Caracterização de Ímãs por Meio da Visualização dos domínios Magnéticos

(Characterization of magnets by means of magnetic domains visualization)

Odilio B.G. Assis

CNPDIA - Embrapa Instrumentação Agropecuária e-mail:odilio@cnpdia.embrapa.br C. Postal 741, 13560-970 São Carlos, SP

Maurizio Ferrante

Depto de Engenharia de Materiais Universidade Federal de São Carlos - UFSCar C. Postal 676 - 13569-905 São Carlos, SP

Trabalho recebido em 5 de maio de 1997

Descreve-se neste artigo um procedimento experimental bastante simples e eficiente para a caracterização indireta da remanência magnética em imãs permanentes. O método apresenta-se como procedimento alternativo às técnicas instrumentais próprias para este tipo de medida, além de permitir uma ampla exploração conjunta dos princípio básicos do magnetismo. O exemplo prático aqui ilustrado refere-se a caracterização de um imã do sistema ternário Nd-Fe-B, embora de um modo geral o método possa ser aplicado a qualquer material ferromagnético com anisotropia magnetocristalina uniaxial. O equipamento básico utilizado nesta caracterização consiste, além do ímã, de um microscópio metalográfico ótico simples dotado de sistema polarizador de luz.

This paper describes a simple and efficient experimental technique for the indirect characterization of magnetic remanence in permanent magnets. The method can be employed as an alternative procedure to the proper tecniques for this type of characterization and also offers an opportunity for instructing the basic concept of magnetism. The practical example here illustrated concerns to Nd-Fe-B type magnet, even though the method may be carried out on any ferromagnetic material which exhibits uniaxial magnetic anisotropy. The basic apparatus consist, beyond the magnet, of a metallographic polarized light microscope.

1. Introdução

Dois parâmetros fundamentais e interligados são suficientes para uma boa caracterização de um ímã. O primeiro consiste na avaliação do quanto de magnetização é preservada após a saturação magnética sobação de um campo indutor externo e o segundo referese à resistência desta magnetização residual quando o material é exposto ao um campo cuja ação se dá no sentido contrário à direção de polarização dos momentos previamente alinhados.

O primeiro parâmetro, o mais importante, recebe o nome de Remanência Magnética (Br) e corresponde ao que popularmente é conhecido como "poder" ou "força" de atração de um ímã. O segundo, é denominado Coercividade, Força Coerciva ou mesmo Campo Coercivo (H_c) , e sua magnitude indica a resistência à desmagnetização de um ímã, classificando-o ou não ao emprego apropriado em condições severas de pulsos magnéticos contrários, tais como ocorre nos motores de passo, transformadores ou geradores elétricos (1,2).

A alternância deste ciclo "magnetização-

desmagnetização" é representada pela curva de histerese $B \times H$ de grande utilidade nos projetos de transformadores e demais dispositivos eletrotécnicos (3). O levantamento das curvas $B \times H$ para os imãs ditos "moles" (4), como as ferritas e os acos baixo carbono, é consideravelmente mais simples, visto que os campos magnetizantes necessários à indução de uma completa saturação nesses materiais não são muito intensos. No caso dos materiais magnéticos do tipo "duro" (4), principalmente os que apresentam anisotropia magnética uniaxial (5), (como o cobalto em sua forma hexagonal, as ligas como AlNiCo, Fe₂NiA1, BiMn ou os recentes e badalados ímãs baseados em terras-raras: família SmCo ou os imãs tipo NdFeB); a obtenção da curva de histerese requer equipamentos específicos e mais complexos, onde a geração de campos intensos faz-se necessário. Os aparelhos apropriados à estas medidas são o magnetômetro de amostra vibrante ou o permeâmetro de fluxo contínuo, equipamentos caros e raramente disponíveis em nossas instituições de pesquisa e ensino.

