

## Desenvolvimento de um magnetômetro de indução AC para frequências de áudio e rádio

*Development of an audio and radio-frequency AC induction magnetometer*

P.H.A. de Oliveira e J.P. Sinnecker

*Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, CBPF, Rio de Janeiro, RJ*

L.A.S. de Oliveira

*Núcleo Multidisciplinar de Pesquisas em Nanotecnologia,*

*Núcleo Multidisciplinar de Pesquisas em Biologia,*

*Campus Geraldo Cidade,*

*Universidade Federal do Rio de Janeiro.*

*Submetido: 06/05/2020      Aceito: 06/05/2020*

**Resumo:** O presente trabalho tem por objetivo o desenvolvimento experimental de um magnetômetro de indução AC para medidas de curvas de magnetização de materiais magnéticos em função da frequência dos campos magnéticos aplicados. O uso de métodos magnetométricos em alta frequência tem se mostrado uma alternativa de menor custo aos métodos calorimétricos normalmente usados nos estudos de hipertermia magnética. O equipamento conta com uma bobina de campo feita com fios de Litz (refrigerada a ar) capaz de gerar campos magnéticos na faixa de áudio e rádio frequências de até 30 mT de amplitude. As intensidades de campo magnético AC aplicado e da magnetização são obtidas das voltagens induzidas em bobinas sensoras. Foram utilizados três tipos de materiais magnéticos como amostras teste: fitas magnéticas amorfas, fitas magnéticas tratadas termicamente e nanopartículas de magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Curvas de magnetização foram obtidas para todos os materiais em diferentes faixas de frequência. A Taxa de Absorção Específica (*Specific Absorption Rate - SAR*) assim como as Perda de Potência Intrínseca (*Intrinsic Loss Power - ILP*) foram obtidas através das áreas das curvas de histerese medidas.

**Palavras chave:** Magnetômetro de indução AC, arranjo experimental, magnetização, nanopartículas magnéticas, curva de magnetização, SAR e ILP.

**Abstract:** The present work aims at the experimental development of an induction AC magnetometer to measure the magnetic curves of magnetic materials as a function of the applied magnetic field intensity and frequency. The use of high frequency magnetometry is being considered as a low cost alternative to calorimetric methods usual employed in magnetic hiperthermia studies. The equipment has Litz wires (air-cooled) field coils capable of generating audio and radiofrequency magnetic fields up to 30 mT in amplitude. The magnetic field and magnetization intensities are obtained from pick-up coils induced voltages. Three types of magnetic materials were used as test materials: amorphous magnetic ribbons, heat-treated magnetic ribbons, and magnetite nanoparticles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Magnetization curves were obtained for all samples at different frequency ranges. The experimental setup allows the determination of Specific Absorption Rate - SAR, as well as the Intrinsic Loss Power - ILP, from the measured hysteresis cycles area.

**Keywords:** AC induction magnetometer, experimental arrangement, magnetization, magnetic nanoparticles,

magnetization curve, SAR and ILP.

## 1. INTRODUÇÃO

O presente trabalho mostra o desenvolvimento experimental de um magnetômetro de indução AC de alta frequência para medidas de curvas de magnetização de materiais magnéticos em função da frequência dos campos magnéticos aplicados. O uso de métodos magnetométricos em alta frequência tem se mostrado uma alternativa de menor custo aos métodos calorimétricos normalmente usados em estudos de hipertermia magnética.

A hipertermia é uma terapia clínica utilizada no tratamento contra os mais diversos tipos de câncer e consiste em expor o tecido tumoral, ou todo o corpo, à temperaturas que variam entre 42-45 °C por um determinado período com o objetivo de infringir dano e morte celular [1][2]. Isso pode ser feito, por exemplo, usando nanopartículas magnéticas expostas a um campo magnético alternado. A função das nanopartículas magnéticas no processo de hipertermia magnética é o de transferir calor ao tecido tumoral a partir da conversão de energia magnética em energia térmica. Estas perdas magnéticas, que são convertidas em calor, podem ser quantificadas e um dos parâmetros físicos mais utilizados é denominado SAR (do inglês *Specific Absorption Rate*) [3]:

$$SAR = c \cdot \frac{M}{m} \cdot \frac{\Delta T}{\Delta t} \quad (1.1)$$

onde  $c$  é o calor específico da amostra,  $M$  é a massa total da amostra,  $m$  é a massa das partículas magnéticas,  $\Delta T$  é a variação de temperatura durante um intervalo de tempo  $\Delta t$ . A razão  $\Delta T/\Delta t$  é conhecida como taxa de liberação de calor da amostra.

O SAR pode ser obtido por dois métodos: por calorimetria termomagnética ou método calorimétrico [3] e por magnetometria AC [4]. No método calorimétrico o poder de aquecimento por hipertermia magnética é obtido através da medição da temperatura da solução. Lacroix *et al.*, [5] utiliza sensores de fibra óptica para medir a temperatura de uma solução coloidal de nanopartículas magnéticas. Porém, este tipo de medição apresenta alguns inconvenientes e limitações:

- a) É necessário que as nanopartículas magnéticas estejam imersas em uma solução para medir o aumento da temperatura do líquido;
- b) O intervalo de tempo típico para medir a temperatura de uma amostra é de aproximadamente 1 minuto, porém é necessário esperar em torno de 10 minutos para realizar uma nova medição, devido à inércia térmica [6];
- c) Faz-se necessária a utilização de infraestrutura de isolamento térmico (uso de bombas de vácuo) para impedir a troca de calor entre a amostra e o aparelho gerador de campo magnético, além do próprio ambiente.

O método de medição do SAR por magnetometria AC é uma alternativa de menor custo ao método calorimétrico. Nele o SAR pode ser obtido pela medida da área da curva de histerese de uma amostra,  $A$ , e da frequência do campo magnético alternado,  $f$ :

$$SAR = A \cdot f \quad (1.2)$$

Uma vez que a medida do SAR, tanto pelo método calorimétrico quanto por magnetometria, depende diretamente de parâmetros experimentais (intensidade do campo aplicado e frequência), torna-se mais conveniente expressar as medidas pelo poder de perda intrínseca do material (do inglês *Intrinsic Loss Power*):

$$ILP = \frac{SAR}{H^2 \cdot f} \quad (1.3)$$

Para encontrarmos a frequência ótima para a hipertermia magnética por magnetometria AC é necessário o uso de um magnetômetro de frequência ajustável em várias faixas.

O magnetômetro é um transdutor que converte grandezas magnéticas - como a intensidade de campo magnético e magnetização - em grandezas elétricas. Atualmente os magnetômetros são utilizados em diversas áreas e atividades, como em sistemas de navegação, detecção de minerais e petróleo, rastreamento de submarinos, leitura de dados de discos rígidos de computador, etc. Existem diversos tipos de magnetômetros que funcionam a base dos mais diversos princípios físicos, sendo que os magnetômetros de indução magnética são um dos mais bem difundidos dentro da comunidade científica em todo mundo. Seu princípio de funcionamento baseia-se na lei de indução magnética descoberta por Michael Faraday em 1831. Os principais são: magnetômetro de amostra vibrante, magnetômetro de fluxo saturado (*fluxgate*), magnetômetro de extração, magnetômetro SQUID - (*Superconducting Quantum Interference Device*) e o magnetômetro de indução AC.

