Defendida 25/03/87

Universidade de São Paulo

Instituto de Física

840

MAGNETOSTRICÇÃO E RELAXAÇÃO TÉRMICA EM LIGAS AMORFAS FERROMAGNÉTICAS

SBI-IFUSP
305M810T0840

Aguinaldo Medici Severino

Dissertação apresentada ao Instituto de Física da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências.

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
SERVIÇO DE BIBLIOTECA E INFORMAÇÃO
840
INSTITUTO DE FÍSICA

Trabalho parcialmente financiado por

CNPq, FAPESP e FINEP

São Paulo

1987

538.44
S 498m
M
ex 1

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pelo Serviço de Biblioteca e Informação
do Instituto de Física da Universidade de São Paulo

Severino, Aguinaldo Medici
Magnetostricção e relaxação térmica em ligas amorfas ferromagnéticas. São Paulo, 1987.

Dissertação (Mestrado) - Universidade de São Paulo. Instituto de Física. Departamento de Física dos Materiais e Mecânica.
Área de Concentração: Física do Estado Sólido.
Orientador: Prof. Dr. Frank Patrick Missell

Unitermos: 1.Ligas metálicas amorfas; 2.Propriedades magnéticas; 3.Magnetostricção; 4.Relaxação térmica.

USP/IF/SBI - 02/87

MAGNETOSTRICÇÃO E RELAXAÇÃO TÉRMICA EM LIGAS AMORFAS FERROMAGNÉTICAS

Aguinaldo M. Severino 1987

IFUSP - Depto. Mat. e Mecânica
CP 20516 São Paulo, SP
05508

Arte:
Sibele Andreoli

Impressão da capa:
Cláudio Ribeiro

Datilografia:
Rita Cristina Ferreira

Desenhos:
João Carlos Terassi

Revisão dos manuscritos:
Antonio D. Santos

"Poderá a tua sorte ser
maior que o teu valor?"

J. G. Rosa

AGRADECIMENTOS

Houve uma época quando - por puro cabotinismo - adotei e encampei uma idéia de seção de agradecimentos que incluiria desde os meus gurus literários até as companhias adoráveis que se encontram em festas. Todavia, enquanto fui chegando à hora de imprimir este trabalho, resolvi abandonar tudo isto.

Citando em demasia, provavelmente ficariam diluídas a adorável cumplicidade, a eficiência e a produção de todo o grupo de materiais amorfos do IFUSP (incluindo pesquisadores, bolsistas e técnicos). Por outro lado, seria uma espécie de omissão ignorar completamente os antropônimos, pois grande parte da precisão que este trabalho possa ter alcançado envolveu algumas conversas, seminários e discussões com um número grande de pessoas. Dentre elas, mais diretamente, há o Frank P. Missell, sempre uma agradável surpresa durante este tempo de trabalho conjunto, um empreendedor e homem de idéias e, também, um bom orientador. Além disto, tive a vantagem de ter no Antonio-Toninho-Domingues dos Santos, não apenas um Físico cujo profissionalismo está à disposição na mesa do lado, mas um amigo e companheiro de trabalho.

É certo que outras pessoas me ajudaram, mas de modos muito diversos para serem aqui especificadas. Pois não seria estranho agradecer a sorrisos e presenças?. Acredito que quem esteve por perto nestes dois últimos anos sabe - espero-o - o quanto sou grato pelas conversas, cartas e telefonemas e por aguentarem e também criticarem (ah!, as críticas!) as minhas manias, meu mau humor e todas as outras idiossincrasias.

RESUMO

Usando um "melt-spinner", produzimos ligas amorfas de composição $Co_{75-x}Fe_xSi_{15}B_{10}$ (x = 2, 4, 4.6 e 6) e $Co_{75}Si_5B_{20}$. Para caracterizar magneticamente as amostras produzidas, determinamos a indução de saturação Bs, a temperatura de Curie Tc e a temperatura de cristalização Tx. Foram realizadas, através de um traçador de curvas de histerese, medidas da susceptiblidade inicial χ_i, da energia de anisotropia efetiva Keff, do campo coercivo Hc e da remanência reduzida mr em função da tensão mecânica aplicada às fitas para tensões de até 500 MPa. Estas medidas concordam bem com um modelo proposto por Vázquez *et al.*, onde relaciona-se a distribuição das tensões internas produzidas nas fitas durante o processo de fabricação à sua estrutura de domínios magnéticos. Através deste modelo determinamos a magnetostricção de saturação λ_s, as tensões compressivas médias $\bar{\sigma}_c$ e a energia de anisotropia independente de tensões K_o. Para uma liga de composição $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$ encontramos $\lambda_s = -0.63 \times 10^{-6}$, o que concorda com resultados da literatura. Tratamentos térmicos de relaxação das tensões internas (acima da temperatura de Curie) foram feitos sucessivamente nesta mesma amostra e observamos uma queda de ~20% no valor de λ_s.

Como esta técnica de medida limita a determinação de λ_s apenas para os materiais com $\lambda_s<0$, construímos um equipamento (inicialmente proposto por Narita *et al.*) onde λ_s pode ser determinado independentemente do sinal. Testamos este equipamento com ligas de composição $Co_{75}Fe_4Si_{15}B_{10}$, $Co_{75}Si_{15}B_{10}$, $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$ (Metglas 2605 SC) e $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ (Metglas 2826), obtendo resultados: $\lambda_s = -0.66 \times 10^{-6}$, $\lambda_s = -2.9 \times 10^{-6}$, $\lambda_s = +31.8 \times 10^{-6}$ e $\lambda_s = +10.6 \times 10^{-6}$, respectivamente, em ótimo acordo com resultados da literatura.

Fizemos algumas correções na teoria do método de Narita *et al.* de forma a incluir a contribuição à energia magnetoelástica das tensões internas. Estas modificações melhoram a concordância entre teoria e experiência. O processo de relaxação térmica de tensões numa fita, usando o equipamento construído, foi estudado através de tratamentos térmicos em uma amostra de composição $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$.

Usando uma técnica proposta por Luborsky *et al.* estudamos a relaxação térmica de várias das amostras fabricadas e comparamos os resultados com aqueles obtidos pelos dois outros métodos.

Como um outro exemplo de aplicação do equipamento de medida construído, estudamos a influência de pequenas quantidades de Mo (y = 0, 2 e 4) em ligas de composição $Co_{75-x-y}Fe_xMo_ySi_{15}B_{10}$. Observamos que a inclusão de Mo em uma liga do sistema Co-Fe desloca a magnetostricção λ_s para valores mais positivos

ABSTRACT

Using a melt-spinner, we have prepared amorphous alloys of composition $Co_{75-x}Fe_xSi_{15}B_{10}$ (x = 2, 4, 4.6, and 6), and $Co_{75}Si_5B_{20}$. The samples were characterized magnetically from determinations of the saturation indution Bs, the Curie temperature Tc, and the crystallization temperature Tx.

Measurements of the initial susceptibility χ_i, effetive anistropy energy Keff, and the reduced remanent magnetization mr were performed as a function of the stress applied to the ribbon, for tensions up to 500 MPa, using a hysteresis curve tracer. These measurements were in good agreement with a model proposed by Vázquez *et al.*, which relates the internal stresses of the ribbon, introduced during fabrication, with its domain structure. Using this model we determined the saturation magnetostriction λ_s, volume avereage of quenched-in stresses $\bar{\sigma}_c$, and the strain-independent anisotropy K_o. For a ribbon of the amorphous alloy $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$ we obtain from a fit $\lambda_s = -0.63 \times 10^{-6}$, which is in good agreement with the literature. Strain-relieving anneals have been done in this sample and λ_s decreased by about 20%.

By this technique, it is only possible to determine λ_s

for materials with $\lambda_s<0$. We constructed also a system for determing λ_s independent of sign, as proposed previously by Narita *et al*. We tested the equipament measuring the amorphous alloys $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$, $Co_{75}Si_{15}B_{10}$, $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$ (Metglas 2605 SC), and $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ (Metglas 2826), obtaining, respectively, $\lambda_s = -0.66 \times 10^{-6}$, $\lambda_s = -2.9 \times 10^{-6}$, $\lambda_s = +31.8 \times 10^{-6}$, $\lambda_s = +10.6 \times 10^{-6}$. Our magnetostriction values are in good agreement with values of literature.

We modified the model of Narita *et al*. by including the contribution to the magnetoelastic energy due to the internal stresses. The agreement between experiment and theory is quite good. The annealing process was studied in a ribbon of alloy $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$.

Using a technique proposed by Luborsky *et al*., we studied thermal relaxation in several samples and these results were compared with those obtained with two other methods.

As a final example of the application of the equipment which was constructed, we determined the effect of small quanties of Mo (y = 0, 2, and 4) in the amorphous alloys studied, samples of $Co_{75-x-y}Fe_xMo_ySi_{15}B_{10}$. We observed that the values of λ_s become more positive with the inclusion fo Mo.

ÍNDICE

Resumo

Abstract

Introdução 1

CAPÍTULO I - Teoria 5

I.A - Magnetostricção 6
I.B - Modelo de Vázquez, Fernengel e Kronmüller 9
I.C - A Técnica de Medida da λ_s - "SAMR" 18
I.C.1 - Modelo de Narita, Yamasaki e Fukunaga .. 19
I.C.2 - Modificações na Teoria de "SAMR" 24

CAPÍTULO II - Técnicas Experimentais 28

II.A - Fabricação das Ligas Amorfas 29
II.B - Determinação de Bs e Tc 34
II.C - Traçador de Curvas de Histerese 39
II.D - Sistema de Medida de λ_s 46
II.E - Calibração do Sistema de Medida 56

CAPÍTULO III - Resultados e Discussão 62

III.A - Estudo do Modelo de Vázquez, Fernengel e Kronmüller em relação às ligas $Co_{75-x}Fe_xSi_{15}B_{10}$ 62

III.B - Estudo do Modelo de Narita, Yamasaki e Fukunaga 66

III.C - Estudo do Modelo de Narita, Yamasaki e Fukunaga Modificado 76

III.D - Técnica de Luborsky, Becker e McCary para Estudos a Relaxação de Tensões Internas em Fitas Amorfas 86

III.E - Ligas com Molibdênio 91

Conclusões 96

Referências 100

INTRODUÇÃO

Ferromagnetismo foi observado em ligas amorfas, pela primeira vez, em meados da década de 60 por Tsuei e Duwez[1]. O interesse no estudo das ligas amorfas cresceu consideravelmente desde então, principalmente devido ao sensível melhoramento das propriedades magnéticas e mecânicas destas ligas, quando comparadas aos análogos cristalinos e, por isso, ao seu alto potencial tecnológico[2,3]. As ligas comumente estudadas apresentam composição baseada numa combinação de 70-80% at. de metais de transição como ferro, níquel ou cobalto e 20-30% at. de metalóides como silício, carbono, boro ou fósforo.

Nas ligas amorfas ricas em ferro, observa-se que a magnetização de saturação e a temperatura de Curie são altas, quando comparadas às ligas baseadas em cobalto. Estas últimas apresentam permeabilidade magnética alta e campo coercivo baixo. Hoje em dia, fitas destes materiais são produzidas em escala industrial para uma série de aplicações[4,5]. Podem-se destacar, por exemplo, as cabeças de gravação, transdutores, sensores de alarme e blindagens magnéticas que são fabricadas a partir de fitas de materiais ricos em cobalto. Por outro lado, transformadores e sensores de força são pro-

duzidos como materiais baseados em ferro.

Em 1985, o grupo de materiais amorfos do IFUSP já dispunha de uma relativa infra-estrutura para a fabricação e caracterização de amorfos magnéticos. Haviam sido construídos, desde o início das atividades do grupo em 1983, um forno de arco para a manipulação das ligas e um "melt-spinner" adequado para a produção de fitas delgadas com cerca de 1-2 mm de largura através de resfriamento rápido ($\sim 10^6$ K/s).

Na caracterização magnética são usados dois equipamentos: um magnetômetro de amostra vibrante ao qual foi acoplado um forno, possibilitando assim a determinação da temperatura de Curie, e um traçador de curvas de histerese, que foi colocado em operação em 1984[6]. Posteriormente, foi considerado um modelo, desenvolvido por Vázquez *et al.*[7], que relaciona as propriedades magnéticas macroscópicas das amostras, como a energia de anisotropia efetiva e a susceptibilidade inicial, com a estrutura de domínios magnéticos das fitas. Deste modelo obtém-se a magnetostricção de saturação λs, as tensões compressivas médias $\bar{\sigma}c$ e a energia de anisotropia independente da tensão Ko.

O trabalho aqui apresentado inicia-se então a partir deste ponto. Fabricamos uma série de amostras do sistema Co-Fe-Si-B. Aplicamos o modelo de Vázquez às fitas produzidas, obtendo resultados para a magnetostricção λs consistentes com a literatura[8]. Fizemos alguns tratamentos de relaxação térmica numa liga de composição $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$ e observamos o efeito desta relaxação nos parâmetros do modelo[9].

A técnica de medida utilizada para estudar o modelo de Vázquez só é realmente aplicável para amostras com λs negativa. Construímos então um sistema onde a determinação de λs independe do sinal. Este sistema foi originalmente proposto por Narita *et al.*[10] e usa a técnica de rotação da magnetização por pequenos ângulos (SAMR). O equipamento construído foi utilizado para uma série de amostras com valores para a magnetostricção bastante diferentes e os resultados obtidos concordam bem com a literatura.

Algumas modificações foram feitas no modelo teórico utilizado nesta medida, de tal forma a incluir-se a influência de tensões mecânicas internas introduzidas às fitas durante o processo de fabricação. Através destas correções no modelo, foi possível extrair dos dados experimentais informações a respeito da relaxação das tensões internas por tratamentos térmicos.

Uma idéia qualitativa sobre o processo de relaxação térmica das tensões internas pôde ser obtida de uma forma alternativa, utilizando uma técnica desenvolvida por Luborsky *et al.*[11]. Esta técnica é uma forma não-sofisticada de medida, mais comumente utilizada na indústria.

Várias das ligas amorfas produzidas comercialmente para aplicações em dispositivos contêm molibdênio em sua composição[12]. Foram fabricadas uma série de amostras com Mo e a sua influência nas propriedades magnéticas das ligas estudadas no sistema Co-Fe-Si-B foi determinada. Observamos que a

inclusão de Mo provoca uma queda acentuada nos valores de magnetização e temperatura de Curie além de um deslocamento no valor de λs para valores positivos[13].

Para a apresentação deste trabalho, vamos manter a cronologia seguida até aqui. Dividimos então o texto da seguinte maneira: No capítulo I, primeiro fazemos uma explanação geral da teoria da magnetostricção, posteriormente descrevemos o modelo de Vázquez *et al.*[7] e fazemos uma exposição sobre o tratamento teórico de Narita *et al.*[10] para a medida de λs. Por fim, são feitas as correções a este último modelo de forma a incluir a estrutura de domínios magnéticos das fitas. No capítulo II, descrevemos todos os processos de medidas realizados, o projeto e a construção do sistema de medida da λs e as suas curvas de calibração. Apresentamos também os valores obtidos para várias grandezas medidas para todas as amostras estudadas.

No capítulo III, apresentamos os resultados obtidos para a amostra $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$ antes e depois de tratamentos térmicos de relaxação. São apresentados também a determinação da λs para as várias amostras estudadas e resultados de realxação térmica para a liga $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$. Além disso, comparamos este processo de estudar relaxação com medidas obtidas usando a técnica de Luborsky *et al.*[11].

As conclusões finais do trabalho e a sistematização destes resultados é apresentada no capítulo IV. Alguns comentários sobre as metas futuras do grupo de materiais amorfos são também apresentados.

CAPÍTULO I - Parte Teórica

O estudo das propriedades dos materiais magnéticos é uma área do conhecimento bastante abrangente. Na classe de materiais estudados neste trabalho, os amorfos magnéticos, não existe ordenamento cristalino, o que implica a ausência de anisotropia magnetocristalina. Sendo assim, observa-se que a anisotropia magnética destes materiais é bem menor que nos seus respectivos análogos cristalinos.

Por sua vez, a magnitude da magnetostricção de saturação λs dos amorfos não é menor do que a obtida para os materiais com ordenamento cristalino, sendo a maior fonte de anisotropia para um material amorfo a anisotropia de acoplamento magnetoelástico. Neste contexto, observa-se que o estudo dos fenômenos magnetoelásticos e a determinação experimental de λs são de fundamental importância na caracterização destes materiais.

Na primeira seção deste capítulo, vamos estabelecer o conceito de magnetostricção e também relacioná-la com outras grandezas magnéticas e com a temperatura. Feito isto, nas duas seções posteriores, vamos desenvolver os tratamentos teóricos utilizados para estudar os parâmetros — como a magne-

tostricção — que determinam as propriedades intrínsicas dos materiais amorfos ferromagnéticos.

I.A - MAGNETOSTRICÇÃO

Durante o processo de magnetização em um material ferromagnético qualquer, observa-se que as suas dimensões físicas variam. Este efeito é conhecido como magnetostricção e é bastante pequeno ($\Delta\ell/\ell \sim 10^{-5} - 10^{-6}$). A mudança na geometria da amostra, ou seja, essa deformação varia com a intensidade do campo magnético aplicado H e atinge um valor máximo, definido como a magnetostricção de saturação λs, quando o campo H aplicado for tecnicamente suficiente para saturar a amostra.

Os efeitos magnetostrictivos mais importantes são: 1) a magnetostricção longitundinal, que é a variação observada na direção da magnetização; 2) a magnetostricção transversal, que é a variação observada na direção perpendicular à direção de magnetização e; 3) a magnetostricção de volume, que está associada à variação do volume da amostra pela magnetização. Neste último tipo, dois mecanismos distintos são importantes para o decremento ou incremento no volume; o efeito combinado da deformação de cada dimensão física ou, no caso da aplicação de altos campos magnéticos, as deformações por um incremento no alinhamento dos momentos magnéticos atômicos, fenômeno chamado de magnetostricção forçada.

Destes três tipos, tratamos neste trabalho somente da magnetostricção longitudinal de saturação λs. A magnetostricção contribui para a energia de anisotropia através do acoplamento magnetoelástico. Um tratamento quântico das contribuições ao acoplamento magnetoelástico é dado nos artigos de Callen e Callen[14-16]. Vamos descrever aqui somente alguns dos aspectos mais gerais e qualitativos deste tratamento teórico.

A Hamiltoniana de um sistema magnético é dada por[14]:

$$H = H_m + H_e + H_{me} + H_a \quad , \qquad (1.1)$$

onde H_m é a Hamiltoniana do sistema de spins, incluindo o "exchange" isotrópico e a interação Zeeman; H_e é um termo de energia elástica associada às componentes de deformações ε_{ij}; H_{me} é um termo de acoplamento magnetoelástico, interação entre o sistema de spins e as deformações, e H_a é um termo de energia de anisotropia magnetocristalina.

Os termos H_{me} e H_a foram tratados como termos de perturbação para a hamiltoniana não perturbada H_m. O termo H_e, no caso de deformações homogêneas, pode ser considerado como uma variável adicional clássica[14]. Expandindo os termos perturbados em primeira ordem e minimizando a energia livre do sistema, determina-se os coeficientes de deformação ε_{ij} de equilíbrio. A partir da determinação destes coeficientes, deriva-se a descrição fenomenológica dos efeitos magnetoelásticos.

Apesar de Callen e Callen [14-16] desenvolverem esta teoria para materiais cristalinos, O'Handley [17,18] e Trêmolet [19] afirmaram que a teoria pode ser utilizada para ligas amorfas de composição baseada em metal de transição e metalóides (TM-M).

Os coeficientes magnetoelásticos obtidos através deste tratamento estão relacionados à magnitude dos efeitos observados em medidas da magnetostricção em função da temperatura. Observa-se que a dependência de λ_s com a temperatura depende fortemente do tipo intrínsico da interação de spins e tem contribuição de dois termos diferentes; somente a funçãode correlaçãode um-íon $\langle (S_i^z)^2 \rangle$ para as ligas com Fe e também a função de correlação de dois-íons $\langle S_i^z S_j^z \rangle$ no caso de ligas contendo Co.

Em nosso trabalho, estudamos o comportamento de λ_s em função da composição e de tratamentos térmicos de relaxação. O formalismo teórico empregado para os efeitos magnetoelásticos e a magnetostricçãonão segue propriamente o tratamento desenvolvido acima, porque não incluímos os termos de elasticidade à Hamiltoniana do sistema como em (1.1).

Portanto, nas duas próximas seções, não serão consideradas componentes elásticas para a energia magnética. Minimizamos a energia total do sistema não em termos de componentes de deformação, mas em função do ângulo entre a magnetização de um domínio magnético e o eixo fácil.

I.B - MODELO DE VÁZQUEZ, FERNENGEL E KORNMÜLLER

Numa abordagem geral é correto supor que as propriedades magnéticas macroscópicas de um material, ou seja, àquelas determinadas a partir de medidas físicas em laboratório, estão de alguma forma relacionados com os vários tipos de energias magnéticas presentes neste material. A estrutura de domínios magnéticos num material é determinada pela minimização da soma destas energias em função de determinados parâmetros, como a separçaão das paredes dos domínios ou a direção da sua magnetização. Desta forma, podemos estabelecer modelos relacionando aquelas propriedades macroscópicas como a magnetização remanente, o campo coercivo, a susceptibilidade inicial e a energia de anisotropia com a estrutura de domínios magnéticos.

Para uniformizar a notação aqui utilizada, será importante estabelecer que a magnetização M é definida como o momento magnético por unidade de volume de um material e é medido em Wb/m^2 ou Tesla (1 Wb/m^2 e $M = \frac{1}{4\pi} \cdot 10^4$ Gauss no sistema CGS). A indução magnética ou densidade de fluxo magnético B é definida comumente na forma: $B = M + \mu_o H$, onde μ_o é a permeabilidade magnética do vácuo ($\mu_o = 4\pi \cdot 10^{-7}$ H/m) e H é o campo magnético interno medido em A/m (1 A/m = $4\pi \cdot 10^{-3}$ Oe no CGS). É conveniente lembrar ainda que: 1 WB/m^2 da indução B = 10^4 Gauss no sistema CGS de unidades.

As fontes de energia magnética para um sistema de domí-

nios num ferromagneto qualquer pode ser esquematizada na seguinte forma[20]:

1) acoplamento entre a magnetização e um campo externo aplicado;
2) acoplamento magnetoelástico;
3) anisotropia de forma;
4) paredes de domínios;
5) anisotropias induzidas.

A energia de acoplamento entre a magnetização e um campo magnético externo H (magnetostática) é definida na forma:

$$E_H = - M_s \cdot H \cdot \cos\theta_H , \qquad (1.2)$$

onde θ_H é o ângulo entre o campo H aplicado e a magnetização de saturação Ms.

A energia de anisotropia de acoplamento magnetoelástico E_k é definida por:

$$E_k = \frac{3}{2} \cdot \lambda_s \cdot \sigma \cdot \text{sen}^2 \theta_k , \qquad (1.3)$$

onde λ_s é a constante de magnetostricção de saturação; σ, uma tensão mecânica e θ_k, o ângulo entre as direções de tensão aplicada e a magnetização. Dependendo dos sinais dos valores para σ e λ_s, diferentes configurações de domínios são possíveis. No caso de $\lambda s > 0$ e $\sigma > 0$, temos de (1.3) um mínimo para E_k quando $\theta_k = 0$ e então o eixo fácil do domínio será para

lelo à direção da tensão. Para o caso de $\lambda_s<0$ e $\sigma>0$ há um mínimo para $\theta_k = 90°$, de tal forma que o eixo fácil será agora perpendicular à direção da tensão aplicada.

A energia de anisotropia de forma E_s está associada às dimensões físicas de uma amostra que está sendo magnetizada. Sempre que se aplica um campo magnético H numa amostra, temos um campo H_s na mesma direção, mas em sentido contrário. Este campo H_s é proporcional a M e a um fator geométrico N (desmagnetizante) na forma:

$$H_s = -\frac{N \cdot M}{\mu_0} \quad , \qquad (1.4)$$

A energia de anisotropia de forma é dada na forma:

$$E_s = -\frac{1}{2} \cdot M \cdot H_s \qquad (1.5)$$

portanto de (1.4) e (1.5), obtemos:

$$E_s = -\frac{1}{2} \cdot \frac{N \cdot M^2}{\mu_0} \qquad (1.6)$$

As outras possíveis contribuições à energia magnética são efeitos mais específicos, não imbutidos nos modelos utilizados. Apresentamos abaixo apenas os conceitos envolvidos.

A energia de paredes de domínio E_γ está associada ao fato de que em uma parede, a mudança da direção entre dois domínios adjacentes ocorre gradualmente, pelo efeito da mudança de direção de um número grande de spins. Cada spin da pa-

rede está então fora das direções fáceis do domínio e, portanto, contribui para um incremento na energia de anisotropia. O número de spins na parede é limitado pela interação de "exchange" entre cada par de spins. A energia da parede é proporcional à sua área, e pode ser escrita na forma:

$$E_\gamma = \gamma \cdot S , \qquad (1.7)$$

onde γ é a energia por unidade de área de parede do domínio, e S, a área das paredes.

Anisotropias podem ser induzidas através de tratamentos térmicos abaixo da temperatura de Curie. Estes tratamentos levam a um ordenamento magnético dos pares atômicos, contudo não ocorre modificação na configuração dos domínios porque estes permanecem sujeitos ao seu próprio campo magnético interno. Podemos escrever a energia de anistropia induzida E_ℓ na forma:

$$E_\ell = K_o \cdot \text{sen}^2 \theta_\ell , \qquad (1.8)$$

onde θ_ℓ é o ângulo entre a direção do eixo fácil e a direção de magnetização. K_o é uma constante de anisotropia.

Minimizando a energia magnética total num domínio em relação à θ (uma função dos ângulos θ_H, θ_k, θ_ℓ), obtemos a direção fácil deste domínio.

Um método simples para a determinação de λ_s foi propos-

posto por Hilzinger *et al.*[21]. Neste método, considera-se apenas a contribuição do acoplamento magnetoelástico como fonte de anisotropia para um material. Entretanto, não é considerada a presença de tensões internas nas amostras. As possíveis anisotropias locais induzidas também são desprezadas. O uso do modelo é limitado para materiais com λ_s negativo.

A magnetostricção λ_s é obtida do ajuste linear de dados do inverso da susceptibilidade inicial em função de tensões mecânicas aplicadas numa fita do material. Esta variação da susceptibilidade inicial com tensões mecânicas aplicadas é conhecida como efeito Villary[22]. Vázquez *et al.*[7] notaram que em certos materiais o ajuste linear para baixas tensões mecânicas aplicadas difere substancialmente daquele previsto por Hilzinger *et al.*[21] e propuseram um modelo onde são consideradas as contribuições à energia de anisotropia dadas pela presença de tensões internas das fitas devido ao processo de fabricação.

Para o modelo desenvolvido por Vázquez *et al.*[7] a maior fonte de anisotropia é a interação magnetoelástica. Despreza-se, então, possíveis contribuições por anisotropia de forma, energia de paredes de domínios ou anisotropias induzidas. O modelo supõe que os domínios de uma fita amorfa estão dispostos no plano da fita, ou seja, ou estão orientadas paralelamente ou transversalmente à direção longitudinal da fita. Numa amostra não tensionada, a fração volumétrica de domínios orientados na direção longitudinal é denotada $v_{\parallel}^{0}$ e, por sua vez, a fração dos domínios orientada transversalmente a

esta direção é denotada por $v_{\perp}^{0} = 1 - v_{\parallel}^{0}$.

As propriedades magnéticas: energia de anisotropia efetiva Keff, susceptibilidade inicial χ_i, campo coercivo H_c e magnetização remanente m_r são estudadas através do modelo, pela sua variação em função de tensões mecânicas longitudinais às fitas.

A energia de anisotropia efetiva Keff é a densidade de energia necessária para alcançar o estado de saturação magnética M_s, estando a amostra inicialmente desmagnetizada. Portanto:

$$Keff = \int_0^{\infty} (M_s - M)\, d_H \,, \qquad (1.9)$$

onde H é o campo magnético interno e M a magnetização da amostra.

Como já vimos anteriormente, o modelo considera que no plano da fita os domínios se arranjam em duas direções ortogonais. As tensões mecânicas aplicadas σ são sempre longitudinais ($\sigma > 0$). No caso de materiais com $\lambda_s < 0$, a fração volumétrica $v_{\parallel}^{0}$ está associada a tensões compressivas médias $\bar{\sigma}_c$ e a fração volumétrica $v_{\perp}^{0}$ está associada às tensões de distensão médias $\bar{\sigma}_t$.

Numa situação de equilíbrio, a média volumétrica de qualquer uma das componentes de tensão se anula[23]. Então:

$$v_{\parallel}^{0}\bar{\sigma}_c + v_{\perp}^{0}\bar{\sigma}_t = 0 \qquad (1.10)$$

Os volumes fracionais podem ser associados à remanência reduzida m_r da forma:

$$v_{\parallel}(\sigma) = m_r(\sigma)$$

e $\qquad (1.11)$

$$v_{\perp}(\sigma) = 1 - m_r(\sigma)$$

No limite de altas tensões aplicadas, ou seja, $\sigma >> \bar{\sigma}_c$, a contribuição para a anisotropia é dada pelo volume fracional $v_{\perp}^{0}$, pois no processo de magnetização é esta a região que é rodada até a direção longitudinal. A energia de anisotropia efetiva é tomada então como a média volumétrica das energias de anisotropia locais $K_{\perp}$. Na ausência de tensões, temos:

$$Keff(0) = \bar{K}_{\perp}(0) \cdot v_{\perp}^{0} \ , \qquad (1.12)$$

onde $\bar{K}_{\perp}(0)$ é uma média de $K_{\perp}$ na ausência de tensões e tem duas contribuições. Uma vem do acoplamento magnetoelástico e a outra representa fontes de anisotropia que não foram englobadas pelo modelo, como o ordenamento de pares magnéticos. Portanto:

$$Keff(0) = -\frac{3}{2}.\lambda_s.\bar{\sigma}_t.v_{\perp}^{0} + K_o.v_{\perp}^{0} \qquad (1.13)$$

Aplicando uma tensão σ, temos contribuições para Keff de três fontes: do aumento da anisotropia média no volume $v_{\perp}^{0}$, do aumento do volume fracional $v_{\perp}$ e na variação de anisotro-

pia pela variação do volume $\Delta v_{\perp}$ [6,7]. No limite de altas tensões, a expressão (1.13) fica:

$$Keff(\sigma) = -\frac{3}{2}.\lambda_s.\sigma + K_o \qquad (1.14)$$

Ajustando a Keff em função das tensões σ de acordo com a expressão (1.14), obtemos os parâmetros magnetostricção λ_s e anisotropia independente de tensão K_o.

A susceptibilidade inicial χ_i é definida por:

$$\chi_i = \frac{M}{\mu_0 \cdot H} \qquad (1.15)$$

A magnetização M tem duas componentes, cada uma delas associada a uma das frações volumétricas dos domínios. Assim a expressão (1.15) pode ser escrita na forma:

$$\chi_i = \frac{M_s \cdot \cos\psi_{\perp} \cdot v_{\perp}^0 + M_s \cos\psi_{\parallel} \cdot v_{\parallel}^0}{\mu_0 \cdot H} \qquad (1.16)$$

onde $\psi_{\perp}$ e $\psi_{\parallel}$ são ângulos entre a direção do campo aplicado H e a direção da magnetização nos domínios $v_{\perp}^0$ e $v_{\parallel}^0$, respectivamente.