A técnica alternativa aqui apresentada, é o resultado da aplicação de desenvolvimentos teóricos- experimentais relativamente recentes (6-8), que combinados permitem o levantamento do primeiro quadrante da curva de histerese (suficiente para a caracterização da remanência e da magnetização de saturação) sem o emprego dos equipamentos citados. O método tem como base a observação direta dos domínios magnéticos e da medida de seus desvios angulares tomados com relação à direção prévia de magnetização do ímã. Os domínios são visualizados por meio de um microscópio metalográfico simples, que contudo, deve ser dotado de sistema de incidência de luz polarizada, que combinado ao uso das equações gerais características da anisotropia magnética permite a determinação da remanência B_r com bastante precisão.

2. Observação e quantização dos domínio magnéticos

Os domínios são porções de matéria nas quais a orientação dos momentos magnéticos individuais é única. A presença de estrutura de domínios em materiais fer-

romagnéticos foi inicialmente predita por P. Weiss em 1907 em seu clássico trabalho sobre a hipótese do campo molecular (9). De um modo geral, cada domínio tem dimenses típicas da ordem de microns e contém em seu interior quase que a totalidade dos átomos magneticamente alinhados, como esquematizado na Figura 1.

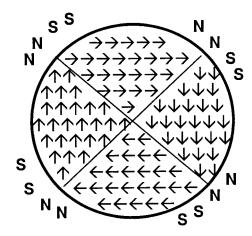


Figura 1 - Representação esquematica do alinhamento dentro dos domínios magnéticos. Entre um domínio e outro, há uma região de transição do alinhamento denominada parede de domínios ou de Block.

Uma técnica simples que torna esses domínios passíveis de observação é através da incidência de luz polarizada sobre sua superfície cuidadosamente polida (10). Na superfície há uma interação entre a luz incidente e os momentos magnéticos, onde as diversas porções orientadas em diferentes direções refletem a luz com uma leve rotação do eixo de polarização (inferior a 1°), embora preservando o ângulo de reflexão. Este efeito gera padrões visuais típicos de cada estrutura cristalina do material observado.

Ao incidir sobre dois domínios que tenham diferentes sentidos de magnetização, o feixe polarizado sofre rotação para um lado em um dos domínios, e para o lado oposto, no outro. Ao serem filtrados por um novo polarizador (denominado analisador) alinhado a 90° com um dos novos planos de polarização, ocorre a passagem dos raios polarizados em uma certa direção, extinguindo ou reduzindo significativamente os demais. Este jogo de intensidades entre polarização incidente e refletida, tem como efeito final a geração de contrastes que permitem a visualização da estrutura de domínios magnéticos do material. Na Figura 2 é esquematizada a montagem experimental básica para a obtenção deste efeito.

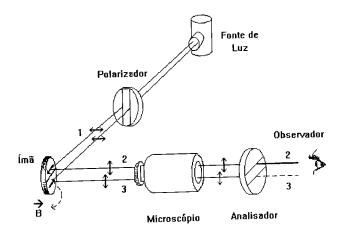


Figura 2 - Ilustração esquemática da montagem experimental para a visualização dos domínios por efeito Kerr. O feixe polarizado (1) incide sobre os domínios com alinhamentos distintos dividindo o feixe em (2) e (3). Ao encontrar o cristal analisador, este permitirá somente a completa transparência a um certo ângulo de polarização (2), reduzindo a intensidade do outro (3).

Esta interação, conhecida desde o final do século passado, é denominado Efeito Kerr, em homenagem seu descobridor o físico inglês John Kerr (11). O efeito sobre a luz incidente, pode ser definido através dos ângulos relacionados com a rotação da polarização sobre um mesmo ângulo de reflexão, isto é: α , β e γ conforme definidos pela Figura 3. Para os materiais magnéticos duros que apresentam anisotropia magnética uniaxial (onde a magnetização se dá em um direção cristalográfica preferencial, dito eixo de fácil magnetização), ao visualizarmos estes domínios encontramos padrões característicos correspondente às diversas direções cristalográficas da estrutura interna do material, ou seja, para cada tipo de rede espacial formada pelos átomos do material magnético e da disposição dessa rede no plano de incidência, os padrões de domínios gerados são únicos (12). Para o exemplo aqui empregado, da fase magnética de estrutura tetragonal Nd₂Fe₁₄B, o trabalho de Carton e Hawton (13) é bastante útil para o relacionamento entre o padrão observado e a identificação da direção cristalográfica correspondente, conforme resumidamente apresentado na Figura 4.

