



ESTUDO DE SENSOR DE CAMPO MAGNÉTICO BASEADO EM FIBRA ÓPTICA COM REDE DE BRAGG E FILME FINO DE TERFENOL-D

Isabelle Gomes de Moraes

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Elétrica, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Elétrica.

Orientador: Marcelo Martins Werneck

Rio de Janeiro
Julho de 2017

ESTUDO DE SENSOR DE CAMPO MAGNÉTICO BASEADO EM FIBRA
ÓPTICA COM REDE DE BRAGG E FILME FINO DE TERFENOL-D

Isabelle Gomes de Moraes

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO
ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE
ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE
JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A
OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA
ELÉTRICA.

Examinada por:

Prof. Marcos Tadeu DAzeredo Orlando, D.Sc

Prof. Marcelo Martins Werneck, Ph.D

Prof. Regina Célia da Silva Barros Allil, D.Sc.

Prof. Vitória Maria Tupinambá Barthem, Ph.D.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL
JULHO DE 2017

Moraes, Isabelle Gomes de

Estudo de Sensor de Campo Magnético baseado em Fibra Óptica com Rede de Bragg e Filme Fino de Terfenol-D/Isabelle Gomes de Moraes. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2017.

XV, 70 p.: il.; 29, 7cm.

Orientador: Marcelo Martins Werneck

Dissertação (mestrado) – UFRJ/COPPE/Programa de Engenharia Elétrica, 2017.

Referências Bibliográficas: p. 59 – 65.

1. Rede de Bragg. 2. Filmes Finos. 3. Campo Magnético. 4. Terfenol-D. I. Werneck, Marcelo Martins. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Elétrica. III. Título.

*À Rafaela Menezes que virou
estrela e ilumina meu caminho.
À Maria Eduarda, jovem negra
de 13 anos morta dentro da
escola no bairro onde cresci.*

Agradecimentos

Agradecer aos que me ajudaram a chegar até aqui é sempre um momento muito emocionante para mim. Sentar diante da tela em branco e recapitular todos os seres humanos que cruzaram o meu caminho e me influenciaram de forma a me manter nos trilhos é realmente se dar conta de que sou uma pessoa extremamente privilegiada. Primeiramente gostaria de agradecer a minha mãe Arly Moraes, a quem eu devo desde a existência e toda a dedicação para me garantir educação, além do incrível exemplo de força, perseverança e caráter. Além disso, agradeço também ao meu paidrasto Jovenil, meu irmão Rafael, meu tio Cleber e minha madrinha Regina por todo carinho e cuidado.

Dentre os incríveis profissionais que tive a honra de trabalhar, gostaria de destacar meu orientador, professor Marcelo Werneck e agradecer pela confiança e paciência durante o desenvolvimento deste projeto. Além do professor Dominique Givord, por me apresentar o incrível mundo do magnetismo e se tornar essa incrível referência como profissional e ser humano. Aos colegas de caminhada, em especial Bruno Rente que me abriu diversas portas e pude compartilhar minhas dificuldades. À equipe do Laboratório de Instrumentação e Fotônica (LIF/COPPE/UFRJ), em especial aos que tanto me ajudaram Dante, Rafaela, Bieler, Ariadny, Arthur, Domingos, Roberto, Isabel, Viviane, César, Igor e Leandro. À equipe do Laboratório de Nanomateriais Magnéticos (LNMM/IF/UFRJ), em especial a Maíra e Luiz. À equipe do Laboratório de Aplicação de Supercondutores (LASUP/COPPE/UFRJ). À equipe do LabNano (CBPF), em especial a Cilene e ao professor André Pinto. À equipe do Laboratório de Caracterização de Superfícies (COPPE/UFRJ), em especial à professora Renata Simão e Heleno. À equipe do Laboratório de Raio-X (CBPF), em especial ao Pablo. A todos agradeço a ajuda desde a utilização de equipamentos, discussões dos resultados, paciência com meu temperamento peculiar e o carinho e amizade daqueles se tornaram grandes amigos.

Tenho que agradecer aos amigos, que sem dúvida são parte fundamental de todo o sucesso que alcancei e vou alcançar em minha vida. Tenho os melhores amigos do mundo e eles tem sido a base emocional, de valores, de respeito, de inspiração para a minha formação não só como cientista mas como sujeito na sociedade. Aos que um dia foram meus professores, se tornaram amigos e com seu exemplo me inspiraram a

chegar até aqui, Alessandra, Tiago, Cleber, Edson, Aloa, Priscila, Cida e Carol. Às que heroicamente compartilharam a casa e a vida, durante o desenvolvimento deste projeto, Rita e Carolina. Aos que me apoiaram em uma das decisões mais difíceis da minha vida e seguem me provando que independente do local de trabalho a amizade prevalece, Magal, Vanessa, Rodolfo, Alyne, Eusébio, Márcia e Marcelinha. Aos que dão colo, carinho, apoio e aconchego, um enorme obrigada para Fernanda, Álvaro, Franco, Camila, Gabriela, Leandro, Gabriel, Bruno e Emily (monarcas da carona) e Vanessa.

Sem dúvidas eu esqueci de citar alguém, mas isso não diminui a minha enorme gratidão de ter chegado até aqui ao lado das melhores pessoas que poderiam ter cruzado o meu caminho. Obrigada muito profundamente a todos que me ajudaram a superar todos a barreiras sociais, raciais, de gênero, seria impossível sem vocês.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

ESTUDO DE SENSOR DE CAMPO MAGNÉTICO BASEADO EM FIBRA ÓPTICA COM REDE DE BRAGG E FILME FINO DE TERFENOL-D

Isabelle Gomes de Moraes

Julho/2017

Orientador: Marcelo Martins Werneck

Programa: Engenharia Elétrica

A medida de campo magnético tem diversas aplicações, desde o setor militar, como a detecção de aviões, navios e tanques ao setor de geração e transmissão de energia elétrica com a medida de corrente elétrica. Sensores baseados em fibra óptica associados com a tecnologia de filmes finos tornam-se promissores candidatos para esta aplicação por serem imunes a interferências eletromagnéticas, possuírem pequenas dimensões e intrinsecamente isolado eletricamente.

O objetivo deste trabalho é a confecção de um sensor de campo magnético baseado em uma fibra óptica com rede de Bragg inscrita e sobre esta um filme fino magnetostrictivo de Terfenol-D foi depositado. Quando submetido a um campo magnético externo, o filme magnetostrictivo sofre uma deformação que será transmitida a fibra óptica. Graças a rede de Bragg inscrita irá transmitir a medida de deformação a partir da variação do comprimento de onda refletido.

O sensor desenvolvido apresenta uma sensibilidade de 0,075 pm/mT operando na faixa de 50 a 150 mT para um campo perpendicular ao eixo longitudinal da fibra óptica. Além da caracterização do sensor, foram realizadas caracterizações química, estruturais e magneto-ópticas dos filmes finos confeccionados a fim de relacionar estes aspectos com a resposta final do sistema. Discutiu-se também a influência da montagem de caracterização sobre a resposta do sensor.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

STUDY OF MAGNETIC FIELD FIBER OPTIC SENSOR BASED ON FIBER
BRAGG GRATING AND TERFENOL-D THIN FILM

Isabelle Gomes de Moraes

July/2017

Advisor: Marcelo Martins Werneck

Department: Electrical Engineering

Magnetic field measurement has many application from military area, as detection of airplanes, ships and tanks, to electrical generator and transmission system as electric current sensing. Sensors based on optical fiber with thin film technology become great options to this application, once they are electromagnetic imunes, small dimensions and intrinsically electrically insulated.

The goal of this work is the production of a magnetic field sensor based on an optical fiber with a Bragg grating inscribed and coated with a Terfenol-D magnetostrictive thin film. When an external magnetic field is applied, the magnetostrictive thin film presents a strain that will be transmitted to the optical fiber. The strain will be detected by the displacement of the wavelength reflected by the Bragg grating.

The developed sensor presents a sensitivity of 0.075 pm/mT with operational range of 50 to 150 mT for a field perpendicular to the fiber optical longitudinal axis. In addition to the sensor characterization, a thorough characterization of the thin film was performed, including chemical composition, structure and magneto-optical properties. The final system response was analysed in view of these informations. We also verified the influence of the characterization setup in the sensor response.

Sumário

Lista de Figuras	xi
Lista de Tabelas	xv
1 Introdução	1
1.1 Motivação	1
1.2 Objetivo	2
1.3 Organização do trabalho	2
2 Revisão Bibliográfica	3
2.1 Revisão Teórica	3
2.1.1 Fibras ópticas com rede de Bragg	3
2.1.2 Inscrição da FBG	5
2.1.3 Deposição de filmes finos	6
2.1.4 Materiais magnetostrictivos	12
2.2 Estado da arte	21
2.2.1 Sensores baseados em efeito Faraday	21
3 Metodologia experimental	28
3.1 Filmes finos de Terfenol-D	28
3.1.1 Sputtering	28
3.1.2 Deposição por laser pulsado	29
3.2 Caracterização dos filmes finos	30
3.2.1 Espessura e taxa de deposição	30
3.2.2 Caracterização estrutural	32
3.2.3 Caracterização de composição química	32
3.2.4 Caracterização por microscopia de força magnética	33
3.2.5 Caracterização magneto-óptica	33
3.3 Preparação e deposição de FBG	35
3.4 Ensaio em campo estático	36
3.4.1 Montagem para teste em eletroímã	36
3.4.2 Montagem para teste com imã	37

3.4.3	Comparação entre os filmes de Terfenol-D e Fe	38
4	Resultados e discussão	39
4.1	Caracterização dos filmes finos	39
4.1.1	Espessura e taxa de deposição	39
4.1.2	Caracterização estrutural	40
4.1.3	Caracterização da composição química	41
4.1.4	Caracterização magnetoóptica	44
4.2	Ensaio em campo estático	46
4.2.1	Ensaio com eletroímã	46
4.2.2	Ensaio com imã permanente	50
4.2.3	Efeito magnetostrictivo e efeito de gradiente de campo	51
4.3	Estudo analítico	53
4.3.1	Análise de efeito magnetostricção	53
4.4	Comparação com os trabalhos anteriores	56
5	Conclusões	57
	Referências Bibliográficas	59
A	Anexo	66
A.1	Espectros de EDX	66
A.1.1	Espectro de EDX do Alvo	66
A.1.2	Espectro de EDX do filme fino produzido por sputtering	66
A.1.3	Espectro de EDX do filme fino produzido por PLD	67

Lista de Figuras

2.1	Diagrama esquemático de uma FBG com seu índice de refração modulado com espaçamento Λ_G	4
2.2	Desenho esquemático da montagem de máscara de fase.	6
2.3	Desenho esquemático da configuração interna de uma câmara de <i>sputtering</i> e processos envolvidos.	8
2.4	Esquema ilustrativo de uma montagem de deposição por laser pulsado.	9
2.5	Esquema ilustrativo de uma montagem interna de laser de Nd:YAG. Adaptado de [23]	11
2.6	Densidade da nuvem eletrônica para os íons de terras raras [26].	14
2.7	Esquemático da alteração do formato de um material quando submetido a campo magnético. Adpatado de [25].	15
2.8	Efeito geral da mudança do formato quando material é submetido a diferentes campos magnéticos e o gráfico correspondente	16
2.9	Magnetização e Magnetostricção do Terfenol-D na temperatura ambiente. Adaptado de [34].	17
2.10	As diferentes estruturas magnéticas encontradas nas ligas amorfas.	19
2.11	Curva de magnetização (a) filme com eixo de fácil magnetização perpendicular ao plano (compressão) (b) filme com eixo de fácil magnetização perpendicular ao plano(tensão). (c) Curva de magnetostricção. Adaptado de [43].	20
2.12	Magnetostricção do filme A (filme amorfo) e do filme C (filme cristalino) e do Terfenol-D maciço (bulk). Adaptado de [44].	20
2.13	Configuração típica de um sensor de fibra óptica de vidro flint utilizado para o monitoramento de corrente. Adaptado de [52].	22
2.14	Esquemático da montagem experimental de investigação as características do sensor proposto. Adaptado de [55].	22
2.15	Deslocamento do comprimento de onda em função do campo magnético aplicada para fibras multimodo que sofreram diferentes corrosão. Adaptado de [55].	23

2.16	Diagrama esquemático de sensor proposto por <i>Mora et al.</i> Adaptado de [56].	24
2.17	Esquema da cabeça de medida do sensor. Adaptado de [57].	24
2.18	Curva de resposta do sensor e sua derivada proposto por de Nazaré e Werneck. Adaptado de [58].	24
2.19	Resultado das medidas de corrente alternada do sensor proposto. Adaptado de [58].	25
2.20	Esquema da cabeça de medida do sensor. Adaptado de [59].	25
2.21	Variação do comprimento de onda central para fibras com diferentes diâmetros após tratamento com HF. Adaptado de [59].	26
2.22	Perfil esquemático das fibras ópticas com 6 e 8 microranhuras. Adaptado de [60].	26
2.23	Imagem de MEV da fibra óptica recoberta com filme fino de Terfenol-D. Adaptado de [60].	26
2.24	Gráfico de resposta do sensor. Adaptado de [60].	27
3.1	Equipamento de <i>magnetron sputtering</i> utilizado no Insituto de Física.	28
3.2	(a) Suporte para fibra óptica externamente. (b) Suporte para fibra óptica posicionado.	29
3.3	Montagem de espelhos para alinhamento do feixe de laser para dentro da câmara de vácuo.	30
3.4	Esquemático de visão interna da câmara após o feixe passar pela janela de quartzo.	30
3.5	Interface gráfica do software de determinação de espessura por reflectometria - GenX.	31
3.6	Degrau produzido para a medida de espessura do filme.	32
3.7	Configurações básicas para o efeito Kerr magneto-óptico. (a) polar, (b) longitudinal e (c) transverso.	34
3.8	Montagem experimental para medida magneto-óptica.	35
3.9	Amostras para a calibração da montagem magneto-óptica.	36
3.10	Foto do eletroímã utilizado [66].	37
3.11	Posicionamento das fibras ópticas, respectivamente, paralelo e perpendicular ao campo magnético aplicado.	37
3.12	Montagem para medida utilizando um imã.	38
4.1	Difratograma de raio-X do alvo de Terfenol-D.	41
4.2	Difratograma de raio-X do filme fino produzido por <i>sputtering</i> de Terfenol-D.	41
4.3	Difratograma de raio-X do filme fino produzido por PLD de Terfenol-D.	42

4.4	Análise de EDS do alvo de Terfenol-D utilizado junto à imagem obtida por MEV	42
4.5	Análise de EDS do filme fino de Terfenol-D fabricado por <i>sputtering</i> junto à imagem obtida por MEV.	43
4.6	Análise de EDS do filme fino de Terfenol-D fabricado por PLD junto à imagem obtida por MEV.	44
4.7	Superposição resposta magneto-óptica do Fe e de ZnO.	45
4.8	Gráfico para MOKE polar do filme fino de Terfenol-D produzido por <i>sputtering</i>	45
4.9	Gráfico para MOKE polar do filme fino de Terfenol-D produzido por PLD.	46
4.10	Respostas das fibras ópticas com filme fino de Terfenol-D depositados por <i>sputtering</i> e PLD.	47
4.11	Imagem em MEV de fibra óptica com filme fino de Terfenol-D com depósito por <i>sputtering</i> . (a) vista superior e (b) vista em perspectiva	47
4.12	Análise da composição química das descontinuidades da fibra óptica com filme fino fabricadas por <i>sputtering</i>	48
4.13	Imagem em MEV de fibra óptica com filme fino de Terfenol-D com depósito por PLD. (a) vista superior e (b) vista em perspectiva	48
4.14	Análise da composição química fibra óptica com filme fino fabricadas por PLD.	49
4.15	Esquemático para explicação do efeito de rotação dos domínios magnéticos, quando aplicado campo magnético paralelo.	49
4.16	Esquemático para explicação do efeito de rotação dos domínios magnéticos, quando aplicado campo magnético perpendicular.	50
4.17	(a) Imagem da topologia do filme fino magnetostrictivo sobre a fibra óptica. (b) Imagem de MFM da mesma região	51
4.18	Respostas das fibras ópticas com filme fino de Terfenol-D e Fe.	52
4.19	Campo magnético na direção z ao longo do eixo radial a partir do centro da bobina.	52
A.1	Imagem de MEV de alvo de Terfenol-D fornecido pela empresa ETREMA.	66
A.2	Gráfico de EDX referente a região do alvo de Terfenol-D fornecido pela empresa ETREMA.	67
A.3	Gráfico de EDX referente a região do alvo de Terfenol-D fornecido pela empresa ETREMA.	67
A.4	Gráfico de EDX referente a região do alvo de Terfenol-D fornecido pela empresa ETREMA.	68

A.5	Imagem de MEV do filme fino produzido por <i>sputtering</i>	68
A.6	Gráfico de EDX referente a região do filme fino produzido por <i>sputtering</i>	68
A.7	Gráfico de EDX referente a região do filme fino produzido por <i>sputtering</i>	69
A.8	Imagem de MEV do filme fino produzido por PLD.	69
A.9	Gráfico de EDX referente a região do filme fino produzido por PLD.	69
A.10	Gráfico de EDX referente a região do filme fino produzido por PLD.	70
A.11	Gráfico de EDX referente a região do filme fino produzido por PLD.	70

Lista de Tabelas

2.1	Propriedades de Terfenol-D [33].	17
2.2	Comparação entre materiais magnetostrictivos [33].	18
4.1	Informações sobre depósitos de Terfenol-D por magnetron Sputtering	39
4.2	Informações sobre depósitos de Terfenol-D por PLD	40
4.3	Informações sobre depósitos de Fe por PLD	40
4.4	Composição química das amostras	43

Capítulo 1

Introdução

1.1 Motivação

A medida do campo magnético tem sido útil para o desenvolvimento humano há décadas. Desde a utilização de bússolas que se guiavam a partir do campo magnético da Terra, até o vasto emprego de materiais magnéticos para armazenamento de informação em computadores. Além disso, a medida de campo magnético pode ser utilizada para o sensoriamento indireto de outras grandezas como deslocamento e corrente elétrica [1].

As técnicas de sensoriamento de campo magnético podem utilizar diferentes conceitos físicos e químicos, sendo a maioria deles baseados na intrínseca relação entres os fenômenos magnéticos e elétricos. Efeitos como força de Lorentz [2], rotação de Faraday [3] e Efeito Hall [4] são amplamente utilizados para a confecção de sensores. Dentre os sensores consagrados pode-se citar o SQUID (Superconducting QUantum Interference Device) [5], GMR (Giant Magneto-Resistance) [6], Fluxagates [7] e sensores de Efeito Hall [4].

As principais vantagens do emprego de fibra óptica para as medidas de campo magnético estão: imunidade a ruído eletromagnético, resistência a corrosão, isolamento elétrico, pequenas dimensões, baixo consumo de energia e o fato de não depender da alimentação elétrica local. Especialmente no caso das fibras ópticas com rede de Bragg de sigla FBG, (em inglês, *Fiber Bragg Grating*), adiciona-se como vantagem ao uso, o desenvolvimento de diversas técnicas que facilitam a etapa de processamento do sinal obtido e obtenção da medida. Aliado a esta tecnologia pode-se empregar o desenvolvimento de filmes finos, que aparecem como um expoente nas técnicas de integração em escala nanométrica. A utilização de filmes finos magnetostrictivos amplia as possibilidades de minituralização, uma vez que esses podem ter dimensões nanométricas, e otimização das propriedades dos materiais.

Desta forma, o desenvolvimento de um sensor baseado em fibras ópticas e fil-

mes finos magnetostrictivos mostra-se como uma solução tecnologicamente viável e compatível com as peculiaridades inerentes à medida de corrente elétrica. Para isso é necessário integrar conhecimentos de diversas áreas como Ciência de Materiais, Fotônica e Eletrônica, respondendo de forma interdisciplinar aos novos desafios.

1.2 Objetivo

Este trabalho teve como objetivo inicial reproduzir os resultados encontrados na literatura e, a partir destes, aperfeiçoar o sistema de forma a adequá-lo para as medidas de corrente alternada em linhas de transmissão. Porém passadas as etapas iniciais de adequação dos sistema de deposição de filmes finos para realizar o depósito nas fibras ópticas e realizados os primeiros testes em campo estático, observou-se que os resultados não eram reproduzidos.

Iniciou-se assim, a busca pela compreensão das características dos filmes depositados assim como dos sistemas de medida relatados na literatura. Os resultados apresentados assim como a trajetória de discussões relatam o avanço no entendimento da interação de filmes finos de Terfenol-D em fibra óptica e dos possíveis interferentes na medição de campo magnético pelo sensor proposto.

Desta forma, objetivo principal deste trabalho é a compreensão da relação entre as características dos filmes finos magnetostrictivos de Terfenol-D depositados sobre as FBG e as características dos sensores obtidos. Com isso, será possível otimizar as características dos filmes finos magnetostrictivos de Terfenol-D de acordo com o tipo de medida de campo magnético que se deseja realizar.

Para alcançar este objetivo é necessário realizar as seguintes etapas: (i) deposição e caracterização de filmes finos de Terfenol-D , (ii) deposição dos filmes na FBG e caracterização dos sensores em campo magnético estático e (iii) comparação entre as características dos filmes finos e respostas dos sensores.

1.3 Organização do trabalho

O trabalho apresentado é constituído por um capítulo de Revisão Bibliográfica, onde é realizada uma breve revisão de conceitos teóricos e uma apresentação do estado da arte. Há um capítulo de Metodologia Experimental no qual são apresentadas as técnicas utilizadas para a confecção e caracterização dos filmes finos, fibras ópticas e sensores. No capítulo de Resultados e Discussões são comparados os resultados obtidos e os descritos na literatura e na Conclusão são compiladas as observações realizadas no trabalho.

Capítulo 2

Revisão Bibliográfica

Este capítulo tem por objetivo esclarecer alguns conceitos básicos para o entendimento do desenvolvimento deste projeto. Isto inclui a abordagem das propriedades magnéticas do material empregado, processo de fabricação de filmes finos e princípio de funcionamento das FBGs. Além disso, será feito um apanhado sobre o estado da arte dos sensores ópticos de campo magnético e corrente tendo como foco principal diferentes configurações de filmes finos de Terfenol-D combinados com FBG.

2.1 Revisão Teórica

2.1.1 Fibras ópticas com rede de Bragg

As FBG foram inicialmente desenvolvidas em 1978 no Centro Canadense de Pesquisa em Comunicações (CRC) [8] -[9] visando aplicações na área de telecomunicações. Ao irradiar com um intenso feixe de laser de Ar, no comprimento de onda do ultravioleta, uma fibra óptica de sílica dopada com germânio e observar que após alguns minutos havia um aumento da intensidade da luz refletida até que quase toda a luz era refletida pela fibra. Contudo, apesar de ser utilizada no setor de telecomunicações, no final da década de 1990, as FBGs começaram a ser utilizadas com a finalidade de sensoriamento e desde então esta é a sua área de grande destaque.

Uma FBG pode ser definida como filtro espectral rejeita-faixa produzido através de uma perturbação periódica no índice de refração do núcleo de uma fibra óptica. Esta modulação do índice de refração (n_0) respeita um determinado período da grade inscrita, Λ_G , e ocorre ao longo da direção de propagação do feixe dado pela Equação (2.4):

$$n(z) = n_0 + \Delta n \cos \frac{2\pi z}{\Lambda_G} \quad (2.1)$$

A variação de Δn é da ordem de 10^{-5} a 10^{-3} , podendo chegar a 10^{-2} , quando a fibra sofre um *carregamento de hidrogênio*[10]. Com esta perturbação periódica, uma estreita faixa do espectro incidente sofrerá reflexões sucessivas e espalhamento. Assim sendo, similarmente à Lei de Bragg para difração em sólidos cristalinos a seleção do comprimento de onda de Bragg neste filtro será dada pela Equação (2.2 [11]).

$$\lambda_B = 2n_{eff}\Lambda_G \quad (2.2)$$

Onde n_{eff} é o índice de refração efetivo do núcleo da fibra dado um modo de propagação. A Figura 2.1 mostra o esquema de uma FBG com os parâmetros citados e suas respectivas respostas espectrais.

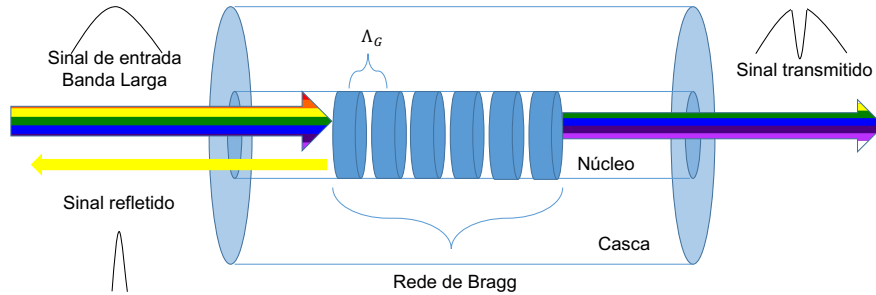


Figura 2.1: Diagrama esquemático de uma FBG com seu índice de refração modulado com espaçamento Λ_G .

A função de sensoriamento das FBG são originárias de mudanças no índice de refração da fibra óptica e do período da grade inscrita mediante a aplicação de perturbações externas mecânicas ou térmicas. Como o comprimento de onda refletido pela Rede de Bragg depende do espaçamento da modulação do índice de refração (Λ_g) e do índice de refração (n_{eff}), quando submetida a uma deformação a resposta da FBG é afetada diretamente, a partir da expansão ou contração que modificam o Λ_g e através do efeito elasto-óptico (mudança do índice de refração). Já a sensibilidade à temperatura da FBG é devida principalmente ao efeito termo-óptico, ou seja o efeito da mudança de índice de refração causada pela temperatura, é maior que o de dilatação. Sendo assim, λ_B desloca-se em um determinado $\Delta\lambda_B$ em resposta a deformação ε ou a mudança de temperatura ΔT , como mostrado pela Equação (2.3).

