



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE MATERIAIS
MESTRADO ACADÊMICO EM CIÊNCIA DE MATERIAIS

LIDIA QUIRINO RODRIGUES

ESTUDO DO DESEMPENHO DE SENSORES INTERFEROMÉTRICOS DE FIBRA
ÓPTICA COM NANOPARTÍCULAS

FORTALEZA

2023

LIDIA QUIRINO RODRIGUES

ESTUDO DO DESEMPENHO DE SENSORES INTERFEROMÉTRICOS DE FIBRA
ÓPTICA COM NANOPARTÍCULAS

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado Acadêmico em Ciência de Materiais do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais do Centro de Ciências da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de mestre em Engenharia de Materiais. Área de Concentração: Propriedades Físicas e Mecânicas dos Materiais

Orientador: Prof. Dr. Glendo de Freitas
Guimarães

FORTALEZA

2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Sistema de Bibliotecas
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

R614e Rodrigues, Lidia Quirino.
Estudo do desempenho de sensores interferométricos de fibra óptica com nanopartículas / Lidia Quirino Rodrigues. – 2023.
94 f. : il. color.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2023.
Orientação: Prof. Dr. Glendo de Freitas Guimarães.
Coorientação: Prof. Dr. Marcus Aurelio Ribeiro Miranda.

1. NiFe₂O₄.. 2. Sol-gel proteico.. 3. Interferência modal.. 4. Fibra óptica.. I. Título.

CDD 620.11

LIDIA QUIRINO RODRIGUES

ESTUDO DO DESEMPENHO DE SENSORES INTERFEROMÉTRICOS DE FIBRA
ÓPTICA COM NANOPARTÍCULAS

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado Acadêmico em Ciência de Materiais do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais do Centro de Ciências da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de mestre em Engenharia de Materiais. Área de Concentração: Propriedades Físicas e Mecânicas dos Materiais

Aprovada em: 6 de julho de 2023

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Glendo de Freitas Guimarães (Orientador)
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia
do Ceará (IFCE)

Prof. Dr. Daniel Xavier Gouveia
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia
do Ceará (IFCE)

Prof. Dr. José Marcos Sasaki
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Dedico este trabalho àqueles que sempre tem
caminhado junto a mim: Deus, meus pais, meus
irmãos e meus amigos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço imensamente a Deus por me amar infinita e constantemente, por todas as bênçãos e graças concedidas a mim e por me dar forças e coragem quando julgo não mais tê-las.

Aos meus pais, Maria de Jesus e Antônio Rodrigues, por toda educação, amor e apoio que me dão. Aos meus irmãos, Felipe Quirino, Livia Quirino, Lais Quirino e Morgana Rodrigues pela cumplicidade e lealdade. À minha prima e cunhada Neivania Quirino pelo apoio nos momentos que sempre precisei. Aos meus sobrinhos Ana Leticia, Ana Quezia, Maria Liz, Enzo Gabriel e Luiz Marcelo, que enchem meu coração de alegria e amor. A irmã que Deus me deu Ianna Alencar, na qual juntas construímos uma história tão linda e tão maravilhosamente incrível! Que continuemos sempre dividindo a vida dessa forma. Te agradeço imensamente por toda paciência, por estar sempre na minha vida.

A segunda família que Deus me deu, que são, Batista Sobrinho, André Moreira, Marcelo Moreira, Marcos André, Layres Kássia, Melissa França e Andréa Moreira. Obrigada por terem sempre tanto carinho comigo.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Glendo de Freitas Guimarães, por suas excelentes discussões e orientação que melhoraram a estrutura deste trabalho. E por sua boa vontade em aceitar me orientar, o mesmo é uma referência de ser humano e profissional para mim.

Ao meu Coorientador, Prof. Dr. Marcus Miranda, por nossas conversas produtivas, que sempre ajudaram a solucionar os problemas e dúvidas que surgiram ao longo do trabalho. Ao Prof. Dr. Yosdan Martínez, por sempre ter paciência e se dispor a ajudar. Obrigada por todos os ensinamentos profissionais e pessoais, sua ajuda e apoio foi fundamental para a realização deste trabalho.