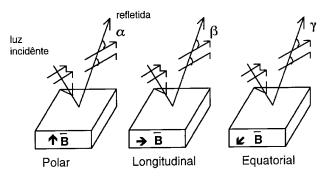


Figura 3 - Representação do efeito Kerr para um mesmo ângulo de incidência, onde B é direção de magnetização dentro do domínio. No caso a rotação da polarização se dá na direção refletida onde $\alpha < \beta < \gamma$, gerando assim padrões visuais distintos.

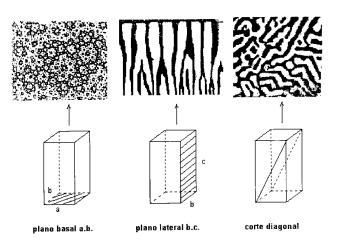


Figura 4 - Relação entre planos da estrutura tetragonal $(a=b\neq c,\ \alpha=\beta\gamma=90^\circ)$ de um ímã de Nd₂Fe₁₄B e os padrões de domínios observados.

No caso do imã Nd₂Fe₁₄B, o eixo de fácil magnetização é coincidente com a direção c da estrutura cristalina. A caracterização magnética é conduzida por meio da medida da variação de ângulos que os padrões característicos do eixo c faz com a direção prévia em que o ímã foi magnetizado. Experimentalmente, esses ângulos são tomados através da observação dos domínios em um plano perpendicular com relação à direção de magnetização, conforme ilustrado na Figura 5a. A medida dos ângulos é conseguida sobrepondo uma tela quadriculada anterior à ocular ou diretamente sobre fotografias tomadas neste plano (14). Os padres de domínios correspondentes às direções são medidos em cada ponto da rede considerando os ângulos definidos na Figura 5b.

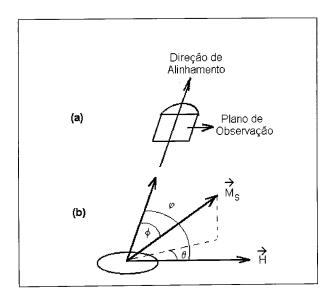


Figura 5 - Definição do plano de observação e dos ângulos de orientação de partículas, onde M_s indica a direção de magnetização do domínio e H a direção do campo magnetizante externo.

3. Considerações do método

O formalismo deste método tem bases puramente estatísticas, inicialmente proposto por Trout e Graham (6), sendo originalmente aplicado na avaliação do grau de alinhamento de imãs de SmCo. As medidas neste material foram realizadas observando-se precipitados lamelares localizados preferencialmente junto ao plano basal da estrutura hexagonal do SmCo₅ termicamente tratado. Com a identificação dos precipitados, identificou-se igualmente as direções da estrutura hexagonal do SmCo₅. Com algumas modificaçes contudo, este modelo pode ser aplicado a todos os materiais que apresentam anisotropia uniaxial, uma vez conhecidos os padrões de domínios e levando em consideração as contribuições individuais de orientação segundo proposta apresentada por Durst e Kronmüller (7).

O método passa assim a ser equacionado a partir da configuração geométrica de uma partícula monocristalina magneticamente orientada, onde M_s representa a magnetização espontânea. No tratamento bidimensional, a variação de ângulos no plano x-y representa uma curva regida pela conhecida função de distribuição normal:

$$F(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \exp[-(x - x_0)^2 / 2\sigma_0^2]$$
 (1)

onde σ_0^2 é a variância da grandeza x e $(x - x_o)$ o desvio de x com relação ao valor médio da população.

