-amostra 2.	90
Figura 6-17 Ampliação das medidas feitas no porta-amostra 2. (a) com campos de até 0,2 mT e (b) até 0,5 mT.	90
Figura 6-18 Curvas magnéticas das amostras AM1, AM2 e AM3 utilizando o porta-amostra 3.	91
Figura 6-19 Ampliação das medidas feitas no porta-amostra 3. (a) com campos de até 0,2 mT e (b) até 0,5 mT.	91
Figura 6-20 Curvas magnéticas das amostras AM1, AM2 e AM3 utilizando o porta-amostra 4.	92
Figura 6-21 Ampliação das medidas feitas no porta-amostra 4. (a) com campos de até 0,2 mT e (b) até 0,5 mT.	93
Figura 6-22 Curvas de máximo das amostras AM1, AM2 e AM3, retiradas do porta-amostra 4.	93
Figura 6-23 Sinais magnéticos depois do tratamento para eliminar a sobreposição dos sinais entre as amostras.	94
Figura 6-24 Resultados dos desvios de cada amostra para cada porta-amostra.	95
Figura 6-25 Amostra Rochosa.	96
Figura 6-26 Mapeamento da rocha.	96
Figura 6-27 Cédula Colombiana de 2 mil pesos,(a) Face 1 da cédula, (b) Face 2 da cédula.	98
Figura 6-28 Mapeamento de uma região da cédula de peso Colombiano autentica.	98
Figura 6-29 Mapeamento de uma cópia da cédula de 2 mil pesos colombiano.	99

Figura 9-3 Conexão entre as Keithleys. Imagem adaptada da Fonte [43].	105
Figura 9-4 Bloco SEM.	106
Figura 9-5 Bloco SEM.	106
Figura 9-6 Bloco CLOSE.	106
Figura 9-7 Bloco CONF.	107
Figura 9-8 Comando em Labview para controle do refrigerador.	108
Figura 9-9 Tela inicial do usuário para realizar o estudo de sinal/ruído.	109
Figura 9-10 Comando para conexão com o equipamento por meio do protocolo VISA.	109
Figura 9-11 Configurações utilizadas para aquisição de dados e os plots em tempo real da medida.	110
Figura 9-12 Comandos de finalização do programa.	110

Lista de Tabela

Tabela 5-1 Relação de SENS (mV/ mT) para diferentes alimentações do sensor Hall HQ-0811.	55
Tabela 5-2 Resultados de comparação entre os sensores e datasheet.	55
Tabela 5-3 Estudo da técnica Delta Mode, em função da entrada de alimentação e saída de tensão.	57
Tabela 5-4 Relação do sinal ruído para cada situação envolvendo alimentações diferentes para o sensor A.	65
Tabela 5-5 Resultado de mm para fio e esfera usando dois modelos.	72
Tabela 5-6 Resultados de calibração para o fio de níquel usando a estrutura gradiométrico e com a técnica Delta Mode.	72
Tabela 6-1 Solventes utilizados na produção de partículas de óxido de ferro.	80
Tabela 6-2 Medidas de magnetização feitas pelo VSM e pelo MMV via DM com um campo de 500 mT.	84
Tabela 6-3 Distâncias entre as amostras AM1, AM2 e AM3 em situações e experimentais de cada porta amostra.	87
Tabela 6-4 Massa das amostras para cada porta-amostra.	87
Tabela 6-5 Medidas de diâmetro para cada porta-amostra utilizado.	88
Tabela 6-6 Medidas de profundidade (L) dos poços de cada porta-amostra.	88
Tabela 6-7 Medidas de magnetização do primeiro porta-amostra.	89

Lista de Abreviações

AM1	Amostra 1 de oxido de ferro
AM2	Amostra 2 de oxido de ferro fluorescente
AM3	Amostra 3 de oxido de ferro da PUC-RJ
CBPF	Centro Brasileiro de Pesquisa Física
DM	Delta Mode
Hc	Campo coercivo
LIMM	Laboratório de Instrumentação e Medidas Magnéticas
MMV	Microscópio Magnético de Varredura
<i>M_s</i>	Magnetização de Saturação
<i>M_s</i>	Magnetização de Remanência
mm	momento magnético
Ni	Níquel
NPs	Nanopartículas
NPMs	Nanopartículas Magnéticas
PUC-Rio	Pontificia Universidade Católica do Rio de Janeiro
VSM	Magnetômetro de Amostra Vibrante
ω	Frequência

1. INTRODUÇÃO

A caracterização de materiais desempenha um papel fundamental no desenvolvimento de diversas tecnologias. No campo do paleomagnetismo, há avanços significativos na caracterização magnética de minerais rochosos, com o objetivo de compreender o campo geomagnético [1, 2]. Para o campo da área biomédica tem investido a utilização de partículas magnéticas como alternativas para o tratamento de câncer [3, 4]. Nesse sentido, a comunidade científica está explorando rotas de síntese de partículas magnéticas em escalas micro e nano, bem como a caracterização desses materiais magnéticos. Sabendo disso, torna-se interessante a investigação de instrumentações e modelo de processamento de dados para caracterização destes matérias. Esses materiais, dependendo da aplicação, podem ser encontrados em situações isotrópicas ou anisotrópicas. É importante ressaltar as aplicações específicas na caracterização de amostras anisotrópicas, como no caso de rochas, que incluem a datação do tempo geológico e a caracterização de minérios que apresentam mudanças nas curvas magnéticas quando expostos a temperaturas superiores à temperatura de Curie [2, 5, 6]. Além disso, um exemplo relevante é o caso das cédulas de dinheiro, que possuem assinaturas magnéticas com características anisotrópicas, sendo uma medida de segurança adotada. Portanto, é crucial compreender as propriedades físicas desses materiais em relação ao seu comportamento magnético. Para esse estudo em particular, já foram desenvolvidos diversos instrumentos [7, 8], que auxiliam na caracterização de materiais isotrópicos como anisotrópicos. Dentre eles, destaca-se o Microscópio Magnético de Varredura (MMV) [8, 9], que emprega uma configuração gradiométrica com dois sensores Hall [10]. Muitos trabalhos têm utilizado a técnica de MMV com um sistema de leitura baseado na utilização de um Amplificador Lock-In para o estudo de assinaturas magnéticas. No entanto, na literatura, são encontrados exemplos de instrumentações na área da física que utilizam a técnica Delta Mode da empresa Keithley como um sistema de leitura, o qual contribui para aprimorar a precisão na obtenção das medições que envolve matérias de baixa resistência.

Portanto, a proposta desta dissertação é adaptar e calibrar o MMV utilizando a técnica Delta Mode, e em seguida, realizar a caracterização de amostras magnéticas, como partículas, rochas e cédulas de dinheiro. O objetivo é uma abordagem inovadora de leitura para o MMV.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

O propósito principal deste trabalho é apresentar uma opção de instrumentação para medições magnéticas. Essa abordagem tem como objetivo adaptar a estrutura de Microscopia Magnética de Varredura, que atualmente utiliza um Amplificador Lock-In e uma placa de circuito para ler os sensores, por um sistema de leitura baseado em uma técnica desenvolvida pela Keithley, denominada de técnica Delta Mode (DM). A técnica DM tem como propósito auxiliar nos experimentos de caracterização magnética em amostras *bulk*, micro e nanopartículas magnéticas. A técnica Delta Mode é uma opção mais simples em questão de hardware, onde o sinal é modulado em frequência baixa de 100 Hz e o sinal de saída é filtrado, resultando em uma alta relação sinal-ruído, mesmo em ambientes ruidosos. A motivação por trás disso é a busca por uma alternativa mais simples para substituir a estrutura mais sofisticada que envolve o uso do Amplificador Lock-In e um circuito de fase (a placa de circuito impresso) para extrair o sinal de interesse do ruído nas medidas magnéticas. Portanto, é desejável uma solução que seja mais simples e, ao mesmo tempo, capaz de obter os resultados das medições magnéticas. Neste trabalho, além da substituição na instrumentação de microscopia, será realizada a aplicação da técnica DM em medidas de caracterização de amostras com comportamento magnético na presença de um campo magnético aplicado.

2.1 Objetivos específicos

- ❖ Realizar a adaptação da estrutura do Microscópio Magnético de Varredura com a substituição do Amplificador Lock-In e placas de circuito impresso auxiliares por uma técnica integrada entre dois equipamentos da marca Keithley modelo 6220 e 2182A denominada de técnica Delta Mode;
- ❖ Conduzir procedimentos de calibração e realizar medições comparativa com outras técnicas para obter informações sobre as curvas de magnetização;
- ❖ Utilizar a instrumentação adaptada na caracterização de amostras partícula de óxido de ferro onde o porta-amostra promove situações de sobreposição de campo magnético induzido;
- ❖ Aplicar a instrumentação adaptada para caracterização de diferentes amostras.

3 FUNDAMENTOS TEORICOS

3.1 Microscopia Magnética de Varredura

Atualmente, o Laboratório de Instrumentação de Medidas Magnéticas (LIMM) do departamento de Física da PUC-Rio possui dois microscópios magnéticos de varredura que foram desenvolvidos e montados/construídos internamente (ver Figura 3-1). Um desses microscópios utiliza uma abordagem de blindagem magnética, enquanto o outro não possui essa estrutura. Esses instrumentos funcionam de duas maneiras distintas. Na primeira abordagem, é possível aplicar ou não um campo magnético na amostra, permitindo a medição do campo magnético remanescente da amostra por meio de mapeamento.

Na segunda abordagem, o campo magnético é aplicado diretamente na amostra durante o processo de mapeamento, sem a necessidade de uma estrutura de blindagem magnética. Nesse caso, sensores de efeito Hall são fixados em uma base para realizar a medição. Nessa configuração, a amostra é movida ao longo dos eixos "X" e "Y" para realizar o mapeamento. Além disso, esta estrutura apresenta uma parte eletrônica necessária para o funcionamento dos sensores e um eletroímã capaz de aplicar um campo magnético de até 0,5 T [11,12, 13]. Os sensores de efeito Hall foram dispostos em uma configuração gradiométrica axial, conforme será previamente descrito no capítulo 5, na seção 5.4.



Figura 3-1 Os microscópios magnéticos de varredura foram construídos no LIMM da PUC-Rio. (a) com blindagem (b) sem blindagem.

A instrumentação do microscópio mostrado na Figura 3-1 (b) é consideravelmente mais complexa. Além dos instrumentos comerciais, envolve uma etapa de manipulação eletrônica em que cada sensor (podendo ser mais de um) precisa ser soldado em uma placa de circuito impresso. Essa placa é conectada a uma estrutura fina de acrílico e fixada em uma das superfícies do polo do eletroímã. A escolha de usar um ou dois sensores depende do tipo de aplicação e da amostra que está sendo investigada. Os sensores utilizados atualmente possuem uma resolução espacial de 200 μm , um ruído ambiente de 300 $\text{nT}/\sqrt{\text{Hz}}$ e uma

sensibilidade de $8,8 \times 10^{-11} \text{ Am}^2$. Essas características foram mencionadas em estudos anteriores [14, 15, 16].

A utilização de um ou mais sensores depende da aplicação e do tipo de amostra que está sendo estudada, como comentado anteriormente. Então, em situações com blindagem, normalmente é suficiente utilizar apenas um sensor (Figura 3-1 (a)). No entanto, para microscopia sem blindagem, é útil usar dois sensores em uma configuração gradiométrica. A configuração gradiométrica possui uma grande vantagem e importância devido à sua arquitetura de posicionamento dos sensores. Os dois sensores são dispostos de maneira oposta, de modo que suas sensibilidades sejam opostas uma à outra. Isso é feito para cancelar o campo magnético gerado pelo eletroímã e reduzir o ruído magnético do ambiente. Essa configuração permite detectar apenas as medidas relacionadas à amostra, eliminando interferências indesejadas. Enquanto o sensor inferior detecta exclusivamente o campo magnético gerado pelo eletroímã, o sensor superior é capaz de detectar tanto o campo magnético gerado pelo eletroímã quanto o campo magnético induzido pela amostra. Desta forma, elimina a necessidade de utilizar um sistema de blindagem.

No trabalho em questão, baseado no microscópio magnético de varredura sem blindagem, o mapeamento da amostra permite determinar o comportamento magnético do material para cada campo aplicado B (mT). É possível extrair regiões locais de máximo e mínimo e, assim, determinar com maior precisão o momento magnético μ (kA/m) para cada campo aplicado.

3.2 Sensor de efeito Hall

Os sensores de efeito Hall têm se destacado como uma das opções mais populares no campo dos sensores magnéticos nas últimas décadas, desempenhando um papel crucial ao fornecer uma capacidade de detecção magnética [17,18,19]. Esses sensores têm sido amplamente adotados em diversas aplicações eletrônicas devido às suas vantagens, como baixo custo, resposta linear ao campo magnético, capacidade de operar em uma ampla faixa de campos, boa sensibilidade magnética e dependendo da eletrônica utilizada pode possuir um baixo ruído eletrônico [18].

O princípio de funcionamento dos sensores de efeito Hall é baseado no efeito Hall, descoberto pelo físico Edwin Hall em 1879 [20]. Quando uma corrente elétrica passa por um material condutor que é colocado em um campo magnético perpendicular a essa corrente, ocorre uma diferença de potencial lateral, conhecida como efeito Hall ou tensão Hall [21]. Essa diferença de potencial é diretamente proporcional à intensidade do campo magnético aplicado [20].

Os sensores de efeito Hall são comumente fabricados com materiais semicondutores, como o silício, que possuem propriedades magnéticas e elétricas adequadas [21]. Um sensor de efeito Hall típico consiste em um material semicondutor disposto em uma configuração planar, com terminais para entrada de corrente e medição da tensão de saída (Figura 3-2). Conforme mostrado na Figura 3-2, quando um campo magnético é aplicado a esse semicondutor, o efeito Hall é

observado. Quando uma diferença de potencial é aplicada ao material semiconductor ao mesmo tempo em que está sob a influência de um campo magnético, as cargas se desviam de sua trajetória normal e se acumulam em uma das faces laterais, gerando assim uma diferença de potencial que pode ser medida.

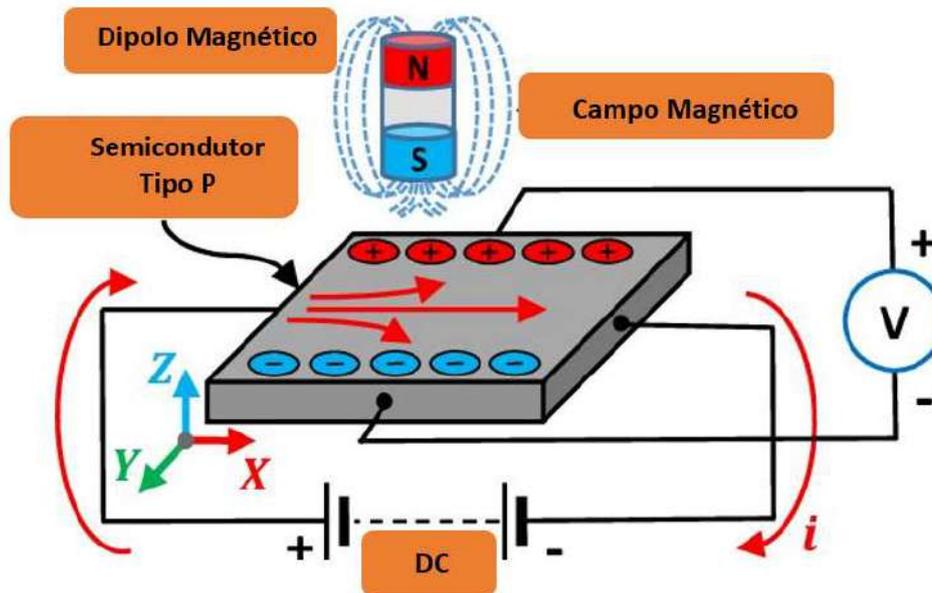


Figura 3-2 Princípio de funcionamento de um sensor Hall. Imagem adaptada da fonte [29].

Os sensores de efeito Hall possuem uma série de vantagens significativas que os tornam amplamente utilizados em diversas aplicações [17,18,19]. Uma das principais vantagens é a capacidade de detectar campos magnéticos estáticos e dinâmicos, permitindo a medição de campos magnéticos de baixa a alta intensidade. Essa característica torna esses sensores adequados para uma ampla gama de aplicações, desde sensores de proximidade e interruptores magnéticos até medidores de corrente e velocidade em motores. Além disso, os sensores de efeito Hall apesar de possuir uma sensibilidade baixa oferecem uma resposta rápida, o que possibilita a detecção precisa de campo magnético em tempo real [19].

As aplicações dos sensores de efeito Hall são numerosas [17, 18, 19]. Na indústria automotiva, por exemplo, eles são amplamente utilizados para medir a velocidade, a posição do pedal do acelerador, detectar posições de engrenagens e controlar sistemas de freio ABS, entre outros. Além disso, esses sensores são encontrados em dispositivos eletrônicos de consumo, como telefones celulares e laptops, para a detecção de abertura de tampa e a orientação do dispositivo. No contexto deste trabalho, utilizaremos os sensores de efeito Hall na microscopia para mapear amostras magnéticas [8, 9].

3.3 Modelagem do Campo Magnético

Normalmente, o campo magnético de um ímã permanente pode ser calculado a partir do potencial vetorial: $\vec{B} = \vec{\nabla} \times \vec{A}$. Para corpo cuja magnetização

é constante dentro do volume e cai abruptamente ao se afastar do centro, como é o caso de um ímã, esse potencial no ponto x é dado pela seguinte integral de superfície [45],

$$\vec{A}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \oint \frac{\vec{M}(\vec{r}') \times \hat{n}}{|\vec{r} - \vec{r}'|} da', \quad (3.1)$$

onde \vec{M} é a magnetização do volume do ímã, \hat{n} é o vetor unitário normal à superfície no ponto \vec{r}' , e μ_0 é a permeabilidade magnética. A integral é realizada sobre toda a superfície. Neste trabalho adotamos método do J. M. Camacho e V. Sosa [22], onde supõe-se uma distribuição contínua de dipolos, que ocupam um volume dv e têm um momento de dipolo magnético $d\vec{m} = \vec{M}dv$. Logo, aqui assumimos que a magnetização é constante, e permanece inalterado para qualquer campo magnético externo. Ou seja, devem para situações de magnetização dura[23]. Para facilitar os cálculos, sempre escolhemos $\vec{M} = M\hat{k}$ como ponto de partida, lembramos que o potencial escalar magnético e o campo de indução em ponto \vec{r} produzido por um dipolo magnético localizado na origem são dadas por [23],

$$\phi_{dipolo}(\vec{r}) = \frac{1}{4\pi} \frac{\vec{m} \cdot \hat{n}}{|\vec{r}|^2}, \quad (3.2)$$

e

$$\vec{B}_{dipolo}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{3\hat{n}(\hat{n} \cdot \vec{m}) - \vec{m}}{|\vec{r}|^3} \quad (3.3)$$

onde \vec{m} é o momento de dipolo magnético e \hat{n} é o vetor unitário na direção de \vec{r} . Para calcular o campo magnético de uma amostra magnética, integramos sobre volume as contribuições dos dipolos infinitesimais, seja do potencial escalar ou do campo. No primeiro caso, tomamos finalmente $\vec{B} = \mu_0 \nabla \phi$. A decisão de qual caminho seguir depende da facilidade de cálculo em cada caso. Em particular, as configurações com simetria azimutal oferecem o uso de propriedades matemáticas interessantes [22]. A ideia básica é encontrar o potencial escalar no eixo de simetria (eixo z em nosso caso), que é relativamente fácil de calcular, e a partir desta função a solução é construída para pontos fora do eixo. Por exemplo, Jackson [23] usou derivadas sucessivas da função axial para encontrar o campo magnético devido a um solenoide. Neste trabalho utilizamos uma propriedade das soluções da equação de Laplace [24]. Esta propriedade, muitas vezes usado no caso do potencial eletrostático, [23, 24] afirma que, se tiver a solução no eixo de simetria expressa em uma série:

$$\phi_{eixo}(z) = \sum_{l=0}^{\infty} \left(U_l z^l + \frac{V_l}{z^{l+1}} \right) \quad (3.4)$$

usando a solução em qualquer ponto do espaço (r, θ) é dada por

$$\Phi(r, \theta) = \sum_{l=0}^{\infty} \left(U_l z^l + \frac{V_l}{z^{l+1}} \right) P_l(\cos \theta), \quad (3.5)$$

onde $P_l(\cos \theta)$ é o polinômio de Legendre de ordem l . Portanto, basta calcular $\Phi_{eixo}(z)$ e expandi-lo em potências de z .

Sabendo disso, dentre as caracterizações de um material quanto as propriedades magnéticas, se faz útil promover estímulo, seja este elétrico ou magnético. Usando as relações de Maxwell's $\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M})$, com um campo aplicado (\vec{H}) é encontrado o valor de magnetização (\vec{M}) correspondente a um campo induzido (B). Usando a relação de dipolo magnético e a lei de Biot-Savart, é encontrado o campo gerado $\vec{B}(\vec{r})$ por uma densidade de corrente $\vec{j}(\vec{r})$ estática,

$$\vec{B} = \frac{\mu_0}{4\pi} \int I \frac{\vec{dl} \times \vec{r}}{r^2}, \quad (3.6)$$

sendo, magnetização volumétrica tratada como variação do momento magnético,

$$M = \frac{dm}{dV}, \quad (3.7)$$

onde dm é a distribuição infinitesimal para o momento magnético e dV valor infinitesimal para volume. Agora tratando de magnetização por área, o valor de magnetização fica, e dA valor infinitesimal para área.

$$M = \frac{dm}{dA}. \quad (3.8)$$

3.3.1 Modelo de um cilindro

Algumas situações experimentais encontradas no trabalho envolvem a modelagem de amostras magnéticas com geometria cilíndrica (ver Figura 3-3). Desta forma, propomos um modelo de um cilindro de corrente de comprimento L . Temos que a magnetização em um ponto qualquer de distância $(z - z_0)$, por campo induzido dado por:

$$\vec{B}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \int_0^{2\pi} \frac{I d\vec{l}' \times \vec{r}'}{|\vec{r}'|^3} \quad (3.9)$$

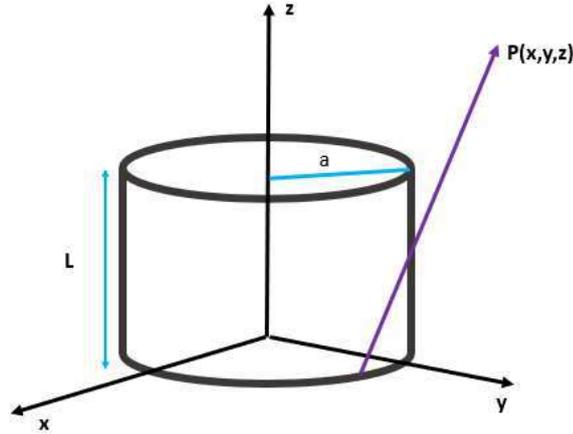


Figura 3-3 Cilindro de raio a e altura L .

Considerando que um cilindro é composto por um conjunto de anis, procederemos ao cálculo do campo magnético em um ponto P . Propomos uma circulação de corrente no sentido anti-horário, aplicando a lei de Biot-Savart para o campo magnético gerado por uma corrente anel com relação ao raio ' a ' e corrente ' I ', obtetemos,

$$Id\vec{l} = I [ad\varphi \cos \theta (-\vec{i}) + ad\varphi \sen \theta (\vec{j})], \quad (3.10)$$

Onde

$$\varphi + \theta = \frac{\pi}{2} \rightarrow \theta = \frac{\pi}{2} - \varphi, \quad (3.11)$$

lembrando da relação trigonométrica dos cossenos, temos,

$$\cos\left(\frac{\pi}{2} - \varphi\right) = \sen\varphi; \quad \sen\left(\frac{\pi}{2} - \varphi\right) = \cos\varphi, \quad (3.12)$$

Assim, o termo de elemento de corrente,

$$Id\vec{l} = I [a \sen \varphi (-\vec{i}) d\varphi + a \cos \varphi d\varphi (\vec{j})] \quad (3.13)$$

$$\vec{r}' = (x - a \cos\varphi) \vec{i} + (y - a \sen\varphi) \vec{j} + (z) \vec{k} \quad (3.14)$$

$$d\vec{l} \times \vec{r}' = (z - z_0) a \cos\varphi d\varphi \vec{i} + \varphi d\varphi \vec{j} + a(a - y \sen\varphi - x \cos\varphi) d\varphi \vec{k} \quad (3.15)$$

$$d\vec{l} \times \vec{r}' = z a \cos\varphi d\varphi \vec{i} + z a \sen\varphi d\varphi \vec{j} + a(a - y \sen\varphi - x \cos\varphi) d\varphi \vec{k} \quad (3.16)$$

Assim, é viável calcular as contribuições de campo induzido nos eixos B_x , B_y e B_z quando há uma corrente elétrica I .

$$B_x(x, y, z) = \frac{\mu_0 I}{4\pi} \int_0^{2\pi} \frac{z a \cos\varphi}{r'^3} d\varphi \quad (3.17)$$

$$B_y(x, y, z) = \frac{\mu_0 I}{4\pi} \int_0^{2\pi} \frac{z a \sen\varphi}{r'^3} d\varphi \quad (3.18)$$

$$B_z(x, y, z) = \frac{\mu_0 I}{4\pi} \int_0^{2\pi} \frac{a(a - y \sin\varphi - x \cos\varphi)}{r'^3} d\varphi \quad (3.19)$$

Agora que já sabemos como calcular para um anel, podemos estender o cálculo para um cilindro, conforme ilustrado na Figura 3-3. Neste contexto, pode-se descrever o campo induzido por um cilindro de comprimento L , raio a e com corrente I para cada dois componentes. Com base z_0 na origem, temos a distância entre $Id\vec{l}$ e o ponto de medição P representado por $\vec{r}' = (x - a \cos\varphi) \vec{i} + (y - a \sin\varphi) \vec{j} + (z - z_0) \vec{k}$. Além disso, $\vec{r} = x \vec{i} + y \vec{j} + z \vec{k}$ representa a distância do ponto de medição P na origem. Para realizar esses cálculos utilizamos a equação 3.9, considerando que \vec{r}' é a distância entre $Id\vec{l}$ e o ponto de medição P , enquanto \vec{r} é a distância do ponto de medição P na origem. Logo,

$$I d\vec{l} = I(a \cos\varphi d\varphi \vec{j} - a \sin\varphi d\varphi \vec{i}) \quad (3.20)$$

$$\vec{r}' = (x - a \cos\varphi) \vec{i} + (y - a \sin\varphi) \vec{j} + (z - z_0) \vec{k} \quad (3.21)$$

$$r'^3 = [(x - a \cos\varphi)^2 + (y - a \sin\varphi)^2 + (z - z_0)^2]^{3/2} \quad (3.22)$$

E considerando a base do cilindro no ponto z_0 na origem. E para encontrar o produto vetorial em ponto P arbitrário é realizado o produto vetorial entre,

$$d\vec{l} \times \vec{r}' = (z - z_0) a \cos\varphi d\varphi \vec{i} + (z - z_0) a \sin\varphi d\varphi \vec{j} + [-a \sin\varphi d\varphi (y - a \sin\varphi) - a \cos\varphi d\varphi (x - a \cos\varphi)] \vec{k} \quad (3.23)$$

$$d\vec{l} \times \vec{r}' = (z - z_0) a \cos\varphi d\varphi \vec{i} + (z - z_0) a \sin\varphi d\varphi \vec{j} + a(a - y \sin\varphi - x \cos\varphi) d\varphi \vec{k} \quad (3.24)$$

Assim, as componentes do campo magnético ficaram descritas da seguinte forma, para a componente x ,

$$B_x(x, y, z) = \frac{\mu_0 I \pi a^2}{4\pi L \pi a^2} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{(z - z_0) a \cos\varphi}{r'^3} d\varphi dz_0 \quad (3.25)$$

$$B_x(x, y, z) = \frac{\mu_0 m_x}{4\pi V} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{(z - z_0) a \cos\varphi}{r'^3} d\varphi dz_0 \quad (3.26)$$

$$B_x(x, y, z) = \frac{\mu_0 M_z}{4\pi} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{(z - z_0) a \cos\varphi}{r'^3} d\varphi dz_0 \quad (3.27)$$

Para componente y ,

$$B_y(x, y, z) = \frac{\mu_0 I \pi a^2}{4\pi L \pi a^2} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{(z - z_0) a \sin \varphi}{r'^3} d\varphi dz_0 \quad (3.28)$$

$$B_y(x, y, z) = \frac{\mu_0 m_y}{4\pi V} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{(z - z_0) a \sin \varphi}{r'^3} d\varphi dz_0 \quad (3.29)$$

$$B_y(x, y, z) = \frac{\mu_0 M_z}{4\pi} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{(z - z_0) a \sin \varphi}{r'^3} d\varphi dz_0 \quad (3.30)$$

Para componente z,

$$B_z(x, y, z) = \frac{\mu_0 I \pi a^2}{4\pi L \pi a^2} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{a(a - x \cos \varphi - y \sin \varphi)}{r'^3} d\varphi dz_0 \quad (3.31)$$

$$B_z(x, y, z) = \frac{\mu_0 m_z}{4\pi V} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{a(a - x \cos \varphi - y \sin \varphi)}{r'^3} d\varphi dz_0 \quad (3.32)$$

$$B_z(x, y, z) = \frac{\mu_0 M_z}{4\pi} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{a(a - x \cos \varphi - y \sin \varphi)}{r'^3} d\varphi dz_0 \quad (3.33)$$

onde m_x , m_y , m_z é o momento magnético na direção x , y e z em Am^2 , V é o volume da amostra em m^3 , M_x , M_y e M_z é a magnetização na direção x , y e z do cilindro em A/m , as distâncias estão em metros e \vec{B} em Tesla. Para obter a magnetização específica em Am^2/kg basta dividir a magnetização em A/m pela densidade da amostra em kg/m^3 .

3.3.2 Modelo de uma esfera

Para determinar o campo magnético induzido em uma esfera quando um campo magnético externo é aplicado, é possível usar o modelo de Biot-Savart. O modelo de Biot-Savart descreve o campo magnético gerado por um elemento infinitesimal de corrente. Para calcular o campo magnético induzido em um ponto de interesse $P(x, y, z)$ devido a uma esfera é preciso ter informações do vetor de posição $\vec{r} = (x - x') \vec{i} + (y - y') \vec{j} + (z - z_0) \vec{k}$, a qual o elemento de corrente é dado por $d\vec{l} = Id\varphi \sin(\theta) d\theta d\varphi$ e assim gera o elemento Campo magnético infinitesimal.

$$dB = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{(d\vec{l} \times \vec{r})}{r^3} \quad (3.34)$$

O campo magnético total equivalente para as três coordenadas, é dado por,

$$\vec{B}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \int_0^{2\pi} \frac{Id\vec{l} \times \vec{r}'}{|\vec{r}'|^3} \quad (3.35)$$

como mostra a Figura 3-4, temos a representação da esfera de raio a , onde escrevendo em coordenadas esféricas é calculado o campo de interesse em um determinado ponto $P(x, y, z)$. No caso do no nosso trabalho, o ponto de interesse é a distância entre a amostra e o sensor ($z - z_0$) e r' (x', y', z') são as coordenadas de um ponto na superfície da esfera condutora, (φ, θ) são ângulos que descrevem a posição do elemento de corrente na esfera, I é a corrente induzida na esfera μ_0 é a permeabilidade do vácuo.

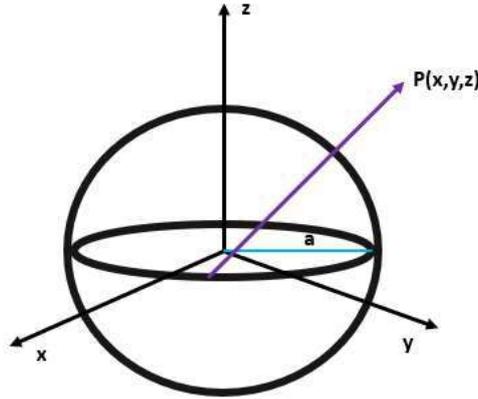


Figura 3-4 Esfera de raio a .

E assumindo que a base da esfera está em z_0 na origem. Encontramos que:

$$B_x(x, y, z) = \frac{\mu_0 M_x}{4\pi V} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{(z - z_0) a \cos\varphi}{r'^{3/5}} d\varphi dz_0 \quad (3.36)$$

$$B_y(x, y, z) = \frac{\mu_0 M_y}{4\pi V} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{(z - z_0) a \sin\varphi}{r'^{3/5}} d\varphi dz_0 \quad (3.37)$$

$$B_z(x, y, z) = \frac{\mu_0 M_z}{4\pi V} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{a(a - x \cos\varphi - y \sin\varphi)}{r'^{3/5}} d\varphi dz_0 \quad (3.38)$$

essas são as equações integrais para os componentes do campo magnético induzido por uma esfera condutora de raio a . Lembre-se de que é necessário realizar as integrações numéricas substituindo os valores adequados para x, y, z, x', y' e z' e considerando a corrente I circulando na esfera.

3.3.3 Modelo de dipolo magnético

Em um modelo em que a geometria da amostra não é levada em consideração, é utilizado o modelo de dipolo magnético. Esse modelo pressupõe a existência de um único dipolo magnético localizado no centro da amostra. Na Figura 3-5 podemos observar o campo magnético gerado por um dipolo magnético com momento \vec{m} na origem. A equação (3.14) que representa o campo produzido pelo dipolo magnético pontual,

$$\vec{B}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \left[\frac{3 \vec{r}(\vec{m} \cdot \vec{r})}{r^5} - \frac{\vec{m}}{r^3} \right] \quad (3.39)$$

Nessa equação, $\vec{B}(\vec{r})$ representa o vetor do campo magnético no ponto (x, y, z) , μ_0 é a permeabilidade magnética do vácuo (uma constante), \vec{m} é o vetor do momento magnético do dipolo, \vec{r} é o vetor de posição do ponto em relação à origem do dipolo magnético e r é a distância entre o ponto e a origem do dipolo.

O modelo de dipolo magnético é uma representação simplificada de um campo magnético gerado por um dipolo magnético pontual. Nesse modelo, consideramos a existência de um único dipolo magnético localizado em um ponto específico, normalmente chamado de origem, e o campo magnético gerado por esse dipolo é avaliado em todas as coordenadas x, y e z [23].

A equação que descreve o campo magnético produzido por um dipolo magnético pontual em qualquer ponto (x, y, z) é conhecida como lei de Biot-Savart modificada:

$$\vec{B}(x, y, z) = \frac{\mu_0}{4\pi} \left[\frac{3(x\vec{i} + y\vec{j} + z\vec{k})(m_x\vec{i} + m_y\vec{j} + m_z\vec{k})}{(x^2 + y^2 + z^2)^{5/2}} - \frac{m_x\vec{i} + m_y\vec{j} + m_z\vec{k}}{(x^2 + y^2 + z^2)^{3/2}} \right] \quad (3.40)$$

Essa equação ilustra como o campo magnético varia em relação às coordenadas x, y e z , levando em consideração o momento magnético do dipolo e a distância do ponto em relação à origem. O modelo de dipolo magnético é uma aproximação útil para descrever o comportamento de campos magnéticos em várias situações, desde que a geometria da amostra seja ignorada ou aproximadamente simétrica em relação à origem do dipolo e como também o problema trabalho esteja sendo tratado como distâncias pequenas.

Além disso, como mostrado na Figura 3-5 esse momento magnético pode ser projetado nos eixos x, y e z , como $\vec{m} = m_x\vec{i}$. No entanto, podemos extrapolar para os demais eixos, $\vec{m} = m_y\vec{j}$ e $\vec{m} = m_z\vec{k}$, e encontrar o campo magnético induzido, conforme segue:

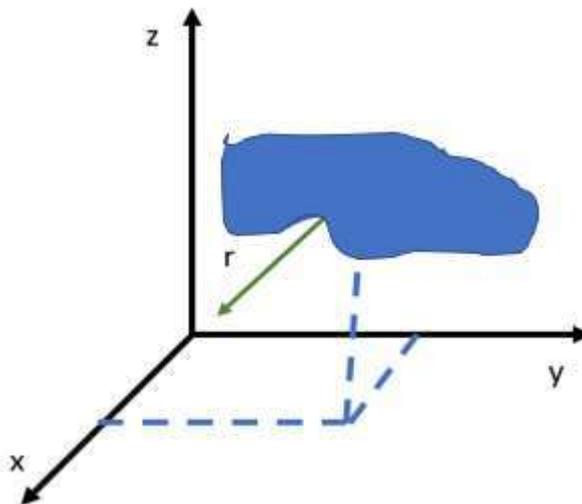


Figura 3-5 Dipolo localizado em na origem a uma distância r de um sensor localizado na origem.

$$B_x(x, y, z) = \frac{\mu_0}{4\pi} \left[3 \frac{(x^2 m_x + xy m_y + xz m_z)}{(x^2 + y^2 + z^2)^{5/2}} - \frac{m_x}{(x^2 + y^2 + z^2)^{3/2}} \right] \quad (3.41)$$

$$B_y(x, y, z) = \frac{\mu_0}{4\pi} \left[3 \frac{(xy m_x + y^2 m_y + yz m_z)}{(x^2 + y^2 + z^2)^{5/2}} - \frac{m_y}{(x^2 + y^2 + z^2)^{3/2}} \right] \quad (3.42)$$

$$B_z(x, y, z) = \frac{\mu_0}{4\pi} \left[3 \frac{(xz m_x + yz m_y + z^2 m_z)}{(x^2 + y^2 + z^2)^{5/2}} - \frac{m_z}{(x^2 + y^2 + z^2)^{3/2}} \right] \quad (3.43)$$

3.4 Curvas de Magnetização

As propriedades magnéticas de um material podem ser investigadas por meio de medidas dos valores da magnitude de magnetização em função do campo magnético aplicado, conhecido como curvas MxH [25]. Esse processo envolve um ciclo que mede a magnetização do material desde um campo inicial de $H = 0$ até alcançar os valores de campo em que o material atinge sua magnetização máxima (sendo o material ferromagnético por exemplo), chamada de magnetização de saturação, M_s . Em seguida, o campo magnético é reduzido novamente até zero, resultando na magnetização remanente, M_r , que é a magnetização residual do material sem a aplicação de campo magnético [26]. A partir desse ponto, o campo é aplicado na direção oposta até que a magnetização seja nula, e esse ponto é chamado de campo coercivo, H_c [26]. O campo continua sendo aplicado na mesma direção até que a amostra esteja saturada novamente. Esse processo se repete até que o material atinja seu outro valor de magnetização (na região de campos magnéticos aplicado positivo), encerrando o ciclo conhecido como ciclo de histerese [27].

Os diferentes tipos de ordenamentos magnéticos podem ser identificados por meio de curvas de histerese, conforme ilustrado na Figura 3-6. A curva contínua em preto representa o ciclo típico de um material ferromagnético, com um campo coercivo e magnetização remanescente. A curva contínua vermelha corresponde a um material superparamagnético, que exibe uma resposta magnética elevada, porém não possui campo coercivo nem magnetização de saturação. A curva contínua azul representa um material diamagnético, que responde de maneira oposta ao campo magnético aplicado e possui uma intensidade de sinal magnético muito baixo, também não apresentando coercividade nem remanência [25]. Por fim, a curva contínua em verde ilustra o comportamento de um paramagnético [28].