O intento deste trabalho foi o de construir uma prova de conceito de um magnetômetro de indução AC, que possui como elemento sensor uma bobina e um gradiômetro de primeira ordem [7]. Dividiremos as frequências de utilização em duas faixas:

Frequências de áudio – 100, 200, 300 e 400 Hz;

Frequências de rádio – 100 kHz e 300 kHz.

Tendo em vista que na aplicação do método de magnetometria AC para a medição do ILP faz-se necessário o cálculo da área da curva de magnetização das nanopartículas magnéticas, um modelo matemático para tal é apresentado. Atentando-se ao fato de que a área da curva de histerese varia de acordo com a frequência e com a intensidade de campo magnético alternado aplicado sobre a

amostra [6]. Uma das motivações para o desenvolvimento do magnetômetro de indução AC está baseada na ausência desta técnica no Grupo de Nanobiociências (UFRJ), no Grupo de Biomagnetismo (CBPF) e em grupos colaboradores.

## 2. ARRANJO EXPERIMENTAL

O magnetômetro de indução AC é um arranjo experimental que tem por objetivo permitir a medida de curvas de magnetização em função da intensidade de campo magnético aplicado. Para cobrir as duas faixas de frequência mencionadas, áudio e rádio, foram desenvolvidos dois arranjos experimentais. O primeiro, esquematizado na Figura 2.1(a), será utilizado para gerar curvas de magnetização em frequências de áudio. O segundo arranjo, esquematizado na Figura 2.1(b), será utilizado para gerar curvas de magnetização em radiofrequência (RF).

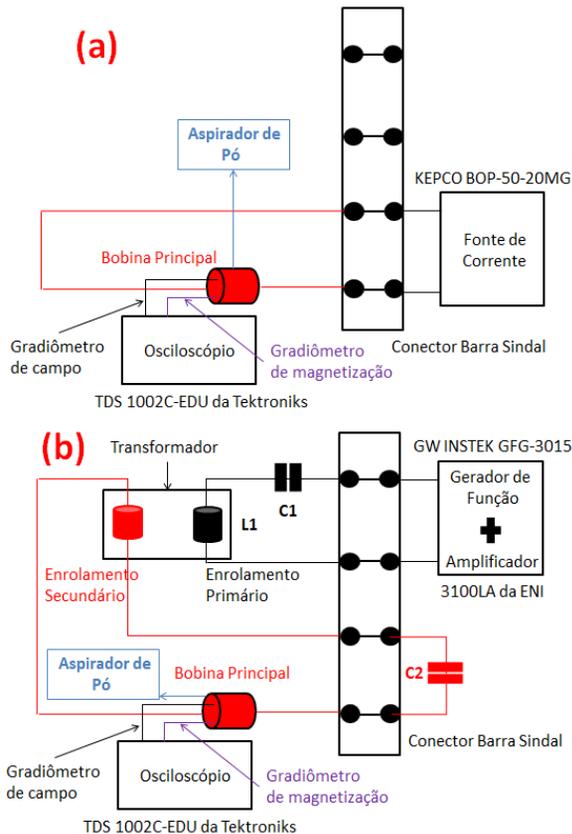


Figura 2.1: (a) Diagrama ilustrativo da ligação circuito gerador de campo magnético alternado na faixa de áudio até 400 Hz. (b) Diagrama ilustrativo do circuito gerador de campo magnético alternado na faixa de rádio.

O arranjo experimental pode ser dividido basicamente em dois blocos: sistema de geração de campo magnético e sistema de captação e tratamento dos sinais.

### 2.1. Geração de campo magnético

O circuito gerador de campo magnético AC para as frequências de áudio representado esquematicamente na Figura 2.1(a) é composto por fonte corrente, bobina principal e aspirador de pó. Para as rádios frequências, representado esquematicamente na Figura 2.1(b), é composto por gerador de funções, amplificador de potência, capacitores (C1 e C2), transformador, bobina principal e aspirador de pó.

#### 2.1.1. Geração de campo magnético AC na faixa de áudio

Na faixa de áudio, a fonte de corrente utilizada é do modelo KEPCO BOP-50-20MG conectada aos terminais da bobina principal para lhe entregar corrente elétrica senoidal e assim gerar campo magnético AC. O excesso de calor gerado pela corrente elétrica na bobina é removido através da passagem forçada de ar, gerada com um aspirador de pó GT 3000 Pro (Eletrolux).

#### 2.1.2. Geração de campo magnético AC na faixa de RF

Para a faixa de RF utilizamos um gerador de função modelo GW INSTEK GFG-3015 que fornece sinais senoidais de tensão elétrica para frequências escolhidas. Estes sinais são enviados a um amplificador de potência de RF (3100LA da ENI) que irá alimentar o circuito primário de um transformador.

Na faixa de RF, devemos considerar as perdas por efeito pele (*skin effect*) em um condutor. Sendo assim, optou-se por uma construção usando um feixe de fios finos conectados em paralelo para otimizar a condução de correntes de altas frequências em cada condutor. Essa montagem de fios é conhecida por fios de Litz [8] e reduz a reatância indutiva gerada por efeito pele. A bobina principal e os enrolamentos do primário e do secundário do transformador, são feitos de fio de Litz que foi produzido no próprio CBPF. Foram feitos 15 metros de fio de Litz esticando-se 120 fios de cobre AWG 38 (diâmetro de 0,101 mm) que, posteriormente foram entrelaçados com o auxílio de uma parafusadeira elétrica.

Este fio foi cortado de modo que o enrolamento do primário do transformador tivesse 42,5 voltas mais uma pequena sobra para ligá-lo ao C1 e à barra conectora, e que o enrolamento do secundário tivesse apenas 1 volta. O primário e o secundário do transformador foram enrolados em torno de um núcleo toroidal de ferrite, modelo MMT139T6325 (Magmattek). Os capacitores C1 e C2 utilizados para colocar o sistema em ressonância em 100 e 300 kHz foram:

C1: 2 capacitores de 470 pF ligados em série para ressonância em 100 kHz, e 1 capacitor de 4,7 nF para ressonância em 300 kHz.

C2: 1 capacitor de 27 nF para ressonância em 100 kHz, e 1 capacitor de 2,2 nF para ressonância em 300 kHz.

Caso o circuito elétrico não estivesse operando em ressonância, seria necessária uma maior potência sendo

entregue da fonte para a bobina principal para produzir a mesma intensidade de campo magnético AC.

Connord *et al.* desenvolveu um sistema de geração de campo magnético AC refrigerado a ar que serviu como base para a geometria da nossa bobina principal [6]. Para enrolar a bobina principal foi feito um suporte de PVC, esquematizado nas Figuras 2.2 e 2.3.

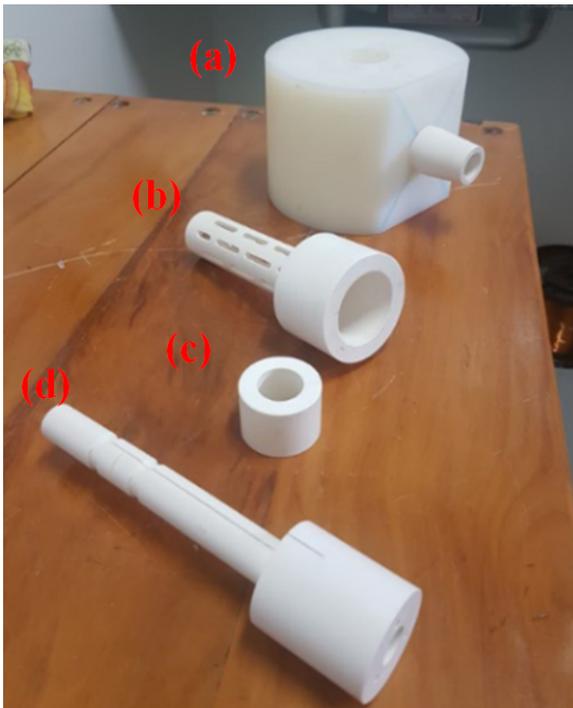


Figura 2.2: (a) Base do suporte, (b) suporte da bobina principal, (c) ressalto e (d) suporte dos gradiômetros.

