

Passo a passo – Uso do VSM:

Para uso de pessoas experientes. Utilize o capítulo 4 do manual para mais informações. Em caso de dúvidas procure pelos professores e técnicos responsáveis.

- 1) Verifique se os registros de água estão abertos;
- 2) Ligue (gire de Off para $\bar{A}$) e zere o amperímetro (botão amarelo);
- 3) Ligue o Chiller;
- 4) Verifique o fluxo e temperatura da água (aguarde cerca de 20 segundos) olhando o hidrômetro e o controlador;
- 5) Conecte a tomada azul do VSM;
- 6) Ligue as duas caixas controladoras (MicroMag CONTROLLER e MicroMag MAGNET POWER SUPPLY)
MicroMag CONTROLLER: LED verde POWER acende
MicroMag MAGNET POWER SUPPLY: LED verde STANDBY acende
LED FAULT acenderá em laranja caso haja falhas de circulação de água ou temperatura.
- 7) Ligue o computador;
- 8) Inicie o programa do VSM “MicroMag VSM”;
- 9) Clique em **Applied Field** e ligue a bobina. **Magnet power supply** Off ☐ Clica ☐ On
- 10) Faça a calibração:
 - a. Prenda o calibrador (plaquinha de quartzo com a esfera de calibração guardada na caixa de madeira)
 - b. Coloque o holder no VSM, cuidado ao rosquear e desrosquear o holder para não deixar cair.
 - c. Desça o holder e alinhe o calibrador usando os ajustes em X, Y e Z de forma que ele fique na região central dos sensores (pequenas bobinas). Caso necessite, faça o procedimento de ‘Optimize’ descrito no manual do VSM (sessão 4.3).
 - d. Ligue a vibração do holder pressionando o botão **ON/OFF na cabeça do VSM** ou na tela principal do programa em **VSM drive**.
 - e. Deixe a sensivity em $100 \mu A m^2$.
 - f. Vá em Measurements ☐ Direct moment vs. field ☐ Hysteresis loop

g. Configure a histerese:

Applied field maximum = **500 mT**

Applied field increment = **4 mT**

Averaging time = **100 ms**

Pause at maximum field = **1 s**

Averages = **1**

Deixe selecionado apenas 'Include hysteresis loop'

h. Clique em **Execute**.

i. Quando o ciclo de histerese terminar aparecerão os resultados na tela junto com a histerese.

j. Vá em Tools ☐ Calibrate.

k. Digite o valor de calibração no campo $77.61\text{E-}06 \text{ Am}^2$.

l. Feche a tela de histerese no X vermelho no canto superior direito da janela de histerese.

m. Pare a vibração do holder.

n. Desrosqueie e retire o holder.

o. Guarde o calibrador

Teste de sensibilidade da amostra

- 1) Fixe a amostra no holder, prenda o holder na cabeça do VSM e ligue a vibração.
- 2) Conheça a sensibilidade que deve ser usada na amostra aplicando um campo de 500 mT ou 1 T.

CUIDADO! Usamos o menu Applied field para realizar esse procedimento e, ao fecharmos a janela de campo, o eletroímã continua ligado até zerarmos o campo novamente. Sendo assim, devemos ter o cuidado de não deixar o campo sendo aplicado por muito tempo.

- a. Vá em Applied field e digite um valor de campo no qual você imagina que sua amostra se aproxima da saturação. Para algumas amostras 300 mT, mas você pode escolher até o máximo de 1.0 T.
- b. Feche a janela de Applied field.
- c. Se a mensagem Overload (em vermelho) não aparecer, diminua a sensitivity até a mensagem Overload aparecer.
- d. Aumente uma vez a sensitivity para sumir com a mensagem de Overload.

- e. Abra a janela de Applied field.
- f. Clique em **Toggle**. Esse procedimento zera o campo (desliga a corrente do eletroímã). **IMPORTANTE ZERAR O CAMPO!!!**

Para medidas de histerese:

HISTERESE (determinação da coercividade, magnetização de saturação e de remanência):

- 1) Coloque a amostra e ligue a vibração do holder pressionando o botão **ON/OFF na cabeça do VSM** ou na tela principal do programa em **VSM drive**.
- 2) Vá em Measurements ☐ Direct moment vs. field ☐ Hysteresis loop
- 3) Configure a histerese:

Applied field maximum = Digite o campo máximo para realização da histerese

Applied field increment = Digite o tamanho do interval de medidas (quanto menor o intervalo, mais medidas são realizadas e maior o tempo de medida.

Averaging time = Digite o intervalo de tempo no qual o campo deve ficar sendo aplicado à amostra para realização medidas que serão ao longo do tea medida deve ser realizada

Pause at maximum field = Define o tempo de alimentação do eletroímã que fará uma pausa no campo máximo antes de iniciar uma medição.