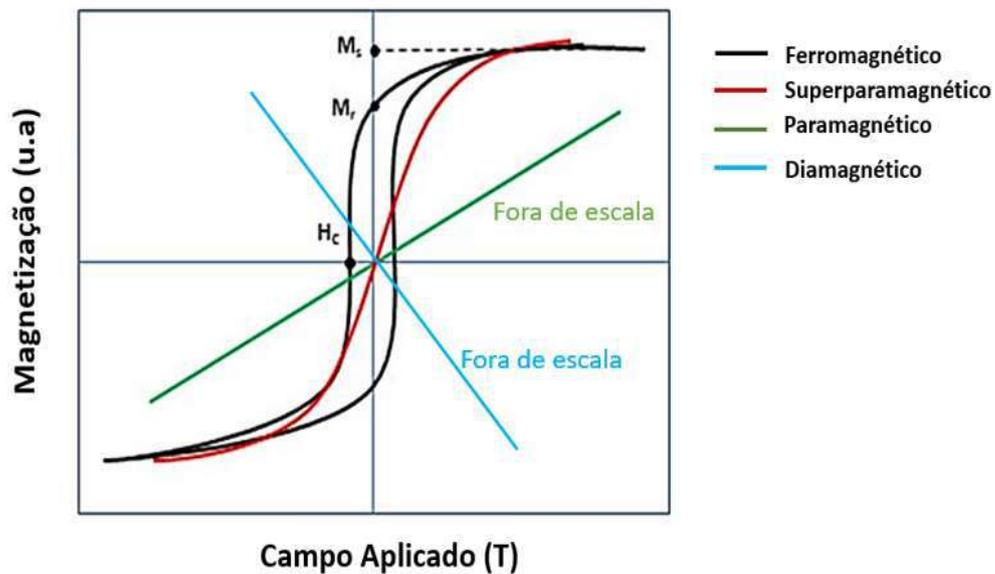


Figura 3-6 Ciclo de histerese fora de escala para diferentes materiais magnéticos. Imagem adaptada da fonte [30].

A magnetização de um material em resposta a um campo magnético externo está basicamente relacionada à movimentação e orientação dos domínios magnéticos presentes no material [23]. A interação entre esses domínios e seus vizinhos influencia a forma da curva de magnetização e, por consequência, as propriedades magnéticas do material [29]. A Figura 3-7 ilustra o processo de movimentação dos domínios magnéticos em partículas com multidomínios. Inicialmente, os domínios estão orientados aleatoriamente (item 1 da Figura 3-7). Conforme o campo magnético aumenta, as paredes de domínio começam a se mover, até que todos os domínios estejam alinhados com o campo (Nesta fase pode ser representado por um único domínio magnético, resultando na magnetização de saturação, conforme mostrado nos itens 2 e 5 da Figura 3-7 [25]).

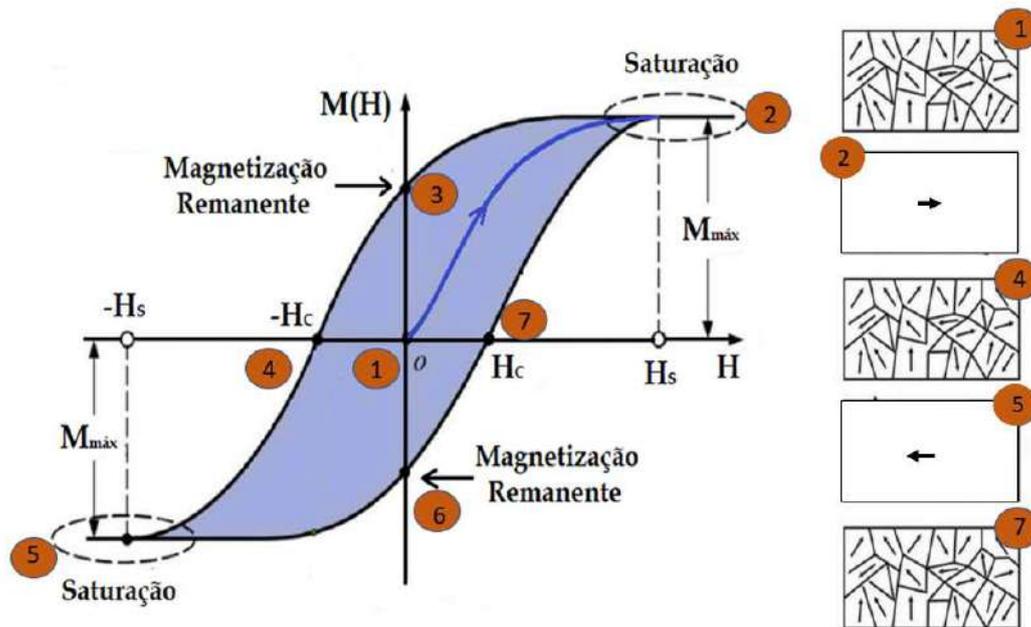


Figura 3-7 Curva de histerese típica de materiais ferromagnéticos. Nela é possível observar a variação da magnetização em função do campo aplicado. Imagem adaptada da Fonte [26].

Quando um material está na magnetização remanente, os domínios não estão completamente alinhados devido à ausência de campo magnético aplicado. No entanto, a configuração dos domínios permanece de tal forma que resulta em uma magnetização residual (itens 3 e 6 da Figura 3-7). Os itens 4 e 7 representam o momento em que a amostra está sujeita ao campo coercivo, e os domínios são novamente distribuídos aleatoriamente. No caso de partículas consideradas como monodomínio, o processo de magnetização ocorre exclusivamente por meio da orientação dos momentos magnéticos [31].

Para alcançar a saturação, materiais com alta coercividade, conhecidos como materiais magnéticos duros (*hard materials*), como mostra Figura 3-8(a) [32], primeiro precisam mover as paredes de domínio e, em seguida, girar os momentos magnéticos, superando a reversão da magnetização devido à anisotropia magnética. Isso requer uma energia maior do que simplesmente alinhar os momentos magnéticos. Essa energia necessária para a saturação do material é chamada de energia magnetostática do sistema e está relacionada à área dentro do ciclo de histerese [33].

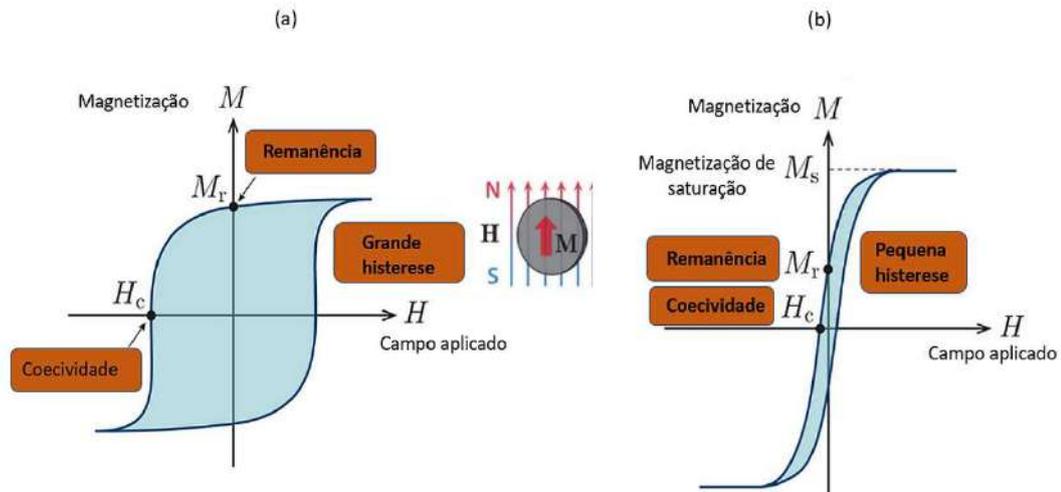


Figura 3-8 Comportamento de histerese para diferentes materiais. (a) Materiais duro e (b) materiais mole. Imagem adaptada da fonte [34].

Por outro lado, existem materiais com baixa coercividade, conhecidos como materiais moles ou soft materials, ver Figura 3-7(b) que requerem muito menos energia, ou até mesmo nenhuma, para girar as paredes de domínio. Esses materiais possuem um campo coercivo baixo.

3.5 Óxidos de Ferro

A nanotecnologia desempenha um papel fundamental no avanço científico, permitindo a manipulação da matéria em uma escala em que os materiais apresentam características distintas das observadas em escalas micro e macro. Essas mudanças de propriedades são resultado do aumento significativo na relação área de superfície/volume. Um exemplo de materiais que se enquadram nessa categoria são os óxidos de ferro, compostos formados pela combinação dos elementos químicos ferro (Fe) e oxigênio (O), como a magnetita (Fe_3O_4), magnemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) e hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) [35], conforme ilustrado na Figura 3-9.

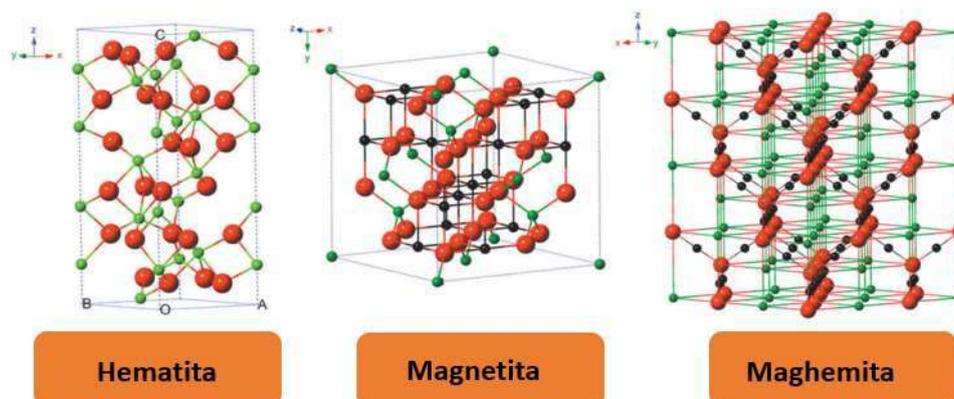


Figura 3-9 Representação da estrutura química dos óxidos de Ferro, variando os arranjos. Imagem adaptada da Fonte [36].

Os hidróxidos e óxidos hidróxidos de ferro são compostos formados pela combinação dos elementos químicos ferro com íon hidroxila, como a goetita (α -FeOOH) e outros [35]. No contexto atual, os nanomateriais magnéticos, como o óxido de ferro, especialmente a magnetita (Fe_3O_4), têm encontrado diversas aplicações em áreas como transporte de medicamentos e agentes de contraste em ressonância magnética. Para essas aplicações, é crucial controlar certos parâmetros durante a síntese, como o tamanho e a forma das nanopartículas. Um controle preciso do tamanho e da distribuição dessas partículas é crucial para manipular as propriedades do material. Dependendo do tamanho das partículas, é possível obter comportamento superparamagnético, o qual possui aplicações na área biomédica, como por exemplo, o tratamento de hipertermia. [3]. As propriedades do óxido de ferro variam de acordo com o tamanho das partículas, especialmente quando um campo magnético externo é aplicado. Características como magnetização remanente e coercividade são determinadas pelo tamanho das partículas. É amplamente conhecido que ocorrem alterações abruptas nas propriedades magnéticas quando o tamanho das partículas é reduzido da escala do micrômetro para a escala do nanômetro. Na escala nanométrica, ocorrem fenômenos de tamanho finito e efeitos de superfície que passam a influenciar significativamente o comportamento magnético de nanopartículas individuais. Frenkel e Dorfman [37] foram os pioneiros em sugerir que partículas de materiais ferromagnéticos abaixo de um tamanho crítico (geralmente inferior a 15 nm para materiais comuns) consistem em domínios magnéticos favoráveis a orientação do campo aplicado, onde a qual, apresentam um estado de magnetização uniforme sob a influência do campo magnético.

Conforme mencionado anteriormente, o tamanho das partículas desempenha um papel crucial nas propriedades da magnetização remanescente e da força coerciva [35]. Quando as partículas de óxido de Ferro são grandes, elas reduzem sua energia magnetostática ao formar domínios magnéticos, resultando em um menor momento magnético remanescente. Os domínios magnéticos são regiões dentro da partícula onde a magnetização é uniforme e são separados por paredes de domínio, onde a direção da magnetização muda gradualmente de um domínio para outro. A largura de uma parede de domínio, denotada por " d_w ", é determinada pelas energias de troca magnética e anisotropia, e pode ser aproximadamente calculada pela fórmula [38].

$$d_w = \left(\frac{kT_c}{Ka^3} \right)^{\frac{1}{2}} a \quad (3.44)$$

onde k é a constante de Boltzmann, T_c é a temperatura de Curie, K é a energia de anisotropia por unidade de volume e a é o espaçamento atômico.

3.6 Sistema de leitura Lock-in.

A medição com amplificadores Lock-In é utilizada em diversas técnicas da física da matéria condensada para o tratamento de sinais [39]. O amplificador Lock-In utiliza o conhecimento do domínio do tempo do sinal para extrair o ruído de fundo, empregando um esquema de detecção de sinal com filtros passa-baixa para medir a amplitude e a fase do sinal em relação a um sinal de referência periódico [40]. A abordagem do uso de amplificadores Lock-In foi documentada aproximadamente na década de 1960 [39]. O principal objetivo deste instrumento é realizar medições de sinais de baixa intensidade na presença de ruídos de magnitude semelhante à medida [40].

A técnica utilizada pelos amplificadores Lock-In para a recuperação do sinal é chamada de detecção sensível à fase, detecção síncrona ou detecção coerente. Essa técnica consiste basicamente em um processo de multiplicação e filtragem. O nome da técnica indica que o processamento Lock-In descartará qualquer sinal que não esteja sincronizado com o sinal de referência. Ou seja, sinais que não apresentarem coerência com o sinal de referência são descartados. A Figura 3-10 ilustra os blocos funcionais da detecção síncrona.

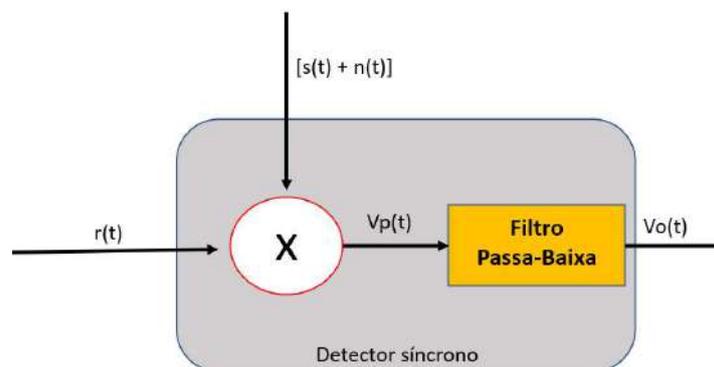


Figura 3-10 Princípio de funcionamento de detecção síncrona no Lock-In.

O bloco consiste em um multiplicador e um filtro passa-baixas. O detector síncrono recebe como entrada os sinais $[s(t) + r(t)]$, que representam o sinal de interesse contaminado com ruído e o sinal de referência $n(t)$. É importante ressaltar que esses sinais foram gerados pela mesma fonte e possuem a mesma frequência. Por outro lado, o sinal de ruído $r(t)$ é considerado aleatório e não possui a mesma modulação dos sinais de interesse e de referência [41].

Após a multiplicação dos sinais, obtém-se o sinal $V_p(t)$, que é processado por um filtro passa-baixas. Na saída do filtro, temos o sinal $V_0(t)$, que está relacionado ao sinal de interesse. Essas duas etapas são suficientes para eliminar as componentes indesejadas e recuperar o sinal [41,42].

Os amplificadores Lock-In podem ser de uma ou duas fases (ver Figura 3-11). Um amplificador Lock-In de uma fase possui apenas um bloco de "detector síncrono", onde ele recebe o sinal de referência e o sinal de interesse. Por outro

lado, um amplificador Lock-In de duas fases possui dois blocos de "detector síncrono". No bloco de "detector síncrono 1", ele recebe o sinal de interesse e o sinal de referência. No bloco de "detector síncrono 2", ele recebe o sinal de interesse e o sinal de referência defasado em 90 graus [41].

Através do desenvolvimento das equações do amplificador Lock-In, é possível demonstrar como as componentes indesejadas do sinal são descartadas e como o sinal de saída do bloco de detector síncrono se relaciona com o sinal de interesse. No bloco de "detector síncrono 1", os sinais de interesse $s(t)$ e de referência $r(t)$ são representados por

$$s(t) = A\cos(w_s t + \theta) \quad (3.45)$$

$$r(t) = B\cos(w_r t + \varphi) \quad (3.46)$$

onde as variáveis w_s e w_r são as frequências angulares do sinal de interesse e do sinal de referência respectivamente e, θ e φ são as fases. Esses sinais são multiplicados entre si ao entrarem no bloco detector síncrono 1, resultando em

$$s(t)r(t) = AB\cos(w_s t + \theta) \cos(w_r t + \varphi) \quad (3.47)$$

$$\cos(x) \cos(y) = \frac{1}{2} [\cos(x - y) + \cos(x + y)] \quad (3.48)$$

esta expressão pode ser posta na forma,

$$s(t)r(t) = AB[(\cos w_s t + \theta - w_r t - \varphi) + \cos(w_s t + \theta + w_r t + \varphi)] \quad (3.49)$$

$$s(t)r(t) = \frac{AB}{2} \{[\cos(w_s - w_r)t + (\theta - \varphi)] + [\cos((w_s + w_r)t + (\theta + \varphi))]\} \quad (3.50)$$

Como o processamento Lock-In requer que a frequência do sinal de interesse e a frequência do sinal de referência sejam iguais, tem-se $w_s = w_r$, de tal modo que,

$$s(t)r(t) = \frac{AB}{2} \{[\cos(\theta - \varphi)] + [\cos(2w_s t + (\theta + \varphi))]\} \quad (3.51)$$

O sinal resultante consiste em uma componente DC e uma componente AC. Sua formação depende das amplitudes dos sinais de interesse ($s(t)$) e de referência ($r(t)$), do cosseno da diferença entre as fases (θ e φ) e do cosseno do dobro da frequência do sinal de interesse. Ao ser filtrado por um filtro passa-baixas, obtém-se como resultado,

$$U_1 = \frac{AB}{2} \cos(\theta - \varphi) \quad (3.52)$$

No bloco de "detector síncrono 2", os sinais de interesse e referência estão deslocados em 90 graus. Os cálculos matemáticos realizados são semelhantes aos do bloco anterior, resultando em um valor de saída que está relacionado com a amplitude e a fase do sinal de interesse [41].

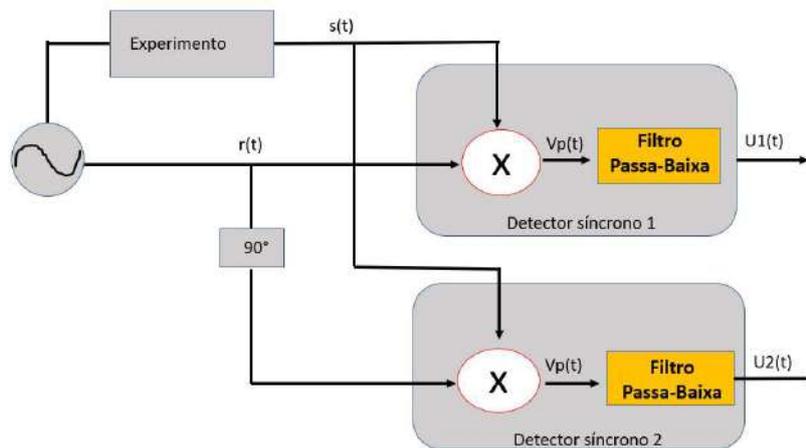


Figura 3-11 Diagrama do Lock-In para duas fases.

$$U_2 = \frac{AB}{2} \text{sen}(\theta - \varphi) \quad (3.53)$$

Os valores U_1 e U_2 fornecem informações de magnitude e fase do sinal de interesse. A magnitude e a fase pode ser calculadas,

$$M = \sqrt{U_1^2 + U_2^2} \quad (3.54)$$

$$F = \tan^{-1} \left(\frac{U_2}{U_1} \right) \quad (3.55)$$

3.7 Técnica de Delta Mode (DM)

A técnica de Delta Mode (DM) da empresa Keithley consiste nas medições de baixo ruído de tensões e resistências. Na técnica é incorporado o uso de um Nanoltímetro, no modelo 2182A e uma fonte de corrente externa no modelo 6220 acionável [43,44]. Essencialmente, a técnica DM consiste em aplicação de ciclos curtos (10^{-3} s) de corrente alternando a polarização de onda quadrada (ou seja, a cada ciclo inverte o sentido da polarização da corrente, no sentido positivo para negativo, ou vice versa) com a finalidade de calcular o valor de voltagem entre cada ciclo. Uma das vantagens da implementação desse método de ciclos curtos de

corrente contínua deve-se a possibilidade de usar-se correntes superiores aos limites impostos no setup sem que haja danificação, como por exemplo, evitar a danificação no circuito de alimentação de um sensor [40].

Outra vantagem dessa técnica, deve-se a reversão de corrente que cancela quaisquer deslocamentos termoeletricos constantes, garantindo que os resultados reflitam o valor real da tensão [43, 44]. Para entender o funcionamento desta técnica, é preciso entender como a voltagem termoeletrica afeta nas medidas. Em curto prazo, a variação termelétrica pode ser aproximada por uma função linear e os desvios causados pelos efeitos termoeletricos, onde observa-se uma aproximação linear [43, 44].

Em alguns trabalhos anteriores [3, 7, 12, 45], amplificadores Lock-In foram utilizados em microscopia magnética de fio para medir o sinal elétrico de dois sensores de efeito Hall. Porém, estes amplificadores apresentam algumas limitações na leitura de tensão para medições de amostras dentro da faixa de $< 100 \text{ M}\Omega$. Em casos que a resistência varia como a variação da tensão aplicada, usar o método DM torna-se ainda vantajoso. Pois, quando a resistência varia linearmente com a tensão, é possível obter uma relação direta entre as variações de tensão e corrente no sistema. O método DM, ao corrigir os efeitos termoeletricos, evita a interferência indesejada que pode ocorrer devido a gradientes de temperatura, minimizando assim os erros nas medições.

Outro ponto importante a ser levado em conta é a faixa de frequência de operação do sistema DM. Nesse sentido, é proposto uma comparação entre as duas técnicas DM e Lock-In como a título de exemplo. Na Figura 3-12 mostra o espectro de densidade de energia, onde uma medida em baixa frequências para um amplificador Lock-In tem-se duas vezes (ou mais) de ruído de fundo quando se comparado com método DM, e o ruído de tensão $1/f$ é dez vezes maior.

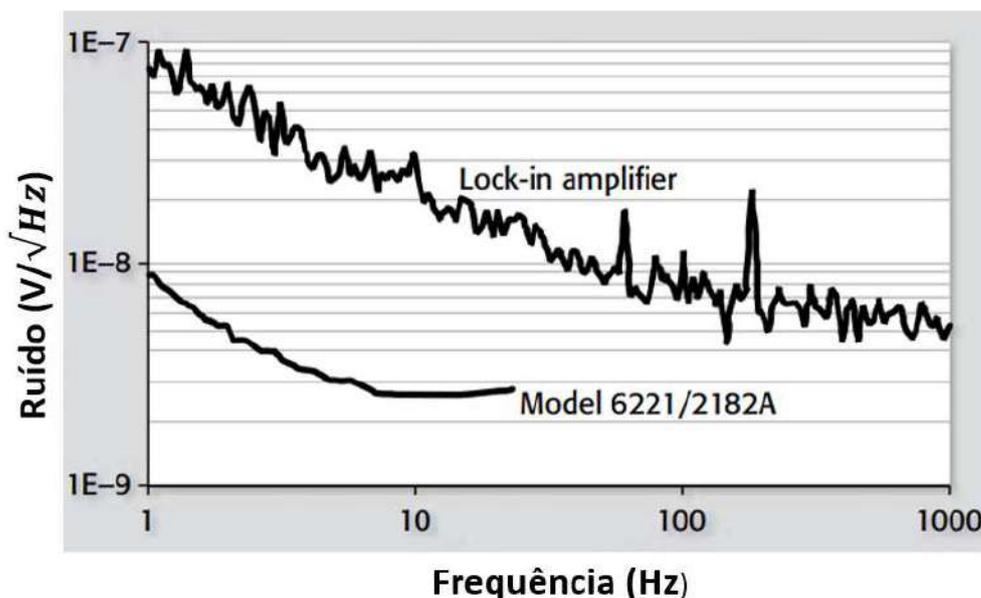


Figura 3-12 Comparação de ruído de um amplificador lock-In típico e medição de reversão DC sistema Delta Mode. Imagem adaptada da Fonte [40].

Optar por uma frequência alta de referência no Lock-In pode ser benéfico ao lidar com ruído no sinal de interesse. Isso se deve ao fato de que o ruído tende a ser mais pronunciado em baixas frequências e diminui à medida que a frequência aumenta. Ao selecionar uma frequência alta como referência no Lock-In, é possível direcionar a detecção para as componentes de alta frequência do sinal de interesse. Como o ruído é mais predominante em frequências mais baixas, escolher uma frequência alta ajuda a reduzir a influência do ruído indesejado no sinal amplificado e detectado. Além disso, ao utilizar uma frequência alta, é possível aumentar a largura de banda do filtro passa-baixa utilizado no Lock-In. Isso permite que um intervalo maior de frequências seja detectado, aumentando a sensibilidade à presença do sinal de interesse e melhorando a relação sinal-ruído.

No entanto, é importante realizar considerações ao escolher a frequência de referência no Lock-In, como a resposta do sistema, a frequência do sinal de interesse e a interferência de fontes externas. Cada aplicação pode ter requisitos específicos, e a frequência de referência deve ser ajustada de acordo com as necessidades da medição em questão.

Em baixas frequências, o ruído térmico e o ruído de $1/f$ (flicker noise) podem ser mais significativos, dificultando a obtenção de medições precisas. No entanto, a técnica DM ajuda a superar esses desafios, permitindo a medição diferencial do sinal. Ao utilizar o DM, é possível obter uma leitura precisa da diferença de tensão entre dois pontos, em vez de medir diretamente em relação a um ponto de referência. Essa abordagem diferencia a medição do sinal real das fontes de ruído comuns, como o ruído de fundo e o ruído de offset, resultando em medições mais precisas do sinal de interesse em relação ao ruído indesejado.

Além disso, o DM possibilita a redução do ruído de $1/f$, uma vez que esse tipo de ruído é geralmente correlacionado entre os dois pontos de medição. Ao subtrair esses ruídos correlacionados na medição diferencial, é possível minimizar sua contribuição para o resultado final. Dessa forma, em baixas frequências, o uso da técnica DM pode melhorar a relação sinal-ruído e aumentar a precisão das medições, permitindo uma caracterização mais confiável de sinais de baixa amplitude e superando os desafios apresentados pelo ruído térmico e pelo ruído de $1/f$.

No caso do sensor de efeito Hall modelo HQ-811 [46] utilizado no trabalho, uma vantagem é a sua capacidade de operar em diferentes faixas de frequência. Isso se deve à possibilidade de adaptação do setup de leitura do MMV. Essa flexibilidade permite a utilização de duas técnicas distintas de alimentação dos sensores, o que é vantajoso para minimizar a influência de outros elementos de circuito que são considerados como ruído de fundo. Dessa forma, ao variar o procedimento de alimentação dos sensores, é possível escolher a técnica mais adequada para cada caso. Isso permite otimizar a relação sinal-ruído e obter medições mais precisas e como também propor alternativas.

E como comentado a utilização da técnica DM entre outros trabalhos e como também uma comparação com os amplificadores Lock-in é analisado agora o princípio de funcionamento da técnica com um exemplo tomado da página 3-30 de

[17], porém modificado para uma situação do trabalho. Nesse caso, supõe a utilização de uma corrente de prova de $\pm 3 \text{ nA}$ e com uma resistência de $R = 1.15 \text{ K } \Omega$. Na primeira situação, se desprezamos as voltagens termelétricas (Fig. 9-1), as leituras de voltagem para cada polarização será de $V_1 = 34,5 * 10^{-6} \text{ V}$, $V_2 = -34,5 * 10^{-6} \text{ V}$ e $V_3 = -34,5 * 10^{-6} \text{ V}$.

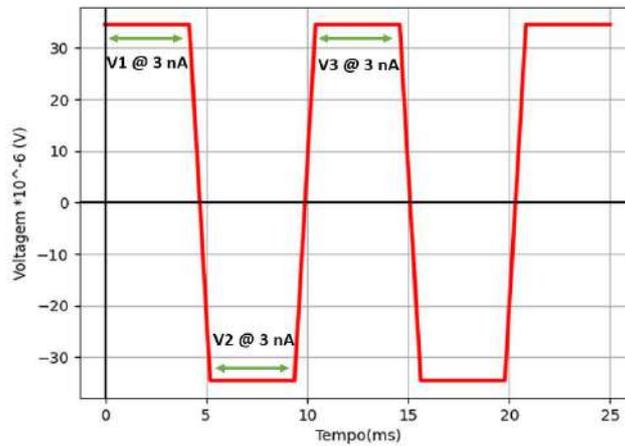


Figura 3-13 Medida de voltagem alternada e ignorando os efeitos termoeletricos, usando uma rotina no Python.

Agora supondo uma perda de generalidade para uma segunda situação, a qual, no sistema de medida a temperatura aumenta linearmente com a medição de uma amostra arbitrária, de tal forma que as leituras de voltagem variam pela qual $Vt = 389 \text{ nV}$ e crescendo 1 nV cada medida.

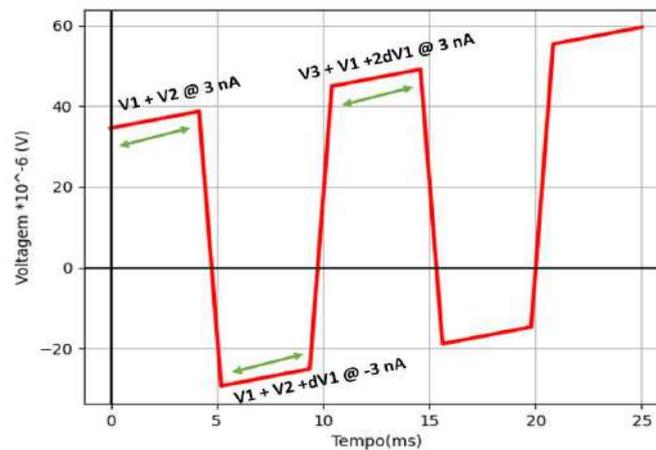


Figura 3-14 Medida de Voltagem com os efeitos termoeletricos.

Sabendo-se da crescente voltagem termoeletrica, as voltagens medidas não serão iguais em magnitude, no entanto, a diferencial absoluta será constante. Logo, a primeira leitura de voltagem é dada por,

$$V_a = \frac{(V_1 + V_2) - (V_2 + V_1 + dV_1)}{2} \quad (3.56)$$

Para a segunda leitura de voltagem temos,

$$Vb = \frac{(V_1 + V_t + 2dV_t) - (V_2 + V_t + dV_t)}{2} \quad (3.58)$$

a voltagem termoelétrica introduz um erro negativo ($-dVt$) em Va e um erro positivo ($+dVt$) em Vb . Premeditando que ambas as quantidades, de incremento é linear, eliminamos complementarmente a voltagem induzida por desvios térmicos,

$$Vf = \frac{Va + Vb}{2} = \quad (3.59)$$

$$\frac{1}{2} \left[\frac{(V_1 + V_2) - (V_2 + V_1 + dV_1)}{2} + \frac{(V_1 + V_t + 2dV_t) - (V_2 + V_t + dV_t)}{2} \right]$$

4 ADAPTAÇÃO DO MICROSCÓPIO MAGNÉTICO DE VARREDURA VIA DELTA MODE

Nesta seção, serão abordadas as instrumentações desenvolvidas durante o trabalho de adaptação do microscópio magnético de varredura. Será discutido o que foi levado em conta na fabricação da placa de circuito impresso como hardware para alimentação e leitura dos sensores, bem como o hardware utilizado para a técnica DM [43, 44] e o controle de refrigeração de eletroímãs utilizando o Arduino. Além disso, serão apresentados o setup final da instrumentação e a elaboração do software para controle, aquisição e processamento de dados.

4.1 Instrumentação de Hardware

4.1.1 Arranjo do circuito de alimentação/leitura dos sensores

Para construção de sistema com sensores Hall numa arquitetura que contenha dois sensores são posicionados no mesmo eixo, denominado de sistema gradiométrico axial para o eixo Z. E é projetado numa placa de circuito impresso voltada para a técnica Delta Mode[43,44] , de modo que, aplica-se uma corrente e realiza a medição da diferença de potencial. Assim, é analisado as pinagens de um sensor de efeito Hall típico, onde consiste em alimentação/input, aterramento (Ground - GND) e saída de leitura/output. No entanto, o modelo HQ-811 (Figura 3.1) possui duas entradas (1 e 3) e duas saídas (2 e 4), permitindo flexibilidade na escolha da polarização do sinal de voltagem lido para um campo magnético arbitrário [46]. Este sensor requer uma alimentação na faixa de 1,0 a 8,5 mA e tem um eixo de sensibilidade perpendicular ao plano do sensor a qual, está localizado no centro (Veja a Figura 4-1 (a)) com um diâmetro de detecção de 0,2 mm e nas dimensões de $1,6 \pm 0,1$ mm para o comprimento e $0,8 \pm 0,1$ mm de largura [46]. Logo, para o trabalho, é necessário montar (Figura 4-1 (b)) um circuito AC/DC para alimentação/leitura com dois sensores (A e B) posicionados no mesmo eixo Z.

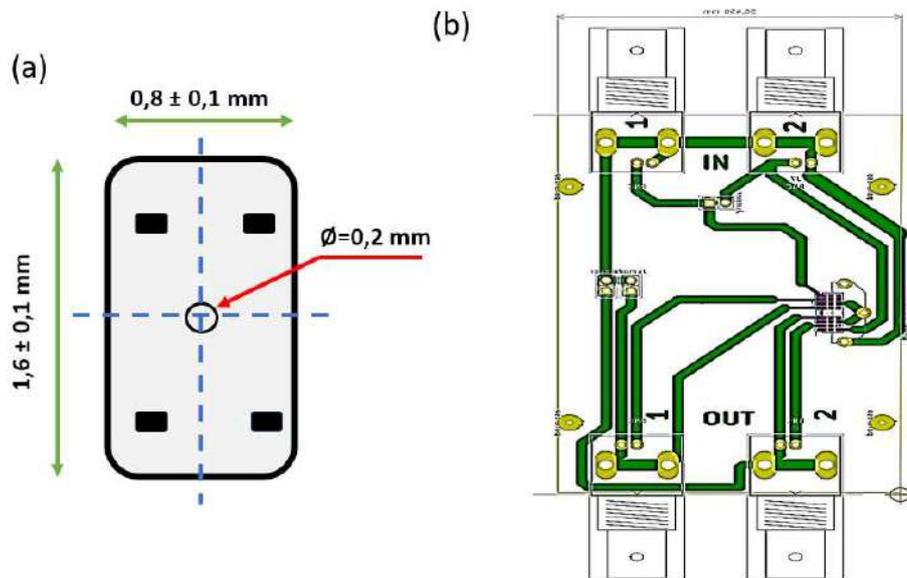


Figura 4-1 Estrutura do arranjo da alimentação dos sensores. (a)- Representação esquemática de alimentação para sensor Hall industrial com dimensões de 1,6 mm de comprimento, 0,8mm de largura e 0,2 mm de diâmetro de detecção para o modelo HQ-811. (b)- Circuito impresso para uma configuração gradiométrica de sensores Hall, onde possui a mesma fonte de alimentação AC e com a possibilidade de leitura em paralelo.

A Figura 4-1(b) ilustra o circuito impresso que foi construído e utilizado para ter acesso aos sensores A e B para as medições de tensão. Nele inclui conectores Bayonet Neill Concelman -BNC para entrada (IN) de alimentação de corrente AC em série para os sensores, na ordem de grandeza de mA, e conectores BNC para saída (OUT) para a leitura de voltagem DC. A leitura é feita em paralelo para cada sensor. Os sensores são conectados à placa por meio de um cabo High-Definition Multimedia Interface -HDMI que é diretamente conectado à estrutura do MMV.

4.1.2 Hardware da Técnica de Delta Mode

Para montagem da técnica de Delta Mode [43,44] é usado um sistema acoplado de dois equipamentos, um Nanovoltímetro, modelo 2182A e uma fonte de corrente, modelo 6220, ambas da marca Keithley. A técnica consiste na fonte de corrente projetada para funcionar em conjunto com Nanovoltímetro, Figura 4-2 (a). A função do Nanovoltímetro é dada para as leituras DC de voltagem em paralelo com uma alimentação de corrente AC. Nesta técnica, consiste na aplicação de um sinal elétrico periódico em formato de onda quadrada, variando a polarização em positiva e negativa, usado como sinal de referência e lido a resposta elétrica de voltagem.

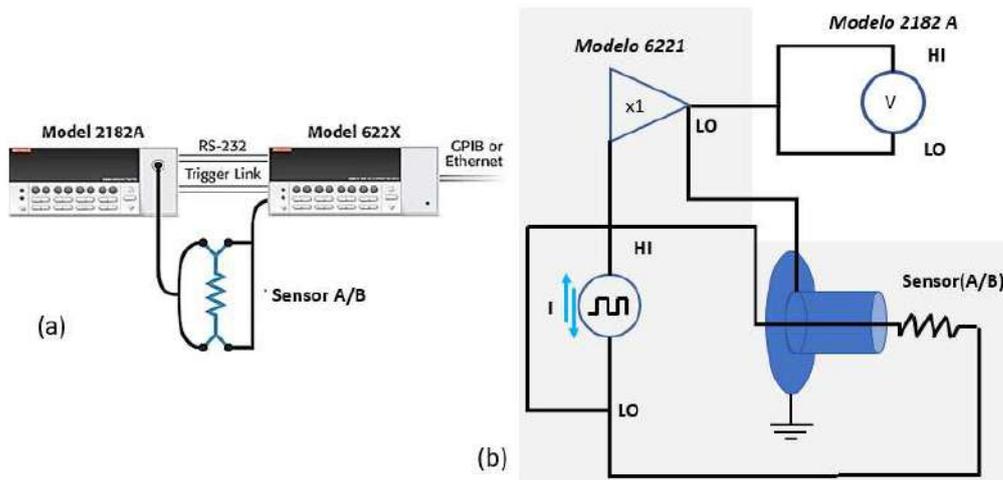


Figura 4-2 Representação da montagem da técnica de delta Mode, em (a)- Apresenta os modelos da Keithley utilizadas. Imagem adaptada da fonte [47]. (b)- As conexões entre as Keithley para o armamento da técnica Delta Mode para um arranjo de circuito com medição DC.