No caso tridimensional as variáveis da equação [1] assumem os valores das projeções nas coordenadas esféricas, tomando a forma:

$$f(\theta, \phi)dA = K \exp[-\theta^2/\beta^2] \operatorname{sen} \phi d\phi d\theta \qquad (2)$$

onde $dA = \operatorname{sen} \phi \ d\phi \ d\theta$ é um elemento de ângulo sólido. Temos dessa forma uma distribuição volumétrica com máximo em $\phi = 0$, decrescendo exponencialmente com o aumento de ϕ para qualquer direção no plano (x-z). A quantidade β dá o valor da variância indicando assim o grau de desorientação das partículas. A função $f(\theta,\phi)$ é definida nas regiões $0 \ge \phi \ge \pi/2$ e $0 \ge \theta \ge \pi/2$, e $K \exp[-\theta^2/\beta^2]$ é a probabilidade de encontrar o domínio com determinado alinhamento.

Trout (6) demonstra que em primeira aproximação, podemos relacionar β com o desvio padrão:

$$\sigma = \beta(1 - \pi/4) \tag{3}$$

e a constante K por:

$$K = (1/\pi)[\beta^2 - \beta^4/\sigma] \tag{4}$$

Desta forma, a variação total de magnetização $\Delta M(H)$ tomada com respeito à direção do campo magnetizante externo é conseguida pela integração da equação [2], ou seja:

$$\Delta M(H) = \int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} P(\phi) \operatorname{sen} \phi \, \mathrm{d}\phi \, \mathrm{d}\theta \tag{5}$$

que é a expressão final.

4. Determinação das curvas de magnetização

Através do levantamento das direções de fácil magnetização, as curvas são plotadas considerando a variação das energias, tomando por base um volume monocristalino sob a ação de campo externo. As energias envolvida neste caso consistem da energia de anisotropia cristalina:

$$E_k = k_1 \operatorname{sen} \phi + k_2 \operatorname{sen}^2 \phi \tag{6}$$

onde k_1 e k_2 são constantes de anistropia, e da energia magnetostática:

$$H = -H_{\rm ext} M_s \cos(\phi - \varphi) \tag{7}$$

onde M_s é a magnetização de saturação e ϕ e φ os ângulos definidos na figura 5.

Assumindo que a ação do campo externo induz forças de torque sobre o imã, na direção $H_{\rm ext}$ e considerando a energia total como a soma de suas energias parciais, dadas por [6] e [7], temos:

$$E_t = k_1 \operatorname{sen}^2 \phi + k_2 \operatorname{sen}^4 \phi - H_{\text{ext}} M_{\text{x}} \cos(\phi - \varphi)$$
 (8)

encontrando como condição de equilíbrio:

$$\frac{\delta E_t}{\delta \phi} = 0 = 2k_1 \mathrm{sen}\phi \cos\phi + + 4k_2 \mathrm{sen}^2\phi \cos\phi - \mathrm{H}_{\mathrm{ext}} \mathrm{M}_{\mathrm{s}} \mathrm{sen}(\phi - \varphi)$$
(9)

obtendo para o campo magnético aplicado:

$$H_{\text{ext}} = \frac{2K_1 \text{sen}\phi \cos\phi + 4k_2 \text{sen}^3 \phi \cos\phi}{-M_s \text{sen}(\varphi - \phi)}$$
(10)

e para a componente de magnetização paralela a H_{ext} :

$$B = B_s \cos(\phi - \varphi) \tag{6}$$

As curvas de magnetização são então obtidas considerando as orientações individuais. No caso de materiais policristalinos, o cálculo é realizado sobre N domínios por meio das equações [9] e [10] segundo as considerações propostas por Durst e Kronmüller (5), ou seja:

$$H - \frac{2K_1 \operatorname{sen}\phi \operatorname{cos}\phi + 4k_2 \operatorname{sen}^3\phi \operatorname{cos}\phi}{-\left(\frac{M_s}{H}\right) \sum_{1}^{n} \operatorname{sen}(\phi - \varphi_1)}$$
(11)

е

$$B = \frac{1}{N} M_s \sum_{1}^{n} \cos(\varphi_i - \phi)$$
 (12)

onde φ_i denota o ângulo entre o campo aplicado e o eixo c da estrutura do domínio considerado.

