

## Técnicas de Magnetometria

Luiz C. Sampaio, Flávio Garcia, Geraldo R. C. Cernicchiaro e Armando Y. Takeuchi

Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas / CNPq

Rua Dr. Xavier Sigaud, 150, Urca, 22290-180, Rio de Janeiro, RJ

Recebido em 10 de Dezembro, 1999. Aceito em 25 de Agosto, 2000

Neste trabalho apresentamos de maneira breve algumas técnicas de medidas de magnetização. Nosso objetivo é discutir os princípios básicos e despertar interesse nas técnicas mais usadas (Magnetômetro de Amostra Vibrante, Extração, Reed, SQUID). Para uma abordagem mais profunda sobre as técnicas e suas variações indicamos as referências citadas.

This work presents some techniques of magnetization measurements. Our aim is to discuss some basic principles and to stimulate interest on the more frequently used techniques (Vibrating Sample Magnetometer, Extraction, Reed, SQUID). For a deeper view about the techniques and their variations we indicate some references.

### I Introdução

Na prática sabemos que não existe uma técnica ou um sistema de medidas adequado a todos os experimentos. Em alguns casos é necessário sensibilidade, em outros rapidez, ou precisão etc. Desta maneira, cada experimento tem uma técnica de medida mais adequada, e esperamos que a partir deste artigo o leitor se sinta motivado a montar o seu próprio sistema de medidas de magnetização.

Medidas de magnetização são realizadas basicamente por três métodos distintos : i) através de métodos indutivos, ii) através da força ou do deslocamento quando um material magnetizado é submetido a um gradiente de campo magnético, e iii) através da variação de alguma propriedade intrínseca do material tal como efeito Hall, magneto- resistência, magneto-ótica etc.

#### I) Magnetômetro de Amostra Vibrante (MAV)

Desenvolvido por S. Foner em 1955 o MAV é provavelmente o magnetômetro mais usado nos laboratórios de pesquisa e caracteriza-se pela sua boa performance, baixo custo e simplicidade de funcionamento. Uma divertida e interessante referência sobre a elaboração do MAV é feita pelo próprio S. Foner em um recente artigo de revisão (ref. 1), onde diz “*while shaving one evening I decided to try ac induction for magnetic measurements*”.

Na Fig. 1 mostramos um diagrama do MAV. Fazendo uma amostra vibrar à frequência  $f$ , induzir-se-á uma voltagem alternada nas bobinas de detecção. Esta

voltagem é dada por  $E = \sigma GA2\pi f \cos(2\pi ft)$  onde  $\sigma$  é o momento magnético da amostra,  $G$  é função da geometria das bobinas de detecção, e  $A$  é a amplitude de vibração.

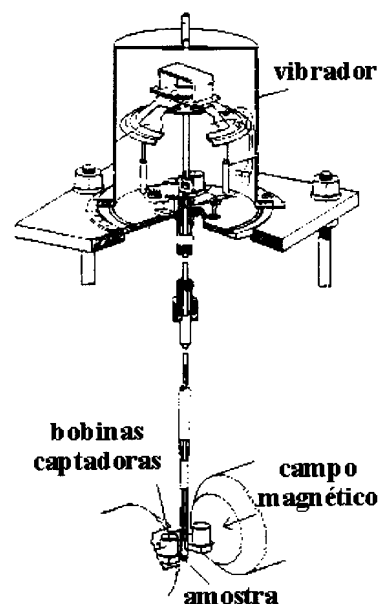


Figura 1. Diagrama do magnetômetro de amostra vibrante (Ref. 1).

A amostra é fixada na extremidade de uma haste rígida e o campo pode ser aplicado tanto na direção transversal como na longitudinal à direção de vibração. Usualmente a simetria axial é usada quando a fonte de

campo magnético é uma bobina supercondutora. A outra extremidade da haste é fixada à membrana de um alto-falante ou a um motor com um sistema de polias ou engrenagens. O primeiro permite mais baixas amplitudes e mais altas frequências (tipicamente, 1 mm e 80 Hz), no entanto é menos estável quanto amplitude de vibração (ver Ref. 2). O MAV possui uma sensibilidade de  $10^{-5}$  emu.