O suporte da bobina principal é uma estrutura cilíndrica vazada que tem por objetivo dar a forma de um solenoide à mesma, auxiliar no fluxo de ar e permitir que o suporte das bobinas sensoras fique alojado dentro de sua estrutura.

A base, Figura 2.2(a), foi usinada em nylon e apresenta um encaixe para que o suporte da bobina principal seja fixado, além de ter a função de conduzir pelo seu interior o fluxo de ar quente produzido pela bobina principal que é escoado em direção à saída por um ponto de conexão com a mangueira do aspirador de pó. As dimensões do suporte e da base podem ser vistas nas Figuras 2.4 e 2.5, respectivamente.

A bobina de campo foi enrolada em torno do suporte de PVC com duas camadas de fios de Litz. Assim, a bobina de campo conta com um número total de 104 espiras distribuídas entre a primeira e a segunda camada, ambas com 52 voltas (ver Figura 2.6).

Tendo definido as dimensões geométricas e o número de voltas da bobina principal, neste ponto é possível estabelecer os dois principais parâmetros que irão caracterizar a mesma que são: o perfil de campo e a relação do campo,  $\mu_0 H$ , versus corrente,  $I$ . O perfil de campo da bobina principal é o gráfico que fornece o valor da intensidade de campo magnético em função da posição  $z$  interna à bobina principal. Já a relação de campo versus corrente estabelece qual é a intensidade de campo magnético produzida pela bobina principal na sua região central quando a mesma é submetida à passagem de

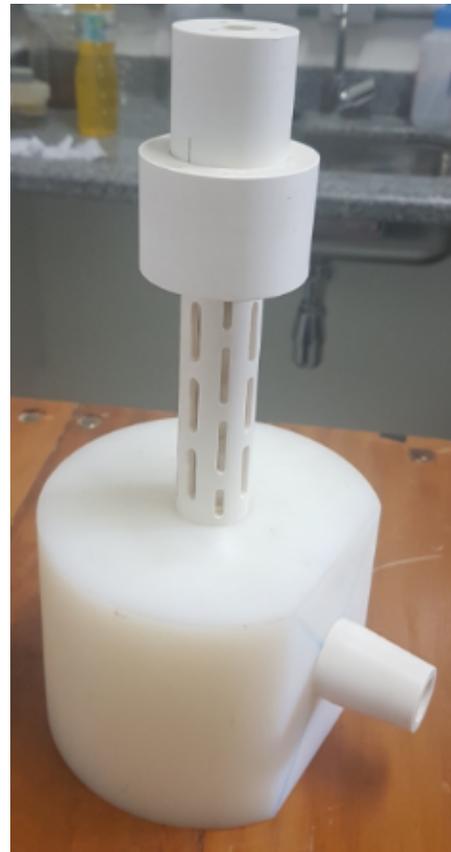


Figura 2.3: Suporte montado

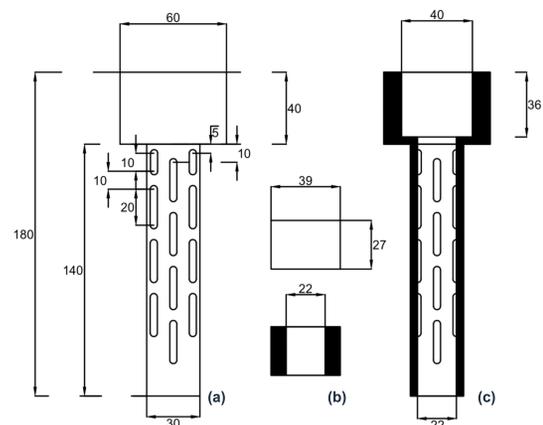


Figura 2.4: (a) Vista frontal do suporte da bobina principal, (b) vista frontal e em corte do ressalto e (c) vista em corte do suporte da bobina principal.

uma corrente elétrica, e que pode ser obtida pelo gráfico do perfil de campo da bobina principal que é mostrado na Figura 2.7.

Podemos observar na Figura 2.7 que o valor da intensidade do campo magnético durante o intervalo de 3 a 7 cm não varia mais do que  $3,49 \pm 0,18 \%$ , com relação à razão  $\mu_0 H/I$  o valor obtido foi de  $1,26 \pm 0,01$  mT/A. Portanto consideramos a região de 3 a 7 cm com homogeneidade satisfatória, e é nessa posição que o sistema de captação será

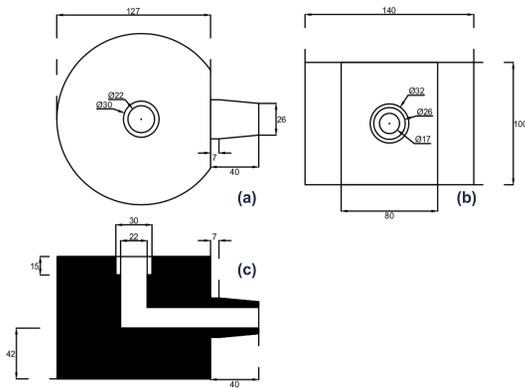


Figura 2.5: (a) Vista superior da base, (b) vista frontal da base e (c) vista em corte da base.



Figura 2.6: Bobina principal enrolada com fio de Litz.

posicionado.

## 2.2. Captação e Tratamento dos Sinais

O sistema de captação de sinais é a parte do arranjo experimental do magnetômetro de indução AC que irá produzir tensões elétricas induzidas entre os terminais da bobina sensora de campo ( $v_1$ ) e do gradiômetro de magnetização ( $v_2$ ). O princípio de funcionamento destes

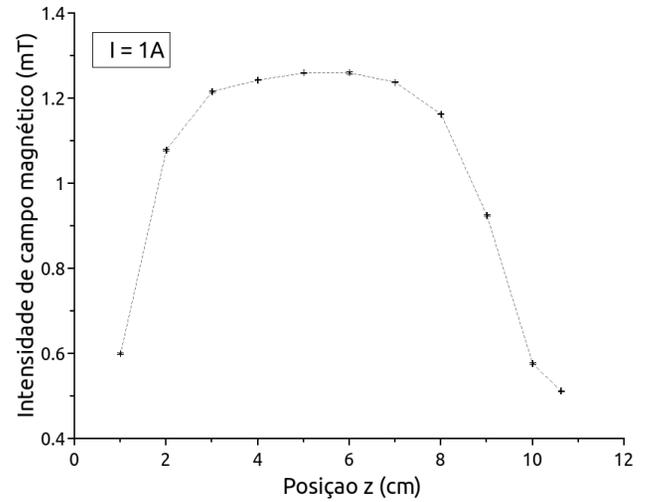


Figura 2.7: Intensidade de campo magnético como função da posição dentro do eixo central da bobina principal.