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = (1 - P_e)\varepsilon + [\alpha_\Lambda + \alpha_n]\Delta T \quad (2.3)$$

Onde P_e é o coeficiente elasto-óptico, α_Λ é o coeficiente de expansão térmica da fibra e α_n o coeficiente termo-óptico. Tipicamente, a sensibilidade a deformação é da ordem de $1,2 \text{ pm}/\mu\varepsilon$ e a sensibilidade térmica de $13,7 \text{ pm}/^\circ C$, para o comprimento

de trabalho usual de 1550 nm.

Pelo fato das FBGs poderem ser inscritas em diferentes comprimentos de onda compatíveis para condição de Bragg, estas podem ser multiplexadas em uma rede de sensores, o que facilita o monitoramento de diferentes pontos ao longo de uma única fibra. Tendo em vista essa característica, este tipo de sensor tem sido empregado nas áreas de construção civil, aeroespacial, petróleo e gás, naval, entre outras podendo ser colocado ao longo de tubulações e estruturas fornecendo uma medida *in situ* de temperatura e deformação.

2.1.2 Inscrição da FBG

Devido a fotossensibilidade apresentada por alguns tipos de fibra óptica, em especial as dopadas com germânio, é possível realizar de forma definitiva, a perturbação periódica do índice de refração, que corresponderá a rede de Bragg inscritas. As diversas técnicas utilizadas são divididas em dois grandes grupos: inscrição interna e externa. A gravação interna ocorre a partir de um processo holográfico onde a incidência de um feixe de laser na faixa do ultravioleta induz modos contra-propagantes que produzem um padrão de onda estacionária que irá resultar na mudança modulada de índice de refração no núcleo da fibra óptica dopada com GeO_2 [12]. Porém, este método não é utilizado usualmente, sendo citado na bibliografia a fim de dar um panorama da evolução histórica da técnica.

Uma das técnicas de gravação externa é a chamada gravação ponto a ponto [13], onde um motor de precisão movimentará a fibra de forma a espaçar periodicamente a mudança induzida pelo feixe de laser incidente, e através da holografia formada pela interferência de dois feixes de laser coerentes no ultravioleta [14]. Nesta seção, será dada ênfase ao método de inscrição utilizando máscara de fase, já que as FBGs confeccionadas no LIF e utilizadas neste trabalho, foram realizadas a partir desta técnica.

A Figura 2.2 mostra o esquemático para o processo de inscrição por máscara de fase. Esta consiste em um padrão periódico, de periodicidade Λ_{PM} , feito através de relevo de superfície em quartzo transparente à radiação ultravioleta. Quando a luz emitida pelo laser atravessa a máscara de fase, o padrão interferométrico é formado gerando a mudança de índice de refração no núcleo da fibra óptica. A periodicidade da máscara é escolhida de forma a ter o feixe de ordem 0 suprimido, gerando somente os feixes de ordem ± 1 . Além disso, o período da máscara de fase é metade do período da modulação gerada no índice de refração no núcleo da fibra, ou seja $\Lambda_{PM} = \Lambda/2$.

Para melhorar a eficiência durante o processo de gravação, as fibras utilizadas neste trabalho, foram submetidas a um processo denominado *carregamento de hi-*

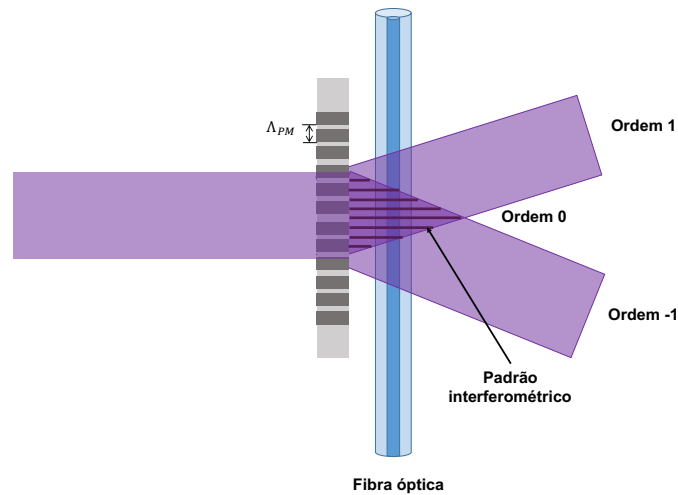


Figura 2.2: Desenho esquemático da montagem de máscara de fase.

drogênio. Este processo é realizado a baixa temperatura e alta pressão de hidrogênio fazendo com que este se difunda através da fibra óptica. Quando esta fibra é exposta à radiação ultravioleta do laser o hidrogênio se dissolve e reage com a sílica, tipicamente onde estão localizados os átomos de germânio, resultando em uma significativa mudança permanente do índice de refração [10].

2.1.3 Deposição de filmes finos

A deposição de filmes finos tem sido objeto de intenso estudo no último século e muitos métodos foram desenvolvidos e melhorados. Há registros de que filmes finos já eram feitos desde o Antigo Egito (1567-1320 A.C.) com folhas de ouro que tinham espessura de $0.3 \mu m$. [15]. Muitas das técnicas atuais já estão amplamente difundidas em aplicações industriais tendo sido ajustadas para as mais diversas aplicações cotidianas que vão desde a produção de circuitos eletrônicos integrados passando por celulares e chegando até mesmo em lâminas de barbear.

Filmes finos são recobrimentos na ordem de nanômetros a alguns micrômetros de espessura. O processo de deposição de filme fino envolve predominantemente processos heterogêneos incluindo reações químicas, evaporação, adsorção, nucleação e crescimento superficial. Sendo assim é importante salientar que a maioria das técnicas de deposição de filmes finos são executadas em sistemas de alto vácuo ou ultra alto vácuo, ou seja, em pressões que variam de 10^{-6} a 10^{-12} atm. Isso se faz necessário para garantir a pureza do filme formado assim como a trajetória dos átomos desde o alvo até o substrato.

Os métodos de deposição de filmes finos podem ser divididos em dois grupos principais: deposição em fase vapor e crescimento em meio líquido. Dentre os métodos em fase vapor estão a evaporação, ablação a laser, *sputtering*, deposição química

a vapor entre outros. Dentre os métodos de crescimento líquido tem-se a eletrodeposição e Langmuir-Blodgett, etc. Neste trabalho utilizaremos os métodos *sputtering* e deposição por laser pulsado (sigla em inglês PVD - *Pulsed Laser Deposition*) [16].

Sputtering

Embora o termo *sputtering* não tenha uma tradução para português, este pode ser explicado como ato de colidir íons energéticos a fim de expelir átomos ou moléculas de um alvo que atua como um eletrodo, para em seguida, fazer com que esse átomos ou moléculas sejam depositados em um substrato. Embora haja muitas técnicas de *sputtering*, os processos fundamentais são bastante similares. Neste trabalho foi utilizado um magnetron *sputtering* com tensão contínua (DC) por isto esta montagem será vista com mais detalhes. Porém há ainda *sputtering* com tensão alternada em radio-frequência (RF) que é especial para alvos não condutores [16].

A técnica de *sputtering* necessita que um gás inerte, tipicamente Argônio (Ar), com a pressão em torno de 0,01 atm seja inserido na câmara de depósito que inicialmente encontra-se em um vácuo da ordem de 10^{-9} atm para que seja dada a descarga e o plasma se forme. Devido ao potencial elétrico aplicado, elétrons livres são acelerados e ionizam a atmosfera de Argônio. A Figura 2.3 ilustra a parte interna da câmara de vácuo onde os íons de Ar presentes no plasma são acelerados em direção ao alvo que encontra-se num potencial elétrico negativo. Nesse processo de colisão, átomos ou moléculas do alvo são arrancados e se dispersam pela câmara de vácuo. O substrato, que pode estar associado a um motor que o faça girar, e encontra-se aterrado o que fará com que o material de interesse arrancado do alvo se deposite em toda a superfície. Desta forma o filme irá se formando e o controle da espessura se dá através da investigação da taxa de deposição dada uma condição de trabalho específica, ou seja, pressão de Ar, potência do campo aplicado, distância do alvo ao substrato, temperatura e tempo de depósito[15].

O *magnetron sputtering* é apenas uma variação do processo descrito acima e ocorre quando ímãs permanentes são colocados de forma a gerar um campo magnético como o mostrado na Figura 2.3. Desta forma os elétrons são aprisionados próximos ao alvo. O que fará com que os átomos de Ar sejam mais facilmente ionizados e seus íons então acelerados em direção ao alvo, aumentando assim a eficiência do processo descrito anteriormente. Dentre as vantagens do *magnetron sputtering* comparado à configuração em tensão contínua (DC) simples descrita, estão a operação em menor potência e menor pressão de Ar. É importante salientar, que ao trabalhar com alvos ferromagnéticos, que é o caso deste trabalho, alguns cuidados devem ser tomados em relação à configuração dos ímãs pois a magnetização do alvo irá interferir nas linhas de campo projetadas. Para contornar este problema os alvos desse tipo de material devem ser mais finos de que os usuais, em torno 2

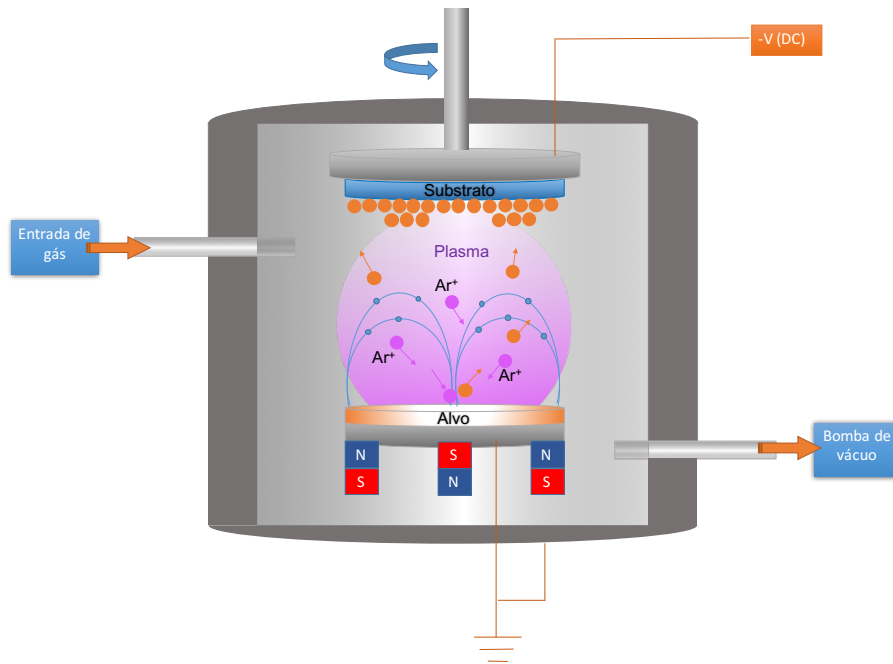


Figura 2.3: Desenho esquemático da configuração interna de uma câmara de *sputtering* e processos envolvidos.

mm de espessura, e o ímã da posição central deve ser substituído por um material ferromagnético mole, como Fe, para diminuir as distorções nas linhas de campo.

Deposição por laser pulsado

O sistema para realizar o processo de deposição por laser pulsado de sigla PLD, (em inglês, Pulsed Laser Deposition), consiste basicamente em quatro elementos: laser, câmara de vácuo, alvo e substrato. Cada um desses elementos irá influenciar diretamente na qualidade do filme fino gerado. A Figura 2.4 mostra a montagem genérica listando os elementos citados.

Pode-se visualizar que o feixe de laser pulsado será devidamente focalizado e alinhado para atingir o alvo passando através de uma janela de quartzo. Dada a devida configuração dos parâmetros do feixe e a interação da luz com o alvo ocorrerá a ablação e a formação da pluma que será responsável pela formação do filme fino no substrato. O alvo é mantido em rotação para garantir que a ablação não seja localizada em um só ponto levando a algum dano e o ângulo de incidência do feixe de laser é em torno de 45° em relação a uma reta perpendicular à superfície do alvo. Os parâmetros importantes do sistema são a distância entre o alvo e o substrato, que podem variar entre 2 e 10 cm, estando perpendicular à direção de propagação da pluma e paralela à superfície do alvo [17].

A técnica de PLD apresenta-se compatível com uma ampla faixa de pressão, podendo as câmaras de vácuo operarem desde ultra-alto vácuo (*sigla em inglês*,

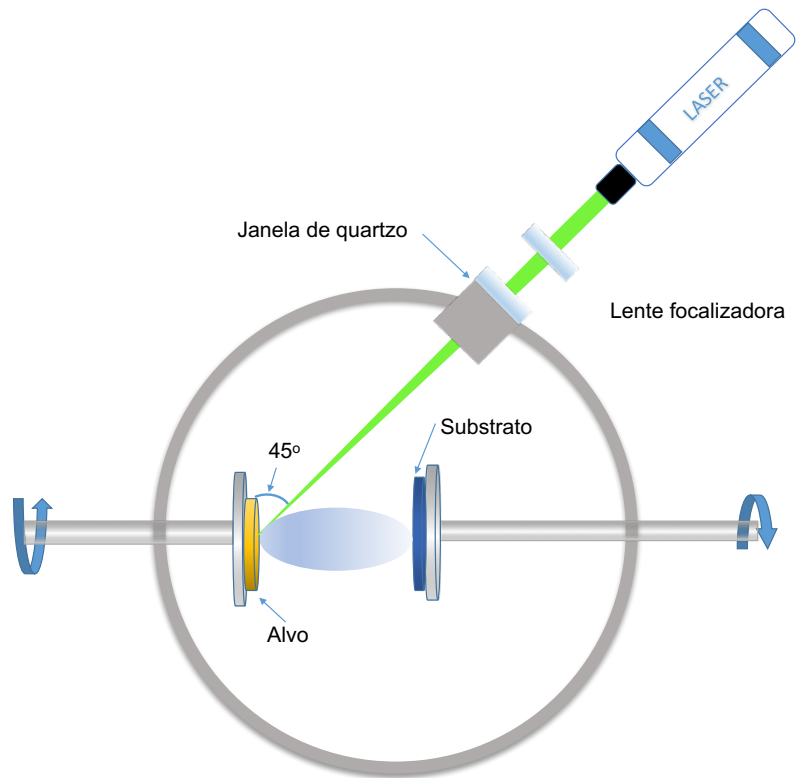


Figura 2.4: Esquema ilustrativo de uma montagem de deposição por laser pulsado.

UHV) até 1 Torr. Muitas vezes são utilizados gases para realizar a pressurização da câmara de vácuo para a formação de filmes finos de materiais que necessitam de espécies reativas, como por exemplo, um atmosfera de oxigênio para formação de óxidos [18].

O processo irá ocorrer acima quando a fluência do laser, energia com a qual o feixe atinge o material dividida pela área, está acima do limite de ablação. O qual irá depender dos mecanismos de absorção, de propriedades particulares do material como microestrutura, morfologia, a presença de defeitos, e parâmetros do laser como o comprimento de onda e a duração do feixe. Os limites de ablação típicos para metais estão entre 1 e 10 J/cm^2 , para isoladores inorgânicos entre 0,5 e 2 J/cm^2 , e para materiais orgânicos entre 0,1 e 1 J/cm^2 [19]. Com múltiplos pulsos, o limite necessário para ablação irá decair de acordo com o acúmulo de defeitos. Sendo assim, acima do limite de ablação, a espessura ou o volume do material removido por pulso, aumentará exponencialmente com o aumento da fluência, de acordo com a lei de Lambert-Beer (3.3).

A variedade de mecanismos de remoção de material pode ser ativada durante o processo de ablação a laser dependendo das características do material e dos parâmetros do laser como comprimento de onda, fluência e duração do pulso. Quando em baixa fluência, os mecanismos fototérmicos para ablação inclui evaporação e sublimação do material. Para sistemas com diferentes componentes, as

espécies mais voláteis serão removidas mais rapidamente, mudando a composição química do material remanescente. Com alta fluência, a nucleação heterogênea de bolhas de vapor leva a ebulição normal. Se o aquecimento do material é suficientemente rápido para atingir a temperatura termodinâmica crítica, ocorre a nucleação homogênea rápida e explosão em bolhas de vapor que levam a ebulição explosiva, carregando consigo, fragmentos sólidos e líquidos do material [20].

Quando o tempo de excitação é menor que o tempo de termalização do material podem ocorrer mecanismos de ablação não-térmicos e fotoquímico. Por exemplo, com pulsos ultra-rápidos, a ionização direta e a formação de grande número de pares elétrons-lacunas podem levar a transformações de fase adifusionais, quebra direta de ligações químicas e desintegração explosiva da rede cristalina através da repulsão eletrônica (explosão Coulombiana)[21]. Em certos não metais como polímeros e materiais biológicos, com tempos de termalização relativamente longos, a ablação fotoquímica pode ocorrer ainda em lasers com pulsos de nanossegundos e comprimentos de onda pequenos, produzindo regiões de ablação bem definidas e pequenas zonas afetadas pelo calor[22].

Em todos os casos, o material removido é acompanhado da ejeção de uma pluma altamente direcionada a partir da zona de irradiação. A densa pluma de vapor pode conter aglomerados sólidos e líquidos do material. Com altas intensidades, uma parcela significativa do material pode tornar-se ionizada, produzindo plasma. Adicionalmente, com pulsos maiores que picossegundos, a interação da luz do laser com a pluma pode ser significativa. A pluma pode absorver e espalhar a radiação, mudando o verdadeiro fluxo de energia recebido pela superfície.

Laser

O *Laser* é uma fonte de energia altamente concentrada, sendo uma ferramenta atrativa e com potencial de aplicação em diversas áreas de pesquisa e produção. A estrutura básica, consiste em um meio opticamente ativo que amplifica as ondas eletromagnéticas e uma cavidade óptica ressonante composta de dois espelhos. O meio opticamente ativo do laser é um material cuja pureza, concentração, tamanho, forma são controlados de forma a amplificar o feixe a partir do processo de emissão estimulada. Este meio pode ser sólido, líquido, gasoso ou plasma. Podendo a fonte ser uma lâmpada de flash, uma descarga em gás ou uma corrente elétrica. Os lasers pulsados utilizados geralmente para o processo de deposição, tem como material opticamente ativo: Nd:YAG, CO_2 (gás) e excimer (mistura entre um gás de haleto e gás nobre) .

Laser de Nd:YAG

Os lasers desse tipo são feitos a partir de bastões cristalinos de YAG (do inglês Yttrium Aluminum Garnett, $(Y_3Al_5O_{12})_{13}$) dopados com Neodímio (Nd^{+3}). Estes possuem uma excelente estabilidade térmica, o que é bastante adequado tanto para operação em pulsos como contínua. A Figura 2.5 mostra o esquema de montagem interna desse laser. O sistema de bombeamento deste laser conta com uma lâmpada de arco (como de criptônio ou xenônio) ou laser diodo. Neste caso, a lâmpada é representada na figura como uma *flashtube* (F) que é colocada em um foco de um cilindro elíptico (cavidade), o bastão (R) é colocado no outro foco. A lâmpada é alimentada por uma fonte de alta tensão (E), em torno de 1000 V, sendo necessário estar em um circuito com capacitor (C) e resistor (R) [23].

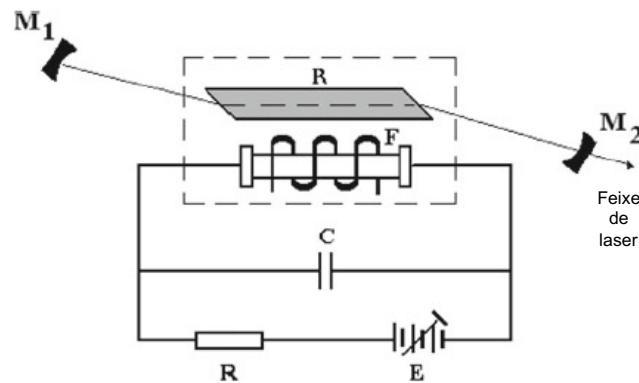


Figura 2.5: Esquema ilustrativo de uma montagem interna de laser de Nd:YAG. Adaptado de [23]

O sistema contém também um ressonador esférico (formado por dois espelhos M_1 e M_2) onde é colocado o bastão com ajuste bastante simples. Tendo como desvantagem a fácil oscilação de modos transversos não desejados. A emissão se dá através de várias transições eletrônicas, sendo a mais importante delas com energia correspondente ao comprimento de onda de $\lambda = 1,06 \mu m$, podendo este valor variar um pouco em função da concentração de dopante.

Os lasers pulsados de Nd:YAG operam em modo *Q-switching*, no qual uma chave óptica é inserida dentro da cavidade do laser, esperando pela máxima inversão de população nos íons de Nd, antes que fosse aberta. Então, a luz pode passar através da cavidade, excitando o meio ativo na máxima inversão de população. Neste modo *Q-switched*, a potência de saída pode atingir 250 MW em pulsos de duração de 10 a 25 ns. Esta intensidade de pulso pode ser eficiente para que possa ser dobrada a frequência, gerando luz com comprimento de onda de 532 nm, ou harmônicos de maiores ordens como 355 nm e 266 nm.

2.1.4 Materiais magnetostrictivos

Magnetismo e magnetostricção

O magnetismo e a magnetostricção são fenômenos intrinsecamente relacionados, uma vez que todos os materiais magnéticos apresentam certo nível mínimo de magnetostricção, ou seja, apresentam algum tipo de deformação em resposta à sua magnetização. Por isso, para melhor compreensão da magnetostricção é necessário compreender a origem do magnetismo desde a escala atômica até em sólidos, especialmente, em metais de transição e terras raras. [25].

O modelo atômico de Bohr consiste em um núcleo pequeno e pesado feito de prótons positivamente carregados e nêutrons neutros envolvidos por elétrons carregados negativamente. Na teoria eletromagnética clássica, qualquer carga em movimento produz um campo magnético e muda sua trajetória em resposta a um campo magnético externo. Desta forma, é possível concluir que esses elétrons orbitando o núcleo como pequenas correntes circulares formam dipolos magnéticos, que combinados darão um momento magnético ao átomo. De fato, o momento dipolo atômico total aparece somente quando os dipolos orbitais não estão completos. Em outras palavras, considerando o caso de dois elétrons se movendo no mesmo caminho orbital mas posições opostas, o momento dipolar total será nulo. Por outro lado, em casos em que não há preenchimento completo e há ocorrência de elétrons se movendo em diferentes órbitas, o dipolo magnético resultante é diferente de zero.

A mecânica quântica descreve quais as orbitas eletrônicas ou estados são permitidos em um determinado átomo, assim como, qual será a ordem de ocupação preferencial desses estados dados os elétrons disponíveis. Sendo assim, é possível prever que, qualquer átomo cujo momento orbital do elétron não se cancela, será magnético. De fato, embora as órbitas eletrônicas contribuam para os momentos magnéticos de todos os átomos, exceto para aqueles que o momento orbital é completamente cancelado, esta contribuição é somente uma parte do momento total.

Cada elétron também carrega consigo um momento angular intrínseco chamado *spin*, que é responsável pela segunda parte do momento magnético de um átomo. O momento de spin do elétron possui dois estados possíveis, “para cima”(+) e “para baixo”(-), e de acordo com a mecânica quântica uma dada órbita atômica pode ser preenchida por dois elétrons, um em cada estado de spin. Se cada órbita é preenchida com ambos estados (+) e (-) o momento de spin total deste átomo será nulo. Entretanto, se, como usualmente ocorre, existam n_+ órbitas (+) do que n_- o momento de spin total será dado por:

$$\mu_S = \mu_B(n_+ - n_-) \quad (2.4)$$

onde μ_B é a o momento magnético de um único spin eletrônico.

O momento orbital total, μ_L , e o momento total de um átomo (spin+orbital) μ_J , pode ser calculado por procedimentos similares, governados pelas regras da mecânica quântica combinado com o momento angular. Os estados eletrônicos dos átomos são agrupados em camadas cujo números correspondem a energia que um elétron nesta dada camada está ligado ao núcleo. Movendo para direita e para baixo na tabela periódica, com o aumento do número de elétrons por átomos, aumenta-se também o número de camadas que geralmente são ocupadas primeiramente por elétrons de spin (+) e depois os elétrons de spin (-). De maneira pictórica o sentido de formato do átomo depende de como esses orbitais são preenchidos.

Porém quando os átomos são colocados juntos de forma a se ligarem para configurar um sólido, há um compartilhamento de elétrons de forma que os requisitos de spin e orbitais incompletos requeridos para o magnetismo não são alcançados. Elétrons em moléculas se posicionam em orbitais moleculares, e em sólidos eles ocupam estados ainda mais estendidos, conhecidos como bandas. Sendo assim, a superposição dos orbitais atômicos faz com que há aja um rearranjo dos elétrons equilibrando a distribuição de momento de spin e momento orbital. Para que o momento magnético observado em um sólido é resultado da configuração iônica, num átomo cujo os elétrons de ligação foram removidos ou adicionados para completar a camada. Consequentemente, apenas dois grupos de elementos na tabela periódica exibem momentos magnéticos nos sólidos são os que as camadas não preenchidas completamente são mais internas, denominados metais de transição (3d, 4d e 5d) e terras raras e actinídeos. [24].