Na Figura 4-2 (b) mostra o funcionamento da técnica, onde simplesmente aplica-se uma corrente em um dispositivo (no caso, os sensores) e mede-se a tensão de resposta, depois inverte-se a corrente e mede-se novamente a tensão. A diferença das duas medições dividida por dois é a resposta de tensão do sensor ao nível de corrente aplicada. Na repetição, o processo e o uso da média reduzem a largura de banda do ruído e, portanto, o ruído [48]. No passado, esta era uma técnica manual com a maioria dos instrumentos, que limitava a velocidade de reversão a frequências baixas, na ordem de 9 Hz [49]. Os instrumentos modernos agora permitem que a técnica seja automatizada e a velocidade de reversão aumente. Onde, a velocidade de reversão define a frequência que domina o ruído. Uma velocidade de reversão mais alta remove melhor o ruído de baixa frequência e o desvio térmico, porque essas fontes de ruído têm menor potência em frequências mais altas [43,44, 47].

Para corrigir de forma precisa o desvio térmico, o método delta utiliza a alternância da polaridade da fonte de corrente (conforme mostrado na Figura 4-3 (b)) e emprega uma média móvel de três leituras de tensão para calcular a resistência. Essas três medidas móveis são calculadas de acordo com o procedimento descrito no manual [43,44],

$$V_{M1} = V_{amostra} + V_{EMF} \quad (4.1)$$

$$V_{M2} = -V_{amostra} + V_{EMF} + \delta V \quad (4.2)$$

$$V_{M3} = V_{amostra} + V_{EMF} + 2\delta V \quad (4.3)$$

onde, V_{M1} , V_{M2} e V_{M3} são as tensões medidas, como mostra na Figura 4-3(a) $V_{amostra}$ tratasse da tensão lida para uma resistência, V_{EMF} é uma constante termoelétrica de offset para diferença de potencial no tempo V_{M1} e δV a constante de termoelétrica que varia linearmente com o tempo [48].

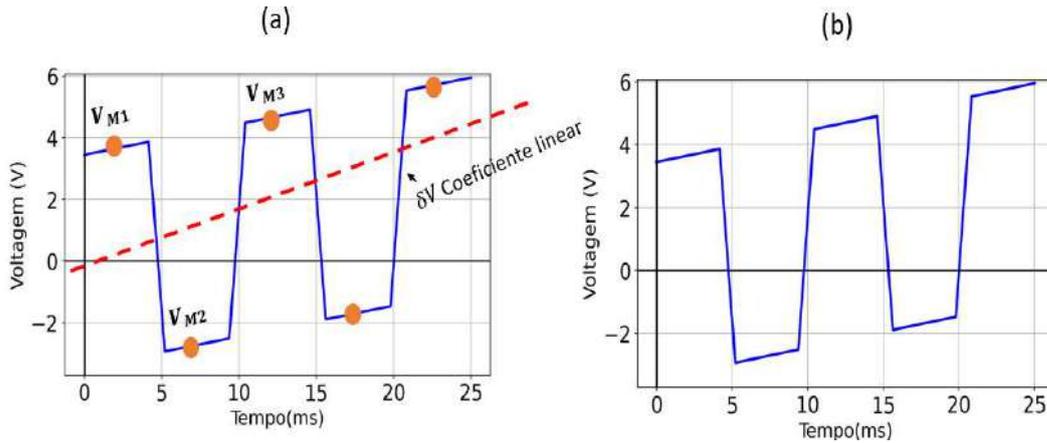


Figura 4-3 Sinais de teste e tensão de erro termoelétrico durante medições de reversão DC (delta).

O cancelamento do deslocamento de tensão termoelétrica (V_{EMF}) e do termo de mudança de tensão termoelétrica (δV) é possível por meio de um cálculo matemático usando as três medições de tensão. No manual [43,44] também descreve como calcular os valores de tensão, como descrito na equação 4.4, 4.5 e 4.6. Primeiro, tome metade da diferença das duas primeiras medições de tensão e chame isso de V_A ,

$$V_A = \frac{(V_{M1} - V_{M2})}{2} = \frac{[(V_{amostra} + V_{EMF}) - (-V_{amostra} + V_{EMF} + \delta V)]}{2} \quad (4.4)$$

$$= V_{amostra} - \delta V/2$$

Da mesma forma, tome metade da diferença da segunda (V_{M2}) e da terceira (V_{M3}) medição de tensão e chame este termo de V_B ,

$$V_B = \frac{(V_{M3} - V_{M2})}{2} = \frac{[(V_{amostra} + V_{EMF} + 2\delta V) - (-V_{amostra} + V_{EMF} + \delta V)]}{2} \quad (4.5)$$

$$= V_{amostra} + \delta V/2$$

Cada um desses resultados eliminou a constante de offset, V_{EMF} , mas ainda contém erros do termo de drift, δV . A média para V_A e V_B , no entanto, é simplesmente,

$$V_f = \frac{V_A + V_B}{2} = V_{amostra} \quad (4.6)$$

A leitura sucessiva pode então ser calculada para reduzir a largura de banda de medição para atingir os níveis de ruído desejados.

Em geral, quanto maior a amplitude da corrente aplicada, maior será a sensibilidade da medida, mas também pode haver um aumento no ruído elétrico, o que pode afetar a qualidade dos dados. A frequência de 100 Hz é uma frequência comum usada na técnica DM [43,44], e pode ser adequada para muitos materiais, mas pode haver variações dependendo das características específicas da amostra. Porém, como estamos trabalhando com materiais de baixa impedância com ordem de 1 k Ω e uma alimentação de 3 mA a frequência de 100 Hz tornou-se adequada.

Entretanto, é importante salientar que esses parâmetros devem ser otimizados para cada tipo de amostra e para as condições experimentais específicas. Além disso, outros parâmetros como a geometria da amostra, o tipo de ponte de medida e a temperatura também podem influenciar os resultados obtidos [48]. Portanto, é importante realizar testes preliminares que são feitos para determinar os melhores parâmetros e que serão descritos no capítulo 5 com os procedimentos de calibração.

4.1.3 Controlador de Refrigeração

No setup dos pares de eletroímãs do MMV é preciso de um sistema de refrigeração para aplicação de correntes de alimentação do par de eletroímãs superiores a 1,5 A. Nesse sentido, a refrigeração do MMV é proporcionada por um equipamento de banho ultratermostático para circulação de água. O equipamento utilizado no trabalho é da empresa QUIMIS LTDA no modelo Q214M. Para o controle de hardware via computador foi construído uma placa de circuito impresso acoplado em série com equipamento de refrigeração com intuito de realizar o controle digital via uma placa de Arduino UNO e um relé. A necessidade deste controle vem do pressuposto da automatização de ativação do fluxo de água para altos valores de corrente no par e eletroímãs e mediante um controle serial da placa de Arduino, bem como da linguagem de programação em Labview (ver Apêndice C) foi possível controlar o refrigerador durante aplicação de diferentes correntes para o mapeamento da amostra.

4.1.4 Setup da Microscopia Magnética de Varredura- MMV

Para modificar a estrutura do microscópio magnético de varredura (MMV) com DM [43,44], é necessário um conjunto de componentes que inclui um eletroímã, sensores Hall, um sistema de Delta Mode composto por uma fonte de corrente e um nanovoltímetro. Além disso, é necessário um filtro para subtrair os sinais dos sensores A e B, uma fonte de corrente para o eletroímã e outros dispositivos para mover a amostra e medir o campo aplicado.

O setup para a construção de um microscópio magnético de varredura com o sistema de leitura utilizando a técnica Delta Mode [43, 44] é composto por diversos componentes importantes. Dentre eles, destacam-se o eletroímã, os sensores Hall, um sistema de Delta Mode, um filtro para subtração de sinais de sensor A e B e uma fonte de corrente para o eletroímã.

Além desses componentes, há também outros equipamentos essenciais para a movimentação da amostra e medição do campo aplicado. Esses componentes, juntos, permitem a criação de um campo magnético controlado e a varredura da amostra, permitindo a obtenção de imagens de alta resolução na direção “z” e a detecção do comportamento magnético da amostra por meio da varredura e mapeamento da superfície.

Na Figura 4-4, é possível observar a estrutura completa do sistema, que será controlado remotamente por meio de um cabo General Purpose Interface Bus - GPIB. Já na Figura 4-5, é apresentada uma ampliação da estrutura para a detecção do comportamento magnético da amostra por meio de varredura.

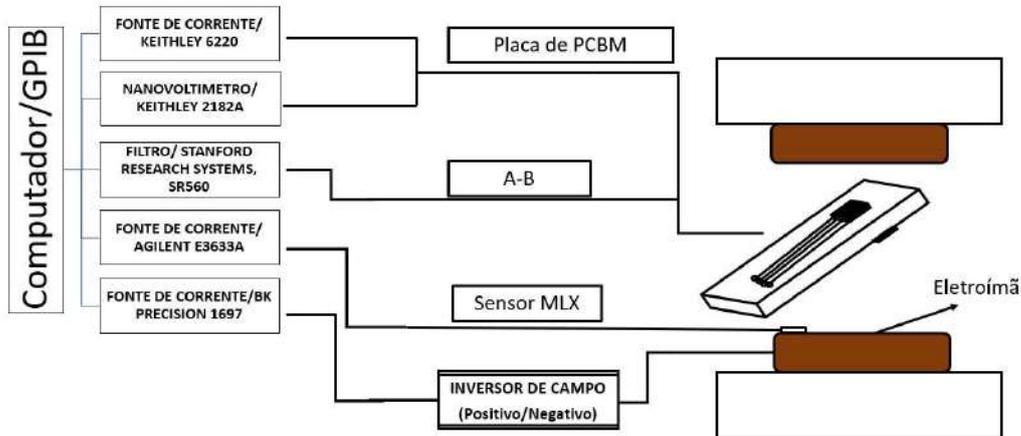


Figura 4-4 Diagrama geral do setup MMV via Delta Mode.

Os eletroímãs são alimentados por uma fonte de corrente, permitindo controlar a intensidade do campo magnético gerado. Os sensores de efeito Hall na estrutura gradiométrica medem a intensidade do campo magnético na amostra, permitindo a construção de um mapa do campo magnético induzido da amostra.

Além disso, o conjunto de atuadores possibilita a movimentação do braço mecânico no eixo X e Y, possibilitando a obtenção de imagens de mapeamento de alta resolução. A amostra é posicionada em uma placa adaptativa para conexão HDMI, na qual ficam fixados os sensores Hall e o sensor Triaxis® Micropower Magnetometer MLX902.51, utilizado para medir o campo aplicado na amostra.

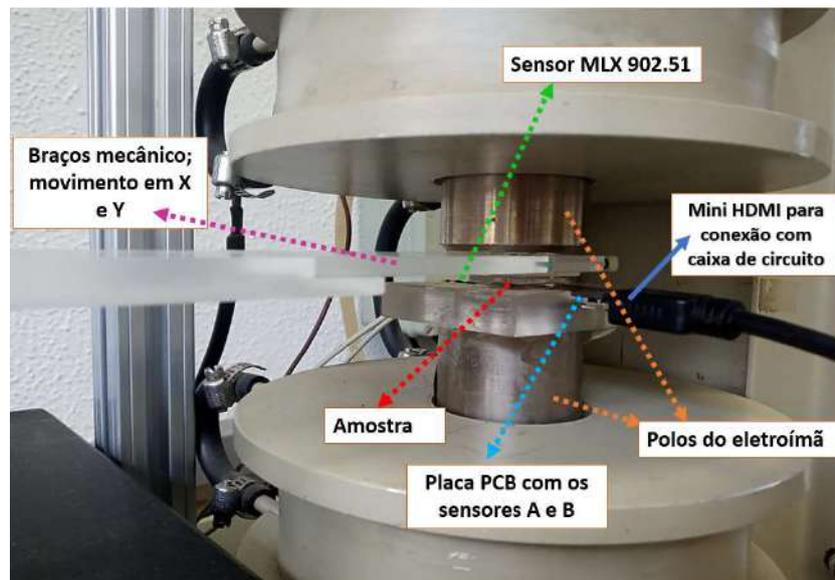


Figura 4-5 Diagrama da montagem para aplicação de campo e varredura superficial na amostra.

Dessa forma, o setup completo permite a criação de um campo magnético controlado para varrer a amostra e obter imagens de alta resolução na direção z, além de possibilitar a detecção do comportamento magnético da amostra por meio da varredura e mapeamento da superfície.

4.2 Instrumentação de Software

Nesta pesquisa, foram desenvolvidos vários softwares para controle de instrumentos, aquisição e tratamento de dados. Para essa finalidade, foram estudadas diversas linguagens de programação, incluindo LabVIEW, Python, Matlab e C++. O LabVIEW é uma plataforma de programação visual desenvolvida pela National Instruments, que é amplamente utilizada para aquisição de dados, processamento de sinais, controle de instrumentos e automação [50]. A linguagem de programação gráfica baseada em ícones permite a criação de programas de computador de forma intuitiva e fácil de usar. No presente trabalho, utilizamos o LabVIEW versão 2019 para implementar as soluções de controle de instrumentos e aquisição de dados.

Python é uma linguagem de programação orientada a objetos e de alto nível, que foi criada com o objetivo de ser um modelo de desenvolvimento comunitário aberto e gerenciado pela organização sem fins lucrativos Python Software Foundation [51]. No presente trabalho, utilizamos a versão 2.14 do Python para implementar os algoritmos de tratamento de dados. Já, o Matlab é um software de programação numérica utilizado para cálculo científico e análise de dados. Oferece uma programação de alto nível, com uma sintaxe semelhante à do C e do Python, além de um ambiente de desenvolvimento integrado (IDE) que permite visualizar e manipular dados de forma interativa [52]. No presente trabalho, utilizamos a versão 2020 do Matlab para implementar algoritmos de processamento de sinais.

No controle de hardware por programação é utilizado o protocolo de comunicação GPIB. O GPIB é o protocolo utilizado para comunicação do PC com os equipamentos [53]. O cabo GPIB é utilizado também para conexão de equipamentos entre si com um padrão de barramento. O barramento possui a característica de permitir conectar até 14 instrumentos ou dispositivos para um computador controlar, sendo identificado por um endereço único com uma taxa de transferência de 1 megabyte por segundo e com modo transferência paralelo de 8 Bits.

Foram elaborados vários softwares para o laboratório, sendo alguns deles responsáveis pela manipulação dos equipamentos e coleta de dados, enquanto outros realizam o tratamento desses dados. O objetivo principal deste trabalho foi alcançado por meio da utilização dessas linguagens de programação e protocolos de comunicação para o desenvolvimento desses softwares de controle e análise de dados. Durante o desenvolvimento do trabalho, foram propostas duas aplicações para construção de software. A primeira aplicação seria na manipulação de equipamentos, enquanto a segunda aplicação seria no tratamento de dados. Logo, na manipulação de equipamentos o diagrama da Figura 4-6 é iniciado o software

com a comunicação dos equipamento e em seguida indicado as variáveis do programa, como o campo a ser aplicado na amostra (B), as coordenadas em X e Y para o mapeamento espacial (posição inicial X_i e Y_i e posições finais X_f e Y_f), além também o passo de varredura. Em seguida é zerado o sistema usando a configuração Delta Mode ou Lock-in. Na Figura 3-6 mostra o loop do programa em formato de pseudocódigo de como ocorre o funcionamento da aquisição de dados do MMV. Nesse processo de loop é sempre realizado uma verificação dos valores das variáveis $mover_x$ e $mover_y$ e comparado com X_f e Y_f , onde quando não sendo aceita as condições de igualdade continuar-se o movimento dos eixos e lendo os valores de voltagem no Nanovoltímetro ou Lock-in.

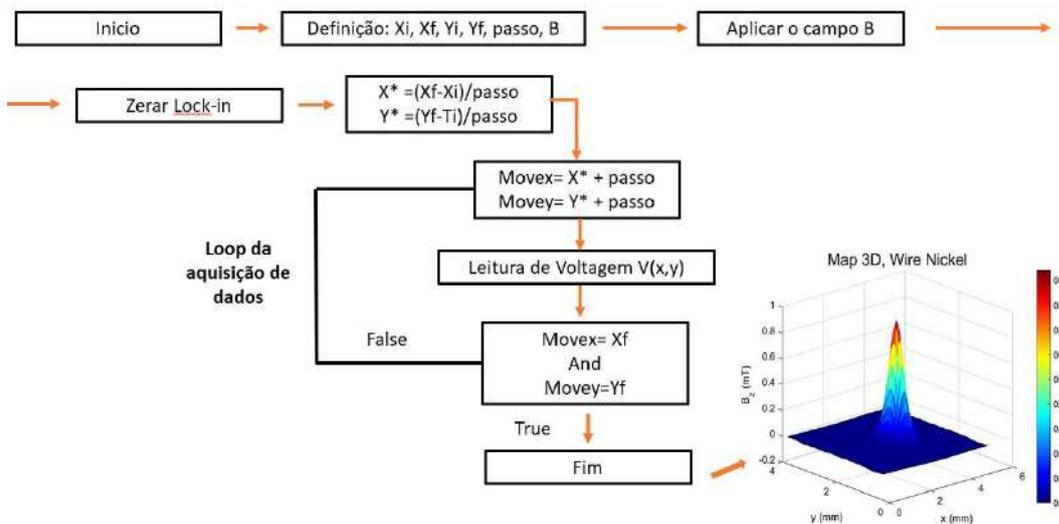


Figura 4-6 Diagrama funcional para as medidas de mapeamento com Delta Mode ou lock-in.

A Figura 4-7 exibe a interface principal do sistema de medida do MMV via DM, mostrando a tela inicial na qual é possível configurar o setup do experimento. Nesta página, é permitido ajustar diversos parâmetros, como a quantidade de pontos a serem medidos, a resolução espacial das medições e os parâmetros de controle do DM, tais como o valor da corrente e o período dos pulsos para o procedimento de calibração. Já na Figura 4-8 temos a ampliação das partes principais da tela principal. A Figura 4-8 apresenta diversas opções de ajuste e configuração para o sistema de medida. Na Figura 4-8(a), é possível ajustar os valores de aplicação do pulso polarizado, como os valores de corrente, o tempo de duração do pulso (delay) e o limite de voltagem (*compliance*) do Nanovoltímetro. Na Figura 4-8(b), são realizados os ajustes das posições iniciais e finais para os eixos 'x' e 'y' para a realização da varredura em uma amostra. Na Figura 4-8(c), são realizados os ajustes de calibração de offset, nos quais é possível escolher até duas posições no eixo 'y' e realizar diversas medições de tensão no eixo 'x'.



Figura 4-7 Página Principal do software do MMV via DM.

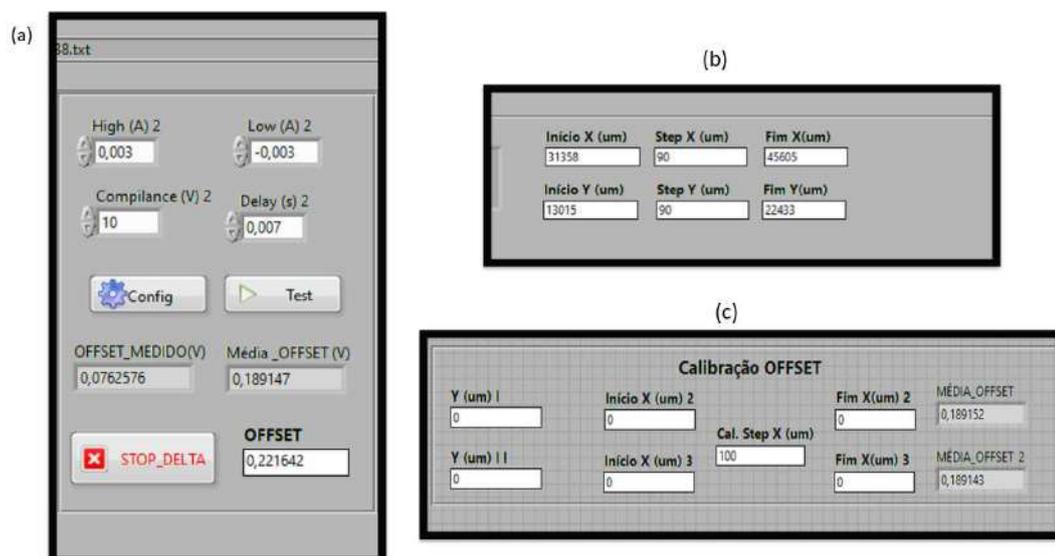


Figura 4-8 Página inicial. (a) configuração do DM, para calibração. (b) Posições iniciais e finais para o mapeamento e em (c) calibração do offset da medida.

A Figura 4-9 mostra a interface de configuração e comunicação de alguns equipamentos utilizados no sistema de medida MMV via DM. Na Figura 4-10, são apresentados detalhes ampliados das principais partes dessa interface. Na Figura 4-10(a), é possível observar a comunicação com a fonte de alimentação do eletroímã, onde são configurados os valores de corrente inicial e corrente final para a aplicação de diferentes campos magnéticos para a geração de diferentes varreduras na amostra com diferentes campos. Na Figura 4-10(b), é mostrada a comunicação via porta

serial USB entre o microcontrolador e o computador, onde com a letra 'A' ativa o refrigerador e a letra 'D' desativa

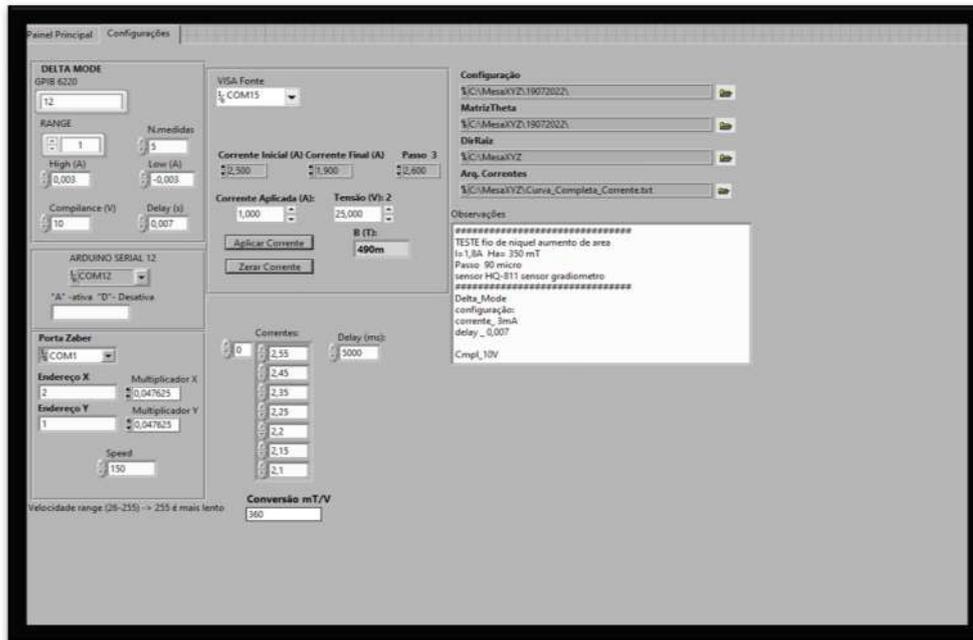


Figura 4-9 Página de Configuração.

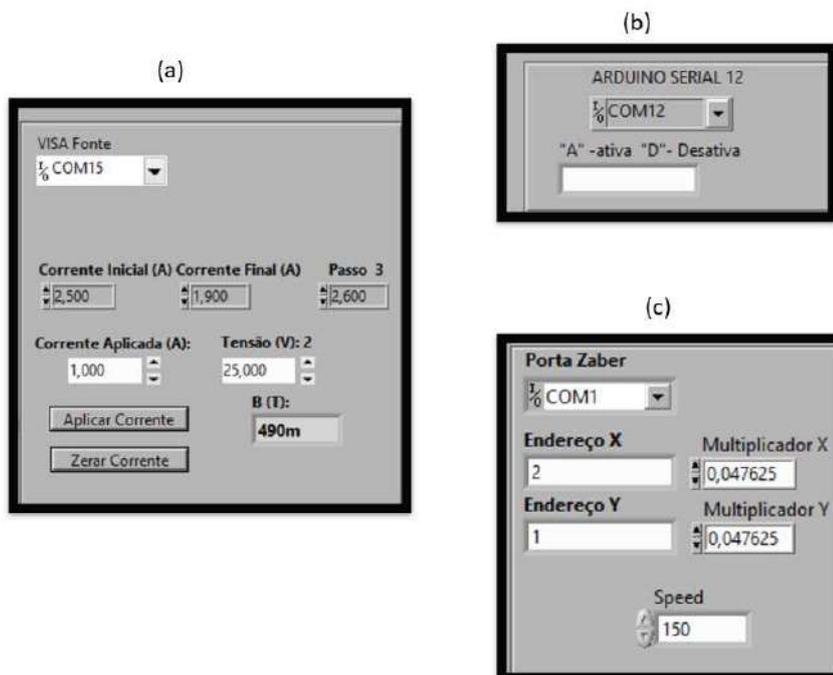


Figura 4-10 Página de configuração. (a) conexão com a fonte de alimentação do eletroímã, (b) comunicação serial com o refrigerador e em (c) comunicação com os zabers.

Para o tratamento de dados foi construído um software que possibilita a análises de mapeamento e determinação de magnetização da amostra com quatro possibilidades, via massa ou volume ou de acordo com a porta-amostra, sendo uma cavidade ou 3 cavidades cilíndricas, como mostra na Figura 4-11.



Figura 4-11 Interface criado em Python para análise dos dados experimentais.

Conforme ilustrado na imagem acima, é viável obter os valores de magnetização utilizando as equações (3.13), (3.18) e (3.23). Além disso, a interface apresenta o valor correspondente à altura(H) entre a amostra e o sensor usando somente termos geométricos, conforme descrito na equação (4.7). Adicionalmente, a interface gera representações gráficas dos mapas e gráficos com o(s) sinal(is) da(s) amostra(s).

Um aspecto relevante a destacar é que o software mostrado na Figura 4-11 se baseia exclusivamente em um modelo de cilindro para determinar o parâmetro de altura(H), devido ao fato da geometria da cavidade do porta-amostra utilizado no trabalho ser composto por uma ou mais cavidades cilíndricas.

A utilização de diferentes modelos para determinar o valor do momento magnético e da magnetização dependerá da geometria específica da amostra. As informações detalhadas sobre a aplicação desses modelos no script são fornecidas no apêndice E.

No entanto, como mencionado anteriormente, utilizando o modelo de um cilindro magnetizado na direção “z”, é possível encontrar o valor de “ z_0 ”. Essa possibilidade se deve ao conhecimento da geometria da cavidade na qual estamos trabalhando, ou seja, com o raio e a profundidade conhecidos, podemos calcular o campo gerado dentro do cilindro utilizando a equação 3.23. Nesse sentido, é usando também como parâmetros as posições de máximo (X_m, Y_m) do map.

Para determinar a posição de máximo em um porta-amostra de uma cavidade, é realizado um mapeamento em toda a área e a linha contendo os valores de máximo e mínimo é encontrada. Em seguida, a linha de máximo é normalizada, visando expressá-la apenas em termos geométricos. Esse processo envolve a aplicação dos valores experimentais na função $FIT_GEO(x, y, z)$, com o objetivo de obter a normalização baseada em parâmetros geométricos.

Por meio do processo de normalização, a equação é expressa exclusivamente em termos geométricos, utilizando a função $FIT_GEO(x, y, z)$. Como estamos

tratando apenas da componente B_z , os valores máximos experimentais seriam equivalentes a $B_{z_{MAX_{EXP}}}(x_m, y_m, z)$ e podem ser representados pela equação (4.7).

$$FIT_{GEO}(x, y, z) = \frac{\mu_0}{B_{z_{MAX_{EXP}}(X_m, Y_m, z)} 4\pi} \int_0^L \int_0^{2\pi} \frac{R(R - x \cos \varphi - y \sin \varphi)}{r'^3} d\varphi dz_0 \quad (4.7)$$

Nessa equação, as coordenadas (x, y, z) especificam a posição de medição, L representa a largura, R é o raio, M_z é a componente da magnetização da amostra em A/m ou Am²/Kg e \vec{B} em Tesla. Ao aplicar essa equação, é possível encontrar o valor de Z_0 (sendo a diferença entre o sensor e a superfície da amostra). Portanto, a primeira rotina proposta no software é usar a técnica para encontrar o parâmetro Z_0 .

As próximas etapas dependerão das opções selecionadas pelo usuário. Após o processo de voltar com os valores brutos obtidos durante a medição é calculado os valores do momento magnético e da magnetização da amostra. No entanto, a rotina a ser seguida varia dependendo do tipo de porta-amostra e amostra utilizados. Isso inclui considerar se a amostra será analisada por massa ou não, bem como se o porta-amostra possui uma ou três cavidades.

5 CALIBRAÇÃO

Nesta seção, serão abordados os procedimentos de calibração aplicados ao hardware do microscópio magnético de varredura adaptado utilizando a técnica de DM. Serão analisadas as etapas de calibração do sistema de leitura do microscópio, começando pelo estudo de sensibilidade dos sensores Hall utilizados no trabalho, assim como a avaliação do desempenho da técnica DM [43,44]. Em seguida, será realizado o estudo da estrutura gradiométrica ao aplicar diferentes campos magnéticos externo em duas geometrias diferentes de amostras de Níquel. Para qual, também é investigado situações de posicionamento no procedimento de zeragem para cada medida realizada. Posteriormente, será realizada uma comparação entre as técnicas DM e Lock-In, utilizando análise de sinal e ruído para avaliar a eficácia de cada técnica. Também será feita uma comparação com outros sistemas de medição, como no caso de placa de Arduino, por meio da análise do espectro de densidade de energia. Posteriormente, no processo de calibração, optaremos por utilizar apenas uma das geometrias disponíveis, devido às incertezas associadas à homogeneidade da pureza do níquel utilizado no fio. Em seguida, iremos avaliar quais modelos são mais adequados para determinar com maior precisão o valor de magnetização de partículas magnéticas, seguindo uma metodologia específica.

Por fim, o microscópio será submetido a uma calibração abrangente, levando em consideração a sensibilidade geral do sistema. O objetivo é determinar o menor valor de momento magnético detectável no sistema ao aplicar campos magnéticos intensos. Isso é crucial, uma vez que o ruído presente pode levar a uma sobreposição de sinais magnéticos entre a amostra e o sistema de medição, dependendo da magnitude do ruído. Portanto, os processos de calibração desempenham um papel fundamental na garantia da precisão e confiabilidade das medidas realizadas pelo MMV adaptado. Isso permite a realização de experimentos altamente sensíveis e com alta resolução espacial em amostras com comportamento magnético desconhecido.

5.1 Calibração do Setup

Durante o processo de calibração serão apresentados os resultados do sensor A, visto que, o sensor B é do mesmo modelo e lote, conseqüentemente apresentam comportamentos de resposta elétrica e magnética similares. Na Figura 4-1 exibe a resposta elétrica do sensor A na qual, valor de tensão responde linearmente quando variado a corrente de alimentação. Esse efeito linear importante para a funcionalidade do efeito Hall, visto que, dependendo do mapear de uma determinada amostra ou adaptação do setup da instrumentação é preciso trabalhar com alimentações diferentes. Nessa configuração usando para calibração do sensor Hall é utilizado uma amplitude de alimentação de corrente variável AC de -5 mA a 5 mA, para um campo magnético aplicado DC de 300 mT. A relação linear entre a entrada de corrente em mA e a saída de tensão em V é descrita por uma equação do

tipo $y = ax + b$, em que "a" é o ganho GAN que trazendo para o contexto de experimental representa uma taxa fixa que acrescenta-se na medida quando se varia o valor de alimentação "x" e "b" é o offset da curva, a qual, representa o valor de fundo na medida quando o sensor é alimentado mas não tem campo magnético externo aplicado interferindo. Na Figura 5-1 mostra como é possível determinar o valor de GAN pela a inclinação da curva azul para o sensor A e o valor encontrado de GAN é de 0,191 V/ mA. O mesmo procedimento foi realizado para o sensor B, e encontrado um valor de GAN é entorno de 0,189 V/ mA, o qual, é bem próximo do sensor A. Enfim, a relação linear em sensores é amplamente empregada em aplicações de medição e controle, possibilitando uma calibração precisa e confiável de dispositivos.

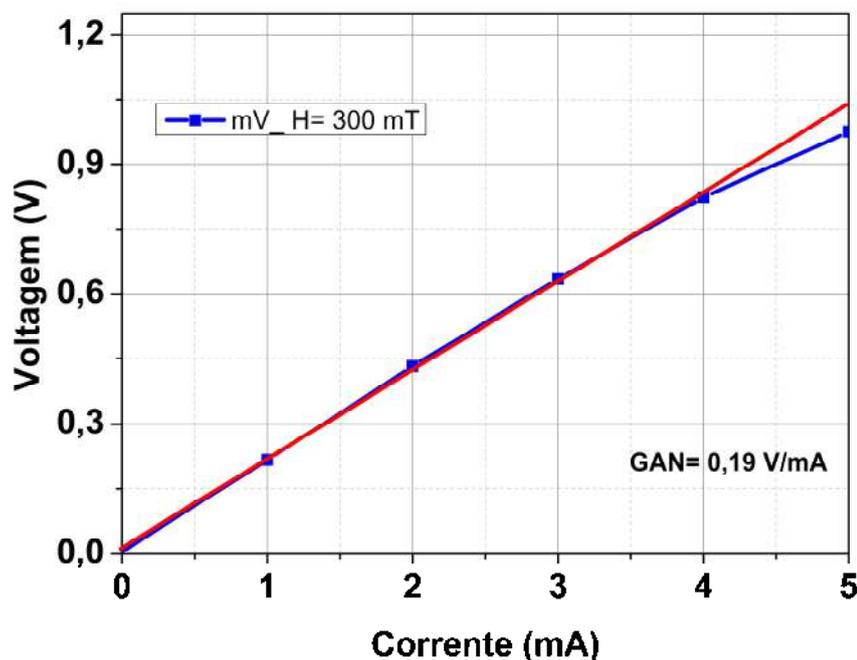


Figura 5-1 Relação entre a alimentação do sensor com a resposta de saída para o sensor A e obteve-se um GAN de 0,19V/mA.

Logo, para situações em que nos deparamos com amostras que possuem comportamentos magnéticos desconhecidos em condições experimentais, é necessário que o sistema esteja calibrado. A calibração do sistema de sensores (A ou B) é realizada levando em consideração apenas o campo aplicado e a voltagem medida, conforme descrito na equação (5.1) podemos encontrar o valor de sensibilidade *SENS*.

$$SENS = (VL - offset)/CML \quad (5.1)$$

onde *VL* é a voltagem lida no Nanovoltímetro, o offset é o valor encontrado quando se mede a tensão do sensor sem campo aplicado, e o *CML* é valor referente a leitura de campo fornecido pelo sensor MLX. Um ponto importante que deve ser mencionado é que GAN é diferente de SENS, uma vez que, GAN é taxa relacionado

com a alimentação do sensor, já SENS é uma taxa relacionada com o campo aplicado no sensor.

A Figura 5-2 ilustra os estudos conduzidos para avaliar a precisão e confiabilidade dos sensores, destacando a identificação do valor de SENS (mV/mT) para cada configuração de alimentação. Nesta pesquisa, são apresentados exclusivamente os dados do sensor A uma vez que demonstraram resultados com uma discrepância de 0,5 % em relação ao sensor B. O experimento emprega uma metodologia que envolve diferentes níveis de alimentação AC (variando de 5 mA a 1 mA) e varreduras de campos magnéticos de -500 mT a 500 mT, mensurando os valores de tensão resultantes. A Figura 4-2 exibe uma resposta de tensão linear para diferentes configurações de alimentação AC no sensor A, enquanto o campo magnético aplicado (mT) é variado. Um dos atributos distintivos dos sensores Hall é a sensibilidade, está relacionado à tensão de alimentação, conforme evidenciado nas Figuras 5-1 com o aumento da alimentação e na Figura 5-2 com a variação do campo magnético externo aplicado, bem como também na Tabela 5-1 com os valores de offsets. Nesse contexto, é observado um aumento linear da SENS à medida que a alimentação (mA) aumenta.

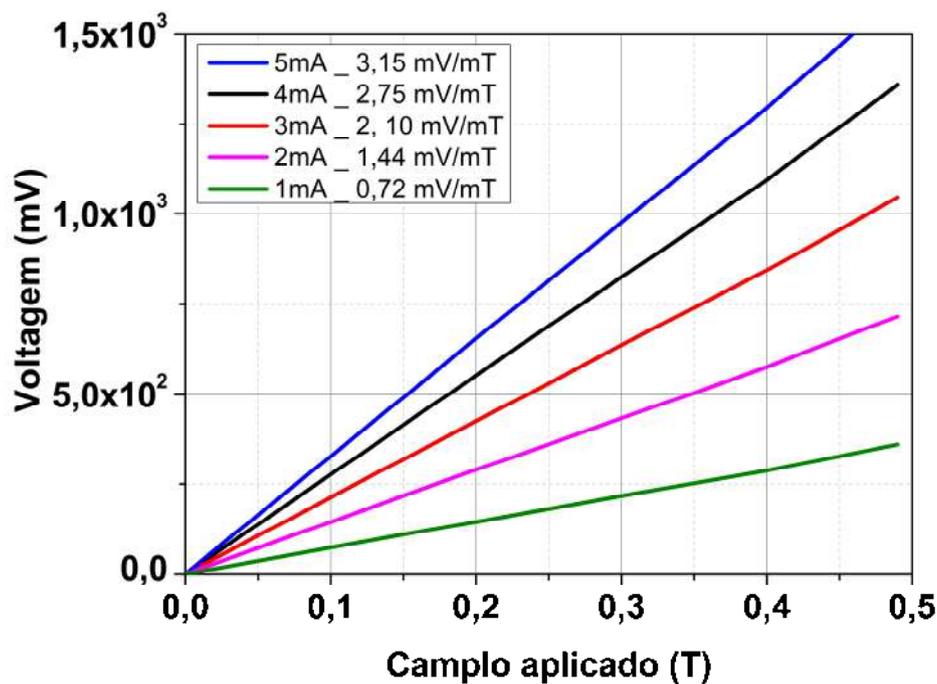


Figura 5-2 Curvas de calibração do sensor A no modelo Hall-HQ-0811.

Na Tabela 5-1 indica uma relação direta entre o valor de alimentação do sensor A com a sensibilidade. Aumentando a alimentação do sensor pode melhorar a sensibilidade, já que isso aumenta o sinal de saída. No entanto, o acréscimo da alimentação também pode aumentar o ruído do sinal, o que diminui a razão sinal/ruído do sensor A. É interessante notar que o offset para uma alimentação de 1,0 mA é de 0,008 mV, enquanto para uma alimentação de 5,0 mA, o offset é de 0,36 mV, o que representa um aumento de duas ordens de grandeza (10^2). Esse

aumento no offset é um fator importante a ser considerado quando se analisa a relação sinal/ruído, o que será discutido posteriormente. Outro teste foi realizado, desta vez comparando os dados do *datasheet* para um sensor alimentado a 5,0 mA e variando o fluxo do campo magnético, conforme mostrado na Figura 5-3, onde se observa-se um comportamento linear, entretanto encontra-se desvios para os valores de sensibilidade e offset quando se comparado com as medidas obtidas pelo sensor A nas diferentes alimentações.

Tabela 5-1 Relação de SENS (mV/ mT) para diferentes alimentações do sensor Hall HQ-0811.