sensores é baseado na lei de Faraday-Lenz. Estas tensões se relacionam com a intensidade de campo magnético AC aplicado,  $\mu_0 H$ , e com a magnetização da amostra,  $M$ , pelas Equações (2.1) e (2.2):

$$\mu_0 H(t) = \frac{\int v_1(t) dt}{n A_{bobina}} \quad (2.1)$$

$$M(t) = \frac{\int v_2(t) dt}{\mu_0 n A_{amostra}} \quad (2.2)$$

Desta forma, a curva de magnetização ( $M \times \mu_0 H$ ) pode ser obtida para uma determinada frequência e é possível calcular o valor da sua área. Uma das formas de se obter a área da histerese,  $A$ , para baixas intensidades de campo magnético AC pode ser expressa por [6]:

$$A = \pi \cdot H_{max}^2 \cdot \chi'' \quad (2.3)$$

onde  $H_{max}$  é a amplitude da intensidade de campo magnético aplicado e  $\chi''$  é susceptibilidade magnética complexa que é dada por [9]:

$$\chi'' = \frac{M_{max}}{H_{max}} \cdot \sin \phi \quad (2.4)$$

onde  $M_{max}$  é a amplitude do sinal de magnetização e  $\phi$  é o ângulo da defasagem entre os sinais de  $M$  e  $H$ .

O sistema de captação de sinais é composto por uma bobina sensora de campo, um gradiômetro de magnetização e um osciloscópio. O gradiômetro de magnetização, que é de primeira ordem [10], é composto por duas bobinas, a bobina 1 e a bobina 2 (Figura 2.8). A bobina 1 foi enrolada no

sentido anti-horário com 35 espiras de fio de cobre AWG 38 (diâmetro de 0,101 mm). A bobina 2 possui também 35 espiras de fio de cobre AWG 38 porém foi enrolada no sentido horário. O enrolamento das bobinas 1 e 2 em sentidos opostos e ligadas em série é uma configuração conhecida como série-oposição. Desta forma, supondo que a geometria (área das bobinas) é a mesma, sinais de fontes externas induzirão a mesma força eletromotriz nas bobina 1 e 2, porém com sinal invertido. Como são ligadas em série, estes sinais se anulam. Entretanto, se um material magnético é colocado dentro de uma apenas uma das bobinas, 1 ou 2, o sistema produz uma força eletromotriz proporcional à variação da magnetização do material inserido. Na realidade sempre há uma pequena diferença de área de seção das bobinas e na forma de enrolamento dos fios, fazendo com que a compensação não seja perfeita. Assim, é necessário registrar a tensão induzida entre os terminais desse gradiômetro na ausência de qualquer amostra (sinal em branco) e posteriormente subtrair este dos sinais registrados com amostra. Para realizar a medida de magnetização, a amostra de material magnético é colocada em uma das bobinas do gradiômetro conforme pode ser visto no desenho esquemático da Figura 2.8.

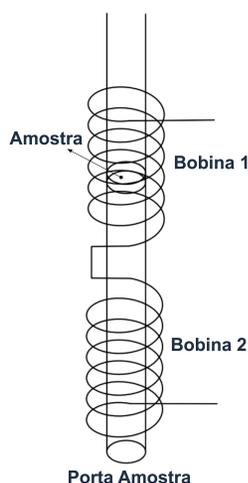


Figura 2.8: Representação esquemática do gradiômetro com uma amostra inserida dentro dos limites da bobina 1. Fonte: Adaptado de [6]

A bobina sensora de campo possui apenas um enrolamento (1 espira) de fio de cobre AWG 38 (diâmetro de 0,101 mm). Esta bobina é enrolada entre as bobinas 1 e 2 do gradiômetro (ver Figura 2.9) de forma a fazer a aquisição do valor de campo magnético no centro da bobina de campo. O sistema de detecção foi montado em um suporte feito de PVC.

Assim como o suporte da bobina principal, o suporte dos gradiômetros apresenta em sua parte superior - denominada "cabeça" do suporte - maior diâmetro do que em seu corpo, pois a mesma tem a função de servir como ferramenta de sustentação de altura para manter a posição do sistema de captação na região central da bobina de campo. Há três furos passantes com um diâmetro de 1 mm cuja função é a de permitir que os fios terminais das bobinas do gradiômetro e da sensora de campo possam atravessar e sair da cabeça do suporte para serem ligados ao osciloscópio, sendo que um

furo adicional foi feito para possibilitar uma futura conexão. No corpo do suporte, existem ainda 3 ranhuras radiais para alocar os enrolamentos do gradiômetro e da bobina sensora de campo, conforme o esquema mostrado na Figura 2.9.



Figura 2.9: Bobina sensora de campo (1 volta) e gradiômetro (bobinas 1 e 2 com 35 voltas) enrolados no suporte de PVC.

Os fios terminais da bobina sensora de campo e do gradiômetro são soldados a conectores BNC fêmea (ver Figura 2.10) para conexão com o equipamento de medida (ver Figura 2.11). Montados o circuito gerador de campo AC e o sistema de detecção, é possível observar no osciloscópio os sinais das tensões induzidas entre os terminais da bobina de campo e do gradiômetro de magnetização.



Figura 2.10: Bobina sensora de campo e gradiômetro.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizados três tipos de materiais magnéticos como amostras teste: fitas magnéticas amorfas, fitas magnéticas tratadas termicamente e nanopartículas magnéticas. As fitas magnéticas amorfas foram utilizadas de forma a verificar se o magnetômetro de indução AC seria capaz de medir curvas histerese para valores de baixa coercividade e baixa intensidade de magnetização de saturação. Outro ponto a ser verificado é se o magnetômetro de indução AC seria capaz de mostrar diferenças na curva de histerese entre estas fitas. Desta forma, as amostras de fitas magnéticas que foram medidas foram tratadas termicamente e medidas novamente no magnetômetro de indução AC.



Figura 2.11: Sistema de detecção dentro da bobina de campo e conectados aos canais do osciloscópio.

### 3.1. Fitas Magnéticas

Foram utilizadas cinco tipos de ligas magnéticas amorfas em forma de fita. A estequiometria das mesmas estão listadas abaixo:

- Amostra 1:  $\text{Fe}_8\text{Co}_{17}\text{B}_{15}$ ;
- Amostra 2:  $\text{Fe}_{85}\text{Co}_{85}\text{B}_{15}$ ;
- Amostra 3:  $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$  (FINEMET<sup>®</sup>);
- Amostra 4:  $\text{Fe}_{73}\text{Co}_{12}\text{B}_{15}$ ;
- Amostra 5:  $\text{Fe}_{55}\text{Co}_{30}\text{B}_{15}$ .

As fitas compostas por ligas amorfas macias foram cortadas com um comprimento máximo de 5 mm e postas dentro de um canudo feito de material não magnético. É importante que a amostra preparada fique dentro do limite da bobina do gradiômetro, de forma a não interferir no sinal de tensão induzida pela bobina sensora de campo, e que o canudo atravessasse todo o gradiômetro (ver Figura 3.1).