Segundo o modelo, na presença de um campo magnético H e sob tensões aplicadas σ grandes o suficiente para vencer as tensões compressivas $\bar{\sigma}_c$, podemos escrever a densidade de energia livre F do sistema na forma:

$$F = [\frac{3}{2} \cdot \lambda_s \cdot (\sigma + \bar{\sigma}_t) \operatorname{sen}\psi_\perp - M_s \cdot H \cdot \cos\psi_\perp]\, v_\perp^0 + \\ + \frac{3}{2} \cdot \lambda_s \cdot (\sigma + \bar{\sigma}_c) \operatorname{sen}\psi_{\shortparallel} - M_s \cdot H \cdot \cos\psi_{\shortparallel}]\, v_{\shortparallel}^0 \qquad (1.17)$$

Usando as condições de equilíbrio:

$$dF/d\psi_\perp = 0 \qquad \text{e} \qquad dF/d\psi_{\shortparallel} = 0 \qquad (1.18)$$

obtemos:

$$\cos\psi_\perp = (-M_s \cdot H)/[3.\lambda_s.(\sigma + \bar{\sigma}_t)]$$

e

$$\cos\psi_{\shortparallel} = (-M_s \cdot H)/[3 \cdot \lambda_s \cdot (\sigma + \bar{\sigma}_c)] \qquad (1.19)$$

Substituindo (1.19) em (1.16) e usando (1.11), temos:

$$\chi_i^{-1}(\sigma) = \frac{-3.\mu_0.\lambda_s}{M_s} \cdot \left[\sigma - \frac{m_r(0) \cdot \bar{\sigma}_c^2}{(1 - m_r(0).\sigma + (1 - 2.m_r(0)).\bar{\sigma}_c}\right] \qquad (1.20)$$

Para o caso em que as frações volumétricas iniciais $v_{\shortparallel}^0$ e $v_\perp^0$ são aproximadamente iguais, ou seja, quando $m_r(0) \sim 1/2$, chegamos à expressão:

$$\chi_i^{-1}(\sigma) = \frac{-3.\mu_0.\lambda_s}{M_s^2} \cdot \left[\sigma - \frac{\bar{\sigma}_c^2}{\sigma}\right] \qquad (1.21)$$

Ajustando os valores do inverso da susceptibilidade inicial em função de σ segundo a expressão (1.21), obtemos os parâmetros magnetostricção λ_s e tensão compressiva média $\bar{\sigma}_c$.

Os resultados obtidos por Vázquez *et al.*[7] para uma amostra de composição $Co_{58}Fe_5Ni_{10}Si_{11}B_{16}$ mostraram que este modelo é importante no estudo das propriedades dos materiais amorfos. O modelo apresentou também bons resultados para uma amostra de composição $Co_{75}Si_{15}B_{10}$ estudada por Santos[6]. Como esta liga tem λ_s cerca de 20 vezes maior que o material estudado por Vázquez *et al.*[7], foi necessário incluirum termo de correção à expressão (1.21). Outros resultados significativos obtidos através deste modelo são apresentados por Santos *et al.*[8] e por Severino *et al.*[9].

I.C - A TÉCNICA DE MEDIDA DE λ_s - "SAMR"

Na seção anterior, vimos que o modelo de Vázquez *et al.*[7] é útil na caracterização magnética de um material amorfo e que um dos parâmetros importantes do modelo é a magnetostricção λ_s. Entretanto, existe uma limitação técnica para o modelo.

Para estudar os materiais com $\lambda_s > 0$, é necessário aplicar à fita uma tensão de compressão ($\sigma < 0$), de forma que os domínios se orientem perpendicularmente ao eixo longitudinal. Mas como as fitas amorfas produzidas são extremamente delgadas (~10 - 30 μm), tecnicamente só é possível tracioná-las. Consequentemente o modelo fica restrito a aplicações em materiais com $\lambda_s < 0$.

Narita *et al.*[10] propuseram um método de medida para λ_s que independe do seu sinal. Este método é baseado na técnica de rotação da magnetização por pequenos ângulos (SAMR), onde temos mudanças no campo de anisotropia da amostra em função de tensões mecânicas aplicadas σ.

Na proposição original de Narita *et al.*[10] não são feitas considerações sobre a estrutura de domínios e a presença de tensões internas nas fitas. Contudo, observamos quando da aplicação deste método de medida, que parte dos resultados obtidos não são satisfatoriamente explicados. Além disto, já havíamos trabalhado com o modelo de Vázquez *et al.*[7] em ligas com $\lambda_s < 0$, onde estas contribuições são consideradas e obtivemos ótimos resultados. Optamos então por modificar o modelo, criando uma versão que inclui os termos de contribuição magnetoelástica devido às tensões internas. Sendo assim, na primeira parte desta seção damos a formulação original do "SAMR". Na parte seguinte, apresentamos as deduções das expressões corrigidas para o modelo. A comparação entre os vários resultados experimentais obtidos, as vantagens desta correção e outros comentários são discutidas no capítulo III.

I.C.1 - Modelo de Narita, Yamasaki e Fukunaga

No plano de uma fita amorfa, dois campos ortogonais são aplicados. Um campo $H_\perp$ alternado de pequena amplitude e ou-

tro $H_{\parallel}$ DC, alto o suficiente para saturar a amostra. A magnetização M_s oscila, no plano, por um pequeno ângulo θ em relação ao eixo longitudinal da fita. Uma representação esquemática desta configuração é dada na figura 1.

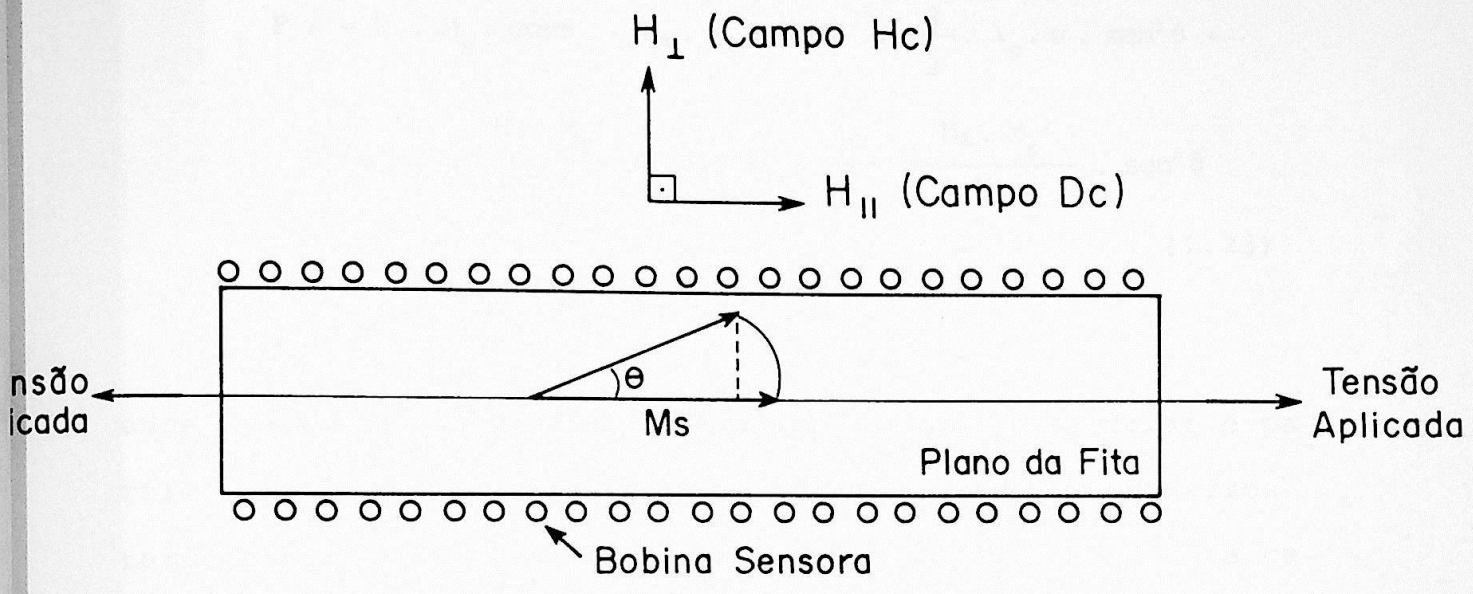


Figura 1 - Representação esquemática dos campos envolvidos e da rotação da magnetização na técnica usada para determinar λ_s. (SAMR).

A variação da componente de M_s na direção do eixo longitudinal induz a uma diferença de potencial num solenóide (pick-up) disposto axialmente à fita. Esta voltagem induzida pode ser expressada na forma:

$$e2f = -N \cdot S \cdot \frac{d}{dt} (M_s \cdot \cos\theta) \qquad (1.22)$$

onde N é o número de espiras da bobina sensora e S a área da seção reta da fita.

A densidade de energia livre F deste sistema ferromagnético, na presença de um campo H e sob tensões aplicadas σ grandes o suficiente para vender as tensões compressivas $\bar{\sigma}_c$, é expressa usando as equações (1.2), (1.3) e (1.6), na forma:

$$F = - H_{\parallel} . M_s . \cos\theta - H_{\perp} . M_s . \operatorname{sen}\theta + \frac{3}{2} . \lambda_s . \sigma . \operatorname{sen}^2\theta + \frac{1}{2} . \frac{N_{\parallel} . M_s^2}{\mu_0} . \cos^2\theta + \frac{1}{2} . \frac{N_{\perp} . M_s^2}{\mu_0} . \operatorname{sen}^2\theta \qquad (1.23)$$

onde $N_{\perp}$ e $N_{\parallel}$ são os fatores desmagnetizantes perpendular e paralelo ao eixo da fita, respectivamente. Os dois primeiros termos correspondem à energia magnetostática associada a cada campo aplicado $H_{\parallel}$ e $H_{\perp}$; o termo seguinte corresponde à contribuição de energia magnetoelástica devida à tensão aplicada σ e os dois últimos termos são de anisotropia de forma.

Usando a condição de contorno $dF/d\theta = 0$, obtemos:

$$H_{\perp} . \frac{\cos\theta}{\operatorname{sen}\theta} = H_{\parallel} + \frac{3 . \lambda_s . \sigma}{M_s} . \cos\theta + \frac{M_s}{\mu_0} . (N_{\perp} - N_{\parallel}) . \cos\theta \qquad (1.24)$$

Assumindo que o ângulo de rotação θ é pequeno, podemos fazer $\cos\theta \sim 1$, portanto:

$$\operatorname{sen}\theta = \frac{H_{\perp}}{H_{\parallel} + \frac{3 . \lambda_s . \sigma}{M_s} + \frac{M_s}{\mu_0} (N_{\perp} - N_{\parallel})} \qquad (1.25)$$

Para simplificar a expressão (1.25), definimos os campos de anisotropia magnetoelástica H_k e de anisotropia de forma H_s na forma:

$$H_k = \frac{3 . \lambda_s . \sigma}{M_s} \qquad (1.26)$$

e

$$H_s = \frac{M_s}{\mu_0} (N_\perp - N_{\parallel})$$

Sendo $H_\perp$ um campo alternado de frequência de oscilação ω, temos:

$$H_\perp = H_{\perp máx} . \operatorname{sen}\omega t \qquad (1.27)$$

Aplicando (1.27) em (1.25) e substituindo em (1.22) chegamos à expressão:

$$e2f = N . S . \frac{1}{2} . M_s . \left[\frac{H_{\perp máx}}{H_{\parallel} + H_k + H_s} \right]^2 . \omega . 2 . \operatorname{sen}\omega t . \cos\omega t \qquad (1.28)$$

Fazendo as simplificações:

$$\operatorname{sen}\theta_{máx} = \frac{H_{\perp máx}}{H_{\parallel} + H_K + H_s} \qquad (1.29)$$

$$\operatorname{sen} 2\omega t = 2 . \operatorname{sen}\omega t . \cos\omega t$$

chegamos à forma final para o inverso do quadrado da amplitude de e2f:

$$\frac{1}{\sqrt{e2f}} = \frac{1}{\sqrt{N.S.\frac{1}{2}.M_s.\omega}} \cdot \frac{1}{H_{\perp máx}} \cdot (H_{\parallel} + H_k + H_s) \qquad (1.30)$$

É importante notar que a amplitude do sinal induzido e2f tem frequência angular 2ω, ou seja, o dobro da frequência de oscilação do campo $H_{\perp}$.

A partir da expressão (1.29a), observa-se que, quando uma tensão σ é aplicada na amostra, o ângulo de rotação da magnetização θ muda, variando então a amplitude e2f. A modulação de e2f (restituição do nível de sinal na bobina sensora) implica uma variação do campo $H_{\parallel}$, de tal forma que o seu efeito seja equivalente à variação do campo de anisotropia magnetoelástica H_k. Portanto, para uma dada tensão σ aplicada, ou seja, uma variação de campo H_k; um incremento (no caso de $\lambda_s < 0$) ou um decremento (no caso de $\lambda_s > 0$) do campo $H_{\parallel}$, mantém a igualdade em (1.30). Temos então:

$$\Delta H_{\parallel} = H_k \qquad (1.31)$$

de maneira que podemos calcular a magnetostricção λ_s de qualquer fita amorfa independentemente do seu sinal na forma:

$$\lambda_s = \frac{1}{3} \cdot \frac{H_k}{\sigma} \cdot M_s \qquad (1.32)$$

I.C.2 - Modificações na Teoria de "SAMR"

Foram feitas modificações na teoria da técnica de medida de λ_s por SAMR, de maneira a incluir-se a presença de tensões internas nas fitas, devido ao processo de fabricação. Já tínhamos visto, no modelo de Vázquez[7], que, para um material com $\lambda_s < 0$, as tensões internas de distensão $\bar{\sigma}_t$ estão associadas à fração volumétrica $v_{\perp}^0$ de domínios, enquanto que as tensões internas de compressão $\bar{\sigma}_c$ estão associadas à fração volumétrica $v_{\parallel}^0$ dos domínios, respectivamente perpendicular e paralela ao eixo longitudinal.

Considerando as diferentes orientações dos domínios, a densidade de enrgia livre F para uma fita amorfa sob tensões $\sigma >> \bar{\sigma}_c$, dada anteriormente pela expressão (1.23), passa a ser escrita na forma:

$$F = \left[\frac{3}{2} \cdot \lambda_s \cdot (\sigma + \bar{\sigma}_t) \operatorname{sen}^2\psi_{\perp} - M_s \cdot H_{\parallel} \cdot \cos\psi_{\perp} - M_s \cdot H_{\perp} \cdot \operatorname{sen}\psi_{\perp} + \right.$$

$$\left. + \frac{1}{2} \cdot \frac{M_s^2}{\mu_0} \cdot (N_{\perp} \cdot \operatorname{sen}^2\psi_{\perp} + N_{\parallel} \cdot \cos^2\psi_{\parallel}) \right] \cdot v_{\perp}^{\circ} + \left[\frac{3}{2} \cdot \lambda_s \cdot (\sigma + \bar{\sigma}_c) \operatorname{sen}^2\psi_{\parallel} - \right.$$

$$- M_s \cdot H_{\parallel} \cdot \cos\psi_{\parallel} - M_s \cdot H_{\perp} \cdot \operatorname{sen}\psi_{\perp} + \frac{1}{2} \cdot \frac{M_s^2}{\mu_0} (N_{\perp} \cdot \operatorname{sen}^2\psi_{\perp} +$$

$$\left. + N_{\parallel} \cdot \cos^2\psi_{\parallel}) \right] \cdot v_{\parallel}^0 \qquad (1.33)$$

No caso de materiais com $\lambda_s > 0$, basta inverter em (1.33) a posição dos termos $\bar{\sigma}_c$ e $\bar{\sigma}_t$. Aplicando então as condições de equilíbrio deste sistema, dadas por:

$$\frac{dF}{d\psi_{\perp}} = 0 \qquad e \qquad \frac{dF}{d\psi_{\parallel}} = 0 \tag{1.34}$$

onde $\psi_{\perp}$ e $\psi_{\parallel}$ são os ângulos entre a direção do eixo longitudinal e a direção da magnetização em cada orientação dos domínios, obtemos:

$$\operatorname{sen}\psi_{\perp} = \frac{H_{\perp} \cdot M_s \cdot \cos\psi_{\perp}}{H_{\parallel} \cdot M_s + 3 \cdot \lambda_s (\sigma + \bar{\sigma}_t) \cos\psi_{\perp} + \frac{M_s^2}{\mu_0} (N_{\perp} - N_{\parallel}) \cos\psi_{\perp}}$$

$$\operatorname{sen}\psi_{\parallel} = \frac{H_{\perp} \cdot M_s \cdot \cos\psi_{\parallel}}{H_{\parallel} \cdot M_s + 3 \cdot \lambda_s (\sigma + \bar{\sigma}_c) \cos\psi_{\parallel} + \frac{M_s^2}{\mu_0} (N_{\perp} - N_{\parallel}) \cos\psi_{\parallel}} \tag{1.35}$$

A amplitude e2f, dada originalmente pela expressão (1.22), passa a ser escrita na forma:

$$e2f = - N \cdot S \cdot \frac{d}{dt} [M_s \cdot (\cos\psi_{\parallel} \cdot v_{\parallel}^{0} + \cos\psi_{\perp} \cdot v_{\perp}^{0})] \tag{1.36}$$

Fazendo a aproximação para $\cos\psi_{\perp}$ e $\cos\psi_{\parallel}$ do tipo:

$$\cos\psi = \sqrt{1 - \operatorname{sen}^2\psi} \cong 1 - \frac{1}{2} \operatorname{sen}^2\psi \tag{1.37}$$

De depois, usando as equações (1.27) e (1.35) em (1.36), obtemos:

$$e2f = N \cdot S \cdot \frac{1}{2} \cdot M_s \cdot \operatorname{sen}2\omega t \cdot \left[v_{\parallel}^{0} \cdot \operatorname{sen}^2\psi_{\parallel máx} + v_{\perp}^{0} \cdot \operatorname{sen}^2\psi_{\perp máx} \right] \tag{1.38}$$

onde temos:

$$\operatorname{sen}\psi_{\parallel máx} = \frac{H_{\perp máx}}{H_{\parallel} + \frac{3\cdot\lambda_s}{M_s}(\sigma + \bar{\sigma}_c) + \frac{M_s}{\mu_0}(N_\perp - N_{\parallel})}$$

$$\operatorname{sen}\psi_{\perp máx} = \frac{H_{\perp máx}}{H_{\parallel} + \frac{3\cdot\lambda_s}{M_s}(\sigma + \bar{\sigma}_t) + \frac{M_s}{\mu_0}(N_\perp - N_{\parallel})} \qquad (1.39)$$

Podemos fazer algumas simplificações em (1.38), usando as expressões (1.26), (1.11) e definindo os campos de anisotropia magnetoelástica H_c e H_t:

$$H_c = \frac{3}{2}\cdot\frac{\lambda_s\cdot(\bar{\sigma}_c + \sigma)}{M_s}$$

$$H_t = \frac{3}{2}\cdot\frac{\lambda_s\cdot(\bar{\sigma}_t + \sigma)}{M_s} \qquad (1.40)$$

de forma que a amplitude e2f pode ser escrita então:

$$e2f = N\cdot S\cdot\frac{1}{2}\cdot M_s\cdot\omega\cdot H^2_{\perp máx}\cdot$$

$$\cdot\left[\frac{mr(0).(H_{\parallel} + H_t + H_s)^2 + (1 - mr(0)).(H_{\parallel} + H_c + H_s)^2}{(H_{\parallel} + H_c + H_s)^2 \;.\; (H_{\parallel} + H_t + H_s)^2}\right] \qquad (1.41)$$

e de forma que o inverso $1/\sqrt{e2f}$ pode ser escrito, então:

$$\frac{1}{\sqrt{e2f}} = \frac{1}{\sqrt{N \cdot S \cdot \frac{1}{2} \cdot M_s \cdot \omega}} \cdot \frac{1}{H_{1\,máx}} \cdot$$

$$\cdot \left[\frac{(H_{\prime\prime} + H_c + H_s)^2 \cdot (H_{\prime\prime} + H_t + H_s)^2}{mr(0) \cdot (H_{\prime\prime} + H_t + H_s)^2 + (1 - mr(0)) \cdot (H_{\prime\prime} + H_c + H_s)^2} \right]^{1/2}$$

(1.42)

Os dados experimentais obtidos para e2f em função do campo longitudinal aplicado $H_{\prime\prime}$ ajustam-se melhor a esta expressão corrigida (1.42) do que a expressão original (1.30). Observamos que, além de explicar melhor os resultados experimentais, a inclusão dos termos de contribuição dados pelas tensões internas possibilitam que os processos de relaxação térmica destas tensões sejam acompanhados.

Por outro lado, com estas modificações na teoria, a maneira de determinação de λ_s não muda. Para cada variação em H_k, quando a fita é tracionada, modula-se a amplitude do sinal e2f através de um incremento ou decremento em $H_{\prime\prime}$ da mesma forma que em (1.31). Portanto, a magnetostricção continua sendo calculada através de um ajuste de acordo com a expressão (1.32).

CAPÍTULO II - Técnicas Experimentais

O interesse em materiais desordenados no IFUSP data de 1980, quando supercondutores amorfos fabricados no Caltech (EUA) foram aqui estudados. A partir de 1983, foram iniciadas as atividades de um grupo na área de magnetismo em amorfos, produzidos por resfriamento rápido. Quando este trabalho foi iniciado, o grupo dispunha de uma série de equipamentos para a fabricação e a caracterização magnética dos materiais amorfos. Haviam sido construídos um forno de arco voltáico para preparar amostras cristalinas e um "melt-spinner" para a produção das fitas amorfas. Em 1984, foram construídos um traçador de curvas de histerese e também um forno, que acoplado a um magnetômetro de amostra vibrante, possibilita a determinação da temperatura de Curie pelo efeito "kink"[24]. Entretanto, uma parte da caracterização magnética das amostras produzidas, como a determinação da magnetostricção λ_s e o estudo das anisotropias, ficou limitada aos materiais com $\lambda_s < 0$. Em nosso projeto de pesquisa, enfatizou-se a necessidade de não somente usarmos as facilidades já existentes, mas também estendermos a caracterização para os materiais com $\lambda_s > 0$, o que foi feito através da construção de equipamento para medir λ_s independentemente do sinal.

Deste modo, durante o desenvolvimento deste trabalho, uma série de atividades experimentais foram realizadas. Optamos por dividir a apresentação de uma forma que se mantenha a cronologia das atividades e, consequentemente, a sequência dos resultados obtidos.

II.1 - FABRICAÇÃO DAS AMOSTRAS

Preparamos uma série de amostras do sistema Co-Fe por fusão em um forno de arco voltáico. Os parâmetros de fabricação de cada amostra são dados na Tabela I. A atmosfera de trabalho no forno é inerte (Argônio) e as amostras são produzidas a partir de componentes com alto grau de pureza. Desta forma garante-se a composição das amostras produzidas. O controle da composição de cada liga fabricada é feito em termos da perda de massa durante a fusão. Dentre as amostras produzidas, apenas aquelas onde esta perda foi inferior a 0,5% foram usadas para produzir as fitas amorfas.

O processo de fabricação das fitas amorfas emprega um "melt-spinner". Este equipamento é formado por uma roda de cobre que gira em altas velocidades (ϕ~300mm, $\omega_{máx}$~2500 rpm), um cadinho de quartzo com um pequeno orifício na extremidade inferior e um sistema controlador do fluxo de um gás inerte (Nitrogênio ou Argônio). A técnica de produção consiste em primeiro fundir, no cadinho, a amostra que se pretende

COMPOSIÇÃO	CÓDIGO	Mi(g)	Mf(g)	Δm(g)	Var.(%)
$Co_{75}Si_5B_{20}$	CB01	1.84889	1.84587	0.00302	0.16
$Co_{75}Si_{20}B_5$	CS01	2.22906	2.22760	0.00146	0.06
$Co_{73}Fe_2Si_{1.5}B_{10}$	CF04	1.64639	1.64400	0.00239	0.14
$Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$	CF05	2.27638	2.27500	0.00138	0.06
$Co_{70.4}Fe_{4.6}Si_{15}B_{10}$	CF01	2.69694	2.68565	0.01129	0.42
$Co_{70.4}Fe_{4.6}Si_{15}B_{10}$	CF02	4.99803	4.97221	0.02582	0.52
$Co_{70.4}Fe_{4.6}Si_{15}B_{10}$	CF03	3.60926	3.56591	0.04335	1.21
$Co_{69}Fe_6Si_{15}B_{10}$	CF06	1.67464	1.66989	0.00475	0.28

Tabela I - Parâmetros de Preparação de amostras no forno de Arco.

"amorfizar", usando para isto um forno de indução (2 MHz, 2500 W). Este processo de fundição deve ser controlado. Desenvolvemos então um controle da temperatura para o sistema, usando um par termoelétrico do tipo R (Pt-Pt13%Rh), que fica em contato com a amostra dentro do cadinho. Quando a amostra atinge aproximadamente 300°C acima da sua temperatura de fusão, aplica-se através de uma válvula solenóide um jato intenso de gás. O metal líquido é então expulso do cadinho de encontro a roda de cobre, formando assim, por resfriamento rápido, uma fita bastante delgada (~10-30 μm) do material na fase amorfa. Na Figura II, mostramos um esquema simplificado do "melt-spinner".

A taxa de resfriamento do material depende da velocidade da roda, da distância de contato desta com a fita e da diferença entre a temperatura ambiente e a temperatura de eje-

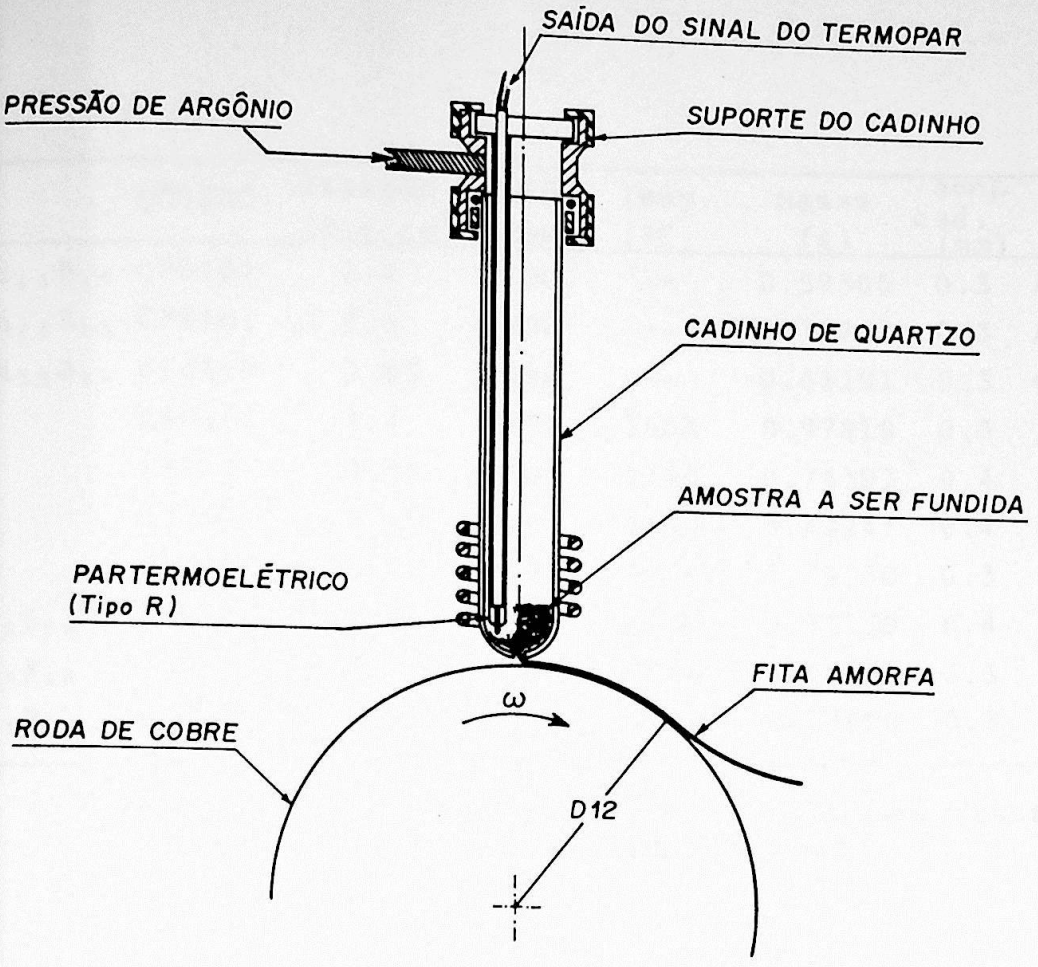


Figura II - Esquema do "melt-spinner".

ção da fita. Em regime normal de trabalho, atinge-se taxas de resfriamento da ordem de 10^5- 10^6K/s que são suficientes para garantir a não recristalização da amostra durante o processo. Os parâmetros de fabricação e as características das fitas amorfas produzidas estão apresentadas na Tabela II.

O caráter amorfo das fitas produzidas foi verificado através de espectros de raios-X. Na figura III, temos um espectro característico de um material amorfo. A ausência dos picos de Bragg e a largura grande a meia altura para o único "pico" presente indicam o alto grau de desordem nesta fita. Os espectros foram obtidos no difratômetro de raios-X RIGAKU do laboratório de petrologia do IPT pelo Sr. Paulo E. Mori.

OSIÇÃO	CÓDIGO	Pressão (Kgf/cm²)	Veloc. (rpm)	Temp. (°C)	massa (g)	ϕorif. cad. (mm)	Carac.	Comp. fita(m)
$_{.4}Fe_{4,6}Si_{15}B_{10}$	CF0101	0.4	2400	--	0.59366	0.3	Amorfa	1.0
$_{.4}Fe_{4,6}Si_{15}B_{10}$	CF0102	0.4	1900	--	0.75727	0.3	Amorfa	1.5
$_{.4}Fe_{4,6}Si_{15}B_{10}$	CF0106	0.45	1900	--	0.63191	0.3	Crist.	ped.
Si_5B_{20}	CB0101	0.4	2300	1600	0.97819	0.3	Amorfa	1.0
Si_5B_{20}	CB0102	0.35	2300	1150	0.74197	0.4	Amorfa	6.5
$Si_{20}B_5$	CS0101	0.45	2300	1100	0.40247	0.4	Crist.	3.0
$Si_{20}B_5$	CS0102	0.45	2100	1200	0.71250	0.3	Crist.	ped.
$Fe_2Si_{15}B_{10}$	CF0401	0.40	2300	1290	0.35759	0.4	Amorfa	2.0
$Fe_4Si_{15}B_{10}$	CF0501	0.40	2200	1240	0.60161	0.3	Amorfa	4.5
$Fe_6Si_{15}B_{10}$	CF0601	0.40	2100	1270	0.73690	0.3	Amorfa	6.0

Tabela II - Parâmetros de fabricação das fitas amorfas no "melt-spinner

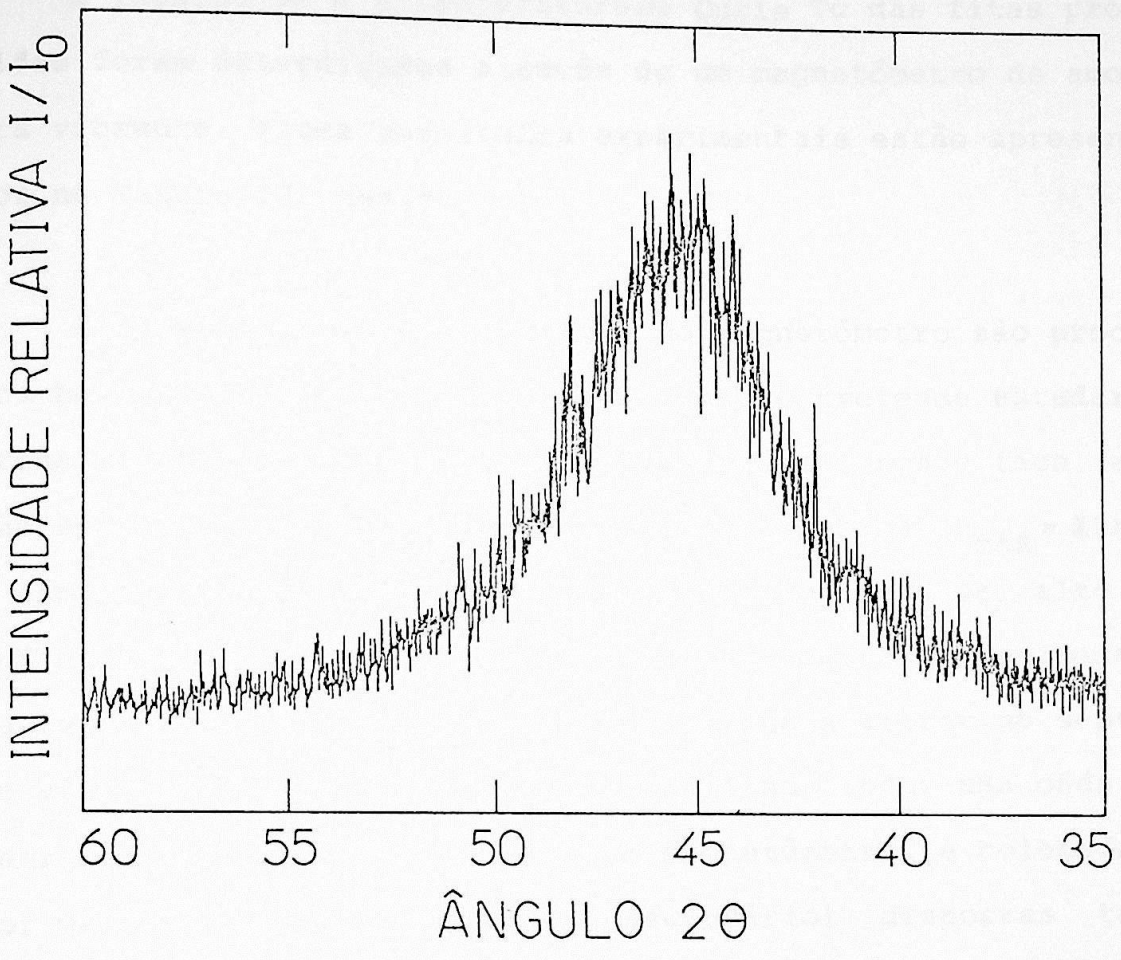


Figura III - Espectro de difração de raios-X para uma amostra amorfa.