Nas terras raras, os orbitais que apresentam momento de spin resultante estão protegidos nas camadas mais internas que não necessariamente irão participar da superposição das nuvens durante as ligações com os átomos vizinhos. Isto ocorre pois na terras raras o orbital 4f é preenchida fora de ordem. A configuração típica de uma terra rara é $[Xe]4f^n5d^{(1ou0)}6s^2$. Subcamada 4f possui 7 orbitais que podem ser ocupados por 14 elétrons no total. Por simplicidade é adotada a configuração iônica 3+. O Gd, por exemplo, encontra-se no meio da série de terras raras e possui 7 elétrons 4f obtendo uma distribuição $n_+ = 7$ e $n_- = 0$ dando o maior momento de spin dentre as terras raras ($\mu_S = 7\mu_B$).

Além disso, o preenchimento incompleto da camada 4f gera além de uma contribuição para o momento magnético, adicionalmente gera uma anisotropia de forma do íon. Em Gd, por exemplo, cada orbital 4f está preenchido por um elétron, o que o torna esférico. Já no Sm, apenas 5 orbitais 4f são ocupados, cada um por apenas um elétron gerando um formato alongado, enquanto no Tb onde um orbital 4f está ocupado duplamente e os outros 6 contém apenas um elétron cada, o formato é achatado nos pólos. A Figura 2.6 mostra os formatos calculados para os íons da série de terras raras. [26].

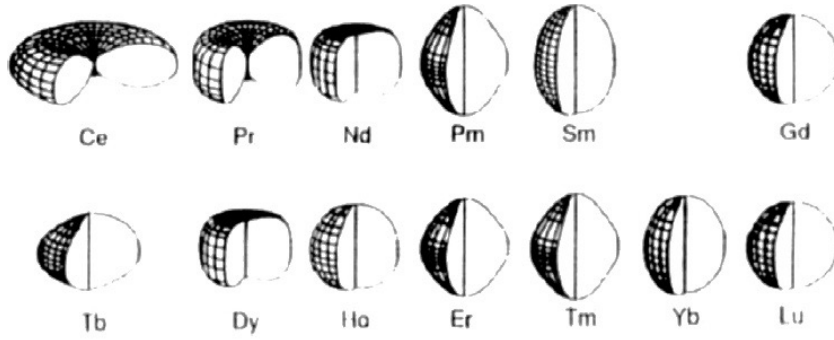


Figura 2.6: Densidade da nuvem eletrônica para os íons de terras raras [26].

No caso dos metais de transição, embora possuam o desequilíbrio gerador de momento magnético, este ocorre nos $3d$ que ao contrário do $4f$ (que ocorre nas terras raras), este orbital irá interagir nas ligações. Com isso, tanto o formato do átomo, quanto seu dipolo magnético serão dependentes da estrutura cristalina e dos tipos de ligações que executam no sólido. Alguns átomos como Fe, Ni e Co são capazes de manter, mesmo que reduzido, seu dipolo magnético na estrutura cristalina.[27].

Um outro fator impactante para o magnetismo em sólidos, é a temperatura pois a agitação a nível microscópico tende a desorganizar os momentos magnéticos. Como já foi dito, embora os átomos ou íons apresentem momento magnético, nos sólidos este momento magnético resultante irá depender das interações entre os momentos magnéticos. Esta interação é chamada interação de troca magnética. Nos materiais em que os orbitais de dipolo magnético participam das ligações, como os metais de transição, a interação de troca magnética é forte e isto mantém os dipolos magnéticos alinhados mesmo em altas temperaturas. Já nas terras raras, cujo desequilíbrio ocorre no orbital $4f$, que não irá participar das ligações, a interação de troca magnética é significativamente mais fraca. Por isso, as terras raras irão ter seus momentos magnéticos alinhados somente em baixas temperaturas. Esta temperatura abaixo da qual os momentos magnéticos dos átomos se alinham e produzem um momento resultante no sólido é chamada temperatura de Curie (T_C), para ferromagnéticos [28].

Tendo em vista toda a discussão sobre a origem do magnetismo e os formatos não-esféricos dos átomos é possível relacionar magnetismo e elasticidade. O momento magnético de um átomo (μ_J) é consequência do momento de spin (μ_S) e do dipolo magnético orbital (μ_l) que interagem devido ao acoplamento *spin-órbita*. O efeito deste acoplamento torna-se mais importante em átomos com maior número atômico. No caso das terra raras, um forte acoplamento *spin-órbita* de um elétron irá fazer com que a orientação de μ_S modifique a densidade de distribuição eletrônica, impactando

na orientação da anisotropia do formato do átomo[25].

Com este acoplamento estabelecido, a anisotropia magnética das terras raras pode ser definida como a tendência de um momento magnético apontar para uma direção cristalina particular por causa da atração ou repulsão entre a sua nuvem eletrônica e dos átomos vizinhos. A partir disto, o acoplamento magnetoelástico é definido como a tendência dos átomos vizinhos de se deslocarem em resposta ao alinhamento de um átomo que sofra a rotação devido à orientação do dipolo magnético de uma distribuição eletrônica anisotrópica. Quantitativamente, isto se expressa como uma mudança na energia elástica associada com uma específica rotação do momento magnético ou, contrariamente, a mudança na energia magnética da distribuição anisotrópica irá gerar uma deformação específica. Este acoplamento magnetoelástico produz o Efeito Joule magnetostrictivo, no qual existe uma mudança anisotrópica no comprimento, quando há aplicação de um campo magnético externo [25].

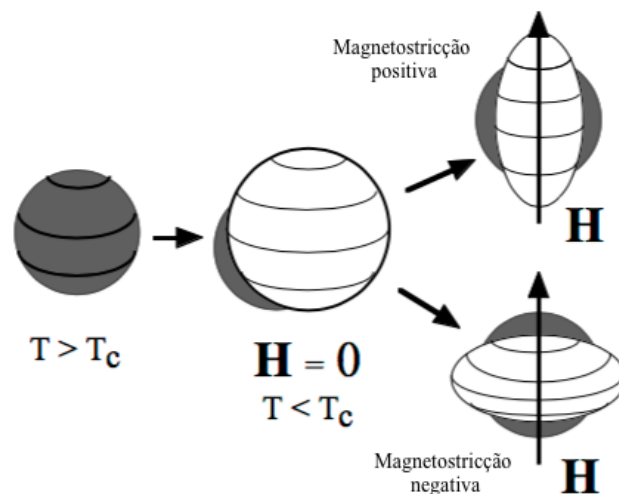


Figura 2.7: Esquemático da alteração do formato de um material quando submetido a um campo magnético. Adaptado de [25].

A Figura 2.7 mostra um esquema para Efeito Joule magnetostrictivo para um determinado material. Inicialmente este encontra-se acima da temperatura de Curie e não possui momento magnético resultante. Ao ser resfriado abaixo da temperatura de Curie e então submetido a um campo magnético este material irá sofrer um alongamento ou encurtamento em determinada direção dependendo da natureza da sua magnetostrição. A origem do nome do efeito deve-se ao fato de que ele foi reportado pela primeira vez pelo físico inglês James Joule em 1842 [29]. Ele observou a mudança de comprimento em material ferromagnético na presença de um campo magnético. Neste experimento, Joule observou um material com magnetostrição negativa, mas desde então outros materiais com magnetostrição positiva foram en-

contrados. A Figura 2.8 mostra o efeito geral, quando um material magnetostrictivo é submetido a um campo magnético em sentidos opostos. É possível observar que há uma saturação quando os dipolos magnéticos atingem o máximo alinhamento.

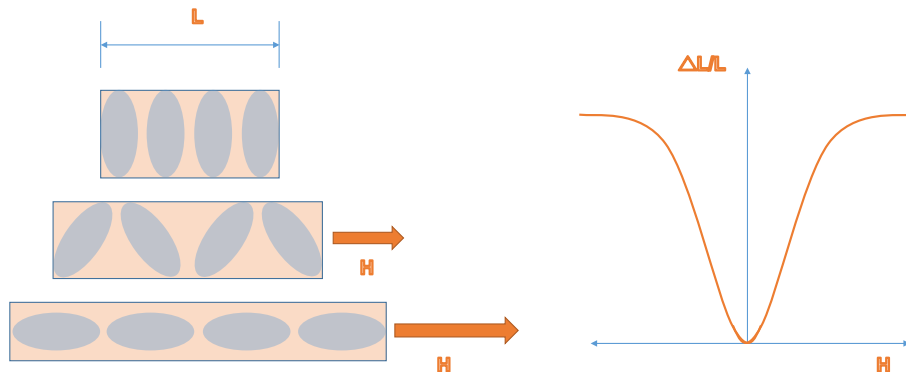


Figura 2.8: Efeito geral da mudança do formato quando material é submetido a diferentes campos magnéticos e o gráfico correspondente

Além de induzir magneticamente uma deformação ocorre também o efeito inverso, quando deformado ocorre uma mudança na magnetização. O efeito magnetostrictivo inverso foi descoberto em 1860 por Villari [30]. O efeito Wiedemann foi descoberto em 1862, neste verifica-se num fio que passa uma corrente elétrica tende a sofrer uma torção, quando um campo magnético aproxima-se. Este efeito é uma derivação do efeito Joule magnetostrictivo onde a corrente que passa no fio irá ser a responsável por gerar o campo magnético circular. O efeito inverso chama-se efeito Matteuci, neste uma tensão elétrica é gerada quando um torque é aplicado num fio magnetizado [31].

Na década de 1960, teve início o estudo da magnetostricção de ligas metálicas de terra raras, incluindo os elementos Tb e Dy, que possuem magnetostricção na ordem de 200 vezes maior que a do níquel. Entretanto, esta magnetostricção estava condicionada à temperatura criogênica tornando-se nula na temperatura ambiente por estes materiais apresentarem temperaturas de Curie (T_C) muito menor que a temperatura ambiente. A busca por materiais com elevada T_C levou com que as pesquisas se concentraram em compostos do tipo RFe_2 , onde R é um elemento de terra rara. Isto levou à descoberta de que o Tb em RFe_2 produzia magnetostricção na ordem de 2400 ppm e na temperatura ambiente ($T_C 700K$). Porém, a grande anisotropia magnética do material requeria um intenso campo magnético para que fosse induzida a magnetostricção. Os pesquisadores então, adicionaram Dy para reduzir a anisotropia magnética e conseqüentemente o campo magnético necessário para observar o efeito. Conseqüentemente, a combinação, nas proporções adequadas de Tb e Dy resultou na descoberta do Terfenol-D. O nome Terfenol-D vem da seguinte composição “Ter” corresponde ao Térbio, “Fe” ao Ferro, “NOL” de Naval

Ordenance Laboratory (onde foi desenvolvido), e o “D” vem do Disprósio [32]. A Tabela (2.1) lista as propriedades físicas do Terfenol-D e seus respectivos valores.

Tabela 2.1: Propriedades de Terfenol-D [33].

Propriedade	Valor	Unidade
Densidade	9250	kg/m^3
Módulo de Young	10-75	GPa
Coefficiente de expansão térmica	12	$ppm/^\circ C$
Resistividade	$58-63 \cdot 10^{-8}$	Ωm
Permeabilidade magnética	9,0-12,0	μ/μ_0
Magnetização na saturação	1,0	T

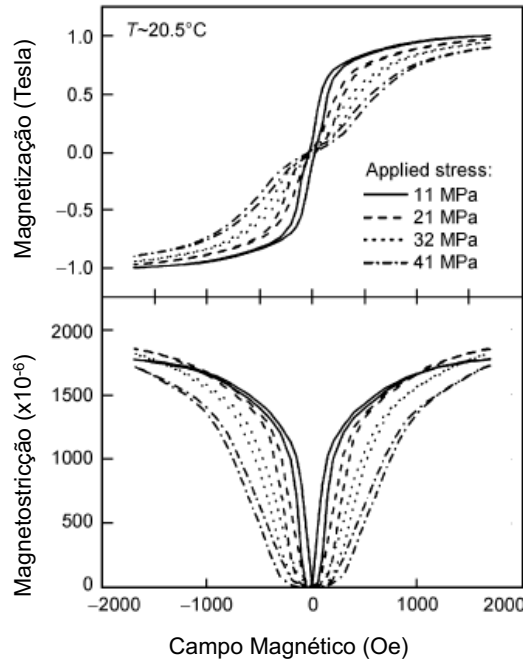


Figura 2.9: Magnetização e Magnetostricção do Terfenol-D na temperatura ambiente. Adaptado de [34].

Os compostos de TbDyFe são geralmente escritos como $Tb_{1-x}Dy_xFe_2$ onde x define a concentração de Tb e Dy. A concentração que na temperatura ambiente reduz a anisotropia magnética é com $x=0,7$ e é esta composição que nos referimos, quando chamamos Terfenol-D. Com isso, Terfenol-D possui a maior magnetização e magnetostricção acionadas por campo magnético operacional, em temperatura ambiente. A Figura 2.9 mostra o comportamento da magnetização e da magnetostricção, quando o material está submetido a diferentes tensões mecânicas [34]. Além disso, a Tabela (2.2) compara os valores de magnetostricção na saturação (λ_s) de diferentes materiais.

Tabela 2.2: Comparação entre materiais magnetostrictivos [33].

Material	Saturação de deformação λ_s (ppm)	Temperatura de Curie (K)
Ni	-50	630
Fe	-14	1040
Fe_3O_4	60	860
Terfenol-D	2000	650
$Tb_{0,5}Zn_{0,5}$	5500	180
$Tb_{0,5}Dy_xZn$	5000	200

Filmes finos de materiais magnetostrictivos

No início da década de 1970, o mesmo grupo de pesquisa que desenvolveu o Terfenol-D citado anteriormente, iniciou o estudo das propriedades magnetostrictivas de filmes finos contendo ligas de terras raras com metais de transição [35]. Porém com o advento dos microsistemas, aumento também a necessidade de filmes finos para implementar os microsensores e microatuadores.

Ao comparar os diferentes materiais transdutores, filmes finos magnetostrictivos são muito promissores para dispositivos microatuadores, pois combinam uma saída de alta energia, alta frequência, operação a distância, layout simples, e comparado as outras técnicas, baixas temperaturas de fabricação. Neste contexto, os filmes finos magnetostrictivos de ligas como Terfenol-D tornaram-se novamente foco de muitas pesquisas a partir da década de 1990, tendo em vista o aprimoramento das técnicas de deposição e a compatibilidade desses filmes com os substratos de silício já utilizados na indústria eletrônica.

Os filmes finos magnetostrictivos podem ser produzidos utilizando várias técnicas de deposição, incluindo evaporação [36], ablação por laser [37] e mais comumente /textit{sputtering} [38]. Em especial, magnetron *sputtering* tem sido utilizado por apresentar algumas vantagens como: boa adesão dos filmes, altas taxas de deposição, preservar a estequiometria e homogeneidade dos filmes.

É possível obter filmes amorfs com a boa escolha dos parâmetros do depósito. Este estado é considerado metaestável uma vez que se encontra entre o estado líquido e sólido e, por não ter estrutura definida, muitas vezes não são encontradas as mesmas propriedades dos materiais maciços [39]. No entanto, vários trabalhos mostram que filmes finos amorfs de Terfenol-D apresentam as mesmas propriedades magnetostrictivas de interesse, porém com menor intensidade [40].

Substâncias magnéticas amorfas são caracterizadas por uma anisotropia local cuja direção varia aleatoriamente de um lugar para o outro porém macroscopicamente observa-se comportamento *ferromagnético*. Isto pode ser aplicado aos filmes finos magnéticos amorfs que apesar de apresentarem uma fraca anisotropia local

as interações de trocas positivas são preponderantes e impõem um alinhamento colinear dos momentos. A Figura 2.10 mostra as estruturas magnéticas encontradas em ligas amorfas.

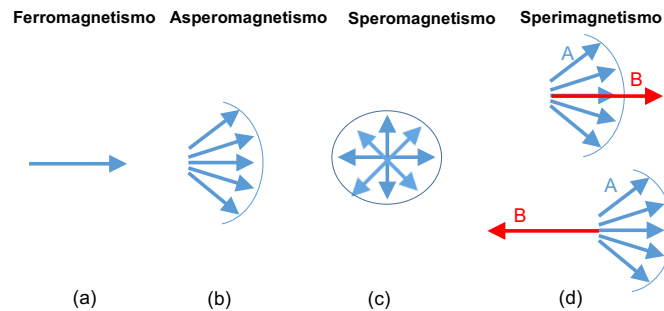


Figura 2.10: As diferentes estruturas magnéticas encontradas nas ligas amorfas.

No arranjo 2.10(a) observa-se o ferromagnetismo colinear, encontrado tradicionalmente em Fe, Co e Ni. No arranjo 2.10(b) apresenta-se o *asperomagnetismo* que ocorre como um ferromagnetismo que possui um eixo de fácil de magnetização que varia localmente mas pode ser observado em escala macroscópica, encontrado em compostos como $GdAl_2$, $DyNi_3$ e $TbAg$. Já no arranjo 2.10(c) o *speromagnetismo* comporta-se como um antiferromagnetismo porém com uma direção preferencial variando localmente mas que não pode ser observada em escala macroscópica [41][42].

O arranjo 2.10(d) aborda o fenômeno de *sperimagnetismo*, o qual é de interesse neste trabalho, ocorre como um ferrimagnetismo com uma direção de fácil magnetização que varia localmente mas que pode ser observado macroscopicamente. Isto é resultado de um desbalanço entre os subordenamentos de magnetização entre A e B, compostos como $DyCo$, $TbFe_2$, $DyFe_2$ apresentam esse comportamento [41].

Determinar o eixo de fácil magnetização é essencial para compreensão da magnetostricção em filmes finos amorfos. Um estudo realizado com um filme fino amorfo de TbDyFe [43], semelhante a utilizada neste trabalho, mostra os diferentes comportamentos na magnetização, quando os filmes possuem anisotropia no plano da superfície ou perpendicular a este. A Figura 2.11(a) e (b) mostra a resposta de magnetização dos filmes finos preparados com diferentes eixos de fácil magnetização, sendo a perpendicular induzida por uma compressão durante o depósito e a no plano por uma tensão. Os resultados em relação a magnetostricção 2.11 (c) mostram os distintos comportamentos, quando aplicado um campo paralelo não só nos valores do coeficiente magnetostrictivo mas também como a diferença de ponto de saturação. Os autores ressaltam que é necessário conhecer o eixo de magnetização devido a grande influência na magnetostricção, já que embora qualquer rotação de spin implique em uma mudança de magnetização, a relação entre essas duas propriedades depende do processo de magnetização. Por exemplo, um processo de magnetização

causado por uma rotação de 180° nas paredes de domínio não irá resultar em nenhuma magnetostricção.

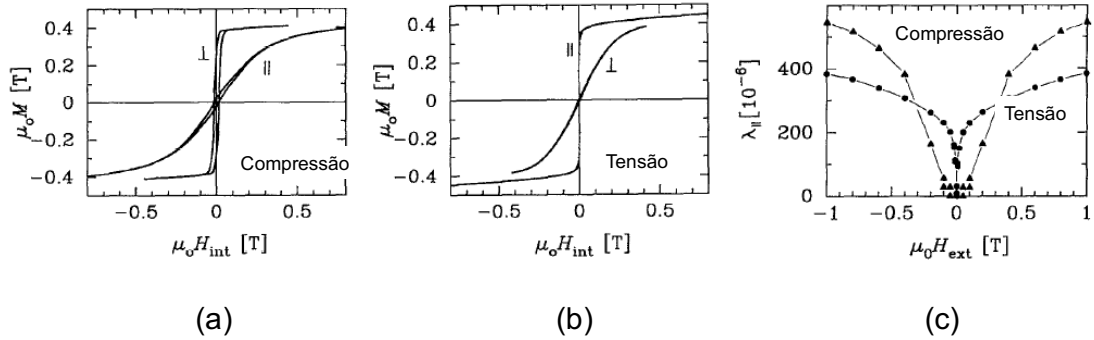


Figura 2.11: Curva de magnetização (a) filme com eixo de fácil magnetização perpendicular ao plano (compressão) (b) filme com eixo de fácil magnetização perpendicular ao plano (tensão). (c) Curva de magnetostricção. Adaptado de [43].

Vale salientar que uma das propostas para a recuperação das características do material maciço é a cristalização do filme fino. Esta pode ser obtida através do aquecimento do substrato durante a deposição ou com tratamentos térmicos posteriores. Na Figura 2.12 pode-se observar a diferença de resposta entre filmes depositados utilizando a mesma técnica, neste caso de evaporação térmica, para diferentes temperaturas de substrato o que impactará diretamente na estrutura cristalina do filme. No filme A utilizou-se uma temperatura de 405 K resultando em um filme amorfo e no filme C depositado num substrato à temperatura 626 K que resultou em um filme cristalino. A determinação da estrutura formada foi obtida pela técnica de difração de Raio-X (XRD) também reportada no mesmo artigo [44].

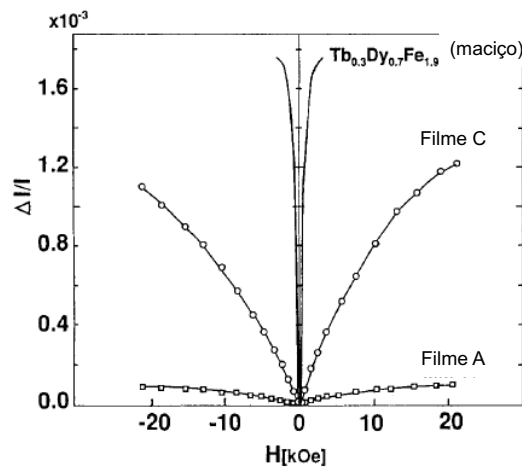


Figura 2.12: Magnetostricção do filme A (filme amorfo) e do filme C (filme cristalino) e do Terfenol-D maciço (bulk). Adaptado de [44].

2.2 Estado da arte

Existem várias aplicações de sensores de campo magnético encontradas no cotidiano podendo dividir-se em quatro categorias. A primeira delas são os sensores de baixa sensibilidade no qual se destacam os sensores de corrente alternada. Neste tipo, um dos sensores mais aplicados é de o Efeito Hall [45] montado em loop magnético de núcleo laminado [46]. A segunda categoria são os sensores de sensibilidade média, no qual se encaixam os sensores utilizados para a navegação que se orientam pelo campo magnético da Terra [47]. Na terceira categoria estão os sensores de alta sensibilidade, estes são principalmente utilizados para detecção de anomalias magnéticas. Este tipo de detecção de objetos ferromagnéticos como por exemplo os materiais dos quais são feitos navios, tanques ou aeronaves. Desta forma, esse tipo de sensor é uma importante ferramenta para aplicações militares e em explorações espaciais [48]. A quarta categoria é a de aplicação nas áreas médicas e biológicas. Marcadores magnéticos são utilizados para rastreamento de moléculas específicas e medida do campo magnético gerado pelo cérebro [49], por exemplo.

Nesta secção serão explorados os sensores ópticos de campos magnéticos. Os sensores ópticos tem obtido amplo desenvolvimentos, em especial, os sensores baseados em fibra óptica, tendo em vista suas diversas vantagens. Dentre estas, a imunidade eletromagnética, pequenas dimensões, baixo peso, alta sensibilidade, grande largura de banda e baixa perda na transmissão de dados [50]. Serão apresentados diferentes sensores baseados em fibra óptica diferenciando-os de acordo com fenômenos físicos envolvidos na mensuração.

2.2.1 Sensores baseados em efeito Faraday

Em 1845, Michael Faraday descobriu a diferença de índice de refração do vidro para a luz polarizada circularmente à esquerda e para luz polarizada circularmente à direita induzida por um campo magnético externo. Foi então que em 1854, Émile Verdet notou que o ângulo de rotação de uma luz linearmente polarizada é proporcional à intensidade do campo magnético e ao cosseno do ângulo entre o campo e a direção da propagação da luz. Em geral, fibras ópticas de sílica padrão possuem uma pequena constante de Verdet, quando comparadas com outros vidros utilizados em óptica. Sendo assim, muitos estudos foram realizados no sentido de explorar melhor esta propriedade nas fibras ópticas. Materiais como vidro flint possuem constante de Verdet seis vezes maior do que da sílica pura e coeficiente foto-elástico 780 vezes menor [51]. Na Figura 2.13 pode-se visualizar um típico sensor utilizando fibra com vidro flint para monitoramento da corrente elétrica a partir do campo magnético gerado pela mesma.

Recentemente foram utilizadas fibras ópticas dopadas com Térbio que apresen-

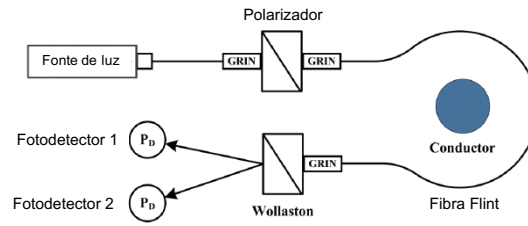


Figura 2.13: Configuração típica de um sensor de fibra óptica de vidro flint utilizado para o monitoramento de corrente. Adaptado de [52].

tam constante de Verdet 27 vezes maior do que a da sílica tradicional, alcançando 83% do valor da constante de Verdet de cristais utilizados como isoladores ópticos [53]. Porém um dos grandes problemas deste tipo de sensor é que sua birrefringência linear pode ser influenciada por vários fatores como tensão mecânica, temperatura e defeitos de fabricação.

Sensores baseados em fluidos magneto-ópticos

A sigla SMS vem do inglês singlemode-multimode-singlemode o que consiste em uma estrutura que funciona baseada no princípio de interferência multimodal. A seção multimodal terá seus modos de propagação excitados de acordo com seu tamanho e com vários outros fatores, como por exemplo, o índice de refração do meio externo. Devido à sua fácil confecção, sensores ópticos baseados na estrutura SMS possuem grandes vantagens quando comparados com outros que visam monitorar o índice de refração [54].