### 3.2. Tratamento Térmico

É sabido que o processo de dinâmica da magnetização em ligas amorfas macias é dominado predominantemente por desordens microestruturais [11]. Estas desordens podem ser induzidas, alterando-se a taxa de recozimento [12], passando-se uma corrente elétrica pela fita (aquecimento Joule) [13] ou realizando um tratamento térmico na mesma. Após a medição das curvas de magnetização das amostras 1-5, as mesmas foram levadas ao forno com o intuito de induzir desordens microestruturais e alterar o valor do campo coercivo. As amostras foram colocadas em um cadinho de cerâmica e postas dentro do forno Carbolite CWF 1300, onde se aplicou uma rampa de aquecimento de  $5^\circ\text{C}/\text{minuto}$  até que

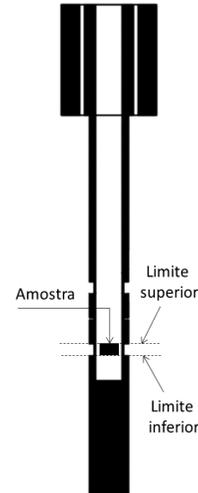


Figura 3.1: Representação esquemática do posicionamento da amostra dentro da bobina do gradiômetro.

a temperatura do forno atingisse  $700^\circ\text{C}$ . Após uma hora o forno foi desligado e as amostras foram retiradas quando o mesmo atingiu a temperatura ambiente. Por uma questão de identificação, as amostras 1, 2, 3, 4 e 5 após o tratamento térmico passaram a ser identificadas como 6, 7, 8, 9 e 10, respectivamente.

### 3.3. Nanopartículas magnéticas

Foram utilizados nanopartículas (NPs) de magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), produzidas por pesquisadores do Grupo de Biomagnetismo do CBPF [14]. As mesmas foram utilizadas da forma em que foram sintetizadas, sem posterior tratamento ou purificação.

## 4. RESULTADOS

As curvas de magnetização das amostras foram obtidas configurando a fonte de corrente para entregar um sinal senoidal com amplitude máxima (20 A). Os resultados para as fitas magnéticas macias, não tratadas termicamente, podem ser observados na Figura 4.1. Nota-se o baixo valor de campo coercivo característico destas ligas magnéticas macias.

As curvas de magnetização para as fitas que receberam o tratamento térmico são apresentadas na Figura 4.2. Percebe-se que, após o tratamento térmico, as fitas apresentaram um aumento significativo no campo coercivo ( $H_c$ ) devido a nucleação de nanocristalitos ferromagnéticos ( $\alpha\text{-Fe}$ ). Estes são responsáveis por servirem como centro de travamento de paredes de domínio magnético. O processo de reversão da magnetização nestes materiais foi discutido por Herzer [15] com base nas previsões do modelo de anisotropia aleatória e outras teorias para a reversão magnetização.

Os valores do campo coercivo podem ser vistos na Tabela I, onde ordenamos as amostras antes e após o tratamento

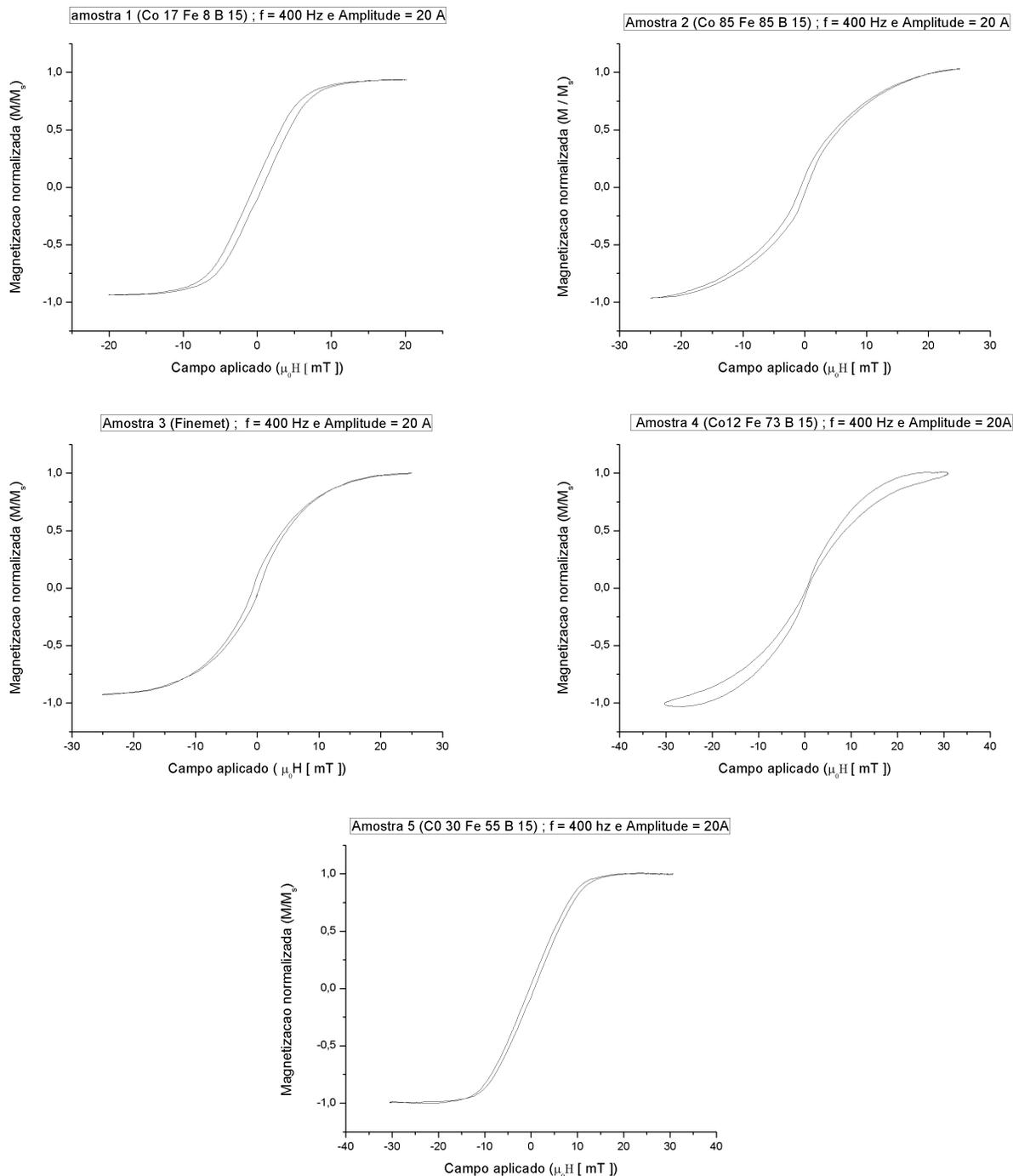


Figura 4.1: Curvas de magnetização AC das fitas 1 a 5 para frequência de 400 Hz.

térmico, evidenciando o aumento do campo coercivo.

As amostras 1, 2, 3, 4 e 5, de uma maneira geral, apresentaram ciclo de histerese completo, embora a área de histerese seja estreita. As amostras 1 e 5 apresentam saturação para um campo em torno de 20 mT enquanto as demais (2, 3 e 4) apresentam saturação em torno de 30 mT. As amostras 6, 7 e 10 apresentaram magnetização de saturação em valores de campo abaixo de 20 mT e apresentam um aumento visível da área de histerese quando comparadas com as amostras 1, 2 e 5. Já as amostras 8 e 9 apresentaram saturação para valores um pouco mais elevados

de campo do que as amostras 6, 7 e 10. Para a amostra 8, a saturação ocorre em torno de 25 mT e, para a amostra 9, a saturação ocorre em torno de 30 mT.

A mesma configuração experimental foi utilizada para obter as curvas de magnetização de nanopartículas de magnetita. As mesmas podem ser vistas na Figura 4.3. Observa-se que, ao contrário das amostras de fitas magnéticas, a magnetização das NPs de magnetita não saturou na presença do campo máximo de 30 mT.