Aos meus amigos Luana Maia, Matheus Rodrigues e Willame Vasconcelos, que são pessoas incríveis e colaboraram bastante na construção do presente trabalho. Foi uma honra poder trabalhar com vocês, da qual irei levar com gratidão essa amizade verdadeira. Tenho um carinho imenso por cada um, sou grata por ter vocês na minha vida.

Aos colegas do Laboratório de Fotônica (IFCE), Laboratório de Raios-X (UFC) na pessoa de Clara Maciel, Laboratório de magnetismo e materiais magnéticos (UFC) e do Laboratório de Análises Magnética e Óptica- LAMOp (UERN) na pessoa de Pedro Henrique, pela contribuição com aprendizado, descontração e parceria nas atividades.

Aos Professores Dr. José Marcos Sasaki e Dr. Daniel Xavier Gouveia, pela orientação que tanto contribuiu para minha formação profissional, agradeço por todos os ensinamentos e

correções.

A todos os colegas que estiveram envolvidos de forma direta ou indireta na realização deste trabalho.

Ao Programa de pós-graduação em Engenharia e Ciência de Materiais e a todos os professores que fazem parte do mesmo que contribuíram na minha carreira acadêmica.

À instituição CAPES, pelo suporte financeiro.

“Então Samuel pegou uma pedra e a ergueu entre Mispá e Sem; e deu-lhe o nome de Ebenézer, dizendo: Até aqui o Senhor nos ajudou. ”

(Samuel 7:12)

RESUMO

Neste trabalho, o desempenho de um sensor de campo magnético utilizando fibras ópticas em uma estrutura monomodo/multimodo (SM - *Single-Mode* / MM- *Multi Mode*) o método aplicado baseia-se nos efeitos de interferência multimodal. Em função do tamanho de cristalito e magnetização das nanopartículas, foram afixadas nanopartículas magnéticas na fibra. O estudo de sensores utilizando fibra óptica para a medição de corrente e o uso de nanopartículas para campo magnético tem sido relatados na literatura. O setup experimental baseia-se nos efeitos de interferência multimodal, cuja fibra MM é revestida com nanopartículas de NiFe_2O_4 . A fonte de luz foi um laser de onda contínua com comprimento de onda de 1550 nm para alimentar a estrutura. As nanopartículas utilizadas no presente trabalho foram as ferritas de níquel (NiFe_2O_4) calcinadas em três temperaturas (300°C , 500°C e 800°C) pela síntese do método sol-gel protéico. Para obter tamanhos de cristalitos bem diferentes, foram obtidos cristalitos de 2,0, 17,0 e 64,8 nm calculados pela equação de Scherrer e pelos métodos gráficos de *Williamson-Hall* e *Size Strain Plot*, a partir dos valores da largura a meia altura dos picos de difração (FWHM – *Full Width at Half Maximum*). Foi estudado o efeito do tamanho de cristalito no desempenho em função da faixa de medição, precisão, exatidão e nível de saturação. As nanopartículas foram caracterizadas por técnicas de fluorescência de raios-X, difração de raios-X, Espectroscopia Mossbauer e magnetômetro de amostras vibrantes (VSM). Os parâmetros estruturais foram obtidos pelo refinamento de estrutura método Rietveld. Desse modo, o sensor apresentou uma relação entre a potência de saída e o campo magnético aplicado, na faixa de 0 e 15 mT. Mostrando que a sensibilidade para os tamanho de partículas variou entre 0,5 dBm/mT e 0,97 dBm/mT, observou-se que a relação da sensibilidade do sensor aumenta com a magnetização de saturação da amostra.

Palavras-chave: NiFe_2O_4 ; Sol-gel protéico; Interferência modal; Fibra óptica.