II.B - DETERMINAÇÃO DE Bs e Tc

A indução Bs e a temperatura de Curie Tc das fitas produzidas foram determinadas através de um magnetômetro de amostra vibrante. Estes resultados experimentais estão apresentados na Tabela III abaixo.

O funcionamento e a operação do magnetômetro são processos bastante conhecidos. A amostra que se pretende estudar é presa na extremidade inferior de uma haste longa e fica então no centro das peças polares de um eletroímã ($H_{máx}$ = 20KOe). O campo magnético aplicado H pelo eletroímã deve ser alto o suficiente para saturar a amostra. Em sua outra extremidade a haste é presa em um oscilador que a força a vibrar no sentido vertical. Um dipolo magnético oscilando induz uma onda eletromagnética que, no caso de um magnetômetro, é coletada por um par de bobinas sensoras (secundário) dispostas também entre as suas peças polares. Este sinal é proporcional à massa e à magnetização da amostra. A calibração do magnetômetro é feita usando um sinal produzido por um material magnético padrão (Ni). Desta comparação, determina-se o momento magnético específico σs da amostra.

A conversão do momento magnético específico σ_s(emu/g), para indução Bs (Tesla) depende do valor da densidade volumétrica da amostra. Para calcular a densidade de todas as amostras produzidas, fizemos um ajuste linear entre os valores fornecidos por Kazama[25] para $Co_{75}Si_{15}B_{10}$ e por Fujimori

COMPOSIÇÃO	CÓDIGO	Dens. (g/cm³)	Bs(T)	Tc(°C)	Tf(°C)	Tx1 (°C)	Tx2 (°C)	σs (emu/g)
$Co_{70.4}Fe_{4.6}Si_{15}B_{10}$	CF0101	8.00	0.87	--	1025	475	546	82.8
$Co_{70.4}Fe_{4.6}Si_{15}B_{10}$	CF0102	8.00	0.86	387	--	--	--	83.0
$Co_{75}Si_5B_{20}$	CB0102	8.46	0.84	448	--	486	543	78.8
$Co_{75}Si_{20}B_5$	CS0101	8.46	0.72	--	--	--	547	68.1
$Co_{75}Si_{15}B_{10}$	CO0302	8.46	0.74	332	1055	512	545	69.3
$Co_{73}Fe_2Si_{15}B_{10}$	CF0401	8.25	0.84	357	--	506	550	81.0
$Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$	CF0501	8.07	0.87	370	--	506	540	85.4
$Co_{69}Fe_6Si_{15}B_{10}$	CF0601	7.91	0.88	385	--	506	543	89.1

Tabela III - Propriedades físicas dos materiais estudados.

et al.[26] para $Co_{70.4}Fe_{4.6}Si_{15}B_{10}$. Existe uma boa concordância entre os resultados para Bs que obtivemos e aqueles da literatura[21, 25, 26, 27].

Na figura IV, mostramos uma curva de magnetização (B x H) para a amostra de composição $Co_{69}Fe_6Si_{15}B_{10}$, que foi obtida no magnetômetro. Para esta amostra encontramos Bs = 0,87 T.

Para a determinação da temperatura de Curie Tc utiliza-se o efeito "kink"[24]. Aplica-se um campo magnético baixo na amostra de modo que $M \sim M_{sat.}/10$ e através de um pequeno forno disposto axialmente à haste do magnetômetro, aquecemos gradualmente a amostra ($T_{máx} \sim 550°C$). Durante o aquecimento medimos o nível de magnetização que, em baixos campos, varia pouco com a temperatura. Na temperatura de Curie Tc, ocorre

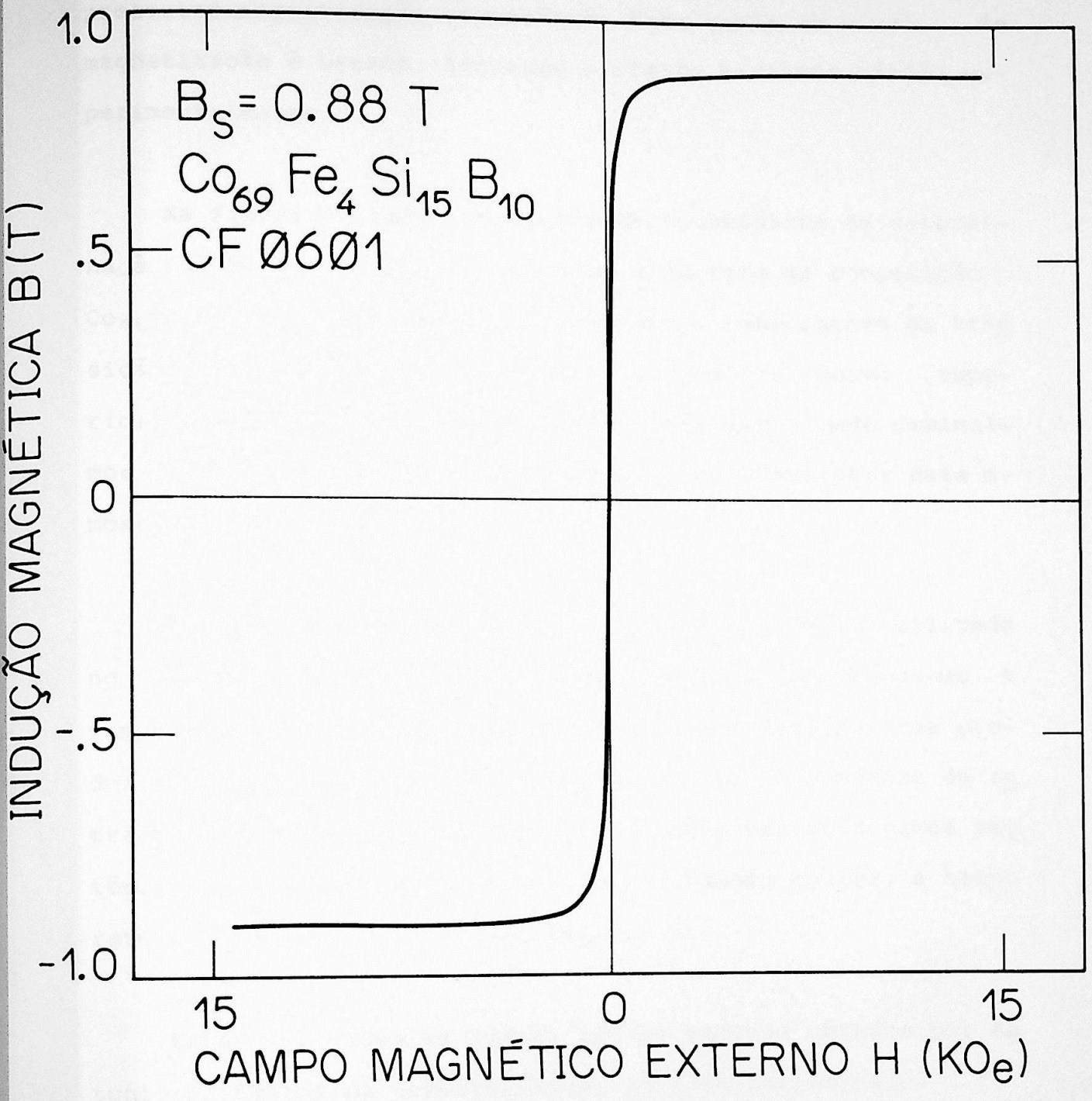


Figura IV - Curva de magnetização obtida no magnetômetro de amostra vibrante.

a transição ferro-paramagnética e o material passa a não apresentar magnetização espontânea. Esta queda no nível de magnetização é brusca, tornando o efeito bastante nítido experimentalmente.

Na figura V, temos uma curva característica da determinação de Tc por efeito "kink" para a amostra de composição $Co_{69}Fe_6Si_{15}B_{10}$. Percebe-se nitidamente a temperatura da transição, tanto durante o aquecimento da amostra (curva superio), quanto no resfriamento (curva inferior, onde diminuímos ainda mais o campo). Encontramos Tc = 385°C para esta amostra.

Através de análise térmica diferencial (DTA), realizada no laboratório de análises químicas do IPT, determinou-se a temperatura de cristalização Tx de algumas das amostras produzidas. Como pode ser visto na Tabela III, o processo de recristalização dos amorfos é caracterizado por dois picos exotérmicos. Além disto foi determinado, também no IPT, a temperatura de fusão da liga $Co_{70.4}Fe_{4.6}Si_{15}B_{10}$.

Estão incluídos na Tabela III os valores obtidos por Antonio D. Santos na Caracterização da liga $Co_{75}Si_{15}B_{10}$.

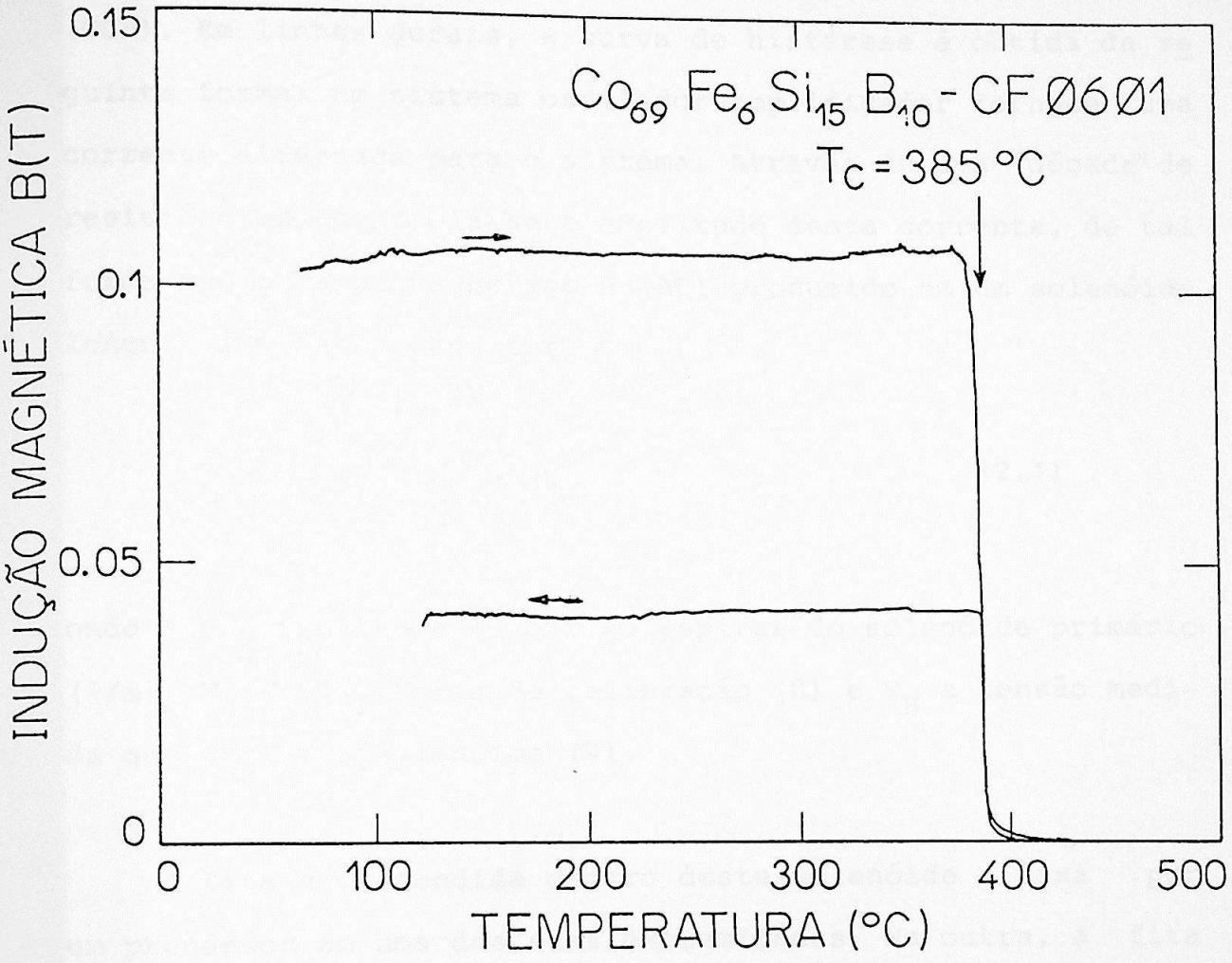


Figura V - Curva de determinação da temperatura de Curie por efeito "kink".

II.D - TRAÇADOR DE CURVAS DE HISTERESE

A caracterização magnética das fitas teve prosseguimento através de medidas em um traçador de curvas de histerese (TCH). Em linhas gerais, a curva de histerese é obtida da seguinte forma: um sistema oscilador-amplificador fornece uma corrente alternada para o sistema. Através de uma "década" de resistências, controla-se a amplitude desta corrente, de tal forma que o campo magnético H (AC) produzido em um solenóide longo (~220 mm) é dado por:

$$H = n.I = \frac{n.V_H}{R} \qquad (2.1)$$

onde n é a densidade linear de espiras do solenóide primário (1/m), R a resistência de calibração (Ω) e V_H a tensão medida que excita o solenóide (V).

A fita é distendida dentro deste solenóide e fixa por um prendedor em uma das suas extremidades. Na outra, a fita é presa de forma a podermos tracioná-las através de massas calibradas.

Usando um enrolamento secundário (pick-up) com 10^4 espiras, concêntrico ao primário, coletamos um sinal (onda eletro magnética), induzido pela magnetização da amostra. Este sinal é integrado e amplificado de maneira que podemos calcular facilmente a indução magnética B da forma:

$$B = \frac{G \cdot V_B}{N \cdot A} \qquad (2.2)$$

onde G é o inverso do ganho do integrador (1.3×10^{-3} 1/s), N o número de espiras do secundário (10^4), A a área da seção reta da amostra (m^2) e V_B a tensão medida na saída do integrador.

Existe ainda no equipamento uma compensação ao campo magnético da terra e um subtrator para corrigir a indução diamagnética do ar no solenóide. A curva de histerese de um material é gerada injetando os dois sinais (de oscilação do solenóide e o da saída do integrador) num osciloscópio. Através de um sistema de retenção e amostragem e um gerador de atrasos podemos transferir a curva para um registrador XY. Outras características importantes do equipamento são:

1) Frequência de operação do oscilador: 0.01 Hz - 1 Hz triangular e 1 Hz - 10 KHz senoidal. Contudo a maior parte das medidas foi feita a 10 Hz.

2) Resistências: 0.72 Ω - 40.02 Ω, de forma que podemos excitar o solenóide com campos entre 51 A/m e 2771 A/m.

Os pontos importantes da curva de histerese, a saturação Bs, a remanência Br e a coercividade Hc são determinados através das leituras das tensões $V_{Bmáx}$, V_{Br} e V_H, medidos no osciloscópio. A determinação de B de acordo com a expressão (2.2) implica a determinação da área A. A forma usual de de-

terminação da área implica em medir a espessura com um micrômetro (+/- 0.005 mm) e a largura com um paquímetro (+/- 0.05 mm). Entretanto, caso a fita tenha muitas rebarbas, a incerteza na medida da espessura torna-se muito grande. Para contornar este problema, determinamos uma área média da fita conhecendo a sua densidade volumétrica, sua massa e o seu comprimento. A indução de saturação Bs obtida com os valores da área determinada desta forma concordam bastante bem com os resultados obtidos no magnetômetro e também com aqueles obtidos através de um fluxímetro, no departamento de metalurgia do IPT[6]. Uma maneira de simplificar esta determinação da área é usar a expressão (2.2), o valor de saturação $V_{Bmáx}$ no osciloscópio e o valor de Bs obtido no magnetômetro. Nas amostras estudadas, obtemos os seguintes valores médios:

CF0101	6.60×10^{-9} m²
CF0501	1.17×10^{-8} m²
CF0401	7.97×10^{-9} m²
CB0102	1.18×10^{-8} m²
CO0302	1.88×10^{-8} m²
CF0102	1.18×10^{-8} m²

As massas usadas para tracionar as fitas têm entre 0 e 600 gramas, de forma que os valores determinados para as tensões mecânicas aplicadas σ ficam entre 0 e 500 MPa.

Durante o processo de medida, mantemos a fita em uma posição fixa em relação ao secundário, de maneira a garantir que as flutuações na área, e consequentemente, na indução B

sejam minimizadas (<2%). É importante frisar que esta sistemática foi tomada porque, na época, o controle dimensional das fitas produzidas pelo "melt-spinner" não era bom.

A remanência Br é, por sua vez, determinada pela relação:

$$Br = \frac{B_s \cdot V_{Bmáx}}{V_{Br}} \qquad (2.3)$$

Como já dissemos anteriormente (seção I.B), os parâmetros que caracterizam os amorfos magnéticos segundo o modelo de Vázquez *et al.*[7], são obtidos das grandezas determinadas pela curva de histerese, ajustadas em função de tensões mecânicas aplicadas.

O inverso da susceptibilidade inicial $\chi_i^{-1}(\sigma)$ e a energia de anisotropia efetiva Keff(σ) são determinados a partir da curva de magnetização virgem. Geramos esta curva de uma série de curvas de histerese, obtidas variando o valor máximo do campo aplicado (51 A/m < H < 2771 A/m). Os pontos que formam a curva virgem são obtidos tomando-se como coordenadas o valor do campo aplicado e o maior valor de indução magnética. Apresentamos na figura VI uma série de curvas virgentes para várias tensões mecânicas σ para a amostra $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$. A susceptibilidade $\chi_i(\sigma)$ é obtida de acordo com a expressão (1.15) na região linear de cada curva virgem (baixos campos). Por sua vez a energia de anisotropia Keff(σ) é obtida pela

expressão (1.9), ou seja, pela integração da área entre a curva de magnetização, o eixo das coordenadas e a reta de saturação. Usamos um planímetro para, a partir da figura VI, fazer esta integração. A incerteza na anisotropia determinada por este método é de ~5%.

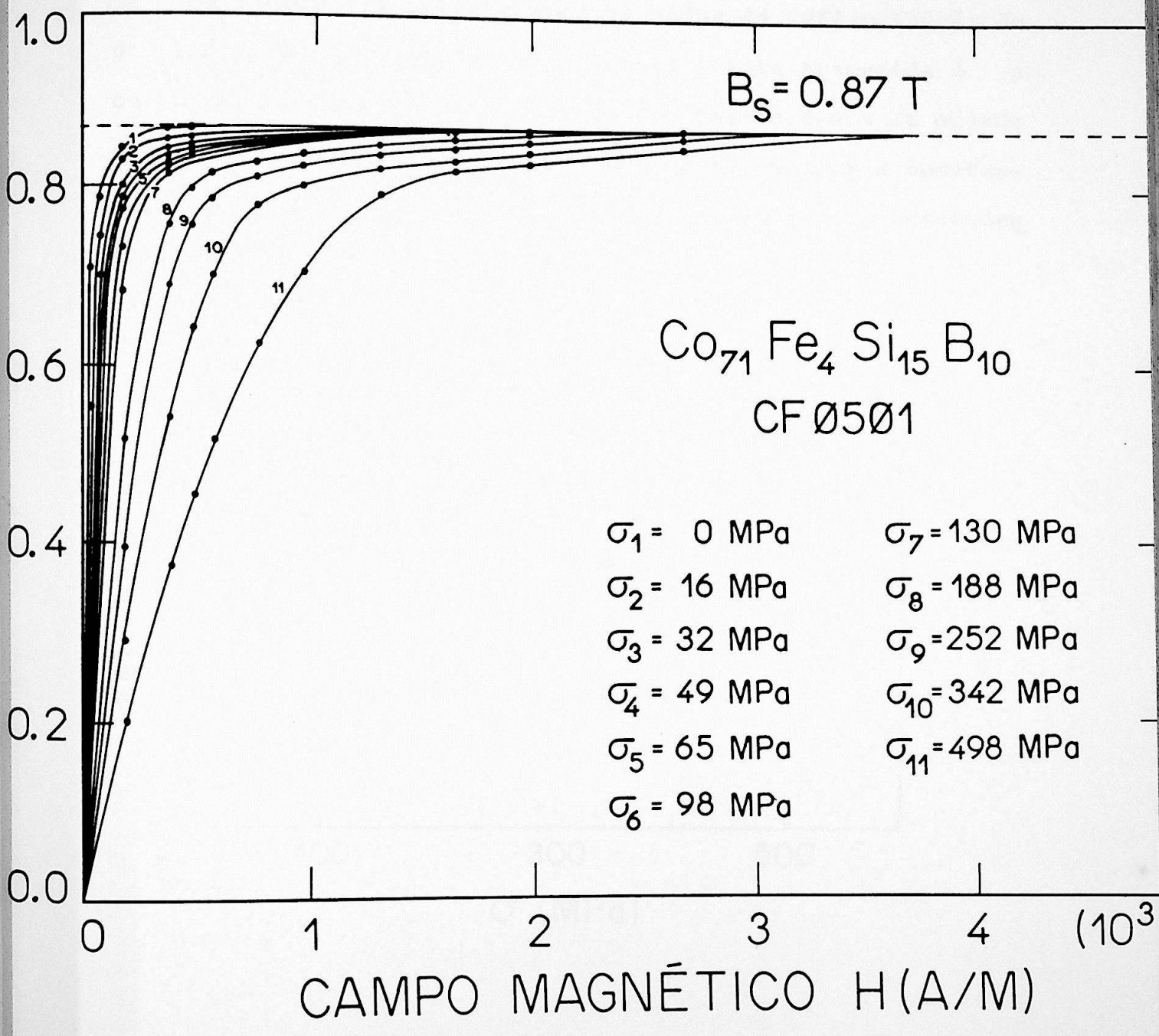


Figura VI - Curvas de magnetização virgem obtidas em função de tensões mecânicas aplicadas. B(T) vs. H(A/m)

O campo coercivo $Hc(\sigma)$ e a remanência reduzida $m_r(\sigma) = Br(\sigma)/Bs$ são obtidos diretamente das curvas de histerese a partir de tensões V_{Hc}, V_{Br} e V_{Bs} medidas no osciloscópio. Estes dados são tomados com frequência f = 0.3 Hz.

Na figura VII apresentamos os dados de Keff em função de σ obtidos para a liga $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$. A reta tracejada é a curva característica dada pelo ajuste destes dados de acordo com a expressão (1.14). Deste ajuste determinamos a constante de magnetostricção λ_s e o termo de anisotropia independente da tensão K_o.

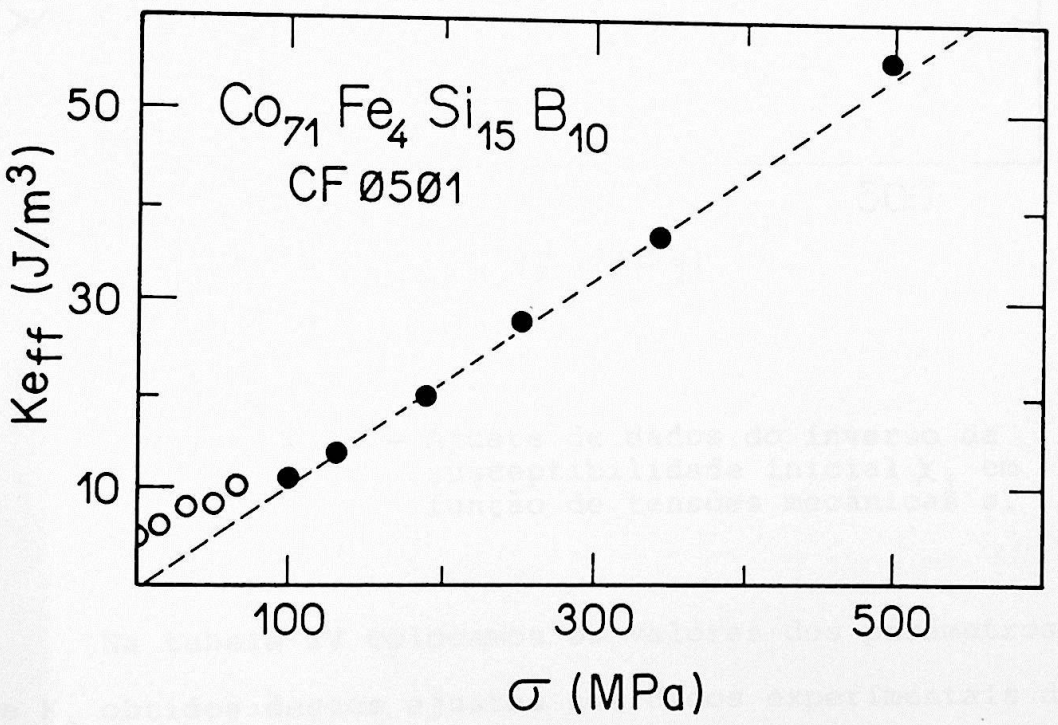


Figura VII - Ajuste de dados de energia de anisotropia efetiva Keff em função de tensões mecânicas aplicadas σ.

Os dados de χ_i em função de σ para a amostra $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$ são mostrados na figura VIII. A curva tracejada representa o ajuste destes dados de acordo com a expressão (1.21). Obtemos deste ajuste o valor da constante de magnetostricção λ_s e o das tensões compressivas médias $\bar{\sigma}_c$.

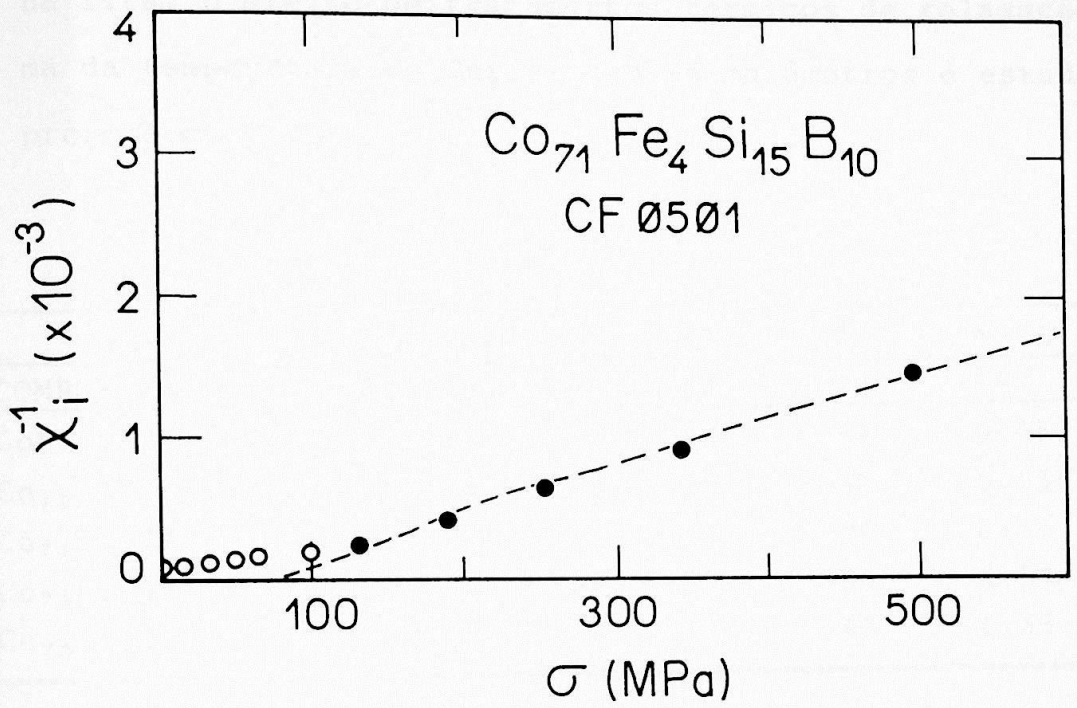


Figura VIII - Ajuste de dados do inverso da susceptibilidade inicial χ_i em função de tensões mecânicas σ.

Na tabela IV colocamos os valores dos parâmetros λ_s, $\bar{\sigma}_c$ e K_o obtidos destes ajustes aos dados experimentais de χ_i e Keff para as amostras CB0102, CF0101, CF0302, CF0401 e CF0501. Apresentamos aí também as medidas da energia de anisotropia efetiva para a fita não tensionada Keff(0) e a remanência reduzida para a fita não tensionada $m_r(0)$. A magnetostricção λ_s é deslocada para valores positivos com a inclusão de porcen-

tagens maiores de Fe numa liga de sistema CoFe. Existe uma concordância boa entre os valores para λ_s obtidos de Keff(σ) e $\chi_i^{-1}(\sigma)$ [8]. A indeterminação na medida de λ_s para a liga $Co_{70.4}Fe_{4.6}Si_{15}B_{10}$ indica que esta técnica de medida torna-se limitada na região de baixos valores de λ_s. Os valores para $\bar{\sigma}_c$ ajustados indicam o valor médio de tensões compressivas na fita. O efeito de tratamentos térmicos de relaxação (acima da temperatura de Curie) nestes parâmetros é estudado no próximo capítulo.

	λ_s (x 10^{-6})		K0	σc	$m_r(0)$	Keff
COMPOSIÇÃO	Keff×σ	χ_i×σ	(J/m^3)	(MPa)	-	(J/m^3)
$Co_{75}Si_5B_{20}$	-3.30	-2.80	30	-44	0.45	118
$Co_{70.4}Fe_{4.6}Si_{15}B_{10}$	<0.01	--	75	--	0.63	75
$Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$	-0.63	-0.64	-4	-90	0.61	38
$Co_{73}Fe_2Si_{15}B_{10}$	-1.70	-1.50	37	-88	0.54	107
$Co_{75}Si_{15}B_{10}$	-2.90	-3.00	27	-43	0.33	99

Tabela IV - Parâmetros do modelo de Vázques *et al.* para as amostras estudadas.

II.D - SISTEMA DE MEDIDA DE λs.

Construímos um sistema para medir a magnetostricção λ_s, que usa a técnica de rotação da magnetização por pequenos ângulos (SAMR), proposto por Narita *et al.* [10]. Na figura IX, temos o diagrama de blocos do sistema. Em uma bobina é gerado um campo DC longitudinal $H_{\parallel}$ para saturar uma amostra. Em

uma outra bobina, transversal à primeira, é gerado um campo AC $H_{\perp}$ de pequena intensidade no plano da fita. Nesta configuração, a magnetização da amostra Ms é rodada por um pequeno ângulo θ em relação ao eixo longitudinal da fita (Figura I). Através de um pick-up (bobina sensora), captamos um sinal induzido pela magnetização.