O trabalho reportado em 2013, combina as propriedades de capacidade de medida de índice de refração de uma estrutura SMS com a variação do índice de refração de um fluido magnético, quando submetido ao campo magnético externo. Neste trabalho também será utilizado o método de remoção da casca utilizando ácido fluorídrico a fim de aumentar a sensibilidade do sensor [55]. O esquemático de medida pode ser visualizado na Figura 2.14.

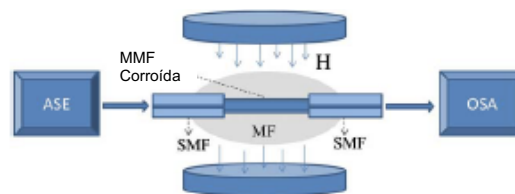


Figura 2.14: Esquemático da montagem experimental de investigação as características do sensor proposto. Adaptado de [55].

Como pode ser visto na Figura 2.14 o esquema consiste em uma fonte banda larga e um analisador de espectro no qual o sensor funcionará como um filtro óptico

atuando em transmissão. A secção multimodal será recoberta por um fluido coloidal magnético de Fe_3O_4 em óleo fornecido pela empresa Ferrotec Corporation. O diâmetro das nanopartículas é da ordem de 10 nm com concentração em torno de 1,87% em volume.

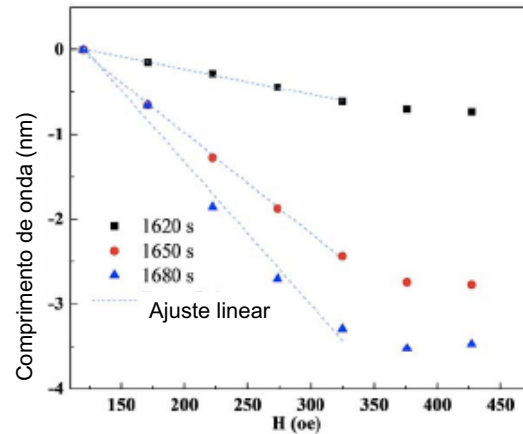


Figura 2.15: Deslocamento do comprimento de onda em função do campo magnético aplicada para fibras multimodo que sofreram diferentes corrosão. Adaptado de [55].

A Figura 2.15 mostra a resposta dos sensores fabricados a partir de diferentes tempos de corrosão da casca das fibras óptica multimodo utilizadas (1620 s, 1650 s e 1680 s). A resposta é expressa em função do deslocamento do comprimento de onda que sofreu maior atenuação na transmissão, quando aplicado um determinado campo magnético externo. A partir desta se conclui que quanto maior o tempo de corrosão da casca, maior a sensibilidade do sensor, alcançando -16,86 pm/Oe.

Sensores baseados em magnetostricção

O primeiro trabalho combinando Terfenol-D e fibra óptica para a medida de campo magnético estático foi reportado em 2000 [56] e mostrado na Figura 2.16. O sensor magnetostrictivo com compensação de temperatura foi composto por duas diferentes ligas metálicas com coeficientes de expansão térmica similares, sendo uma delas o Terfenol-D e a outra Monel 400. A expansão mecânica de ambos os materiais a partir da variação da temperatura e do campo magnético externo foram detectadas a partir de duas FBGs conectadas. A diferença de espectral entre os dois comprimentos de onda de Bragg foi proporcional à amplitude da magnetostricção e, o deslocamento de comprimento de onda produzido pela rede colada no material não-magnético foi proporcional à variação de temperatura.

Para baixos valores de campos magnéticos aplicados, menores que $4,7 \cdot 10^{-4}$ A/m ($B < 60$ mT) foi verificada uma resposta linear no sensor. A sensibilidade espectral nesta faixa, foi independente da temperatura, tendo um valor de

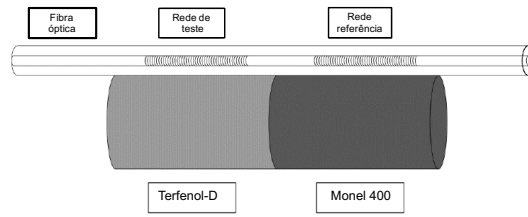


Figura 2.16: Diagrama esquemático de sensor proposto por *Mora et al.* Adaptado de [56].

$(2,31 \pm 0,05) \cdot 10^{-5} \text{ nm}/(\text{A}^2 \text{ m}^{-2})$. Foi demonstrado em 2005 [57] um sensor de campo magnético com base em uma configuração que consistia em duas FBGs fixadas em uma haste de Terfenol-D. Uma das grades foi fixada na liga magnetostritivo nos dois terminais, enquanto a outra só foi ligada a um ponto, ficando esta extremidade livre para se mover. A configuração de FBGs dupla, visualizada na Figura 2.17 atingiu sensibilidade máxima de 0,018 nm/mT, quando aplicada uma densidade de fluxo magnético menor do que 70 mT.

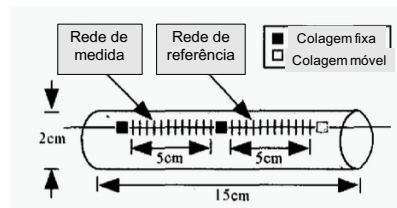


Figura 2.17: Esquema da cabeça de medida do sensor. Adaptado de [57].

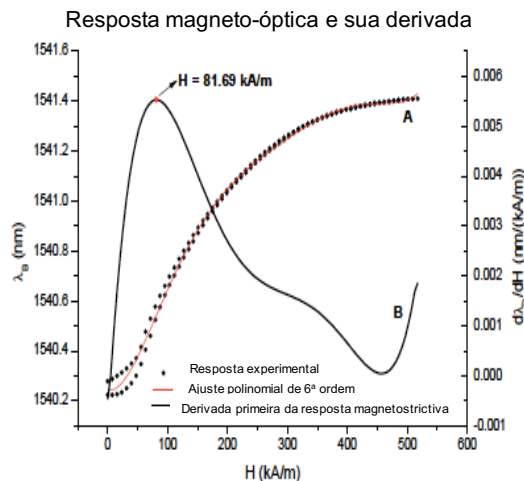


Figura 2.18: Curva de resposta do sensor e sua derivada proposto por de Nazaré e Werneck. Adaptado de [58].

Dentre as diversas montagens de sensores que combinam materiais magnetostritivos e FBGs vale ressaltar o trabalho de Nazaré e Werneck [58], 2015, no qual foi

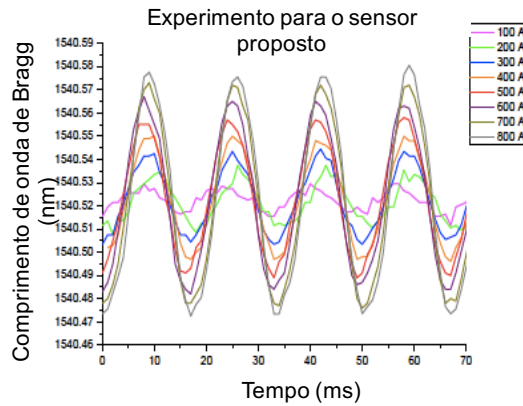


Figura 2.19: Resultado das medidas de corrente alternada do sensor proposto. Adaptado de [58].

desenvolvido um sensor de corrente alternada para medida em linhas de transmissão. Neste, apresenta-se uma solução para o fato da magnetostricção de uma barra de Terfenol-D apresentar o dobro da frequência da corrente à qual está submetido o campo. O trabalho mostra uma otimização a partir da resposta do sensor em deslocamento de comprimento de onda para os diferentes campos magnéticos ao qual foi submetido 2.18.

Com base nessas otimizações foi montada a estrutura para medida em um condutor semelhante a uma linha de transmissão e foram então medidos os resultados para diversas correntes alternadas 2.19.

Em 2009, pela primeira vez [59], foi utilizado uma fibra óptica recoberta com um filme fino de Terfenol-D ao invés de utilizar o material maciço. Tendo sido depositado pelo processo de magnetron *sputtering* em FBGs previamente corroídas em ácido fluorídrico de forma a aumentar a sensibilidade. Os filmes depositados tinham espessura de $0,8 \mu\text{m}$ e foram depositados a uma taxa de $0,08\text{nm/s}$.

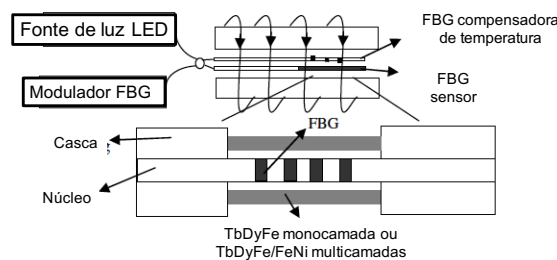


Figura 2.20: Esquema da cabeça de medida do sensor. Adaptado de [59].

A Figura 2.20 mostra o esquema de montagem do sensor já com compensação para temperatura. Obteve-se a maior sensibilidade para os sensores com diâmetro final de $85 \mu\text{m}$, como pode ser visto no gráfico da Figura 2.21 com $1,08 \text{ pm/mT}$.

A fim de substituir a utilização de ácido fluorídrico e ainda assim aumentar a

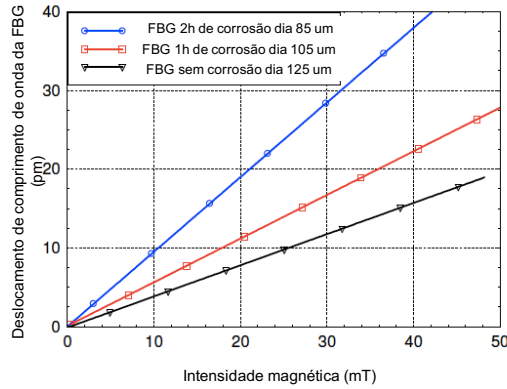


Figura 2.21: Variação do comprimento de onda central para fibras com diferentes diâmetros após tratamento com HF. Adaptado de [59].

sensibilidade dos sensores, deu-se início a utilização de laser *femtosecond* para a confecção de microrranhuras na região da rede de Bragg para posterior deposição do filme fino de Terfenol-D. A Figura 2.22 mostra o desenho esquemático do sensor fabricado a partir deste princípio no qual as microranuras terão $21,5\mu m$ de profundidade[60].

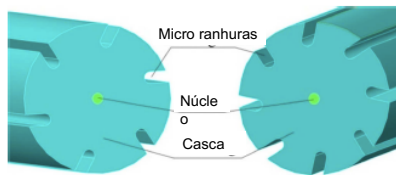


Figura 2.22: Perfil esquemático das fibras ópticas com 6 e 8 microranuras. Adaptado de [60].

Posteriormente a confecção das microranuras é depositado o filme fino de Terfenol-D utilizando /textit{sputtering RF}. Os filmes formados tinham $5\mu m$ de espessura e foram depositados a uma taxa de $0,03\text{ nm/s}$. A Figura 2.23 mostra uma imagem de microscópio óptico de varredura de sigla MEV da FBG já recoberta com o filme fino.

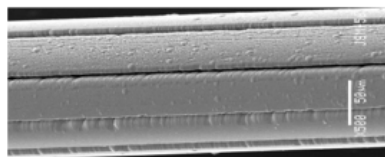


Figura 2.23: Imagem de MEV da fibra óptica recoberta com filme fino de Terfenol-D. Adaptado de [60].

No gráfico mostrado na Figura 2.24 pode-se observar que a confecção das microranuras aumenta a sensibilidade do sensor em relação à fibra óptica sem esse

tratamento. Além disso, com o aumento no número de microranhuradas há um aumento da sensibilidade também, chegando a alcançar 0,58 pm/mT comparados com 0,14 pm/mT da fibra óptica padrão.

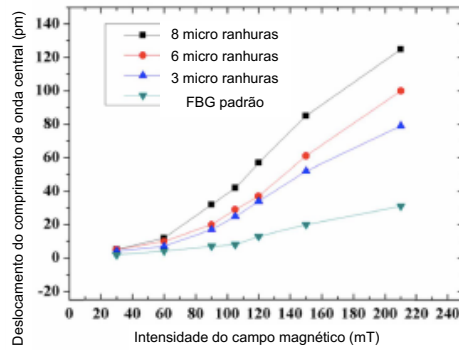


Figura 2.24: Gráfico de resposta do sensor. Adaptado de [60].

No trabalho de 2010, Smith et al [61], atingiu sensibilidade de 0,3 pm/mT confeccionando um uma micro cavidade de 3 cm de comprimento, 15 μm de largura e 20 μm de profundidade. Além deste, Silva et al [62] de 2012 que mostram um sensibilidade em torno de 0,70 pm/mT para filmes de Terfenol-D de 1,6 μm de espessura. Já em 2013, Dai et al [63] (mesmo grupo do primeiro artigo citado de 2009), realiza um trabalho com microranhuradas em espiral e depósito de cerca de 1 μm de Terfenol-D alcançando uma sensibilidade de 0,70 pm/mT, aproximadamente 5 vezes maior do que uma FBG sem as microranhuradas, como reportado por estes (0,14 pm/mT). Ainda em 2015, Lee et al [64], reportaram a sensibilidade de 1,15 pm/mT com uma LPG (sigla em inglês para *Long Period Grating*) com duas microcavidades confeccionadas com laser *femtosecond* e filme de Terfenol-D de 1 μm de espessura.

Capítulo 3

Metodologia experimental

Este capítulo de metodologia experimental está dividido em três blocos, o primeiro deles trata dos processos referentes à fabricação do filme fino, o segundo à fabricação e preparação da FBG e por último os métodos envolvidos na análise do filme fino de Terfenol-D depositado sobre a FBG.

3.1 Filmes finos de Terfenol-D

3.1.1 Sputtering

Inicialmente, pensou-se em utilizar o equipamento de *magnetron sputtering* disponível no Laboratório de Instrumentação e Fotônica. Isto porém não foi possível, pois sendo o Terfenol-D um material ferromagnético há efeitos de distorção de campo e este não pode ser mitigado pela retirada do ímã permanente central. Tendo em vista este problema, foi utilizado o equipamento de *magnetron sputtering* disponível no Laboratório de Nanomateriais no Instituto de Física da UFRJ. A Figura 3.1 mostra o equipamento utilizado.



Figura 3.1: Equipamento de *magnetron sputtering* utilizado no Instituto de Física.

Foi confeccionado um suporte que permitiu que a fibra fosse posicionada verticalmente, de forma que esta girasse com velocidade 30 rpm durante o depósito. Sendo a fibra óptica um objeto cilíndrico pensou-se o depósito na mesma girando como forma de obter um filme homogêneo ao longo de sua superfície. A Figura 3.2 mostra este suporte externa e internamente ao equipamento e durante o depósito.

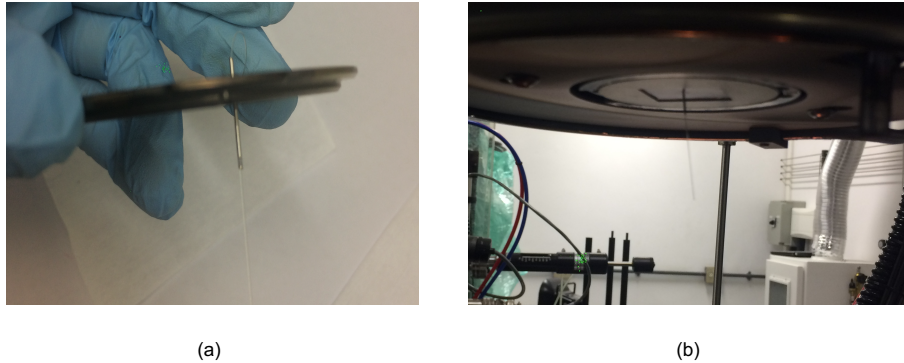


Figura 3.2: (a) Suporte para fibra óptica externamente. (b) Suporte para fibra óptica posicionado.

Os depósitos foram realizados em pressão de Ar de 5 mTorr com potência de 70 W, o alvo utilizado foi fornecido pela empresa ETREMA tendo diâmetro de 2 polegadas e espessura de 3 mm. Inicialmente os filmes foram depositados em substrato de silício e posteriormente em fibra óptica. Os filmes depositados em silício e que foram utilizados para as demais caracterizações possuem uma camada protetora de Cr, para evitar a oxidação.

Infelizmente, devido ao fato do Terfenol-D ser um material não dúctil, o alvo para o depósito por *sputtering* quebrou em diversos pedaços impedindo que pudesse dar continuidade aos depósitos e tendo que se buscar uma técnica alternativa para a fabricação dos filmes finos. Com isso, foram produzidos apenas dois depósitos em fibra óptica.

3.1.2 Deposição por laser pulsado

O sistema de deposição por laser pulsado do Laboratório de Instrumentação e Fotônica é constituído de um laser de Nd:YAG da marca Quantel, modelo Brilliant B acoplado a um cristal que dobra a frequência de operação, trabalhando em 532 nm. Devido a câmara de vácuo utilizada ser a mesma para o sistema do *sputtering* e possuímos um espaço limitado, foi necessário uma adaptação do sistema para o alinhamento do laser, de forma que o feixe chegasse ao alvo com o ângulo requerido.

A Figura 3.3 mostra a trajetória do laser até a janela de quartzo que dá acesso à câmara de vácuo. É importante ressaltar que todas as peças para suporte de espelho que aparecem nesta imagem foram confeccionadas durante o desenvolvimento deste

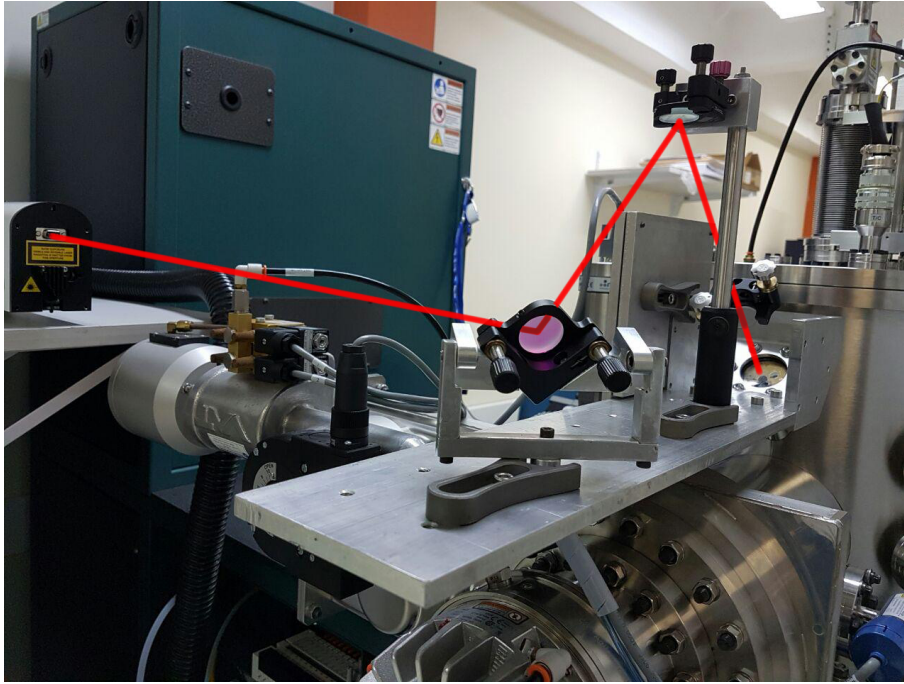


Figura 3.3: Montagem de espelhos para alinhamento do feixe de laser para dentro da câmara de vácuo.

trabalho para implementação do sistema de deposição que não havia antes. Devido a geometria da sala, foi necessário uma estudo prévio do alinhamento de forma a garantir as condições ideais para o processo. A Figura 3.4 mostra o esquemático da visão interna da câmara após o laser passar pela janela de quartzo.

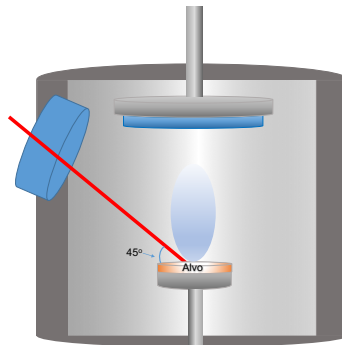


Figura 3.4: Esquemático de visão interna da câmara após o feixe passar pela janela de quartzo.

3.2 Caracterização dos filmes finos

3.2.1 Espessura e taxa de deposição

Tendo em vista que precisamos depositar sobre as fibras ópticas filmes com espessura específicas, previamente é necessário determinar a taxa de deposição. Para

obter esta informação é necessário conhecer a espessura e o respectivo tempo de depósito de um filme produzido sobre as mesmas condições que serão feitas posteriormente. A medida de espessura dos filmes finos foi realizada a partir de dois diferentes métodos reflectometria e microscopia de força atômica. O primeiro deles não é adequado para os filmes produzidos por deposição por laser pulsado devido a alta rugosidade gerada pelo método. Será explicado a seguir como é realizada a medida de espessura para cada método.

Reflectometria

Foi utilizado o Sistema Gerador/Difratômetro X'Pert PRO (Philips, Panalytical), do Laboratório de Raio-X do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), no modo de operação de feixe de incidência rasante. A medida da espessura se dá a através da análise das franjas de interferência geradas pela interação entre o raio X e o filme fino sobre o substrato. Esta análise é feita utilizando o software aberto *Gen X* [65] que utiliza um robusto método de otimização de forma a ajustar os parâmetros de espessura, rugosidade, difusão, densidade para o padrão interferométrico obtido utilizando o equipamento citado. A interface gráfica pode ser observada na Figura 3.5.

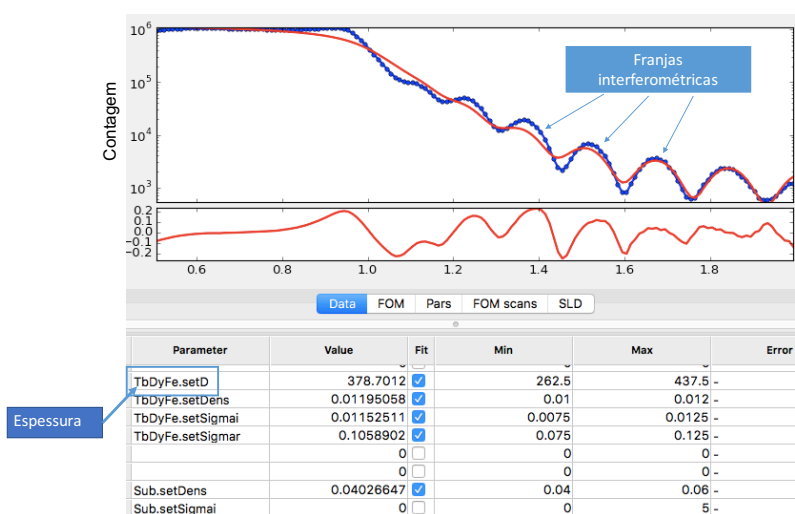


Figura 3.5: Interface gráfica do software de determinação de espessura por reflectometria - GenX.

Microscopia de força atômica

O Microscópio de força atômica de sigla AFM (em inglês, Atomic Force Microscopy) utilizado pertence ao Laboratório de Análise de Superfícies do Departamento de Engenharia de Metalúrgicas e Materiais da UFRJ, seu modelo é o AFM Topometrix e operando no sistema Accurex IIL. De forma simples, este equipamento

consiste basicamente em um cantilever que, quando aproximado da amostra irá ser atraído ou repellido de acordo com a interação entre o material da ponta de inspeção e o material da amostra. Variando a ponta utilizada diferentes aspectos podem ser inspecionados abrindo um leque para diversas aplicações. Neste caso foi utilizada a ponta de contato a fim de levantar o perfil de um degrau produzido entre o filme e o substrato depositado (Figura 3.6). Sendo assim, a espessura do material é fornecida através da diferença de altura entre a região do depósito e do substrato.

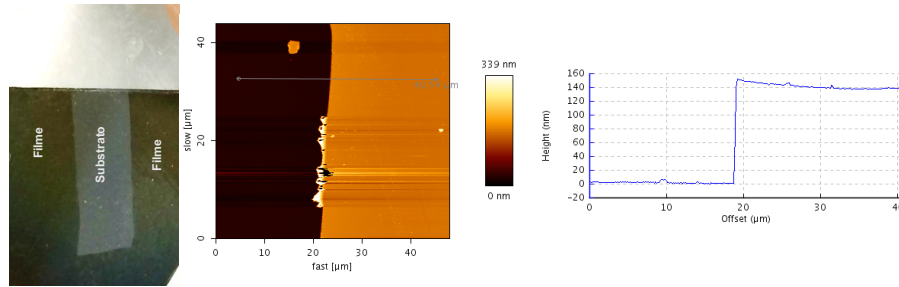


Figura 3.6: Degrau produzido para a medida de espessura do filme.

3.2.2 Caracterização estrutural

A cristalografia de raios X é uma técnica utilizada para determinar a estrutura cristalina de átomos ou moléculas, uma vez que esta estrutura fará com que ocorra a difração do feixe em direções específicas. Em termos gerais, este feixe de raios X é gerado em um tubo catódico e filtrado para produzir uma radiação monocromática, colimada para concentrar e direcionada para a amostra.

A interação entre o feixe incidente produz uma interferência construtiva, quando satisfeitas as condições da lei de Bragg, $n\lambda = 2d\sin\theta$, sendo λ o comprimento de onda da fonte, d o espaçamento entre os planos de difração, n é um número inteiro e θ o ângulo de incidência.

Neste trabalho, embora sejam fabricados filmes amorfos, foi realizada a verificação desta característica a partir da técnica citada, tendo como padrão de comparação a difração do alvo cristalino de Terfenol-D. Foi utilizado o equipamento D2 Phaser Bruker.