ABSTRACT

In this work, the performance of a magnetic field sensor using optical fibers in a single-mode/multimode structure (SM - *Single-Mode* / MM- *Multi Mode*) the applied method is based on the multimodal interference effects. Depending on the crystallite size and magnetization of the nanoparticles, magnetic nanoparticles were affixed to the fiber. The study of sensors using optical fiber for current measurement and the use of nanoparticles for magnetic field has been reported in the literature. The experimental setup is based on multimodal interference effects, whose MM fiber is coated with NiFe₂O₄ nanoparticles. The light source was a continuous wave laser with a wavelength of 1550 nm to power the structure. The nanoparticles used in the present work were nickel ferrites (NiFe₂O₄) calcined at three temperatures (300°, 500° and 800°) by the protein sol-gel method synthesis. In order to obtain very different crystallite sizes, crystallites of 2.0, 17.0 and 64.8 nm were calculated by the Scherrer equation and the *Williamson-Hall* and *Size-Strain Plot* graphical methods from the Full Width at Half Maximum (FWHM) values of the diffraction peaks. The effect of crystallite size on performance as a function of measurement range, precision, accuracy and saturation level was studied. The nanoparticles were characterized by X-ray fluorescence, X-ray diffraction, Mossbauer spectroscopy and vibrating sample magnetometer (VSM) techniques. The structural parameters were obtained by structure refinement Rietveld method. Thus, the sensor presented a relationship between the output power and the applied magnetic field in the range of 0 and 15 mT. Showing that the sensitivity for the particle sizes varied between 0.5 dBm/mT and 0.97 dBm/mT, it was observed that the sensor sensitivity ratio increases with the saturation magnetization of the sample.

Keywords: NiFe₂O₄; Sol- gel protein ; Modal interference; Fiber optics.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação básica da fibra óptica.	22
Figura 2 – Fibra de índice degrau.	23
Figura 3 – Fibra de índice gradual.	24
Figura 4 – A passagem que a luz move-se no interior da estrutura SMF-MMF.	27
Figura 5 – Sítios tetraédricos e octaédricos de uma estrutura espinélio.	31
Figura 6 – Esquema bidimensional da difração dos raios-X por dois planos paralelos de um cristal separados pela distância d.	35
Figura 7 – Esquema simplificado para obtenção de um espectro Mössbauer.	40
Figura 8 – Espectro de transmissão resultante de um experimento de espectroscopia Mössbauer.	40
Figura 9 – SFL1550S - Frequência única com pacote Butterfly.	42
Figura 10 – Controlador de diodo laser e de temperatura de bancada, ITC4020.	42
Figura 11 – Regiões de operação do laser butterfly	43
Figura 12 – Fotodiodo de Germânio	44
Figura 13 – Fluxograma da sintetização.	45
Figura 14 – Forno de calcinação.	46
Figura 15 – Mufla de calcinação.	46
Figura 16 – Rigaku gerador de raios-X.	47
Figura 17 – ZSXMini II Rigaku.	49
Figura 18 – Setup com fibra multimodo - Descrição: 1 – Laser butterfly; 2 – Fibra monomodo; 3 – Fibra multimodo com ferrita de níquel; 4 – Bobina; 5 – Fotodiodo; 6 – Circuito eletrônico; 7 – Osciloscópio/multímetro.	49
Figura 19 – Fibra óptica com nanopartículas.	50
Figura 20 – Protótipo de bancada.	50
Figura 21 – Sinal observado no osciloscópio sem o uso do circuito eletrônico. Podendo observar que o sinal possui vários harmônicos.	51
Figura 22 – Difratoograma da amostra de NiFe_2O_4 calcinadas a temperaturas de 300°C	53
Figura 23 – Difratoograma da amostra de NiFe_2O_4 calcinadas a temperaturas de 500°C	54
Figura 24 – Difratoograma da amostra de NiFe_2O_4 calcinadas a temperaturas de 800°C	55
Figura 25 – Gráfico de Williamson-Hall para as amostras de NiFe_2O_4 calcinada a 300°C	56
Figura 26 – Gráfico de Williamson-Hall para as amostras de NiFe_2O_4 calcinada a 500°C	57