Se desenvolvermos o cálculo tomando $H_{\rm ext}$ aplicado na direção perpendicular ao eixo de fácil magnetização, após a saturação magnética, os valores de remanência assumem o valor zero, conforme ilustrado na Figura 6. Este aspecto fica claro pois na condição ideal, de completa saturação, na qual todos os domínios se encontram alinhados, o ângulo formado entre o campo aplicado e a direção de alinhamento $(\varphi_i - \phi)$ é 90° , ou seja, a equação [12] assume valor nulo. Este recurso

matemático é bastante prático, pois dá à ordenada nula (B=0) a correspondência ao valor de máxima remanência.

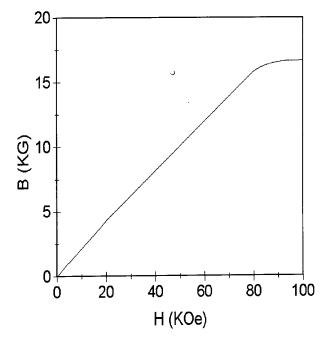


Figura 6 - Curva teórica de magnetização para o caso ideal de alinhamento, tomado com relação à direção perpendicular ao eixo de fácil magnetização.

5. Exemplo aplicativo

A Figura 7 ilustra a distribuição real dos domínios magnéticos tomados em um plano perpendicular à direção de alinhamento (direção de difícil magnetização) medidos por visualização dos domínios característicos da estrutura tetragonal da fase Nd₁₂Fe₁₄B. A forma log-normal da distribuição de ângulos deve-se ao fato de na medida considerar-se $(-\phi) = (\phi)$. Aplicando as equações [11] e [12] na distribuição de ϕ para intervalos de 5 em 5 graus e tomando N como o valor correspondente à frequência relativa, é possível levantar valores discretos de $B(\phi)$ (em KG) e $H(\phi)$ (em KOe) independentemente. Quando esses valores são colocados de forma gráfica, ou seja como uma função B = B(H), obtém-se a distribuição em destaque da Figura 8. Vê-se uma boa concordância entre os valores obtidos a partir da simples observação dos domínios e a curva experimental conseguida por meio de medidores apropriados.

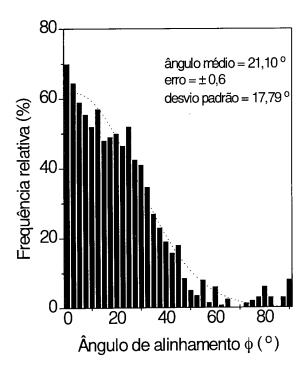


Figura 7 - Histograma de distribuição real de ângulos tomado em plano perpendicular à direção de alinhamento de um ímã de NdFeB.

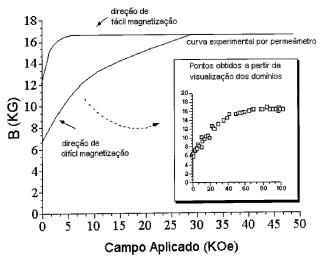


Figura 8 - Curva de desmagnetização obtida por permeâmetro e no destaque a curva teórica levantada a partir da medida dos ângulos dos domínios, com base nas equações (11) e (12).