3.2.3 Caracterização de composição química

A determinação da composição química foi obtida através da técnica de espectroscopia de energia dispersiva de raio X, conhecida da sigla EDS (em inglês, Energy Dispersive Spectroscopy), que consiste na interação da amostra com uma fonte que estimula a emissão de raio X. O equipamento utilizado foi o Microscópio Eletrônico

de Varredura de Alta Resolução Jeol 7100FT do Laboratório Multiusuário de Nanociência e Nanotecnologia do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF).

Este equipamento é equipado com fonte de elétrons do tipo FEG com resolução de 1,2 nm (30 kV), capacidade de operação em baixas voltagens (2,0 nm a 1 kV) e com o acessório para espectroscopia de dispersão de energia de raios-X (EDS) Oxford (SDD de 80 mm^2).

Tendo em vista que o objetivo é determinar a composição química somente do filme fino e não do substrato, diminuiu-se a voltagem de operação mantendo a relação de compromisso para que houvesse sinal suficiente a ser detectado. Além disso, os filmes preparados tinham cerca de 1 μm de espessura, a fim de aumentar o volume de amostra a interagir com o feixe de elétrons. A voltagem de operação do feixe foi fixada em 15 kV, magnificação de 1000x e distância de trabalho (WD) de 10 mm, isto garantiu um tempo morto do detector de EDS em torno de 30%, considerado ideal para análise.

3.2.4 Caracterização por microscopia de força magnética

Em termos básicos, a microscopia de força magnética, de sigla MFM, consiste na utilização de uma propriedade básica do magnetismo: atração e repulsão entre dois magnetos. Semelhante à microscopia de força atômica, esta é baseada em escanear, utilizando uma ponta magnética, bem próxima à superfície de forma a detectar as pequenas forças induzidas pelo comportamento magnético da amostra.

A partir destas interações é possível obter uma imagem da configuração magnética das amostras, assim como seus domínios magnéticos. É importante sempre comparar com a imagem topográfica da amostra a fim de certificar-se que há distinção entre estas e que somente os aspectos magnéticos estão sendo investigados. Esta caracterização foi realizada no Laboratório de Análise de Superfícies do Departamento de Engenharia de Metalúrgicas e Materiais da UFRJ, seu modelo é o AFM Topometrix e operando no sistema Accurex IIL, utilizando uma ponta de material magnético duro.

3.2.5 Caracterização magneto-óptica

A caracterização magneto-óptica baseia-se em investigar a magnetização de uma amostra baseado na rotação de polarização gerada pela luz incidente neste amostra, quando a mesma está sob a influência de campo magnético externo. A interação do campo elétrico da luz com a nuvem eletrônica do material sob efeito do campo elétrico irá fornecer informação sobre a magnetização da amostra. Neste trabalho serão utilizados dois efeitos básicos: efeito Faraday e efeito Kerr. O primeiro deles consiste na rotação do ângulo de uma luz linearmente polarizada que é transmitida

através de uma material submetido a campo magnético [41]. Este efeito pode ser matematicamente descrito através da expressão (3.1):

$$\theta_f = \int_L V \vec{B} \cdot d\vec{l} \quad (3.1)$$

onde V é a constante de Verdet do material, \vec{B} é o vetor densidade de fluxo magnético e $d\vec{l}$ é o vetor diferencial ao longo da direção de propagação. Este efeito, uma vez que é linear, foi utilizado para a calibração do sistema e determinação do campo magnético ao qual a amostra é submetida pelo arranjo de bobinas.

Já o efeito Kerr de sigla MOKE, (em inglês, Magneto optical Kerr effect), é medido na reflexão do feixe incidente e pode ser separado em três categorias: polar, longitudinal e transverso. O efeito Kerr polar pode ser medido ao incidir um feixe normal à superfície da amostra a qual estará magnetizada em direção perpendicular à superfície (Figura 3.7 (a)). Após a reflexão, a polarização será alterada em um ângulo θ_K , tipicamente menor que um grau. Revertendo a magnetização é também invertida a rotação [41].

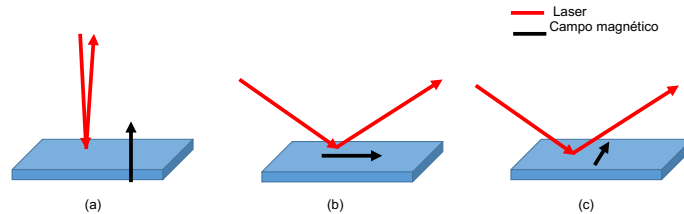


Figura 3.7: Configurações básicas para o efeito Kerr magneto-óptico. (a) polar, (b) longitudinal e (c) transverso.

O efeito Kerr longitudinal é medido através da incidência de um feixe oblíquo à amostra e a magnetização ocorre no plano de incidência (Figura 3.7 (b)). Ao refletir um feixe incidente polarizado paralelo ou perpendicular ao plano de incidência há uma reflexão ligeiramente elíptica. Há também inversão da rotação quando há inversão da magnetização. No efeito Kerr transverso (Figura 3.7 (c)), aparece a mesma montagem do efeito Kerr longitudinal, exceto pelo fato de que a magnetização embora seja no plano da amostra é perpendicular ao plano de incidência. Neste caso porém, há uma diferença na reflectividade para a luz polarizada no paralela ou perpendicular ao plano de incidência, o que dependerá da diferença de magnetização da amostra [41].

A Figura 3.8 mostra a montagem experimental para a caracterização magneto-óptica. O sistema pode ser dividido na parte óptica e na parte de excitação magnética. A parte óptica consiste em um feixe de laser vermelho que é refletido pela amostra e direcionado ao prisma de Wollaston que irá separar o feixe em polarizações ortogonais. Após isso, os dois feixes são direcionados a dois fotodetectores que irão

gerar o sinal referente ao giro de polarização na luz gerado pela amostra excitada magneticamente. Na parte magnética, tem-se um conjunto de bobina de Helmholtz que são excitadas por pulsos de duração de $250 \mu s$ e tensão de até 100 V.

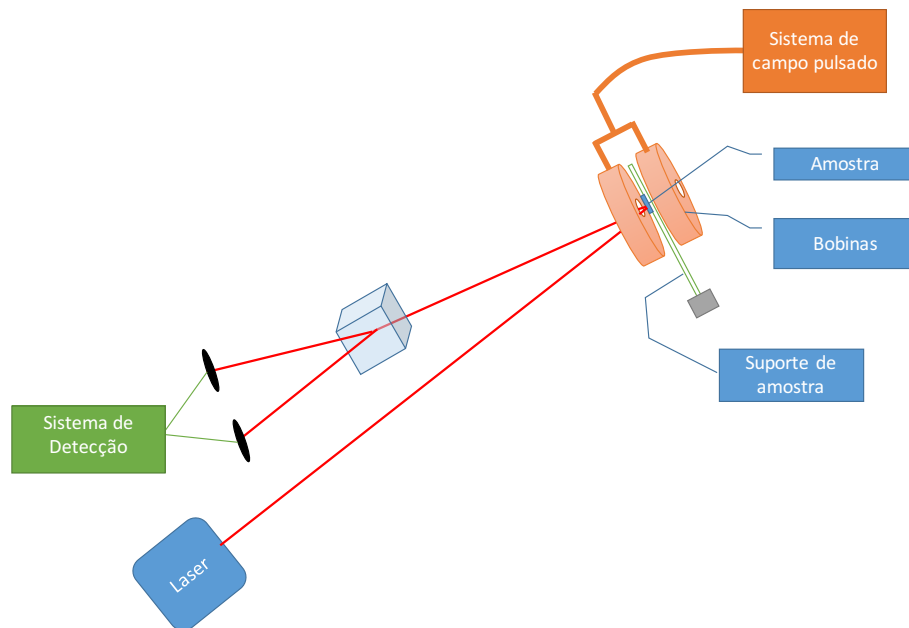


Figura 3.8: Montagem experimental para medida magneto-óptica.

Para o processo de calibração, foi então utilizada uma combinação dos efeitos Faraday e Kerr. É necessário realizar a calibração para que se saiba exatamente o campo magnético gerado pela bobina. É utilizada então uma amostra de filme fino de ferro, em torno de 100 nm, que é posicionada no centro das bobinas. Sendo o valor do campo de saturação magnética do Fe conhecido (2,20 T), guarda-se o tempo em que este campo é atingido dado um pulso de corrente. Após isso, a amostra de Fe é substituída por um cristal de óxido de zinco (ZnO) (ver Figura 3.9) com um depósito de filme fino de ouro de forma a permitir a reflexão do feixe incidente, uma vez que neste cristal ocorre efeito Faraday. A partir do cruzamento da curva de magnetização do Fe e do ZnO é possível determinar um fator de correção que permite a determinação do campo gerado pela bobina ao longo da duração do pulso. Esta informação será utilizada para investigar a resposta magneto-óptica das amostras estudadas.

3.3 Preparação e deposição de FBG

As fibras ópticas com rede de Bragg utilizadas neste trabalho, são do tipo mono-modos do fabricante Fibercore, modelo SM1500, referente à categoria de altamente dopadas por germânio. Possui diâmetro total de $125 \mu m$, sendo o núcleo de $4,2 \mu m$ e é apta para operar de 1520 nm a 1650 nm. As respectivas redes de Bragg

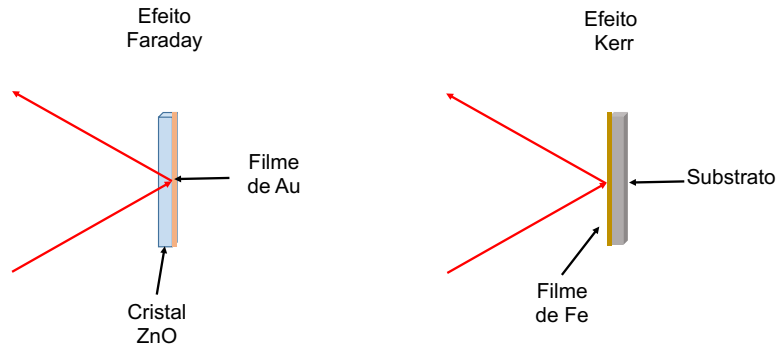


Figura 3.9: Amostras para a calibração da montagem magneto-óptica.

foram confeccionadas utilizando uma máscara de fase de quartzo de periodicidade de 1052 nm, um laser de argônio do modelo Coherent 300C, com comprimento de onda fundamental de 488 nm, porém acoplado a um cristal de forma a dobrar sua frequência de operação, alcançando o comprimento de onda desejado no ultravioleta de 244 nm.

Essas fibras ópticas foram previamente submetidas ao carregamento de hidrogênio, ou seja, permaneceram sob pressão de 100 kgf/cm^2 de H_2 durante 7 dias antes do processo de gravação. Todos os equipamentos, assim como as montagens citadas para a fabricação das FBGs utilizadas neste trabalho, estão disponíveis nas instalações do Laboratório de Instrumentações e Fotônica (LIF/COPPE).

Os depósitos das fibras no sistema de sputtering foram realizados utilizando o suporte mostrado na seção 3.1.1 e foram produzidos filmes com $1 \mu\text{m}$ de espessura. Já no sistema de PLD, os depósitos foram realizados em duas etapas, sendo as fibras ópticas giradas em 180° a cada etapa, sendo depositados filmes de $2 \mu\text{m}$ sobre a fibra.

3.4 Ensaios em campo estático

3.4.1 Montagem para teste em eletroímã

Foi utilizado o sistema de eletroímã do Laboratório de Supercondutores da COPPE/UFRJ, da marca Lake Shore Cryophotonics, EUA, Modelo 622. Para a medida do campo magnético foi utilizado um gaussímetro da marca Lakeshore modelo 410, com a sonda Hall transversal. A Figura 3.10 mostra o equipamento utilizado.

A Figura 3.11 mostra o posicionamento das fibras ópticas com filmes finos depositados durante os ensaios no equipamento. Foram realizados ensaios posicionando as fibras ópticas paralelas e perpendicular à direção de aplicação do campo magnético externo. Em relação à montagem óptica para investigação do comportamento da FBG com filme fino, foi utilizado o interrogador óptico da marca Micron Optics, modelo SM125, contendo 4 canais e resolução espectral de 1 pm. O sistema de



Figura 3.10: Foto do eletroimã utilizado [66].

aquisição possui um frequência de 2 Hz e cada ponto de aproximação foi mantido por 2 minutos.

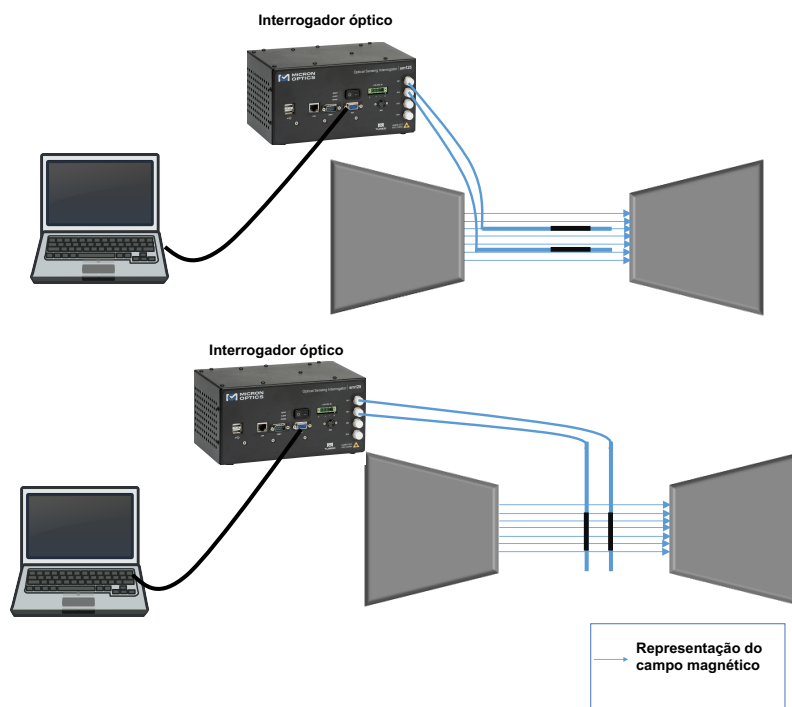


Figura 3.11: Posicionamento das fibras ópticas, respectivamente, paralelo e perpendicular ao campo magnético aplicado.

3.4.2 Montagem para teste com imã

A Figura 3.12 mostra a montagem para a medida de campo magnético utilizando um imã. O sistema consiste em um estágio de variação micrométrica e a intensidade do campo foi variada de acordo com aproximação do imã até o sensor. Para realizar

a calibração foi utilizado um gaussímetro da marca Lakeshore modelo 410, com a sonda Hall axial. Todo o sistema foi fixado sobre uma mesa óptica a fim de garantir a estabilidade.

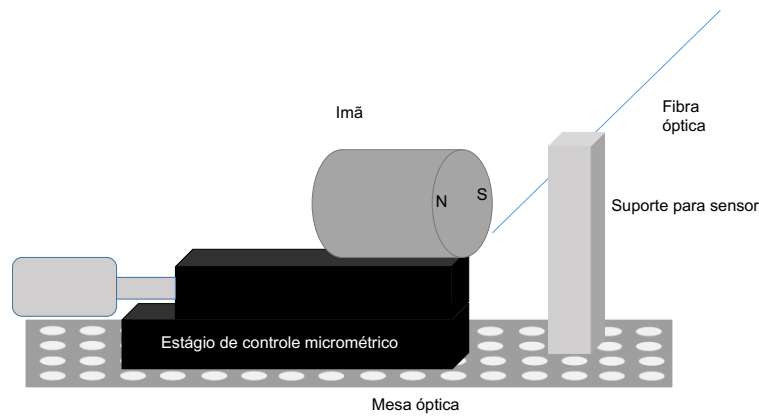


Figura 3.12: Montagem para medida utilizando um ímã.

Deve-se salientar que esta montagem foi realizada a fim de reproduzir os testes descritos na literatura, porém é sabido que o fato de utilizar um ímã implica na presença de gradiente de campo magnético, podendo produzir força magnética. Para a interrogação foi utilizado o mesmo sistema citado no item 3.4.1 como mesmo método de aquisição. A opção por esta montagem será discutida com detalhes na secção 4.2.2.

3.4.3 Comparação entre os filmes de Terfenol-D e Fe

Além dos depósitos de filme fino de Terfenol-D sobre as fibras ópticas com rede de Bragg, foram também realizados depósitos de Fe sobre o mesmo tipo de fibras. Realizou-se isso, com o objetivo de comparar o efeito da magnetostricção somente causado pelo Terfenol-D com os efeitos de magnetização, podendo levar a fibra óptica a sofrer ação de força magnética por gradiente de campo.

Capítulo 4

Resultados e discussão

Durante o desenvolvimento deste projeto, observou-se que os resultados obtidos diferiam dos encontrados na literatura. Por isso, buscou-se uma melhor compreensão das características dos filmes finos depositados a fim de relacionar estas com as respostas obtidas pelos sensores. Desta forma, este capítulo inicia-se com os resultados referentes à caracterização dos filmes finos e em sequência as respostas dos sensores. A partir da secção 4.2.1 apresenta-se as principais diferenças com os resultados já reportados. Sendo assim, optou-se por reproduzir uma das montagens de medida encontradas nestes trabalhos utilizando imã permanente (secção 4.2.2), apresentando os resultados e os respectivos problemas desta abordagem. Já na secção 4.2.3 comenta-se a utilização de bobinas já que esta é outro tipo de montagem utilizada nos artigos.

Na secção 4.3 será mostrado o estudo analítico baseado no desenvolvimento teórico buscando compreender os limites da técnica utilizada. Finalmente, na secção 4.4 serão discutidos e comparados os resultado obtidos e os reportados pela literatura à luz dos conceitos apresentados anteriormente.

4.1 Caracterização dos filmes finos

4.1.1 Espessura e taxa de deposição

Tendo em vista os métodos descritos no capítulo anterior, as tabelas a seguir mostram as respectivas taxas de deposição para os métodos de depósito de filmes finos utilizados:

Tabela 4.1: Informações sobre depósitos de Terfenol-D por magnetron Sputtering

Potência(W)	Pressão vácuo (Torr)	Pressão de Ar (Torr)	Taxa (nm/min)
70	$7, 0.10^{-8}$ a $1, 0.10^{-7}$	5.10^{-3}	7,3

Tabela 4.2: Informações sobre depósitos de Terfenol-D por PLD

Energia do pulso (mJ)	Pressão vácuo (Torr)	Comprimento de onda (nm)	Taxa (nm/min)
200	$4,5 \cdot 10^{-6}$ a $1,0 \cdot 10^{-6}$	532	5,6

Tabela 4.3: Informações sobre depósitos de Fe por PLD

Energia do pulso (mJ)	Pressão vácuo (Torr)	Comprimento de onda (nm)	Taxa (nm/min)
200	$4,5 \cdot 10^{-6}$ a $1,0 \cdot 10^{-6}$	532	1,2

Como são técnicas que envolvem fenômenos distintos não é possível determinar diretamente as causas da diferença entre as taxas de deposição. Porém, vale ressaltar, que o comprimento de onda do laser utilizado está intimamente ligado com processo de ablação do material utilizado, por isso Fe e Terfenol-D, devido as diferentes constituições química e estrutural, apresentam distintas taxas de deposição mesmo utilizando as mesmas condições de depósito.

Ao fim, os filmes produzidos sobre silício para a caracterização do filme possuem 50 nm, para ambas as técnicas. No caso dos filmes produzidos por *sputtering* há ainda uma camada de 10 nm de Cr. Já os filmes finos depositados sobre as fibras ópticas e utilizados para a análise de composição química possuem espessura de 1,5 μm .

4.1.2 Caracterização estrutural

Iniciou-se realizando a difração de raio-X do alvo de Terfenol-D para posteriormente comparar com a dos filmes finos fabricados. A Figura 4.1 mostra o resultado desta análise. A identificação de picos referentes ao Terfenol-D foi realizada utilizando a base de dados de estruturas cristalinas inorgânica (sigla em inglês ICSD) [67].

Pode-se observar o que os cristais do alvo apresentam uma direção preferencial (220), que deve-se ao fato do processo de fabricação e às finalidades do Terfenol-D vendido comercialmente, ou seja, para obter maior eficácia na magnetostricção do material maciço é necessário orientação cristalina.

Na amostra preparada por *sputtering* não são identificados os picos de Terfenol-D como era esperado, uma vez que o processo visava a fabricação de um filme amorfo. Os picos identificados são referentes ao substrato de Si e ao Cr colocado para proteção. A Figura 4.2 mostra os resultados obtidos.

Na amostra preparada por PLD, observa-se apenas o pico referente ao substrato de Si, como pode ser visualizado no a Figura 4.3.

Em ambas as análises encontrou-se o resultado esperado, uma vez que os filmes

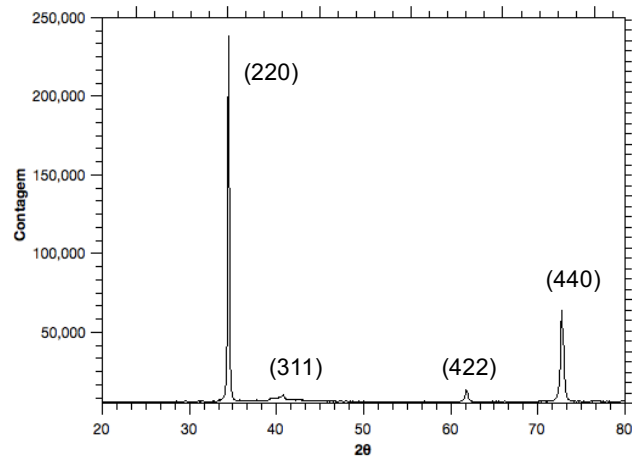


Figura 4.1: Difratoograma de raio-X do alvo de Terfenol-D.

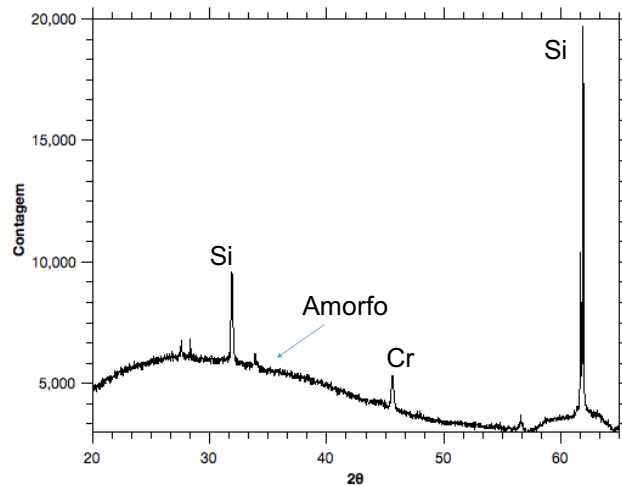


Figura 4.2: Difratoograma de raio-X do filme fino produzido por *sputtering* de Terfenol-D.

finos não passaram por nenhum tratamento térmico e os depósitos foram realizados em temperatura ambiente. Vale salientar que os filmes finos de Terfenol-D cristalinos apresentam maior coeficiente magnetostrictivo [44], porém o tratamento térmico necessário para atingir estas estruturas, em torno de 500°C apagaría a rede de Bragg inscrita na fibra óptica.

4.1.3 Caracterização da composição química

Como as análises de composição química foram realizadas utilizando a técnica de EDS em um microscópio eletrônico de varredura, temos além dos gráficos de composição química, as imagens da superfície do filme depositado sobre silício. As Figuras 4.4, 4.5 e 4.6 mostram respectivamente a região do alvo, do filme de sput-

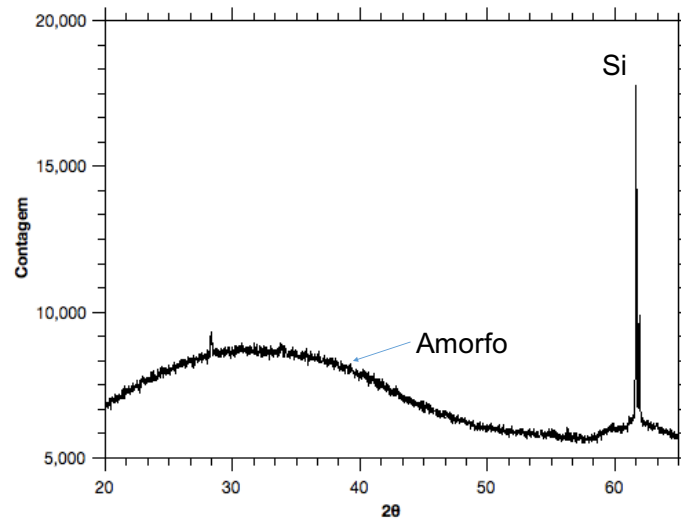


Figura 4.3: Difratoograma de raio-X do filme fino produzido por PLD de Terfenol-D.

tering e do filme de PLD onde foi realizada análise e os gráficos de identificação dos elementos. A partir dos espectros de identificação obtidos foram calculadas as fórmulas moleculares para cada caso.