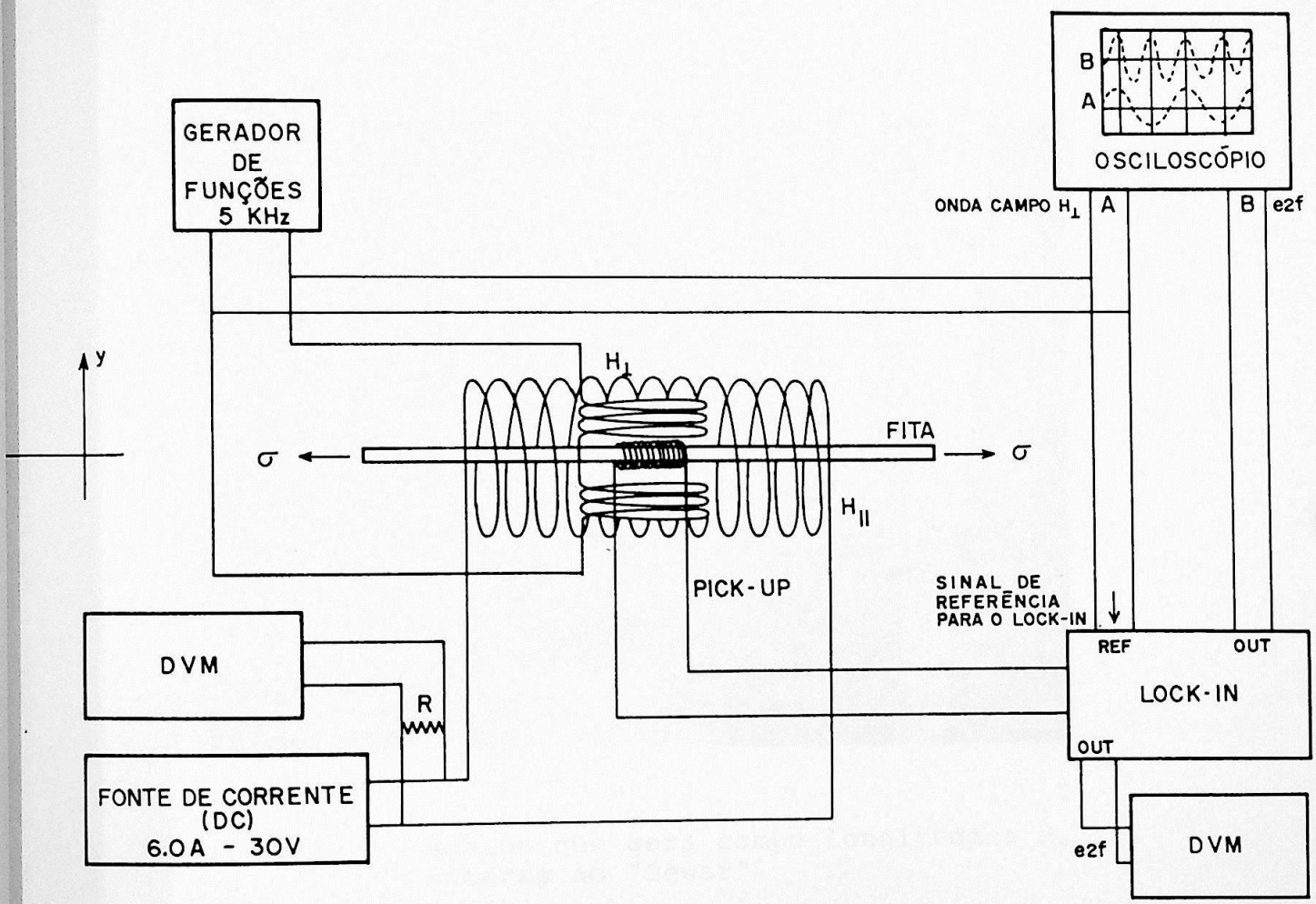


Figura IX - Diagrama de blocos do sistema de medida de λ_s por rotação da magnetização por pequenos ângulos - SAMR.

As características de construção da bobina $H_{\parallel}$ são:

ϕ fio = 2.160 mm (AWG 12 esmaltado)

$I_{máx}$ = 4.0 A

Nº de camadas = 19 + 3 de compensação

Nº de espiras = 139

Comprimento total do fio = ~970 m

Resistência do fio (medida) R = 5.13 Ω

Geometria = ϕ 155 x 300 mm

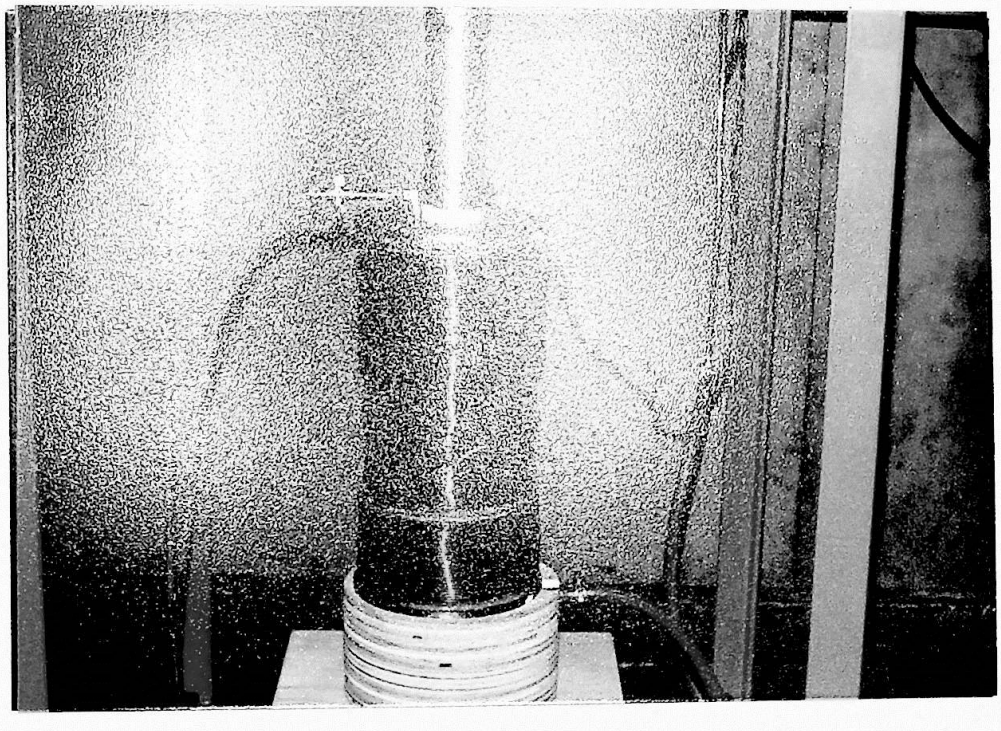


Foto 1 - Bobina que gera campo longitudina $H_{\parallel}$ externa ao "Dewar".

Este enrolamento foi projetado para produzir campos de até 36 KA/m (~450 Oe). A potência dissipada por esta bobina é relativamente alta (122 W). Construímos então o carretel que sustenta a bobina, com uma câmara de refrigeração, ou seja, ela é formada por dois tubos concêntricos de latão, de

maneira a termos uma câmara oca por onde se força um fluxo constante de água. Na figura X, damos um "croquis" deste enrolamento.

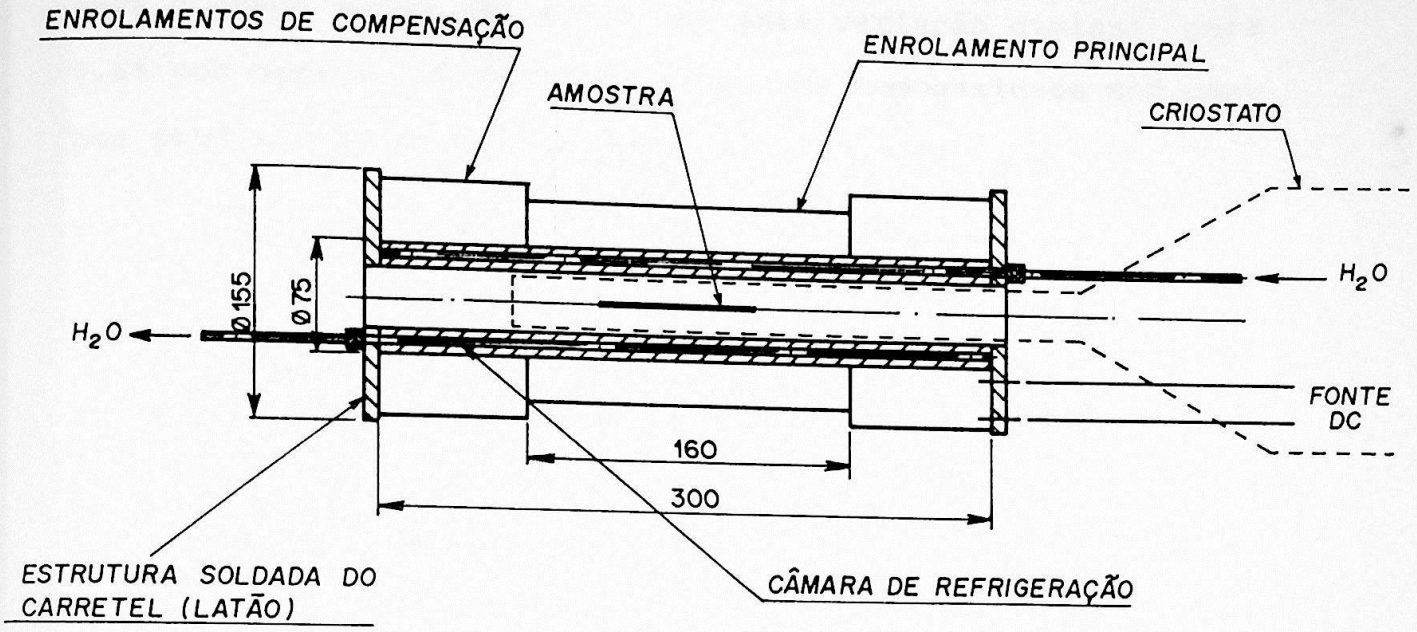


Figura X - Esquema do carretel refrigerado à água, onde foi enrolada a bobina $H_{\perp}$.

A bobina tem em suas duas extremidades três camadas de compensação que aumentam a homogeneidade do campo produzido. Através de um cálculo, na aproximação por um solenóide infinito, construímos a figura XI, onde temos o perfil calculado para o campo $H_{\perp}$ gerado, nas duas versões: com as camadas de compensação (a) e sem estas camadas (b). Observamos que, com estas camadas de compensação, poderíamos garantir uma região de trabalho de 130 mm, onde a variação máxima do campo fosse 0.5%. Para confirmar este cálculo, fizemos um mapeamento do campo usando um Gaussmeter (Dowty RFL Inc. - model 912, probe 7234 axial). Na figura XII, temos o mapeamento do campo $H_{\perp}$

em função da posição do "Hallprobe" no eixo x do enrolamento, para dois valores de $H_{\parallel}$ (397 Oe e 111 Oe, 31.6 KA/m e 8.7 KA /m respectivamente). Para o campo $H_{\parallel}$ = 397 Oe medimos, nos 100 mm centrais do enrolamento, variações máximas de 1.0%; já para o campo menor, $H_{\parallel}$ = 110 Oe, esta variação diminui para 0.6% nos mesmos 100 mm. Este níveis de homogneidade dos campos produzidos são muito bons.

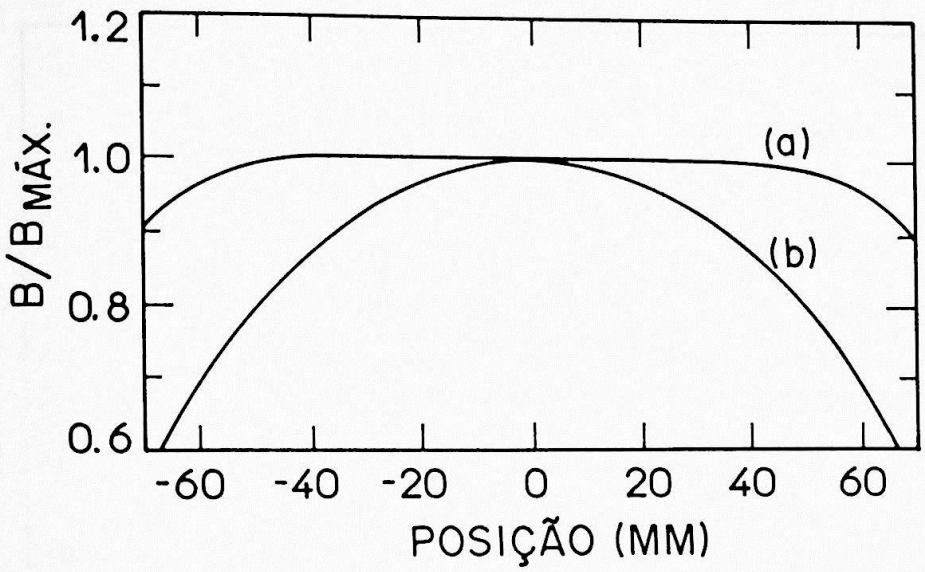


Figura XI - Perfil calculado do campo produzido pela bobina longitudinal $H_{\parallel}$.

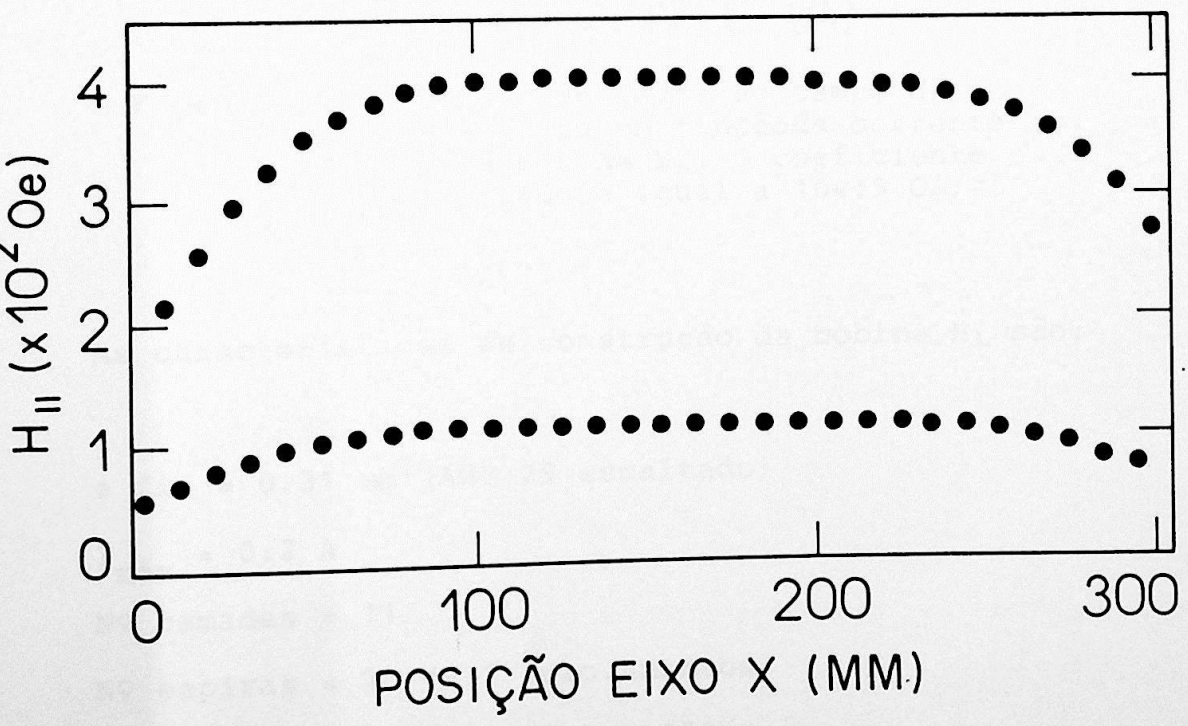


Figura XII Perfil medido para o campo produzido pela bobina $H_{\parallel}$.

A alimentação da bobina $H_{\parallel}$ é feita por uma fonte de corrente contínua (6 A, 30 V), construída no departamento. O cálculo da corrente que passa no enrolamento é feito a partir da medida da tensão em um "shunt" calibrado (R = 0.237 Ω). A constante da relação campo-corrente desta bobina é 104.5 Oe/A, obtida do ajuste dos dados de campo $H_{\parallel}$ em função da corrente mostrado na figura XIII.

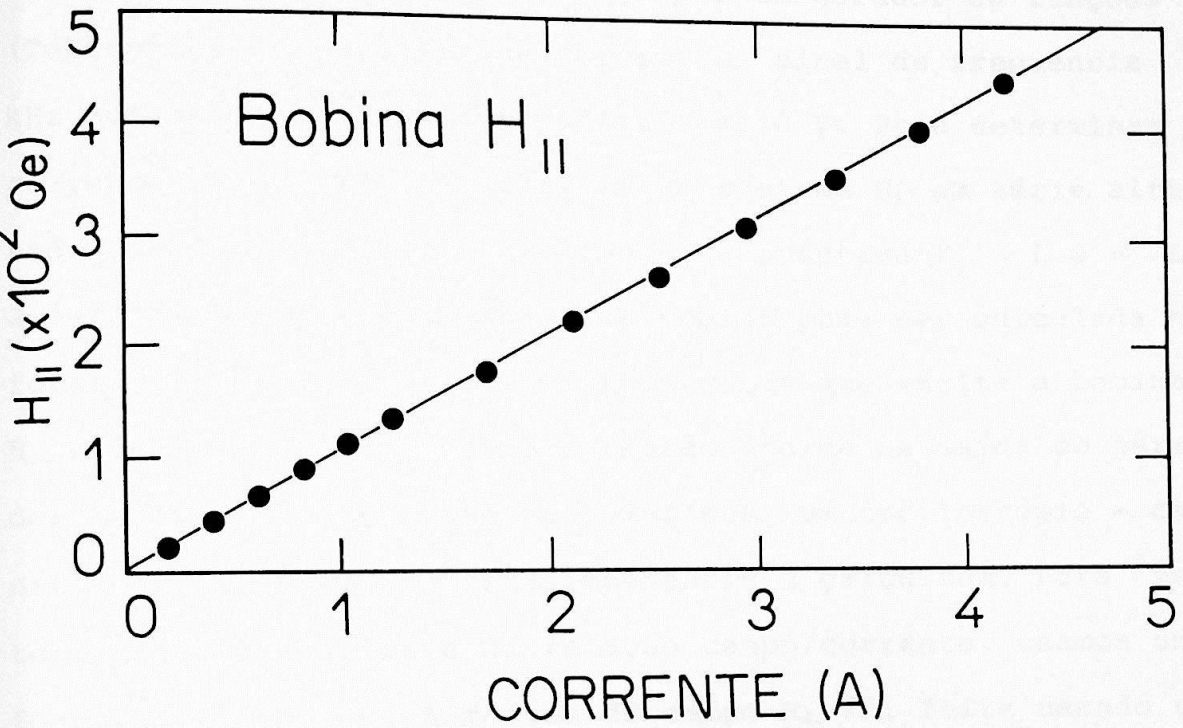


Figura XIII - Ajuste de dados de campo $H_{\parallel}$ produzido em funçãoda corrente para bobina $H_{\parallel}$. O coeficiente ajustado é igual a 104.5 Oe/A.

As características de construção da bobina $H_{\perp}$ são:

ϕ fio = 0.31 mm (AWG 29 esmaltado)

$I_{máx}$ = 0.2 A

Nº camadas = 11

Nº espiras = 20 (x 2 enrolamentos)

Comprimento total do fio = ~100 m

Resistência do fio (medida) $R = 29.02\ \Omega$

Indutância da bobina (medida) $L = 8.45 \times 10^{-3}$ H

Geometria = 2 x (10 x 100 x 10 mm) Tipo Helmholtz

Na figura XIV mostramos a bobina $H_{\perp}$, a ponta da haste que suporta a bobina, o prendedor inferior da fita (fixo) e o prendedor superior (móvel) e a bobina sensora (pick-up). A alimentação da bobina $H_{\perp}$ é feita por um gerador de funções (Tektronics - FG 501A) que fornece um sinal de frequência 5 kHz com amplitude variável entre 0 e 13 V. Para determinar a corrente que excita a bobina em um sistema RL em série alternado, temos que calcular a reatância indutiva $Z_{\ell} = L.\omega = L \cdot 2 \cdot \pi \cdot f$, a impedância Z para esta bobina pode ser calculada na forma $Z = \sqrt{R^2 + Z_{\ell}^2} = 267\ \Omega$. A corrente que excita a bobina $H_{\perp}$ é dada pela razão entre a tensão medida na saída do gerador de funções (em nosso caso medimos num osciloscópio - canal A da figura IX) e esta impedância Z calculada. Para determinar o coeficiente da relação campo/corrente, usamos uma fonte de tensão DC. A medida do campo $H_{\perp}$ foi feita usando um Gaussmeter (Dowty RFL Inc., model 912 - Probe 9698 Flat). Na figura XV, colocamos os dados de campo medidos em função da corrente aplicada, ajustando o coeficiente 100.6 Oe/A.

Verificamos a homogeneidade do campo gerado por esta bobina através de um mapeamento em função da posição ao longo do eixo longitudinal da haste (eixo x da figura XIV). Na figura XVI apresentamos este mapeamento em dois níveis de campo diferentes. Numa região de 40 mm do centro de enrolamento, a variação de campo não ultrapassa 0.8%. Assim nesta região,

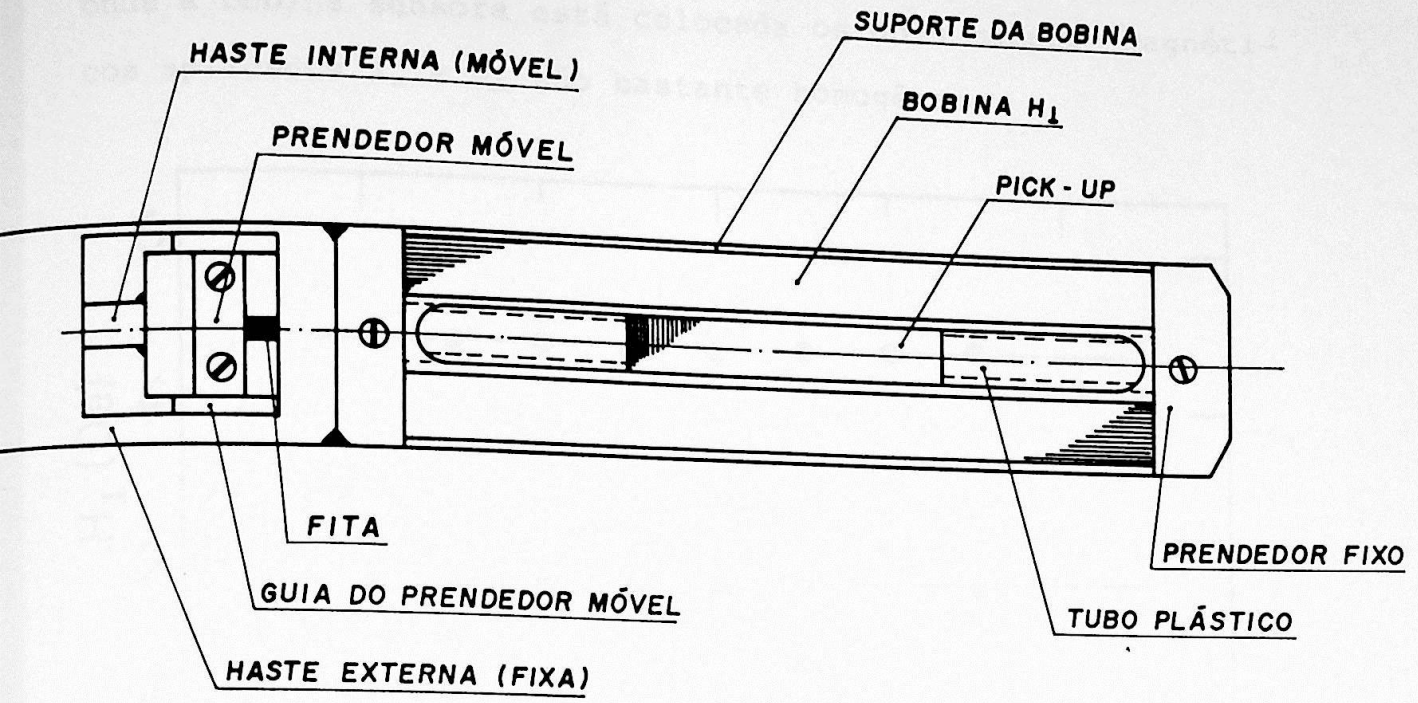


Figura XIV - Esquema demontagem das bobinas $H_{\perp}$ e sensora na haste fixa. Este conjunto é colocado dentro do "Dewar".

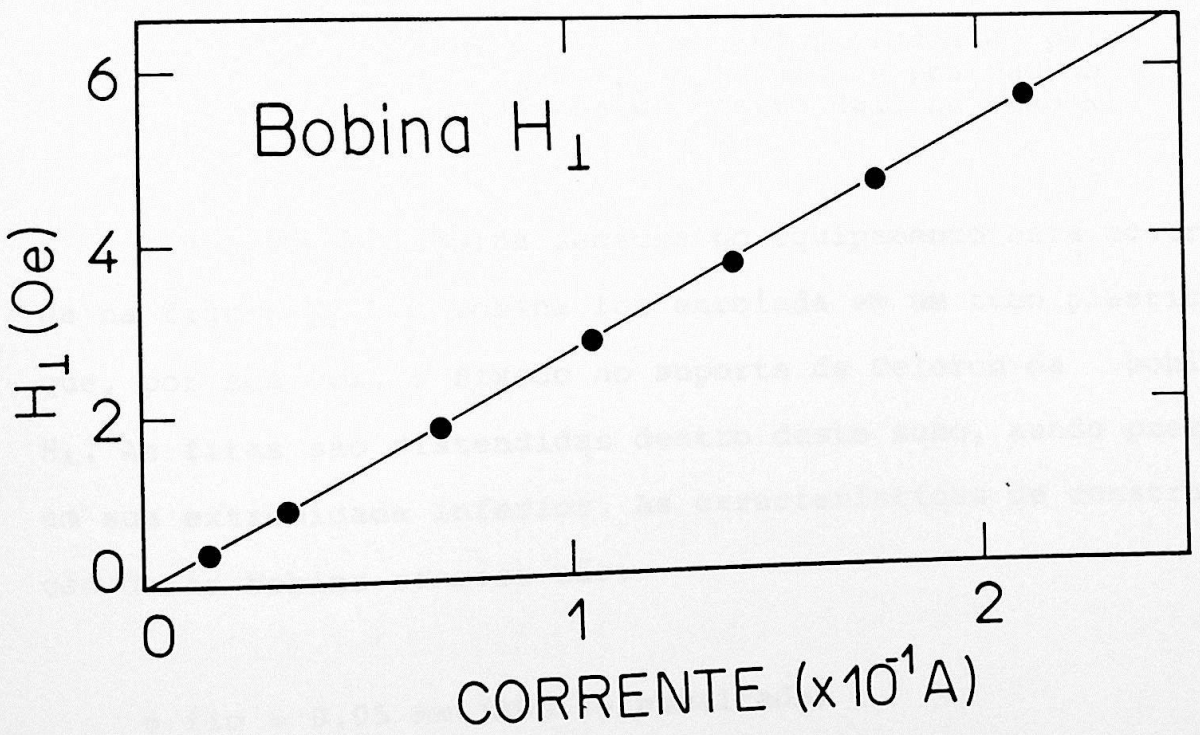


Figura XV - Ajuste de dados do campo H_1 produzido em função da corrente. O coeficiente ajustado é = 100.6 Oe/A.

onde a bobina sensora está colocada os dois campos magnéticos aplicados $H_{\parallel}$ e $H_{\perp}$ são bastante homogêneos.

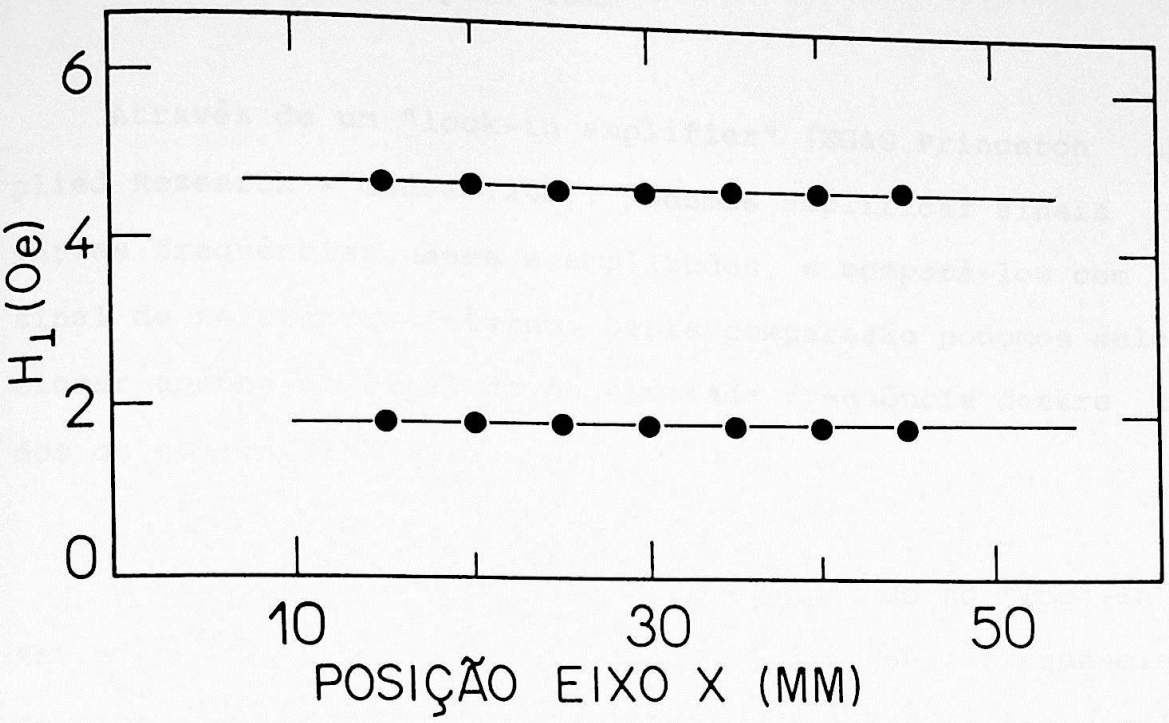


Figura XVI - Mapeamento do campo produzido pela bobina $H_{\perp}$ em função da posição da pastilha de efeito Hall no eixo x.

A posição da bobina sensora no equipamento está mostrada na figura XIV. A bobina foi enrolada em um tubo plástico, que, por sua vez, é fixado no suporte de Celeron da bobina $H_{\perp}$. As fitas são distendidas dentro deste tubo, sendo presas em sua extremidade inferior. As características de construção desta bobina sensora são:

ϕ fio = 0.05 mm (AWG 44 esmaltado)

Nº camadas = 13

Nº espiras = ~800

Resistência (medida) R = 1.9877 kΩ

Geometria = ϕint. = 6.35 mm

ϕext. = 8.00 mm

comp. = 40mm

Através de um "lock-in amplifier" (EG&G Princeton Applied Research - model 124A), podemos amplificar sinais de várias frequências, fases e amplitudes, e compará-los com um sinal de referência interno. Desta comparação podemos selecionar apenas um sinal de determinada frequência dentre todos os sinais de entrada.