Alimentação (mA)	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Sensor A SENS (mV/ mT)	0,72	1,44	2,10	2,75	3,15
offset Sensor A (mV)	0,008	0,01	0,02	0,04	0,36

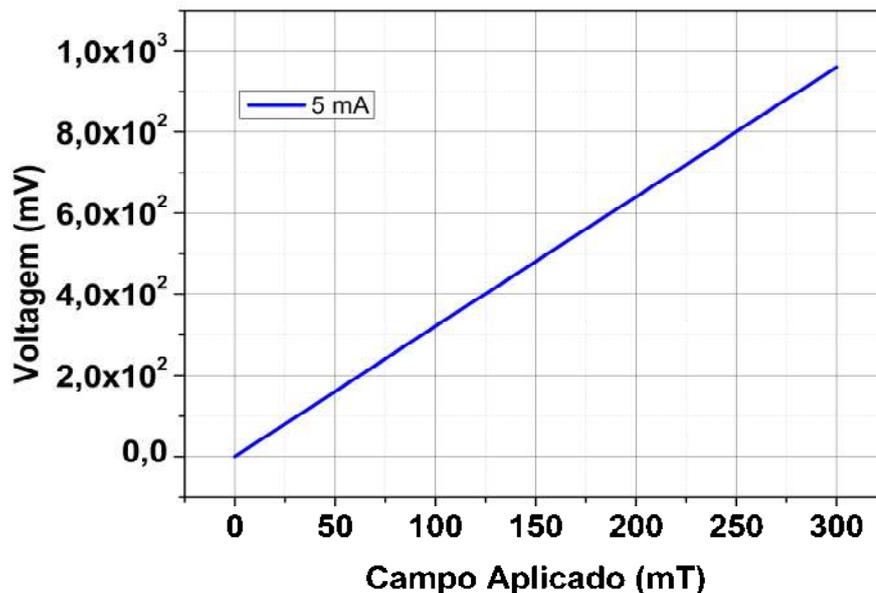


Figura 5-3 Resposta elétrica com um estímulo magnético encontrado no *datasheet* de um sensor Hall no modelo HQ-0811.

Na Tabela 5-2, observa-se os valores de SENS do sensor A com os valores fornecidos *datasheet* [46] e encontra-se um valor de 2,22 % de desvio para a taxa de SENS.

Tabela 5-2 Resultados de comparação entre os sensores e *datasheet*.

	Ganho(mV/mT)
Sensor A	3,15
Sensor genérico (Datasheet)	3,22
Desvio em relação ao <i>datasheet</i>	2,22 %

Um aspecto relevante a ser considerado são os valores de offset. Ao analisar a curva apresentada na Figura 5-3, foi obtido um valor de offset de 0,37 mV. Esse

teste envolveu a variação do campo magnético, mantendo uma alimentação fixa de 3 mA para o sensor. No entanto, ao examinar a Tabela 5-1, que corresponde ao teste com variação apenas na alimentação do sensor, observa-se que o maior valor de offset encontrado na tabela está na mesma ordem de grandeza do valor de offset obtido quando o sensor foi alimentado com 3 mA e submetido ao campo magnético. Isso indica que o valor de fundo, ou seja, o offset, depende de diferentes situações de exposição do sensor, como no caso da aplicação de um campo magnético. Essa constatação ressalta a influência de fatores externos, como o campo magnético, na geração do offset do sensor. É importante considerar esses efeitos durante as medições, pois o valor de offset pode variar de acordo com as condições experimentais. Portanto, é necessário levar em conta essas diferentes situações de exposição e considerar o valor de offset correspondente a cada caso específico para obter resultados mais precisos e confiáveis.

5.2 Calibração Setup com Delta Mode

A calibração do setup com DM que é independente dos sensores utilizados é um procedimento crucial para garantir a precisão e confiabilidade das medições realizadas pelo equipamento que trabalham de forma integrada. O DM é especialmente adequado para medir sinais de baixa intensidade, o que o torna ideal para o MMV. Durante o procedimento de calibração, é aplicado um sinal de entrada conhecido ao equipamento e é feita a medição da saída correspondente. A diferença entre o valor medido (V_{medido}) e o valor esperado (V_{esperado}) é então calculada e usada para determinar o valor de desvio, ou seja, o erro do equipamento. Neste estudo, foi utilizado um resistor cerâmico ôhmico com resistência equivalente a 1,1 k Ω com valor de alimentação variando de 1,0 mA a 5,0 mA [46]. O objetivo foi encontrar o valor de erro associado do valor teórico com o valor da medição para o aumento da alimentação dos sensores (A e B), entretanto na Tabela 5-3 é demonstrado apenas os resultados sensor A, visto que o sensor B apresentou resultados similares. Para encontrar uma média dos desvios a utilização de um resistor comercial, é possível obter um valor de tensão esperado teórico e como também experimental e assim calcular o desvio de erro associado. Os resultados obtidos revelaram que, a medida que a alimentação é aumentada, o desvio entre o valor esperado e o valor medido também aumenta. No entanto, ainda não se pode concluir que a utilização do DM com um valor menor de corrente é mais eficaz, uma vez que é necessário realizar uma análise da relação sinal/ruído para cada uma das configurações de alimentação. Outro ponto importante a ser destacado é ordem de grandeza onde se encontra os valores de desvios encontrados com o valor proposto pelo manual do instrumento, onde a qual, apresenta desvios entorno de 5 % [43,44], indicando que não apresenta grande divergência.

Tabela 5-3 Estudo da técnica Delta Mode, em função da entrada de alimentação e saída de tensão.

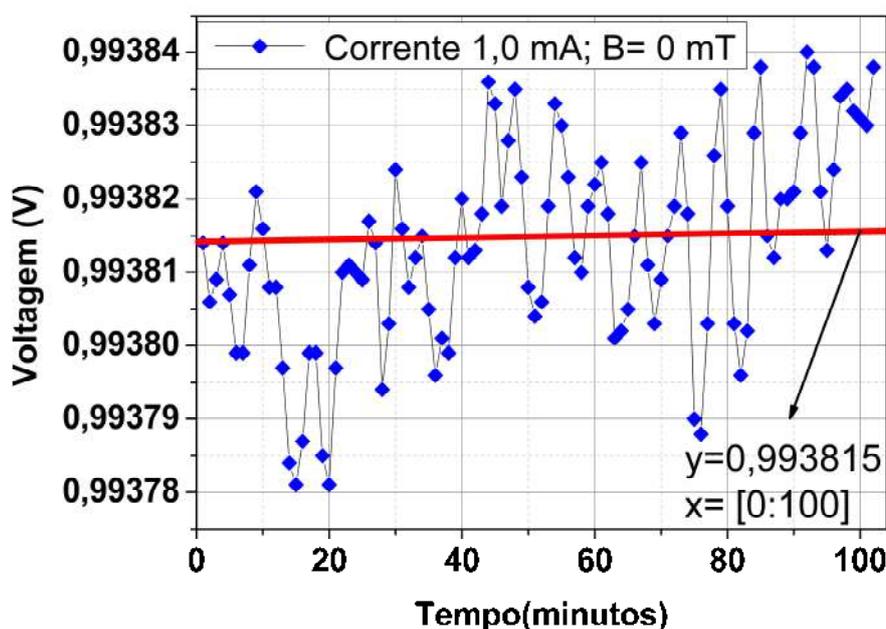
Alimentação (mA)	V _{medido} (V)	V _{esperado} (V)	Desvio (%)
1,0	1,08	1,1	1,82
2,0	2,09	2,2	5,0
3,0	3,08	3,3	6,12
4,0	4,12	4,4	6,36
5,0	5,09	5,5	7,45

Lembrando que, a calibração para o desvio associado às medições do setup com Delta Mode deve ser realizada regularmente. Além disso, é importante manter registros precisos das calibrações realizadas, para facilitar a rastreabilidade das medidas com o erro associado, usando a teoria da propagação de erro.

5.3 Estudo temporal no Setup com Delta Mode

A técnica DM em conjunto com os equipamentos da marca Keithley é utilizada para investigar a dinâmica de materiais e componentes elétricos, medindo a resposta de um objeto de teste à aplicação de uma corrente elétrica em diferentes momentos ao longo do tempo. Essa técnica pode ser usada para analisar a resposta de capacitores, indutores e resistores a mudanças dinâmicas com os efeitos termoelétricos para uma diferença de potencial lida.

No caso do arranjo da placa de circuito mencionada na seção 4.1, foi proposto um estudo da resposta elétrica do sensor A ao longo do tempo empregando o arranjo experimental DM descrito no apêndice B. Foi utilizado um resistor de $1,1\text{K } \Omega$ e aplicado uma corrente de $1,0\text{ mA}$. A Figura 5-4 mostra que ao longo de 100 minutos, a voltagem medida não variou muito em relação ao valor teórico esperado de $1,1\text{ V}$.

**Figura 5-4** Resultados de estudo temporal do sensor A.

No entanto, no presente caso, o valor médio da voltagem foi de 0,994 V, o que representa um desvio de aproximadamente 10,5 % em relação ao valor teórico (1,1 V). Portanto, para futuras análises, esse desvio deve ser levado em conta.

5.4 Estudo do sistema Gradiométrico com resposta magnética

Em estudos de calibração, uma metodologia de arranjo gradiométrico axial usando dois sensores de efeito Hall posicionados no mesmo eixo z tem sido explorada em trabalhos de microscopia magnética [54]. Isso se deve ao fato de que o MMV não possui blindagem, o que resulta em respostas coletadas com contribuições do campo magnético da Terra e de ruídos externos. Para contornar esse efeito, é proposto o uso de um arranjo com dois sensores dispostos no mesmo eixo z e separados por uma distância de $\pm 1,67$ mm, conforme mostrado na Figura 5-5. Nessa configuração experimental, é aplicado um campo magnético DC de 210 mT por um eletroímã para investigar o comportamento da intensidade da resposta magnética da amostra ao longo do eixo z em relação à posição dos dois sensores de efeito Hall. O objetivo é verificar se apenas um dos sensores é capaz de detectar a resposta magnética da amostra. Devido ser de fundamental importância que o sensor B não detecte a resposta do campo magnética induzido da amostra, mas sim, a resposta do campo magnética aplicado pelo eletroímã. Pois, quando tratamos do MMV sem blindagem, é preciso de um sistema que tenha a capacidade de eliminar interferências externas como ruídos e até mesmo o campo magnético da Terra. Portanto, neste estudo, a amostra de níquel é empregado como material de investigação, sendo avaliadas duas geometrias e duas purezas distintas.

A primeira abordagem adotada para a investigação experimental da geometria cilíndrica consiste em utilizar um fio de níquel com 99,99 % de pureza e dimensões de 250 μm de diâmetro e 410 μm de largura. O fio de níquel é posicionado paralelo ao eixo Z (coordenadas da Figura 5-5), com uma distância de 150 μm em relação ao sensor A e 1,82 mm em relação ao sensor B (mais informações na seção 5.7). As medições foram realizadas em duas etapas, sendo uma utilizando exclusivamente o sensor A e a outra utilizando apenas o sensor B.

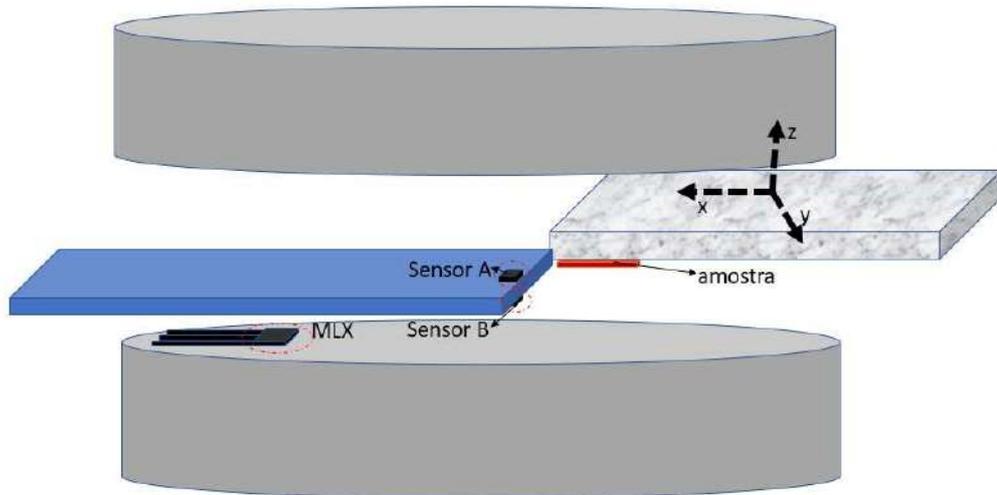
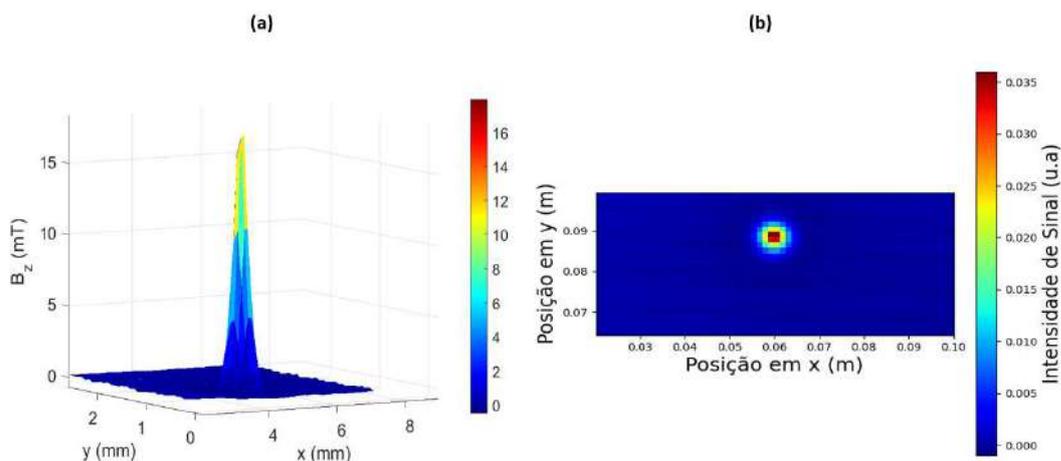


Figura 5-5 Representação do arranjo gradimétrico de posicionamento de sensores de efeito Hall.

Na Figura 5-6(a), é mostrado o gráfico da intensidade da resposta de campo induzido observada no sensor A quando um campo de 210 mT é aplicado. Nessa curva, o valor máximo registrado é de 14×10^{-3} T. A medição da amostra no sensor B para o mesmo campo resultou em um valor de campo induzido de $0,45 \times 10^{-6}$ T, como pode ser observado na Figura 5-6(c). Na Figura 5-7, podemos observar a intensidade da resposta magnética da amostra nos dois sensores, sendo evidente que a contribuição da resposta magnética para o sensor B é insignificante. Logo, o que o sensor B estava observando são correspondentes aos ruídos de fundo, sem nenhuma contribuição referente a amostra medida.



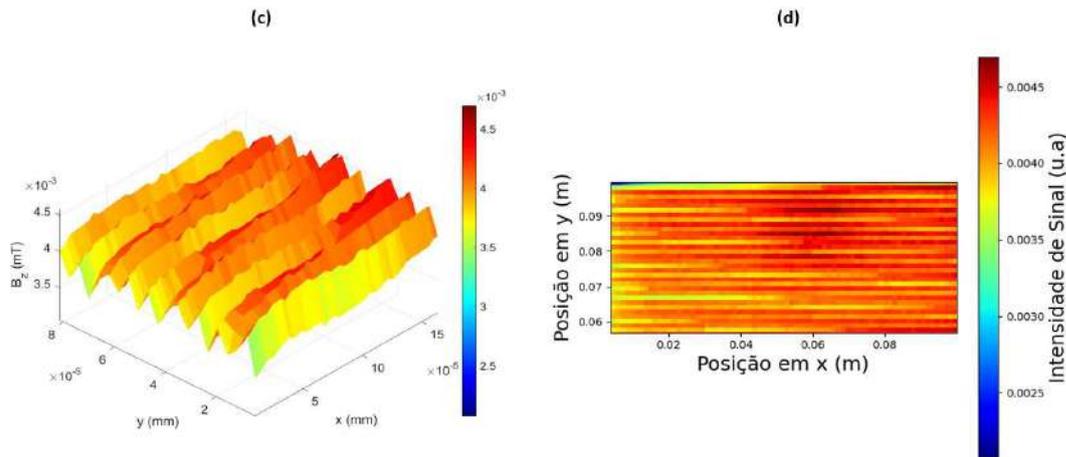


Figura 5-6 Estudo da arquitetura gradiométrica dos sensores hall para um campo aplicado de 210 mT . (a)- Resposta do fio de níquel no sensor A em 3D em função do campo induzido, já em (b)- no plano em 2D em função da tensão. (c)- Resposta da esfera de níquel no sensor B no mapa em 3D e em (d)- no plano de 2D.

Na segunda abordagem, utilizou-se uma esfera de níquel com diâmetro de 3 mm e pureza de 99 %. Assim como no experimento anterior, foram realizadas medições dos sensores A e B de formas independentes. Na Figura 5-8(c) e Figura 5-8(d) é apresentado o gráfico da intensidade de resposta elétrica encontrada no sensor A, com valor de 2×10^{-3} T para o campo induzido. Já na Figura 5-7(b), é apresentado o valor máximo da resposta elétrica do sensor B, que é de 2×10^{-4} T, ou seja, 10 vezes menor que o valor obtido no sensor A. Entretanto, observa-se que o sensor B ainda detecta a presença da amostra. Para realizar o mapeamento da amostra com altas intensidades, é necessário utilizar apenas o sensor mais próximo, ou seja, o sensor A e descartando assim a estrutura gradiométrica.

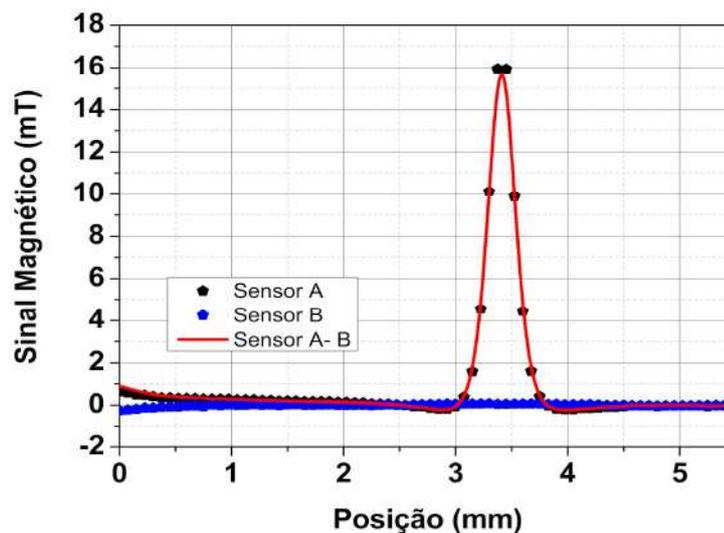


Figura 5-7 Medida de campo induzido em função da posição para o fio de níquel, onde tem a resposta dos sensores A e B, A-B.

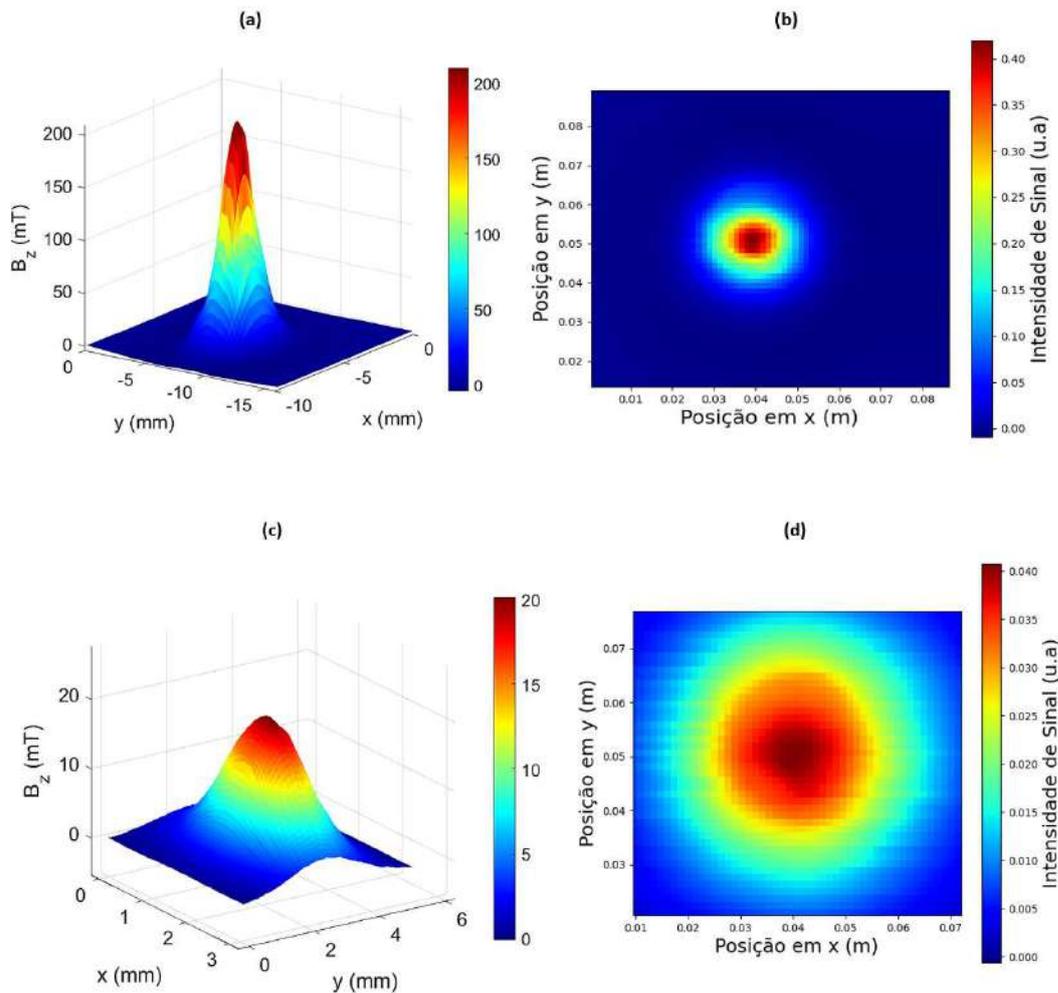


Figura 5-8 Estudo da arquitetura gradiométrica dos sensores hall para um campo aplicado de 160 mT para esfera de níquel. (a)- Resposta da esfera de níquel no sensor A. (b)- Resposta da esfera de níquel no senso B. (c)- gráfico de investigação da resposta magnética do sensor B para a esfera. (d)- Resposta elétrica do sensor B

A Figura 5-9 exibe as curvas das medições experimentais do campo magnético induzido realizadas nos sensores A e B, juntamente com a curva em vermelho representando a diferença entre essas medições (A-B). Observa-se que o sensor A registra um valor máximo de campo induzido de 200 mT, enquanto o sensor B alcança um máximo de 19,4 mT. A diferença entre os sinais A e B é de 180,6 mT, o que corresponde a uma perda de informação na medida experimental de aproximadamente 9,7 %. O que propõem a não utilização de estrutura gradiométrica para certas condições experimentais de amostras com altas intensidades.

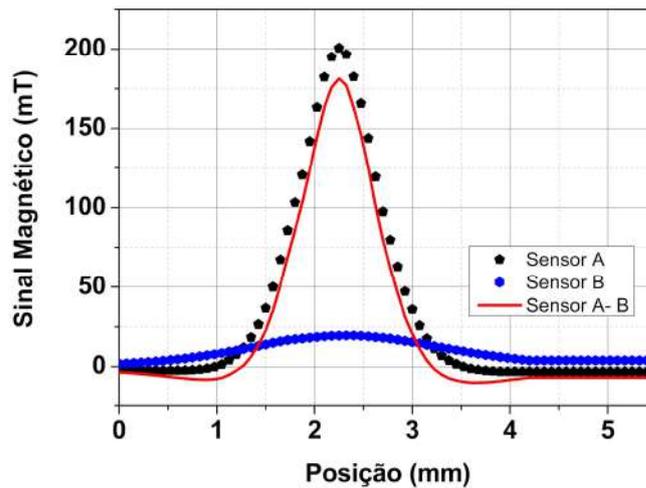


Figura 5-9 Medida de campo induzido em função da posição para a esfera de níquel, onde tem a resposta dos sensores A e B, A-B.

5.5 Calibração para offset de Setup com Delta Mode

Além das configurações padrão do DM, existem rotinas adicionais utilizadas para realizar medições no MMV via DM. Essas rotinas envolvem um processo de zeragem, onde é necessário encontrar um valor equivalente a zero para a medida, ou seja, seria encontrar o valor de offset comentado na seção 5.1. Neste estudo é proposto determinar quais seriam as posições adequadas na medição de tensão que servirão como referência para um valor zero na medida. Na Figura 5-10, são mostradas três configurações relevantes no setup, destacando o eletroímã em cinza, a amostra em laranja, porta-amostra em verde, em preto o sensor MLX para medição do fluxo de campo aplicado pelo eletroímã e como também a estrutura gradiométrica de sensores Hall em azul. Além disso, estão marcadas em vermelho as posições que servirão como pontos de medição para extrair o offset necessário. Nessas situações existem parâmetros fixos que incluem o campo magnético aplicado e as configurações do DM, que são ± 3 mA de corrente de alimentação e uma frequência de 100 Hz [43,44]. O objetivo é encontrar a posição de referência adequada para a medição de tensão, que será utilizada como ponto de referência zero para as medições subsequentes.

Na situação 1, é sugerido mover o conjunto de porta-amostra e amostra (representados em verde e laranja, respectivamente) para fora do eletroímã e realizar uma medida pontual (representada por um ponto vermelho) do fluxo do campo magnético aplicado, sem qualquer obstrução no caminho. Na situação 2, a amostra é posicionada de forma que os sensores fiquem próximos à borda do porta-amostra, permitindo realizar novamente uma medida pontual. Nesse caso, além de considerar o fluxo do campo, também são levadas em conta algumas contribuições do porta-amostra. Na situação 3, é proposto realizar medidas pontuais em duas posições ao longo do eixo y e várias medidas ao longo do eixo x, formando uma

espécie de duas linhas equivalente. Em seguida, é feita uma média dos valores obtidos nessas linhas.

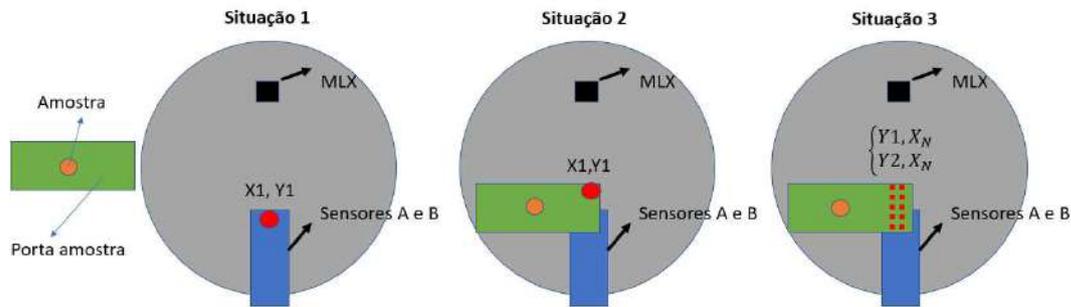


Figura 5-10 Visualização frontal das posições utilizadas para os testes de escolha de zeragem do sistema MMV via Delta Mode.

Para cada uma das situações ilustradas na Figura 5-10, foi realizado o mapeamento de uma amostra de fio de níquel sob a aplicação de um campo magnético de 210 mT. A Figura 5-11 apresenta uma compilação das medidas obtidas para cada uma dessas situações.

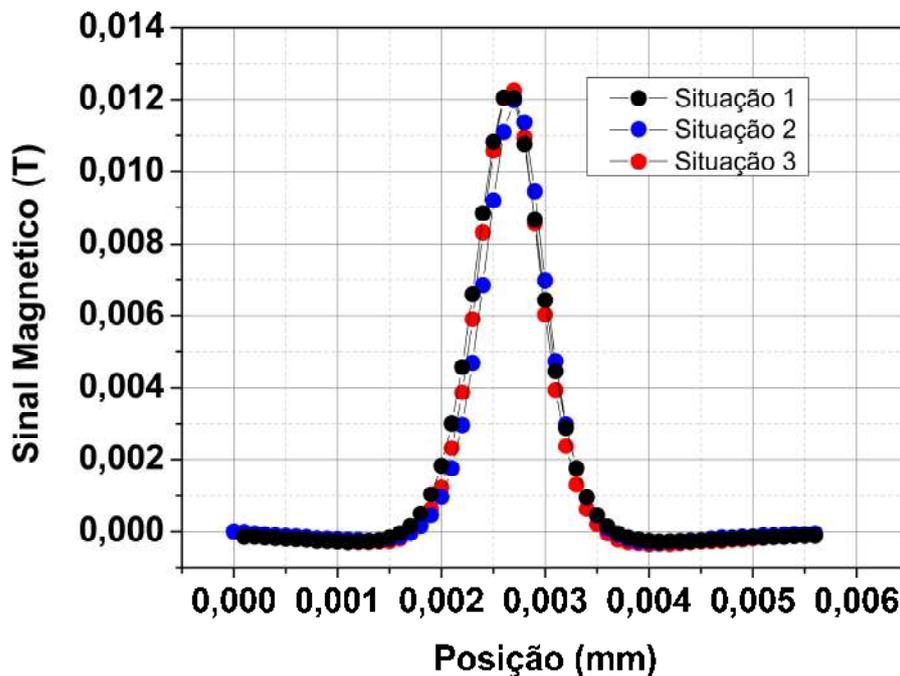


Figura 5-11 Medidas das três situações para posição de zeragem, onde se utilizou como amostra um fio de níquel.

Durante os testes realizados, observou-se que há uma alteração na intensidade do sinal de resposta magnética para cada uma das situações testadas. Essas mudanças podem ser atribuídas à ausência de um sistema de blindagem na estrutura do MMV, à falta de homogeneidade do sinal magnético no porta-amostra ou à presença de possíveis sujeiras no ambiente. Embora as diferenças entre as situações sejam relativamente baixas, da ordem de 1 μ T entre as situações 1 e 3, é importante

destacar que, dependendo da intensidade do sinal da amostra, isso pode levar a uma perda de informações significativa. Levando esses resultados em consideração, o trabalho é desenvolvido com base na situação 3.

5.6 Comparação de sinal ruído entre a técnica Delta Mode, Lock-in e outras técnicas.

A fim de realizar uma comparação dos resultados de sinal-ruído entre os instrumentos de medição, como a técnica Delta Mode, o lock-in modelo SR844 da Stanford Research Systems e uma placa Arduino DUE, é empregado um analisador de espectro de densidade de energia para cada uma das três configurações distintas. Por meio dessa análise, é possível quantificar a intensidade do sinal desejado em relação à intensidade do ruído presente no espectro de frequência, fornecendo uma medida objetiva da relação sinal-ruído para cada instrumento. Isso é fundamental para determinar a qualidade do sinal e avaliar o desempenho de sistemas de comunicação, transmissão de dados, áudio, entre outros. Além disso, o analisador de espectro também pode ser usado para identificar interferências e componentes indesejados em um sinal, bem como auxiliar na detecção e resolução de problemas em sistemas de elétricos. E no trabalho é utilizado um analisador de espectro comercial (marca Stanford Research Systems, model SR760) (ver apêndice D) para analisar o espectro de forma qualitativa e como também realizar um estudo comparativo entre as técnicas de medição da resposta elétrica para os sensores Hall. A placa de Arduino usado é uma DUE. O Arduino DUE é uma placa com microcontrolador baseado na CPU Atmel SAM3X8E ARM Cortex-M3, que possui uma limitação de leitura de 32 bits [55].

A metodologia adotada para as medidas espectrais está representada na Figura 5-12. Na Figura 5-12, temos os componentes necessários para realização das medidas, onde primeiramente é alimentado o eletroímã usando um gerador de função, com uma voltagem de 2 V e numa frequência de 5 Hz, onde é alcançado campo magnéticos máximos e mínimos de ± 360 mT. Em seguida é polarizado sensores usando uma alimentação de corrente AC em formato de onda senoidal quadrática de ± 3 mA (a escolha de alimentação comentada na seção 5.2) para técnica com DM, entretanto para as demais técnicas usamos uma alimentação com uma corrente DC de 3 mA. Independentemente da técnica utilizada, é importante ressaltar que a alimentação do sensor foi realizada utilizando a mesma fonte, no caso a Keithley 6220. Isso garante consistência nos resultados, pois o uso da mesma fonte de alimentação elimina possíveis variações relacionadas à fonte de energia. Dessa forma, é possível comparar e analisar os resultados obtidos de maneira mais precisa, já que a influência da fonte de alimentação é mantida constante em todas as medições. Já a leitura de tensão é feita de acordo com a técnica desejada, para o DM é utilizado um Nanovôlmetro (marca Keithley, modelo 2182A). No caso do Lock-In e da placa Arduino, a estrutura do próprio equipamento é utilizada para realizar a leitura de voltagem. Em seguida, esse sinal analógico é enviado para o filtro SR560 da Stanford Research Systems, que atua como um acesso para a leitura

dos sensores A e B. Através de uma subtração de sinal, é obtido um sinal resultante que é direcionado para o analisador de espectro. Essa configuração permite realizar a análise e o processamento dos sinais obtidos, possibilitando a obtenção de informações relevantes para o estudo em questão.

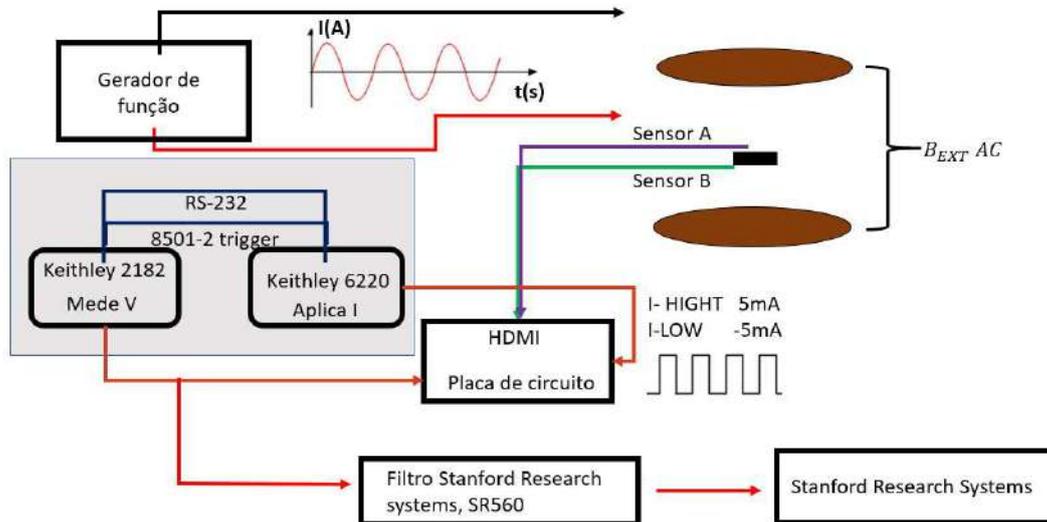


Figura 5-12 Diagrama para as medidas de sinal/ruído. Esse sistema é adaptado para outros sistemas de leitura de tensão dos sensores Hall.

Na Figura 5-13 representa a análise do espectro para a técnica DM usando diferentes alimentações. Nesta situação é apresentada as medidas para o sensor A, onde é aplicado uma frequência de 4,5 Hz no eletroímã e com uma tensão de ± 2 V pico a pico. Esta medida foi realizada com diferentes alimentações no sensor A observa-se que, com o aumento da alimentação existe também um aumento na intensidade de resposta, como era esperado pelas análises anteriores com estudo da variação da alimentação (ver seção 5.1), entretanto o ruído não é proporcional, ou seja, a relação de sinal/ruído não é decrescente. Foi utilizado a seguinte relação:

$$SR = \frac{A_{SINAL}}{A_{RUÍDO}} \quad (5.2)$$

Onde A_{SINAL} é o valor da amplitude do sinal e $A_{RUÍDO}$ é amplitude do ruído, obtivemos para cada alimentação as seguintes taxas mostradas na Tabela 5-4.

Tabela 5-4 Relação do sinal ruído para cada situação envolvendo alimentações diferentes para o sensor A.

Alimentação (mA)	A_{SINAL} (mV/ \sqrt{Hz})	$A_{RUÍDO}$ (mV/ \sqrt{Hz})	SR (u.a)
1	0,53	0,004	133
2	0,56	0,005	112
3	0,58	0,006	96
4	0,60	0,007	85
5	0,61	0,005	112

Portanto, é benéfico considerar o uso de alimentações de 3 mA ou 4 mA para a técnica DM. No entanto, é importante mencionar que, ao utilizar a instrumentação do MMV por meio do DM (consulte a seção 4.1.4), é empregado o filtro da Stanford para obter a diferença de sinal do sistema gradiométrico (sensor A - sensor B). No entanto, esse filtro possui algumas limitações de operação [56]. Uma dessas limitações é que as leituras de tensão contínua (DC) nos canais do filtro não devem exceder $3 V_{pp}$ (volts pico a pico), devido a risco de sobrecarga [56]. Assim, todo o trabalho desenvolvido de medições e caracterização é utilizado uma alimentação de 3 mA para os sensores A e B.

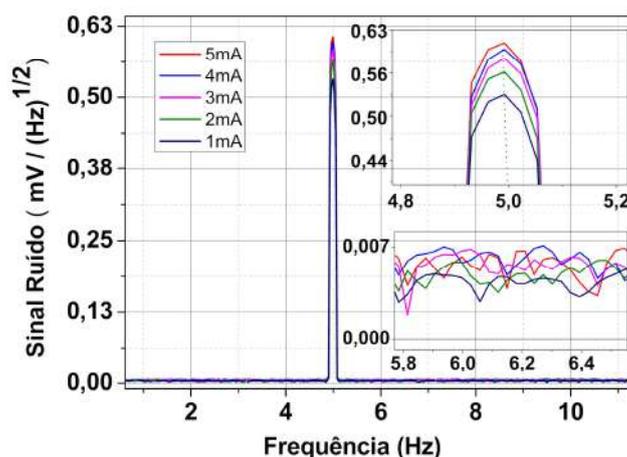


Figura 5-13 Análise de espectro usando a técnica Delta Mode com diferentes alimentações no sensor Hall.

Na Figura 5-12, na área cinza do diagrama, é sugerida a substituição do sistema integrado de Keithley por outras opções de leitura de tensão dos sensores Hall, como o uso de Lock-In ou a placa Arduino DUE. Já na Figura 5-14, são apresentados os resultados comparativos do espectro de densidade de energia para todos os sistemas de leitura, usando apenas o sensor A. Todos os sistemas foram submetidos às mesmas condições experimentais, ou seja, uma tensão de 2 V pico a pico foi aplicada no eletroímã com uma frequência de 4 Hz, e os sensores foram alimentados com 3 mA. No sistema lock-in, foi observada uma amplitude máxima adquirida de $0,84 mV/\sqrt{Hz}$, enquanto no modo Delta a amplitude máxima foi de $0,58 mV/\sqrt{Hz}$. Por outro lado, para o sistema Arduino, a amplitude máxima registrada foi de $0,11 mV/\sqrt{Hz}$.