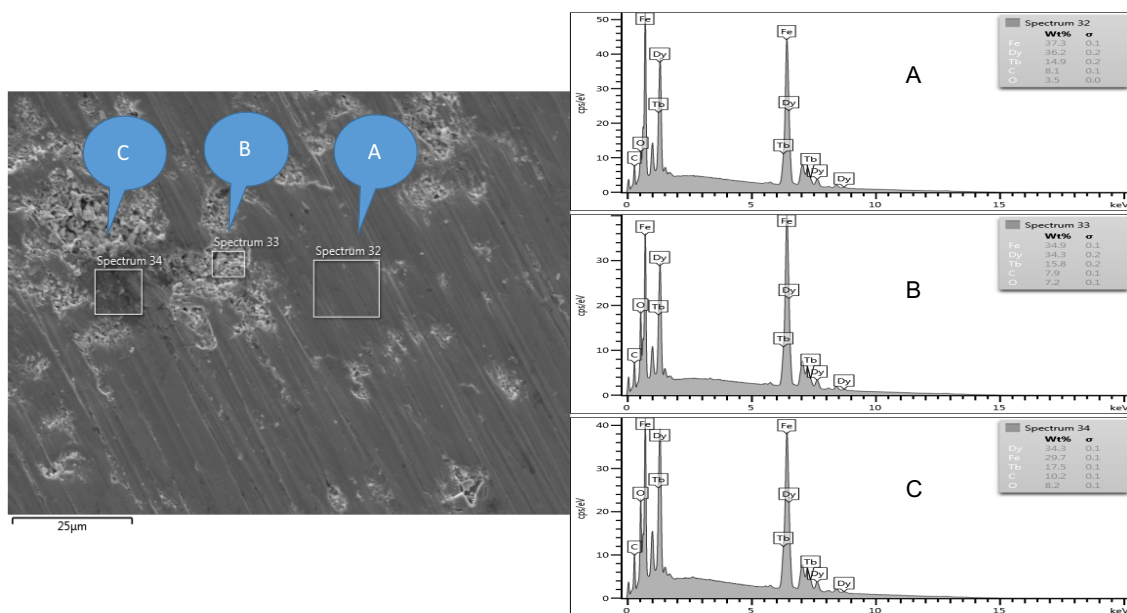


Figura 4.4: Análise de EDS do alvo de Terfenol-D utilizado junto à imagem obtida por MEV

Na Figura 4.4 pode-se observar que há regiões com diferentes aspectos visuais mostrando imperfeições na superfície. Porém, vale ressaltar, que durante a preparação o alvo foi lixado, polido e limpo com álcool isopropílico a fim de torná-lo o mais uniforme possível. Por isso realizou-se a inspeção de três diferentes regiões que apresentavam características morfológicas distintas. Já na Figura 4.6 pode-se observar as diversas gotículas (*droplets*) características da deposição por PLD, embora

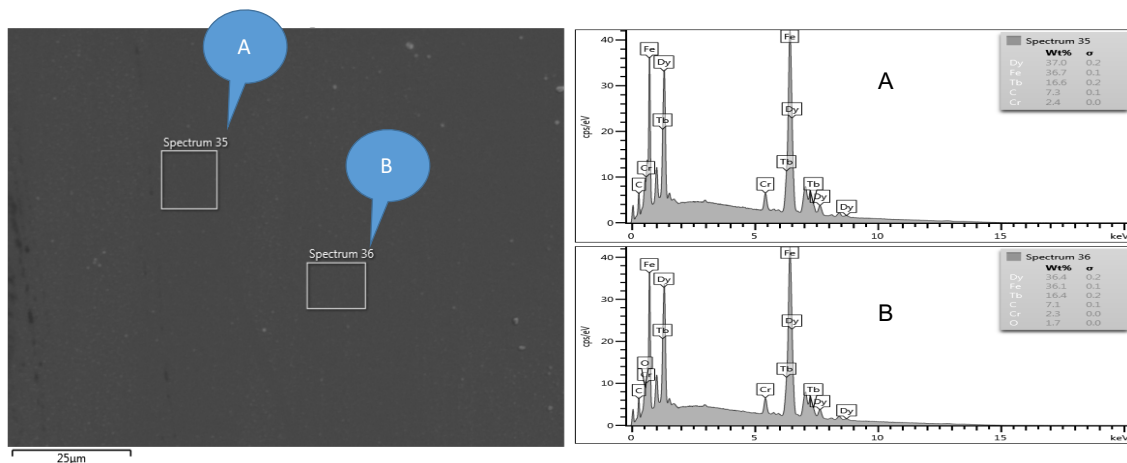


Figura 4.5: Análise de EDS do filme fino de Terfenol-D fabricado por *sputtering* junto à imagem obtida por MEV.

apresentem clara diferença morfológica, não há diferença substancial de composição química, quando comparada com as outras regiões da amostra. Já o filme fino da Figura 4.5, produzido por *sputtering* apresenta-se bastante uniforme, dentre os elementos aparece também Cr, pois neste sistema foi realizado um recobrimento com 10 nm de Cr para evitar oxidação.

Pode-se observar que além dos elementos da liga Terfenol-D (Tb, Dy e Fe) todas as amostras contém também O e C. Este fato pode ser explicado pela formação de óxidos na superfície e pela redução de matéria orgânica, como eventuais gorduras e sujeiras. Como pode ser visto também, os gráficos fornecem o percentual em massa dos elementos químicos identificados. Para sumarizar os dados e tornar mais fácil a comparação, realizou-se a média dentre os espectros obtidos para cada elemento e converteu-se para a fórmula molecular mais usual. O valor da proporção de Fe foi mantida fica em 1,92 a fim de comparar com a composição fornecida pelo fabricante [68].

Tabela 4.4: Composição química das amostras

Amostra	Tb	Dy	Fe
Fabricante	0,3	0,7	1,92
Alvo	0,32	0,68	1,92
<i>sputtering</i>	0,31	0,66	1,92
PLD	0,26	0,54	1,92

A Tabela (4.4) mostra que o filme de *sputtering* encontra-se mais próximo da composição do alvo e, conseqüentemente, da composição indicada pelo fabricante. O filme produzido por PLD apresenta menor teor de ambos os elementos de terra rara, o que pode modificar as propriedades magnetostrictivas da liga. Como mostrado [42] a proporção entre os elementos numa liga magnetostrictiva amorfa é um dos

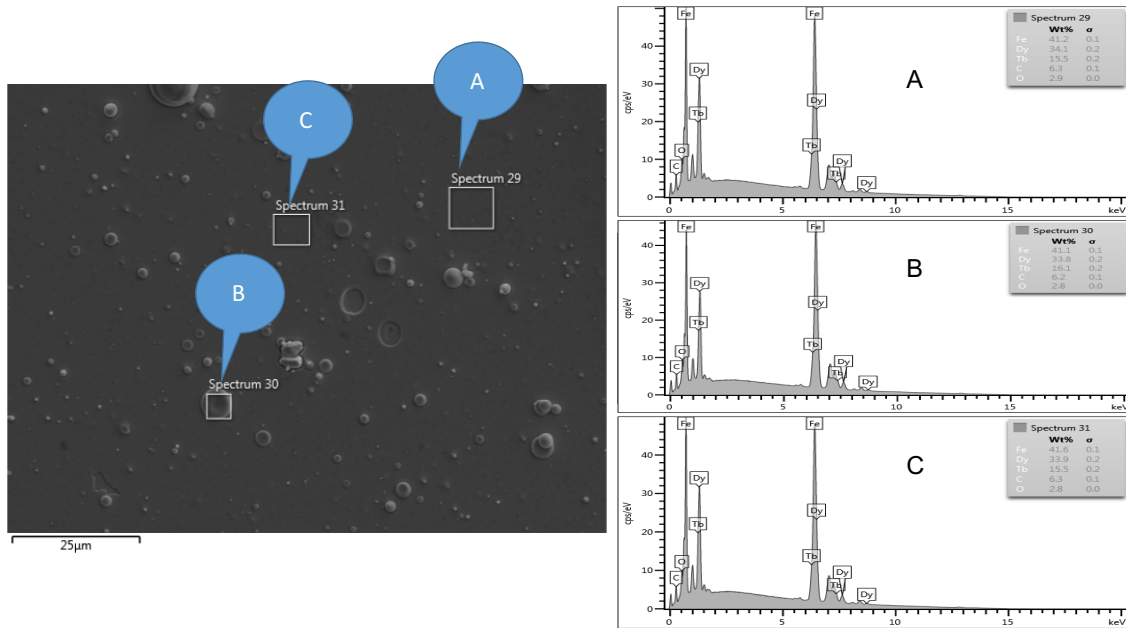


Figura 4.6: Análise de EDS do filme fino de Terfenol-D fabricado por PLD junto à imagem obtida por MEV.

fatores de maior impacto para a resposta de magnetização e magnetostricção.

4.1.4 Caracterização magnetoóptica

Calibração das bobinas

A calibração foi realizada utilizando inicialmente um filme fino de Fe, cuja magnetização de saturação é conhecida de 2,2 T. Após isso, colocou-se na mesma posição uma amostra de ZnO, para a caracterização da curva de campo completa, uma vez que o efeito magneto-óptico neste cristal, já explicado anteriormente como efeito Faraday, apresenta uma resposta linear. Sobrepondo ambos os sinais é possível encontrar a constante de conversão do sinal magneto-óptico de ZnO para campo magnético aplicado pela bobina. A Figura 4.7 mostra a superposição resposta magneto-óptica do Fe e de ZnO, utilizando o conjunto de bobinas descrito para MOKE polar.

Para o cálculo da constante de conversão de sinal MO de ZnO em campo magnético, realiza-se:

$$\alpha \cdot V_{MOZnO} = 2,2T \quad (4.1)$$

$$\alpha = \frac{2,2T}{1,1V}$$

$$\alpha = 1,98 \text{ T/V}$$

A partir disto, o cristal de ZnO pode ser utilizado para a calibração das demais

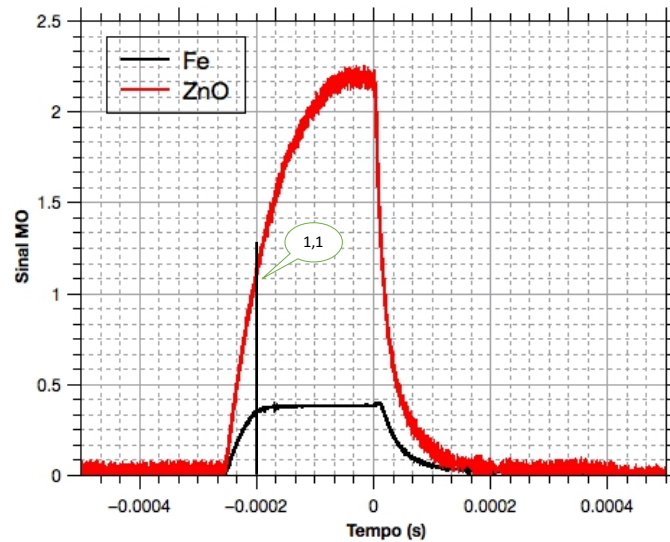


Figura 4.7: Superposição resposta magneto-óptica do Fe e de ZnO.

bobinas utilizadas. A partir desta calibração é sabido que a bobina para avaliar o efeito Kerr polar alcança cerca de 4,2 T (pulsos de 100 V), enquanto a bobina para avaliar o efeito Kerr longitudinal alcança cerca de 140 mT (pulsos de 10V).

A Figura 4.8 mostra o gráfico do sinal magnetoóptico obtido na montagem de Kerr polar para o filme fabricado pelo processo de sputtering. Não foi possível realizar o Kerr longitudinal com essa mostra para fins comparativos pois a sinal estava abaixo dos limites de detecção do equipamento utilizado. Pode-se observar que a inflexão da curva de magnetização ocorre em torno de 1 T como reportado na literatura [69].

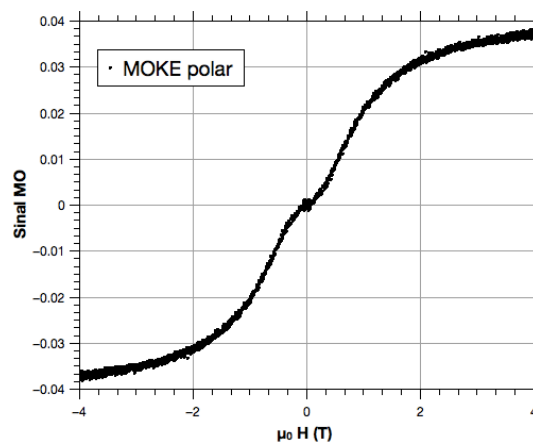


Figura 4.8: Gráfico para MOKE polar do filme fino de Terfenol-D produzido por *sputtering*.

A Figura 4.9 mostra o gráfico de sinal magnetoóptico obtido na montagem de Kerr polar (campo perpendicular ao plano da amostra) e o sinal para a montagem longitudinal (campo paralelo ao plano da amostra). É importante salientar que as

escalas estão indicadas nas cores correspondentes às curvas, uma vez que os sinais obtidos possuem ordem de grandezas distintas. Observa-se que claramente há uma anisotropia e que o eixo de fácil magnetização ocorre no plano da amostra. Este efeito é esperado em filmes finos magnéticos amorfos no qual o efeito de sperimagnetismo é observado como ocorre com as ligas de $TbFe_2$ e $DyFe_2$ [42].

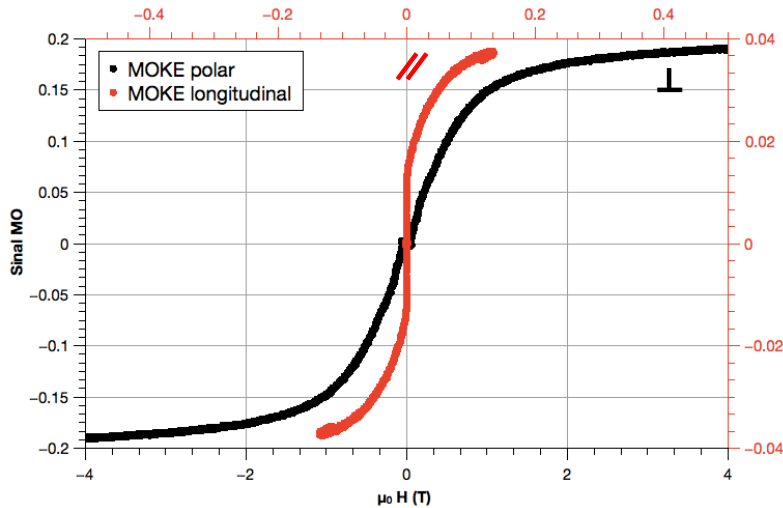


Figura 4.9: Gráfico para MOKE polar do filme fino de Terfenol-D produzido por PLD.

4.2 Ensaios em campo estático

4.2.1 Ensaio com eletroimã

A Figura 4.10 mostra o gráfico de resposta das respectivas fibras ópticas fabricadas por *sputtering* e PLD, quando submetidas à campo magnético paralelo à direção axial e paralela a mesma, como mostrado na 3.11.

Primeiramente, deve-se salientar que as linhas que aparecem no gráfico são apenas para facilitar a visualização do efeito, elas não correspondem a pontos experimentais. Observa-se na Figura 4.10 que não há deformação mensurável, quando ambas as fibras são colocadas paralelamente ao campo magnético aplicado. Isto foi inicialmente considerado incompatível com os resultados obtidos na literatura uma vez que os mesmos sugeriram que o campo aplicado ocorria nesta direção. Porém observou-se que ao aplicar o campo perpendicular, houve deformação no sensor produzido a partir da técnica de PLD, com sensibilidade de 0,075 pm/mT operando na faixa de 50 a 150 mT.

A partir de então, buscou-se técnicas que pudessem auxiliar a investigação do motivo dos resultados. A primeira hipótese levantada foi a possibilidade do filme

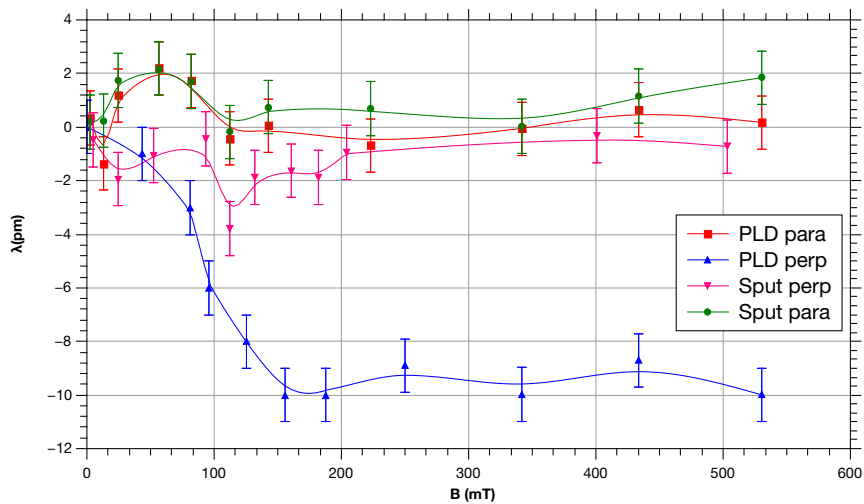


Figura 4.10: Respostas das fibras ópticas com filme fino de Terfenol-D depositados por *sputtering* e PLD.

fino não ter aderido corretamente na fibra óptica, fazendo com o que não houvesse acoplamento entre o fenômeno de magnetostricção e a deformação da fibra óptica. Para isso, utilizou-se a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), nas mesmas condições nas quais foram realizadas as caracterizações de composição química (4.1.3). A Figura 4.11 mostra a fibra óptica com depósito realizado por *sputtering* e pode-se observar que o filme possui inúmeras descontinuidades, ao realizar a análise de composição química em cada uma das estruturas, pode-se observar que há buracos em que apenas detecta-se Si e O, os componentes principais da fibra óptica (Figura 4.12).

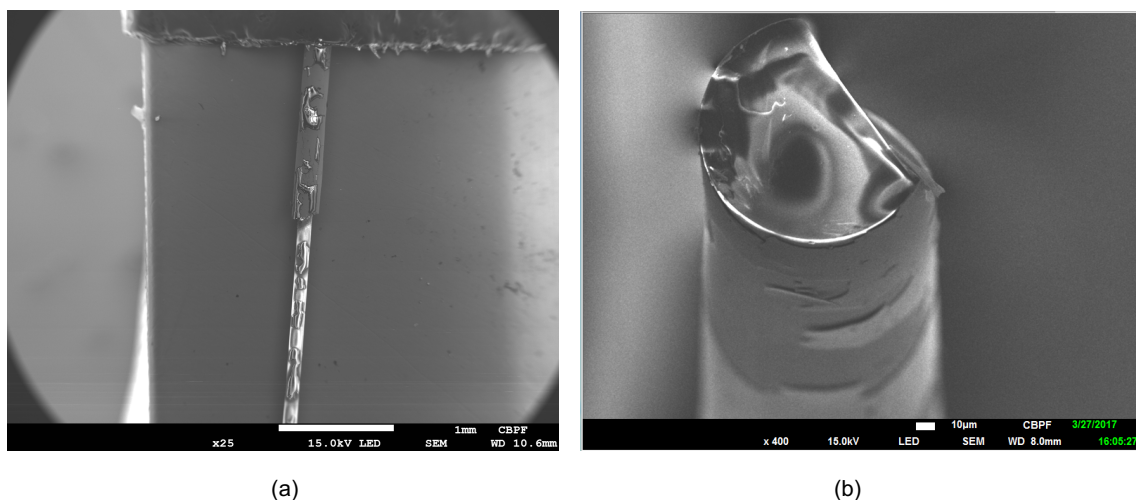


Figura 4.11: Imagem em MEV de fibra óptica com filme fino de Terfenol-D com depósito por *sputtering*. (a) vista superior e (b) vista em perspectiva

Infere-se que o depósito com a montagem que manteve a fibra na posição vertical possa ter provocado vibrações e instabilidades durante o processo. Estas per-

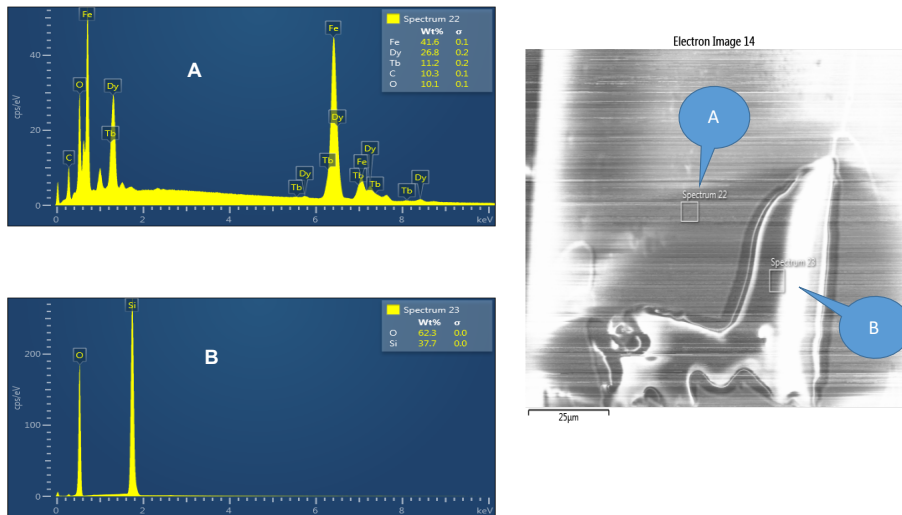


Figura 4.12: Análise da composição química das descontinuidades da fibra óptica com filme fino fabricadas por *sputtering*.

turbações podem ter comprometido a aderência justificando os resultados obtidos. Já a Figura 4.13 mostra que o filme fabricado por PLD apresenta-se contínuo embora fique evidente a presença dos *droplets*. Na Figura 4.14 é possível visualizar a composição química da região selecionada.

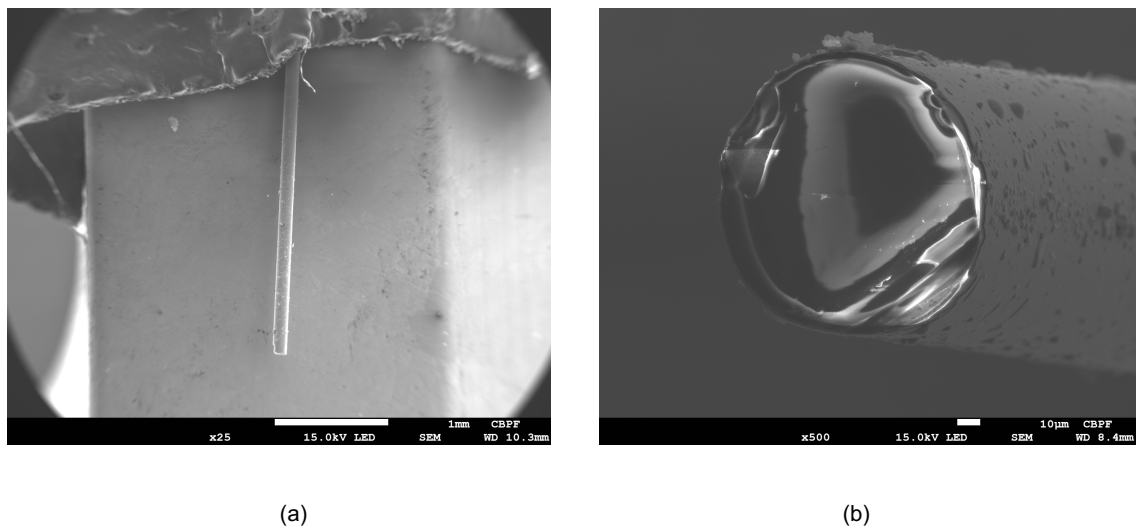


Figura 4.13: Imagem em MEV de fibra óptica com filme fino de Terfenol-D com depósito por PLD. (a) vista superior e (b) vista em perspectiva

Uma vez que os filmes finos depositados por PLD visualizados por MEV pareciam intactos, buscou-se outras causas para o sensor produzido por esta técnica não apresentar resposta para o campo magnético paralelo ao eixo axial como esperado. A primeira explicação para a resposta do sensor apresentada em campo perpendicular, é questão do eixo de fácil magnetização abordada por [43]. Para que haja magnetostricção é necessário que haja um giro de 90° na magnetização, se o giro

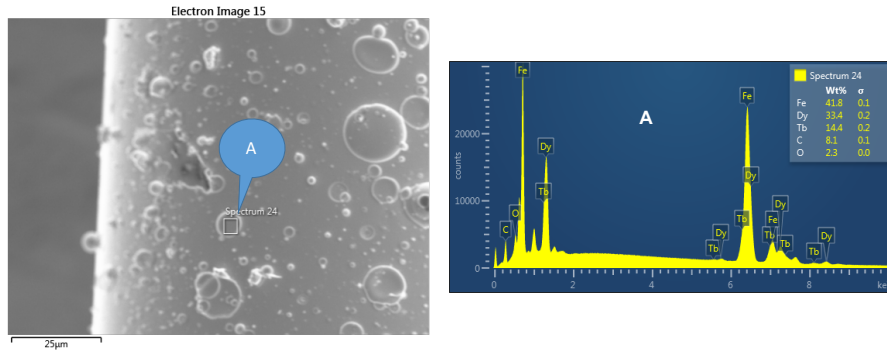


Figura 4.14: Análise da composição química fibra óptica com filme fino fabricadas por PLD.

for de 180° não se observa a variação de comprimento. A caracterização magneto-óptica mostrada na Figura 4.9, mostra que o eixo de fácil magnetização para os filmes produzidos por PLD é no plano do depósito.

A Figura 4.15 mostra o esquemático da situação dos domínios magnéticos no filme fino magnetostrictivo na fibra óptica, quando o campo magnético é aplicado ao longo da direção longitudinal. Isso ocorre pois os domínios magnéticos, na ausência de campo magnético externo, já se dispõem nessa direção do plano pelo fato do eixo de fácil magnetização, ao aplicar o campo magnético no plano do filme, o giro de magnetização de 180° não gera magnetostricção.

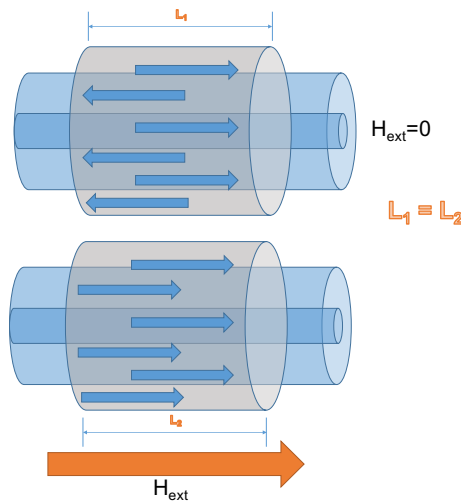


Figura 4.15: Esquemático para explicação do efeito de rotação dos domínios magnéticos, quando aplicado campo magnético paralelo.