Figura 27 – Gráfico de Williamson-Hall para as amostras de NiFe ₂ O ₄ calcinada a 800 °C.	57
Figura 28 – Gráfico de SSP para as amostras de NiFe ₂ O ₄ calcinada a 300 °C.	58
Figura 29 – Gráfico de SSP para as amostras de NiFe ₂ O ₄ calcinada a 500 °C.	58
Figura 30 – Gráfico de SSP para as amostras de NiFe ₂ O ₄ calcinada a 800 °C.	59
Figura 31 – Espectro Mössbauer amostra NiFe ₂ O ₄ 300°C.	59
Figura 32 – Espectro Mössbauer amostra NiFe ₂ O ₄ 500°C.	60
Figura 33 – Espectro Mössbauer amostra NiFe ₂ O ₄ 800°C.	61
Figura 34 – Ciclo de histerese referente à amostra NiFe ₂ O ₄ – 300 °C	62
Figura 35 – Ciclo de histerese referente à amostra NiFe ₂ O ₄ – 500 °C.	63
Figura 36 – Ciclo de histerese referente à amostra NiFe ₂ O ₄ – 800 °C.	64
Figura 37 – As curvas de magnetização das nanopartículas na região de campo magnético utilizado no sensor.	66
Figura 38 – A medição foi realizada ao longo do eixo da bobina por um teslameter.	67
Figura 39 – Decaimento do campo em razão do aumento da distância.	68
Figura 40 – Sinal observado no osciloscópio ao utilizar o circuito eletrônico contendo o filtro passa faixa, na qual o resultante no domínio da frequência é de 120 Hz.	69
Figura 41 – A resposta do sensor não é linear nessa região de campo magnético para a nanopartícula de 2,0 nm. Os três testes foram realizados sem desmontar o aparato experimental e um imediatamente após o outro. A sensibilidade foi de $0,50 \pm 0,70$. A distância entre a fibra e o solenóide foi de 1,3 cm.	70
Figura 42 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe ₂ O ₄ (300 °C), 1° Teste	71
Figura 43 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe ₂ O ₄ (300 °C), 2° Teste	72
Figura 44 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe ₂ O ₄ (300 °C), 3° Teste	72
Figura 45 – A resposta do sensor é linear nessa região de campo magnético para a nanopartícula de 17 nm. Os três testes foram realizados sem desmontar o aparato experimental e um imediatamente após o outro. A sensibilidade foi de $0,37 \pm 0,49$. A distância entre a fibra e o solenóide foi de 1,3 cm.	74
Figura 46 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe ₂ O ₄ (500 °C), 1° Teste	74

Figura 47 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe ₂ O ₄ (500 °C), 2° Teste	75
Figura 48 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe ₂ O ₄ (500 °C), 3° Teste	75
Figura 49 – A resposta do sensor é linear nessa região de campo magnético para a nanopartícula de 64,8 nm. Porém houve saturação, os três testes foram realizados sem desmontar o aparato experimental e um imediatamente após o outro. A sensibilidade foi de $0,89 \pm 0,96$. A distância entre a fibra e o solenóide foi de 1,3 cm.	77
Figura 50 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe ₂ O ₄ (800 °C), 1° Teste	77
Figura 51 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe ₂ O ₄ (800 °C), 2° Teste	78
Figura 52 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe ₂ O ₄ (800 °C), 3° Teste	78
Figura 53 – A sensibilidade do sensor e Magnetização da nanopartícula de NiFe ₂ O ₄ em função do tamanho médio da nanopartícula.	79
Figura 54 – Conjunto de testes realizados no sensor multimodal utilizando nanopartículas de NiFe ₂ O ₄ calcinadas a 300°C.	81
Figura 55 – Conjunto de testes realizados no sensor multimodal utilizando nanopartículas de NiFe ₂ O ₄ calcinadas a 500°C.	81
Figura 56 – Conjunto de testes realizados no sensor multimodal utilizando nanopartículas de NiFe ₂ O ₄ calcinadas a 800°C.	82