Vale a pena destacar dois detalhes: um deles é que a medida de magnetização feita com o deslocamento da amostra permite eliminar outras contribuições que não as oriundas da amostra; o segundo é que a medida é realizada com o auxílio de detecção síncrona com o uso de um amplificador lock-in, o que proporciona um grande aumento de sensibilidade.

Uma longa discussão poderia ser feita sobre o arranjo de bobinas de detecção. Mostramos na Fig. 2 exemplos de possíveis configurações (ver as referências citadas na Ref. 1 em especial as de número 2, 3 e de 13 à 20). É interessante atentar para o fato de que o arranjo de bobinas deve ser tal que maximize o sinal induzido e que este seja pouco sensível à posição da amostra. Além disso, trabalhando com bobinas de detecção resfriadas à temperatura de Hélio líquido podemos melhorar a relação sinal/ruído principalmente quando são enroladas com fio supercondutor. Outros sistemas de detecção como sonda Hall e dispositivos magneto-resistivos também podem ser usados no lugar destas bobinas (Ref.2).

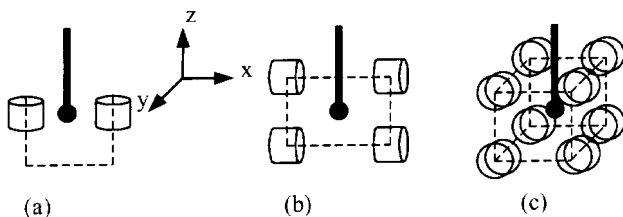


Figura 2. Arranjos de bobinas de detecção usadas no Magnetômetro de Amostra Vibrante.

O leitor pode se aventurar a construir o seu próprio MAV. Em uma primeira aproximação basta usar um alto-falante, uma haste rígida não metálica e não magnética onde em sua extremidade será fixada a amostra, um eletroímã, e um amplificador lock-in. Para a detecção do sinal deve-se usar simplesmente uma bobina axial ou o arranjo da Fig. 2a (o MAV comercial usa a configuração 2b). Como sinal de referência para o lock-in deve-se usar um ímã permanente acoplado à uma bobina e fixado na parte superior da haste. Este sinal deve ser no mínimo de alguns milivolts e a frequência de trabalho deve ser próximo a frequência de ressonância da haste (em nosso MAV é de 80 Hz). Um primeiro teste pode ser feito usando um material magnético que tenha

a temperatura crítica acima da temperatura ambiente tal como Co, Fe e Ni. O Ni é muito usado para calibração, ou seja, para fazer a conversão do sinal medido em Volts para magnetização em emu. A magnetização do Ni satura com aproximadamente 5 KOe e seu valor de saturação é de 55 emu/g à temperatura ambiente. Na falta de um eletroímã um teste preliminar pode ser feito usando como amostra algumas miligramas de um ímã permanente.

## II) Magnetômetro de Extração

Este método consiste simplesmente em deslocar um material magnético através das bobinas de detecção e integrar o fluxo induzido. Mostramos através de um diagrama simplificado do magnetômetro (Fig. 3), o que seria a voltagem induzida ao longo do tempo. Note que a área hachurada corresponde a integração da tensão induzida entre os instantes onde a amostra está fora das bobinas e entre elas; esta integral é proporcional a magnetização. Em nosso laboratório usamos um multímetro integrador HP 3457 A da Hewlett Packard.

Usualmente, a configuração das bobinas de detecção usada no magnetômetro de extração é a de simetria axial com duas bobinas enroladas em série e em oposição com o objetivo de cancelar contribuições externas não oriundas da amostra. Tal simetria favorece o uso de bobinas supercondutoras. Embora este magnetômetro seja de fácil construção ele não proporciona uma grande sensibilidade ( $10^{-4}$  emu), sendo usado principalmente com amostras que possuem forte magnetização. Por outro lado, possui menor custo (um multímetro integrador custa bem menos que um lock-in) e dispensa o uso do sinal de referência.

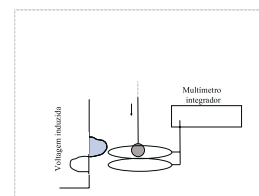


Figura 3. Diagrama do Magnetômetro de Extração.