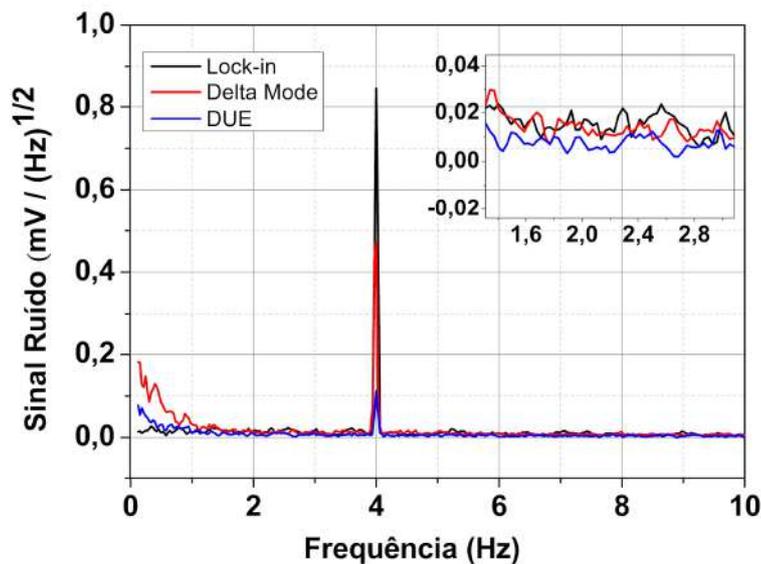


Figura 5-14 Análise de espectro comparativo do sensor A com as demais técnicas, Lock-In e Placa DUE.

Conforme ilustrado na Figura 5-14, a utilização da placa Arduino como sistema de leitura não se mostra vantajosa, uma vez que o valor máximo da intensidade de energia fica próximo ao valor de ruído do sistema MMV. Ao analisar o sistema gradiométrico (consulte a seção 5.4) e observar o valor detectado para a tensão do sensor B, percebemos que está na ordem de 0,0045 V. Ao converter o valor máximo do sinal de ruído para o sensor A do sistema Arduino, encontramos um valor de 0,002 V, ou seja, está no mesmo patamar de detecção dos ruídos presentes no laboratório. Além disso, a placa DUE do Arduino apresenta limitações de hardware[55] referente a quantidade de bits, que resulta em uma menor precisão na coleta de dados. Por outro lado, tanto o Lock-In quanto a técnica DM são hardwares viáveis para a microscopia.

5.7 Calibração com Níquel

Entre as técnicas de calibração propostas para a adaptação do MMV usando o Delta Mode, optou-se pela utilização de amostras de níquel. Essa escolha se baseou em trabalhos anteriores que utilizaram o níquel como material de calibração para comparar o desempenho do MMV com outras técnicas, como o Lock-In, VSM e SQUID [3, 7, 54]. Assim, é utilizado duas geometrias diferentes para a calibração com amostra de níquel, dentro de uma cavidade cilíndrica, como mostra Figura 5-15(a) e Figura 5-15(b). A seleção da amostra de níquel foi feita devido às suas propriedades físicas e químicas amplamente documentadas na literatura científica [12,57]. Isso torna o níquel um material confiável e bem caracterizado, facilitando a comparação e validação dos resultados obtidos com o MMV e outras técnicas de medição. Durante o processo de calibração, duas propriedades importantes da amostra de níquel foram levadas em consideração: o momento magnético e a

magnetização de saturação, ambas já bem estabelecidas na literatura científica [5,58].

Para a geometria cilíndrica, utilizou-se um fio de níquel com 99,99 % de pureza e dimensões de 250 μm de diâmetro e 400 μm de largura como amostra da empresa comercial VSM EG&G PAR model 4500 (solid line). Na geometria esférica, escolheu-se uma esfera de níquel fornecida pela Goodfellow, Inc., com diâmetro de 3 mm, pureza de 99,0 %, desvio de $\pm 25.4 \mu\text{m}$ nas dimensões e com massa de 126 mg [59]. Outro fator que influenciou a escolha da amostra de níquel na calibração, está no fato das limitações de aplicar campos magnéticos superiores a 500 mT no eletroímã. O níquel por ser ferromagnético, apresenta uma alta magnetização à temperatura ambiente quando submetidos a um pequeno campo externo, ou seja, na ordem de mT o níquel apresenta uma magnetização de saturação M_s [60]. Além da M_s conhecida [12], o momento magnético é conhecido por aproximadamente $6,82 \times 10^{-3} \text{ Am}^2$ [7], o que torna possível uma calibração. A fim de calcular a magnetização, foram explorados dois modelos teóricos: o modelo de dipolo magnético e o modelo de Biot-Savart, aplicados ao cilindro e à esfera condutora, respectivamente. Esses modelos forneceram uma base teórica para estimar a magnetização das amostras em estudo.

A equação (3.14) representa o modelo de dipolo magnético, que é baseado no conceito de um dipolo pontual e não leva em conta as características geométricas específicas da amostra. Para aplicar o modelo de Biot-Savart, utilizamos as equações (3.9) e (3.15), que levam em consideração a contribuição de pequenos elementos de corrente ao longo de um cilindro e de uma esfera, respectivamente. Lembrando que ao utilizar a equação de Biot-Savart para modelar um cilindro condutor e uma esfera condutora, é importante levar em consideração a distribuição de corrente ao longo da geometria da amostra, bem como considerar os parâmetros fixos da amostra, como seu diâmetro, comprimento e orientação [22-24]. Assim, foram feitas as medidas em duas geometrias e usando os dois modelos.

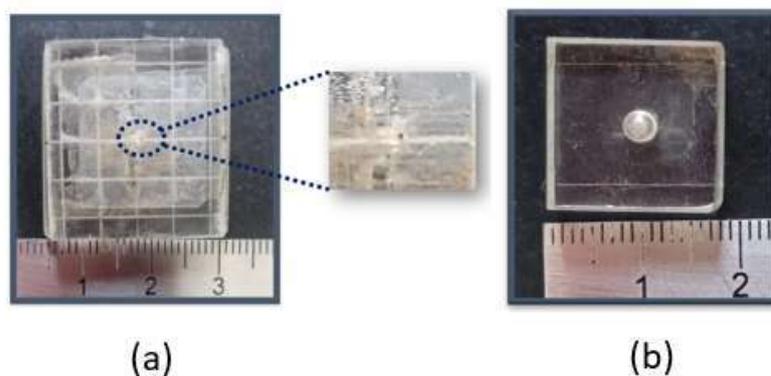


Figura 5-15 Amostra de Níquel. (a) -Para o fio de níquel com 99,9% de pureza. (b)- Esfera de Níquel 99,0%.

Primeiramente foram realizadas as medidas para amostra cilíndrica, ou seja, o fio de níquel. Foram aplicados diferentes campos magnéticos externos variando

de 491 mT até -500 mT na amostra, como mostra a Tabela 5-6. Na Figura 5-16, temos os fit realizado para encontrar o valor do momento magnético usando o modelo de dipolo magnético (consulta a rotina em Python no apêndice G). Nesse modelo, inicialmente consideramos apenas a dependência espacial do campo magnético. Para isso, realizamos uma normalização dos dados experimentais e ajustamos o modelo utilizando termos geométricos de um cilindro. Assim, determinamos que a altura da amostra em relação ao sensor (Z_0) é de 151 μm . Posteriormente, após reverter a normalização da curva de resposta de campo induzido da amostra (representada em azul), procedemos com os ajustes considerando apenas a componente B_z ao longo do eixo x (posição), mantendo fixo o valor previamente encontrado para Z_0 . Obtivemos um valor de momento magnético para o níquel de $1,03 \times 10^{-5} \text{ Am}^2$. Posteriormente, aplicamos o mesmo modelo de dipolo magnético à esfera de níquel, mas desta vez realizamos um ajuste geométrico para coordenadas esféricas. Encontramos um valor de 132 μm para a distância entre a amostra e o sensor A. Em seguida, desnormalizamos a curva e realizamos o ajuste utilizando a equação do dipolo magnético para a componente B_z , conforme ilustrado na Figura 5-17. Nesse processo, encontramos um valor de momento magnético de $1,03 \times 10^{-5} \text{ Am}^2$.

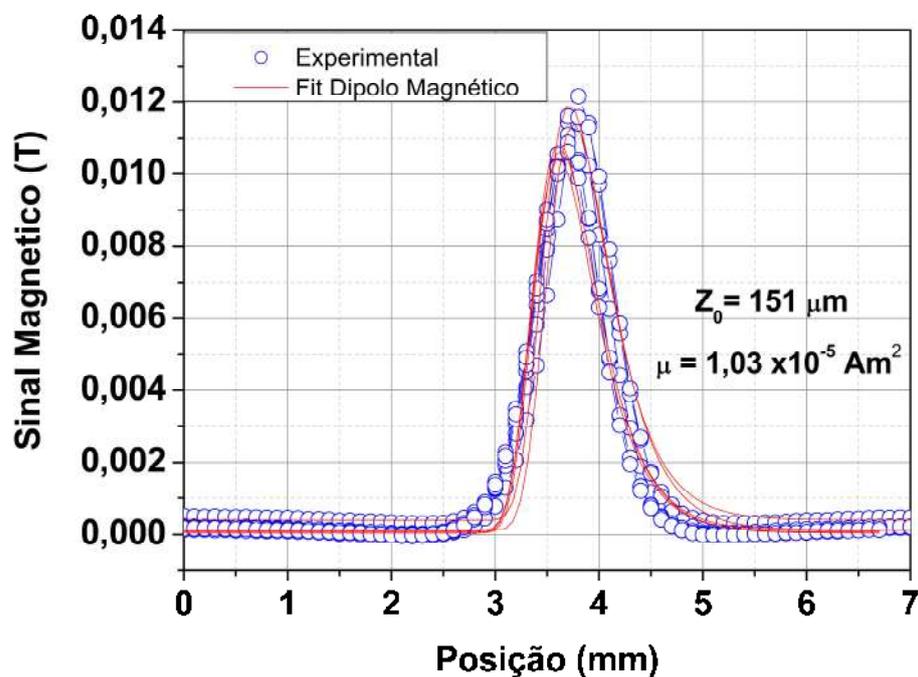


Figura 5-16 Resultado de análise do mm via o modelo de dipolo magnético, no fio de Níquel e usando a técnica Delta Mode no MMV.

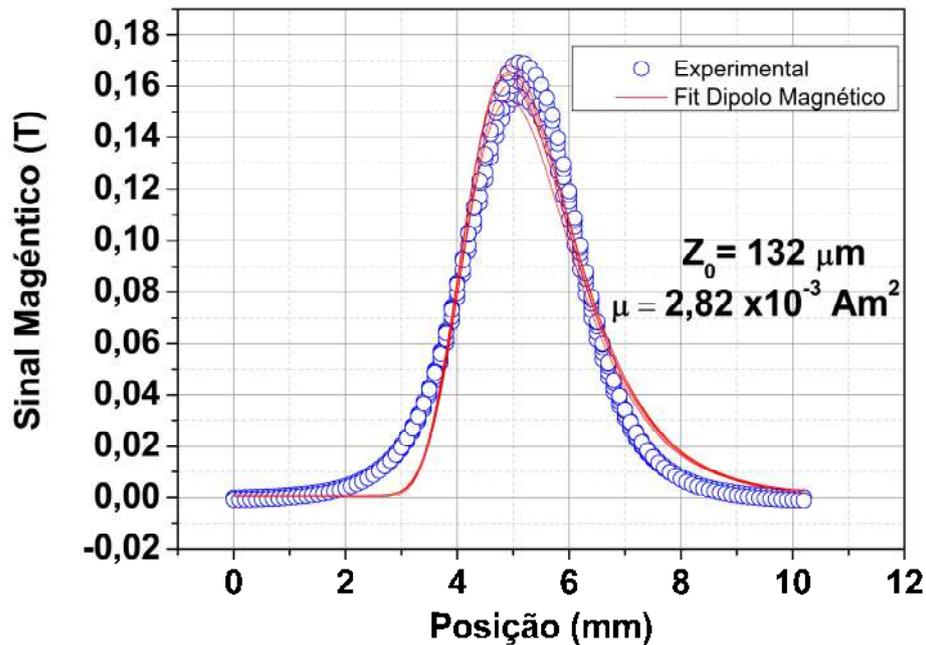


Figura 5-17 Resultado de análise do mm via modelo de dipolo magnético, na esfera de Níquel e usando a técnica Delta Mode no MMV.

Agora é a vez da utilização do modelo de Biot-Savart para determinar o valor de momento magnético para geometria cilíndrica e esférica. Assim, foram usados os valores de Z_0 encontrados anteriormente para o cilindro e para esfera, uma vez que, é um parâmetro geométrico e não depende dos modelos citados acima para encontrar. Em seguida é aplicado na equação de Biot-Savart para a componente B_z . Na Figura 5-18 encontramos um valor $2,12 \times 10^{-5} \text{ Am}^2$ para momento magnético do cilindro e na Figura 5-19 encontramos o valor $6,73 \times 10^{-3} \text{ Am}^2$ para momento magnético da esfera por Biot-Savart. A Tabela 5-5 apresenta os valores do momento magnético obtidos utilizando diferentes modelos para a mesma amostra de níquel.

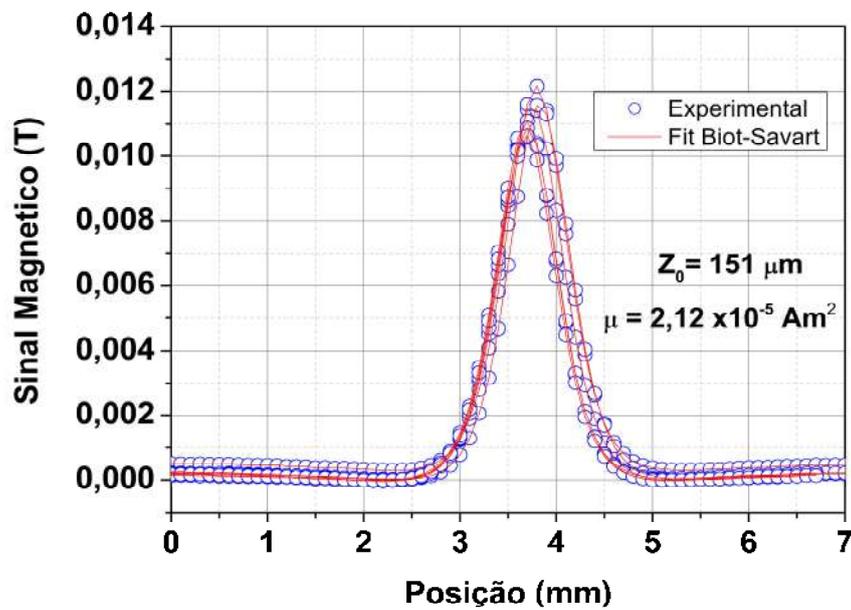


Figura 5-18 Resultado de análise do mm via Biot-Savart, no fio de Níquel e usando a técnica Delta Mode no MMV.

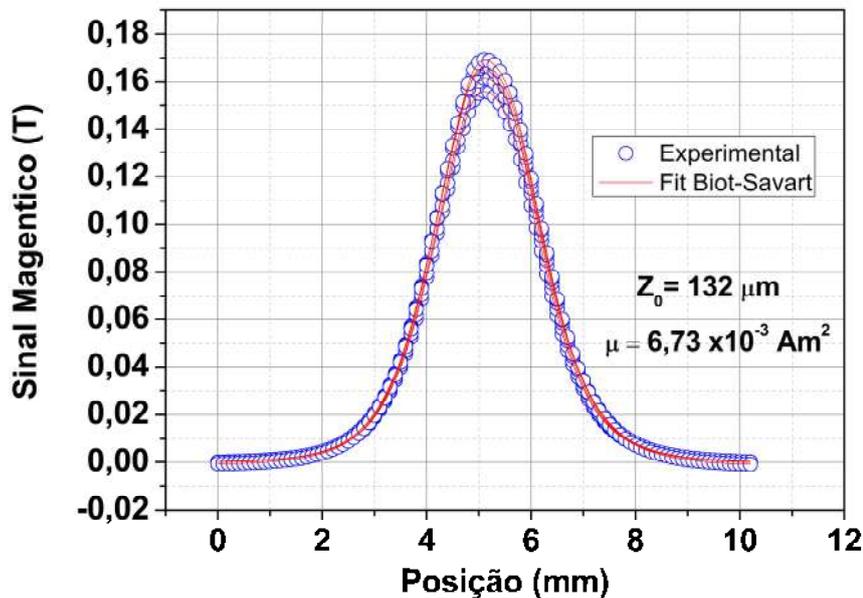


Figura 5-19 Resultado de análise do mm via Biot-Savart, na esfera de Níquel e usando a técnica Delta Mode no MMV.

Com base nos valores dos momentos magnéticos obtidos, é possível construir a curva de magnetização da amostra, o que permite a caracterização magnética do material. Assim, como mostra a Tabela 5-15 existe valores diferente para o momento magnético utilizando a mesma amostra. Nesse sentido, utilizamos o modelo de Biot-Savart, devido ao fato que, para o modelo de dipolo magnético obtemos apenas uma estimativa aproximada do campo magnético gerado pela amostra, quando considerado apenas o momento magnético, refletindo em pouca exatidão para encontra o valor de magnetização. Entretanto, por Biot-Savart é

necessário considerar a distribuição de corrente na amostra considerando a geometria e distribuição de corrente dentro da amostra, assim proporcionando maior exatidão para encontrar os valores de magnetização.

Tabela 5-5 Resultado de mm para fio e esfera usando dois modelos.

Amostra de Níquel	Modelo de dipolo magnético (Am²)	Modelo de Biot-Savart (Am²)
Fio	1,03 x 10 ⁻⁵	2,12 x 10 ⁻⁵
Esfera	2,82 x 10 ⁻³	6,73 x 10 ⁻³

Outra observação a ser feita é o fato de as amostras de níquel terem momentos magnéticos diferentes. Isso, vem da pureza dos materiais, quanto também o volume total das amostras. Ou seja, podemos ver que o campo induzido na amostra esférica é maior do que na cilíndrica, isso ocorre porque a esfera tem maior volume e, portanto, um momento magnético maior. Além disso, o campo induzido nas duas amostras aumenta com o campo magnético externo, o que é já era esperado.

Os valores de magnetização por volume e por massa via o modelo de Biot-Savart são apresentados na Tabela 5-6 e na Figura 5-20, respectivamente. A medição do fio de níquel foi realizada com o sistema gradiométrico como descrito na seção 5.4, enquanto para a esfera foi utilizado somente o sensor A e como também sem o filtro da empresa Santford Research systems, modelo SR560 (ver seção 5.4).

Tabela 5-6 Resultados de calibração para o fio de níquel usando a estrutura gradiométrico e com a técnica Delta Mode.

Campo aplicado (mT)	Magnetizaçã o (k A/m) Teste 1	Magnetizaçã o (k A/m) Teste 2	Magnetizaçã o (k A/m) Teste 3	Desvio padrão $\delta(M)$
491	55,7	55,8	55,8	0,0471
455	55,5	55,7	55,6	0,0816
435	55,2	55,3	55,3	0,0471
370	55,1	55,2	55,2	0,0471
315	55,2	54,8	55,0	0,1633
230	54,9	54,7	54,9	0,0943
200	54,8	54,6	54,7	0,0816
-204	-55,4	-55,2	-55,2	0,0943
-230	-55,9	-55,4	-55,4	0,2357
-284	-56,0	-55,5	-55,7	0,2051
-367	-56,1	-55,8	-56,0	0,1286
-407	-56,3	-56,0	-56,2	0,2154
-448	-56,6	-56,2	-56,3	0,2944
-500	-56,8	-56,4	-56,5	0,1700

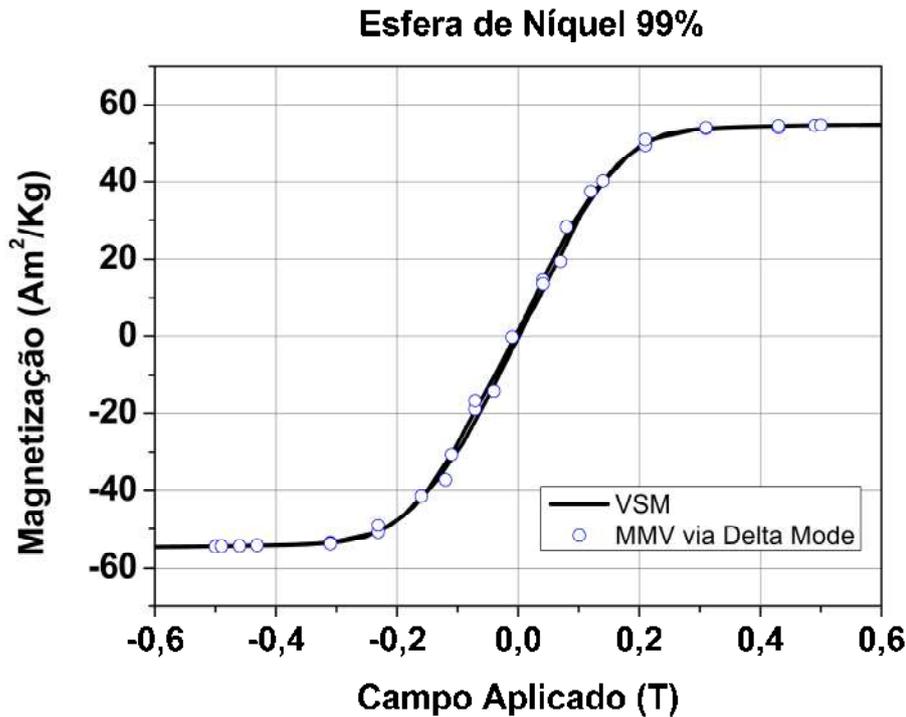


Figura 4-20 Curva de Magnetização para a esfera de níquel.

Com as medidas para diferentes campos aplicado na região de saturação da amostra, observa-se que, para campos maiores que 300 mT a magnetização de saturação do níquel foi de 55,14 K Am⁻¹ para o fio e 55,6 Am²/kg para a esfera.

5.8 Sensibilidade do MMV via Delta Mode e Lock-in

Como mencionado na seção 5.6, em relação à análise do espectro de densidade de energia, com o objetivo de avaliar o desempenho do sistema, agora propomos uma análise de sensibilidade da estrutura do MMV utilizando o DM. Essa análise será realizada por meio da utilização do fio de níquel, conforme detalhado na seção 5.8. Então, é aplicado um campo magnético de polarização de 448 mT perpendicular ao plano de medição. Dessa forma podemos realizar uma varredura da amostra, e a partir do mapa medido (ver Figura 5-21 (a)) encontrar o valor de máximo e mínimo no mapa. Para encontrar máximos e mínimos é retirado do mapa duas linhas. A primeira linha seria o valor de mínimo, a qual, representa nas medições os valores para um offset médio da medida. A segunda linha, seria a linha de máximo encontrado no mapeamento onde representa os valores de máximos da medição. Na Figura 5-21 temos a medida do fio de níquel onde o máximo está localizada no centro do mapa, a qual, aplicando o modelo teórico de dipolo encontramos um valor de magnetização da amostra M_A de 55,6 K Am⁻¹. Através da determinação da linha de valor mínimo correspondente no mapa, podemos obter informações sobre o nível de ruído e a contribuição da magnetização gerada pelo porta-amostra. Para encontramos o valor de magnetização da linha de mínimo é usado o modelo de dipolo, a qual, encontramos uma magnetização de 1,7 K Am⁻¹

para o ruído, e como valor de momento magnético de aproximadamente $4,3 \times 10^{-7} \text{ Am}^2$, como mostra a Figura 5-21 (b).

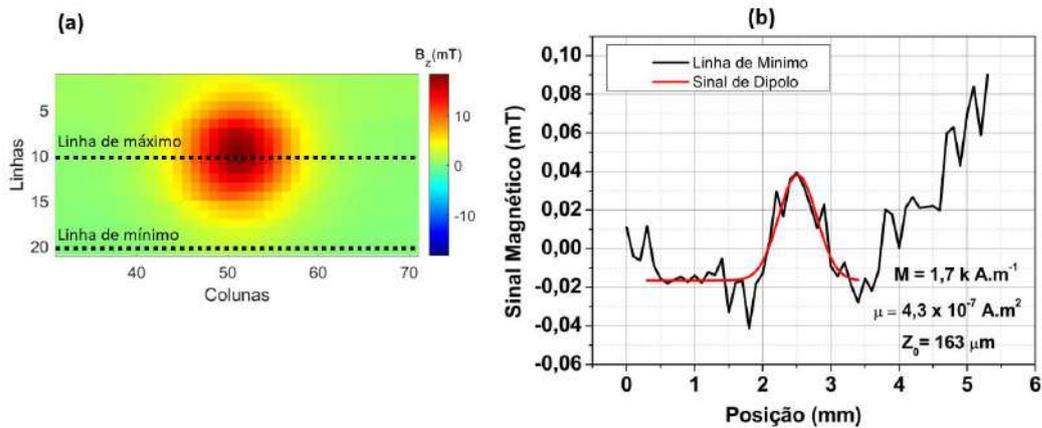


Figura 4-21 Estudo de sensibilidade para estrutura do MMV via Delta Mode, utilizado um campo de 448 mT no fio de níquel. (a)- Reposta da amostra com a representação da linha de máximo e mínimo. (b)- usando o modelo de dipolo na linha de mínimo do map.

Já para a sensibilidade do Lock-In não foi feito o mapeamento de amostra visto que já é bem estabelecido com um valor de $8,8 \times 10^{-11} \text{ Am}^2$ [14,15,16]. Diante disso, podemos ver que para o MMV utilizando o Lock-in tem uma maior de sensibilidade com quatro casa decimais superior com o da técnica Delta Mode.

6 APLICAÇÃO EM AMOSTRAS CONSIDERANDO O ESTUDO DA RESPOSTA MAGNÉTICA

Nesta seção serão abordadas algumas das possíveis aplicações da microscopia magnética de varredura, onde a qual, abordamos a o uso da técnica DM para caracterização das amostras. Estas caracterizações serão em função tanto do comportamento magnético como dos valores de intensidade de campo magnético induzido.

6.1 Amostras de partículas magnéticas

Para o estudo envolvendo as partículas magnéticas é proposto a utilização de três amostras óxidos de ferro (AM1, AM2 e AM3), entretanto com diâmetro de partículas diferente. A primeira amostra AM1, corresponde a um óxido de ferro comercial, a segunda amostra AM2 é um óxido de ferro dopado com materiais orgânicos fluorescentes, e a terceira amostra AM3 é um óxido de ferro sintetizado na PUC-RJ. Essa diferença nos tamanhos promove valores de magnetização diferente (ver seção 3.4). Além de realizar a caracterização individual das partículas, também é proposto submeter as três amostras a um mesmo porta-amostra com três cavidades cilíndricas (A1, A2 e A3). Essa abordagem tem como objetivo simular situações de amostras anisotrópicas, como no caso das rochas.

6.1.1 Óxido de Ferro Comercial

A amostra AM1 consiste em nanopartículas (NPs) de óxido de ferro comercial adquiridas da empresa Metal Cherk, uma empresa brasileira especializada na venda de nanopartículas de óxido de ferro. Essas NPs são fabricadas usando o método de umidade e possuem uma cor vermelha característica, sendo identificadas como RW 222, de acordo com a empresa [61]. Além disso, as NPs possuem uma composição de partículas magnéticas que varia de 80% a 100 %, um ponto de fusão de 1566 °C e uma densidade de aproximadamente 4,40 g/cm³ [61]. Para obter informações magnéticas adicionais da amostra AM1, é proposto a medição do campo induzido da amostra quando aplicado um campo magnético externo.

Na Figura 6-1 são apresentados os resultados da curva de magnetização da amostra AM1 medida utilizando-se a instrumentação do MMV via Delta Mode e como também com a técnica de Vibrating Sample Magnetometer (VSM) da empresa Quantum Designer, modelo Versalab. Como metodologia de caracterização é usado curva de magnetização por massa (Am²/Kg).

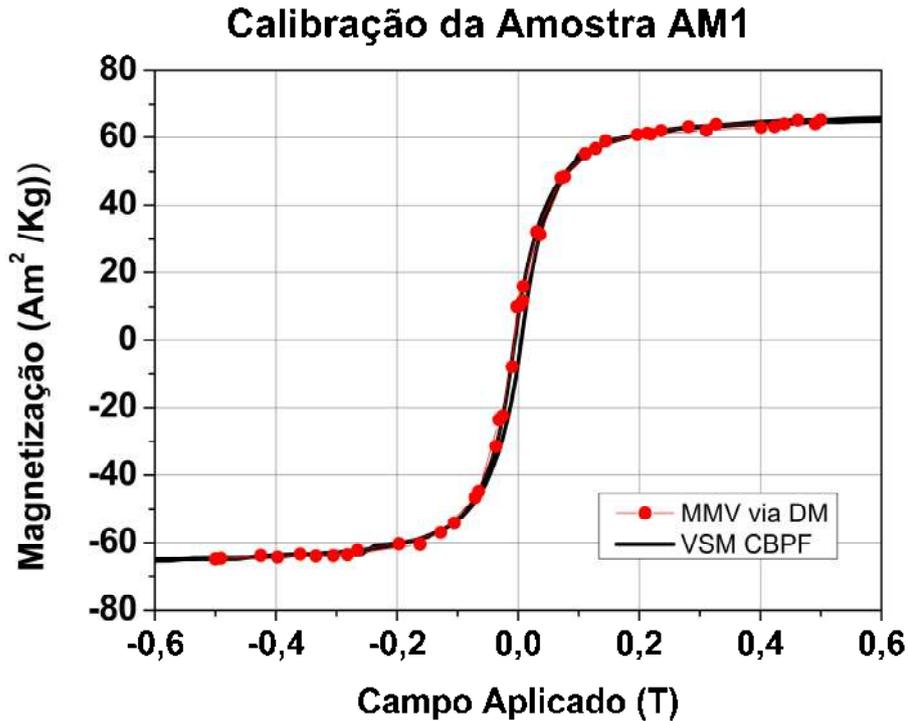


Figura 6-1 Curva de Magnetização por massa para amostra da Metal Cherk.

Para obter a curva de magnetização da Figura 6-1, utilizamos um porta-amostra com uma cavidade cilíndrica de diâmetro 1,97 mm e profundidade de 1 mm, contendo uma massa de $21,8 \pm 0,8$ mg. Para obtermos os pontos da curva de magnetização via a técnica MMV com DM, utilizamos a metodologia de mapear a amostra com diferentes campos. Após a obtenção dos mapas, foram identificadas as linhas de máximo e mínimo para eliminar os efeitos do porta-amostra. Em seguida, foi aplicado o modelo de cilindro de corrente utilizando a equação de Biot-Savart, levando em consideração a diferença entre as linhas de máximo e mínimo, ver Figura 6-2.

Também realizamos a validação dos resultados obtidos através da medição da amostra AM1 utilizando uma técnica comercial do CBPF, conhecida como VSM. Com as medidas realizadas foi possível obter um valor de magnetização equivalente a $62,24 \text{ Am}^2/\text{Kg}$ para medição utilizando a técnica de VSM e a medição usando MMV com a técnica DM é encontrando um valor de $66,09 \text{ Am}^2/\text{Kg}$. Observamos um desvio de 5,79 % na medida do MMV via DM em relação à técnica de VSM. A amostra AM1 também exibe um comportamento de histerese dentro da faixa de campo de -0,254 mT a 0,638 mT. Esse comportamento é resultado do movimento das paredes de domínio em resposta ao campo aplicado. Além do comportamento de histerese, também evidencia um comportamento de amostra ferromagnético de material mole. A Figura 6-3 (a) apresenta a imagem da amostra AM1 posicionada dentro de uma cavidade cilíndrica do porta-amostra, resultando em um padrão de fluxo magnético em forma de círculo. Esse padrão é visualizado na Figura 6-3 (b) através da linha pontilhada em preto e realizado por simulação em Python (ver apêndice G). Nesta simulação é usado a teoria do fluxo de campo magnético por elemento de área, dado por,

$$\phi = \oint \vec{B} \cdot d\vec{A} \quad (5.1)$$

Onde o fluxo magnético é dado pelo produto escalar do campo magnético vetorial \vec{B} sobre um vetor de área normal a superfície \vec{A} , ou seja, uma superfície fechada.

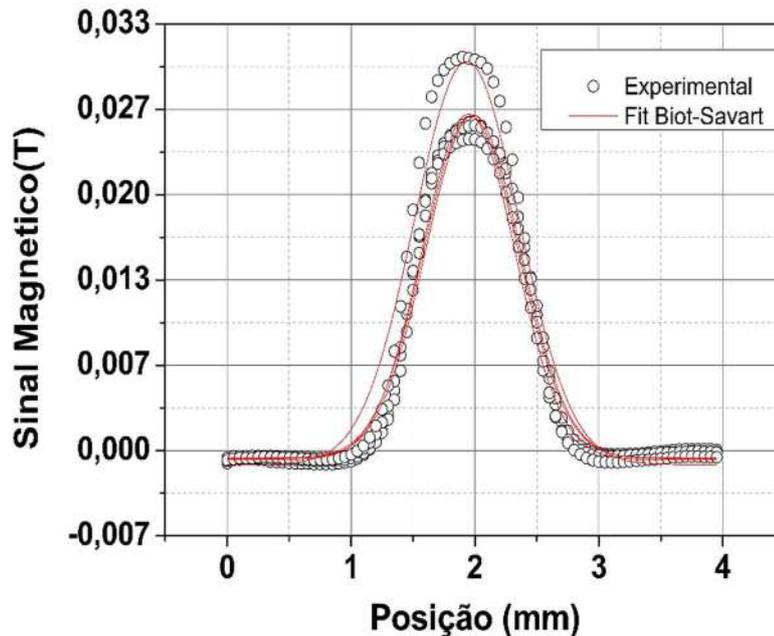


Figura 6-2 Fit realizado para as medidas de usando o cilindro condutor para amostra AM1.

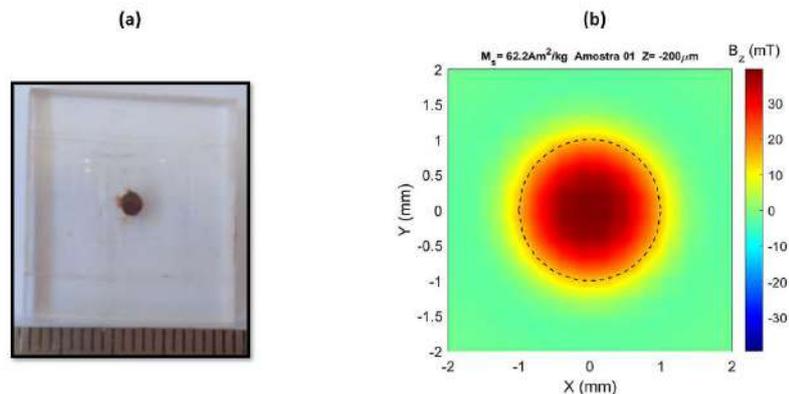


Figura 6-3 Amostra AM1. (a) AM1 dentro do porta-amostra de cavidade cilíndrica. (b) o mapeando da amostra AM1 no plano 2D.

6.1.2 Partículas magnéticas fluorescentes

A amostra AM2 é uma nanopartícula (NP) magnética fluorescente composta de óxido de ferro, pigmento orgânico e resina. Essa amostra foi adquirida da empresa SERVE-END Indústria e Comércio LTDA, localizada em São Paulo,

Brasil [65]. Sua composição inclui aproximadamente 40 a 60% de óxido de ferro, juntamente com 20 a 30% de pigmentos orgânicos adicionados à resina. A Figura 6-4 exibe os resultados da curva de magnetização da amostra AM2, que foi medida utilizando a mesma instrumentação utilizada para a amostra AM1. A metodologia de caracterização também envolveu o uso da curva de magnetização por unidade de massa (Am^2/Kg).

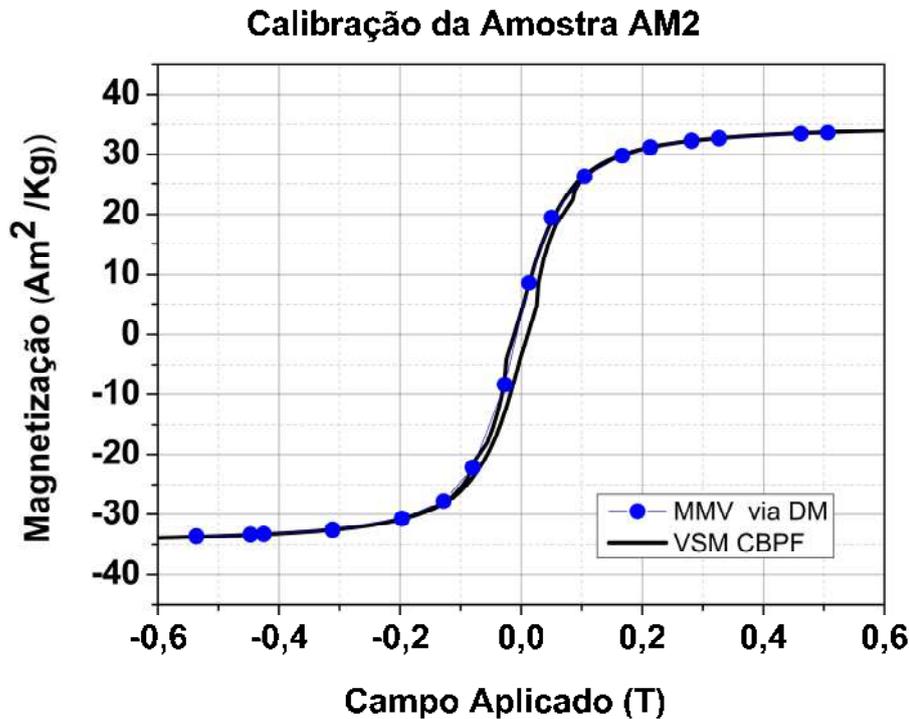


Figura 6-4 Curva de Magnetização da amostra fluorescente.

Os resultados da magnetização por massa em relação ao campo aplicado foram obtidos usando um porta-amostra com uma cavidade cilíndrica de 2 mm de diâmetro e 1 mm de profundidade, contendo uma massa de aproximadamente $17,7 \pm 0,4$ mg. Essas medições foram realizadas no MMV via DM, utilizando o modelo de Biot-Svart. Para campos magnéticos máximos de 500 mT, obteve-se uma magnetização de $33,04 \text{ Am}^2/\text{Kg}$, enquanto para campos magnéticos mínimos de -500 mT, a magnetização foi de $-33,22 \text{ Am}^2/\text{Kg}$. Na Figura 6-5, temos as medidas experimentais das linhas de máximos retiradas dos mapas para campo aplicados positivos. Nestas curvas experimentais é realizado o fit utilizando o modelo de cilindro conduzido pelas equações de Biot-Savart, e observamos que a amostra AM1 tem um campo induzido aproximadamente nas dezenas de mT.