Mesmo não obtendo o ciclo de histerese completo das nanopartículas de magnetita em frequência de áudio é

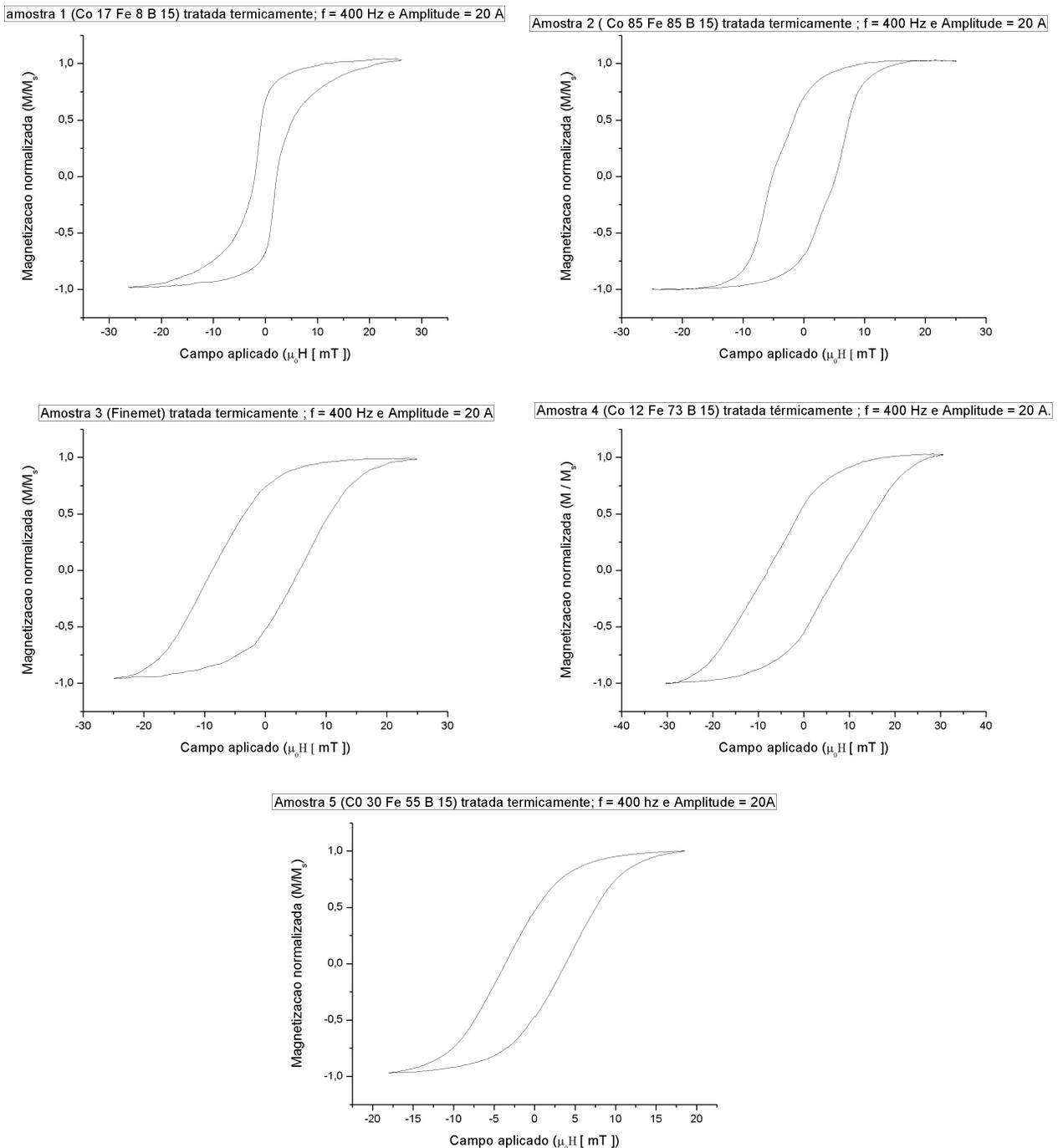


Figura 4.2: Curvas de magnetização AC das fitas 6 a 10 para frequência de 400 Hz.

possível calcular sua área de histerese. Para isso as amplitudes dos sinais de campo magnético AC aplicado, magnetização e sua defasagem foram medidas. Estes dados foram computados nas Equações 2.3 e 2.4 e os valores das áreas de histerese calculados, conforme pode ser visto na Tabela II. De posse dos valores das áreas das histereses, os valores do SAR e, conseqüentemente, do ILP puderam ser obtidos. É possível observar nos dados da Tabela II que há uma tendência de aumento dos valores do ILP como função da frequência do campo magnético AC.

Para as medidas em RF (100 e 300 kHz) utilizamos

o gerador de funções conectado ao amplificador linear e ao sistema ressonante. As curvas de magnetização apresentaram um comportamento linear e não foi verificada histerese em ambas as frequências.

## 5. DISCUSSÕES

As fitas magnéticas amorfas baseadas na liga FeCoB e FINEMET são conhecidas por serem materiais magnéticos

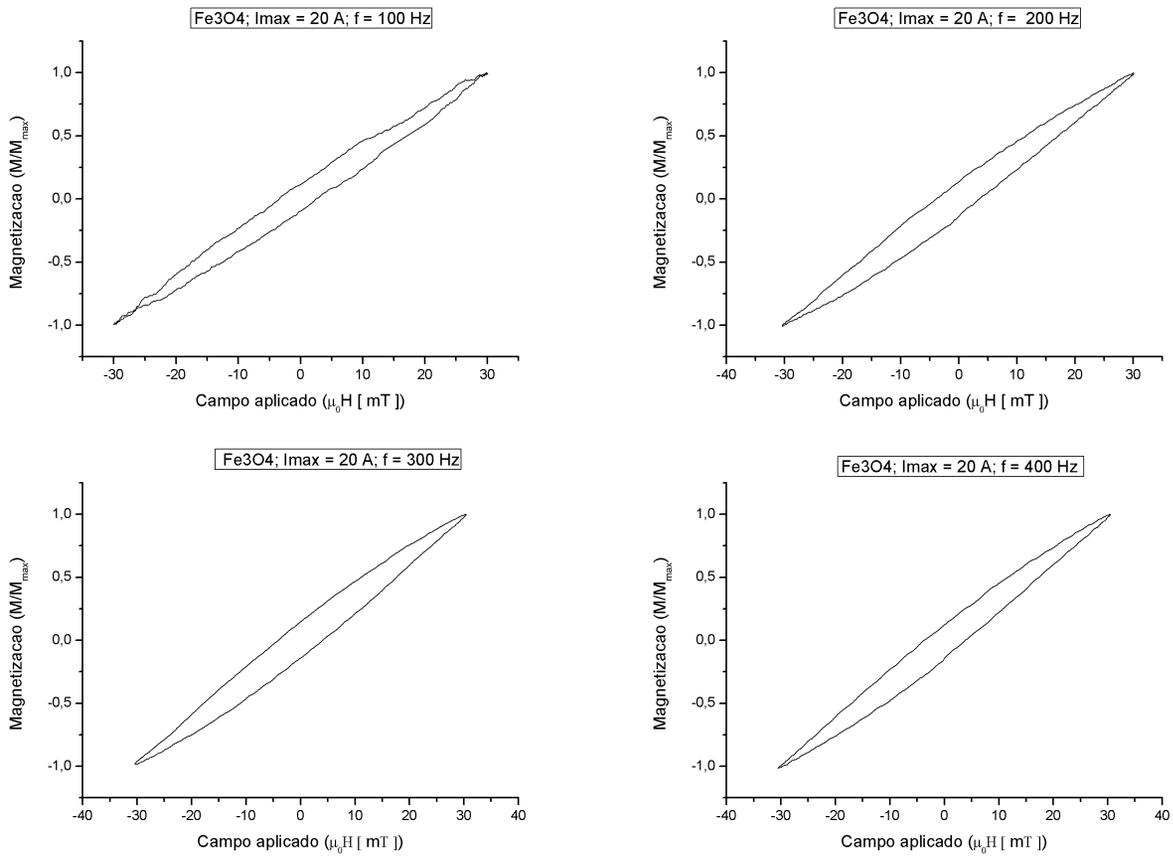


Figura 4.3: Curvas de magnetização da amostra de nanopartículas de magnetita excitadas por um campo magnético para frequências de 100, 200, 300 e 400 Hz.