## III) Magnetômetro SQUID

Magnetômetros utilizando “Superconducting Quantum Interference Device” (SQUID) como elemento detector, são atualmente, os sistemas mais sensíveis para

medidas de pequenas variações de fluxo magnético ( $10^{-9}$  emu). O princípio de operação do SQUID é baseado no efeito Josephson e na quantização do fluxo magnético em um circuito supercondutor fechado (Ref. 3). Experimentalmente, o efeito Josephson se caracteriza por uma corrente crítica, abaixo da qual uma barreira de potencial, ou junção, é supercondutora. No estado supercondutor o circuito apresenta resistência nula, conseqüentemente, mesmo quando polarizado por uma corrente elétrica a tensão verificada nos seus terminais é nula. Para um valor de corrente superior a corrente crítica, a junção transita para o estado normal, e passamos a detectar um nível de tensão não nulo. É demonstrado que no SQUID, sua corrente crítica  $I_c$ , como ilustra a Fig. 4, é função do fluxo magnético aplicado, apresentando uma periodicidade equivalente ao quantum de fluxo  $h/2e$ , onde  $h$  é a constante de Plank e  $e$  é a carga do elétron. A medida da variação da corrente crítica permite determinar a variação do fluxo que atravessa o dispositivo com alta resolução. Desta maneira, estes dispositivos podem ser entendidos como conversores, de extrema sensibilidade, de variação de fluxo magnético em variação de corrente crítica, que são amplificadas e detectadas.

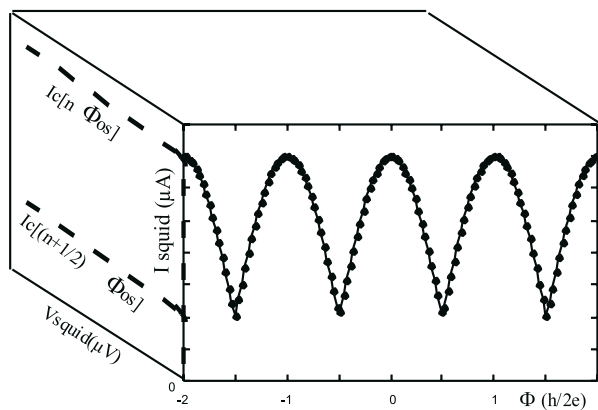


Figura 4. A corrente crítica no SQUID é periódica em função do fluxo com um período de  $h/2e$  ( $\phi_{os} = 2.10^{-15}$  Wb).

Basicamente, um SQUID consiste em um anel supercondutor interrompido por uma ou duas junções Josephson. No primeiro caso ele é denominado SQUID RF, no segundo caso SQUID DC. Essencialmente, a diferença reside no modo de detecção. Os SQUIDS RF tiveram bastante sucesso nos primeiros magnetômetros comerciais, por sua relativa facilidade de fabricação pois apresentam apenas uma junção. Por outro lado, o seu funcionamento exige eletrônica de radio-freqüência para detecção, que pode gerar interferências nas amostras a serem medidas, além de ser de operação relativamente complicada.

Atualmente, o desenvolvimento das técnicas de litografia permite confeccionar diferentes tipos de junção (supercondutor / isolante / supercondutor, supercondutor / condutor / supercondutor, etc) de alta qualidade e reprodutibilidade, com isso, os SQUIDS DC ganham terreno. Estes dispositivos apresentam a configuração de um interferômetro a duas junções e podem, eventualmente, ser medidos aplicando-se uma corrente contínua (DC) de polarização e verificando-se a variação de tensão nos seus terminais. Este seria o princípio básico de operação. De fato, nos magnetômetros convencionais, os sistemas apresentam uma bobina de entrada (“pick-up coil”) que é conectada às bobinas de detecção (acopladas com a amostra), e uma bobina de modulação, que permite incorporar as vantagens técnicas da realimentação (feedback) e da detecção síncrona (lock-in) (ver Fig. 5). Estes sistemas estão acoplados às técnicas convencionais de magnetometria de Amostra Vibrante e de Extração. Mais recentemente o desenvolvimento de técnicas de microlitografia, permite integrar SQUIDS diretamente sobre as amostras e atingir, em condições de laboratório, o limites de resolução intrínsecas à mecânica quântica (princípio da incerteza).