O sinal coletado pelo pick-up é injetado no "lock-in". Entretanto, sabemos pela expressão (1.30) que a frequência do sinal que desejamos estudar possui o dobro da frequência de oscilação do campo AC $H_{\perp}$. Como no "lock-in" comparamos sinais de mesma frequência (aquela que se pretende destacar e a de referência), foi necessário fornecer uma referência externa ao aparelho. Usamos como referência o mesmo sinal que excita a bobina $H_{\perp}$ (5 kHz do gerador de funções). Obtemos, então, do "lock-in" o sinal de amplitude e2f amplificado e com nível de ruído minimizado. Este sinal também é enviado para um osciloscópio (canal B da figura IX), de forma que podemos acompanhar a variação de e2f com a aplicação de tensões ou compará-lo com o sinal do campo $H_{\perp}$ (canal A da figura IX). A medida precisa de amplitude e2f é feita em um DVM também acoplado ao "lock-in".

As bobinas $H_{\perp}$ e sensora e também o sistema que prende a fita foram montados em um criostato ("Dewar") conforme o

mostrado na figura XVII. usando uma haste móvel a fita é tracionada por um sistema de roldanas e massas calibradas. A bobina que gera o campo longitudinal $H_{\parallel}$ fica montada fora do criostato.

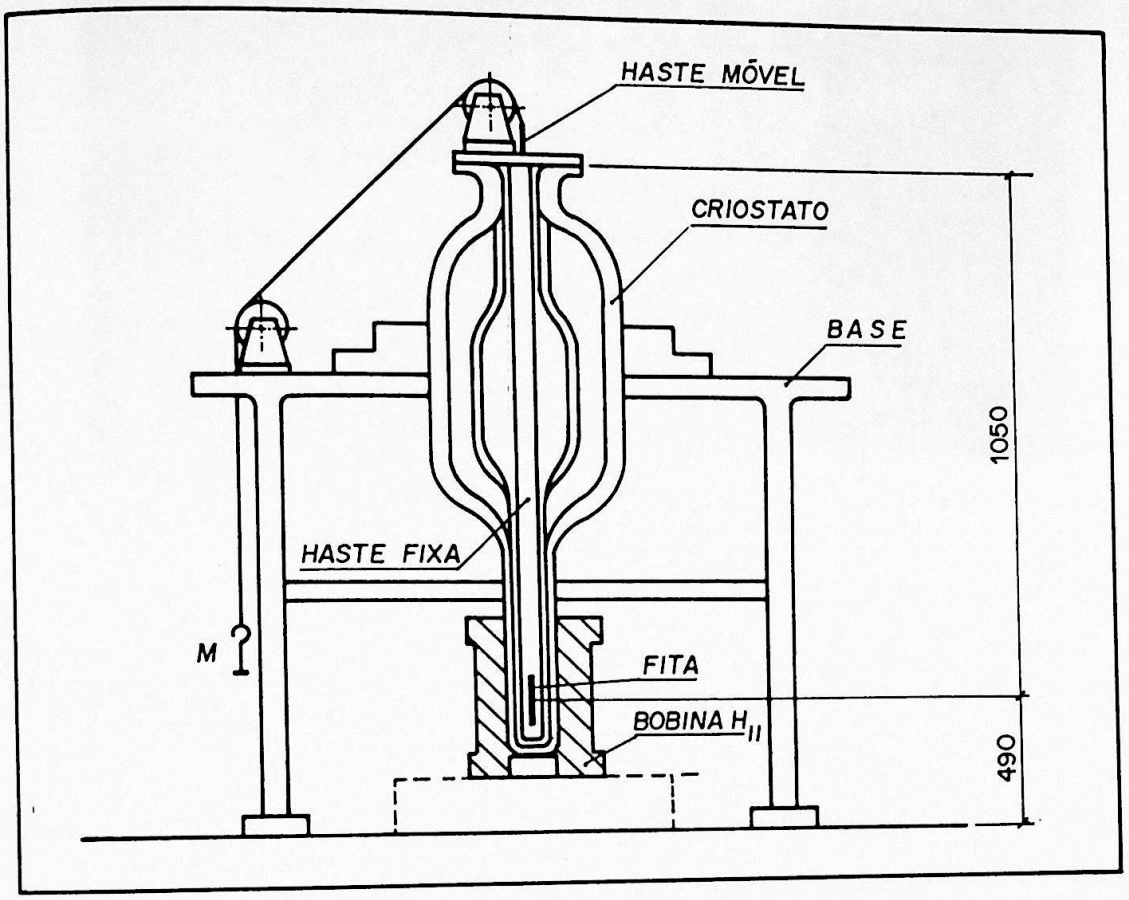


Figura XVII - Esquema da montagem do "Dewar" na base e posicionamento do sistema de tração.

As tensões aplicadas à fita aumentam (no caso de $\lambda_s < 0$). ou diminuem (no caso de $\lambda_s > 0$) a amplitude e2f. Este efeito pode ser acompanhado tanto no osciloscópio, quanto no DVM. O procedimento experimental para a determinação de λ_s, consiste em fixar um campo $H_{\perp}$ e medir qual a variação do campo longitudina $H_{\parallel}$ necessária para compensar uma variação da amplitude e2f causada pela aplicação de uma tensão mecânica σ. Pa

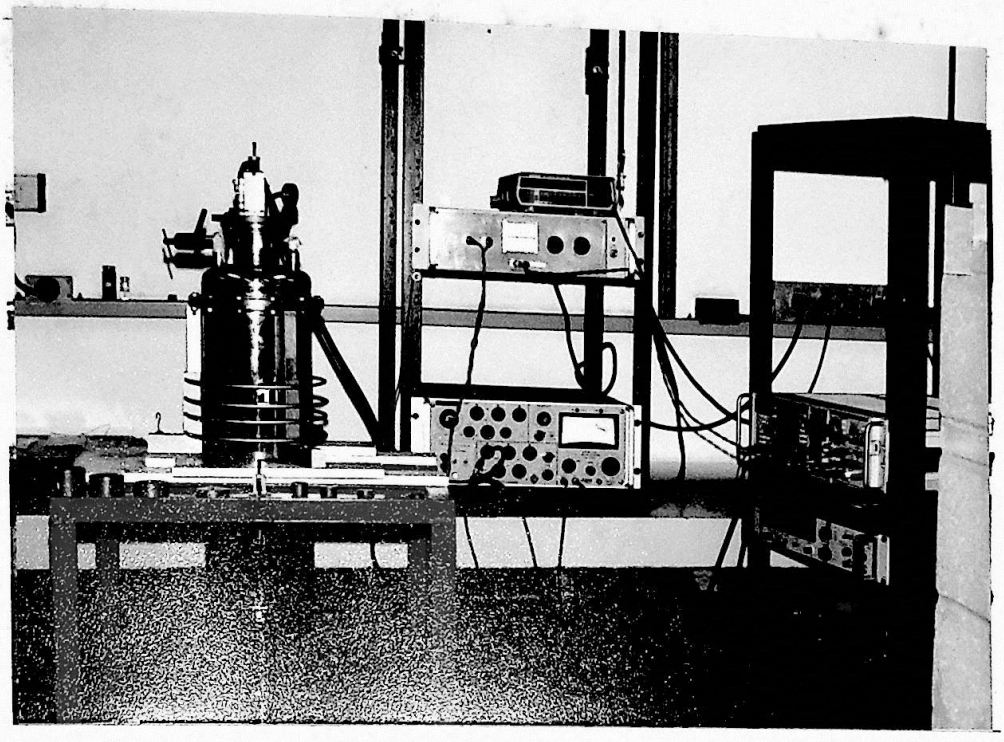


Foto 2 - Vista geral do sistema de medida construído e dos instrumentos eletrônicos utilizados.

ra cada variação do campo H_k (pelas tensões) podemos determinar uma compensação através da variação $\Delta H_{\parallel}$ de acordo com a expressão (1.31). Repetindo este procedimento para várias tensões aplicadas determina-se a magnetostricção λ_s pelo ajuste destes dados à expressão (1.32).

II.E - CALIBRAÇÃO DO SISTEMA DE MEDIDA

Para verificar a eficiência deste método de medida, decidimos calibrar o equipamento através da determinação de λ_s em um material bem conhecido. Optamos pelo Metglas 2605 SC, que é uma liga de composição $Fe_{81}B_{13,5}Si_{3,5}C_2$ produzida comer-

cialmente pela Alied Corp.[28].

Na determinação de λ_s usando a expressão (1.31) é necessário sabermos qual é a seção reta das fitas estudadas, de forma a converter o valor da massa que traciona a fita em uma tensão mecânica σ. Como a determinação da seção reta envolve uma incerteza grande porque a fita é bastante delgada e tem, eventualmente irregularidades superficias, podemos modificar a expressão (1.31), rearranjando as grandezas Ms e σ em unidades mais convenientes, de forma que:

$$\lambda_s = \frac{1}{3} \cdot \frac{\sigma_s \cdot \Delta H_{\parallel}}{m \cdot g} \cdot d \qquad (2.4)$$

onde m é massa da amostra (g), g a aceleração da gravidade (m/s^2), d a densidade linear da amostra (g/m), σ_s o momento magnético específico (emu/g) e $\Delta H_{\parallel}$ a variação de campo $H_{\parallel}$(Oe). Determinando uma área média pela densidade da fita aumenta-se a precisão da medida, porque a incerteza na determinação da seção reta (~2% medindo a largura e a espessura da fita com um micrômetro), e consequentemente na tensão σ, é maior do que a incerteza no cálculo da densidade linear (~0.5%, se medirmos o comprimento da fita com um paquímetro). A incerteza na medida de σ_s no magnetômetro é ~1% e o ajuste dos dados de $\Delta H_{\parallel}$ em função de m possui uma incerteza de ~2%. Portanto, os valores ajustados para λ_s desta maneira possuem uma incerteza de aproximadamente 4%.

Recortamos uma amostra de Metglas 2605 SC (MT0101) com

as seguinte dimensões físicas e massa:

Comprimento	a =	136.70 mm
Largura	b =	2.90 mm
Espessura	c =	0.040 mm
Massa	m =	0.06576 g

Portanto a densidade linear d da amostra é igual a 4.81 $\times 10^{-3}$ g/cm.

Na figura XVIII colocamos dados da variação $\Delta H_{\parallel}$ em função da massa que traciona a fita. Ajustando estes dados de acordo com a expressão (2.4) obtemos o valor de $\lambda_s = 31.8 \times 10^{-6}$. Este resultado concorda bem com o fornecido pelo catálogo do fabricante ($\lambda_s = 30.0 \times 10^{-6}$) [28].

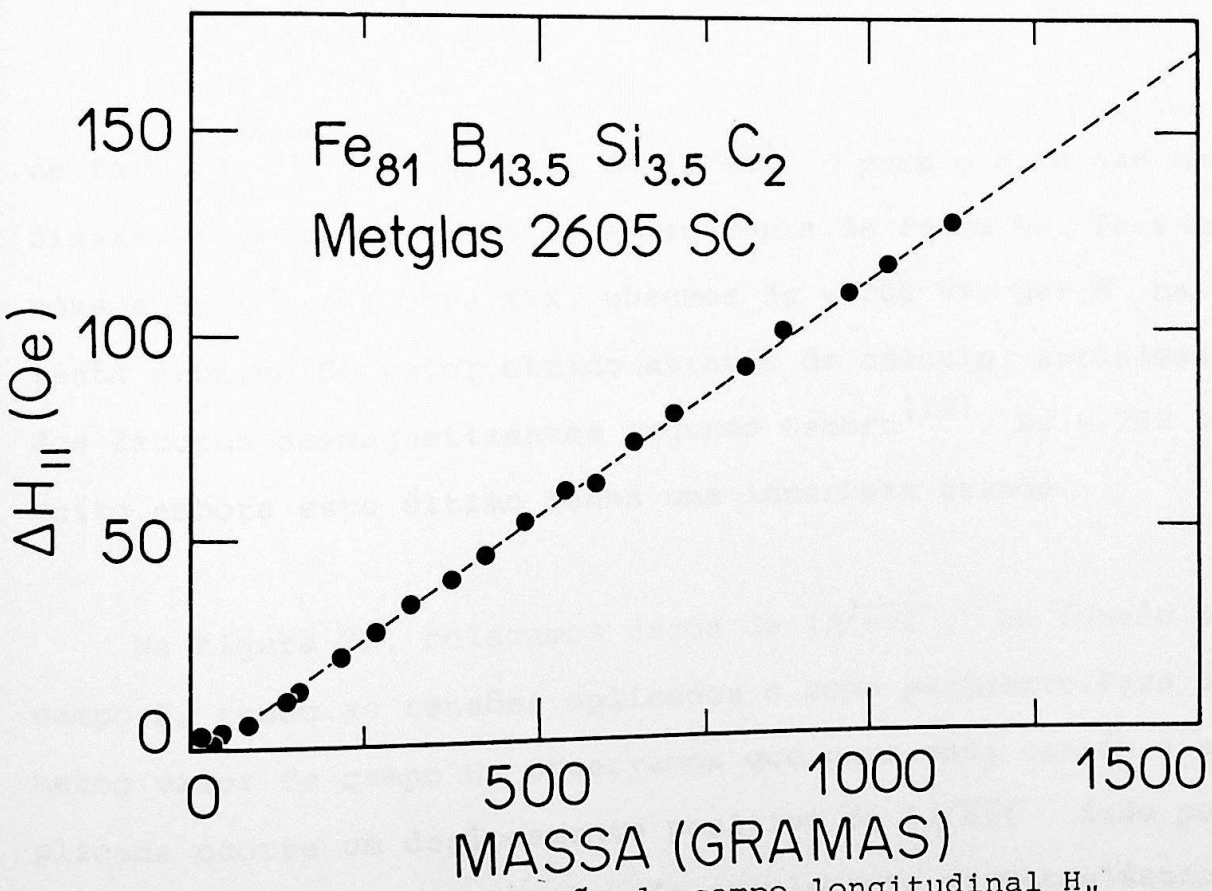


Figura XVIII - Variação do campo longitudinal $H_{\parallel}$ em função da massa que traciona a fita

Observamos da expressão (1.30) que a amplitude e2f é inversamente proporcional ao campo $H_{\parallel}$ aplicado. Na figura XIX, mostramos a dependência de $1/\sqrt{e2f}$ em relação a $H_{\parallel}$ para uma amostra não tensionada, tendo a amplitude do campo transversal $H_{\perp}$ como parâmetro. Extrapolando estas curvas para $1/\sqrt{e2f} = 0$ (linha tracejada), obtemos um valor de campo que é, segundo o tratamento de Narita *et al.*[10], igual ao campo de anisotropia de forma Hs. De fato, igualando a expressão (1.30) a zero, obtemos:

$$0 = (H_K + H_S + H_{\parallel}) \qquad (2.5)$$

e, como as medidas foram feitas para a fita não-tensionada, o termo de anisotropia magnetoelástica Hk é nulo, portanto:

$$- Hs = H_{\parallel} \qquad (2.6)$$

de forma que a extrapolação de $1/\sqrt{e2f}$ para o eixo das abcissas equivale ao termo de anisotropia de forma Hs. Para os nossos dados da figura XIX, obtemos Hs = 208 Oe, que é bastante próximo do valor obtido através do cálculo aproximado dos fatores desmagnetizantes segundo Osborn[29]: Hs = 202 Oe, muito embora este último tenha uma incerteza grande.

Na figura XX, colocamos dados de $1/\sqrt{e2f}$ em função do campo $H_{\parallel}$ tendo as tensões aplicadas σ como parâmetro. Para um mesmo valor de campo $H_{\parallel}$ observamos que para cada tensão σ aplicada ocorre um deslocamento positivo de $1/\sqrt{e2f}$ dado pelo incremento devido ao termo de acoplamento magnetoelástico H_K.

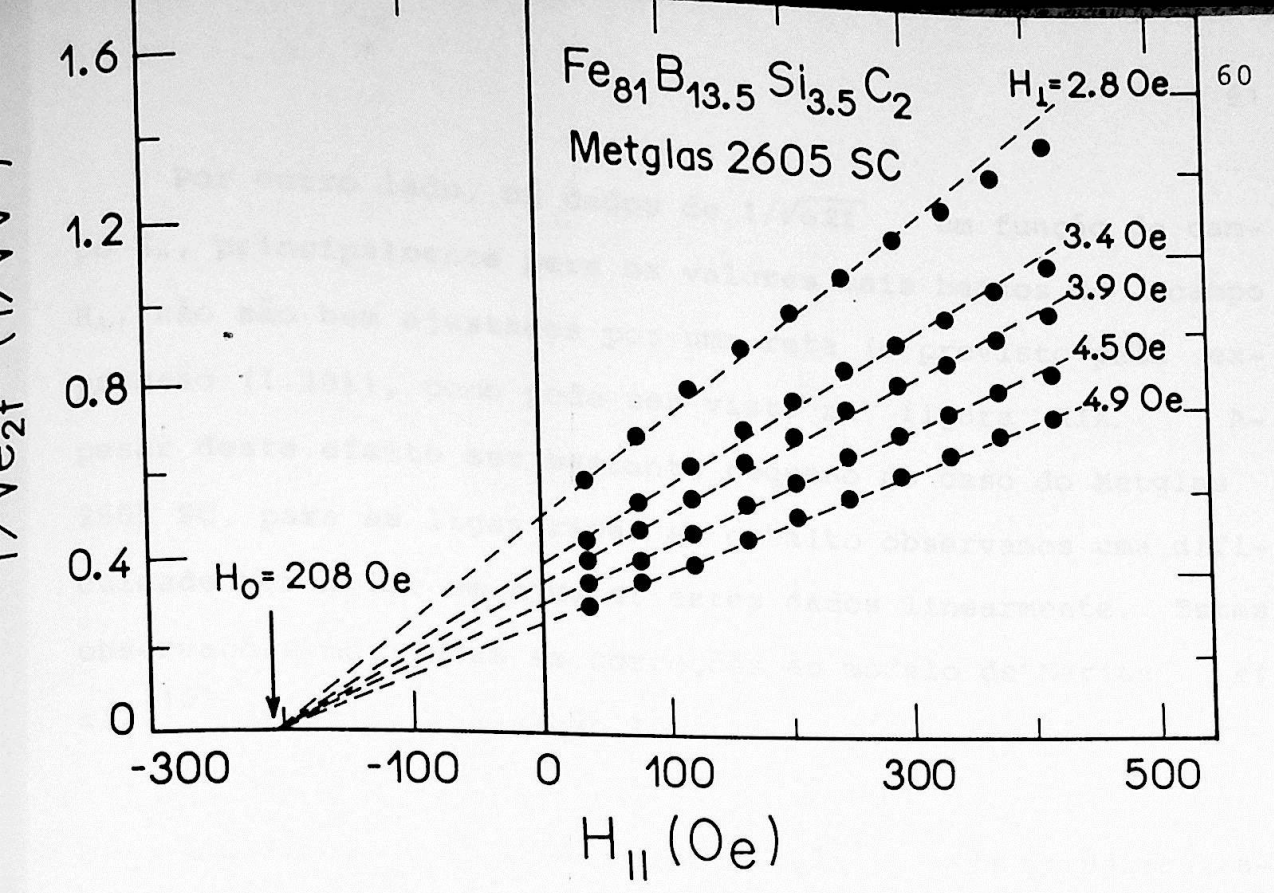


Figura XIX - Dados de $1/\sqrt{e2f}$ em função do campo $H_{\parallel}$ para vários corpos $H_\perp$.

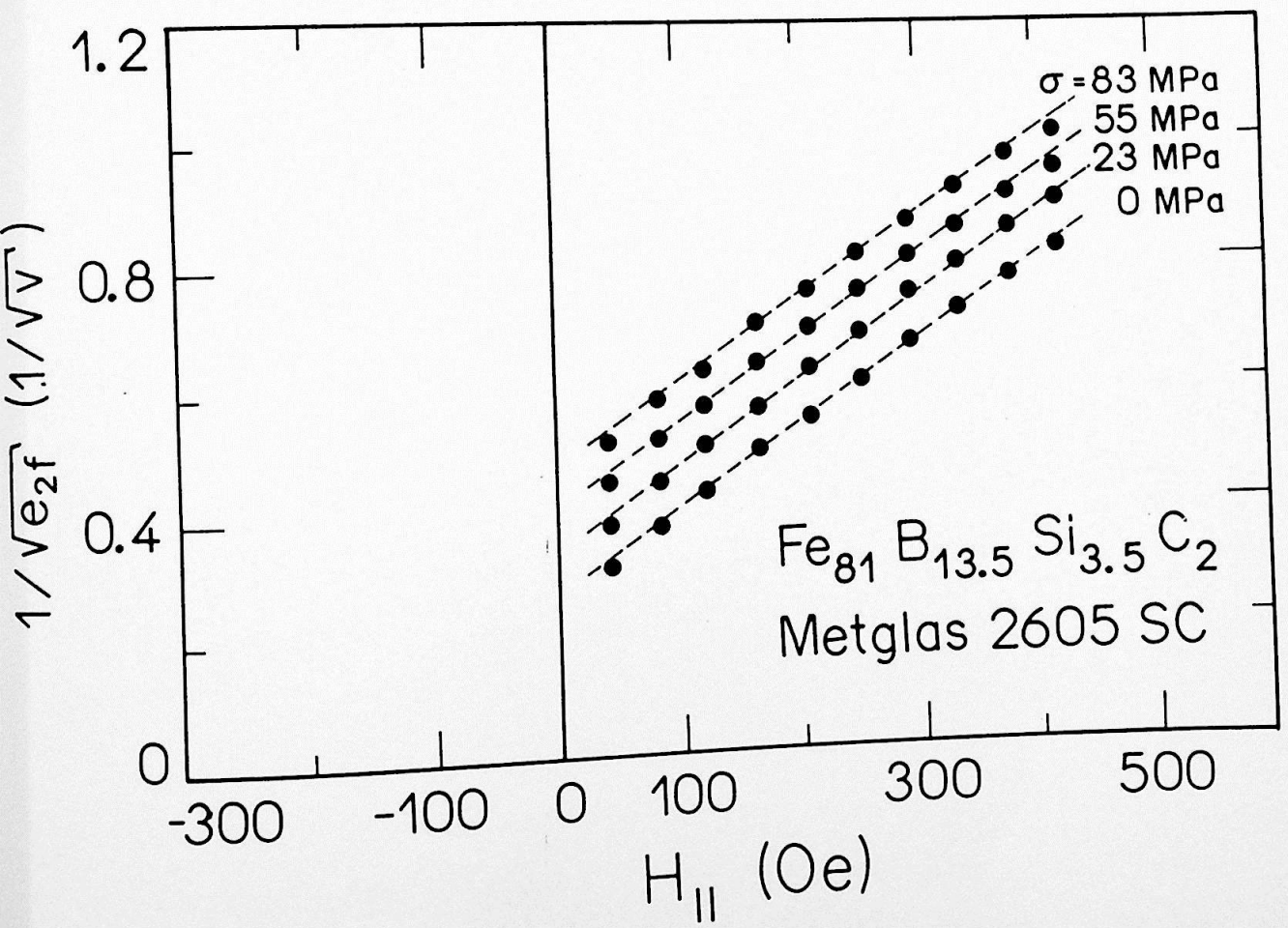


Figura XX - Dados de $1/\sqrt{e2f}$ em função do campo $H_{\parallel}$ para várias tensões σ aplicadas à fita. Fixamos $H_\perp$ = 4.90e.

Por outro lado, os dados de $1/\sqrt{e_{2f}}$ em função de campo $H_{\parallel}$, principalmente para os valores mais baixos do campo $H_{\perp}$, não são bem ajustados por uma reta (o previsto pela expressão (1.30)), como pode ser visto na figura XIX. Apesar deste efeito ser bastante pequeno no caso do Metglas 2605 SC, para as ligas ricas em cobalto observamos uma dificuldade bem maior em ajustar estes dados linearmente. Estas observações motivaram as correções ao modelo de Narita *et al.*[10] descritas na seção I.C.

A determinação da magnetostricção λ_s para as várias amostras fabricadas, o ajuste de dados de $1/\sqrt{e_{2f}}$ em função do campo $H_{\parallel}$ aplicado na versão modificada do modelo e outras considerações e comentários são dados no capítulo III - Resultados e discussão.

CAPÍTULO III - Resultados e Discussão

III.A - ESTUDO DO MODELO DE VÁZQUEZ, FERNENGEL E KRONMULLER EM RELAÇÃO ÀS LIGAS $Co_{75-x}Fe_xSi_{15}B_{10}$

O modelo de Vázquez *et al.*[7] mostrou uma concordância excelente com os dados experimentais de energia de anisotropia efetiva Keff e inverso da susceptibilidade inicial x_i^{-1} tomados em função da tensão aplicada σ nas amostras estudadas. Na Tabela IV estão apresentados, para as amostras da composição $Co_{75-x}Fe_x Si_{15} B_{10}$ e $Co_{75} Si_5 B_{20}$, os parâmetros magnetostricção λ_s, tensão compressiva média $\bar{\sigma}_c$ e anisotropia independente da tensão K_o, obtidos de ajustes dos dados experimentais ao modelo. Vázquez *et al.*[7] aplicaram o modelo a uma liga de composição $Co_{58} Fe_5Ni_{10} Si_{11} B_{16}$, com λ_s bastante pequena ($\sim 0.16 \times 10^{-6}$). A nossa extensão deste modelo para as ligas do sistema Co-Fe com maiores valores de λ_s apresentou resultados excelentes[8,9].

Observamos que os valores de λ_s obtidos estão em bom acordo com a literatura[10,21,26]. A inclusão de Fe numa liga base de Co-Fe desloca λ_s para os valores positivos. Por sua vez, a variação da relação estequiométrica entre os me-

talóides Si e B nas ligas $Co_{75}Si_{15}B_{10}$ e $Co_{75}Si_5B_{20}$ não implicou em mudanças significativas nos valores de λ_s obtidos. Também observa-se que os valores de λ_s obtidos pelos dois ajustes (Keff × σ e x_i^{-1} × σ) estão em excelente concordância. Por outro lado, os valores de $\bar{\sigma}_c$ e K_o ajustados para as várias amostras não podem ser comparados entre si, já que são parâmetros locais de cada fita.

Podemos obter alguma informação sobre o comportamento das tensões compressivas médias $\bar{\sigma}_c$ nas ligas amorfas através de tratamentos térmicos de relaxação. Espera-se, por exemplo, que o valor ajustado para $\bar{\sigma}_c$ numa liga seja reduzido, caso as tensões internas sejam relaxadas por meio de um tratamento térmico. Vázquez *et al.*[33] observaram variações pequenas em λ_s ($\sim 1 \times 10^{-7}$) após tratamentos térmicos. Desta forma, somente nas ligas onde λ_s já é pequeno, esperamos encontrar variações apreciáveis.

Este tipo de comportamento, ou seja, redução no valor de $\bar{\sigma}_c$ após tratamentos térmicos de relaxação, foi observado por Antonio D. Santos para uma liga de composição $Co_{75}Si_{15}B_{10}$. Após 15 minutos de tratamento a 400°C, observou-se uma queda acentuada no valor da tensão compressiva média $\bar{\sigma}_c$, indicando que as tensões internas foram relaxadas termicamente. Por outro lado, as variações observadas em λ_s para esta liga são mínimas (<2%).

Vamos apresentar aqui os resultados obtidos com tratamento térmico para uma amostra de composição $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$ es-

tudada anteriormente. Estes tratamentos consistem em, primeiramente, colocar-se uma amostra (fita) distendida dentro de um tubo de vidro por onde escoa um fluxo pequeno de gás inerte (Argônio). Este tubo de vidro foi então colocado dentro de um forno de resistência. Foram feitos vários tratamentos a 400°C, portanto acima da temperatura de Curie (Tc = 370°C) e abaixo da temperatura de cristalização (Tx = 506°C) da amostra. Assim que passa o tempo calculado para cada tratamento, resfriamos rapidamente a amostra até a temperatura ambiente, aumentando o fluxo de gás no tubo e abrindo o forno.

Após cada um dos tratamentos, a fita é retirada do tubo e são repetidas todas as medidas das propriedades magnéticas macroscópicas em função de tensão mecânicas σ, usando o traçador de curvas de histerese (seção II.C). Comparando estes dados com o modelo de Vázquez *et al.*[7] (descrito na seção I.B), obtemos os novos valores para os parâmetros λ_s, $\bar{\sigma}_c$ e K_o. Um cuidado que foi tomado é o de fazer todas as medidas, após cada tratamento, sempre na mesma posição da fita. Desta forma as variações observadas em cada parâmetro podem ser comparadas.

Na Tabela V apresentamos os valores obtidos para estes parâmetros após cada um dos tratamentos térmicos para a amostra $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$. Observamos que a magnetostricção λ_s decresce ~20% após 60 minutos de tratamento, o que poderia ser esperado em uma liga com λ_s pequena. Contudo, foi observada também uma variação não monotônica de λ_s com o tempo de tratamento para os valores do ajuste de $x_i^{-1} \times \sigma$. Este comporta-

mento anômalo (não-monotônico) para os valores de λ_s, já foi reportado por Hernando *et al.* [34] para uma amostra de composição nominal bem próxima ($(Co_{0,95}Fe_{0,05})_{75}Si_{15}B_{10}$). Por sua vez, os valores de $\bar{\sigma}_c$ obtidos aqui apresentam um comportamento variável que, entretanto, não chega a caracterizar uma relaxação das tensões internas. Estas flutuações de $\bar{\sigma}_c$ com os tratamentos podem estar refletindo as próprias mudanças em λ_s.

COMPOSIÇÃO : $Co_{71}Fe_{04}Si_{15}B_{10}$					
TRATAMENTO TÉRMICO	tempo(min.)	λ_s (x 10^{-6}) $K_{eff}\times\sigma$	$\chi_i^{-1}\times\sigma$	K_0 (J/m^3)	$\bar{\sigma}_c$ (MPa)
-	0	-0.63	-0.64	-4	-90
TT1	15	-0.61	-0.53	-2	-72
TT2	30	-0.56	-0.48	17	-49
TT3	60	-0.54	-0.50	10	-92

Tabela V - Resultados obtidos para os parâmetros λ_s, K_0 e $\bar{\sigma}_c$ após cada tratamento térmico.

Na figura XXI, apresetamos os dados do inverso da susceptibilidade inicial χ_i^{-1} em função da tensão aplicada σ para a amostra "as-quenched" e tratada termicamente por 15 a 60 minutos (TT1 e TT3, respectivamente). Observa-se aí mais nitidamente que as flutuações em $\bar{\sigma}_c$ não chegam a significar a eliminação das tensões internas, pois a forma das curvas não muda. Na região de baixas tensões aplicadas observamos um "patamar" que não é eliminado no processo de tratamento térmico.