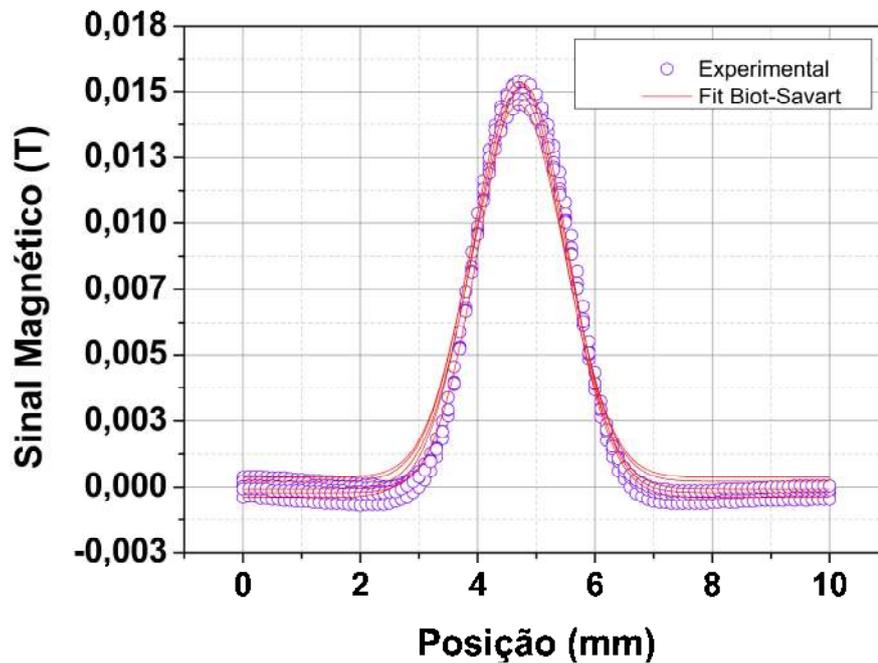


Figura 6-5 Estudo do momento magnético da amostra AM2.

Na Figura 6-6, apresentamos um estudo sobre o comportamento do fluxo magnético quando as partículas da amostra AM2 são colocadas dentro do porta-amostra de cavidade cilíndrica, conforme mostrado na Figura 6-6(a). Podemos observar que a intensidade máxima ocorre no centro, enquanto nas bordas a intensidade do campo magnético induzido é menor, como ilustrado na Figura 6-6 (b). Essa Figura foi gerada utilizando a linguagem de programação Python, como mencionado na seção 4.2.

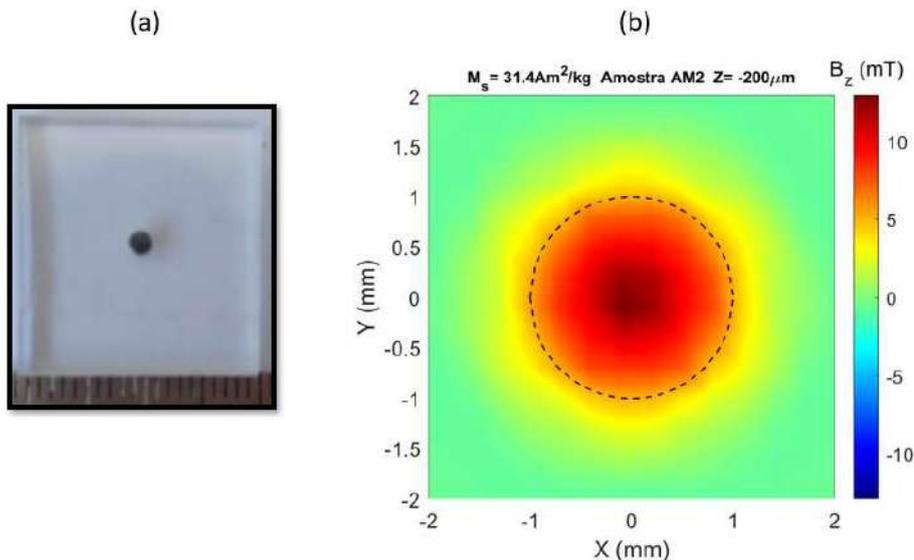


Figura 6-6 Amostra AM2. (a) imagem das partículas dentro do porta-amostra de acrílico. (b) mapa do fluxo de campo induzido na amostra AM2 teoricamente usando matlab.

Por fim, é importante ressaltar que a amostra em questão, por se tratar de partículas, apresenta alterações significativas em suas propriedades magnéticas

quando submetida a um campo magnético e também pode apresentar instabilidade quando esse campo é removido. Essas características indicam que essa amostra pode ser classificada como um material ferromagnético de baixa coercividade, também conhecido como material ferromagnético mole.

6.1.3 Fe₃O₄ Sintetizada

A síntese para produção das NPs de Fe₃O₄ é abordado o método de coprecipitação usando íons de Fe⁺³ e Fe²⁺, na proporção de 2:1 [3]. Esta síntese foi baseada no trabalho de Frederico V. Gutierrez et. al, 2021, onde consistiu na adição de uma mistura homogênea de sais de ferro a uma solução básica de NH₄OH na temperatura de 80 °C [2, 62, 63]. Os reagentes utilizados foram adquiridos pela empresa Vetec Química Fina LTDA, Rio de Janeiro, Brasil e usados nas proporções indicadas na Tabela 5-1.

Tabela 6-1 Solventes utilizados na produção de partículas de óxido de ferro.

Reagente	Concentração (g mol ⁻¹)
cloreto férrico hexahidratado (FeCl ₃ ·6H ₂ O)	270,29
sulfato de ferro (II) hepta-hidratado (FeSO ₄ ·7H ₂ O)	278,01
hidróxido de amônio (NH ₄ OH)	35,04
ácido clorídrico (HCl)	36,46

Foram utilizados os seguintes métodos de produção: (1) Prepararam-se duas soluções para misturar sais de ferro, uma dissolvendo 0,02516 mol de FeCl₃·6H₂O em 25 mL de água destilada e outra dissolvendo 0,01421 mol de FeSO₄·7H₂O em 10 mL de HCl (5,49 mol L⁻¹); (2) Misturaram-se as soluções de sais de ferro em uma proporção de 4 mL Fe³⁺ para 1 mL Fe²⁺, seguindo a proporção de 2:1; (3) Pré-aqueceu-se uma solução aquosa de NH₄OH (1,30 mol L⁻¹) a 80 °C em um recipiente separado em uma placa de aquecimento por 10 min; (4) Adicionou-se a mistura de sais obtida à solução básica de hidróxido de amônio (28% P.A.) sob agitação manual vigorosa com um bastão de vidro; (5) Formou-se um precipitado preto, indicando a formação de NPs; (6) Os MNPs foram mantidos em um banho de ultrassom por uma hora para evitar aglomeração; (7) Em seguida, os MNPs foram lavados três vezes com água destilada (destilador NT 422, NovaTecnica, Brasil) e auxiliados por um ímã permanente para segurar as nanopartículas. O procedimento de lavagem foi repetido várias vezes para neutralizar o pH da solução. Além das informações gerais encontradas no trabalho de Frederico V. Gutierrez et. al, 2021, como a síntese e a densidade do material 5,197 x10³ Kg m⁻³, foi necessário realizar um estudo de magnetização usando as duas técnicas (VSM e MMV via DM) para observar a repetibilidade na produção das amostras. Na Figura 6-3 tem as curvas de magnetização usando duas instrumentações diferentes (MMV via DM e VSM).

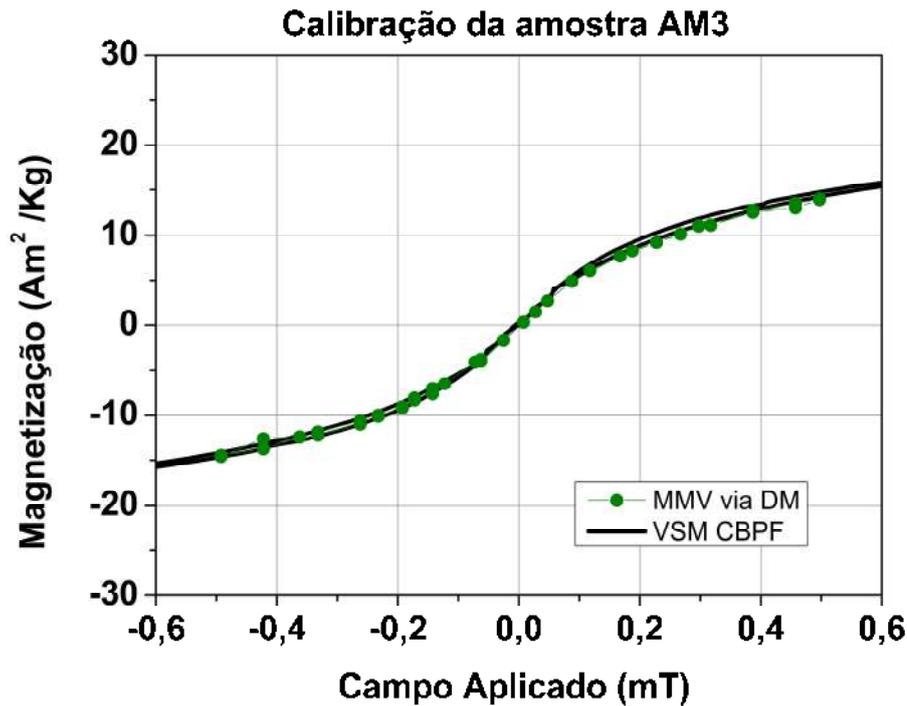


Figura 6-7 Curva de magnetização por massa de partículas sintetizadas na PUC-RJ.

A curva presente na Figura 6-7 foi obtida por meio da metodologia de magnetização por massa, utilizando um porta-amostra com cavidade cilíndrica de diâmetro igual a 1,99 mm e profundidade 1,1 mm, contendo uma massa de aproximadamente $14,5 \pm 0,58$ mg. Embora a técnica do MMV via Delta Mode não possibilite a determinação do valor de magnetização de saturação devido à sua limitação de campo aplicado de -500 mT até 500 mT, a medida realizada com a técnica VSM apresentou um valor equivalente a 754 KAm^{-1} [3] ou $29,63 \text{ Am}^2/\text{Kg}$. A partir da Figura 6-8 é possível inferir que a amostra exibe um comportamento de histerese sem a presença de campo coercivo e remanência, indicando um comportamento superparamagnético [45,54].

Na Figura 6-8 é apresentada a representação da amostra AM3 dentro do setup experimental, juntamente com o estudo do fluxo magnético. Essa amostra possui uma magnetização de saturação de $29,63 \text{ Am}^2/\text{Kg}$. Como observado anteriormente, o fluxo magnético se concentra principalmente no centro da amostra, enquanto nas bordas a intensidade tende a diminuir. Essa distribuição de fluxo magnético é

consistente com o comportamento esperado para uma amostra com características em amostras em pó [5,60].

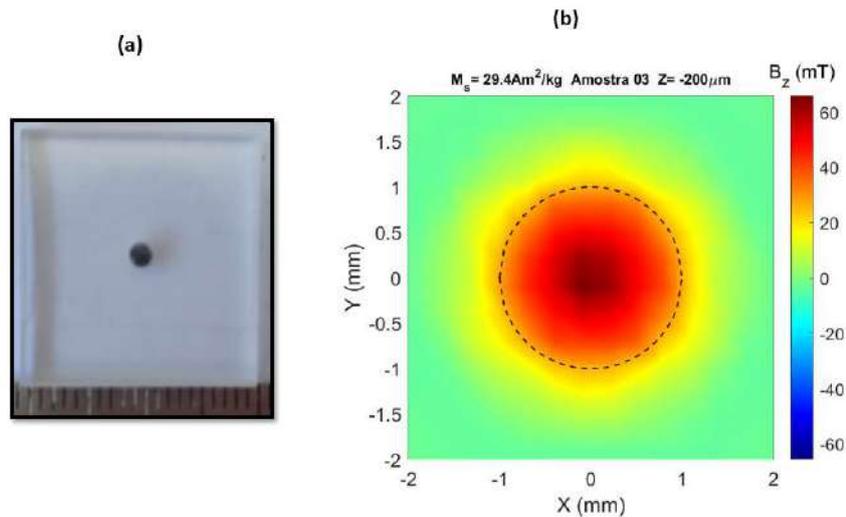


Figura 6-8 Amostra AM3. (a) AM3 colocada dentro da porta-amostra de acrílico. (b) Simulação do fluxo magnético da amostra.

6.2 Metodologia teórica para as três cavidades

Com as amostras de óxido de ferro comentadas na seção 6.1 é realizado um estudo do comportamento destas amostras quando colocadas dentro de um mesmo porta-amostra e espaçadas com uma distância “x”, onde a qual não ocorra uma sobreposição de sinal (ver Figura 6-9). Neste estudo, é aplicada a teoria de superposição de fluxo magnético ao longo do eixo z, juntamente com a teoria de Biot-Savart, para determinar o valor de magnetização. Também são consideradas as limitações geométricas dos arranjos dentro do porta-amostra, a fim de evitar ou contornar o efeito de sobreposição de sinal. O objetivo é extrair com precisão o valor de magnetização da amostra, levando em conta esses fatores.

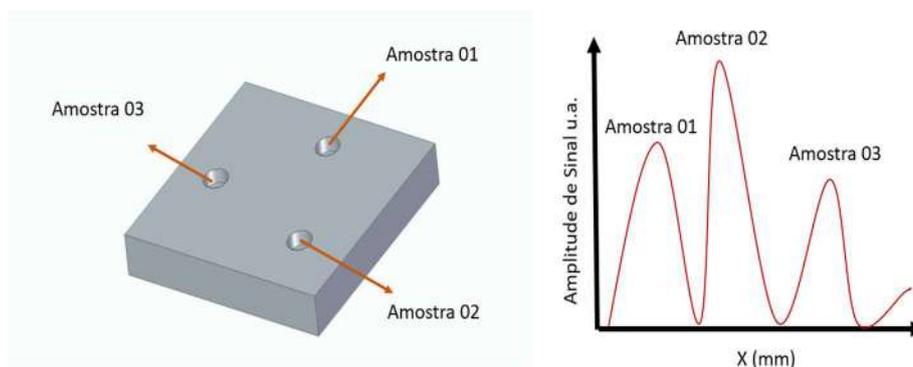


Figura 6-9 Situação genérica para uma porta-amostra com três cavidades cilíndricas e três amostras diferente, e quando aplicado um campo magnético as amostras respondem com uma resposta magnética de intensidades diferentes.

A sobreposição de sinais magnéticos nos sensores pode ter um impacto direto na determinação do valor de magnetização das amostras em análise. Essa

sobreposição ocorre devido à proximidade entre as amostras, onde o sinal magnético de uma amostra pode influenciar a outra e vice-versa. É importante levar em consideração essa interferência decorrente da distância entre as amostras, uma vez que pode afetar a precisão e a confiabilidade na obtenção dos valores de magnetização. Essa análise visa identificar as distâncias mínimas necessárias entre as amostras para evitar qualquer influência indesejada e garantir resultados precisos e confiáveis na caracterização magnética. Ao estabelecer esses limites, é possível realizar experimentos e medições de forma mais controlada, minimizando os efeitos de interferência entre as amostras e melhorando a compreensão do comportamento magnético de cada uma delas. Onde para amostras homogêneas [3,54,62], como por exemplo no estudo de partículas magnéticas, um mapeamento de um conjunto de amostras em único porta-amostra, torna-se um processo mais rápido e vantajoso em questão de medição. No entanto, ao lidar com o mapeamento de amostras heterogêneas, como amostras rochosas, a determinação do valor de magnetização enfrenta o desafio da sobreposição de sinais, que é um problema que não pode ser controlado. Isso ocorre devido à natureza complexa e variada das amostras rochosas, que podem conter diferentes minerais e estruturas magnéticas. Essa sobreposição de sinais pode dificultar a identificação e quantificação precisa da magnetização de cada componente individual da amostra [7,45]. Portanto, o estudo para determinar o valor de magnetização em amostras rochosas requer abordagens e técnicas específicas para lidar com a sobreposição de sinais e obter resultados confiáveis. Então, torna-se interessante tentar propor situações de sobreposição de sinal, o que visa uma aplicabilidade para paleomagnetismo e magnetismo de rochas [1, 2].

A sobreposição de sinais magnéticos ocorre quando dois ou mais campos estão presentes simultaneamente em um determinado ponto. Isso pode levar a interferências e distorções nos sinais, dificultando a correta detecção e interpretação dos mesmos. Para evitar a interferência, é importante determinar a distância necessária entre as fontes magnéticas para garantir que os sinais não se sobreponham significativamente. Essa distância pode variar dependendo de vários fatores, como a intensidade dos campos magnéticos, a direção do campo magnético, as propriedades magnéticas dos materiais envolvidos e a sensibilidade dos dispositivos de detecção.

Uma abordagem comum para avaliar a interferência magnética e determinar a distância crítica é realizar simulações computacionais. Neste caso, usamos teoria de elementos finitos para limitar o tamanho das amostras, a direção de aplicação do campo magnético aplicado. E assim, propomos diferentes configurações de distâncias entre três amostras, onde são equidistantes e também um modelo de um cilindro usando a teoria de Biot-Savart. Estes resultados ajudaram a dar uma direção de quais distâncias seriam interessantes e entender quais seriam as limitações e quais as distâncias críticas nas quais a interferência é mínima.

Sabendo disso, é proposto realizar simulações mediante aos dados experimentais encontrados na seção anterior sobre as amostras AM1, AM2 e AM3. Na simulação realizada na Figura 6-11, foram considerados dados essenciais, como

os valores de massa e magnetização de saturação. Para cada uma das amostras (AM1, AM2 e AM3), utilizamos os seguintes valores de magnetização de saturação: 66,09 Am²/Kg, 33,04 Am²/Kg e 29,63 Am²/Kg, respectivamente. Esses valores foram obtidos por meio da curva de magnetização em função do campo, fornecida pelo VSM. Essas informações podem ser encontradas na Tabela 6-2. É importante ressaltar que a instrumentação do MMV disponível no laboratório atualmente abrange um intervalo de campo magnético de -500 mT a 500 mT. Isso pode ser observado nas curvas obtidas pelo MMV através da técnica de Detecção Magnética (DM), conforme mostrado na Figura 6-10. Portanto, para os valores de magnetização no campo de 500 mT, ainda não é possível atingir a saturação das amostras.

Tabela 6-2 Medidas de magnetização feitas pelo VSM e pelo MMV via DM com um campo de 500 mT.

	Amostra AM1 Metal Chek	Amostra AM2 Serve-End	Amostra AM3 PUC-RJ
Magnetização de saturação (Am ² /kg)	66,09	34,50	29,63
Magnetização para campo de 500 mT (Am ² /kg)	62,51	31,40	14,13

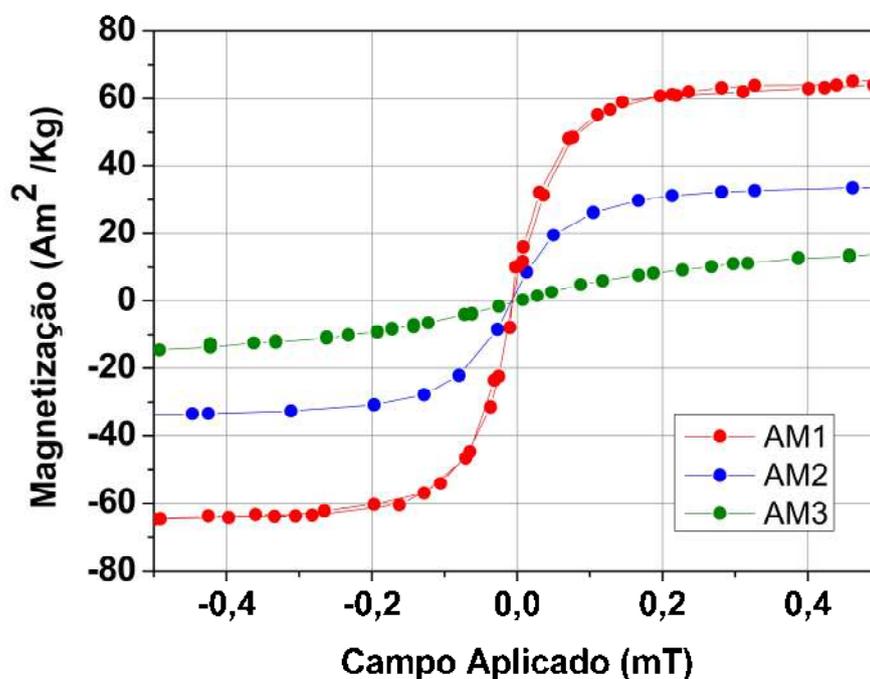


Figura 6-10 Medida feitas com as amostra AM1, AM2 e AM3 em porta-amostra individuais nos diâmetros de 2 mm por 900 um de profundidade.

A Figura 6-11 apresenta imagens geradas por simulações utilizando o Matlab, onde o modelo de cilindro condutor é aplicado. Em cada situação, as posições das amostras são fixadas no plano e é aplicado um campo de 500 mT na direção perpendicular ao plano, ou seja, no eixo z. As três cavidades cilíndricas utilizadas possuem diâmetro e larguras iguais, com medidas de 800 μm por 800 μm , respectivamente.

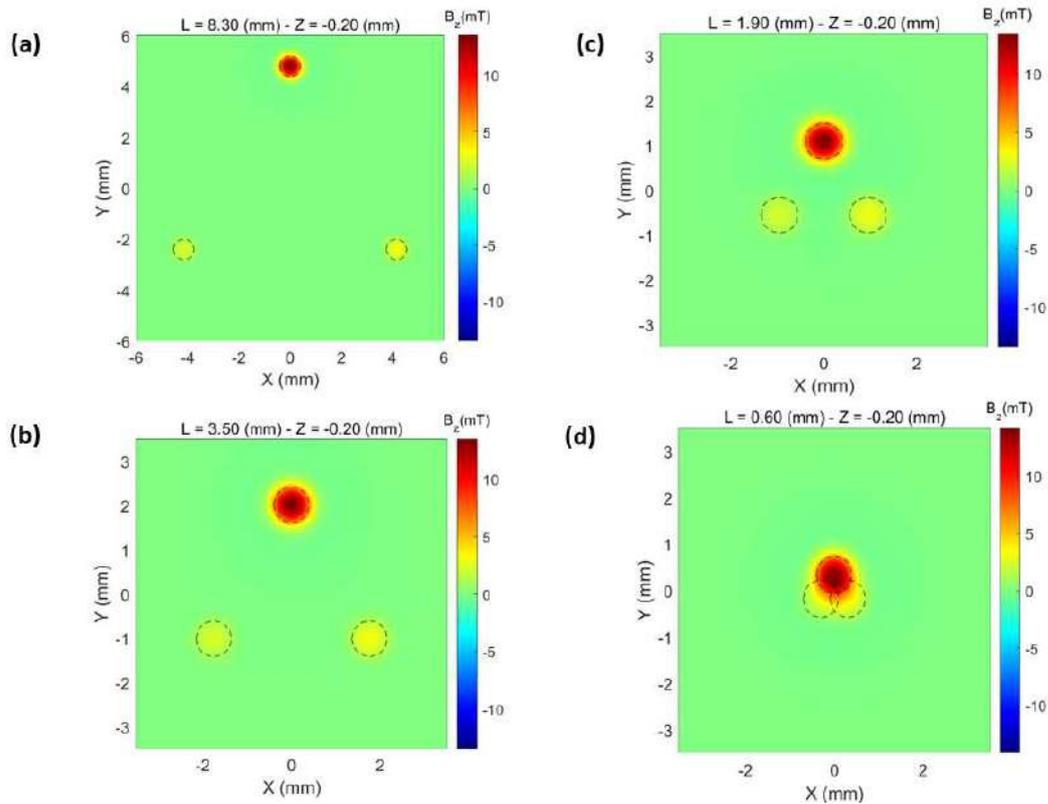


Figura 6-11 Estudo da variação da distância entre as amostras. (a) para uma distância de $L=8,30$ mm. (b) para distancia de $L= 3,50$ mm. (c) uma disntancia de $L= 1,90$ mm e (d) $L= 0,6$ mm.

E, conforme ilustrado na Figura 6-11, as amostras são posicionadas de maneira a formar um triângulo equilátero, com um vértice representando quatro situações distintas. Na primeira situação, ilustrada na Figura 6-11(a), o valor do vértice é de $L = 8,30$ mm. Na segunda situação, o valor de L é de $3,50$ mm, na terceira situação é de $1,90$ mm e na última situação é de $0,60$ mm. Para calcular os valores do campo induzido com dependência espacial, é utilizado a equação do cilindro condutor conforme descrito na equação (3.13).

Como mencionado anteriormente, é possível determinar os limites dentro os quais, as amostras sofrem com a sobreposição de sinal. Logo, observamos que as distancias maiores de $1,90$ mm as amostras não sofrem do efeito de sobreposição, entretanto para distancias menores ou iguais a $0,6$ mm já se faz presente o efeito de sobre posição.

6.3 Metodologia experimental para três cavidades

Dentre as medidas possíveis de NPs magnéticas é abordado a metodologia do MMV com o DM para um porta-amostra contendo 3 cavidades cilíndricas (A1, A2 e A3) de 0,8 mm de diâmetro de 0,8 mm de profundidade posicionados de forma construir os vértices de um triângulo equilátero (ver Figura 6-12). No trabalho, foram usadas quatro porta-amostra (ver Figura 6-13) variando os tamanhos dos vértices, com o intuito de identificar os limites dos possíveis tamanhos dos vértices para não ocorrer uma sobreposição dos valores de magnetização de cada NPs, como comentado anteriormente, entretanto experimentalmente agora. Na Figura 6-13 observamos, os pontos em preto representas as amostras em pó colocadas dentro das cavidades cilíndricas.

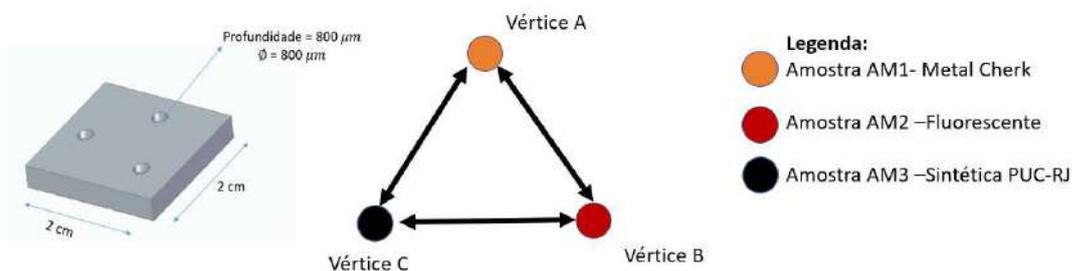


Figura 6-12 Setup da montagem para realizar as medições das amostras.

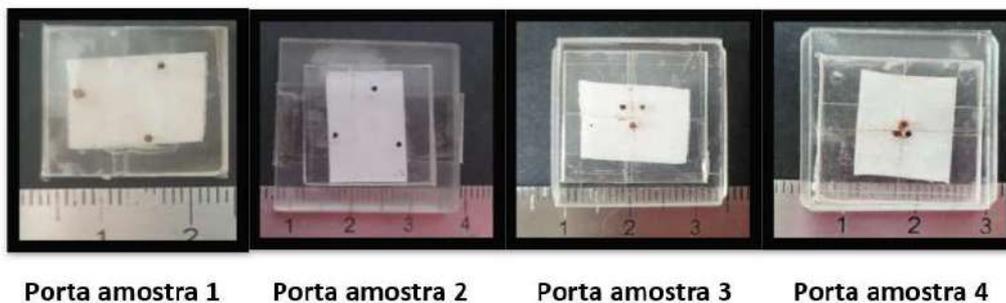


Figura 6-13 Porta-amostra utilizados para os estudos das limitações envolvendo a sobreposição de sinal, ou seja, campo magnético induzido.

Uma das partes importantes deste trabalho é encontrar os valores de magnetização por meio de mapeamento do MMV via DM. Para encontrar os valores de magnetização é preciso encontrar as regiões de máximo no mapa. O que antes era apenas usado uma intensidade máxima de campo induzido referente a amostras, não se faz mais útil, uma vez que, temos mais de uma amostra dentro do porta-amostra. Logo, a utilização de duas linhas, contendo as intensidades de máximo e mínimo como os valores de massa, e geometria do porta-amostra, não é útil nesse experimento. Agora é preciso ter acesso as localizações dos centros de máximo de cada amostra. Nessa situação, o mapa agora é dividido entre três partes e encontrados os valores de linha de máximo (L2, L3 e L4) e a linha de mínimo (L1), como mostra a Figura 6-14.

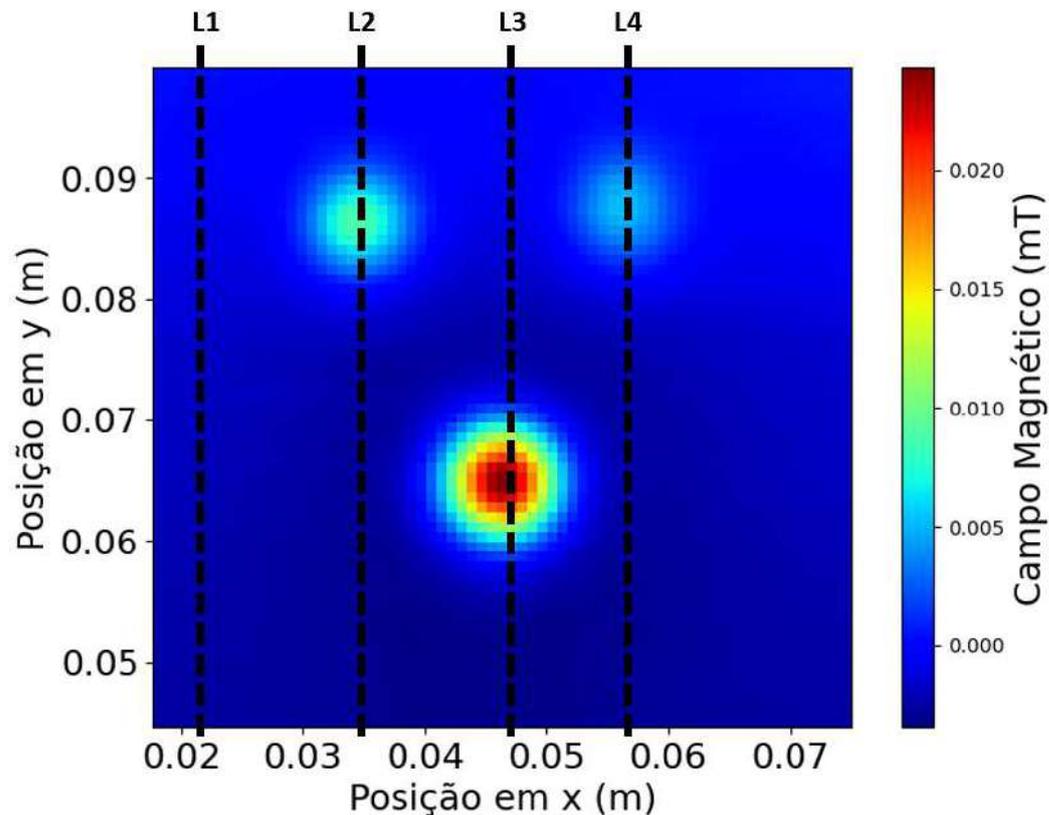


Figura 6-14 Metodologia do programa para encontrar os valores de máximo.

Na Tabela 6-3, temos os espaçamentos entre as AM1, AM2 e AM3 com os valores de cada vértices do triângulo. Na Tabela 6-4 temos os valores de massa para uma das amostras referentes ao porta-amostra utilizado.

Tabela 6-3 Distancias entre as amostras AM1, AM2 e AM3 em situações e experimentais de cada porta amostra.

	Segmento AB (mm)	Segmento BC (mm)	Segmento CA (mm)
Porta Amostra 01	8,30	8,37	8,18
Porta Amostra 02	3,65	3,21	3,72
Porta Amostra 03	1,95	1,83	1,95
Porta Amostra 04	0,63	0,53	0,64

Tabela 6-4 Massa das amostras para cada porta-amostra.

	Amostra 01 Metal Chek(mg)	Amostra 02 Serve-End(mg)	Amostra 03 PUC-RJ(mg)
Porta Amostra 01	0,4	0,6	0,4
Porta Amostra 02	0,5	0,4	0,3
Porta Amostra 03	0,3	0,5	0,6
Porta Amostra 04	0,6	0,5	0,6

É proposta a construção de um porta-amostra com três cavidades cilíndricas (A1, A2 e A3) com dimensões de 800 μm de largura e 800 μm de diâmetro. No entanto, foi observado um desvio de $\pm 10 \mu\text{m}$ no diâmetro das cavidades, como apresentado na Tabela 6-5. Os desvios estão relacionados com a broca utilizada para manufatura das cavidades dos porta-amostras. As medidas na Tabela 6-6 foram realizadas utilizando uma lupa de medição LH-10/20X. A profundidade das cavidades cilíndricas também foi medida utilizando a mesma lupa.

Tabela 6-5 Medidas de diâmetro para cada porta-amostra utilizado.

	Porta amostra 01	Porta amostra 02	Porta amostra 03	Porta amostra 04
Vértice A	$\phi = 790\mu\text{m}$	$\phi = 780\mu\text{m}$	$\phi = 780\mu\text{m}$	$\phi = 800\mu\text{m}$
Vértice B	$\phi = 800\mu\text{m}$	$\phi = 800\mu\text{m}$	$\phi = 790\mu\text{m}$	$\phi = 790\mu\text{m}$
Vértice C	$\phi = 780\mu\text{m}$	$\phi = 790\mu\text{m}$	$\phi = 800\mu\text{m}$	$\phi = 800\mu\text{m}$

Tabela 6-6 Medidas de profundidade (L) dos poços de cada porta-amostra.

	Porta amostra 01	Porta amostra 02	Porta amostra 03	Porta amostra 04
Vértice A	$L = 790\mu\text{m}$	$L = 600\mu\text{m}$	$L = 800\mu\text{m}$	$L = 780\mu\text{m}$
Vértice B	$L = 800\mu\text{m}$	$L = 610\mu\text{m}$	$L = 810\mu\text{m}$	$L = 800\mu\text{m}$
Vértice C	$L = 790\mu\text{m}$	$L = 600\mu\text{m}$	$L = 790\mu\text{m}$	$L = 800\mu\text{m}$

Após obter as informações para cada porta-amostra, essas mesmas informações serão utilizadas no programa de análise das amostras com a utilização do modelo de cilindro. Para investigar o comportamento das amostras, propõe-se realizar um mapeamento aplicando um campo magnético de -500 mT a 500 mT e, em seguida, de -500 mT a 500 mT. O objetivo é observar o comportamento da amostra durante esse processo, especialmente em relação à ocorrência de histerese.

Considerando que as amostras (AM1, AM2 e AM3) foram previamente medidas individualmente em um porta-amostra diferente, foi possível obter as curvas apresentadas na Figura 6-10. Essa abordagem permitiu um controle mais preciso no estudo do comportamento magnético individual de cada amostra. Agora, é sugerido realizar medições em um porta-amostra que possui três cavidades posicionadas em locais distintos, conforme ilustrado na Figura 6-13 e Figura 6-15. No primeiro porta-amostra, que possui uma área relativamente grande em comparação com os outros porta-amostras, sugere-se medir apenas três campos magnéticos na amostra, conforme descrito na Tabela 6-7. É importante destacar que o uso de um porta-amostra grande afeta o tempo necessário para realizar as medições, podendo levar mais de um dia para concluir um único mapeamento. Essa duração prolongada pode sobrecarregar os equipamentos.

Tabela 6-7 Medidas de magnetização do primeiro porta-amostra.

Campo aplicado (mT)	Amostra AM1 Magnetização (Am²/kg)	Amostra AM2 Magnetização (Am²/kg)	Amostra AM3 Magnetização (Am²/kg)
500	63,10	32,42	14,87
466	62,69	31,91	14,22
417	61,98	31,32	13,31

Na Figura 6-15 temos, os mapas magnéticos para cada dos porta-amostra. Onde podemos observa que para os mapas (a), (b), (c) não ocorre uma sobreposição de sinal, entretanto para o mapa (d) observamos a existência de uma sobreposição de sinal entres as amostras AM2 e AM3 em função da amostra AM1.

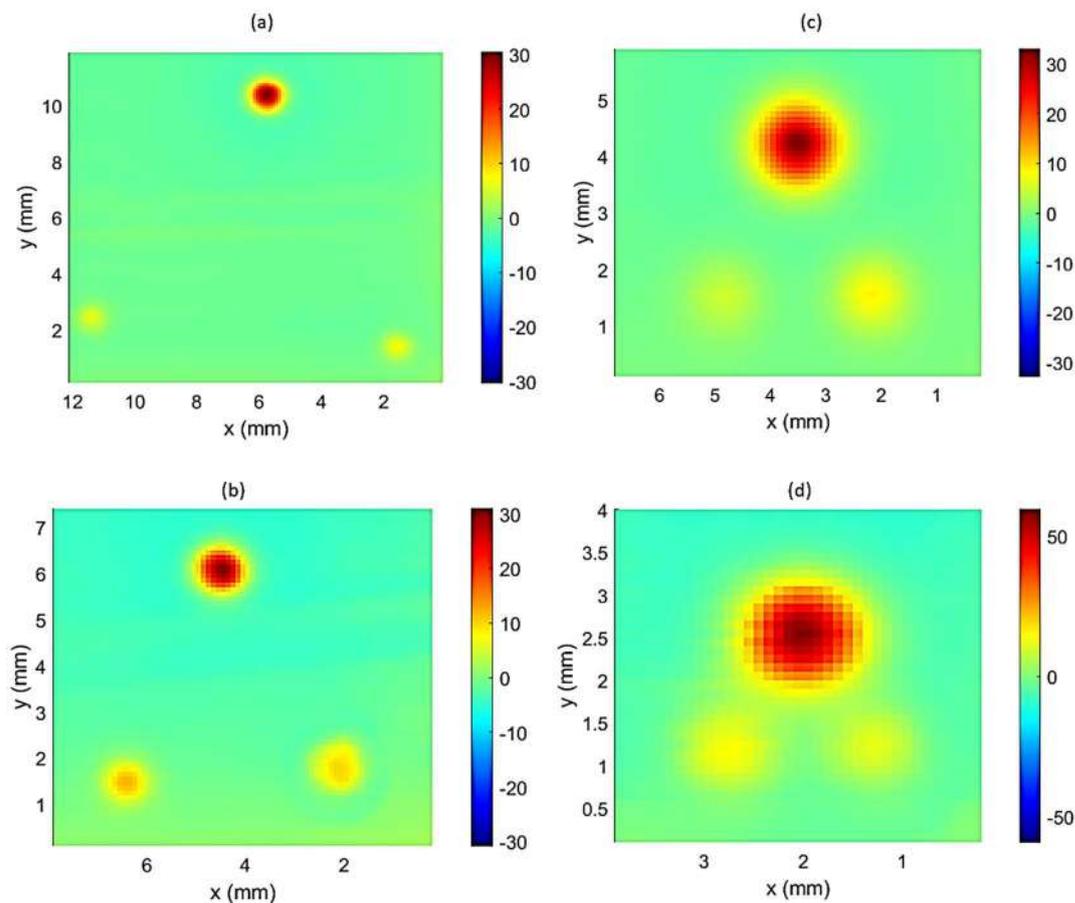


Figura 6-15 Mapas experimentais dos quatro porta-amostra, feito com as amostras AM1, AM2 e AM3.