Já na Figura 4.16 mostra-se o esquemático, quando da situação dos domínios no filme fino magnetostrictivo na fibra óptica, quando o campo magnético é aplicado na direção perpendicular. Neste caso há uma diminuição do tamanho da filme, induzindo assim, a diminuição do tamanho da fibra óptica, explicando o efeito visualizado na Figura 4.10.

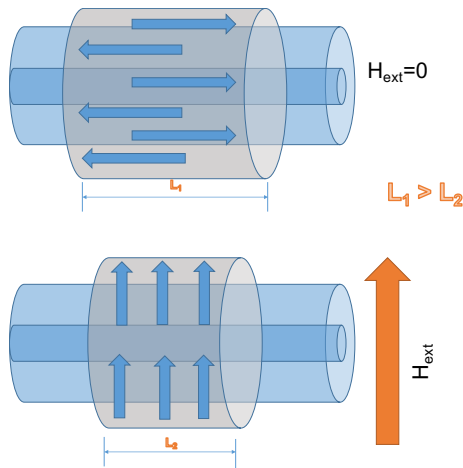


Figura 4.16: Esquemático para explicação do efeito de rotação dos domínios magnéticos, quando aplicado campo magnético perpendicular.

Para corroborar esta explicação, foi utilizada a microscopia de força magnética (MFM) para identificar os domínios magnéticos no filme fino depositado sobre a fibra óptica. A Figura 4.17 mostra as imagens obtidas por esta técnica. Uma primeira observação importante, quando se utiliza este tipo de técnica é observar a diferença entre as imagens da topologia e da resposta magnética. Na Figura 4.17 (a) é possível observar a superfície do filme depositado com as diversas gotículas (*droplets*) característicos da técnica de PLD.

Já na 4.17 (b) observa-se, indicado pelas setas brancas, o contraste dos domínios magnéticos, apresentando-se como linhas, paralelos entre si e, como indicado pela seta azul, na direção longitudinal da fibra óptica. Ou seja, como sem a aplicação de campo magnético externo os domínios magnéticos encontram-se nesta configuração, a resposta de magnetostricção possível, com o giro de parede de domínio de 90° é quando o campo magnético é aplicado perpendicular a fibra, como mostrado na Figura 4.16.

4.2.2 Ensaio com imã permanente

A Figura 4.18 mostra as respostas dos sensores produzidos recobertos por Fe e Terfenol-D. Como pode-se observar, o resultado obtido é semelhante ao reportado na literatura, ou seja, há um aumento do λ_B quando o imã é aproximado do sensor. Porém, observa-se que mesmo para uma fibra óptica recoberta com filme fino de 200 nm de Fe, observa-se o efeito. É sabido que o Fe possui coeficiente magnetostrictivo cerca de 20 vezes menor que o do Terfenol-D o que aponta para o fato de que o efeito medido não é de magnetostricção.

A possível explicação para este resultado deve-se ao fato da fibra óptica fletir em direção ao imã permanente sob efeito de força magnética. Uma vez que, assim

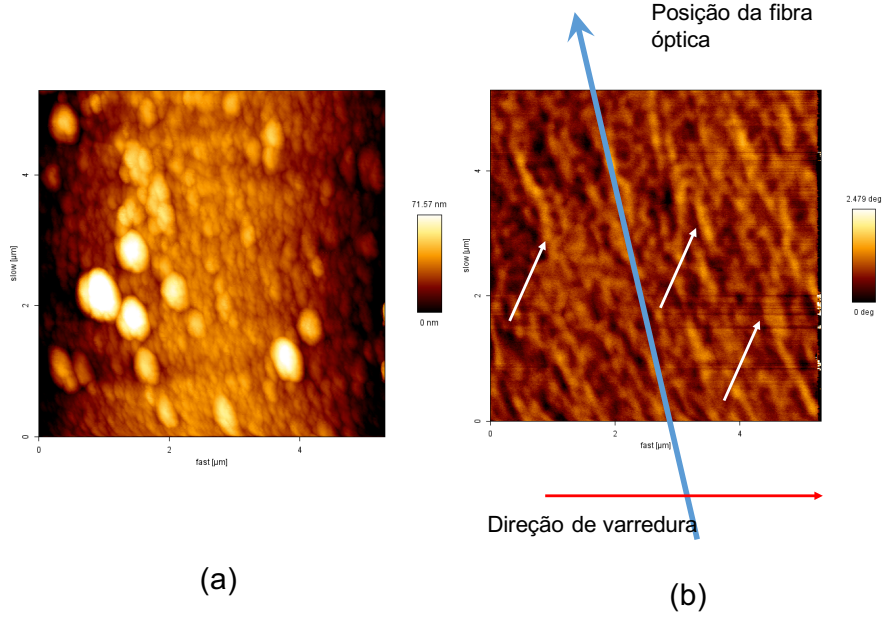


Figura 4.17: (a) Imagem da topologia do filme fino magnetostrictivo sobre a fibra óptica. (b) Imagem de MFM da mesma região

como o Terfenol-D, o Fe vai sofrer efeito de magnetização o fato de estar sob efeito do campo não uniforme provocado pela presença do imã irá provocar esta força descrita pela Eq. 4.2 [70]

$$\vec{F} = \nabla(m \cdot \vec{B}) \quad (4.2)$$

Onde m é momento dipolo e B é o campo magnético. Ou seja, se o divergente do campo for diferente de zero em alguma direção haverá força magnética. O fato da fibra óptica possuir uma geometria com diâmetro bastante reduzido em relação ao seu comprimento acaba por facilitar que durante este experimento o sensor seja "atraído" pelo imã a medida que este se aproxima, esta curvatura gerada pela atração provoca o deslocamento do λ_B da Figura 4.18.

4.2.3 Efeito magnetostrictivo e efeito de gradiente de campo

A partir dos resultados obtidos nas seções 4.2.1 e 4.2.2 abre-se a discussão sobre os cuidados necessários para a observação da magnetostrictão uma vez que os efeitos de gradiente de campo podem submeter a fibra óptica a força magnética gerando uma medida coerente com a intensidade de campo, porém causada por outro efeito. Nos ensaios realizados no eletroímã não há efeito do gradiente de campo, quando o sensor é, cuidadosamente, posicionado na região central do campo aplicado, garantindo assim que somente o efeito magnetostrictivo seja abordado.

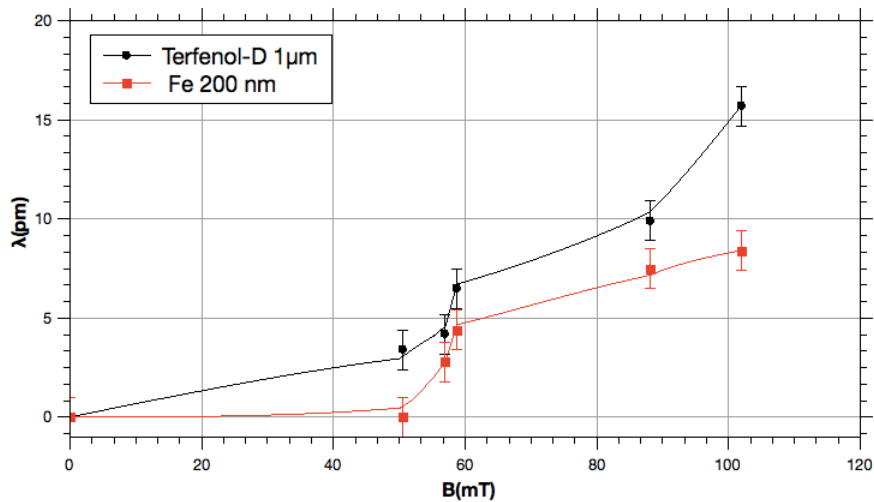


Figura 4.18: Respostas das fibras ópticas com filme fino de Terfenol-D e Fe.

Os trabalhos reportados na literatura realizam seus ensaios utilizando uma montagem com imã permanente ou com uma bobina cilíndrica. Devido à insuficiência de dados para reproduzir exatamente uma bobina descrita nos trabalhos anteriores, optou-se por estudar o comportamento do campo magnético no interior da bobina. O estudo realizado corresponde ao comportamento do campo magnético dentro de uma bobina de possui diâmetro de 10 mm e comprimento de 10 mm, contendo 200 espiras e aplicando-se uma corrente de 3 A. A Figura 4.19 mostra o comportamento do campo magnético na direção z ao longo do eixo radial da bobina.

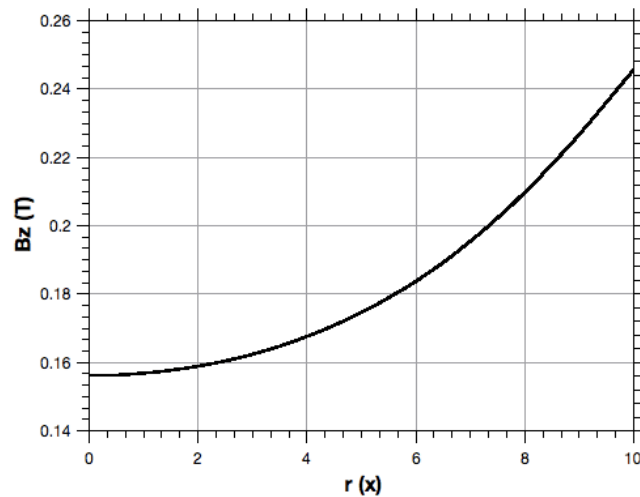


Figura 4.19: Campo magnético na direção z ao longo do eixo radial a partir do centro da bobina.

Como pode-se verificar na Figura 4.19, há uma variação da intensidade do campo magnético, sendo este mais intenso nas proximidades da parede da bobina. Sendo assim, pode-se afirmar que há gradiente de campo dentro da bobina, fazendo com que

o mesmo efeito observado na montagem com imã permanente também ocorra. Ou seja, à medida que se aumenta a corrente elétrica para aumentar o campo magnético, há também o aumento do gradiente que virá a gerar força magnética podendo levar a fibra óptica a fletir.

4.3 Estudo analítico

4.3.1 Análise de efeito magnetostricção

O cálculo teórico da deformação causada pela magnetostricção no sistema filme fino magnetostrictivo + fibra óptica, foi desenvolvido a partir do equacionamento das respectivas energias magnetoelásticas e elásticas. Iniciando a descrição da energia magnetoelástica (E_{mel}), consideramos que em volume magnético V_{mag} é uma função dos cossenos diretores (α_i) da direção de magnetização.

$$E_{mel} = B^{\gamma,2} V_{mag} \left[\frac{2}{3} \varepsilon_1^\gamma \left(\alpha_3^2 + \frac{\alpha_1^2 + \alpha_2^2}{2} \right) + \frac{1}{2} \varepsilon_2^\gamma (\alpha_2^1 - \alpha_2^2) \right] + 2B^{\varepsilon,2} V_{mag} (\varepsilon_{yz} \alpha_2 \alpha_3 + \varepsilon_{xz} \alpha_3 \alpha_1 + \varepsilon_{xy} \alpha_1 \alpha_2) \quad (4.3)$$

Onde ε_{ij} são elementos do tensor de deformação do material e ε_1^γ e ε_2^γ são os modos próprios de deformação ao longo das direções x, y e z, descritos como:

$$\varepsilon_1^\gamma = \left(\varepsilon_{zz} - \frac{\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}}{2} \right) \quad (4.4)$$

e

$$\varepsilon_2^\gamma = (\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}) \quad (4.5)$$

Já a energia elástica associada à fibra óptica, pode ser descrita como:

$$E_{el} = \frac{1}{2} C^\gamma V_{fibra} \left[\frac{2}{3} \varepsilon_1^{\gamma 2} + \frac{1}{2} \varepsilon_2^{\gamma 2} \right] + C^\varepsilon (\varepsilon_{yz}^2 + \varepsilon_{xz}^2 + \varepsilon_{xy}^2) \quad (4.6)$$

para materiais amorfos e isotrópicos como é o caso da sílica da fibra óptica, temos que os coeficiente elásticos:

$$C^\gamma = C^\varepsilon = \frac{E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (4.7)$$

Nas equações (4.3) e (4.6), é assumido que toda a energia magnetoelástica está confinada na camada magnética, assim como a energia elástica está confinada dentro da fibra óptica. Sendo assim, a deformação ocorrida, irá corresponder ao mínimo da energia total do sistema ($E_T = E_{mel} + E_{el}$). Este valor será obtido realizando a derivada da energia total em relação aos modos de deformação próprios, tendo em vista que na saturação a segunda parte da equação (4.3) não se faz necessária.

$$\frac{\partial E_T}{\partial \varepsilon_1^\gamma} = \frac{2}{3} B^{\gamma,2} V_{mag} \left(\alpha_3^2 + \frac{\alpha_1^2 + \alpha_2^2}{2} \right) + \frac{2}{3} C^\gamma V_{fibra} \varepsilon_1^\gamma \quad (4.8)$$

e

$$\frac{\partial E_T}{\partial \varepsilon_2^\gamma} = \frac{1}{2} B^{\gamma,2} V_{mag} (\alpha_2^1 - \alpha_2^2) + \frac{1}{2} C^\gamma V_{fibra} \varepsilon_2^\gamma \quad (4.9)$$

No equilíbrio, será considerada energia mínima onde $\frac{\partial E_T}{\partial \varepsilon_1^\gamma} = 0$ e $\frac{\partial E_T}{\partial \varepsilon_2^\gamma} = 0$. O que corresponde aos valores de deformação de:

$$\varepsilon_1^\gamma = -\frac{B^{\gamma,2} V_{mag}}{C^\gamma V_{fibra}} \left(\alpha_3^2 + \frac{\alpha_1^2 + \alpha_2^2}{2} \right) \quad (4.10)$$

e

$$\varepsilon_2^\gamma = -\frac{B^{\gamma,2} V_{mag}}{C^\gamma V_{fibra}} (\alpha_1^2 - \alpha_2^2) \quad (4.11)$$

Então, considera-se duas situações específicas:

a- Magnetização ao longo da direção da fibra ($\alpha_1 = 0, \alpha_2 = 0$ e $\alpha_3 = 1$)

$$\varepsilon_1^\gamma = -\frac{B^{\gamma,2} V_{mag}}{C^\gamma V_{fibra}} \quad (4.12)$$

e

$$\varepsilon_2^\gamma = 0 \quad (4.13)$$

b- Magnetização perpendicular a direção da fibra ($\alpha_1 = 1, \alpha_2 = 0$ e $\alpha_3 = 0$)

$$\varepsilon_1^\gamma = \frac{1}{2} \frac{B^{\gamma,2} V_{mag}}{C^\gamma V_{fibra}} \quad (4.14)$$

e

$$\varepsilon_2^\gamma = -\frac{B^{\gamma,2} V_{mag}}{C^\gamma V_{fibra}} \quad (4.15)$$

A partir disso, é possível calcular a deformação em uma certa direção da fibra, orientada nos cosenos diretores β_i , e escrito em função dos modos de deformação próprios calculados:

$$\left(\frac{\Delta l}{l}\right) = \frac{2}{3} \varepsilon_1^\gamma \left(\beta_3^2 + \frac{\beta_1^2 + \beta_2^2}{2}\right) + \frac{1}{2} (\beta_1^2 - \beta_2^2) \quad (4.16)$$

Sendo assim, a deformação causada pela saturação da magnetização ao longo da fibra $\left(\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{M\parallel}\right)$ é:

$$\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{M\parallel} = -\frac{2}{3} \frac{B^{\gamma,2} V_{mag}}{C^\gamma V_{fibra}} \quad (4.17)$$

E na direção perpendicular $\left(\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{M\perp}\right)$ a fibra:

$$\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{M\perp} = \frac{1}{3} \frac{B^{\gamma,2} V_{mag}}{C^\gamma V_{fibra}} \quad (4.18)$$

Conseqüentemente, a deformação esperada $\left(\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{esp}\right)$ será a diferença entre essas duas configurações, dada por:

$$\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{esp} = \frac{B^{\gamma,2} V_{mag}}{C^\gamma V_{fibra}} \quad (4.19)$$

Sabendo que o coeficiente magnetoelástico $B^{\gamma,2}$ para o Terfenol-D amorfo é 17 MPa [43] e substituindo os valores de módulo de Young e coeficiente de Poisson para a sílica, respectivamente $E= 73$ GPa e $\nu= 0,17$, considerando uma fibra óptica de diâmetro de $125 \mu m$ e um filme fino de $1,5 \mu m$ e substituindo estes valores na Eq. (4.19), obtém-se:

$$\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{esp} = 8,7 \mu\varepsilon \quad (4.20)$$

Sabendo que a sensibilidade a deformação de uma FBG é tipicamente $1,2 \text{ pm}/\mu\varepsilon$ o valor esperado de deslocamento do comprimento de onda é $\lambda_B = 10,5 \text{ pm}$.

4.4 Comparação com os trabalhos anteriores

O primeiro trabalho que envolve filme fino de Terfenol-D sobre uma FBG é reportado em 2009 [59], este apresenta um filme de $1 \mu m$ de espessura e composto de TbDyFe porém sem estequiometria relatada. A sensibilidade apresentada é de $0,52 \text{ pm}/\text{mT}$, o ensaio é realizado em campo estático em uma bobina sem dimensões definidas que produz campo magnético na faixa de 0 a 50 mT. O mesmo grupo manteve atuação nesta área, utilizando laser de femtosegundos para fabricar micro-ranhuras nas fibras ópticas antes da deposição do filme fino, porém um dos sensores era mantido sem as modificações de forma a servir de controle. Como no artigo de 2009, não é definida a estequiometria do filme fino e as espessuras variam de $4,6$ a $6,0 \mu m$. Neste trabalhos os testes são realizados com imãs permanentes e a sensibilidade reportada é de $0,1 \text{ pm}/\text{mT}$ [60, 71, 72]. Vale ressaltar, que para um espessura maior de filme houve uma piora na sensibilidade do sensor o que não seria esperado, uma vez que maior a quantidade de material magnetostrictivo maior será a energia magnetoelástica transmitida à fibra óptica. Porém, é possível observar que houve também uma mudança de método utilizado para a caracterização do sensor, mostrando um possível efeito do gradiente de campo.

Observa-se, adicionalmente, que em artigos nos quais foram utilizados montagens com imã para caracterização, com espessura de $1,0 \mu m$, como reportado em 2010 por Smith et al, apresenta sensibilidade de $0,30 \text{ pm}/\text{mT}$. Todavia, em trabalho reportado por Silva et al [62] onde a espessura do filme fino era de $1,6 \mu m$ em ensaio realizado em bobina, observa-se uma sensibilidade $0,80 \text{ pm}/\text{mT}$. Mais uma vez, há uma grande diferença de sensibilidade quando os sensores são caracterizados por diferentes métodos.

Capítulo 5

Conclusões

Este trabalho confeccionou sensores de campo magnético baseados em filme fino de Terfenol-D sobre FBG pelas técnicas de *sputtering* e PLD. Para isso, primeiramente foram adaptados os sistemas de deposição, que originalmente são concebidos para substratos planos, de forma a serem utilizados para depósitos em fibra ópticas. No caso do sistema de PLD, foi realizada também a adequação do sistema para implementação deste no Laboratório de Instrumentação e Fotônica.

No sensor confeccionado pela técnica de PLD obteve-se uma sensibilidade de 0,075 pm/mT operando na faixa de 50 a 150 mT para a medida de campo magnético perpendicular a direção longitudinal da fibra óptica. Atingiu-se um valor abaixo ao reportado na literatura, porém foi observado que o método de caracterização utilizado nos diferentes trabalhos traz incompatibilidade na reprodução dos resultados.

É importante ressaltar que a montagem de caracterização com um eletroímã, evita-se o efeito de gradiente de campo que pode fazer a fibra óptica fletir, gerando um sinal de deslocamento no comprimento de onda de Bragg proporcional ao campo magnético, submetido porém não causado pela magnetostricção. Este tipo de efeito ocorre quando os ensaios de caracterização são realizados com imãs ou bobinas. Além disso, o resultado semelhante ao da literatura encontrado quando uma fibra óptica com filme fino de Fe ou Terfenol-D é submetida ao ensaio com imã, mostra que o efeito dominante não é o de magnetostricção como sugerido.

A partir dos ensaios realizados com os sensores e a caracterização química (EDS-MEV), estrutural (DRX) e magnetoótica (MOKE) dos filmes finos magnetostrictivos é possível relacionar as características do filme com a resposta do sensor. Nos trabalhos apresentados na área não há caracterização dos filmes finos depositados, o que dificulta a reprodutibilidade dos sensores confeccionados. Verifica-se que o eixo de fácil magnetização possibilita que o sensor realize uma medida unidirecional, o que pode ser útil em diversas aplicações.

Dentre as dificuldades encontradas é importante remarcar a incompatibilidade entre a taxa de deposição fornecida por estas técnicas e a espessura requerida para

filme fino. Neste sentido, recomenda-se que outras técnicas de deposição, com maior taxa de deposição, sejam avaliadas para confecção deste sensor. Isso permitirá a confecção de filmes mais espessos e a melhora na sensibilidade do sensor.

Referências Bibliográficas

- [1] MAHDI, A., PANINA, L., MAPPS, D. “Some new horizons in magnetic sensing: high-T_c SQUIDS, GMR and GMI materials”, *Sensors and Actuators A: Physical*, v. 105, n. 3, pp. 271–285, 2003.
- [2] KEPLINGER, F., KVASNICA, S., JACHIMOWICZ, A., et al. “Lorentz force based magnetic field sensor with optical readout”, *Sensors and Actuators A: Physical*, v. 110, n. 1, pp. 112–118, 2004.
- [3] DEETER, M. N., ROSE, A., DAY, G. W. “Fast, sensitive magnetic-field sensors based on the Faraday effect in YIG”, *Journal of Lightwave technology*, v. 8, n. 12, pp. 1838–1842, 1990.
- [4] RAMSDEN, E. *Hall-effect sensors: theory and application*. Newnes, 2011.
- [5] WEINSTOCK, H. *SQUID sensors: fundamentals, fabrication and applications*, v. 329. Springer Science & Business Media, 2012.
- [6] FREITAS, P., FERREIRA, R., CARDOSO, S., et al. “Magnetoresistive sensors”, *Journal of Physics: Condensed Matter*, v. 19, n. 16, pp. 165221, 2007.
- [7] RIPKA, P. “Advances in fluxgate sensors”, *Sensors and Actuators A: Physical*, v. 106, n. 1, pp. 8–14, 2003.
- [8] HILL, K., FUJII, Y., JOHNSON, D. C., et al. “Photosensitivity in optical fiber waveguides: Application to reflection filter fabrication”, *Applied physics letters*, v. 32, n. 10, pp. 647–649, 1978.
- [9] KAWASAKI, B. S., HILL, K. O., JOHNSON, D. C., et al. “Narrow-band Bragg reflectors in optical fibers”, *Optics Letters*, v. 3, n. 2, pp. 66–68, 1978.
- [10] LEMAIRE, P. J., ATKINS, R., MIZRAHI, V., et al. “High pressure H₂/sub 2/loading as a technique for achieving ultrahigh UV photosensitivity and thermal sensitivity in GeO₂/sub 2/doped optical fibres”, *Electronics Letters*, v. 29, n. 13, pp. 1191–1193, 1993.

- [11] HILL, K. O., MELTZ, G. “Fiber Bragg grating technology fundamentals and overview”, *Journal of Lightwave Technology*, v. 15, n. 8, pp. 1263–1276, Aug 1997. ISSN: 0733-8724. doi: 10.1109/50.618320.
- [12] LAM, D., GARSIDE, B. K. “Characterization of single-mode optical fiber filters”, *Applied Optics*, v. 20, n. 3, pp. 440–445, 1981.
- [13] HILL, K., MALO, B., VINEBERG, K., et al. “Efficient mode conversion in telecommunication fibre using externally written gratings”, *Electronics Letters*, v. 26, n. 16, pp. 1270–1272, 1990.
- [14] MELTZ, G., MOREY, W., GLENN, W. “Formation of Bragg gratings in optical fibers by a transverse holographic method”, *Optics letters*, v. 14, n. 15, pp. 823–825, 1989.
- [15] OHRING, M. *Materials science of thin films*. Academic press, 2001.
- [16] CAO, G. *Nanostructures and nanomaterials: synthesis, properties and applications*. World Scientific, 2004.
- [17] KIM, H., SUTTO, T. E., PIQUÉ, A. “Laser materials processing for micro-power source applications: a review”, *Journal of Photonics for Energy*, v. 4, n. 1, pp. 040992–040992, 2014.
- [18] EASON, R. *Pulsed laser deposition of thin films: applications-led growth of functional materials*. 111 River Street, Hoboken, NJ 07030, John Wiley & Sons, 2007.
- [19] BÄUERLE, D. W. *Laser processing and chemistry*. none, Springer Science & Business Media, 2013.
- [20] CHRISEY, D. B., HUBLER, G. K. *Pulsed laser deposition of thin films*. none, Wiley New York, 1994.
- [21] STOIAN, R., ASHKENASI, D., ROSENFELD, A., et al. “Coulomb explosion in ultrashort pulsed laser ablation of Al₂O₃”, *Physical review B*, v. 62, n. 19, pp. 13167, 2000.
- [22] BULGAKOVA, N., BULGAKOV, A. “Pulsed laser ablation of solids: transition from normal vaporization to phase explosion”, *Applied Physics A*, v. 73, n. 2, pp. 199–208, 2001.
- [23] STAFE, M., MARCU, A., PUSCAS, N. *Pulsed Laser Ablation of Solids: Basics, Theory and Applications*, v. 53. none, Springer Science & Business Media, 2013.