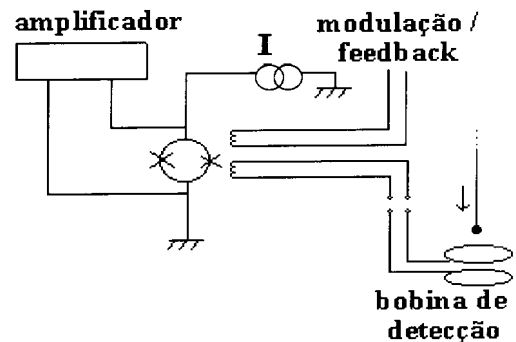


Figura 5. Diagrama de um SQUID DC.

#### IV) Magnetômetro de Haste Ressonante (“Reed”)

Este magnetômetro opera baseado no método da força. Neste método, uma amostra magnetizada colocada em um gradiente de campo magnético é submetida a uma força  $F$  que é dada por:  $\mathbf{F} = \mathbf{M} \cdot \nabla \mathbf{B}$ , onde  $\mathbf{M}$  é a magnetização da amostra e  $\nabla \mathbf{B}$  o gradiente de indução magnética. Como trabalhamos com amostras uniformemente magnetizadas, nos preocupamos somente com o gradiente de campo magnético,  $\nabla \mathbf{H}$ .

Como pode ser visto na Fig. 6, a amostra é colocada, por meio de uma haste flexível e não magnética, entre os pólos de um eletroímã, os quais geram um campo magnético estático ( $H_0$ ). Paralelamente aos

pólos do eletroímã existem duas bobinas que geram o gradiente de campo magnético. Contrário ao método da força que usa um campo estático, usamos um campo alternado. Assim, estas bobinas geram um gradiente de campo magnético alternado ( $H_{AC}$ ) sobre a amostra, que por sua vez oscila com a mesma frequência de  $H_{AC}$  e com a amplitude proporcional à magnetização. Na outra extremidade da haste é colocado uma cerâmica piezo-elétrica que transforma a oscilação mecânica da haste em uma tensão elétrica alternada. A medida da magnetização, neste caso, é feita com o auxílio de um amplificador lock-in onde o sinal de entrada é a tensão proveniente do piezo-elétrico e o sinal de referência é o que provém do gerador de função.

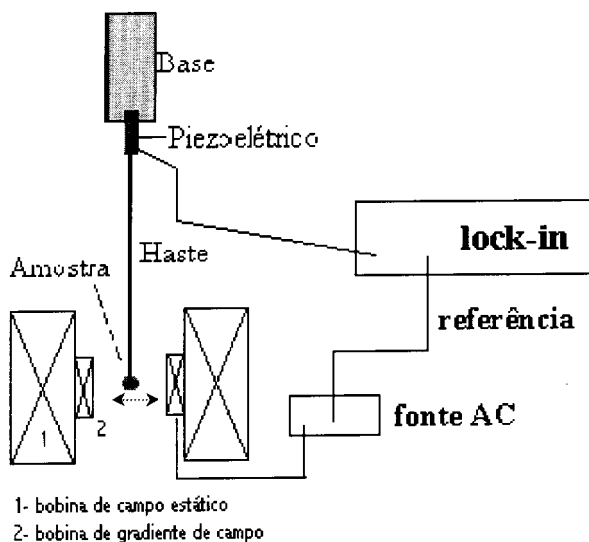


Figura 6. Diagrama do Magnetômetro de Haste Ressonante.

Existem alguns detalhes que valem a pena serem ressaltados:

- primeiro diz respeito à frequência de operação. A princípio qualquer frequência seria adequada. Porém, como sabemos, na frequência de ressonância de qualquer sistema mecânico a amplitude é máxima. Logo, podemos concluir que para obtermos o sinal de maior intensidade, a frequência mais adequada é a de ressonância. Para encontrarmos a ressonância basta fazermos uma varredura do sinal em relação a frequência.