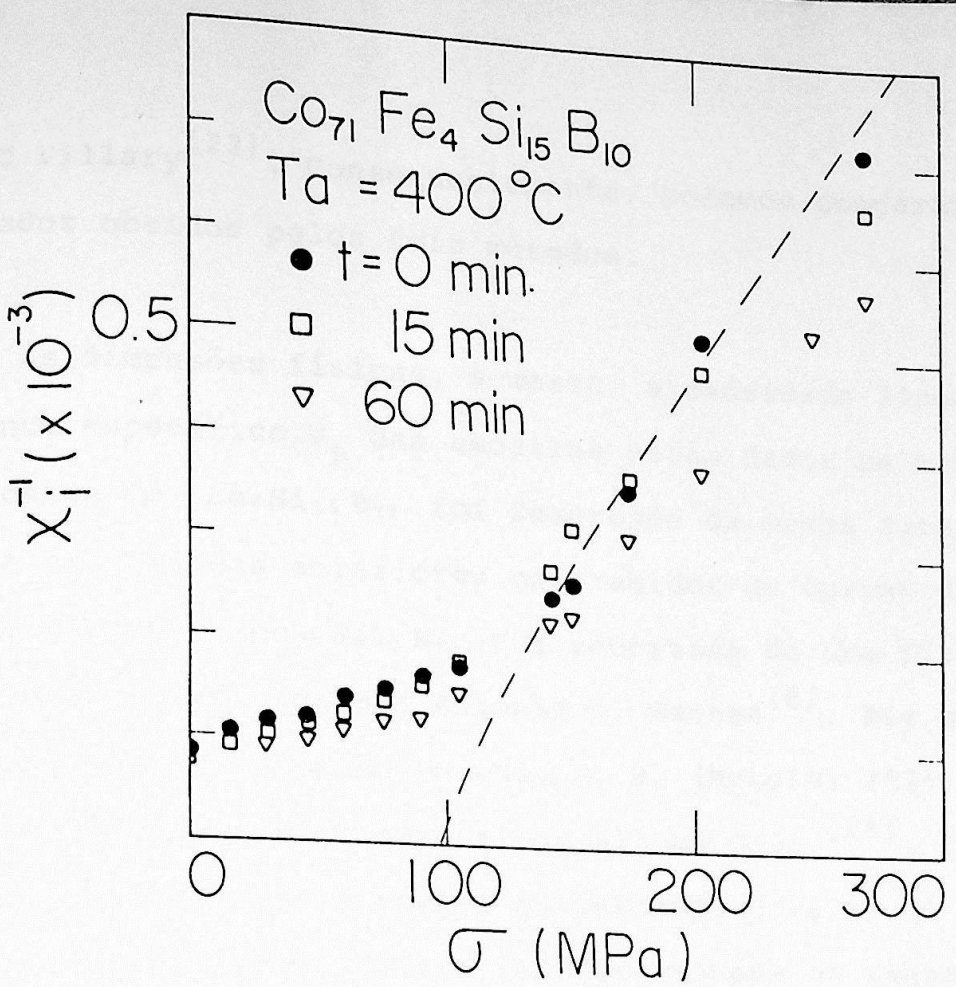


Figura XXI - Dados de χ_i^{-1} em função da tensão aplicada σ para uma mesma amostra após sucessivos tratamentos térmicos.

III.B - ESTUDO DO MODELO DE NARITA, YAMASAKI E FUKUNAGA

O equipamento para determinar λ_s pelo método SAMR foi testado através da determinação de λ_s para o Metglas 2605 SC conforme vimos na seção II.E. Em seguida, medimos a magnetostricção das amostras $Co_{71} Fe_4 Si_{15} B_{10}$, $Co_{75} Si_{15} B_{10}$ (ambas com magnetostricção λ_s negativa) e $Fe_{40} Ni_{40} P_{14} B_{16}$ (com λ_s positiva). As duas primeiras já foram aqui estudadas em termos do modelo de Vázquez *et al.*[7], onde λ_s é determinado por e-

feito Villary[22]. Consequentemente, podemos comparar os resultados obtidos pelos dois métodos.

As dimensões físicas, a massa, a densidade linear e o momento específico σ_s das amostras estão dados na tabela VI. A amostra $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$ foi recortada da mesma fita que foi usada nas medidas anteriores no traçador de curvas de histerese. A amostra $Co_{75}Si_{15}B_{10}$ foi recortada de uma fita fabricada e caracterizada por Antonio D. Santos[6]. Por sua vez, a amostra de composição $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ (Metglas 2826) foi recortada de uma fita comercial da Allied Corp.[28], fornecida pela Profª Reiko S. Turtelli da UNICAMP. O valor do momento específico σ_s desta amostra foi determinado no magnetômetro de amostra vibrante do IFUSP.

COMPOSIÇÃO	m (g)	a (mm)	b (mm)	c (mm)	d ($x10^{-3}$g/cm)	σs (emu/g)
$Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$	0.013	136.5	0.92	0.014	0.94	85.4
$Co_{75}Si_{15}B_{10}$	0.022	137.5	1.32	0.020	1.57	69.3
$Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$	0.097	138.2	2.00	0.060	6.99	77.3
$Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$	0.066	136.7	2.90	0.040	4.81	170.7

Tabela VI - Características físicas das amostras estudadas através do SAMR.

Na figura XXII mostramos os dados da variação de campo $\Delta H_{\parallel}$ em função da massa que traciona a fita, para a amostra $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$. A forma utilizada para a tomada destes dados

usando a técnica de SAMR foi discutida na seção II.E. O valor obtido usando esta técnica: $\lambda_s = -0.66 \times 10^{-6}$, concorda bastante bem com o valor obtido por efeito Villary: $\lambda_s = -0.63 \times 10^{-6}$ (Tabela IV). A incerteza na determinação de λ_s por SAMR é de aproximadamente 4%.

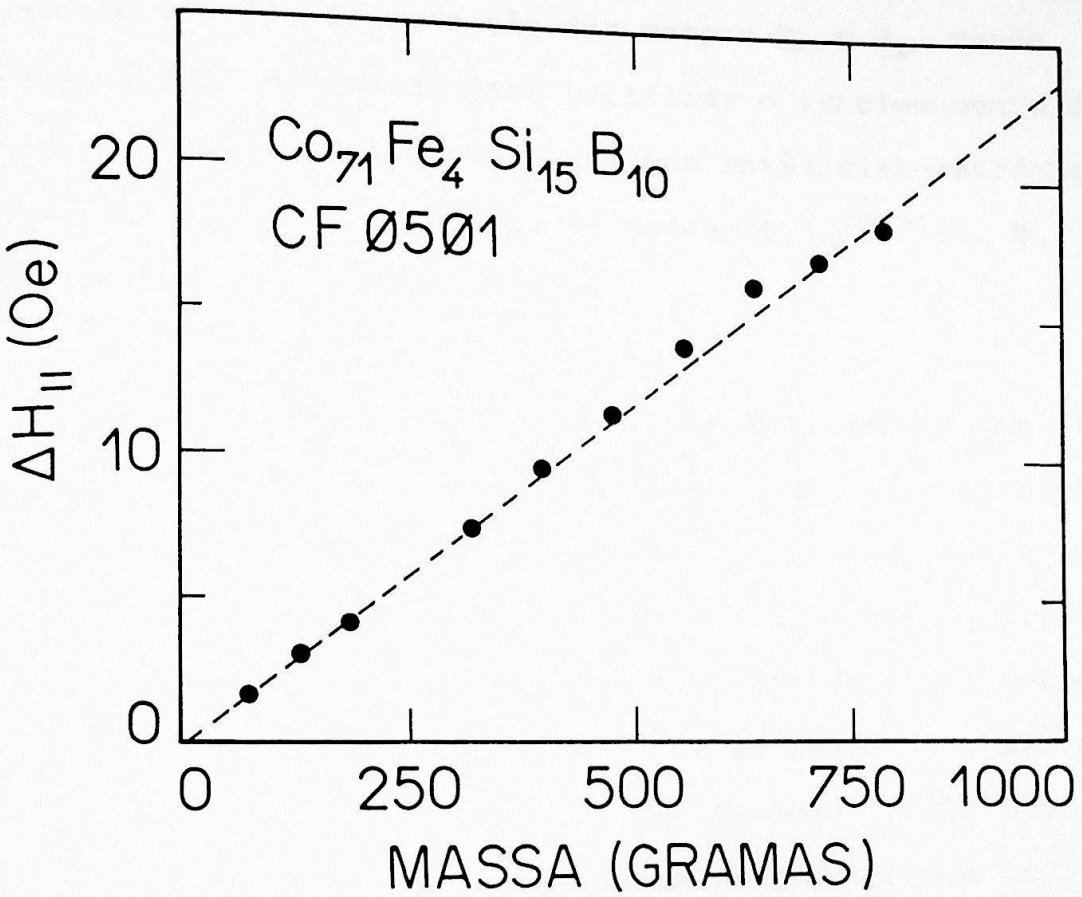


Figura XXII - Variação do campo longitudinal $H_{//}$ em função da massa que traciona a fita.

O valor obtido para a liga $Co_{75} Si_{15} B_{10}$: $\lambda_s = -3.1 \times 10^{-6}$ também está bem próximo daquele obtido por efeito Villary: $\lambda_s = -2.9 \times 10^{-6}$. Por sua vez, para a liga de composição Fe_{40} - $Ni_{40} P_{14} B_{6}$ ajustamos $\lambda_s = +10.6\ 10^{-6}$ que está em bom acordo com resultados encontrados na literatura[10,31,32].

Na discussão teórica da técnica de medida de λ_s por SAMR, Narita *et al.*[10] apresentam determinações de λ_s para

algumas amostras, e também, outras comparações da teoria desenvolvida com resultados experimentais. Por exemplo, os autores consideram o inverso de raiz quadrada da amplitude coletada pelo pick-up $1/\sqrt{e2f}$, em função dos campos $H_{\parallel}$ e $H_{\perp}$ aplicados à fita. Em última análise estas curvas mostram os valores típicos de operação dos campos $H_{\parallel}$ e $H_{\perp}$. Tendo interesse nesta informação para verificar o funcionamento do sistema de medida implantado, tomamos então sistematicamente, para cada amostra estudada, os dados de $1/\sqrt{e2f}$ *vs.* $H_{\parallel}$ para vários campos $H_{\perp}$ transversais.

Como podemos observar na figura XIX, existe uma região linear nos dados de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ para cada campo transversal $H_{\perp}$, cuja projeção cruza o eixo das abcissas num mesmo ponto. Definimos esta ponto como $- H_{\parallel} = H_o$. Conforme já discutimos anteriormente, esta projeção no eixo das abcissas corresponde, no modelo de Narita *et al.*[10], ao campo de anisotropia de forma Hs. (ver expressão (1.30) fazendo $1/\sqrt{e2f} = 0$). O valor obtido para H_o para os dados nesta figura (liga $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$) é igual a 208 Oe (+/- 5 Oe); enquanto que o campo de anisotropia de forma Hs, calculado através da expressão (1.26) e dos fatores desmagnetizantes $N_{\perp}$ e $N_{\parallel}$ é igual a 202 Oe (+/- 20 Oe).

Na figura XXIII apresentamos os dados de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$, obtendo o campo $H_{\perp}$ como parâmetro para a liga $Co_{75}Si_{15}B_{10}$. Observamos que nesta liga, a região linear observada, para fazer a projeção ao eixo das abcissas, diminuiu em relação à região linear definida no caso de $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$ (Figura

XIX). O valor obtido para a projeção H_o é bastante diferente do valor do campo de anisotropia de forma Hs (respectivamente, 179 Oe e 85 Oe) como é esperado no modelo de Narita *et al.*[10].

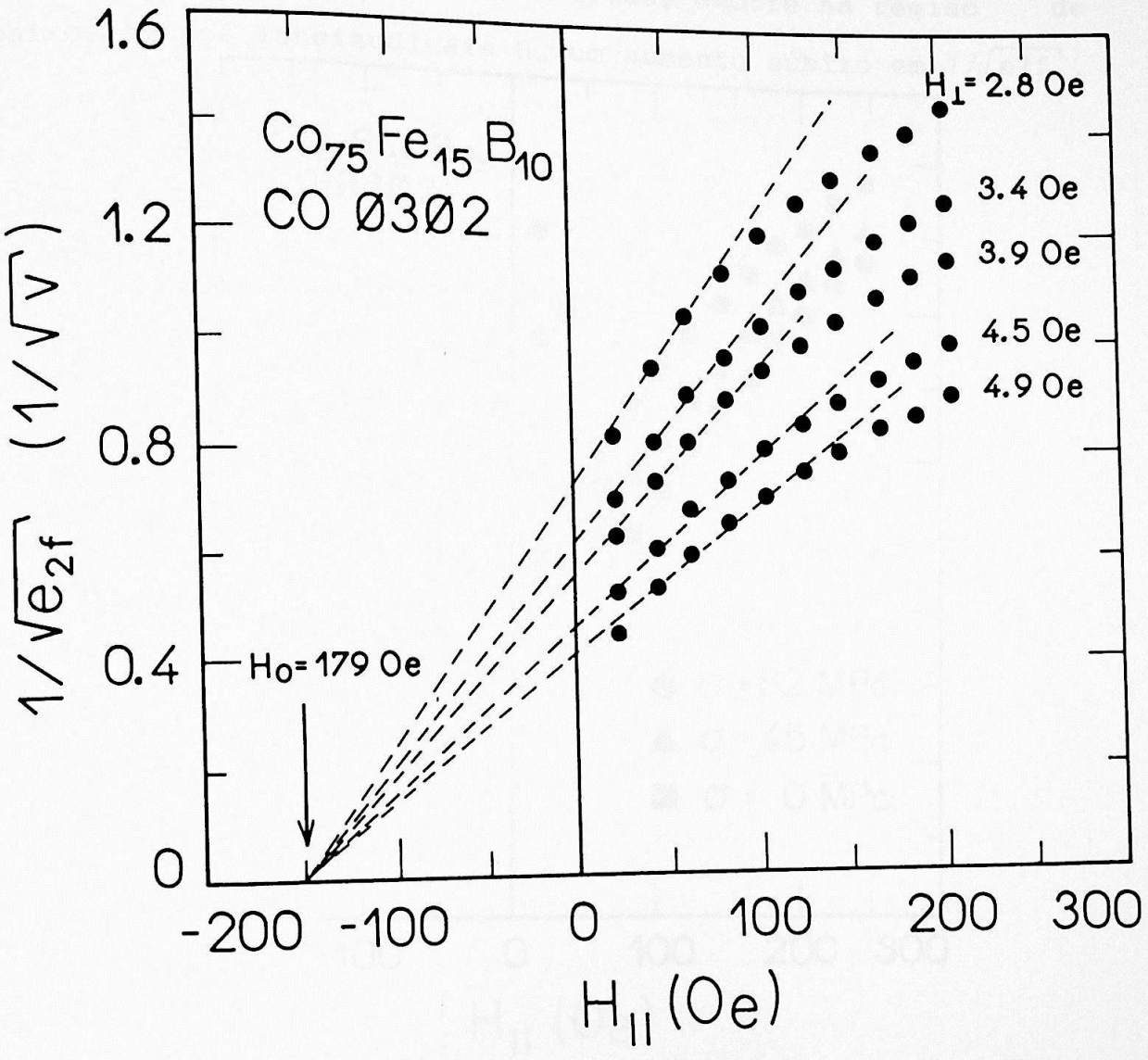


Figura XXIII - Dados de $1/\sqrt{e_{2f}}$ em função de $H_{||}$ para vários campos $H_\perp$.

Resultados semelhantes são observados para as amostras $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ e $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$. Para estas amostras encontramos H_o = 328 Oe e H_o = 351 Oe, respectivamente. Enquanto que os valores para o campo de anisotropia de forma Hs são 248 Oe e 142 Oe, respectivamente.

Na figura XXIV apresentamos os dados de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ tomados em função de diferentes tensões mecânicas aplicadas a fita, na amostra $Co_{75}Si_{15}B_{10}$. Observamos que, nos casos onde a fita está sobre tensões σ altas, ocorre na região de baixos campos longitudinais $H_{\parallel}$ um aumento súbito em $1/\sqrt{e2f}$.

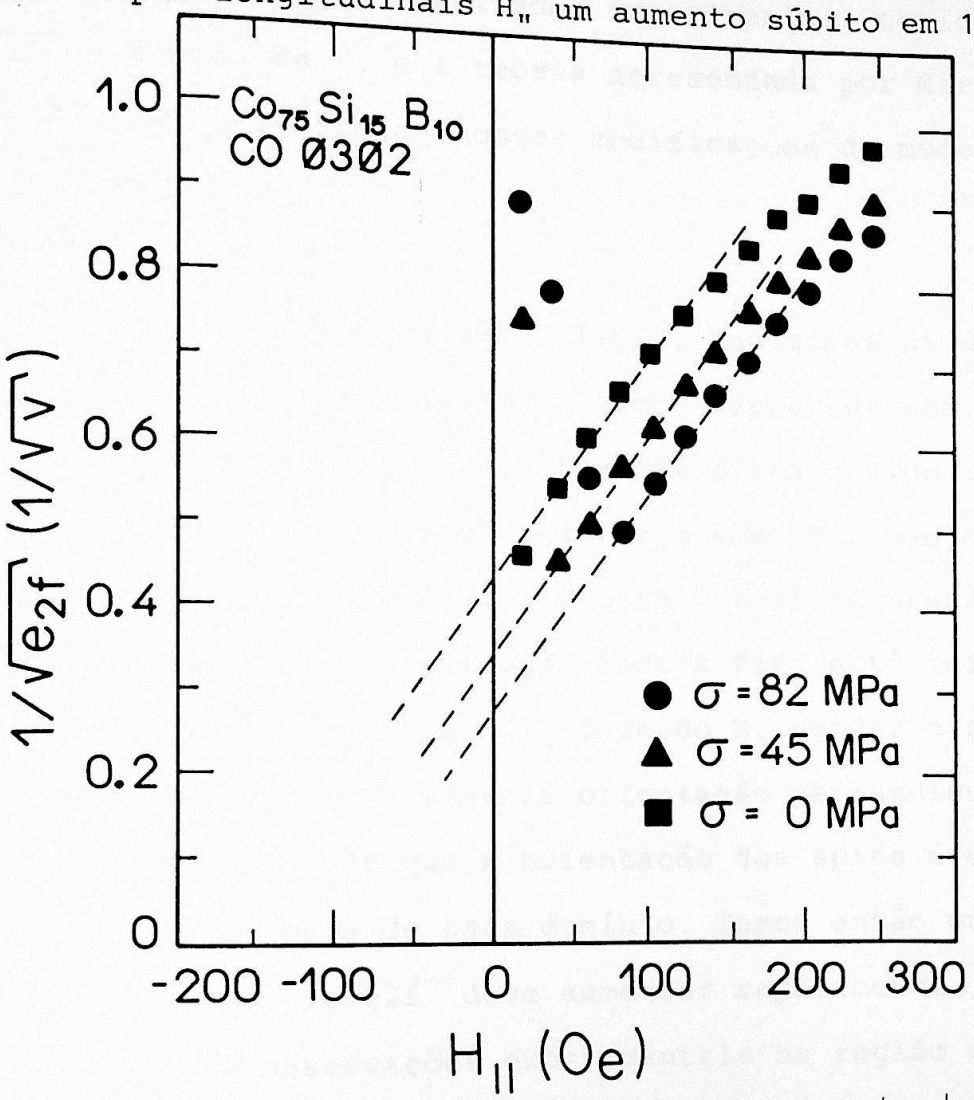


FIGURA XXIV - DADOS DE $1/\sqrt{e2f}$ VS. $H_{\parallel}$ PARA DIFERENTES TENSÕES MECÂNICAS APLICADAS.

No trabalho de Narita *et al.*[10], apesar de não serem discutidos, é possível que alguns destes comportamentos anômalos tenham sido observados. Fazemos esta afirmação, pois na figura 9 desta referência, onde foi apresentado $1/\sqrt{e2f}$x$H_{\parallel}$ para uma liga de $\lambda_s < 0$ ($Co_{76.7}Si_{13.3}B_{10}$), os limites inferior e superior do campo longitudinal $H_{\parallel}$ são reduzidos em relação aos mesmos limites para uma outra liga com $\lambda_s > 0$ ($Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$).

Esta restrição, justamente da faixa onde observamos efeitos não lineares de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ e também o aumento de $1/\sqrt{e2f}$ em baixos campos, pode indicar que estes efeitos também foram observados por estes autores. De qualquer forma, foram estas discrepâncias entre os resultados experimentais obtidos para $1/\sqrt{e2f}$ em função de $H_{\parallel}$ e a teoria apresentada por Narita *et al.*[10], que motivaram as nossas modificações do modelo apresentadas na seção I.C.2.

Conforme já vimos na seção I.C.2, incluímos na densidade de energia livre do sistema, termos representando os efeitos das tensões internas presentes nas fitas devido ao processo de fabricação. Obtemos deste tratamento novas expressões para a amplitude e2f:(1.38) e para $1/\sqrt{e2f}$:expressão (1.42). Assim, considerando uma situação onde a fita está inicialmente saturada (ação do campo $H_{\parallel}$), fazendo $H_{\parallel}$ tender a zero uma parte dos spins volta a assumir orientação perpendicular à direção de $H_{\parallel}$, uma vez que a orientação dos spins é determinada pela anisotropia de cada domínio. Temos então que $\cos\psi_{\perp} \rightarrow 0$, de forma que $1/\sqrt{e2f}$ deve aumentar rapidamente. Isto explica as nossas observações experimentais na região de baixos campos $H_{\parallel}$ na figura XXIV. Usando apenas o modelo proposto originalmente por Narita *et al.*[10], não podemos explicar este tipo de observação.

As modificações do modelo geradas pela inclusão da estrutura de domínios das fitas implica podermos obter informações sobre as tensões internas nas fitas, o possível relaxamento destas tensões com tratamento térmico e também expli

car alguns dos efeitos observados experimentalmente.

Através do modelo corrigido, a dependência de $1/\sqrt{e2f}$ com o campo $H_{\perp}$ é obtida substituindo, na expressão (1.42), os valores de magnetização Ms, magnetostricção λ_s, remanência reduzida mr(0) medidos; o valor de anistropia de forma Hs é calculado e escolhemos, convenientemente, o valor da tensão compressiva média $\bar{\sigma}_c$. Na seção III.C, iremos comparar os resultados experimentais obtidos para $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\perp}$, com o cálculo desta quantidade através da expressão corrigida (1.42).

É importante reafirmar que a metodologia da determinação da magnetostricção λ_s por rotação da magnetização por pequenos ângulos (SAMR), não é modificada com as mudanças realizadas no modelo. Apesar de que, com as modificações, chegamos a uma expressão diferente daquela obtida por Narita *et al.*[10], a forma de determinar-se λ_s é uma característica da técnica de medida, sendo portanto invariante, conforme já discutimos anteriormente (I.C.2).

Outro aspecto que nos interessamos em estudar, utilizando o SAMR, foi a influência de tratamentos térmicos. Através destes tratamentos, podemos examinar dois pontos: primeiro, se os efeitos de relaxação observados nas ligas $Co_{75}Si_{15}B_{10}$ e $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$, usando efeito Villary são reproduzidos. Por outro lado, é possível também acompanhar a influência dos tratamentos térmicos nas medidas de $1/\sqrt{e2f}$ em função de $H_{\perp}$. As novas equações para e2f e $1/\sqrt{e2f}$ sugerem que estes efeitos estão presentes.

Assim, para as mesmas amostras $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$, $Co_{75}Si_{15}B_{10}$ e $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$, já estudadas, fizemos alguns tratamentos térmicos usando o mesmo aparato descrito anteriormente. Os tratamentos foram feitos a 400°C por 15 minutos. Novamente, em todos os casos, as medidas foram realizadas no mesmo local das fitas, de forma que as variações observadas pudessem ser comparadas. Na Tabela VII, apresentamos os valores de λ_s e do campo H_o projetado em função do tempo de tratamento térmico para as amostras estudadas.

TRATAMENTO TÉRMICO		$Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$		$Co_{75}Si_{15}B_{10}$		$Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$	
	(minutos)	$\lambda_s \times 10^{-6}$	H_0(Oe)	$\lambda_s \times 10^{-6}$	H_0(Oe)	$\lambda_s \times 10^{-6}$	H_0(Oe)
"as-quenched"	0	-0.66	351±9	-3.10	179±3	+31.8	208±5
TT1	15	-0.43	364±8	-3.10	193±5	+32.4	196±3
TT2	30	--	--	--	--	--	184±6
TT3	60	--	--	--	--	--	186±4
TT4	120	--	--	--	--	+32.6	187±5

Tabela VII - Resultados para o campo projetado H_o e λ_s, após tratamentos térmicos nas amostras.

Nas medidas de magnetostricção, observamos que naquelas amostras onde λ_s é alta ($Co_{75}Si_{15}B_{10}$ e $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$), não ocorrem variações significativas nos valores obtidos. Por outro lado, para a amostra $Co_{74}Fe_4Si_{15}B_{10}$ tratada por 15 minutos, obtemos $\lambda_s = -0.43 \times 10^{-6}$, cujo decréscimo de ~25% em relação à liga "as-quenched" concorda com o valor obtido por efeito Villary[9].

Observamos que os valores do campo H_o obtidos para as amostras tratadas, diferem em relação às respectivas amostras "as-quenched". Nota-se que H_o diminui para a liga com $\lambda_s > 0$ ($Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$) e aumentou para as duas outras amostras, que têm λ_s negativa. Assumindo que o campo de anisotropia de forma H_s não varia com o tratamento, pois as dimensões físicas da fita não variam, temos mais um efeito que não é explicado usando a proposição original de Narita *et al.*[10]. Neste modelo, o campo de anisotropia de forma H_s é igual à projeção dos dados de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\prime\prime}$ no eixo das abcissas ($-H_{\prime\prime} = H_o$).

Na tabela VII, podemos observar que, para a liga $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$, o campo H_o diminui com o tempo de tratamento térmico atingindo uma estabilização após 60 minutos. Esta estabilização está associada à relaxação das tensões internas da fita. Na figura XXV apresentamos os dados de H_o em função do tempo de tratamento térmico com as respectivas barras de incerteza. Este comportamento do campo H_o com o tratamento térmico pode ser acompanhado usando as modificações feitas no modelo. Na seção III.C vamos examinar este efeito, comparando os resultados experimentais para H_o obtidos com os valores gerados a partir da expressão (1.42).

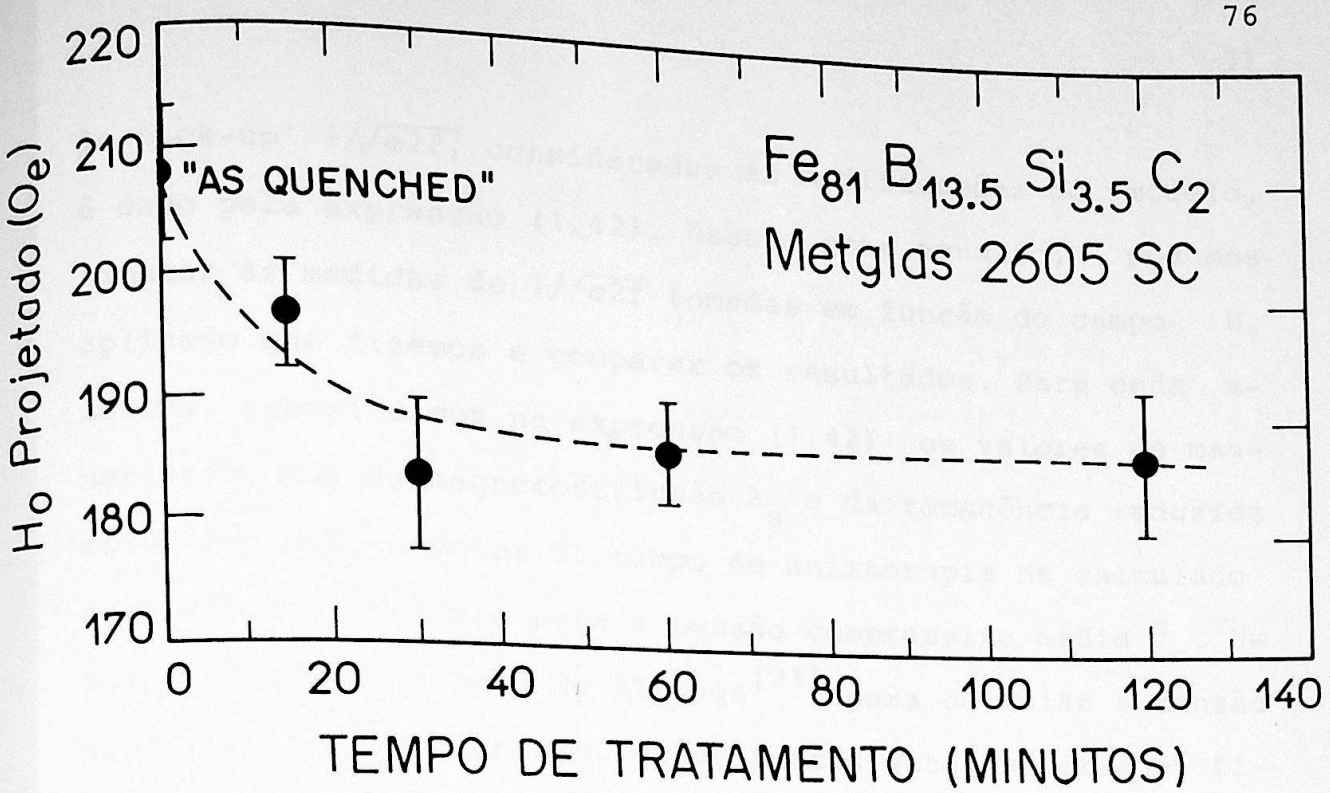


Figura XXV - Campo projetado H_o em função do tempo de tratamento térmico para a amostra $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$.

III.C - ESTUDO DO MODELO DE NARITA, YAMASAKI E FUKUNAGA MODIFICADO

Através de considerações sobre a estrutura de domínios e a distribuição das tensões internas nas fitas, modificamos o modelo apresentado por Narita *et al.*[10] (rotação da magnetização por pequenos ângulso - "SAMR"). A técnica utilizada para a determinação da magnetostricção λ_s neste modelo não mudou com as modificações apresentadas. Por outro lado, podemos examinar mais satisfatoriamente alguns dos resultados experimentais obtidos.

O inverso do quadrado da amplitude do sinal coletado pe

lo pick-up $1/\sqrt{e2f}$, consideradas as modificações do modelo, é dado pela expressão (1.42). Usando esta equação, podemos simular as medidas de $1/\sqrt{e2f}$ tomadas em função do campo $H_{\parallel}$ aplicado que fizemos e comparar os resultados. Para cada amostra, substituímos na expressão (1.42) os valores de magnetização Ms, da magnetostricção λ_s e da remanência reduzida mr(0) medidos, o valor do campo de anistoropia Hs calculado e um valor arbitrário para a tensão compressiva média $\bar{\sigma}_c$. Usamos também a relação de Albenga[23] para calcular a tensão de distensão $\bar{\sigma}_t$. Portanto, substituídos estes valores e fixando um campo $H_{\perp}$, podemos determinar para cada campo $H_{\parallel}$ o valor de $1/\sqrt{e2f}$ e gerar curvas como as apresentadas nas figuras XIX e XXIII.

O valor de mr(0) para cada amostra foi determinado pela razão entre o valor de saturação Bs e de remanência Br de uma curva de histerese obtida na ausência de tensão aplicada à fita. Usamos o traçador de curvas dehisterese (TCH) para gerar estas curvas. Na figura XXVI apresentamos as curvas de histerese de uma fita "as-quenched" e depois tratada termicamente (TT4-400°C por 240 minutos), para a liga $Fe_{81}B_{13,5}Si_{3,5}C_2$. Obtemos para esta amostra mr(0) = 0.312 e mr(0) = 0.391 respectivamente.

Na Tabela VIII, apresentamos os valores para mr(0) determinados para as outras amostras estudadas: $Co_{79}Si_{15}B_{10}$, $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$ e $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$.