Averages = Número de ciclos de histerese desejado para que se faça uma média.

Measurement time (approximate): O tempo de medidas é calculado automaticamente a partir dos parâmetros ajustados para a histerese.

Saturate before measuring: Se selecionar, a amostra será saturada antes de iniciar a medida.

Demagnetize before measuring: Só é necessário se incluir o momento inicial. Não é necessário para um ciclo de histerese.

Include initial moment: Não é necessário para um ciclo de histerese.

Include hysteresis loop: Selecione para realização do ciclo de histerese. São 4 intervalos: máximo positivo $\rightarrow$ zero, zero $\rightarrow$ max neg, max neg $\rightarrow$ zero, zero $\rightarrow$ max positivo. O ciclo permite a determinação da coercividade, magnetização de saturação e de remanência.

- 4) Clique em **execute**.
- 5) Apos a realização da medida é possível se fazer a correção dia/paramagnetica da medida em:
Tools ☐ Dia/paramagnetic adjustment

- 6) Coloque o percentual de campo máximo acima do qual a saturação é assumida e clique em **OK**.
- 7) Salve o dado em File ☐ Save
- 8) Feche a janela de medidas no canto superior direito.

Para medidas de remanência:

CURVA ISOTERMAL DE REMANENCIA (IRM)

- 1) Coloque a amostra e ligue a vibração do holder pressionando o botão **ON/OFF na cabeça do VSM** ou na tela principal do programa em **VSM drive**.
- 2) Vá em Measurements ☐ Remanence Measurements ☐ Remanence curves
- 3) Configure a IRM:
 - Sequence** = Forma como os passos de medidas são organizados. Linear segue um espaçamento constante. Non linear é uma opção que deixa mais pontos no começo e mais espaçado em campos mais altos.
 - Initial field** = Campo inicial de medidas. Poderá ser zero caso a sequência seja linear.
 - Final field** = campo máximo da IRM.
 - Number of points** = Número de pontos distribuídos na medida (só existe para as sequencias não-lineares).
 - Saturating field (DCD)** = Define o campo máximo de saturação aplicado antes de iniciar a rotina DC Demagnetization Remanence. Observe que este parâmetro se aplica apenas à rotina de Desmagnetização DC (DCD).
 - Pause at saturation:** Tempo de pausa da fonte de alimentação magnética na saturação antes do início da medição. O intervalo é de 0 a 10 segundos. Aplica-se apenas a DCD.
 - Averaging time:** define o tempo de medida desejado (em milissegundos por ponto).
 - Pause at Applied field:** tempo de pausa da fonte de alimentação magnética em cada aplicação de campo antes que uma medição seja feita. Faixa de 0 a 10 segundos.
 - Pause at zero field:** Tempo de pausa da fonte de alimentação magnética no campo zero antes que uma medição seja feita.
 - Slew rate to Applied field:** Define a taxa máxima de mudança (T/s) de variação de campo.
 - Measurement time (approximate):** Com base nos parâmetros inserido pelo operador, o sistema calcula um tempo aproximado necessário para completar a medição.

Selecione **Demagnetize before measuring** (para desmagnetizar a amostra antes da IRM)

Selecione **Isothermal remanente moment** (para realizar as medidas de uma curva de IRM).

- 4) Clique em execute.
- 5) Após a realização da medida salve o dado em File ☐ Save
- 6) Feche a janela de medidas no canto superior direito.

REMANENCIA BACK-FIELD (para determinação da coercividade de remanência)

- 1) Coloque a amostra e ligue a vibração do holder pressionando o botão **ON/OFF na cabeça do VSM** ou na tela principal do programa em **VSM drive**.
- 2) Vá em Measurements ☐ Remanence Measurements ☐ Remanence curves
- 3) Configure a curva de back-field colocando um **Final field** menor (coloque um pouco mais da coercividade da amostra) e um número de pontos menor também.
- 4) Selecione apenas DC demagnetization remanence
- 5) Clique em **Execute**.
- 6) Após a realização da medida salve o dado em File ☐ Save
- 7) Feche a janela de medidas no canto superior direito.

First-order reversal curves (FORCs)

- 1) Coloque a amostra e ligue a vibração do holder pressionando o botão **ON/OFF na cabeça do VSM** ou na tela principal do programa em **VSM drive**.
- 2) Vá em Measurements ☐ Direct moment vs. field ☐ First-order reversal curves ☐ FORCs (classic)
- 3) Configure os parâmetros:

Saturating field: A primeira etapa na medição de cada curva de reversão de primeira ordem individual é saturar a amostra.