Amostra	$H_c$ (mT)
1	$0,59 \pm 0,01$
6	$2,10 \pm 0,01$
2	$0,51 \pm 0,01$
7	$5,24 \pm 0,01$
3	$0,17 \pm 0,01$
8	$7,18 \pm 0,01$
4	$0,17 \pm 0,01$
9	$7,89 \pm 0,01$
5	$0,17 \pm 0,01$
10	$3,72 \pm 0,01$

Tabela I: Campo coercivo das fitas magnéticas antes e após o tratamento térmico.

moles, ou seja, com baixíssimo valor de campo coercivo ( $H_c < 0,01$  mT) e por apresentarem magnetização de saturação em campos relativamente baixos. O que faz com que estes materiais sejam excelentes para testar nossa prova de conceito. As fitas foram submetidas a um tratamento térmico a temperatura de  $700^\circ\text{C}$  por 60 min de forma a aumentar a nucleação de centros de travamento magnético. A fração nanocristalina de  $\alpha\text{-Fe}$  (centros de travamento) aumenta linearmente com a temperatura do tratamento térmico, enquanto o diâmetro médio dos grãos aumenta constantemente para  $T > 600^\circ\text{C}$  [16]. Portanto, a temperatura

Frequência do campo AC (Hz)	Área da Histerese (mT)	SAR ( $\text{T}\cdot\text{Hz}$ )	ILP ( $\text{T}^{-1}$ )
100	$10,66 \pm 0,11$	$1,07 \pm 0,01$	$11,79 \pm 0,12$
200	$11,49 \pm 0,12$	$2,30 \pm 0,02$	$12,65 \pm 0,13$
300	$12,59 \pm 0,13$	$3,78 \pm 0,04$	$13,56 \pm 0,14$
400	$12,75 \pm 0,13$	$5,10 \pm 0,05$	$13,68 \pm 0,14$

Tabela II: Área da histerese, SAR e ILP obtidos como função da frequência do campo magnético AC para a amostra de nanopartículas de magnetita.

de tratamento térmico foi adequada para criar centros de travamento magnético suficientes na matriz amorfa macia e aumentar consideravelmente o campo coercivo das fitas medidas.

De maneira geral, nossa prova de conceito foi capaz de obter dados sobre a magnetização e intensidade do campo magnético AC aplicado. Após algum tratamento numérico, fomos capazes de traçar curvas de magnetização das fitas magnéticas, sendo ainda possível diferenciar, através das curvas, as amostras que receberam tratamento térmico das que não receberam. Uma vez que os processos de reversão da magnetização são distintos nestas amostras.

As curvas de magnetização da amostra de nanopartículas de magnetita apresentam uma característica peculiar em

relação às fitas magnéticas, a magnetização de saturação. É possível observar o fenômeno de histerese porém as mesmas não estão completas pois não atingiram a magnetização de saturação. Este tipo de material apresenta magnetização de saturação em campos muito altos, não sendo possível alcançar os mesmos com bobinas puramente resistivas. A intensidade de campo magnético gerado por esta prova de conceito está de acordo com as reportadas na literatura, tanto para equipamentos produzidos por grupos de pesquisa, quanto para comerciais como pode ser visto na Tabela III

$\mu_0 H$ (mT)	Referência
80	[6]
29	[5]
25	[17]
20	[18]
21	[19]
03	[20]

Tabela III: Intensidades máximas de campo magnético AC reportados na literatura.

Nas frequências de RF nossa prova de conceito funcionou bem, porém não foi capaz de produzir campo magnético AC intenso o suficiente para observar o fenômeno da histerese magnética nas nanopartículas de magnetita. Conforme pode ser visto nas Figuras 5.1 e 5.2, a amplitude do sinal de campo magnético AC aplicado não ultrapassou 0.2 mT.

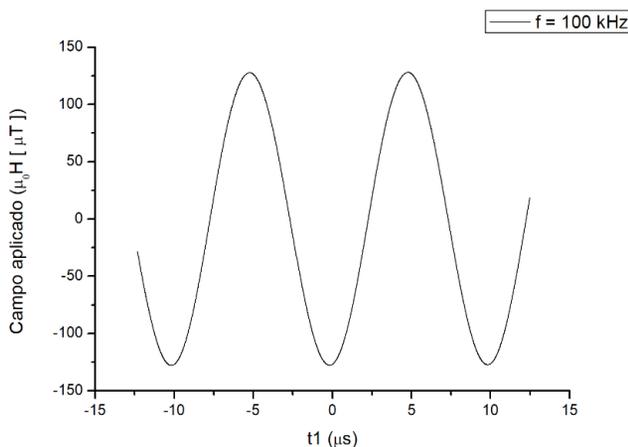


Figura 5.1: Gráfico da variação de intensidade de campo aplicado no tempo para a frequência de 100 kHz.

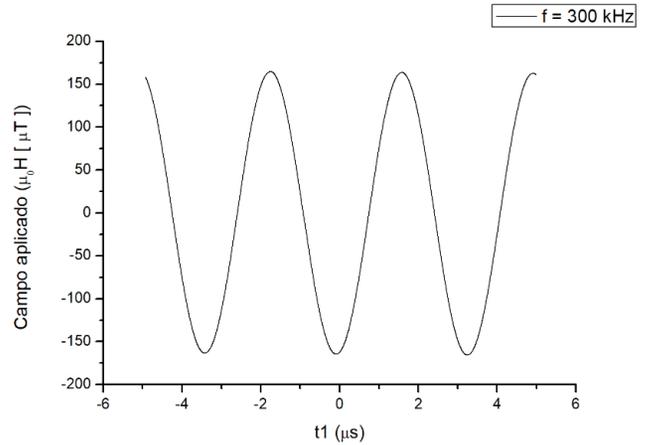


Figura 5.2: Gráfico da variação de intensidade de campo aplicado no tempo para a frequência de 300 kHz.

Para campos baixos o suficiente, a variação na magnetização é proporcional ao campo externo. A constante de proporcionalidade é geralmente chamada de função de resposta linear e pode fornecer informações valiosas sobre o sistema. Existe uma relação íntima entre as funções resposta dependentes do tempo e as propriedades dinâmicas do sistema em equilíbrio. Essa relação é expressa pela teoria da resposta linear (LRT), formulada por Kubo *et al.* em um importante artigo em 1957 [21], que só é válida quando o campo aplicado é muito pequeno. Para o nosso caso específico, podemos afirmar que o processo de reversão da magnetização nas nanopartículas era totalmente reversível, dada pela rotação coerente dos spins. Desta forma, nenhuma perda pode ser observada.