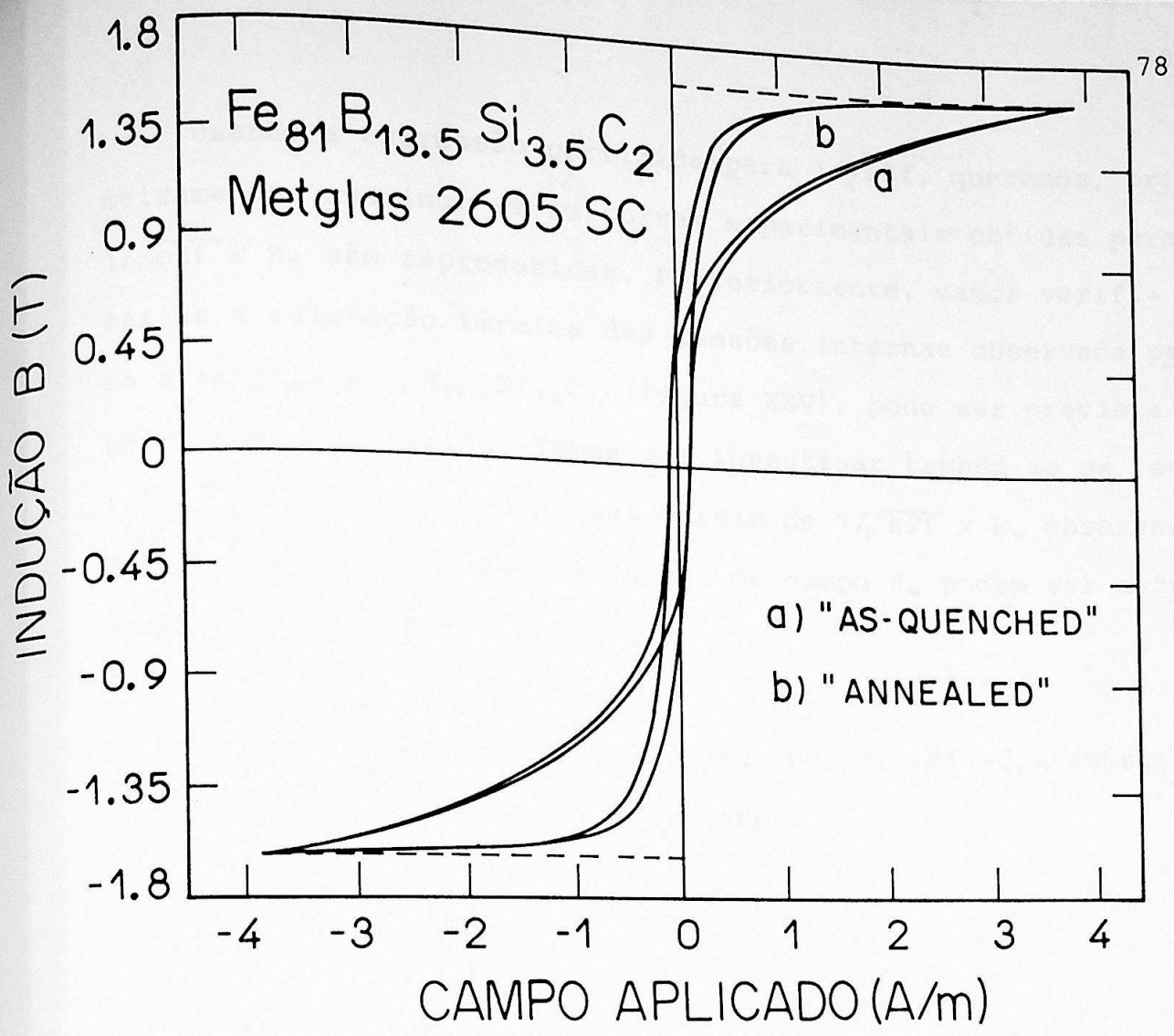


Figura XXVI - Curvas de histerese da amostra $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$. Para o caso não tratado termicamente (a), obtemos mr(0) = 0.312.

	$m_r(0)$ "as-quenched"	$m_r(0)$ trat.térmico
$Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$	0.474	0.711 (TT1-400°C/15min.)
$Co_{75}Si_{15}B_{10}$	0.479	0.581 (TT1-400°C/15min.)
$Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$	0.512	-----
$Fe_{81}B_{135}Si_{35}C_2$	0.312	0.391 (TT4-400°C/120min.)

Tabela VIII - Valores para a magnetização remanente na ausência de tensão aplicada mr(0), para as várias amostras estudadas.

Usando a expressão corrigida para $1/\sqrt{e2f}$, queremos, primeiramente, examinar se as curvas experimentais obtidas para $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ são reproduzidas. Posteriormente, vamos verificar se a relaxação térmica das tensões internas observada para a amostra $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$ (Figura XXV), pode ser prevista pelo modelo corrigido. Temos que investigar também se os efeitos de não linearidade das curvas de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ observados nas amostras em certas faixas de campo $H_{\parallel}$ podem ser estudados.

Para o caso de Metglas 2605 SC ($Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$), substituímos na expressão (1.42) os valores:

$Ms = 170.7$ emu/g

$\lambda_s = 31.8 \times 10^{-6}$

$Hs = 202$ Oe

$mr(0) = 0.312$

Na figura XXVII apresentamos uma série de curvas calculadas para $1/\sqrt{e2f}$ em função de $H_{\parallel}$, tendo o campo $H_{\perp}$ como parâmetro. Neste cálculo, usamos $\bar{\sigma}_c = -90$ MPa, que é um valor usual para uma amostra não tratada termicamente. Também usamos a relação de Albenga para materiais com $\lambda_s > 0$, $[mr(0)\cdot\bar{\sigma}_t + (1 - mr(0))\cdot\bar{\sigma}_t = 0]$, para calcular a tensão de distenção média $\bar{\sigma}_t$ e as expressões (1.40) para calcular os campos Hc e Ht. A projeção destas curvas cruza o eixo das abcissas no ponto $H_o = 220 \pm 2$ Oe. Como podemos ver na figura XXIII, o valor obtido experimentalmente para o campo projetado H_o para esta liga é 208 ± 5 Oe.

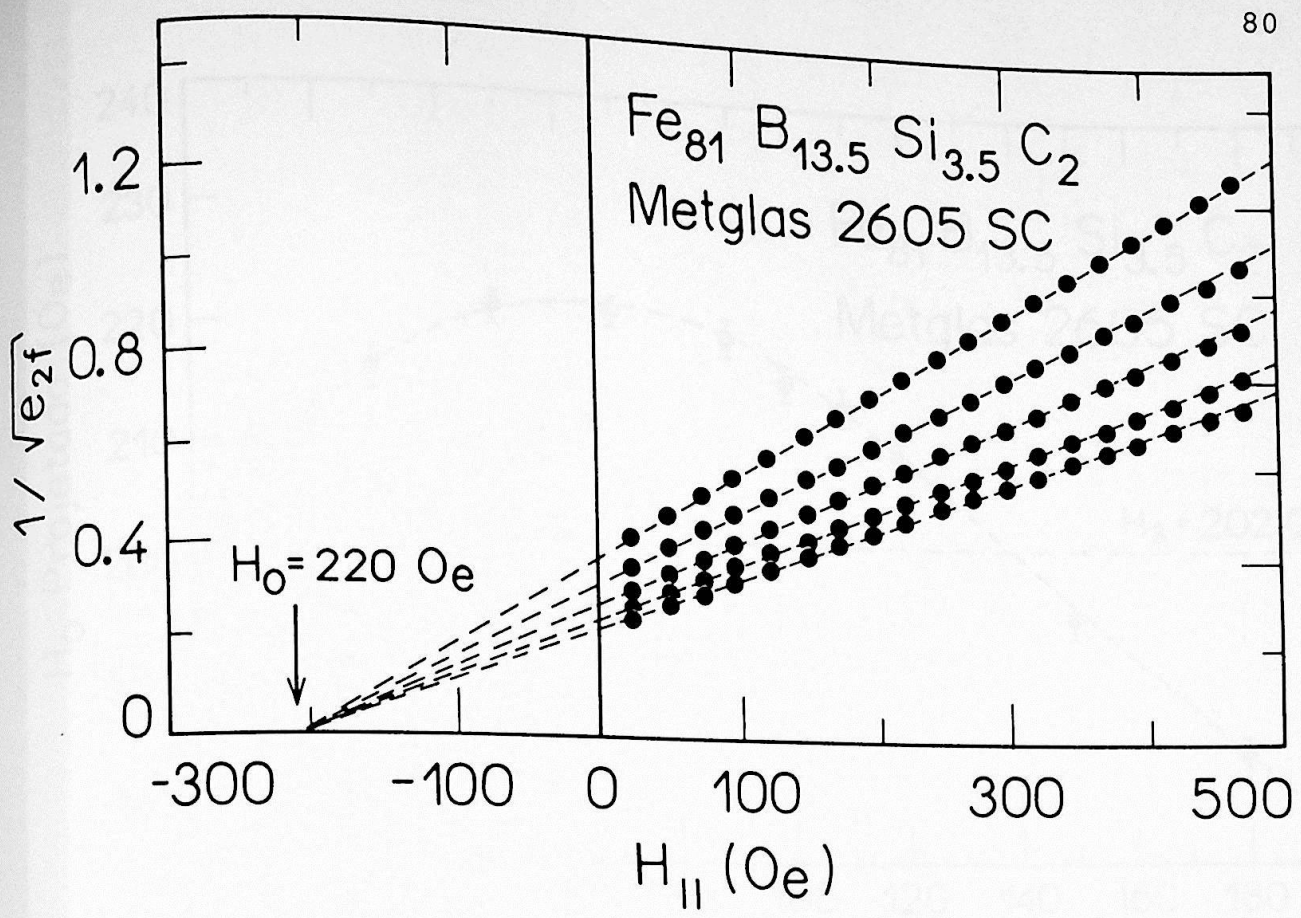


Figura XXVII - Valores calculados através da expressão (1.42) para $1/\sqrt{e2f}$, em função do campo $H_{\parallel}$ para vários campos $H_{\perp}$.

Na figura XXVIII, colocamos os dados do campo H_o projetado em função da tensão compressiva média $\bar{\sigma}_c$. Os parâmetros Ms, λ_s, mr(0) e Hs foram mantidos constantes. Observamos que, para valores baixos de $\bar{\sigma}_c$, a projeção H_o fica bastante próxima do campo de anisotropia de forma Hs. Para valores maiores de tensões internas, ou seja, quando as contribuições magnetoelásticas Hc e Ht são comparáveis com o campo de anisotropia de forma na expressão (1.42), observamos que a projeção H_o calculada assume valores mais altos que o valor de Hs. Saímos dos limites de validade da equação quando usamos valores muito altos para $\bar{\sigma}_c$, de forma que os campos Hc e Ht calculados se tornem muito maiores que os possíveis campos aplicados $H_{\parallel}$.

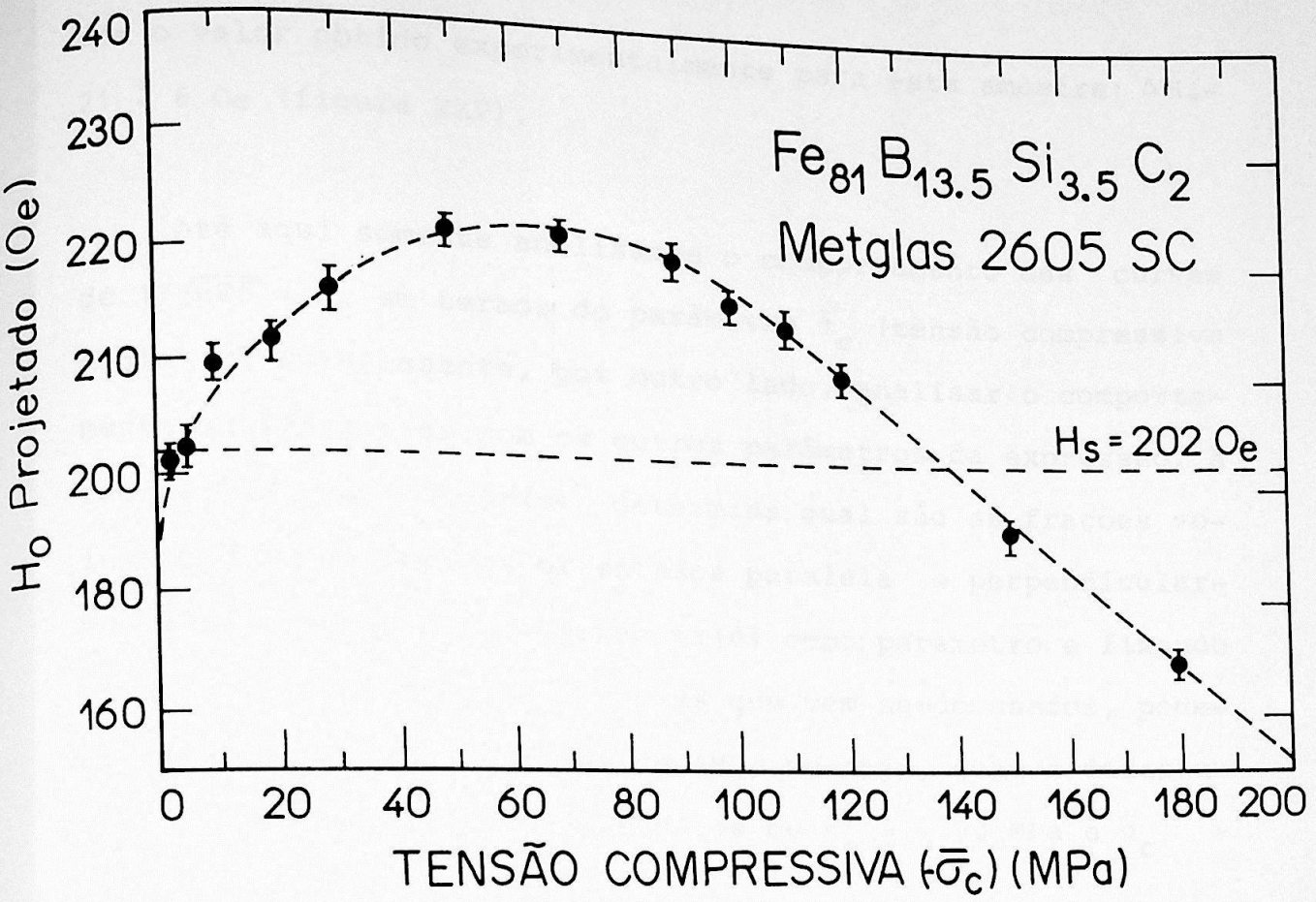


Figura XXVIII - Campo projetado H_o em função da tensão compressiva $\bar{\sigma}_c$. O valor de H_o é obtido do ajuste dos valores calculados de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ segundo a expressão (1.42).

Escolhendo os limites: $\bar{\sigma}_c = -90$ MPa como sendo o valor da tensão compressiva média de uma amostra não tratada termicamente; e $\bar{\sigma}_c = -5$ MPa como a tensão compressiva da mesma amostra após um processo de relaxação das tensões internas, observamos que as curvas de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ cruzam o eixo das abcissas em diferentes pontos. Os valores calculados são: quando $\bar{\sigma}_c = -90$ MPa, temos $H_o = 220 \pm 2$ Oe, e por sua vez, quando $\bar{\sigma}_c = -5$ MPa, temos $H_o = 201 \pm 2$ Oe. O valor obtido para Ho no caso da amostra com poucas tensões internas corresponde ao valor da anisotropia de forma H_s. A diferença de campo projetado $\Delta H_{\parallel} = 19 \pm 2$ Oe, está em excelente concordância

com o valor obtido experimentalmente para esta amostra: $\Delta H_{\parallel} \sim 21 \pm 6$ Oe (figura XXV).

Até aqui somente analisamos o comportamento das curvas de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ em termos do parâmetro $\bar{\sigma}_c$ (tensão compressiva média). É interessante, por outro lado, analisar o comportamento destas curvas com os outros parâmetros da expressão. A remanência reduzida mr(0) determina qual são as frações volumétricas de domínios orientados paralela e perpendicularmente ao eixo da fita. Usando mr(0) como parâmetro e fixando os mesmos valores de Ms, λ_s e Hs que vem sendo usados, podemos determinar qual o valor de $\Delta H_{\parallel}$, ou seja, qual a diferença entre as projeções H_o nos casos de $\bar{\sigma}_c$ = - 90 MPa e $\bar{\sigma}_c$ = - 5 Oe .

Na figura XXIX colocamos os valores calculados para $H_{\parallel}$ em função de mr(0). Observamos que para valores pequenos de mr(0), a projeção H_o para $\bar{\sigma}_c$ alto (corespondendo a uma fita tensionada) é maior que H_o para $\bar{\sigma}_c$ baixo (correspondendo a uma fita com as tensões internas relaxadas), e, portanto, a diferença é positiva. Para valores altos de mr(0) ocorre exatamente o inverso, H_o para a amostra com $\bar{\sigma}_c$ = - 90 MPa é menor que o valor de H_o para a amostra com $\bar{\sigma}_c$ = - 5 MPa, ou seja, $\Delta H_{\parallel}$ é negativo. O valor obtido para $\bar{\sigma}_c$ pequeno muda muito pouco com mr(0), ou seja, sofre pequenas flutuações em torno da anisotropia de forma Hs = 202 Oe. Isto significa que quando $\bar{\sigma}_c$ é grande, as contribuições magnetoelásticas Hc e Ht são comparáveis a Hs e, portanto, os efeitos de relaxação térmica são reproduzidos. Na figura XXIX, podemos obser-

var mais nitidamente que a diferença $\Delta H_{\shortparallel}$ obtida quando o mr(0) experimental está em boa concordância com a $\Delta H_{\shortparallel}$ experimental (Figura XXV).

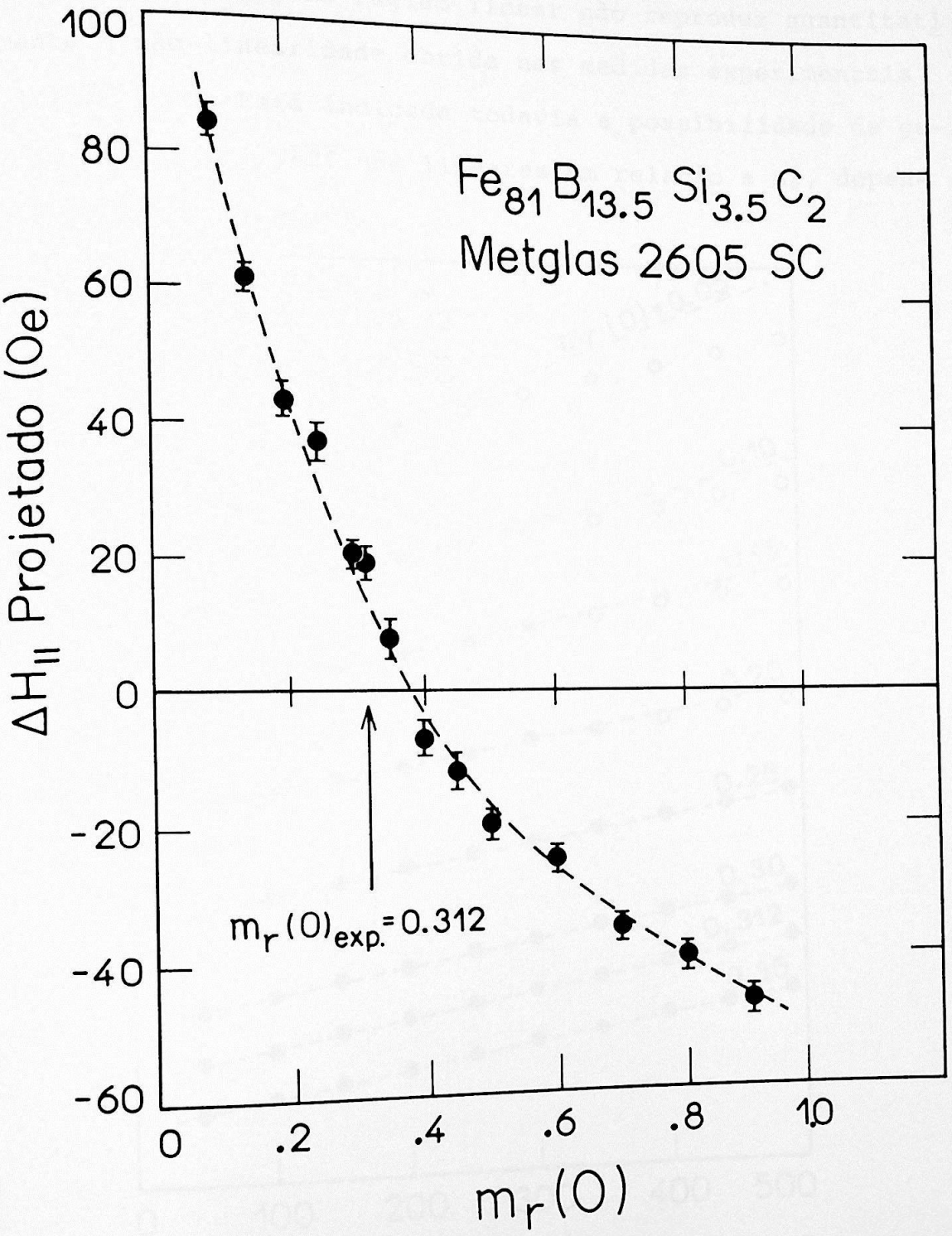


Figura XXIX - Diferença $\Delta H_{\shortparallel}$ entre os campos H_o para os casos $\bar{\sigma}_c$ = -90 MPa e $\bar{\sigma}_c$ = - 5MPa, em função do valor de mr(0). Os valores são obtidos a partir de (1.42).

Na figura XXX, superpomos curvas de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ para alguns valores de mr(0). Observamos que para valores baixos de mr(0), as curvas apresentam uma região linear pequena. Contudo, esta diminuição da região linear não reproduz quantitativamente a não-linearidade obtida nas medidas experimentais de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$. Está indicada todavia a possibilidade de gerar-se dados de $1/\sqrt{e2f}$ não lineares em relação a $H_{\parallel}$, dependendo do valor de mr(0).

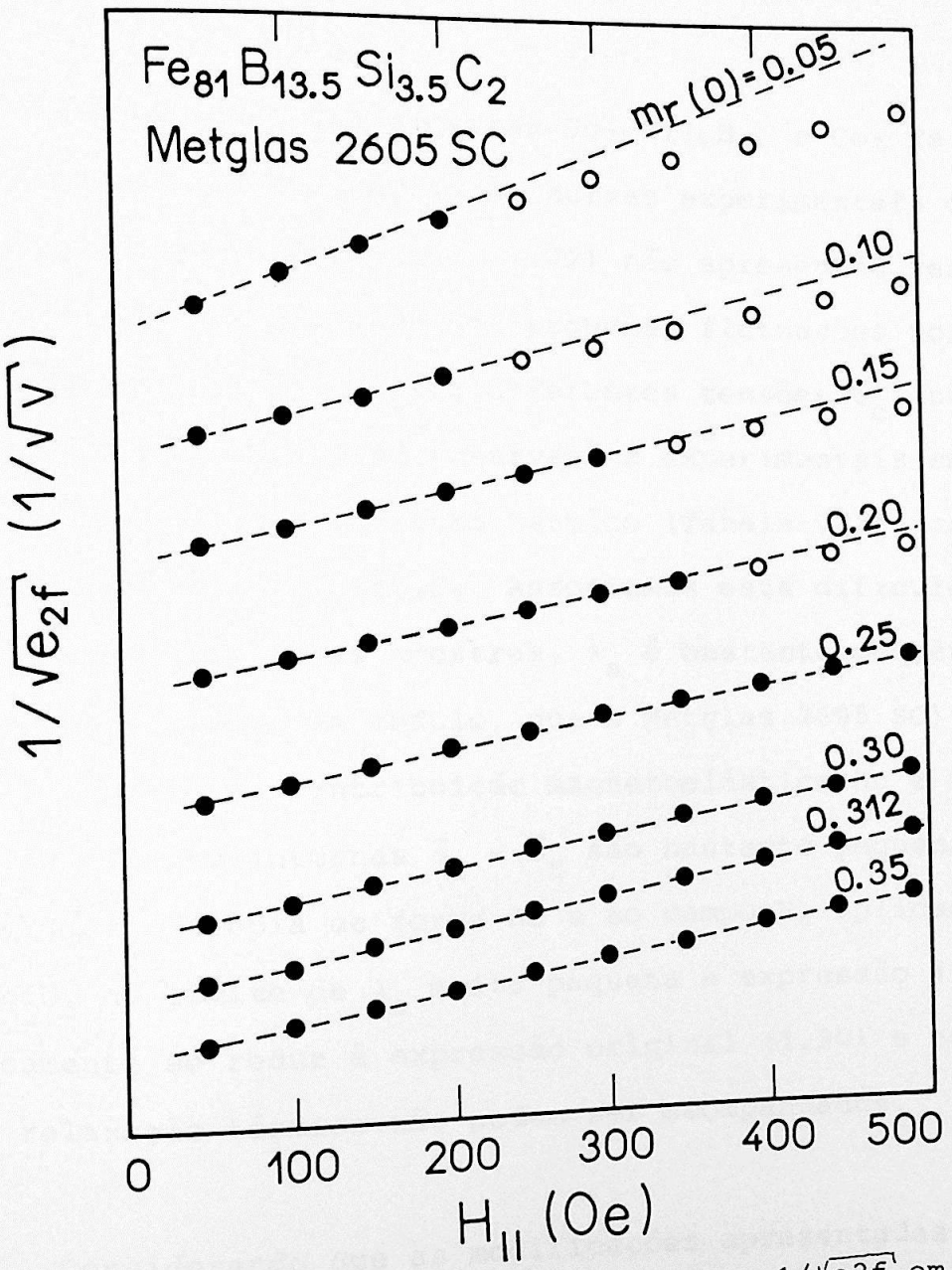


Figura XXX - Valores calculados para $1/\sqrt{e2f}$ em função de $H_{\parallel}$ para diferentes mr(0) na expressão (1.42).

Assim sendo, para o Metglas 2605 SC ($Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$), usando o modelo de Narita *et al.* [10] modificado, podemos explicar a diferença observada na projeção Ho entre a amostra "as-quenched" e a amostra tratada termicamente. O valor calculado teoricamente para esta diferença está bem próxima do valor obtido experimentalmente. Além disto notamos que o peso dos parâmetros $\bar{\sigma}_c$ e mr(0) para o cálculo de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\perp}$ é muito grande, pois as curvas são bastante sensíveis a modificações nestes valores.

Para o caso das amostras $Co_{75}Si_{15}B_{10}$ e $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$, a tentativa de reproduzir as curvas experimentais de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\perp}$ através da expressão (1.42) não apresentou resultados bons. Apesar de percebermos pequenas flutuações nos valores de $1/\sqrt{e2f}$ calculados para diferentes tensões $\bar{\sigma}_c$, não foi possível reproduzir-se as observações experimentais em $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\perp}$ em função de tratamento térmico (Tabela VII), como fizemos para o $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$. Associamos esta dificuldade ao fato de que para estas amostras, λ_s é bastante pequeno (~10 e ~50 vezes menor, em módulo, que o Metglas 2605 SC). Quando λ_s é pequeno, a contribuição magnetoelástica Hc e Ht dadas pelas tensões internas $\bar{\sigma}_c$ e $\bar{\sigma}_t$ são bastante pequenas comparadas à anisotropia de forma Hs e ao campo $H_{\perp}$ aplicado. Assim sendo, no limite de λ_s muito pequena a expressão (1.42) praticamente se reduz à expressão original (1.30) e os efeitos de relaxação térmica não podem ser acompanhados.

Considerando que as modificações apresentadas são bastante simples e limitadas (pois impõe-se que os domínios mag

néticos e a distribuição de tensões estão presentes apenas no plano da fita), os resultados obtidos de uma forma geral são bastante satisfatórios.

Uma observação experimental que não reproduzimos quantitativamente através do modelo corrigido é a não-linearidade das curvas de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ (figura XXIII). Estas curvaturas podem estar associadas às próprias limitações técnicas do modelo. Para estes casos talvez devêssemos levar em consideração distribuições de domínios mais complexas, e não apenas a de domínios no plano da fita. Hernando *et al.*[35] reportaram efeitos semelhantes para as curvas de $1/\sqrt{e2f}$ x $H_{\parallel}$ usando uma técnica parecida com a que utilizamos. Estes autores usam a passagem de uma corrente na amostra para gerar um campo transversal $H_{\perp}$ e não uma bobina. Como a intensidade da corrente deve ser limitada para evitar aquecimento excessivo na amostra, os campos $H_{\perp}$ produzidos são muito pequenos.

III.D - TÉCNICA DE LUBORSKY, BECKER E McCARY PARA ESTUDAR A RELAXAÇÃO DE TENSÕES EM FITAS AMORFAS

Uma maneira de acompanhar a relaxação das tensões internas em uma fita amorfa foi proposta por Luborsky *et al.*[11]. Este método é largamente utilizado industrialmente por ser simples e prático. Basicamente, utiliza-se nesta técnica a variação, com tratamentos térmicos, da forma física de um

trecho de uma fita amorfa.

Tivemos interesse em utilizar esta técnica porque não observamos para a liga $Co_{71} Fe_4 Si_{15} B_{10}$, a relaxação das tensões internas. Conforme vimos na seção III.A, o valor obtido para $\bar{\sigma}_c$ nesta liga, através das medidas por efeito Villary, não varia muito após sucessivos tratamentos térmicos acima da temperatura de Curie.

Na técnica de Luborsky *et al.*[11], a fita é enrolada formando um anel e colocada dentro de um tubo de quartzo de forma que mantenha o raio de curvatura do tubo. Se não for realizado um tratamento térmico, quando a fita é retirada do tubo ela perde a curvatura, porque as tensões mecânicas envolvidas no processo de curvá-la são pequenas o suficiente para garantir um comportamento elástico. As tensões internas presentes nas fitas forçam-na para eliminar esta curvatura. Contudo, através de ativação térmica estas tensões podem ser relaxadas. Assim, após sucessivos tratamentos térmicos, a fita gradativamente vai adquirindo um raio de curvatura mais próximo do raio do tubo.

Portanto, a idéia desta técnica de medida é fazer sucessivos tratamentos térmicos em uma fita enrolada dentro de um tubo e medir o raio de curvatura que ela toma quando é retirada após cada um dos tratamentos.

A sistemática da medida é a seguinte: recorta-se um trecho da fita que tenha aproximadamente o perímetro interno do

tubo e medir o raio de curvatura que ela toma quando é retirada após cada um dos tratamentos.

A sistemática da medida é a seguinte: recorta-se um trecho da fita que tenha aproximadamente o perímetro interno do tubo de quartzo ($\sim 2 \cdot \pi \cdot Rs$). A fita é enrolada e colocada dentro do tubo com o cuidado de mantê-la na perpendicular em relação ao eixo longitudinal. O tubo é então acoplado a um sistema de vácuo (bomba mecânica $\sim 10^{-2}$ Torr), de forma a evitar oxidação durante o tratamento térmico.

O primeiro tratamento térmico para cada amostra foi feito a 50°C por 15 minutos. Passado este tempo de tratamento, retiramos a fita de dentro do tubo e determinamos o seu raio de curvatura. Usamos um papel milimetrado para fazer esta determinação. A incerteza aproximada para o valor da temperatura do forno é 5% e para a medida do raio no papel milimetrado é de ~8%.

Após esta determinação do raio de curvatura da fita, repetimos novamente a operação, colocando-a novamente no tubo e fazendo o novo tratamento a uma temperatura mais elevada. Este processo é repetido sucessivamente até temperaturas próximas à temperatura de cristalização Tx de cada amostra (~500°C). Todos os tratamentos foram feitos por 15 minutos.

Na Tabela IX abaixo damos os valores dos raios determinados após cada tratamento térmico, para as amostras $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$, $Co_{75}Si_{15}B_{10}$ e $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$. As amostras foram

recortadas das fitas utilizadas anteriormente nas medidas de λ_s.

TEMPERATURA (°C)	$Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$		$Co_{75}Si_{15}B_{10}$		$Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$	
	Ra(mm)	Rs/Ra	Ra(mm)	Rs/Ra	Ra(mm)	Rs/Ra
50	670	0.014	184	0.048	126	0.071
100	670	0.014	204	0.044	101	0.088
150	216	0.041	95	0.094	61	0.147
200	58	0.152	34	.0.262	34	0.258
250	31	0.290	22	0.404	18	0.481
300	16	0.570	13	0.685	12	0.706
350	11	0.809	10	0.89	9.3	0.937
400	9.3	0.937	8.9	1.0	8.9	1,0
450	8.9	1.0	8.9	1.0	8.9	1.0
500	-	-	-	-	8.9	1.0

Tabela IX - Raios de curvatura Rs e razão Rs/Ra em função da temperatura de tratamento térmico para as amostras estudadas.