Hu(min), Hu(max): Hu refere-se ao campo de interação, o eixo vertical de uma apresentação de contorno gerado a partir das curvas de reversão de primeira ordem. Hu(min), Hu(max) referem-se ao range de Hu. Normalmente $Hu(min) = -Hu(max)$.

Hc(min), Hc(max): Hc refere ao “campo coercivo”, o eixo horizontal do plot de contorno gerado dos FORCs. **Hc(min), Hc(max)** referem ao range de Hc do plot de FORCs. Tipicamente $Hc(min) = 0$, $Hc(max) > 0$.

Averaging time: tempo de cada medida. Aumentar esse tempo pode melhorar medidas muito ruidosas.

Field increment: Refere-se ao intervalo entre pontos de medidas sucessivas de cada FORC. Esse intervalo é também o incremento de campo entre cada FORC, o que implica no número de curvas.

Number of FORCs: Número de curvas. Alterar esse número muda o Filed increment.

Smoothing (maximum): Os programas usados para gerar apresentações de contorno (a partir das curvas de reversão de primeira ordem medidas pelo sistema MicroMag) geralmente incluem o parâmetro "suavização", que efetivamente calcula a média sobre um determinado número de pontos de dados. A suavização, portanto, requer dados adicionais; o valor inserido para Suavização (máximo) estabelece um limite superior no grau de suavização que pode ser usado pelo programa de geração de contorno.

Pause at saturating field: O intervalo de tempo em que o campo permanece no campo Saturating antes de girar para o campo Calibration (veja abaixo).

Pause at calibration field: O intervalo de tempo em que o campo permanece no campo Calibração antes de girar para o campo Reversão (o campo Calibração não é inserido diretamente pelo operador, mas é determinado por outros parâmetros da medição).

Pause at reversal field: O intervalo de tempo em que o campo permanece no campo Reversão antes de iniciar a medição de cada curva de reversão de primeira ordem. O campo de reversão é diferente para cada curva de reversão individual e é determinado por vários parâmetros da medição.

Slew rate limit: Permite que o operador controle a taxa na qual o campo é movido do campo de saturação para o campo de calibração e do campo de calibração para o campo de reversão.

Measurement time (approximate): Com base nos parâmetros inseridos pelo operador, o sistema calcula um tempo aproximado necessário para concluir a medição. Tente escolher parâmetros para economizar o tempo de uso.

Clique em sweep mode para mudar o modo de varredura: contínuo ou discreto.

Em continuo o campo muda ao mesmo tempo que mede, no discreto ele só mede a partir do momento que o campo selecionado é atingido (leva mais tempo).

- 4) Clique em **Execute**.
- 5) Após a realização da medida salve o dado em File ☐ Save
- 6) Feche a janela de medidas no canto superior direito.

MÚLTIPLAS CURVAS DE REMANÊNCIA POR TEMPO

Faça a histerese e a desmagnetização da amostra antes da aquisição de múltiplas curvas de remanência por tempo.

Desmagnetização

- 1) Coloque a amostra no holder.
- 2) Vá em Tools ☐ Demagnetize
- 3) Configure os parâmetros de desmagnetização. Abaixo os parâmetros utilizados por Leite et al. (2018):
Commence demagnetizing at: 1.0 T
Exit demagnetizing at: 0.0 T
Field decrement: 2%
Limit slew rate to ≤ 10 T/s
Limit slew time to ≥ 100 ms
Pause at each applied field: 100 ms
- 4) Clique em execute

Aquisição das múltiplas curvas

- 5) Ligue a vibração do holder pressionando o botão **ON/OFF na cabeça do VSM** ou na tela principal do programa em **VSM drive**.
- 6) Vá em Measurements ☐ Measurements vs. time ☐ Multiple moment vs. time records
- 7) Configure todas as curvas. Abaixo os parâmetros seguindo Leite et al. (2018):
Criar 17 curvas com os seguintes **Conditioning field**: 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 180, 220, 260, 300 and 340 mT.
Conditioning field Applied for: 10s

Measuring field: 0.00 T
Time per point: 10 ms
Timebase: 10 s
Dia/paramagnetic correction: 0.00
Slew rate limit (max): 10 T/s
Slew time limit (min): 100 ms

- 8) Clique em execute.
- 9) Encontre o diretório que deseja salvar e crie o nome do arquivo, clique em salve.
- 10) O programa irá avisar que irá criar arquivos com a especificação
nomedoarquivo.000 ☐ se estiver de acordo, clique em OK
- 11) Coloque o nome da amostra e clique em OK
- 12) Serão feitas todas as curvas que serão automaticamente salvas no diretório
selecionado.