- [24] EISBERG, R., RESNICK, R. *Quantum physics*. John Wiley & Sons, 1985.
- [25] MAYERGOYZ, I. D., ENGD AHL, G. *Handbook of giant magnetostrictive materials*. Elsevier, 1999.
- [26] COEHOORN, R. “Electronic structure calculations for rare earth-transition metal compounds”. In: *Supermagnets, Hard Magnetic Materials*, Springer, pp. 133–170, 1991.
- [27] DE LACHEISSERIE, E. D. T., GIGNOUX, D., SCHLENKER, M. *Magnetism: II-Materials and Applications*. Springer Science & Business Media, 2012.
- [28] WHITE, R. M., BAYNE, B. *Quantum theory of magnetism*, v. 1. Springer, 1983.
- [29] JOULE, J. “On a new class of magnetic forces”, *Sturgeon’s Annals of Electricity*, v. 8, n. 219, pp. 1842, 1842.
- [30] VILLARI, E. “Intorno alle modificazioni del momento magnetico di una verga di ferro e di acciaio, prodotte per la trazione della medesima e pel passaggio di una corrente attraverso la stessa”, *Il Nuovo Cimento*, v. 20, n. 1, pp. 317–362, 1864.
- [31] MCKEEHAN, L. “Magnetostriction”, *Journal of the Franklin Institute*, v. 202, n. 6, pp. 737–773, 1926.
- [32] CLARK, A. T., BELSON, H. “Giant Room-Temperature Magnetostrictions in Tb Fe 2 and Dy Fe 2”, *Physical Review B*, v. 5, n. 9, pp. 3642, 1972.
- [33] OLABI, A.-G., GRUNWALD, A. “Design and application of magnetostrictive materials”, *Materials & Design*, v. 29, n. 2, pp. 469–483, 2008.
- [34] CLARK, A. E., WUN-FOGLE, M. “Modern magnetostrictive materials: classical and nonclassical alloys”. In: *SPIE’s 9th Annual International Symposium on Smart Structures and Materials*, pp. 421–436. International Society for Optics and Photonics, 2002.
- [35] CLARK, A. E. “High-field magnetization and coercivity of amorphous rare-earth-Fe₂ alloys”, *Applied Physics Letters*, v. 23, n. 11, pp. 642–644, 1973.
- [36] FLIK, G., SCHNELL, M., SCHATZ, F., et al. “Giant magnetostrictive thin film transducers for microsystems”. In: *Proceedings Actuator*, v. 94, p. 232, 1994.

- [37] HAYES, J., SNELLING, H., GJENNER, A., et al. “Thin magnetoelastic films prepared by pulsed TEA CO₂ laser ablation deposition”, *Journal of magnetism and magnetic materials*, 1996.
- [38] SCHATZ, F., HIRSCHER, M., FLIK, G., et al. “Magnetic properties of giant magnetostrictive TbDyFe films”, *physica status solidi (a)*, v. 137, n. 1, pp. 197–205, 1993.
- [39] QUANDT, E., GERLACH, B., SEEMANN, K. “Preparation and applications of magnetostrictive thin films”, *Journal of Applied Physics*, v. 76, n. 10, pp. 7000–7002, 1994.
- [40] QUANDT, E. “Giant magnetostrictive thin film materials and applications”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 258, n. 1-2, pp. 126–132, 1997.
- [41] GIGNOUX, D., SCHLENKER, M., DE LACHEISSERIE, É. D. T. *Magnetism: Fundamentals*. Kluwer Academic Publishers, 2002.
- [42] BETZ, J. *Magnétostriction géant de couches minces et microactionneurs magnétostrictifs pour des technologies intégrées*. Tese de Doutorado, Université Joseph Fourier - Grenoble I, Abril 1997.
- [43] SCHATZ, F., HIRSCHER, M., SCHNELL, M., et al. “Magnetic anisotropy and giant magnetostriction of amorphous TbDyFe films”, *Journal of applied physics*, v. 76, n. 9, pp. 5380–5382, 1994.
- [44] UCHIDA, H., WADA, M., KOIKE, K., et al. “Giant magnetostrictive materials: thin film formation and application to magnetic surface acoustic wave devices”, *Journal of alloys and compounds*, v. 211, pp. 576–580, 1994.
- [45] POPOVIC, R. E., RANDJELOVIC, Z., MANIC, D. “Integrated Hall-effect magnetic sensors”, *Sensors and Actuators A: Physical*, v. 91, n. 1, pp. 46–50, 2001.
- [46] LENZ, J., EDELSTEIN, S. “Magnetic sensors and their applications”, *IEEE Sensors journal*, v. 6, n. 3, pp. 631–649, 2006.
- [47] OLSON, G. J., OTHERS. “Nongimbaled Solid-State Compass”. In: *Solid-State Sensor and Actuator Workshop*, 1994.
- [48] ACUNA, M. H. “Space-based magnetometers”, *Review of scientific instruments*, v. 73, n. 11, pp. 3717–3736, 2002.

- [49] HUND, M., REZAI, A. R., KRONBERG, E., et al. “Magnetoencephalographic mapping: basis of a new functional risk profile in the selection of patients with cortical brain lesions”, *Neurosurgery*, v. 40, n. 5, pp. 936–943, 1997.
- [50] LEE, B. “Review of the present status of optical fiber sensors”, *Optical fiber technology*, v. 9, n. 2, pp. 57–79, 2003.
- [51] YAMASHITA, T., WATABE, A., MASUDA, I., et al. “Extremely small stress-optic coefficient glass single mode fibers for current sensor”. In: *Optical Fiber Sensors*, p. We24. Optical Society of America, 1996.
- [52] SILVA, R. M., MARTINS, H., NASCIMENTO, I., et al. “Optical current sensors for high power systems: a review”, *Applied sciences*, v. 2, n. 3, pp. 602–628, 2012.
- [53] SUN, L., JIANG, S., MARCIANTE, J. “Compact all-fiber optical Faraday components using 65-wt%-terbium-doped fiber with a record Verdet constant of- 32 rad/(Tm)”, *Optics express*, v. 18, n. 12, pp. 12191–12196, 2010.
- [54] WANG, Q., FARRELL, G. “All-fiber multimode-interference-based refractometer sensor: proposal and design”, *Optics letters*, v. 31, n. 3, pp. 317–319, 2006.
- [55] WANG, H., PU, S., WANG, N., et al. “Magnetic field sensing based on singlemode-multimode-singlemode fiber structures using magnetic fluids as cladding”, *Optics letters*, v. 38, n. 19, pp. 3765–3768, 2013.
- [56] MORA, J., DIEZ, A., CRUZ, J., et al. “A magnetostrictive sensor interrogated by fiber gratings for DC-current and temperature discrimination”, *IEEE Photonics Technology Letters*, v. 12, n. 12, pp. 1680–1682, 2000.
- [57] LI, M., ZHOU, J., XIANG, Z., et al. “Giant magnetostrictive magnetic fields sensor based on dual fiber Bragg gratings”. In: *Proceedings. 2005 IEEE Networking, Sensing and Control, 2005.*, pp. 490–495. IEEE, 2005.
- [58] DE NAZARÉ, F. V. B., WERNECK, M. M. “Compact optomagnetic Bragg-grating-based current sensor for transmission lines”, *IEEE Sensors Journal*, v. 15, n. 1, pp. 100–109, 2015.
- [59] YANG, M., DAI, J., ZHOU, C., et al. “Optical fiber magnetic field sensors with TbDyFe magnetostrictive thin films as sensing materials”, *Optics express*, v. 17, n. 23, pp. 20777–20782, 2009.

- [60] KARANJA, J. M., DAI, Y., ZHOU, X., et al. “Femtosecond Laser Ablated FBG Multitrenches for Magnetic Field Sensor Application”, *IEEE Photonics Technology Letters*, v. 27, n. 16, pp. 1717–1720, 2015.
- [61] SMITH, G., ALLSOP, T., KALLI, K., et al. “Characterisation and performance of a Terfenol-D coated femtosecond laser inscribed optical fibre Bragg sensor with a laser ablated microslot for the detection of static magnetic fields”, *Optics express*, v. 19, n. 1, pp. 363–370, 2011.
- [62] SILVA, R. M., CHESINI, G., GOUVEIA, C., et al. “Magnetic field sensor with Terfenol-D thin-film coated FBG”. In: *OFS2012 22nd International Conference on Optical Fiber Sensor*, pp. 84213C–84213C. International Society for Optics and Photonics, 2012.
- [63] DAI, Y., YANG, M., XU, G., et al. “Magnetic field sensor based on fiber Bragg grating with a spiral microgroove ablated by femtosecond laser”, *Opt. Express*, v. 21, n. 14, pp. 17386–17391, Jul 2013. doi: 10.1364/OE.21.017386. Disponível em: <<http://www.opticsexpress.org/abstract.cfm?URI=oe-21-14-17386>>.
- [64] LEE, G. C., ALLSOP, T., WANG, C., et al. “Fiber optic sensing of magnetic fields utilizing femtosecond laser sculpted microslots and long period gratings coated with Terfenol-D”. In: *International Conference on Optical Fibre Sensors (OFS24)*, pp. 96340K–96340K. International Society for Optics and Photonics, 2015.
- [65] BJÖRCK, M., ANDERSSON, G. “GenX: an extensible X-ray reflectivity refinement program utilizing differential evolution”, *Journal of Applied Crystallography*, v. 40, n. 6, pp. 1174–1178, Dec 2007. doi: 10.1107/S0021889807045086. Disponível em: <<https://doi.org/10.1107/S0021889807045086>>.
- [66] “Lake Shore Cryotronics-Electromagnets”. Maio 2017. Disponível em: <<http://www.lakeshore.com/products/Electromagnets/Models/pages/Overview.aspx>>.
- [67] GUO, H.-Q., YANG, H.-Y., SHEN, B.-G., et al. “Structural, magnetic and magnetostrictive studies of Tb_{0.27}Dy_{0.73}(Fe_{1-x}Al_x)₂”, *Journal of alloys and compounds*, v. 190, n. 2, pp. 255–258, 1993.
- [68] “Physical Properties of Terfenol-D”. Maio 2017. Disponível em: <<http://tdvib.com/terfenol-d/>>.

- [69] WILLIAMS, P., LORD, D., GRUNDY, P. “Magnetostriction in polycrystalline sputter-deposited TbDyFe films”, *Journal of applied physics*, v. 75, n. 10, pp. 5257–5261, 1994.
- [70] GRIFFITHS, D. J. *Introduction to electrodynamics*, v. 1. Prentice Hall, 1999.
- [71] ZHAO, Q., DAI, Y., LI, T., et al. “Femtosecond laser ablation of microstructures in fiber and application in magnetic field sensing”, *Optics letters*, v. 39, n. 7, pp. 1905–1908, 2014.
- [72] DAI, Y., YANG, M., XU, G., et al. “Magnetic field sensor based on fiber Bragg grating with a spiral microgroove ablated by femtosecond laser”, *Optics express*, v. 21, n. 14, pp. 17386–17391, 2013.

Apêndice A

Anexo

A.1 Espectros de EDX

A.1.1 Espectro de EDX do Alvo

As Figuras A.1, A.2, A.3 e A.4, a seguir mostram a região analisada e seus respectivos espectros de composição química.

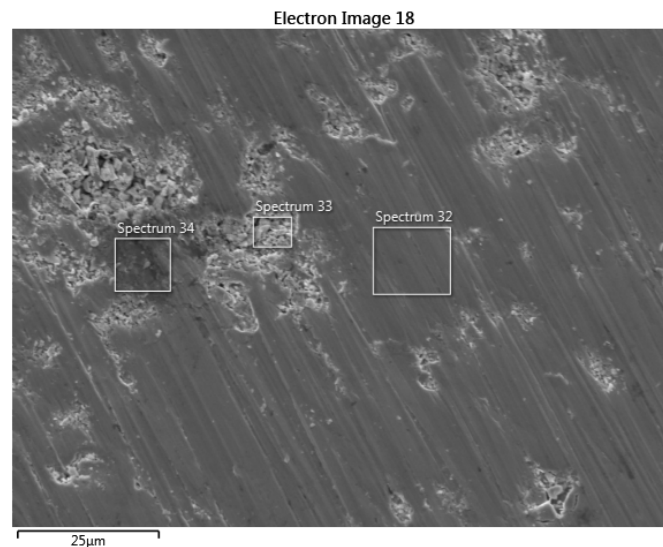


Figura A.1: Imagem de MEV de alvo de Terfenol-D fornecido pela empresa ETREMA.

A.1.2 Espectro de EDX do filme fino produzido por sputtering

As Figuras A.5, A.6 e A.7, a seguir mostram a região analisada e seus respectivos espectros de composição química.

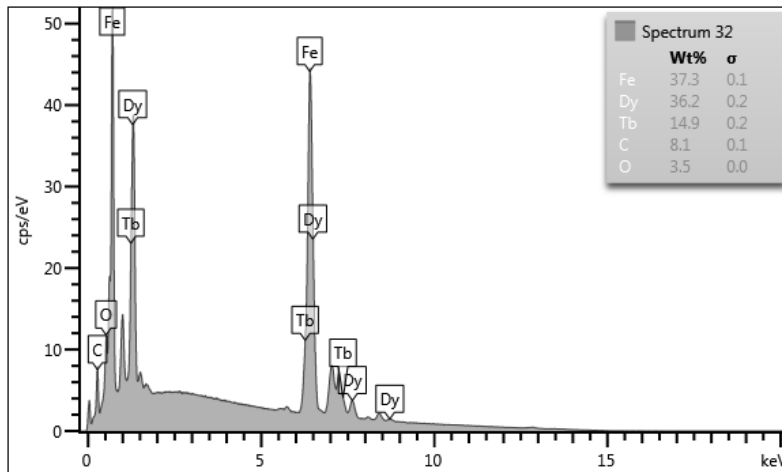


Figura A.2: Gráfico de EDX referente a região do alvo de Terfenol-D fornecido pela empresa ETREMA.

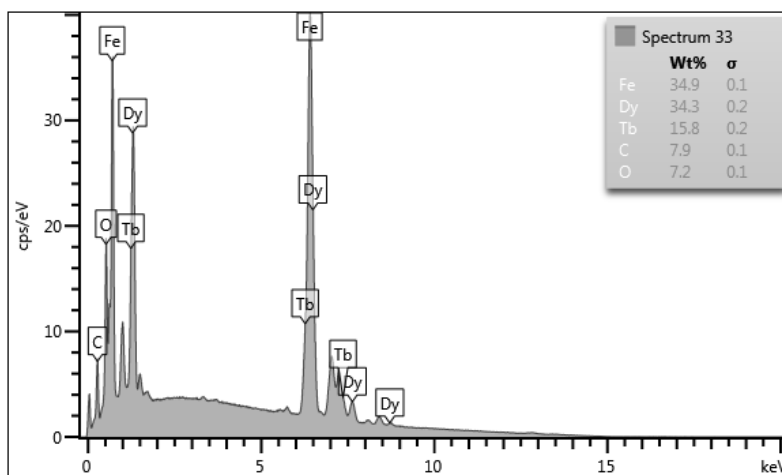


Figura A.3: Gráfico de EDX referente a região do alvo de Terfenol-D fornecido pela empresa ETREMA.

A.1.3 Espectro de EDX do filme fino produzido por PLD

As Figuras A.8, A.9, A.10 e A.11 a seguir mostram a região analisada e seus respectivos espectros de composição química.

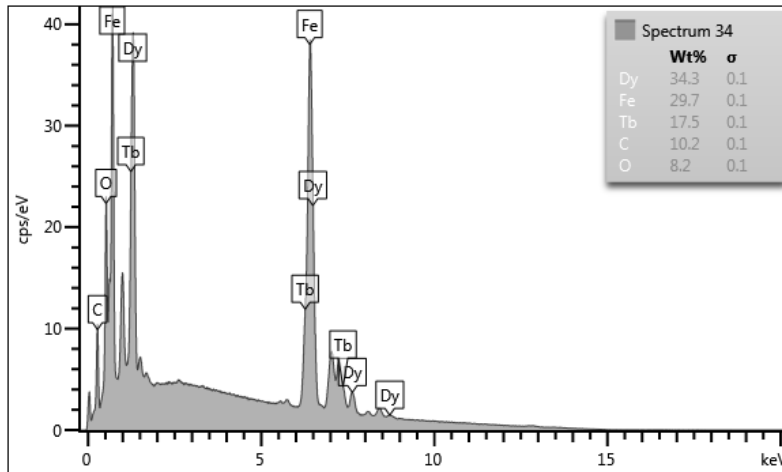


Figura A.4: Gráfico de EDX referente a região do alvo de Terfenol-D fornecido pela empresa ETREMA.

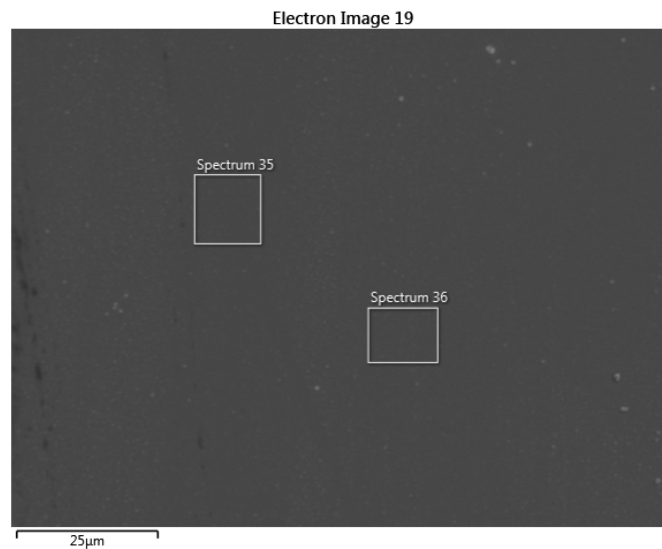


Figura A.5: Imagem de MEV do filme fino produzido por *sputtering*.

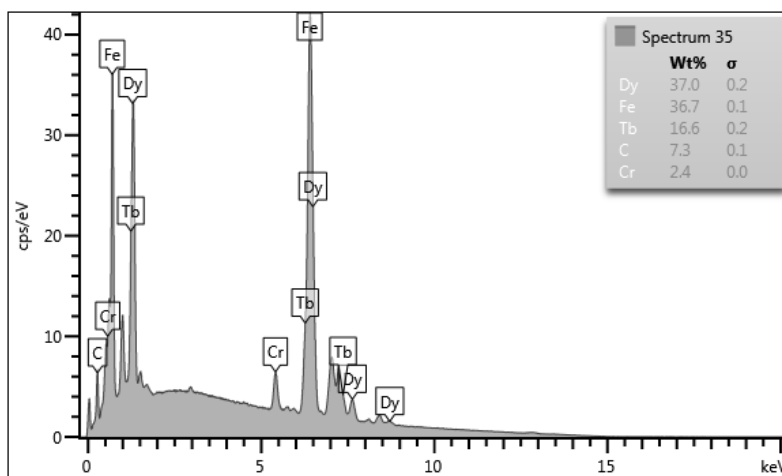


Figura A.6: Gráfico de EDX referente a região do filme fino produzido por *sputtering*.

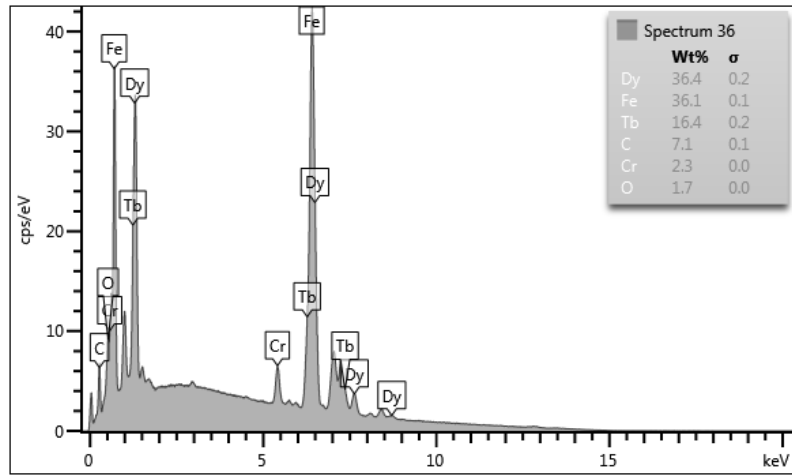


Figura A.7: Gráfico de EDX referente a região do filme fino produzido por *sputtering*.

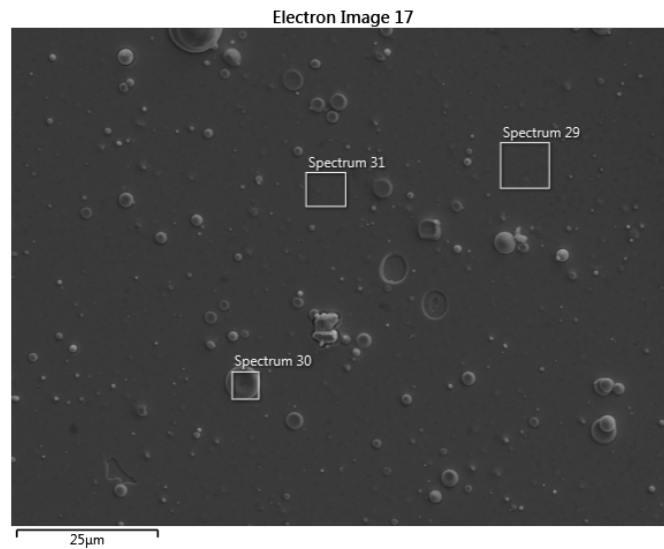


Figura A.8: Imagem de MEV do filme fino produzido por PLD.

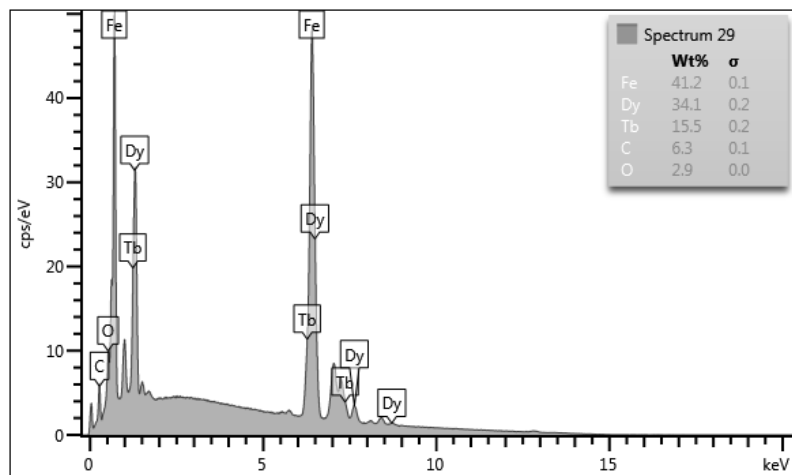


Figura A.9: Gráfico de EDX referente a região do filme fino produzido por PLD.

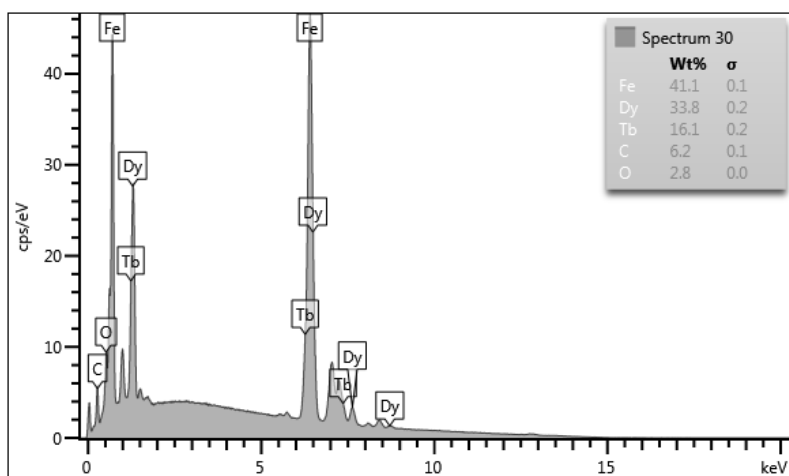


Figura A.10: Gráfico de EDX referente a região do filme fino produzido por PLD.

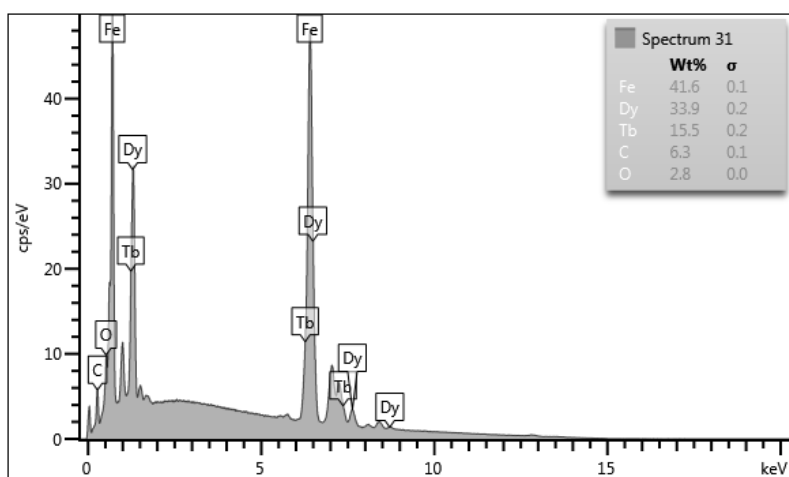


Figura A.11: Gráfico de EDX referente a região do filme fino produzido por PLD.