Nas Figuras 6-16, 6-18 e 6-20, as curvas de magnetização são mostradas em função de um campo aplicado. Neste estudo, procuramos identificar as situações teoricamente previstas e verificar sua replicação experimental. Observou-se que, na situação do porta-amostra 2 e para um campo de 500 mT, os valores de magnetização por massa obtidos através da técnica de MMV via DM apresentaram uma boa aproximação em relação aos valores obtidos pelo VSM. Para a amostra AM1, obteve-se um valor de 63,01 Am²/Kg utilizando o MMV via DM, enquanto o VSM registrou um valor de 62,12 Am²/Kg. Para a amostra AM2, o MMV via DM registrou um valor de 32,91 Am²/Kg, enquanto o VSM registrou 33,54 Am²/Kg.

Por fim, para a amostra AM3, obteve-se um valor de $14,25 \text{ Am}^2/\text{Kg}$ utilizando o MMV via DM, enquanto o VSM registrou $14,71 \text{ Am}^2/\text{Kg}$. Esses resultados estão ilustrados na Figura 5-16. Ao analisar situações com campos magnéticos inferiores a $0,2 \text{ mT}$, observou-se um maior desvio entre as medidas obtidas pelo MMV via DM e as medidas do VSM, como mostrado na Figura 6-17 (a). No entanto, para medidas com campos superiores a $0,2 \text{ mT}$, conforme ilustrado na Figura 6-17 (b), foram evidenciados menores desvios entre os dois métodos.

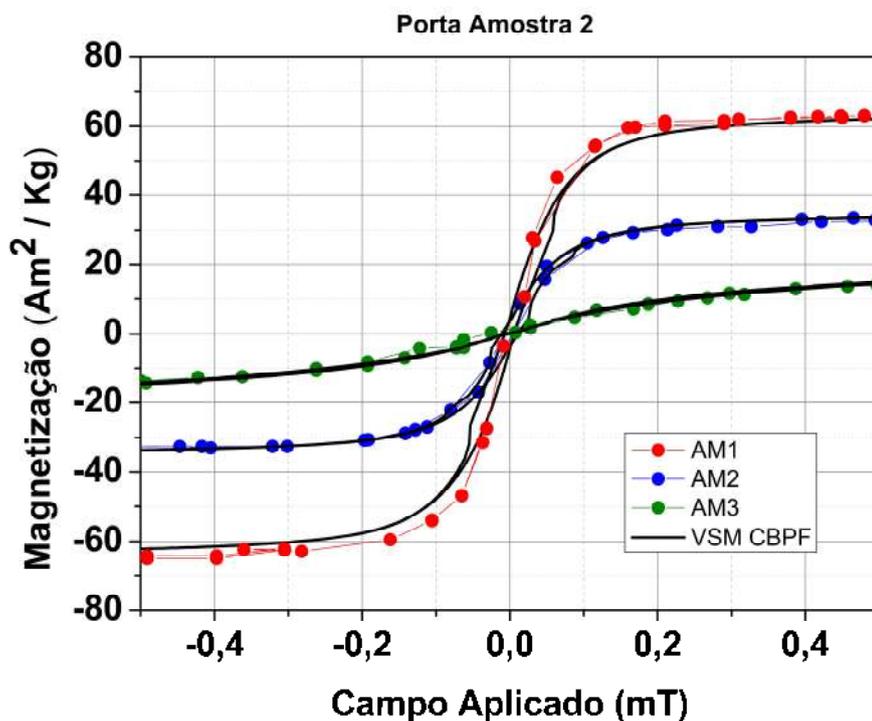


Figura 6-16 Curvas magnéticas das amostras AM1, AM2 e AM3 utilizando o porta-amostra 2.

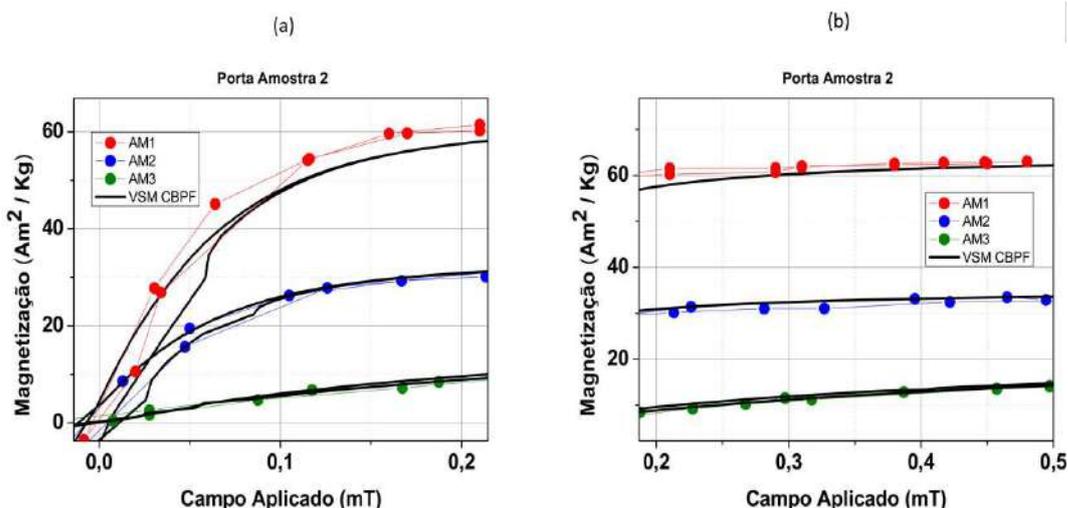


Figura 6-17 Ampliação das medidas feitas no porta-amostra 2. (a) com campos de até $0,2 \text{ mT}$ e (b) até $0,5 \text{ mT}$.

Na situação do porta-amostra 3, os valores de magnetização por massa para um campo de 500 mT apresentaram uma boa concordância com os valores obtidos pelo VSM. Para a amostra AM1, foi encontrado um valor de $62,88 \text{ Am}^2/\text{Kg}$ usando

a técnica do MMV via DM, enquanto o VSM registrou 62,12 Am²/Kg. Para a amostra AM2, obteve-se um valor de 31,47 Am²/Kg com o MMV via DM, enquanto o VSM registrou 33,54 Am²/Kg. Já para a amostra AM3, foi encontrado um valor de 13,74 Am²/Kg com o MMV via DM, e 14,71 Am²/Kg com o VSM, conforme mostra a Figura 6-18. No entanto, quando o campo magnético é inferior a 0,2 mT, observa-se uma maior divergência nos valores de magnetização entre as duas técnicas de medição, conforme ilustrado na Figura 6-19(a). Na figura 6-19(b), é evidenciado que para campos magnéticos superiores a 0,2 mT há uma maior concordância entre as medições.

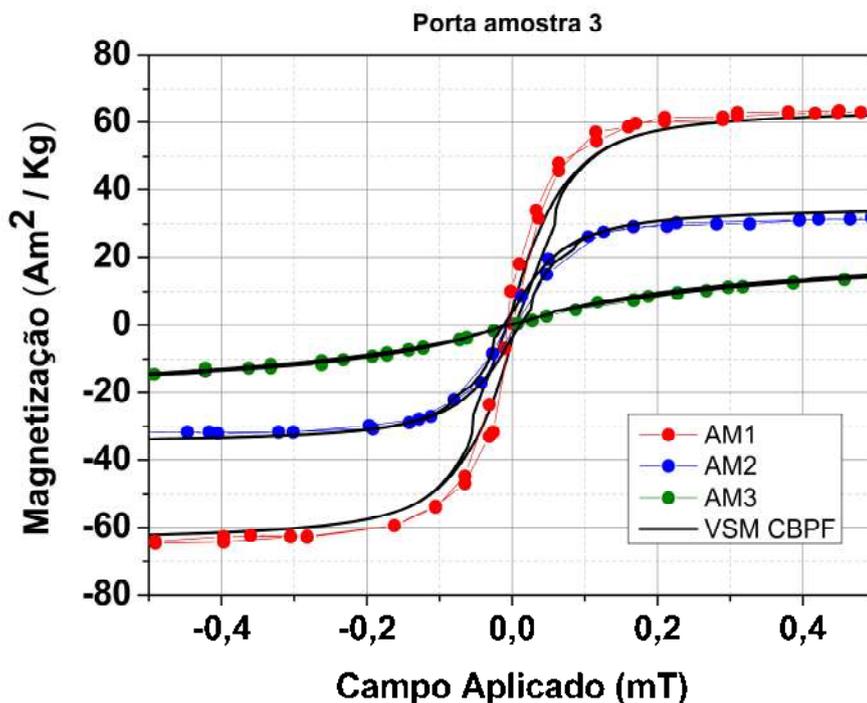


Figura 6-18 Curvas magnéticas das amostras AM1, AM2 e AM3 utilizando o porta-amostra 3.

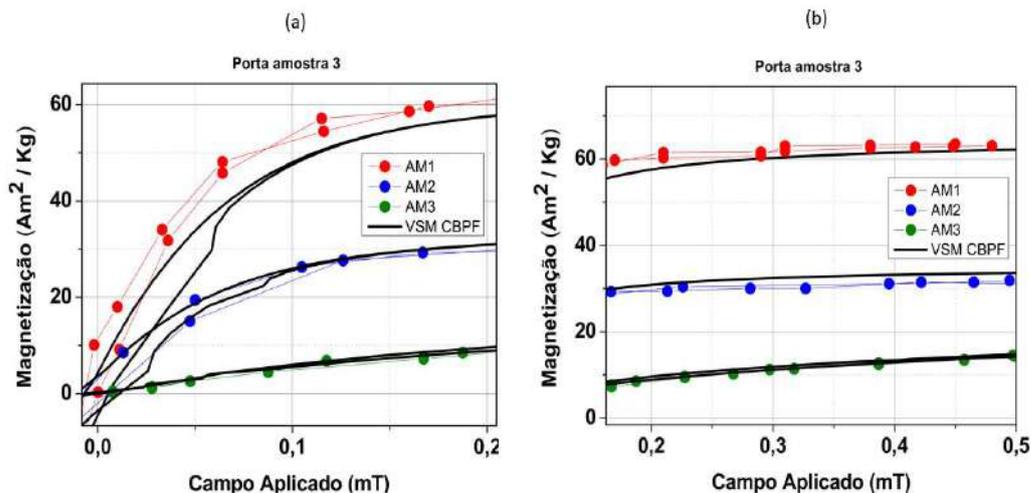


Figura 6-19 Ampliação das medidas feitas no porta-amostra 3. (a) com campos de até 0,2 mT e (b) até 0,5 mT.

Ao analisar o porta-amostra 4, é observado que a sobreposição dos campos magnéticos induzidos pelas amostras é influenciada pelas distâncias entre as posições dos cilindros. Essa sobreposição resulta em desvios significativos no comportamento da curva de magnetização, conforme ilustrado na Figura 6-20. Sabendo disso, é analisado um ponto específico da curva para um campo de 500 mT e são observados desvios entre os valores de magnetização obtidos pela técnica do MMV via DM e pelo VSM. Para a amostra AM1, o MMV via DM registrou um valor de 59,01 Am²/Kg, enquanto o VSM registrou 62,12 Am²/Kg. Para a amostra AM2, o valor obtido pelo MMV via DM foi de 27,91 Am²/Kg, enquanto o VSM registrou 33,54 Am²/Kg. Já para a amostra AM3, o valor obtido pelo MMV via DM foi de 19,54 Am²/Kg, enquanto o VSM registrou 14,71 Am²/Kg, conforme ilustrado na Figura 6-20. Ao realizar uma ampliação nas curvas de magnetização para campos magnéticos positivos, como mostrado nas Figuras 6-21(a) e 6-21(b), é evidente que os desvios entre a técnica do MMV via DM e a técnica do VSM são maiores.

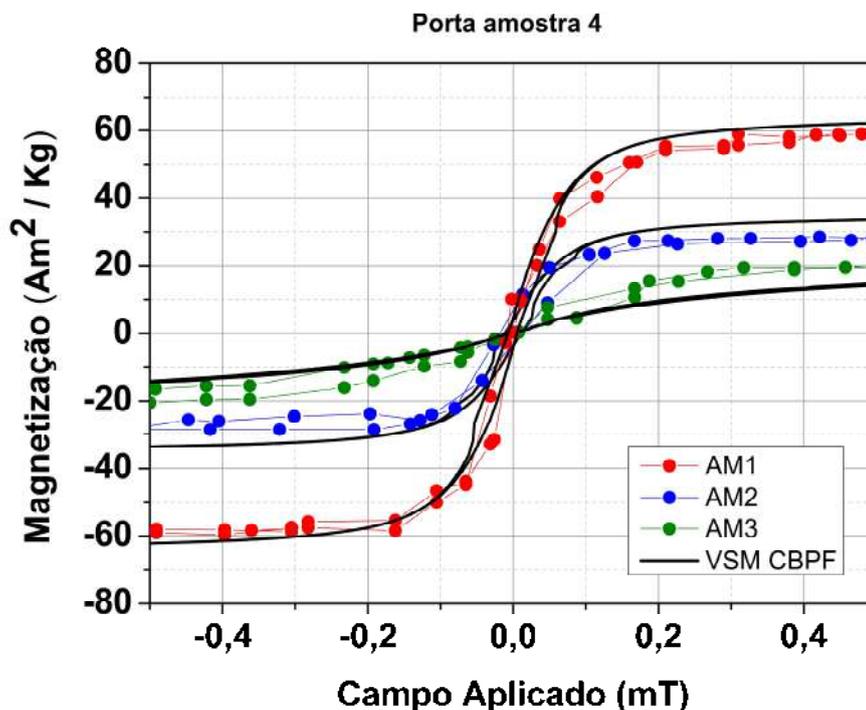


Figura 6-20 Curvas magnéticas das amostras AM1, AM2 e AM3 utilizando o porta-amostra 4.

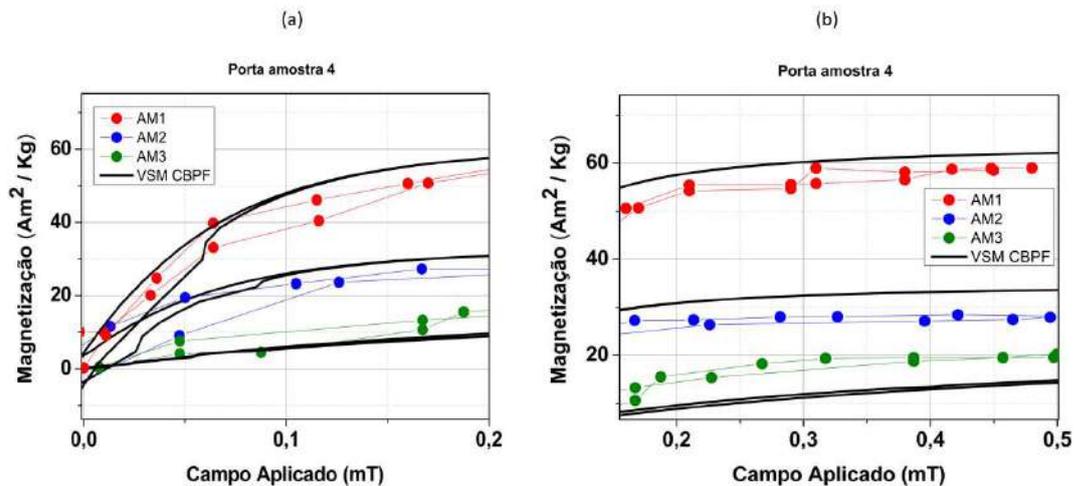


Figura 6-21 Ampliação das medidas feitas no porta-amostra 4. (a) com campos de até 0,2 mT e (b) até 0,5 mT.

Na Figura 6-22 temos os resultados das linhas de máximo para cada uma das amostras (AM1, AM2 e AM3) onde se encontra uma sobreposição de sinal referente a um campo induzido. E mesmo realizado uma subtração entre os campos induzido é vestígios sinal de uma amostra na outra amostra. Isso levou o desvio dos valores de magnetização encontrados na Figura 6-20.

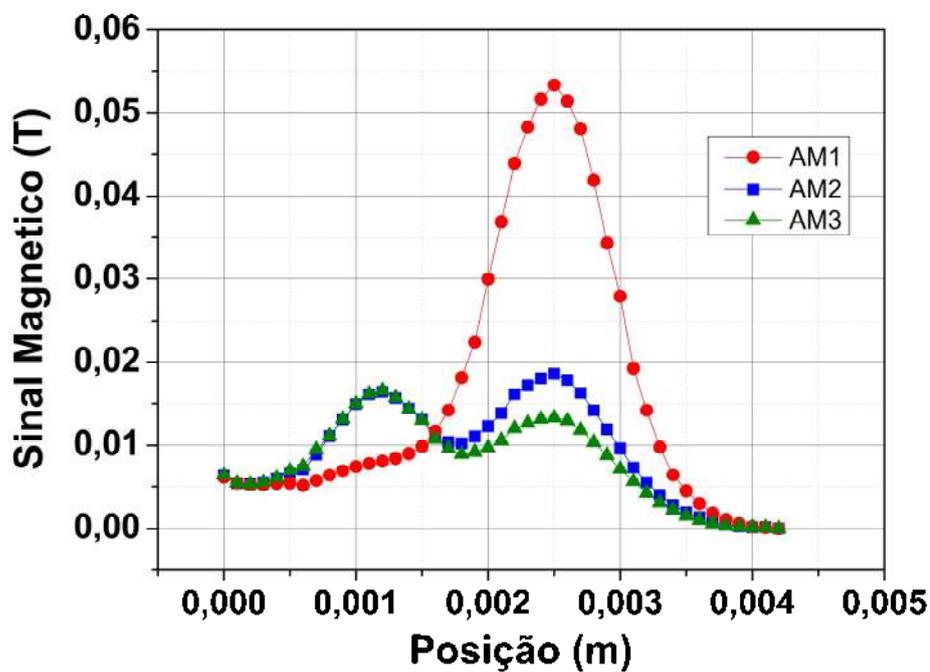


Figura 6-22 Curvas de máximo das amostras AM1, AM2 e AM3, retiradas do porta-amostra 4.

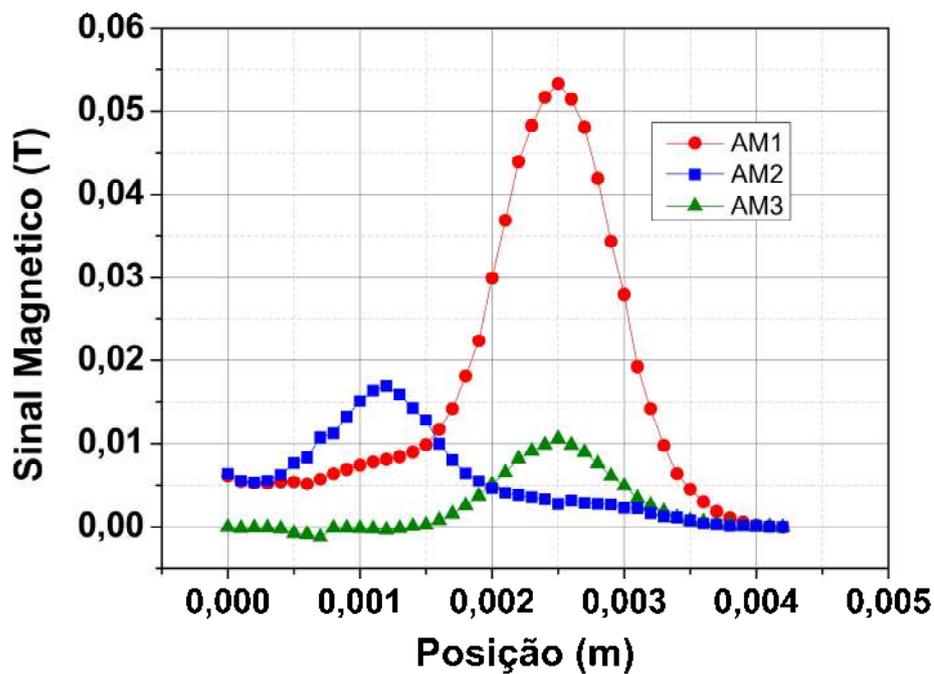


Figura 6-23 Sinais magnéticos depois do tratamento para eliminar a sobreposição dos sinais entre as amostras.

Em todos os porta-amostra é encontrado desvios para campos aplicados inferiores a 0,25 mT. Uma das possibilidades para tais desvios poderia estar relacionado como o fato sensibilidade do equipamento, ruídos de fundo ou efeitos da amostragem utilizada e dando ênfase em questão de amostras, temos citando os efeito de amostragem: Em campos magnéticos baixos, as amostras podem ter uma resposta magnética mais fraca, o que torna mais difícil discernir o sinal do ruído. Isso pode levar a uma maior incerteza na determinação da magnetização.

Finalmente, os desvios foram calculados para cada uma das amostras (AM1, AM2 e AM3) em cada um dos porta-amostras(1, 2, 3 e 4) para um campo de 500 mT, conforme ilustrado na Figura 6-24,

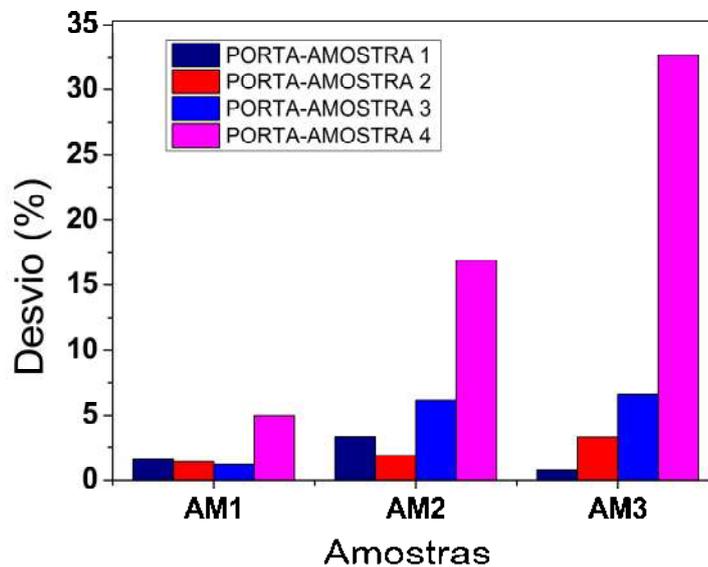


Figura 6-24 Resultados dos desvios de cada amostra para cada porta-amostra.

é possível observar a variação dos desvios dos valores de magnetização por massa para cada porta-amostra. Observa-se que, independentemente do porta-amostra utilizado, a amostra AM1 apresenta os menores desvios nos valores de magnetização por massa. Uma possível explicação para isso é a facilidade de manipulação dessa amostra ao ser colocada no porta-amostra. É importante ressaltar que uma das variáveis físicas que influenciam diretamente na magnetização por massa é o peso medido na balança. Por outro lado, a amostra AM2 apresenta maior dificuldade devido à sua baixa densidade e um diâmetro de partícula em nanoescala. Já a amostra AM3, produzida no laboratório da PUC-RJ, exibe um comportamento ferromagnético mole, o que pode dificultar sua adição ao porta-amostra, devido a facilidade de magnetização.

6.4 Amostras anisotrópicas: Rochas magnéticas

Nesta seção é abordado umas das aplicações de matérias anisotrópicas como o caso da caracterização de amostras de rochas, onde a qual, na maioria das vezes é composta de diferentes minérios. Na Figura 6-25 temos uma amostra rochosa fornecida pelo professor/pesquisador Elder Yokoyama, do Instituto de Geociências da Universidade de Brasília (UNB). Esta amostra faz parte dos diques basálticos na cidade de Paraíso do Tocantins, localizada na parte ocidental da Bacia do Parnaíba, em seu embasamento local. A Bacia do Parnaíba é uma das maiores bacias sedimentares cratônicas da América do Sul, abrangendo uma área de 665.888 km²[15]. A bacia é delimitada a oeste pela Província do Tocantins e a leste pela Província da Borborema. As rochas basálticas de Parnaíba (Figura 6-23) estão

relacionadas à abertura do Oceano Atlântico, tanto no limite Triássico-Jurássico quanto no início do período Cretáceo [15].



— 1 mm

Figura 6-25 Amostra Rochosa.

Figura 6-26 ilustra um mapeamento realizado em uma amostra rochosa usando um campo aplicado de 210 mT. É evidente que há uma variação na intensidade do campo induzido em toda a extensão da amostra. Portanto, algumas regiões específicas do mapa foram selecionadas para análise mais detalhada. Ao analisar as posições P1, P2 e P3, é perceptível que essas regiões estão mais afastadas em relação a outro pico de intensidade de campo induzido. Essa distância relativa pode facilitar a caracterização do comportamento magnético dessas regiões.

Para as posições P4, P5 e P6 cai em situação de sobreposição de sinal, ou seja, estaríamos tratando de uma das situações vista no porta-amostra 4 da seção 5.1 Nesta situação existe a problemática tanto de sobreposição de sinal como também não apresentar uma geometria bem definida.

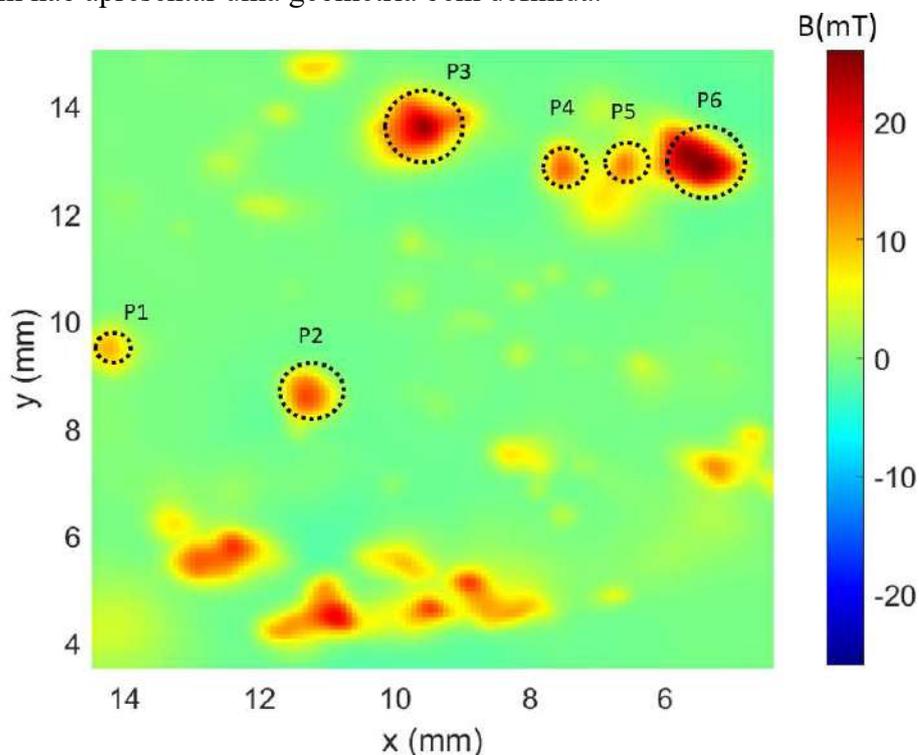


Figura 6-26 Mapeamento da rocha.

6.5 Amostras anisotrópicas: Cédulas de Dinheiro

Outra proposta de aplicação seria o mapeamento de cédulas de dinheiro. Durante a confecção das impressões de cédulas de dinheiro são utilizadas tintas ferromagnéticas [64]. Logo, uma medição dos padrões magnéticos presentes nas cédulas pode auxiliar a detecção de assinaturas magnéticas e autenticar possíveis falsificações. Essa técnica é baseada na utilização de sensores magnéticos sensíveis que podem identificar as propriedades magnéticas das tintas magnéticas utilizadas nas cédulas legítimas.

Na Figura 6-27 é apresentada uma cédula de 2 mil pesos colombianos utilizada para verificar assinaturas magnéticas. Para realizar a varredura do campo magnético induzido, é aplicada uma corrente contínua (DC) no eletroímã, criando um campo com uma amplitude de 500 mT. Ao realizar o mapeamento do campo magnético na área destacada em vermelho na Figura 6-28 é possível detectar a presença de elementos de segurança magnéticos, como tintas magnéticas especiais, que são características das cédulas autênticas. Esses elementos magnéticos presentes na cédula são projetados para serem detectados por dispositivos de leitura magnética. Ao realizar a varredura, é possível identificar a marcação presente na cédula, indicando a presença desses elementos magnéticos. Esses elementos desempenham um papel importante na verificação da autenticidade das cédulas, pois são projetados especificamente para serem detectados por dispositivos magnéticos de leitura. Na Figura 6-28 podemos observar o resultado da assinatura magnética, onde é destacada a palavra "MIL PESOS". É importante ressaltar a escolha cuidadosa da região de mapeamento nesse contexto. Ao analisar as Figuras 6-27(a) e 6-27(b), podemos observar que a área destacada em vermelho em ambas as imagens corresponde à mesma região da cédula. Isso indica que, ao realizar o mapeamento da assinatura magnética na frente da cédula, onde está escrito "2 MIL PESOS", não haverá interferência do outro lado, pois essa região é praticamente uniforme. Porém, ao selecionar uma região em que ambos os lados apresentam uma assinatura magnética intensa, como indicado pela área pontilhada em azul, pode-se observar que há uma variação na tonalidade em ambos os lados. Isso pode resultar em uma sobreposição de sinais e dificultar a identificação precisa da assinatura magnética em cada lado separadamente.



Figura 6-27 Cédula Colombiana de 2 mil pesos,(a) Face 1 da cédula, (b) Face 2 da cédula.

Ao selecionarmos a região de interesse, propõe-se realizar o mapeamento tanto em uma cédula original (Figura 6-28 quanto em uma cópia (Figura 6-29). É observada uma diferença na intensidade do campo magnético induzido, bem como na resolução da imagem, que pode auxiliar na interpretação da assinatura presente na cédula. Dessa forma, por meio dessa análise, é possível supor qual cédula é autêntica e qual é uma cópia, com base nas características magnéticas detectadas.

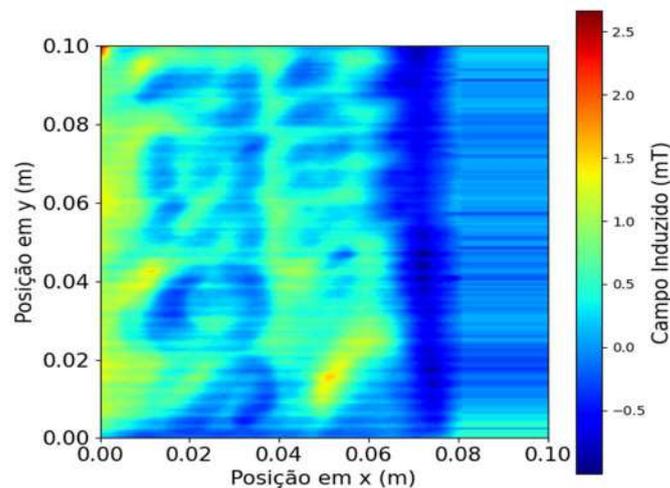


Figura 6-28 Mapeamento de uma região da cédula de peso Colombiano autêntica.

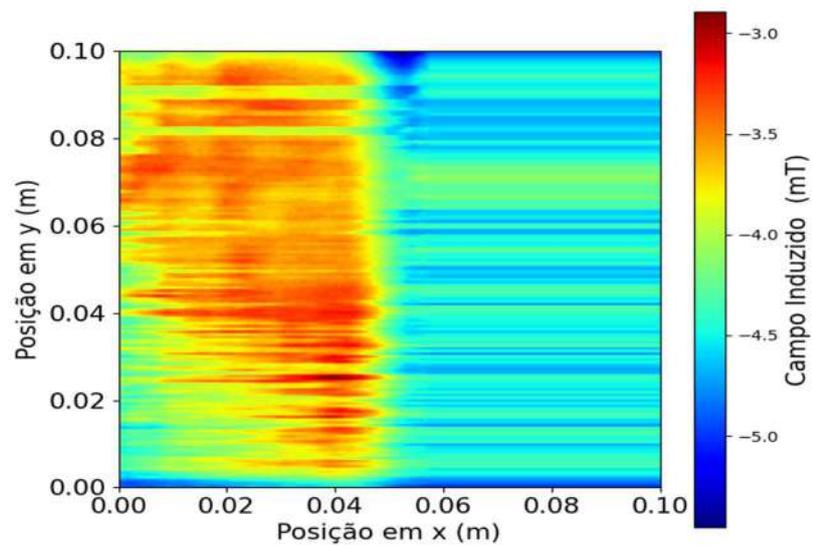


Figura 6-29 Mapeamento de uma cópia da cédula de 2 mil pesos colombiano.

Essa técnica de mapeamento do campo magnético de cédulas de dinheiro pode ser uma das alternativas para garantir a autenticidade das notas e combater a falsificação. No entanto, é importante ressaltar que o mapeamento do campo magnético por si só não é suficiente para determinar a autenticidade de uma cédula, sendo necessário combinar essa análise com outros métodos de verificação, como a análise visual, o uso de luz ultravioleta, entre outros.

7 CONCLUSÃO

Nesta pesquisa, foram desenvolvidos diversos programas de controle de instrumentos, aquisição de dados e análise de dados, utilizando diferentes linguagens de programação, como LabVIEW, Python, Matlab e C++. Portanto, a proposta consistiu em adaptar o Microscópio Magnético de Varredura (MMV) por meio da técnica Delta Mode (DM), utilizando um sistema integrado da marca Keithley. A adaptação do MMV por meio da técnica DM permitiu eliminar os efeitos termoelétricos e proporcionou uma nova abordagem para a leitura durante o mapeamento, utilizando uma alimentação polarizada nos sensores de efeito Hall. O MMV é capaz de gerar um campo magnético de até 0,5 T. Durante o processo de calibração, uma esfera de níquel é utilizada devido à sua uniformidade e alta pureza de 99 %. O desempenho do sistema adaptado foi comparado ao de um VSM comercial do CBPF, revelando erros em média inferiores a 6 % na medição da magnetização de saturação. Todas as caracterizações das amostras em relação à magnetização e momento magnético são realizadas utilizando um porta-amostra com cavidade cilíndrica. Esse modelo de cavidade cilíndrica nos permitiu utilizar uma abordagem baseada no modelo de um cilindro de corrente utilizando as equações de Biot-Savart. O MMV com a técnica DM demonstrou ser eficaz na caracterização de amostras de baixa intensidade, tendo em vista que a sensibilidade obtida e utilizada foi de 2,10 mV/mT, e a magnetização de fundo apresentou uma ordem de grandeza de $1 \times 10^3 \text{ Am}^{-1}$. Como aplicação propomos a realização de um experimento para simular a transição de um sistema inicialmente desprovido de interações entre os materiais constituintes, de modo a promover a interação e a superposição dos campos magnéticos induzidos pelas amostras. A metodologia abordada nesta pesquisa foi primeiramente encontrar as magnetizações de saturação referentes as amostras AM1, AM2 e AM3 com os valores aproximadamente de 62,69 Am^2/kg , 31,40 Am^2/kg e 29,40 Am^2/kg respectivamente. Simulamos o posicionamento de cavidades (A1, A2 e A3) cilíndrica com diâmetro de 800 μm e profundidade 800 μm de encontramos a situação mínima para não ocorrer uma sobreposição de sinal com uma distância de 1,83 mm entre os vértices de um triângulo formando no porta-amostra. Para distância de 0,53 mm promovia uma sobreposição de campo magnético induzido. Como resultados experimentais, encontramos um valor aproximado para cada uma das amostras equivalente da AM1 de 62,59 Am^2/kg , AM2 de 13,14 Am^2/kg e AM3 de 10,13 Am^2/kg para uma campo aplicado de 0,5 T. Além da aplicação com partículas magnéticas é usado o MMV via DM para situação encontradas na natureza de amostras de rochas da bacia do Parnaíba. Na amostra rochosa é encontrado regiões onde a intensidade magnética tinha maiores intensidades, e escolhemos três regiões (P1, P2 e P3) para determinar um valor aproximado de momento magnético usando modelo de dipolo magnético, visto que não tínhamos uma geometria definida.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] SPRAIN, Courtney J. et al. Characterization of magnetic mineral assemblages in clinkers: Potential tools for full vector paleomagnetic studies. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, v. 22, n. 9, p. e2021GC009795, 2021.
- [2] ALVA-VALDIVIA, Luis M. et al. Rock magnetic characterization and paleomagnetic directional analysis of Isla San Pedro Nolasco dikes, Gulf of California, Mexico. *Bulletin of Volcanology*, v. 83, p. 1-16, 2021.
- [3] GUTIERREZ, Frederico V. et al. Magnetic characterization by scanning microscopy of functionalized iron oxide nanoparticles. *Nanomaterials*, v. 11, n. 9, p. 2197, 2021.
- [4] GOMES, Helena IO; MARTINS, Catarina SM; PRIOR, João AV. Silver nanoparticles as carriers of anticancer drugs for efficient target treatment of cancer cells. *Nanomaterials*, v. 11, n. 4, p. 964, 2021.
- [5] KITTEL, Charles; MCEUEN, Paul. *Introduction to solid state physics*. John Wiley & Sons, 2018.
- [6] PAQUEREAU-LEBTI, Perrine et al. Paleomagnetism, magnetic fabric, and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of Pliocene and Quaternary ignimbrites in the Arequipa area, southern Peru. *Bulletin of Volcanology*, v. 70, p. 977-997, 2008.
- [7] ARAUJO, Jefferson FDF et al. Construction of a Hall effect scanning magnetic microscope using permanent magnets for characterization of rock samples. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 569, p. 170304, 2023.
- [8] LORETO, Jesana M. et al. Spinel nanoparticles characterization by inverting scanning magnetic microscope maps. *Ceramics International*, v. 48, n. 15, p. 21690-21699, 2022.
- [9] ARAUJO, Jefferson et al. Synthesis and Characterization of Monodisperse Magnetic Nanoparticles by a Scanning Susceptometer. *Microscopy and Microanalysis*, v. 26, n. S2, p. 2762-2764, 2020.
- [10] JUNIOR, Eloi B. de M. et al. Detecting surface-breaking flaws with a Hall effect gradiometric sensor. *Measurement*, v. 171, p. 108808, 2021.
- [11] ARAÚJO, Jefferson FDF; PEREIRA, João; BRUNO, Antônio C. Assembling a magnetometer for measuring the magnetic properties of iron oxide microparticles in the classroom laboratory. *American Journal of Physics*, v. 87, n. 6, p. 471-475, 2019.
- [12] ARAUJO, Jefferson FDF et al. Versatile Hall magnetometer with variable sensitivity assembly for characterization of the magnetic properties of nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 489, p. 165431, 2019.
- [13] ORAL, Ahmet; BENDING, S. J.; HENINI, M. Scanning Hall probe microscopy of superconductors and magnetic materials. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena*, v. 14, n. 2, p. 1202-1205, 1996.
- [14] ARAUJO, Jefferson FDF et al. Characterizing complex mineral structures in thin sections of geological samples with a scanning Hall effect microscope. *Sensors*, v. 19, n. 7, p. 1636, 2019.
- [15] ARAUJO, Jefferson FDF et al. Construction of a Hall effect scanning magnetic microscope using permanent magnets for characterization of rock samples. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 569, p. 170304, 2023.