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Análise de FRX das amostras de NiFe_2O_4	52
Tabela 2 – Proporção molar entre Ni e Fe	52
Tabela 3 – Resultados dos refinamentos pelo método de Rietveld.	55
Tabela 4 – Parâmetros Hiperfinos amostra NiFe_2O_4 300°C	60
Tabela 5 – Parâmetros Hiperfinos amostra NiFe_2O_4 500°C	60
Tabela 6 – Parâmetros Hiperfinos amostra NiFe_2O_4 800°C	61
Tabela 7 – Os parâmetros magnéticos das amostras de NiFe_2O_4	63
Tabela 8 – Campo magnético (mT) em função da corrente I e da distância entre o sensor e a face-lateral da bobina.	67
Tabela 9 – Resposta do sensor com fibra óptica com NiFe_2O_4 (300°C).	73
Tabela 10 – Resposta do sensor com fibra óptica com NiFe_2O_4 (500°C).	73
Tabela 11 – Resposta do sensor com fibra óptica com NiFe_2O_4 (800°C).	79
Tabela 12 – sensibilidade das nanopartículas , magnetização e tamanho médio de NiFe_2O_4	79
Tabela 13 – Análise de resultados comparativos da literatura.	83
Tabela 14 – Medidas alcançadas nos experimentos da fibra sensora com NiFe_2O_4 (300° C).	92
Tabela 15 – Medidas alcançadas nos experimentos da fibra sensora com NiFe_2O_4 (500 °C)	92
Tabela 16 – Medidas alcançadas nos experimentos da fibra sensora com NiFe_2O_4 (800 °C).	93

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AN	Apertura Numérica
BPM	Método de propagação de feixe
DMD	Difference mode delay
DRX	Difração de raios-X
EM	Espectroscopia Mössbauer
FRX	Fluorescência de raios-X
IMM	Interferência multimodal ou modal
MM	Multimodo
MMF	Multimode fiber
MMFs	Multimode fibers
MPA	Análise de propagação modal
SSP	Size strain plot
VSM	Magnetômetro de amostra vibrante

LISTA DE SÍMBOLOS

θ	Ângulo de incidência
λ	Comprimento de onda
I	Corrente elétrica
δ	Deslocamento isomérico
Δ	Deslocamento quadrupolar
d	Distância interplanar
A	Intensidade da área relativa do espectro
β	Largura meia altura
ε	Microdeformação
μ	Momento magnético
γ	Parâmetro de não linearidade
D	Tamanho médio dos cristalitos.
N	Número de átomos magnéticos na partícula
H	Campo magnético
H_c	Campo coercivo
B_{hf}	Campo magnético hiperfino
S_Φ	Fator de escala
$F_{h\Phi}$	Fator de estrutura
$L_{ph\Phi}$	Fator de Lorentz e de Polarização
$G_{h\Phi i}$	Função perfil
$a_{h\Phi i}$	Função para corrigir a assimetria
$P_{h\Phi}$	Função para corrigir a orientação preferencial
M_{Hmax}	Magnetização a campo máximo
M_s	Magnetização de saturação
M_r	Magnetização remanente
μ_{at}	Momento magnético atômico

$J_{h\Phi}$	Multiplicidade da reflexão
P_{out}	Potência de saída
Φ_{rsi}	Rugosidade superficial
A_0	Sinal óptico de entrada
β_1 e β_2	São as constantes de propagação para os dois braços do MZI
ρ_1 e ρ_2	Frações de divisão de potência nos acopladores
T_b	Transmissividade
hkl	Índices de Miller
$Y_{(obs)i}$	Intensidade observada
$Y_{(calc)i}$	Intensidade calculada
dB	Decibel
dBm	Decibel miliwatt
N_1	Índice de refração
Δ	Diferença relativa
N_2	Índice de refração da casca menor
V	Direcionado com o parâmetro
α	Raio do núcleo
AN	Apertura numerica
2π	Múltiplo inteiro
P	Número de imagem e a largura do palno
m	Momento magnético
TN	Transição de fase
$L\pi$	Distância da imagem
D_{MMF} e N_{MMF}	Representam ao índice de refração e ao diâmetro do nucleo.
λ_0	Comprimento de onda do pluso luminoso