## 6. CONCLUSÕES

Em resumo, foi desenhado e construído um magnetômetro de indução AC relativamente simples, com equipamentos pré-existent no laboratório, para estudar a evolução da dinâmica de magnetização como função da frequência e intensidade do campo aplicado.

O magnetômetro de indução AC apresentado oferece um método prático para medir de forma rápida e direta os valores do ILP de NPs magnéticas em diferentes frequências que podem estar dispersos em vários meios, incluindo a água.

Esse instrumento pode ser particularmente interessante para estudar efeitos sutis relatados recentemente na literatura, como a dependência da concentração das NPs no ILP, efeitos das interações dipolares na curva de magnetização ou o efeito do tamanho de partículas no ILP.

A avaliação precisa do ILP é de extrema importância na preparação de experimentos de hipertermia magnética em ensaios *in vitro* ou *in vivo*, onde as propriedades intrínsecas das NPs precisam ser conhecidas previamente de forma a ajustar sua curva dose-resposta. O que faz com que este tipo de caracterização física seja fundamental na utilização de nanopartículas magnéticas em hipertermia magnética para aplicações biomédicas.

A capacitação técnica que nosso protótipo gerou abre a possibilidade de escalonar o equipamento para outras configurações específicas, acrescentando mais potência e frequências de utilização.

## 7. AGRADECIMENTOS

Os autores desejam externar seus agradecimentos ao Grupo de Biomagnetismo do CBPF pelo fornecimento

da amostra de NPs de magnetita. L.A.S. de Oliveira agradece ao financiamento do CNPq pelo projeto Universal 420016/2018-0. J.P. Sinnecker agradece ao financiamento do CNPq pelos projetos 312275/2018-8 e 424022/2018-4 e à FAPERJ pelo projeto E-26/010.002996/2014.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] CABUY, E., Hyperthermia in Cancer Treatment. *Reliable Cancer Therapies Energy-based therapies*, v. 1, n. 2, p. 1-48, 2011.
- [2] KIM, J. H.; HAHN, F. W.; TOKITA, N.; NISCE, L. Z. Local tumor hyperthermia in combination with radiation therapy. *Cancer*, v.40, n. 1, p. 161-169, 1977.
- [3] JORDAN, A.; WUST, P.; FALIN, H.; JOHN, W.; HINZ, A.; FELIX, R. Inductive heating of ferrimagnetic particles and magnetic fluids: physical evaluation of their potential for hyperthermia. *International Journal of Hyperthermia*, v.9, n. 1, p. 51-68. 1993.
- [4] CARREY, J.; MEHDAOUI, B.; RESPAUD, M. Simple models for dynamic hysteresis loop calculations of magnetic single-domain nanoparticles: Application to magnetic hyperthermia optimization. *Journal of Applied Physics*, v. 109, n. 8, 2011.
- [5] LACROIX, L. M.; CARREY, J.; RESPAUD, M. A frequency-adjustable electromagnet for hyperthermia measurements on magnetic nanoparticles. *Review of scientific instruments*, v. 79, n. 9, p. 1-5, 2008.
- [6] CONNORD, V.; MEHDAOUI, B.; TAN, R. P.; CARREY, J.; RESPAUD, M. An air-cooled Litz wire coil for measuring the high frequency hysteresis loops of magnetic samples—A useful setup for magnetic hyperthermia applications. *Review of Scientific Instruments*, v. 85, n. 9, p. 1-8, 2014.
- [7] CLARKE, J., SQUID fundamentals. In: Weinstock, H. (Ed.). *Proceedings of the NATO Advanced Study Institute on SQUID Sensors: Fundamentals, Fabrication and Applications*. Acquafredda di Maratea: Springer-Science+Business Media, B.V, 1995. p. 1-62.
- [8] SINHA, D.; SADHU, P. K.; PAL, N.; BANDYOPADHYAY, A. Computation of inductance and AC resistance of a twisted litz-wire for high frequency induction cooker. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON INDUSTRIAL ELECTRONICS, CONTROL AND ROBOTICS, 2010, Orissa. Anais. *IEEE*, 2011, p. 85-90.
- [9] CARDOSO, C. A.; A técnica de susceptibilidade AC aplicada ao estudo dos supercondutores do tipo II. 2001. Dissertação (Doutorado em física) – Instituto de Física Gleb Wataghin, UNICAMP, Campinas.
- [10] RIVEROS, P. A. D. *Desenvolvimento e caracterização de gradiômetro GMI de alta sensibilidade*. 2017. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) - PUC, Rio de Janeiro.
- [11] BEATRICE, C.; PASQUALE, M.; BERTOTTI, G. Prediction Of Magnetic Hysteresis In FeCoB Amorphous Materials Using The Dynamic Preisach Model, *IEEE Transactions on Magnetics*, v. 33, n. 5, p. 3772-3774, 1997.
- [12] KNOBEL, M.; SINNECKER, J. P.; TURTELI, R. S.; RECHENBERG, H. I.; GROESSINGER, R. The influence of quenching rate on magnetic properties of amorphous ribbons, *Journal of Applied Physics*, v. 73, n. 10, p. 6603-6605, 1993.
- [13] MITROVIC, N. S.; DJUKIC, S. R.; DJURIC, S. B. Crystallization of the Fe–Cu–M–Si–B (M = Nb, V) Amorphous Alloys by Direct-Current Joule Heating. *IEEE Transactions on Magnetics*, v. 36, n. 5, p. 3858-3862, 2000.
- [14] BEDÊ, P. M. *Produção e caracterização de nanopartículas polimérico-magnéticas para aplicações médicas*. 2010. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro.
- [15] HERZER G., Grain size dependence of coercivity and permeability in nanocrystalline ferromagnets *IEEE Transactions on Magnetics*, v. 26, n. 5, p. 1397-1402, 1990.
- [16] BERÓN F.; de OLIVEIRA L. A. S.; KNOBEL M.; PIROTA K. R. A novel method for identifying the local magnetic viscosity process of heterogeneous magnetic nanostructures,

*Journal of Physics D: Applied Physics*, 46, 045003, 2013.

- [17] GARAIO E.; COLLANTES J. M.; PLAZAOLA F.; GARCIA J. A.; CASTELLANOS-RUBIO I. A multifrequency electromagnetic applicator with an integrated AC magnetometer for magnetic hyperthermia experiments, *Measurement Science and Technology* 25, 115702, 2014.
- [18] VERÇOZA B. R. F. *et al.*, Therapeutic potential of low-costnanocarriers produced by green synthesis:macrophage uptake of superparamagneticiron oxide nanoparticles, *Nanomedicine*, 14(17), 2293–2313, 2019.
- [19] KOBAYASHI H. *et al.* Self-heating property under ac magnetic field and its evaluation by ac/dc hysteresis loops of NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles, *Journal of Applied Physics* 107, 09B322, 2010.
- [20] FERNÁNDEZ-GARCÍA M. P. *et al.*, Automatized and desktop AC-susceptometer for the in situ and real time monitoring of magnetic nanoparticles' synthesis by coprecipitation, *Review of Scientific Instruments*, 86, 043904, 2015.
- [21] KUBO R.; YOKOTA M.; NAKAJIMA S., Statistical-Mechanical Theory of Irreversible Processes. II. Response to Thermal Disturbance, *Journal of The Physical Society of Japan*, 12, pp. 1203-1211, 1957.