Apresentamos nas figuras XXXI, XXXII e XXXIII as curvas de Ra/Rs (razão entre o raio da fita a cada temperatura Ra e o raio do tubo de quartzo Rs) em função da temperatura de tratamento térmico. Podemos observar que o comportamento para as três amostras é bastante parecido. À aproximadamente 400°C, o raio de curvatura das amostras já é o raio interno do tubo, de forma que todas as tensões internas foram relaxadas. Entretanto, este resultado não explica satisfatoriamente a não-relaxação das tensões internas na liga $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$, observada anteriormente.

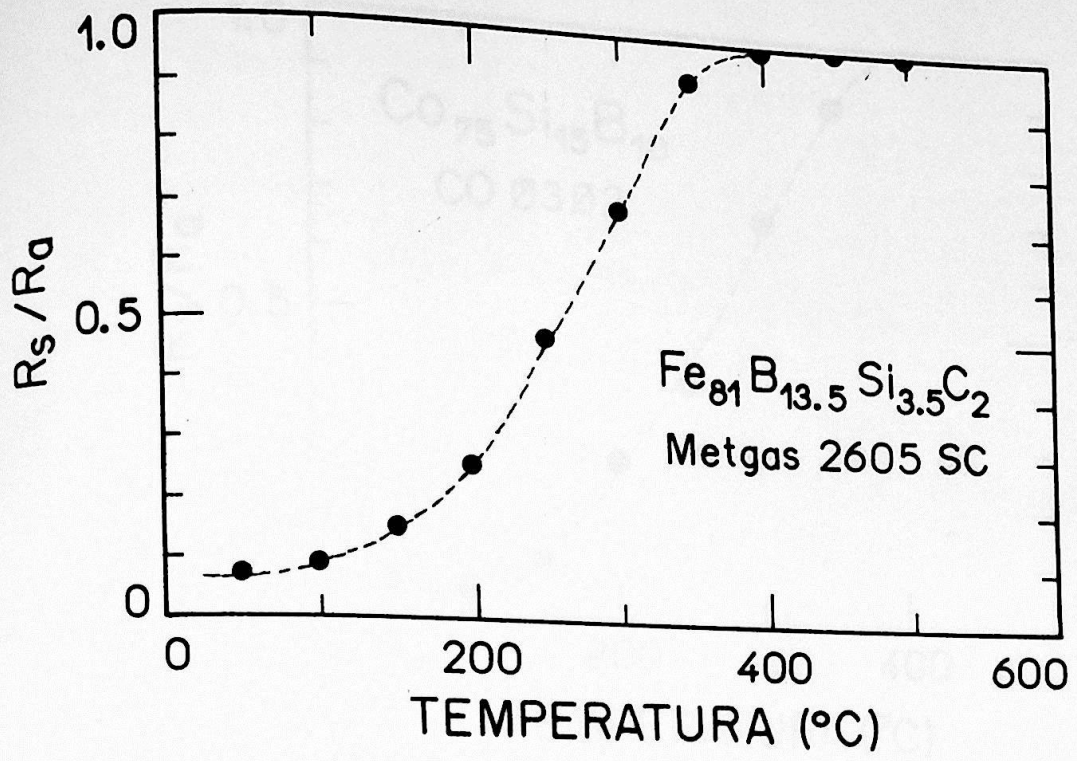


Figura XXXI - Resultados de Rs/Ra em função da temperatura de tratamento.

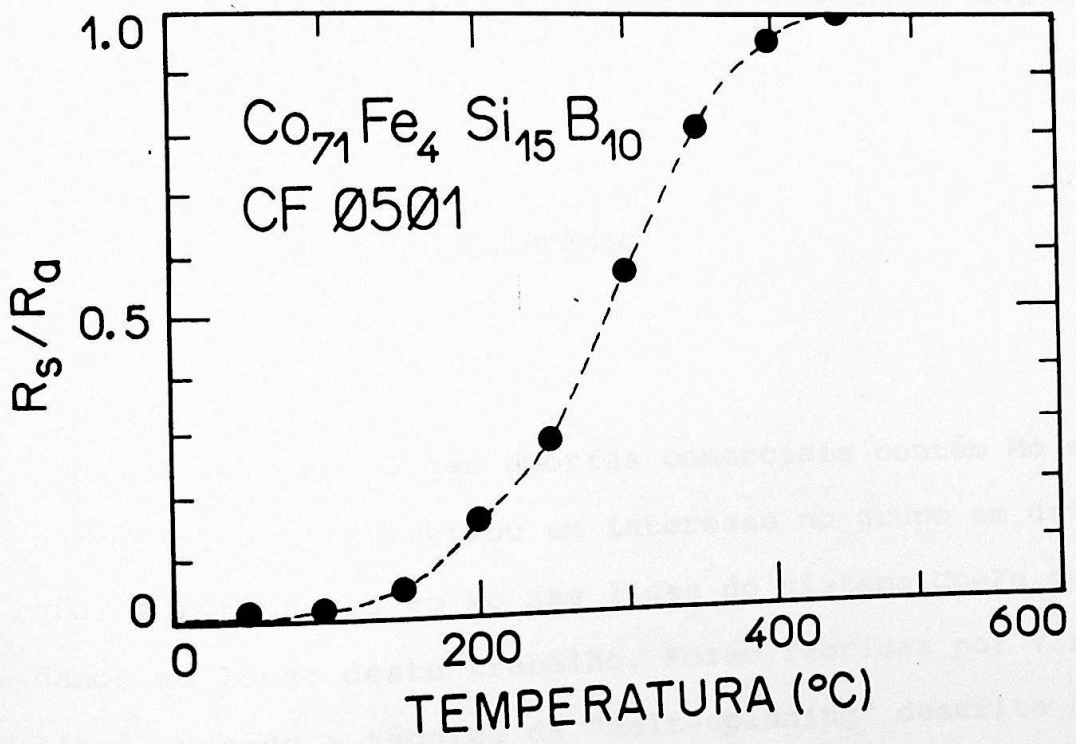


Figura XXXII - Resultados para Rs/Ra em função da temperatura de tratamento térmico.

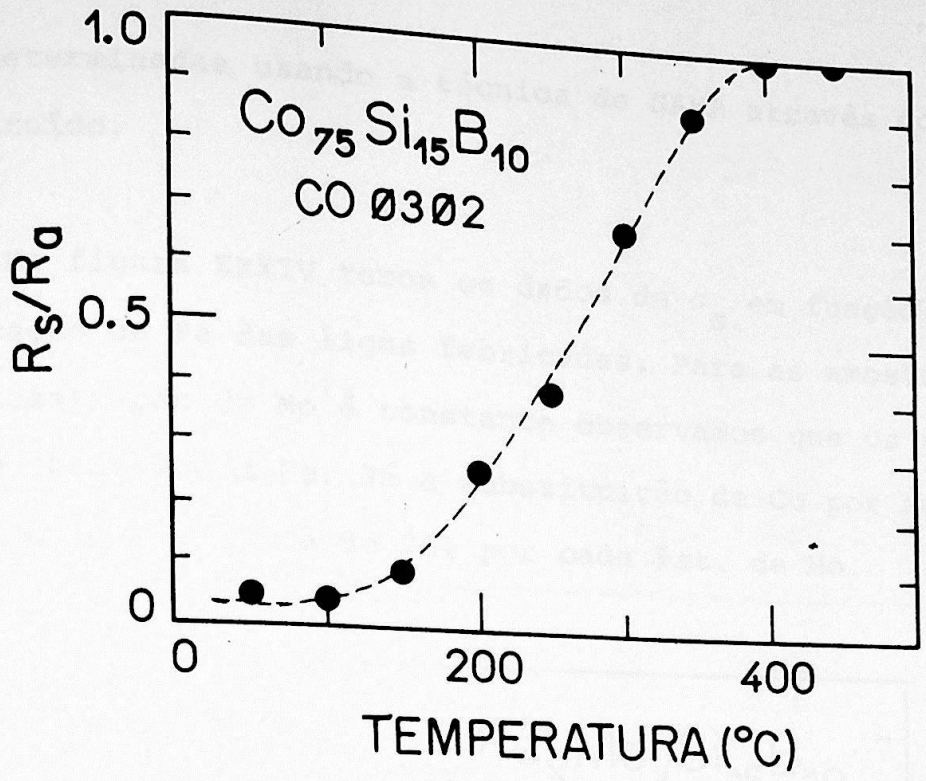


Figura XXXIII - Resultados para Rs/Ra em função da temperatura de tratamento térmico.

III.E - LIGAS COM MOLIBDÊNIO

Algumas das ligas amorfas comerciais contêm Mo em sua composição. Isto motivou um interesse no grupo em determinar qual a influência do Mo nas ligas do sistema Co-Fe que estudamos ao longo deste trabalho. Foram fabricas por Virgínia Altoé, usando a técnica de "melt-spinning" descrita na seção II.A, ligas amorfas de composição $Co_{75-x-y}Fe_xMo_ySi_{15}B_{10}$ (onde x = 0, 2, 4 e 6; y = 0, 2 e 4), O momento magnético específico σ_s e a temperatura de Curie T_c das amostras foram determinadas usando magnetômetro de amostra vibrante por Antonio D. Santos e a magnetostricção de saturação λ_s das amostras fo-

ram determinadas usando a técnica de SAMR através do sistema construído.

Na figura XXXIV temos os dados de σ_s em função da concentração de Fe das ligas fabricadas. Para as amostras onde a concentração de Mo é constante observamos que σs aumenta com a inclusão de Fe. Já a substituição de Co por Mo reduz fortemente σs, cerca de 20% por cada %at. de Mo.

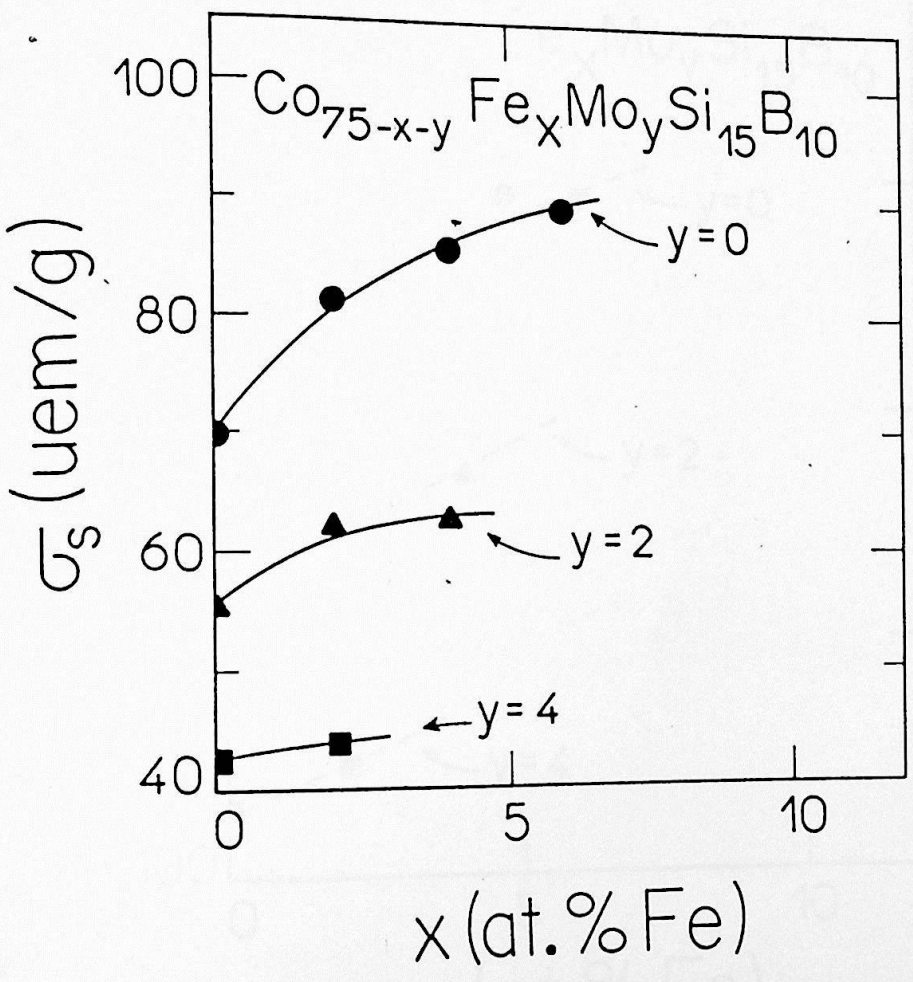


Figura XXXIV - Dados de momento específico σ_s em função da concentração de Fe e Mo.

Apresentamos na figura XXXV os dados de Temperatura de Curie Tc em função da concentração de Fe das ligas fabricadas. O comportamento observado aqui é bastante parecido com aquele visto para σ_s x %Fe, ou seja, para as amostras com uma mesma concentração de Mo, Tc cresce quase linearmente com o aumento da concentração de ferro. A substituição de Co por Mo nestas ligas reduz fortemente Tc, ~50°C por %at. de Mo.

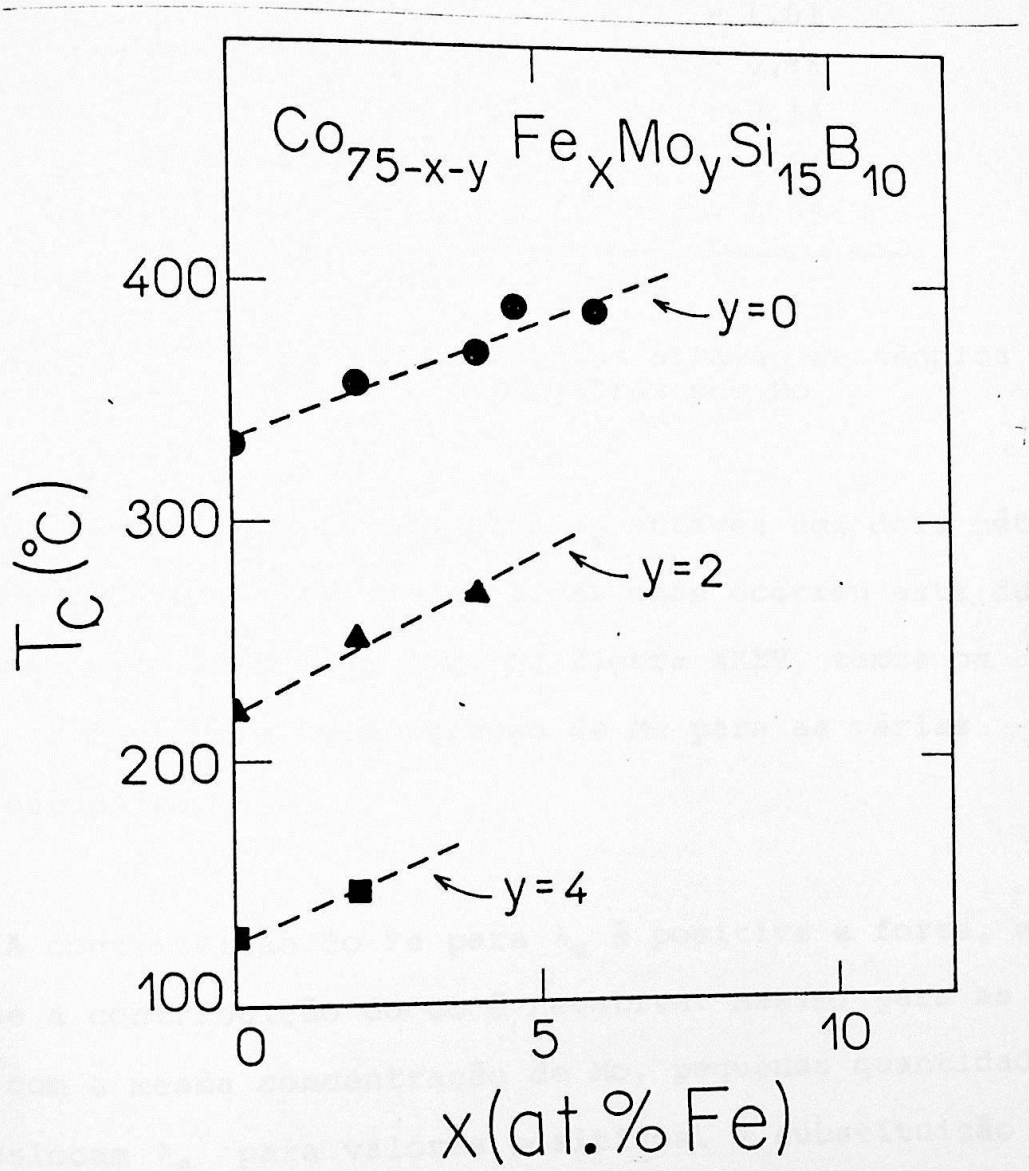


Figura XXXV - Dados de temperatura de Curie Tc em função da concentração de Fe e Mo para as amostras estudadas.

Os valores obtidos para λ_s nestas amostras por SAMR para as ligas contendo molibdênio estão dados na tabela X abai

xo, enquanto que os valores de λ_s obtidos por efeito Villary estão na Tabela IV.

COMPOSIÇÃO	λ_s (x 10^{-6})
$Co_{75}Si_{15}B_{10}$	- 3.10
$Co_{73}Fe_{02}Si_{15}B_{10}$	- 1.30
$Co_{71}Fe_{04}Si_{15}B_{10}$	- 0.66
$Co_{69}Fe_{06}Si_{15}B_{10}$	+ 0.53
$Co_{71}Fe_{02}Mo_{02}Si_{15}B_{10}$	- 1.01
$Co_{69}Fe_{02}Mo_{04}Si_{15}B_{10}$	- 0.48
$Co_{69}Fe_{04}Mo_{02}Si_{15}B_{10}$	+ 0.13
$Co_{73}Mo_{02}Si_{15}B_{10}$	- 1.74
$Co_{71}Mo_{04}Si_{15}B_{10}$	- 1.05

Tabela X – Dados de λ_s obtidos através da técnica de SAMR para as amostras com Mo.

Os resultados obtidos para λ_s através dos dois métodos (SAMR e efeito Villary), nas ligas onde ocorreu esta dupla determinação, concordam bem. Na figura XXXV, temos os dados de λ_s em função da concentração de Mo para as várias amostras estudadas.

A contribuição do Fe para λ_s é positiva e forte, enquanto que a contribuição do Co é negativa. Assim, para as amostras com a mesma concentração de Mo, pequenas quantidades de Fe deslocam λ_s para valores positivos. A substituição de Fe por Mo desloca λ_s para valores negativos. Já a substituição de Co por Mo desloca λ_s para valores mais positivos.

Concluímos que o controle da concentração de Mo nas amostras é um fator muito importante. As variações na tempera

tura de Curie e no momento das amostras são bastante sensíveis à presença do Mo. Além disto, para se obter ligas com λ_s muito próximo a zero, podemos utilizar as curvas apresentadas na figura XXXVI, já que a magnetostricção λ_s de uma amostra, também é bastante sensível a pequenas porcentagens de Mo.

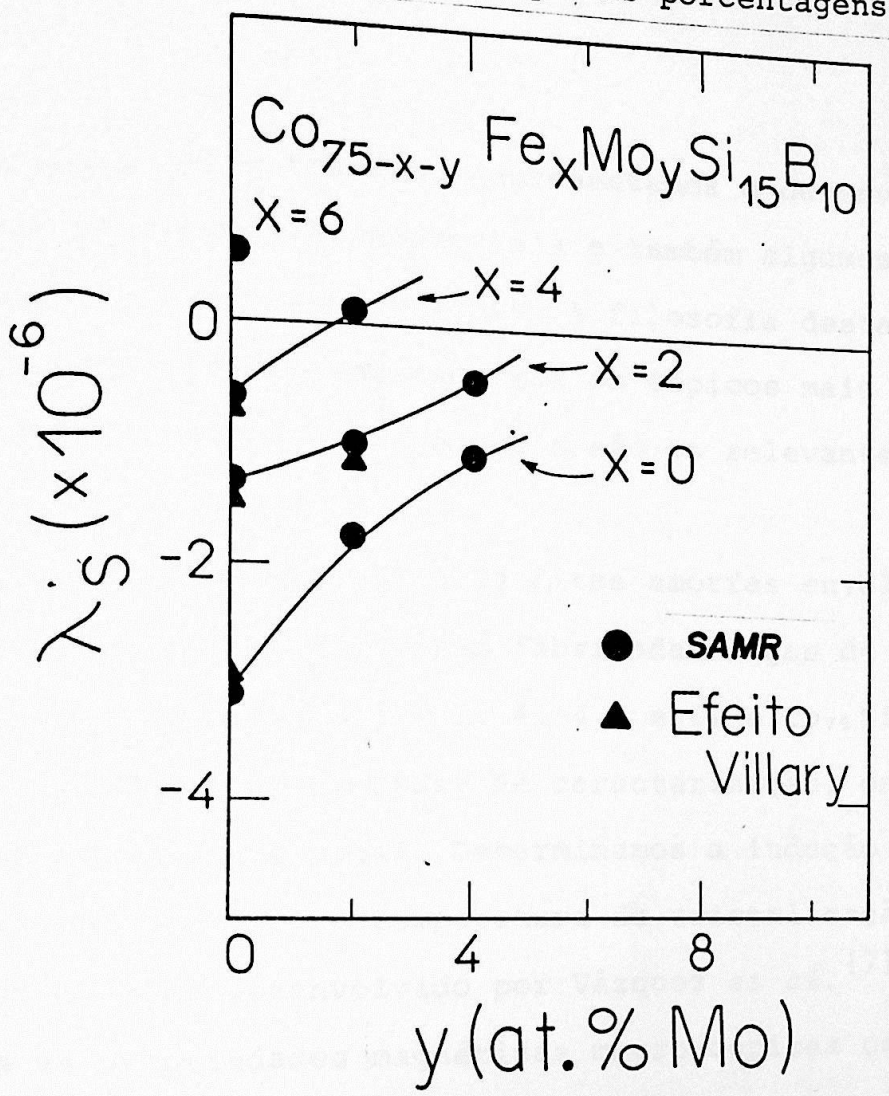


Figura XXXVI - Magnetostricção de saturação λ_s em função de Fe e Mo nas amostras do sistema $Co_{75-x-y}Fe_xMo_ySi_{15}B_{10}$.

CONCLUSÕES

Ao longo deste trabalho, apresentamos o desenvolvimento de certas atividades experimentais e também algumas reflexões sobre os resultados obtidos. A filosofia desta seção nasce da necessidade de destacarmos os tópicos mais gerais do trabalho e estabelecer-se quais são os relevantes.

O processo de obtenção das fitas amorfas envolve a técnica de "melt-spinning". Foram fabricadas ligas de composição $Co_{75-x}Fe_xSi_{15}B_{10}$ (com x = 2, 4, 4.6 e 6) e $Co_{75}Si_5B_{20}$. As amostras sofreram um processo de caracterização, onde foram utilizadas várias técnicas. Determinamos a indução Bs, a temperatura de Curie Tc, a temperatura de cristalização Tx. Usando um modelo, desenvolvido por Vázquez *et al.*[7], que relaciona as propriedades magnéticas macroscópicas com a distribuição de tensões internas das fitas, determinou-se a magnetostricção λ_s, a anisotropia K_o e a tensão compressiva $\bar{\sigma}_c$ das amorfas estudadas. A influência de tratamentos térmicos de relaxação dos parâmetros do modelo de Vázquez *et al.*[7] foi determinada para uma liga de composição $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$. Os resultados obtidos estão em excelente acordo com os resultados da literatura.

Como através da técnica envolvida neste modelo só é possível estudar os materiais com λ_s negativa, construímos um equipamento de medida de λ_s, onde a determinação independe do seu sinal. Este processo de medida foi proposto por Narita *et al.*[10] e usa a rotação da magnetização por pequenos ângulos - "SAMR". Usando este equipamento determinamos λ_s de amostras de composição $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$, $Co_{75}Si_{15}B_{10}$ (λ_s negativa) $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$, $Fe_{40}Ni_{40}P_{14}B_6$ (λ_s positiva). Todos os valores de λ_s obtidos apresentam excelente concordância com a literatura.

Modificamos o modelo proposto por Narita *et al.*[10] pela inclusão de termos representando as contribuições magnetoelásticas dadas pelas tensões internas às fitas. A forma de determinar-se a magnetostricção λ_s das amostras não é modificada com estas correções ao modelo. Entretanto, através destas modificações tornou-se possível acompanhar o processo de relaxação das tensões internas por tratamentos térmicos.

Os resultados experimentais obtidos para a liga $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$ com tratamento térmico são muito bem reproduzidos por simulações feitas usando as expressões obtidas através das correções introduzidas no modelo de Narita *et al.*[10]. Para as amostras com $\lambda_s<0$ estudadas, estas simulações não apresentaram resultados tão bons para o processo de relaxação térmica. Contudo, no limite de λ_s pequenos, que é o caso das amostras que estudamos, as nossas correções ao modelo passam a ser praticamente desprezíveis. Neste caso, a utilização ou não do modelo corrigido é irrelevante.

Usamos também a técnica de SAMR para determinar λ_s de uma série de amostras que tem Mo em sua composição. Observamos que a presença de Mo em ligas do sistema Co-Fe diminui acentuadamente tanto o momento específico σ_s, quanto a temperatura de Curie Tc. Além disto, o Mo desloca a magnetostricção λ_s das ligas Co-Fe para valores mais positivos.

Obter informações sobre as tensões internas presentes em fita amorfa através de medidas magnéticas é um processo bastante difícil. Utilizamos uma técnica proposta por Luborsky *et al.*[11] para estudar a relaxação térmica das tensões que tem a vantagem de ser bem mais simples. Os resultados observados para as amostras $Co_{75}Si_{15}B_{10}$, $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$ e $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$ são bastante parecidos. Para esta última, não conseguimos reproduzir a não relaxação observada nas medidas por efeito Villary. Isto deve indicar que os efeitos de relaxação estrutural em amorfos deve ser ainda melhor examinado.

As perspectivas de continuação de trabalho nesta linha são animadoras. O grupo de materiais amorfos do IFUSP já conta com um novo "melt-spinner", capaz de produzir fitas de até 8 mm e existe a possibilidade de aumentar-se esta largura ainda mais. Foi construído também um novo traçador de curvas de histerese, onde as características de funcionamento foram otimizadas. Desta forma, o processo de fabricação das fitas e a caracterização das amostras está mais agilizado.

A construção do sistema de medida de λ_s por SAMR em um criostato (seção II.D) abriu possibilidades naturais para uma sequência deste trabalho. Pretendemos expandir as medidas de λ_s para temperatura de nitrogênio líquido e também para temperaturas mais altas. Vamos poder, através destes resultados, estudar a dependência de λ_s com a temperatura e interpretá-los em termos das contribuições de um-íon e dois-íons (seção I.A). Uma melhor compreensão dos efeitos magnetoelásticos nos materiais amorfos pode ser alcançada.

Além disto pretendemos estudar alguns aspectos das possíveis aplicações destes efeitos magnetoelásticos em dispositivos eletrônicos. Finalmente, os efeitos de "crossover", com tratamentos térmicos, como o observado na liga $Co_{71}Fe_4Si_{15}B_{10}$ (seção III.A) também são interessantes, de maneira que o estudo dos fenômenos de relaxação estrutura por tratamento térmico deve ser expandido.

REFERÊNCIAS

1. TSUEI, C. C. e DUWEZ, P. - J. APPL. PHYS. Vol. 37 (1966), 435.

2. GILMAN, J.J. - PHYSICS TODAY, Vol. 28(5) (1975), 46.

3. LUBORSKY, F.E. - AMORPHOUS MAGNETISM II, (R.A. Levy e R. Hasegawa eds.) Plenum Press, (1977), 345.

4. LUBORSKY, F.E., FRISCHMANN, P.G. e JOHNSON, L.A. - J. MAG, MAGN. MAT., vol. 8 (1978), 318.

5. BOLL, R. e WARLIMONT, H. - IEEE TRANS. MAGN., Vol. MAG-17 (6). (1981), 3053.

6. SANTOS, A.D. - DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, IFUSP, 1986.

7. VASQUEZ, M., FERNENGEL, W. e KRONMULLER, H. - PHYS. STAT. SOL.(a). Vol. 80 (1983), 195.

8. SANTOS, A.D., SEVERINO. A.M. e MISSELL, F.P. - J. MAG. MAGN. MAT., Vol. 60 (1986), 153.

9. SEVERINO, A.M., SANTOS, A.D. e MISSELL, F.P. - IEEE TRANS

MAGN., Vol. MAG-22(5) (1986),433.

10. NARITA, K., YAMASAKI, J. e FUKUNAGA, H. - IEEE TRANS. MAGN. vol. MAG-12(2) (1980), 435.

11. LUBORSKY, F.E., BECKER, J.J. e McCARY, R.O. - IEEE TRANS. MAGN., Vol. MAG-11(6) (1975), 1644.

12. HILZINGER, H.R., HERZER, G. e WENGERTER, R. - PROC. 5th INT. CONF. RAPIDLY QUENCHED METALS RQ5, (S. Steeb e H. Warlimont eds.) Elsevier Science Publishers B.V., (1985), 1263.

13. SANTOS, A.D., SEVERINO, A.M. e MISSELL, F.P., ANAIS DO 7º CBECIMAT, UFSC, Florianópolis, (1986), 103.

14. CALLEN, E.R. e CALLEN, H.B - PHYSICAL REVIEW, vol. 129(2) (1963), 578.

15. CALLEN, E.R. e CALLEN, H.B. - PHYSICAL REVIEW, vol.139(2a) (1965), A455.

16. CALLEN, E. - J.APPL. PHYS., vol. 39(2) (1968), 519.

17. O'HANDLEY, R.C. e CHOU, C.P. - J. APPL. PHYS., vol. 49(3) (1978), 1659.

18. O'HANDLEY, R.C. - PHYSICAL REVIEW B., Vol. 18(2) (1978), 930.

19. TRÉMOLET, E. du - J. MAG. MAT., Vol. 25 (1982), 251.

20. BOZORTH, R.M. - FERROMAGNETISM, D. Van Nostrand Comp. Inc. (1951), 811.

21. HILZINGER, H.R., HILLMANN, H. e MAGER, A.J. - PHYS. STAT. SOL(a), Vol. 55 (1979), 763.

22. LACHOWICZ, H.K. e SZYNCZAK, H. - J. MAG. MAGN. MAT., Vol. 41 (1984), 327.

23. ALBENGA, G. - ATTI ACCAD. SCI. TORINO, Classe Sci. Fis.Mat. Nat., Vol. 54 (1981), 864.

24. WOJTOWICZ. P.J. e RAYL, M. - PHYS. REV. LETT., Vol. 20 (1968), 1489 .

25. KAZAMA, N., KAMEDA, M. e MATSUMOTO, T. - AIP CONF. PROCEEDINGS, Vol. 34 (1976), 307.

26. FUJIMORI, H., KIKUCHI, M, OBI. Y. e MASUMOTO, T. - JAP. J. APPL. PHYS. Vol. 13 (1976). 36.

27. NARITA, K., YAMASAKI, J. e FUKUNAGA, H. - IEEE TRANS.MAG., Vol. MAG-14(3) (1978), 1016.

28. CATALOGO DA ALLIED CORPORATION, (1982).

29. OSBORN, J.A. - PHYS. REV., Vol. 67(11) (1945), 351.

30. O'HANDLEY, R.C. e SULLIVAN, O.M. - J.APPL.PHYS., vol. 52 (1981), 1841.

31. AROCA, C., SANCHEZ, P.S. e LOPEZ, E. - IEEE TRANS. ON MAGN Vol. MAG-17(4) (1981), 1462.

32. EGAMI, T., FLANDRES, P.J. e GRAHAN, C.D. Jr.,- AIP CONF. PROC., Vol. 24 (1975), 705.

33. VAQUEZ, M., FERNENGEL, W. e KRONMULLER, H. - PHYS. STAT. SOL. (a), Vo. 80 (1983), 513.

34. HERNANDO, A., MADURGA, V., VILLAVICIENCIO, C.N. de e VASQUEZ, M - APPL. PHYS. LETT., Vol. 45(7) (1984), 802.

35. HERNANDO, A., VASQUEZ, M., MADURGA, V., ASCASIBAR, E., e LINIERS, M. - J. MAG. MAGN. MAT., Vol. 61 (1986), 39.