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
1.1	Objetivos	20
1.1.1	<i>Objetivo Geral</i>	20
1.1.2	<i>Objetivos Específicos</i>	20
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1	Fibra óptica	22
2.1.1	<i>Fibra multimodo de índice degrau</i>	23
2.1.2	<i>Fibra multimodo de índice gradual</i>	23
2.1.3	<i>Dispersões em fibra óptica</i>	24
2.1.3.1	<i>Dispersão modal</i>	25
2.1.3.2	<i>Dispersão cromática</i>	25
2.1.4	<i>Interferência multimodal</i>	25
2.2	Sensores interferométricos	28
2.3	Ferrita de níquel	30
2.4	Propriedades magnéticas	31
2.5	Sínteses e caracterização de nanopartículas	33
2.5.1	<i>Método Sol-Gel Proteico</i>	33
2.5.2	<i>Difração de raios-X</i>	34
2.5.2.1	<i>Refinamento estrutural</i>	36
2.5.2.2	<i>Tamanho de cristalito</i>	36
2.5.3	<i>Magnetômetro de amostra vibrante</i>	39
2.5.4	<i>Espectroscopia Mössbauer</i>	39
3	METODOLOGIA	42
3.1	Materiais utilizados	42
3.1.1	<i>Laser butterfly</i>	42
3.1.2	<i>Fibra óptica multimodo</i>	43
3.1.3	<i>Fotodiodo</i>	44
3.1.4	<i>Osciloscópio</i>	44
3.1.5	<i>Multímetro</i>	44
3.1.6	<i>Teslameter</i>	44

3.2	Síntese das nanopartículas	45
3.3	Caracterização das nanopartículas	47
3.3.1	<i>Difração de raio-X</i>	47
3.4	Magnetômetro de amostra vibrante	48
3.5	Espectroscopia Mössbauer	48
3.6	Fluorescência de raios-X	48
3.7	Descrição do setup experimental	49
4	RESULTADOS	52
4.1	Caracterização estrutural e microestrutural	52
4.1.1	<i>Fluorescência de raios-X</i>	52
4.1.2	<i>Difração de raios-X</i>	53
4.1.3	<i>Espectroscopia Mössbauer</i>	59
4.1.4	<i>Magnetômetro de amostra vibrante</i>	62
4.2	Saturação	64
4.3	Caracterização do sensor interferométrico	66
4.3.1	<i>Validação da bobina</i>	66
4.3.2	<i>Resultados utilizando o sensor com fibra multimodo</i>	68
4.4	Investigação de comparações de sensores com relação ao estado da arte.	82
5	CONCLUSÕES	84
6	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	85
	REFERÊNCIAS	86
	APÊNDICES	92
	APÊNDICE A – Tabelas	92

1 INTRODUÇÃO

A ciência e tecnologia em nanoescala têm atraído considerável atenção nos últimos anos, pela expectativa do impacto que os materiais nanoestruturados podem causar na melhoria da qualidade de vida e na preservação do meio ambiente. Espera-se que o avanço da nanociência e da nanotecnologia estimule não apenas a exploração de novos fenômenos e novas teorias, mas também conduza a uma revolução industrial, se tornando a nova força motora do crescimento econômico neste século (ROCO, 2003).

A nanotecnologia pode ser definida como a ciência envolvida na síntese, caracterização e aplicação de materiais em dispositivos cuja menor organização funcional, em pelo menos uma dimensão, está na escala nanométrica. Nessas escalas, a consideração de moléculas individuais e grupos de moléculas interagindo em relação às propriedades macroscópicas do material ou dispositivo torna-se importante. Em comparação com seu comportamento em escala molecular, os nanomateriais têm propriedades ópticas, elétricas, mecânicas e quânticas especiais nessa escala (RANA *et al.*, 2021), pois tendo um controle sobre a estrutura molecular fundamental, nos permite sintonizar as propriedades químicas e físicas dos sistemas nanoestruturados (SILVA, 2004).