6. Notas e referências bibliográficas

1 uma descrição didática das propriedades de um ímã pode ser encontrada em Lee, E.W.: Magnetism, Pinguim Books, 1963, London; veja também Asimov, I.: Understanding Physics Vol. II: Light, Magnetism, and Electricity; Mentor

- Book Inc., N.York, 1966; para a interrelação entre esses parâmetros aconselho consultar o Curso de Física da Berkeley, vol. 2: *Eletricidade e Magnetismo*. Edgard Blücher Ltda. S.Paulo, 1973;
- 2 Zijlstra, H. Introduction to permanent magnets. in: NdFeB Permanent Magnets: Their present and future applications. Elsever Appl. Sci. Publisher London, 1984, veja também Oliveira Jr. Ensaios Magnéticos in Simpósio Sobre Materiais Magnéticos (ed. pela Associação Brasileira de Metais), S.Paulo,SP. 1987; pg.5-28, anais e Jiles, D.: Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, Chapman & Hall, London, 1991;
- 3 Gerecke, E. Scientia Electrica. Fasc. 3 Vol XIX, 1973.
- 4 diz-se que um material é magneticamente mole quando este desmagnetiza sob baixos valores de campo desmagnetizante externo, geralmente em valores absolutos inferiores aos necessários à saturação, ou seja, apresenta baixa anisotropia magnética, caracteristicas estas não observadas nos chamados ímãs "duros":
- 5 A anisotropia é a característica de exibir diferentes propriedades físicas ao longo de diferentes direções do corpo, assim, entende-se por anisotropia magnética uniaxial, a característica de certos cristais de apresentam uma direção cristalográfica onde a magnetização se dá mais facilmente que as demais, ou seja, onde a energia associada a esta direção é máxima.
- 6 Trout, S.R. and Grahan Jr. IEEE Trans. on Magn., MAG12[6]: 1015, (1976)
- 7 Durst, K.D. and Kronmüller, H. J. Magn. Magn. Mat.; 59, 86 (1986).
- 8 Kronmüler, H.; Durst K-D. e Martinek, G. J. Magn. Magn. Mat. 69, 149 (1987).
- 9 P. Weiss. J. Phys. 6, 661 (1907); Para um acompanhamento de fatos históricos e pitorescos relacionados ao desenvolvimento dos ímãs, há o agradável livro de Kartsev, V.P.: Three Thousand Years of Magnets, Mir Publisher, Moscow (1a. ed. em inglês) 1975.
- 10 Uma outra possibilidade é a aplicação superficial de uma solução coloidal de agentes ferromagneticos, normalmente cloretos ferrosos em

- suspenção, cuja atração provoca o depósito sobre a superfície magnetizada em diferentes concentrações, gerando os padrões característicos de domínios. Esse procedimento também largamente empregado denomina-se Técnica Bitter. Veja por ex. Craik, D.J. e Griffith, P.M.: in British J. Appl. Phys. 9, 279 (1958).
- 11 O trabalho descrevendo a montagem original de J. Kerr (1824-1907) está publicada na *Phylosophical Magazin* n. 3 pg. 231 de 1877; veja também Roberts, B.W. e Bean, C.P. in Phys. Review 96, 1495 (1954).
- 12 Ao todo existe 14 distribuições espaciais básicas, denominadas redes de Bravais, uma boa descrição dessa redes pode ser encontrada em Azároff, L.V. Elements of X-Ray Crystallography, Cap. 3;

- MacGraw-Hill Inc., N.York, 1968.
- 13 Corner, N.B e Hawton, M.J. J. Magn. Magn. Mat. 72, 59, (1988); Há uma tentativa bastante recente de um mapeamento mais completo dos diversos padrões de domínios ferromagnéticos por G.S. Kandaurova e A.A. Rusinov apresentado no Physics-Doklady (English Translaction of Doklady Akademii Nauk) vol. 340; n.o 4-6, pg.53-56, 1995;
- 14 A tomada de fotografias é consideravelmente vantajosa com relação à observação "in loco". A utilização de películas de alta sensibilidade associadas a tempos pré-estabelecidos de exposição permitem com frequência o registro de domínios inicialmente não perceptíveis na observações ocular direta.