- em outro aspecto que vale a pena ser ressaltado aqui, é que ainda com o objetivo de maximizarmos o sinal da amostra, a geometria das bobinas geradoras de  $H_{AC}$  deve propiciar o maior gradiente de campo possível sobre a amostra. Uma geometria adequada a isto seria termos duas bobinas enroladas em série e em oposição (uma enrolada no sentido horário outra no oposto) de cada lado da amostra, de modo que entre cada uma delas o gradiente seja máximo.
- finalmente, uma precaução que devemos atentar é em relação a vibrações mecânicas do sistema experimental que podem vir a inviabilizar a medida aumentando o ruído; pois como deve ter ficado claro na descrição do método, um pequeno ruído mecânico altera de maneira significativa a amplitude de oscilação da amostra.

Este magnetômetro destina-se a medidas de magnetização de amostras com fraca magnetização, como ocorre em filmes finos ou amostras com pouca massa. Sua sensibilidade ( $10^{-8}$  emu) é comparável à de um magnetômetro SQUID, possuindo a vantagem de ser muito mais rápido.

Uma característica importante deste magnetômetro é o seu baixo custo. Um lock-in, um gerador de sinais e um osciloscópio (que pode vir a ser útil) qualquer laboratório didático de graduação possui, assim como é extremamente fácil improvisar uma haste flexível (que pode ser de vidro ou quartzo bem fino). E finalmente o piezo-elétrico que pode ser obtido da “agulha” de um de nossos aposentados toca-discos. A título de ilustração, mostramos na Fig. 7 a medida para um filme de Co de 200 nm de espessura.

Uma desvantagem deste método é a dificuldade de trabalharmos a temperaturas variáveis, pois nestas condições, a resposta do piezo diminui e a frequência de ressonância do sistema varia pois varia a elasticidade da haste. Variar a temperatura, pode também vir a causar, uma maior instabilidade mecânica.

Não entraremos em maiores detalhes mas esta técnica também é válida quando um campo magnético uniforme convenientemente aplicado sob amostra resulta em um torque,  $\tau = \mathbf{M} \times \mathbf{B}$ . Desta maneira, a amostra também se movimenta e o princípio de funcionamento do magnetômetro descrito acima permanece válido.

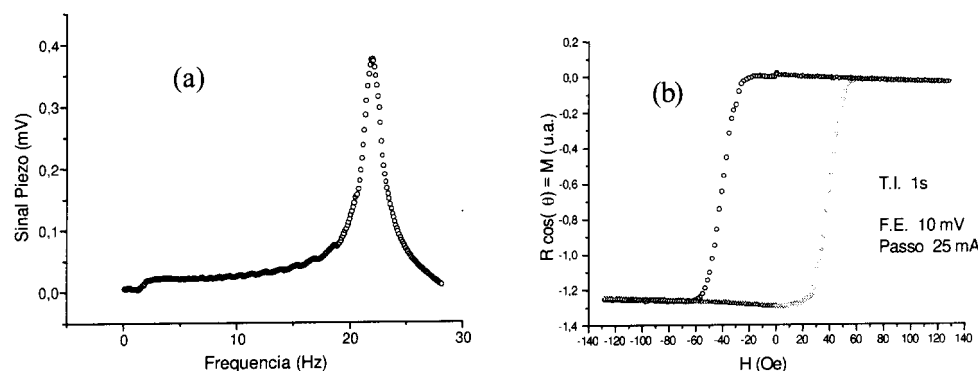


Figura 7. (a) O sinal medido em função da frequência com um campo aplicado de 100 Oe mostrando a frequência de ressonância em aproximadamente 22 Hz, e (b) uma curva de histerese medida próximo à frequência de ressonância.