- [16]PEREIRA, João MB et al. Novel scanning dc-susceptometer for characterization of heat-resistant steels with different states of aging. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 442, p. 311-318, 2017.
- [17]RAMSDEN, Edward. *Hall-effect sensors: theory and application*. Elsevier, 2011.
- [18]COLLOMB, David; LI, Penglei; BENDING, Simon. Frontiers of graphene-based Hall-effect sensors. *Journal of Physics: Condensed Matter*, v. 33, n. 24, p. 243002, 2021.
- [19]POPOVIC, RS el; RANDJELOVIC, Z.; MANIC, D. Integrated Hall-effect magnetic sensors. *Sensors and Actuators A: Physical*, v. 91, n. 1-2, p. 46-50, 2001.
- [20]HALL, E. H. On a new action of the magnet on electric currents. *American Journal of Science*, v. 3, n. 111, p. 200-205, 1880.
- [21]BLANCHARD, H. et al. Highly sensitive Hall sensor in CMOS technology. *Sensors and Actuators A: Physical*, v. 82, n. 1-3, p. 144-148, 2000.
- [22]CAMACHO, Juan Manuel; SOSA, Victor. Alternative method to calculate the magnetic field of permanent magnets with azimuthal symmetry. *Revista mexicana de física E*, v. 59, n. 1, p. 8-17, 2013.
- [23]JACKSON, J. D. *Classical electrodynamics* third edition Wiley. New York, p. 309-315, 1998.
- [24]IDA, Nathan; BASTOS, Joao PA. *Electromagnetics and calculation of fields*. Springer Science & Business Media, 2013.
- [25]ONODERA, Hideya et al. Magnetic properties of a new permanent magnet based on a Nd-Fe-B compound (neomax): I. Mössbauer study. *Journal of magnetism and magnetic materials*, v. 46, n. 1-2, p. 151-156, 1984.
- [26]HOLANDA, Lino Martins et al. Comportamento magnético de materiais por meio da mecânica estatística. *Revista Brasileira de Ensino de Física*, v. 42, p. e20190196, 2019.
- [27]BERTOTTI, Giorgio. *Hysteresis in magnetism: for physicists, materials scientists, and engineers*. Gulf Professional Publishing, 1998.
- [28]MORRISH, Allan H. *The physical principles of magnetism*. 2001.
- [29]BERTOTTI, Giorgio; MAYERGOYZ, Isaak D. *The Science of Hysteresis: 3-volume set*. Elsevier, 2005.
- [30]DEVI, Elangbam Chitra; SINGH, Shougaijam Dorendrajit. Tracing the magnetization curves: a review on their importance, strategy, and outcomes. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, v. 34, p. 15-25, 2021.
- [31]CULLITY, Bernard Dennis; GRAHAM, Chad D. *Introduction to magnetic materials*. John Wiley & Sons, 2011.
- [32]BENNETT, L. H.; PAGE, C. H.; SWARTZENDRUBER, L. J. Comments on units in magnetism. *JOURNAL OF RESEARCH of the National Bureau of Standards*, v. 83, n. 1, p. 9, 1978.
- [33]SKOMSKI, Ralph. *Simple models of magnetism*. Oxford university press, 2008.
- [34]KIM, Yoonho; ZHAO, Xuanhe. Magnetic soft materials and robots. *Chemical reviews*, v. 122, n. 5, p. 5317-5364, 2022.
- [35]Retired Products & Legacy Documentation .(pesquisa realizada em 19/05/2023)
https://docs.arduino.cc/retired/boards/arduinoduemilanove?queryID=5f3d3f73bda be2a00534d394fff836dc&_gl=1*5krugg*_ga*MTM4MTU3MDE1OC4xNjg0NDk4MDI4*_ga_NEXN8H46L5*MTY4NDQ5ODAyOC4xLjEuMTY4NDQ5ODExMi4wLjAuMA..#overview.

- [36]ESCOBAR, Angélica M.; PIZZIO, Luis R.; ROMANELLI, Gustavo P. Catalizadores magnéticos basados en Óxidos de Hierro: Síntesis, Propiedades y Aplicaciones. *Ciencia en Desarrollo*, v. 10, n. 1, p. 79-101, 2019.
- [37]ELMORE, W. C. The magnetization of ferromagnetic colloids. *Physical Review*, v. 54, n. 12, p. 1092, 1938.
- [38]FRANKEL, Richard B.; BLAKEMORE, Richard P. Magnetite and magnetotaxis in microorganisms. *Bioelectromagnetics: Journal of the Bioelectromagnetics Society, The Society for Physical Regulation in Biology and Medicine, The European Bioelectromagnetics Association*, v. 10, n. 3, p. 223-237, 1989.
- [39]DE ARAUJO KASCHNY, Jorge Ricardo; VIEIRA, Selma Rozane. Simulando um Amplificador Lock-in Utilizando a Interface Multimídia de um PC. *Scientia Plena*, v. 1, n. 2, 2005.
- [40]Nanotechnology Measurement Handbook. A Guide to Electrical Measurements for Nanoscience Applications. 1st. Edition www.keithley.com. Nanotechnology, 2009.
- [41]DE OLIVEIRA LIMA, Bernardo Caio Nunes; FONTANA, Eduardo; DE LIMA, Ricardo Ataíde. Proposal of a simple digital lock-in amplifier for spectroscopy applications. In: 2021 SBMO/IEEE MTT-S International Microwave and Optoelectronics Conference (IMOC). IEEE, 2021. p. 1-3.
- [42] MEADE, Mike L. Lock-in amplifiers: principles and applications. IEE Electrical Measurement Series, 1983.
- [43]USER MANUAL. Keithley, Model : 2182A Nanovoltmeter.
- [44]USER MANUAL, Keithley, Model: 6220 Precision Current Source.
- [45]ARAUJO, Jefferson FDF et al. Characterizing complex mineral structures in thin sections of geological samples with a scanning Hall effect microscope. *Sensors*, v. 19, n. 7, p. 1636, 2019.
- [46]ASAHI KASEI MICRODEVICES, User Datasheet , model: HQ-0811. (Pesquisa realizada 23/04/2023). (<https://manualzz.com/doc/8456228/akm-hq0811-spec-sheet>).
- [47]Keithley Ultra-Low Resistance Configurations Series 61200/2182A. (pesquisa realizada em 27/04/2023). (<https://www.tek.com/en/products/keithley/low-level-sensitive-and-specialty-instruments/series-6200-2182a>).
- [48]MEYYAPPA, Meyya. Nanotechnology Measurement Handbook. A Guide to Electrical Measurements for Nanoscience Applications. Keithley Instruments, 2007.
- [49]MILLER, Chris. Techniques for reducing resistance measurement uncertainty: DC current reversals vs. classic offset compensation. In: White paper. Keithley Instruments Inc., 2000. p. 8.
- [50]WHAT IS LabVIEW. (Pesquisa realizada em 26/04/2023).(<https://www.ni.com/pt-br/shop/labview.html>.)
- [51]Python Home. (pesquisa realizada em 26/04/2023).(<https://www.python.org/>).
- [52]Math. Graphics. Programming. (pesquisa realizada em 30/04/2023). (<https://www.mathworks.com/products/matlab.html>).
- [53]GPIB Instrument Control Device. (pesquisa realizada em 26/04/2023).(<https://www.ni.com/pt-br/shop/hardware/products/gpib-instrument-control-device.html>)

- [54] ARAUJO, Jefferson FDF et al. Novel scanning magnetic microscopy method for the characterization of magnetic nanoparticles. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 499, p. 166300, 2020.
- [55] Retired Products & Legacy Documentation .(pesquisa realizada em 19/05/2023)
(https://docs.arduino.cc/retired/boards/arduinodeuemilanove?queryID=5f3d3f73bdabe2a00534d394fff836dc&_gl=1*5krugg*_ga*MTM4MTU3MDE1OC4xNjg0NDk4MDI4*_ga_NEXN8H46L5*MTY4NDQ5ODAyOC4xLjEuMTY4NDQ5ODExMi4wLjAuMA..#overview)
- [56] USER MANUAL. Stanford Research Systems., Model : SR560 Low-noise preamplificador.
- [57] ARAUJO, J. F. D. F.; BRUNO, A. C.; LOURO, S. R. W. Versatile magnetometer assembly for characterizing magnetic properties of nanoparticles. *Review of Scientific Instruments*, v. 86, n. 10, 2015.
- [58] OLIVEIRA, Ivan S. Introdução à física do estado sólido. Editora Livraria da Física, 2005.
- [59] Goodfellow Cambridge Limited, Nickel (Ni) Sphere, Diameter 3,0mm, Purity 99,0%, Quantity 50 pcs, Net Weight 6,29g. (Pesquisa realizada 24/04/2023).(<https://www.goodfellow.com/m-f/nickel-sphere>.)
- [60] REZENDE, Sergio Machado. Materiais e dispositivos eletrônicos. Editora Livraria da Física, 2004.
- [61] MetalCherk Materiais para END, Supermagna RW222, Partículas Magnéticas(Pesquisa realizada em 24/04/2023).
(<https://metalchek.com.br/produtos/linha-de-produtos-particula-magnetica/>).
- [62] ARSALANI, Soudabeh et al. Green synthesis and surface modification of iron oxide nanoparticles with enhanced magnetization using natural rubber latex. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, v. 6, n. 11, p. 13756-13765, 2018.
- [63] DIAZ-DIESTRA, Daysi et al. Graphene oxide/ZnS: Mn nanocomposite functionalized with folic acid as a nontoxic and effective theranostic platform for breast cancer treatment. *Nanomaterials*, v. 8, n. 7, p. 484, 2018.
- [64] FULLER, Christopher; CHEN, Antao. Induction detection of concealed bulk banknotes. *Measurement Science and Technology*, v. 22, n. 10, p. 105703, 2011.
- [65] SERVE-END indústria e comércio LTDA. Partículas Magnéticas SERV-END. (Pesquisa realizada em 25/04/2023).
(<http://www.servend.com.br/categoria/categoria-16>).

9 Apêndices

9.1 Apêndice A

Para realizar as medidas usando a técnica DM, são necessárias algumas configurações nos equipamentos Keithley, conforme descrito no manual dos instrumentos [43,44]. No trabalho, utilizamos uma fonte de corrente do modelo 6220 da Keithley, um Nanovoltímetro modelo 2182A, um cabo CA-351A para comunicação RS-232, um cabo 8501-2 para o trigger e um cabo GPIB-USB para a comunicação serial entre os equipamentos e o computador para a aquisição de dados. A Figura 9-2 ilustra o setup para a conexão dos cabos entre o 6220 e o 2182A.

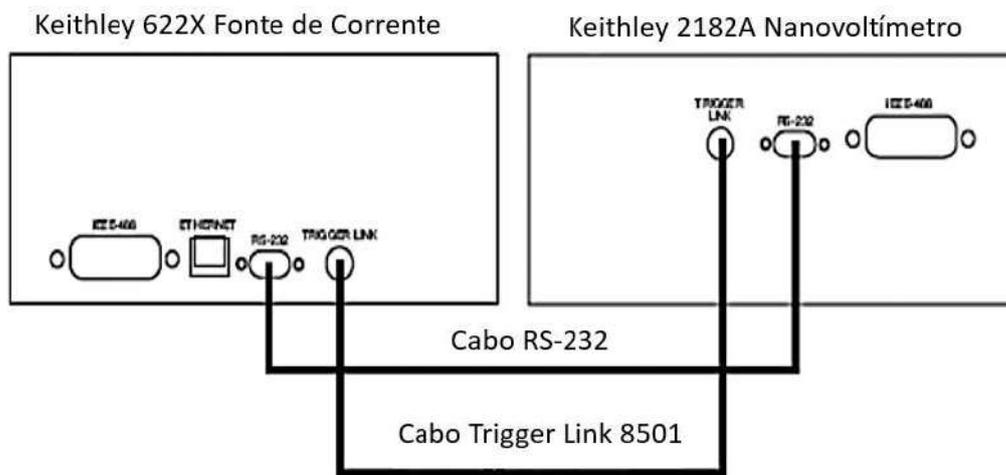


Figura 9-1 Conexão entre as keithelys. Imagem adaptada da Fonte [43].

Em seguida, é necessário configurar 2182A. Para configurar é preciso seguir os seguintes comandos;

- REST, selecionando em **RESTORE:FACT**,
- Em modo RS-323 **ON**
- A taxa de transmissão em 19.2k BAUD, controle de fluxo **XonXoff** e o terminador **CR**
A configurações para 6220,
- Configure o **SETUP**, com seleção de **PREST** e confirme **ENTER**.
- Comunicação em **COMM** modo **GPIB** e confirme **ENTER**
- A taxa de transmissão em 19.2k BAUD, controle de fluxo **XonXoff** e o terminador **LO**
- Colocar estado de alta resistência **DUT**.

Durante o processo de leitura de sinal é usado a linguagem Labview para o controle e aquisição de dados. Entre as estruturas de blocos do programa são selecionados alguns úteis para o funcionamento da técnica DM., como por exemplo os blocos de ARM, CLOSE, CONFIG e SENS.

Esses comandos para o bloco SEM prepara a fonte de corrente 6220 para o sistema DM.

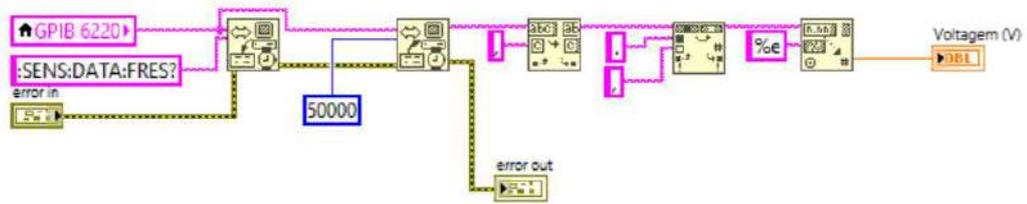


Figura 9-2 Bloco SEM.

Esses comandos do bloco ARM são utilizados para o sistema DM dá início as medições com a técnica.

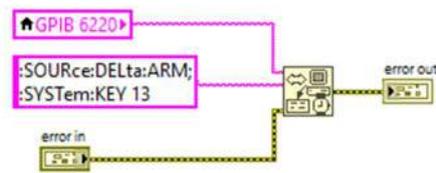


Figura 9-3 Bloco SEM.

Esses comandos são utilizados para CLOSE são utilizados para finalizar a o DM.

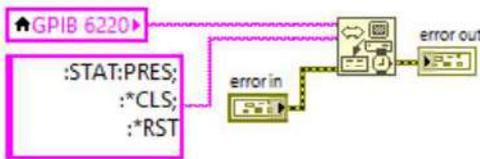


Figura 9-4 Bloco CLOSE.

Esses comandos são utilizados para CONF o sistema DM em função da corrente de alimentação, período de cada ciclo e como também o range de leitura para voltagem.

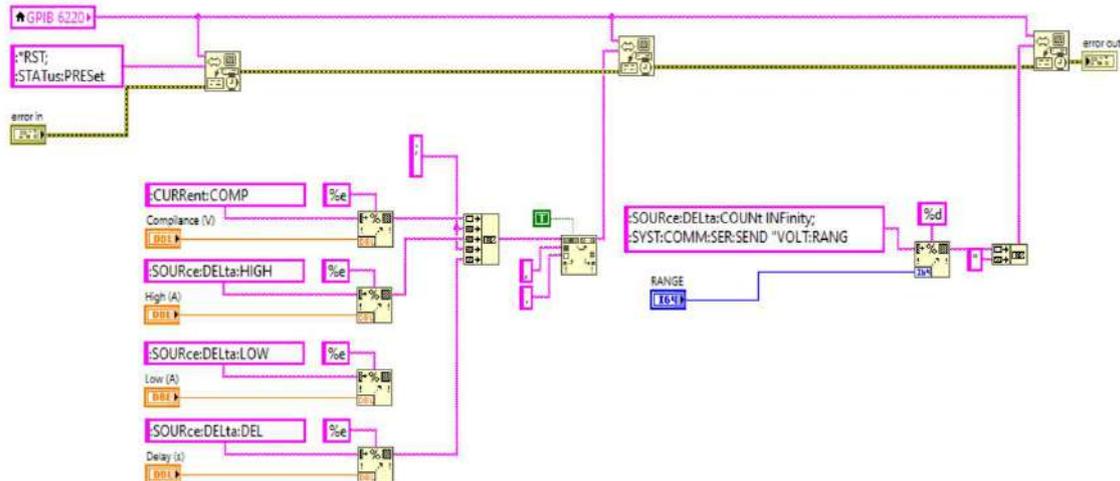


Figura 9-5 Bloco CONF.

9.2 Apêndice B

No controle da placa de Arduino MEGA mediante Linguagem de programação em LabVIEW é preciso instalar pacotes complementares que habilitem o uso de Arduino no ambiente do LabVIEW. A instalação é feita na VI Package Manager(VIMP). Para controlar o refrigerador com LabVIEW e Arduino, é necessário utilizar um relé para atuar como um interruptor. A placa Mega será responsável por controlar o relé e LabVIEW irá enviar os comandos para o Arduino através da porta serial. Onde os comandos para o controle de refrigerador, serão:

Abra o LabVIEW e crie um novo projeto. Adicione uma janela de front painel e uma de diagrama de blocos.

Na janela de front panel, adicione dois botões e um indicador de LED. Os botões serão utilizados para ligar e desligar o refrigerador, e o indicador de LED irá mostrar o status atual do refrigerador. Na janela de diagrama de blocos, adicione os seguintes componentes:

- Uma porta serial, que será utilizada para se comunicar com o Arduino Mega;
- Um controle booleano, que irá receber o estado do botão "Ligar";
- Um controle booleano, que irá receber o estado do botão "Desligar";
- Um bloco de comando write buffer, para o controle de quando digitar 'D' desligar e 'A' para ativar o refrigerador;

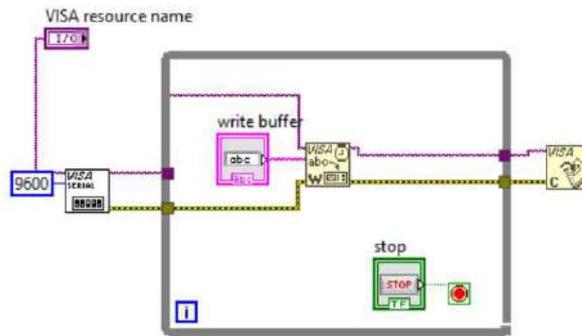


Figura 9-6 Comando em Labview para controle do refrigerador.

Agora, vamos ao código em Arduino que controla o relé e recebe os comandos do LabVIEW,

```
int relayPin = 2; // Pino do relé
bool lampStatus = false; // Estado do refrigerador

void setup() {
  Serial.begin(9600); // Inicializa a porta serial
  pinMode(relayPin, OUTPUT); // Configura o pino do relé como
saída
}

void loop() {
  // Verifica se há dados disponíveis na porta serial
  if (Serial.available() > 0) {
    // Lê os dados e converte para string
    String data = Serial.readStringUntil('\n');

    // Verifica se o comando é para ligar o refrigerador
    if (data == "ligar") {
      digitalWrite(relayPin, HIGH); // Liga o relé
      lampStatus = true; // Atualiza o estado do refrigerador
      Serial.println("ok"); // Envia a confirmação para o LabVIEW
    }
    // Verifica se o comando é para desligar o refrigerador
    else if (data == "desligar") {
      digitalWrite(relayPin, LOW); // Desliga o relé
      lampStatus = false; // Atualiza o estado do refrigerador
      Serial.println("ok"); // Envia a confirmação para o LabVIEW
    }
  }
}
```

No código acima, o pino 2 do Arduino está conectado ao relé que controla o refrigerador. O Arduino aguarda os comandos enviados pela porta serial e executa a ação correspondente, seja ligar ou desligar o refrigerador. A variável `incomingByte` armazena o estado atual do refrigerador (ligada ou desligada).

Quando o Arduino recebe um comando, ele envia a confirmação "ok" para ligar o refrigerador.

9.3 Apêndice C

Para a coleta de dados e configuração do analisador de espectro da empresa STANFORD RESEARCH SYSTEMS, no modelo SR760, foi produzido um software. Na Figura 9-9 mostra a interface para comunicação e aquisição de dados, em seguida temos alguns passos importantes da programação.

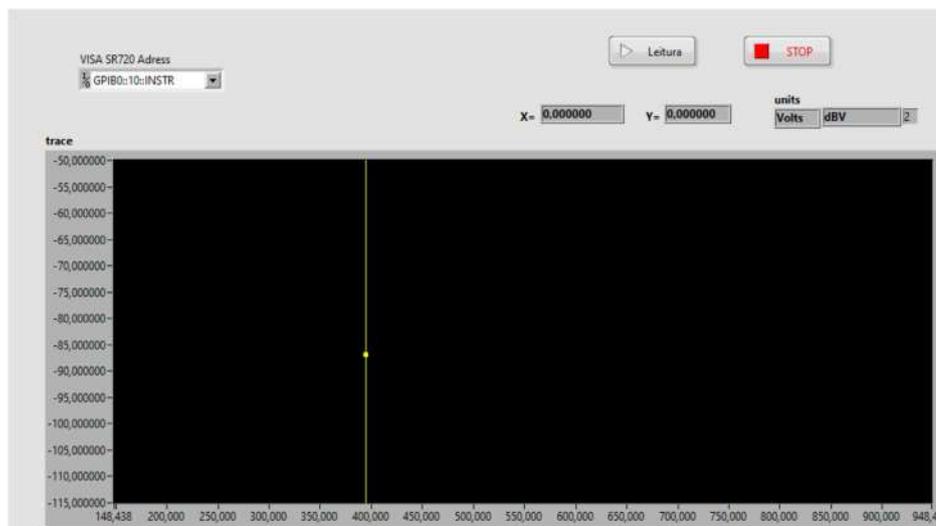


Figura 9-7 Tela inicial do usuário para realizar o estudo de sinal/ruído.

No processo de comunicação, configuração e aquisição de dados, um dos procedimentos envolve a utilização de um equipamento por meio do protocolo Visa. Na Figura 9-10, é empregado o *open visa* para estabelecer a comunicação serial entre o equipamento e o computador. Um elemento essencial no código da Figura 9-10 é o bloco *visa write*, que é responsável pelo envio de comandos, como o comando RST e o comando *bwall?0, 399*.

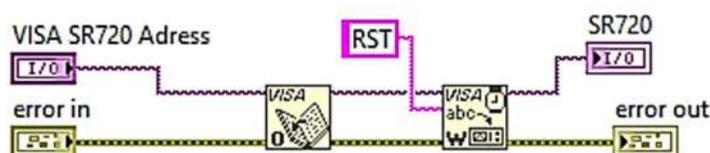


Figura 9-8 Comando para conexão com o equipamento por meio do protocolo VISA.

Na figura 9-10 o comando *bwall?0, 399* é utilizado para preparar o equipamento para realizar uma medida com 400 pontos e o bloco read irá realizar a leituras dos pontos e direciona-los para o plot.

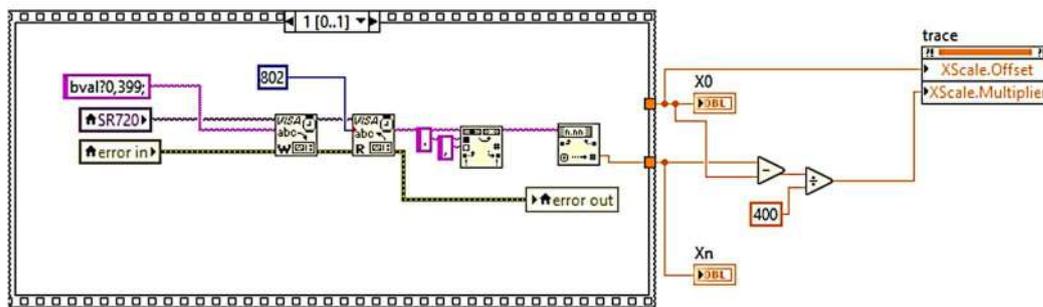


Figura 9-9 Configurações utilizadas para aquisição de dados e os plots em tempo real da medida.

Entre os blocos de programação do FFT, temos o de finalizar o loop de medições. Outro bloco de comando importante é o **visa close**,

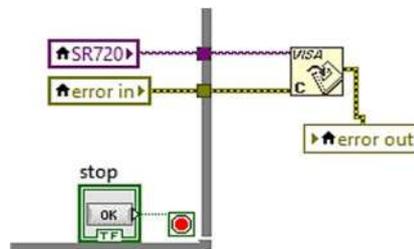


Figura 9-10 Comandos de finalização do programa.

9.4 Apêndice D

Programa de modelagem para encontrar o valor de magnetização para uma amostra que apresenta um formato cilíndrico e esférico, ou até mesmo uma amostra que tenha uma geometria definida é possível utilizando o software, mostrado no capítulo 4. Para construção foi necessário usar algumas bibliotecas numéricas e bibliotecas de construção da interface para o usuário, como mostra na linhas de código abaixo.

```
from mpl_toolkits import mplot3d
import numpy as np
import matplotlib.pyplot as plt
import matplotlib.ticker as ticker
from matplotlib.ticker import LinearLocator
import csv
from tkinter import *
from tkinter import tk
from tkinter.filedialog import askopenfilename
from tkinter.filedialog import asksaveasfile
from sympy import Matrix
```

```

from math import sqrt
import scipy.integrate
from mpl_toolkits import mplot3d

```

Ao longo de todo o desenvolvimento do script, várias funções foram criadas para executar diferentes tarefas, como a normalização geométrica do sinal, o cálculo do valor do momento magnético e dos valores de magnetização usando a equação do dipolo, bem como as equações de Biot-Savart para cilindro ou esfera. Entre essas funções, destacam-se: `def my_fun_11()`, `def my_fun_12()`, `def my_fun_13()` e `def my_fun_14()`.

Vamos discutir o funcionamento das funções `my_fun_b11()` e `my_fun_12()`, sendo a diferença principal entre elas o uso da magnetização por volume ou por massa. A seguir, destacamos algumas partes importantes do código:

- Função `my_fun_b11()`:

Essa função realiza o cálculo da magnetização por volume. Através do método de integração numérica utilizando a equação de Biot-Savart, o código itera sobre uma série de posições na região de interesse (definida por parâmetros como raio, altura e largura) e calcula a contribuição do campo magnético em cada ponto devido ao volume de uma esfera. O resultado é armazenado na lista `bio_savart`.

- Função `my_fun_12()`:

Essa função é semelhante à `my_fun_b11()`, mas difere no final do cálculo, pois usa a magnetização por massa em vez da magnetização por volume. A parte da integração e cálculos intermediários é praticamente a mesma, mas a contribuição do campo magnético é determinada com base na magnetização remanente da amostra e na densidade da cavidade cilíndrica.

- Cálculo da equação de Biot-Savart:

Nas duas funções, a equação de Biot-Savart é usada para determinar o campo magnético em cada posição. A equação é definida como uma função `lambda` que depende de ângulos e posições específicas. O cálculo da integral numérica é realizado para obter a contribuição do campo magnético em cada ponto da cavidade.

- Integração numérica:

Tanto na `my_fun_b11()` quanto na `my_fun_12()`, é feita a integração numérica usando a função `scipy.integrate.dblquad()`. Essa função permite calcular a integral dupla numérica, considerando os limites de integração definidos e a equação de Biot-Savart.

- Armazenamento dos resultados:

Em ambas as funções, os valores calculados do campo magnético são multiplicados por uma constante adequada (magnetização por volume ou por massa) e armazenados em suas respectivas listas (`bio_savart` para `my_fun_b11()` e outra lista para `my_fun_12()`).

É importante observar que a diferença principal entre as funções está na escolha de qual magnetização usar no cálculo final. `my_fun_b11()` usa a magnetização por volume, enquanto `my_fun_12()` usa a magnetização por massa.

```
def my_fun_b11():
    bio_savart=[]
    print('procurar mag por volume!')
    ##### loop para realizar a primeira integração com os
    chutes iniciais #####
    for l in range(0,eixox):
        if l <= colunas: # pensar em mudar essa variável
            # parâmetros para integração
            #####Definido os limites de integração#####
                inicio1= 0.0
                final1= 2*3.14
                inicio2= 0
                final2= Largura
            try:
                equation =lambda tetha, h: ((Raio**2)-
                XI[l]*Raio*np.sin(tetha))/(((XI[l]-Raio*np.cos(tetha))**2) +
                ((Raio*np.sin(tetha))**2) + ((distancia_sensor-h)**2))**(3.0/2.0)
                integral= scipy.integrate.dblquad(equation,
                inicio1,final1, inicio2,final2)
                # o primeiro da valor do vetor (integral[0] ) é o
                resultado, e o (integral[1]) seria a constante
                bio_savart.append(integral[0]*magne_vol)
                #print(integral[0]*magnetiz)
            except IndexError:
                print('poxa')
        if l == colunas:
            break;
```

A função `def my_fun_12()` é utilizada para encontrar por volume o valor de magnetização usando uma geometria cilíndrica, está descrita logo abaixo.

```
def my_fun_b12():
    bio_savart=[]
    print('procurar mag por massa Cilindro!')
    ##### loop para realizar a primeira integração com os
    chutes iniciais #####
    for l in range(0,eixox):
        if l <= colunas: # pensar em mudar essa variável
            # parametros para itegração
            #####Definido os limites de integração#####
                inicio1= 0.0
                final1= 2*3.14
                inicio2= 0
                final2= Largura
            try:
                equation =lambda tetha, h: ((Raio**2)-
                XI[l]*Raio*np.sin(tetha))/(((XI[l]-Raio*np.cos(tetha))**2) +
                ((Raio*np.sin(tetha))**2) + ((distancia_sensor-h)**2))**(3.0/2.0)
                integral= scipy.integrate.dblquad(equation,
```

```

iniciol1,final1, inicio2,final2)
    # o primeiro da valor do vetor (integral[0] ) é o
resultado, e o (integral[1]) seria a constante
    bio_savart.append(integral[0]*magne_mass)
    #print(integral[0]*magnetiz)
except IndexError:
    print('Tamanho invalido')
if l == colunas:
    break;

```

As funções `my_fun_b13()` e `my_fun_b14()` se diferenciam pela forma como a magnetização é calculada: uma é por massa e a outra é por volume. Vamos ressaltar as diferenças:

- Função `my_fun_b13()` (Magnetização por Massa):

Essa função é usada para encontrar o valor da magnetização por massa usando uma esfera. A magnetização por massa é calculada levando em consideração a massa da cavidade e a magnetização remanente (M_r) específica da amostra. O cálculo é feito através da integração numérica usando a equação de Biot-Savart para determinar o campo magnético em diferentes posições dentro da cavidade. O resultado final é multiplicado pelo valor de `magne_mass`, que é uma constante apropriada para converter o resultado para a unidade desejada.

- Função `my_fun_b14()` (Magnetização por Volume):

Essa função é usada para encontrar o valor da magnetização por volume usando uma esfera. A magnetização por volume é calculada levando em conta o volume da cavidade e a magnetização de saturação (M_s) específica da amostra. O cálculo é realizado também através da integração numérica utilizando a equação de Biot-Savart para calcular o campo magnético em diferentes posições dentro da cavidade. O resultado final é multiplicado por `magne_vol`, que é uma constante adequada para converter o resultado para a unidade desejada.

As duas funções compartilham a mesma estrutura básica de integração numérica usando a equação de Biot-Savart, mas diferem nos parâmetros e constantes usados no cálculo final. A escolha entre usar a magnetização por massa ou por volume dependerá da natureza específica do problema e dos dados disponíveis para a análise magnética da cavidade.

```

def my_fun_b13():
    bio_savart=[]
    print('procurar mag por massa Esfera!')
    ##### loop para realizar a primeira integração com os
chutes iniciais #####
    for l in range(0,eixox):
        if l <= colunas: # pensar em mudar essa variável
            # parâmetros para integração
            #####Definido os limites de integração#####
                inicio1= 0.0
                final1= 2*3.14
                inicio2= 0
                final2= Largura

```

```

        try:
            equation =lambda tetha, h: ((Raio**2)-
XI[l]*Raio*np.sin(tetha))/(((XI[l]-Raio*np.cos(tetha))**2) +
((Raio*np.sin(tetha))**2) + ((distancia_sensor-h)**2))**(3.0/5.0)
            integral= scipy.integrate.dblquad(equation,
iniciol1,final1, inicio2,final2)
            # o primeiro da valor do vetor (integral[0] ) é o
resultado, e o (integral[1]) seria a constante
            bio_savart.append(integral[0]*magne_mass)
            #print(integral[0]*magnetiz)
        except IndexError:
            print('Tamanho invalido!!!')
    if l == colunas:
        break;

def my_fun_b14():
    bio_savart=[]
    print('procurar mag por volume Esfera!')
    ##### loop para realizar a primeira integração com os
chutes iniciais #####
    for l in range(0,eixox):
        if l <= colunas: # pensar em mudar essa variável
            # parâmetros para integração
            #####Definido os limites de integração#####
            inicio1= 0.0
            final1= 2*3.14
            inicio2= 0
            final2= Largura
            try:
                equation =lambda tetha, h: ((Raio**2)-
XI[l]*Raio*np.sin(tetha))/(((XI[l]-Raio*np.cos(tetha))**2) +
((Raio*np.sin(tetha))**2) + ((distancia_sensor-h)**2))**(3.0/5.0)
                integral= scipy.integrate.dblquad(equation,
iniciol1,final1, inicio2,final2)
                # o primeiro da valor do vetor (integral[0] ) é o
resultado, e o (integral[1]) seria a constante
                bio_savart.append(integral[0]*magne_vol)
                #print(integral[0]*magnetiz)
            except IndexError:
                print('Tamanho invalido!!!')
    if l == colunas:
        break;

```

9.5 Apêndice E

Programa utilizado para o cálculo de fluxo magnético. Neste código é usado para calcular o campo magnético (Bz) em diferentes posições dentro de uma cavidade cilíndrica usando o método de integração numérica. Vou comentar sobre o procedimento geral e as principais etapas do programa:

- Definição dos parâmetros da cavidade e do sensor:

São fornecidos os parâmetros da cavidade, como raio, altura, massa, magnetização de saturação (M_s) e magnetização remanente (M_r), e os parâmetros do sensor, como raio e área.

- Cálculo dos parâmetros do fluxo:

O código define alguns parâmetros para o cálculo do fluxo, como o raio dos setores laterais (r), as áreas dos setores laterais (w) e do setor central (w_0) e os ângulos dos centros dos setores laterais (θ).

- Plotagem das posições de B_z na área do sensor:

O código cria um gráfico para visualizar as posições do campo magnético (B_z) na área do sensor.

- Cálculo do campo B_z para cada posição na área do sensor:

Nesta parte, o código inicia uma matriz para armazenar os valores do fluxo magnético (Φ_S). Em seguida, usando um loop aninhado, calcula o fluxo magnético em cada ponto da matriz para as posições específicas (X , Y) dentro da área do sensor.

- Integração numérica para calcular o fluxo:

O fluxo magnético B_z é calculado usando integração numérica (`dblquad`) nas posições centrais e laterais da cavidade. Isso envolve a definição de funções (F_z e F_z) que dependem do raio (R), das coordenadas (x , y) e da altura (z). A integral é resolvida numericamente para obter o valor do campo magnético B_z em cada ponto.

- Armazenamento dos valores do fluxo:

Os valores calculados do campo magnético B_z são armazenados na matriz Φ_S .

```
import numpy as np
import matplotlib.pyplot as plt
from scipy.integrate import dblquad

# Parâmetros da cavidade
R = 1000e-6 # Raio da cavidade (m)
H = 100e-6 # Altura da cavidade (m)
AREA = np.pi * R**2 # Área da cavidade (m2)
VOL = AREA * H # Volume da cavidade (m3)
MASS = 0.0000045 # Massa da cavidade (kg)
DENS = MASS / VOL # Densidade da cavidade (kg/m3)
Ms = 31.40 # (depende da amostra em análise) Magnetização de
saturação (Am2/kg)
Mr = 31.40 # (depende da amostra em análise) Magnetização
remanente (Am2/kg)
M = Mr * DENS # Magnetização da cavidade (A/m)
mzc = Mr * MASS # Momento magnético da cavidade (Am2)
```

```

# Parâmetros do sensor
a = 1000e-6 # Raio do elemento sensor HQ-0811 (m)
A = np.pi * a**2 # Área do sensor (m2)

# Parâmetros do cálculo do fluxo
r = 0.81650 * a # Raio dos setores laterais
w = 0.125 * np.pi * a**2 # Área dos setores laterais
w0 = 0.25 * np.pi * a**2 # Área do setor central
theta = (np.arange(6) + 1) * np.pi / 3 # Ângulos dos centros dos
setores laterais

# Plot das posições de Bz na área do sensor
Xt = r * np.cos(theta)
Yt = r * np.sin(theta)
xt = np.linspace(-a, a, 41)
yts = 1.001 * np.sqrt(a**2 - xt**2) * 1
yti = -1.001 * np.sqrt(a**2 - xt**2) * 1
plt.figure(200)
plt.plot([0] + Xt * 1e6, [0] + Yt * 1e6, 'k+', xt * 1e6, yts *
1e6, 'k--', xt * 1e6, yti * 1e6, 'k--',
        markersize=10, linewidth=3)
plt.xlabel('X (µm)')
plt.ylabel('Y (µm)')
plt.grid(True)
plt.axis('image')
plt.xlim([-160, 160])
plt.ylim([-160, 160])
plt.title('Amostra AM2 Campo em 7 posições', fontsize=12)

# Cálculo do campo Bz para cada posição na área do sensor
z = -160e-6 - 40e-6 # Liftoff (m) + fita adesiva (m)
passo = 300e-6 # Passo (m)
X = np.arange(-10.0e-3, 10.0e-3 + passo, passo) # Vetor X (m)
Y = np.arange(-10.0e-3, 10.0e-3 + passo, passo) # Vetor Y (m)
Nx = len(X)
Ny = len(Y)

# Inicialização da matriz de fluxos
PhiS = np.zeros((Ny, Nx))
for j in range(Ny):
    y = Y[j]

```

```

for i in range(Nx):
    x = X[i]
    # Cálculo do fluxo no setor central para X e Y
    Fzc = lambda phi, h: R * (R - y * np.sin(phi) - x *
np.cos(phi)) / (
        (x - R * np.cos(phi))**2 + (y - R *
np.sin(phi))**2 + (z - h)**2)**(3 / 2)
    Phi = w0 * M * dblquad(Fzc, 0, 2 * np.pi, lambda h: 0,
lambda h: H)[0] * 1e-7 # Resultado em T no centro

for k in range(6):
    # Cálculo do fluxo nos setores laterais
    x = X[i] + Xt[k]
    y = Y[j] + Yt[k]
    Fz = lambda phi, h: R * (R - y * np.sin(phi) - x *
np.cos(phi)) / (
        (x - R * np.cos(phi))**2 + (y - R *
np.sin(phi))**2 + (z - h)**2)**(3 / 2)
    Bz = M * dblquad(Fz, 0, 2 * np.pi, lambda h: 0, lambda
h: H

```