## II Conclusão

Descrevemos nestas notas de aula os princípios de funcionamento de alguns sistemas de medidas de magnetização de maneira simples e objetiva. Lembramos que por razão do espaço limitado nos limitamos a falar dos magnetômetros mais conhecidos e mais usados nos laboratórios de pesquisa em Magnetismo. É interessante ressaltar que as técnicas que descrevemos medem a magnetização volumétrica (ou total) da amostra; outras técnicas que se baseiam em efeitos magneto-óticos, por exemplo, dão informação sobre a magnetização da superfície (ver notas de aula de Antônio Domingues). Além disso, técnicas como a microscopia de força magnética (5), a microscopia de campo próximo (6), e a difração de elétrons com polarização de spin (7) dão informações sobre a magnetização na escala de algumas dezenas de nanômetros permitindo determinar a estrutura de domínios magnéticos na superfície. Outras técnicas como Ressonância Magnética Nuclear, Espectroscopia Mössbauer e Difração de Neutrons dão propriedades magnéticas locais, tais como o momento magnético do núcleo (nos dois primeiros casos) ou do íon (no último caso).

Existem ainda técnicas de medidas de magnetização que utilizam radiação síncrotron (8), tais como, Dicroísmo Circular Magnético (XMCD), Dicroísmo Linear Magnético (LXD), Difração Magnética de Raios-X e “Local Spin-Selective X-Ray Absorption Spectroscopy” (LSXAS). Estas técnicas tem como grande vantagem em relação às técnicas convencionais de magnetometria, o fato de serem seletivas em relação tanto ao íon quanto à banda eletrônica cujas propriedades magnéticas pretende-se estudar. Ressaltamos também que o dicroísmo não é uma técnica local, obtemos a partir dela a magnetização volumétrica.

Finalmente, desejamos boa sorte aos que se aventurarem em construir o seu próprio magnetômetro.

### Agradecimentos

Agradecemos à Márcia R. Soares, Mário Reis e Ivan S. de Oliveira pelas valiosas sugestões ao texto, e a to-

dos que colaboraram na construção e na automatização dos variados sistemas de medidas de magnetização do Laboratório de Magnetismo do CBPF.

## Referências

- [1] S. Foner, The Vibrating Sample Magnetometer - Experiences of a Volunteer, *J. Appl. Phys.* **79** (8), 4740-4745 (1996) e referências citadas.
- [2] P.J. Flanders e C.D. Graham Jr., DC and low-frequency magnetic measure techniques, *Rep. Prog. Phys.* **56**, 431-492 (1993).
- [3] J.C. Gallop (Holt, Rinehart e Winston, New York, 1976), *SQUIDS, the Josephson Effects and Superconducting Electronics*.
- [4] P.J. Flanders, A vertical force alternating-gradient magnetometer, *Rev. Sci. Instrum.* **61** (2), 839-847 (1990); K.O'Grady, V.G. Lewis e D.P.E. Dickson, Alternating gradient force magnetometer: Application and extension to low temperatures, *J. Appl. Phys.* **73** (10), 5608-5613 (1993).
- [5] R. Wiesendanger, *Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy*, Cambridge University Press, Cambridge, 1994.
- [6] M. Paesler e van Hulst, *Near Field Optics*, vol. 61 of *Ultramicroscopy*, Elsevier, 1995.
- [7] D.T. Pierce, Investigation of Exchange Coupled Magnetic Layers by SEMPA, *Ultrathin Magnetic Structures II*, Ed. B. Heinrich e J.A.C. Bland, Springer Verlag (1994).
- [8] F. DeGroot, S. Pizzini, A. Fontaine, K. Hämäläinen, C. C. Kao and J. Hastig, Local-spin-selective x-ray absorption and x-ray magnetic circular dichroism in MnP, *Phys. Rev. B*, **51** (1995) 1045; J. B. Goedkoop, B. T. Thole, G. van der Laan, G. A. Sawatzky, F. M. F. de Groot and J. C. Fuggle, Calculation of magnetic X-ray dichroism in the 3-d absorption spectra of rare-earth compounds, *Phys Rev. B*, V. **37**, 4, (1988), 2086; N. V. Smith and H. A. Padmore, X-Ray Magnetic Dichroism Spectroscopy and Microscopy, *MRS Bulletin/October* (1995), 41; Doon Gibbs, X-ray magnetic scattering, *Synchrotron Radiation News*, Vol. **5**, 5 (1992), 18; P. Carra, H. König, B. T. Thole and M. Alterelli, Magnetic X-ray Dichroism (General features of dipolar and quadrupolar spectra), *Physica B* **192** (1993) 182.