As nanopartículas magnéticas vêm sendo aplicadas em diversos contextos, como no tratamento de câncer, em radares, em nanocatalisador para decomposição de CO₂ (NOGUEIRA, 2013), em sensores ópticos (SOUZA *et al.*, 2018), entre outros. Dentre as aplicações dos materiais nanoestruturados em sensores ópticos, os que utilizam a tecnologia de fibras ópticas se destacam por suas diversas vantagens (KLEMBBA *et al.*, 2005). Esses sensores podem possuir diferentes configurações de acordo com a aplicação de interesse, podendo ser empregados para medir vibração, deslocamentos, deformação mecânica, posição, pressão, aceleração, rotação, radiação ionizante, campo elétrico e magnético (MAIA, 2020; ARAUJO, 2021), campo acústico, corrente elétrica, tensão elétrica, temperatura, dentre outras (LEE, 2003).

Os sensores de fibra óptica oferecem imunidade à interferência eletromagnética e apresentam inerente isolamento elétrica, o que representa vantagens sobre as soluções eletromecânicas, onde os ruídos, as alta voltagem e temperatura são problemas. Além da possibilidade de serem instalados em áreas inacessíveis, devido ao seu tamanho reduzido e à flexibilidade da fibra. Também, possuem grande potencial para uso em maquinário de alta rotação, biomedicina e aplicações que requerem sensoriamento remoto, exemplo: ambientes em alta temperatura ou radiativos (HASTINGS *et al.*, 1997).

Estudos recentes têm apresentado sensores de fibra óptica utilizando como elemento sensor nanopartículas magnéticas. Entretanto, essa área de pesquisa, ainda não consolidada, possibilita diversos estudos e desenvolvimentos.

Os nanomateriais estudados no presente trabalho, são partículas com uma ou mais dimensões na faixa de 1 nm a 100 nm. Para tal fim, propõe-se sintetizar a nanopartícula paramagnética de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) pelo método sol-gel proteico, com diferentes tamanhos de cristalitos e será calcinada em diferentes temperaturas, para que assim seja possível estudar a sua aplicação em sensores.

Vale a pena salientar, que as nanopartículas de NiFe_2O_4 possuem diversas características que influenciam na medição de campo magnético quando utilizadas como elemento sensor em sensores de fibras ópticas, entre elas o tamanho da partícula, pois este parâmetro é fundamental na sintonização das propriedades magnéticas, conseqüentemente, na resposta do sensor. Portanto, analisaremos a resposta do sensor utilizando interferometria modal, que nos permitirá um menor custo financeiro, assim como o experimento será realizado utilizando fibras ópticas multimodo.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo Geral

O objetivo deste trabalho é desenvolver sensor como medidor de corrente com fibra óptica com o princípio da (Interferência multimodal ou modal (IMM)), utilizando nanopartículas de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) como elemento sensor além disso, será avaliado o desempenho do sensor em função do tamanho da partícula e, conseqüentemente, suas propriedades magnéticas.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Sintetizar nanopartículas de NiFe_2O_4 utilizando o método sol-gel proteico;
- calcinar as nanopartículas de NiFe_2O_4 em diferentes temperaturas (300 °C, 500 °C e 800 °C) para conseguir classificar os tamanhos de cristalitos;
- caracterizar as nanopartículas utilizando difração de raios-X, medidas magnéticas e espectroscopia Mössbauer;
- utilizar o efeito da interferência multimodal como metodologia na medição de corrente elétrica e campo magnético;

- analisar a sensibilidade do sensor revestida com nanopartículas superparamagnética de ferrita de níquel;
- avaliar o efeito do tamanho do cristalito no desempenho do sensor.

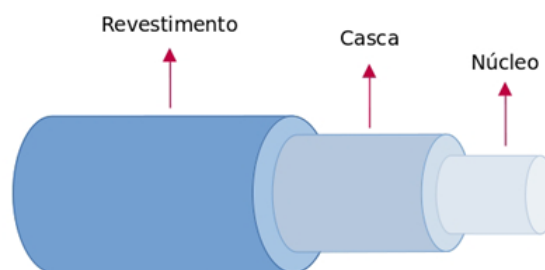
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Fibra óptica

As fibras ópticas podem ser categorizadas de acordo com diversas propriedades entre elas: multimodo, monomodo, índice graduado e índice de degrau, etc. Todas as fibras ópticas têm em sua estrutura: um núcleo de um meio transmissivo com um certo índice de refração e um revestimento de um material com um índice de refração menor (BARRY, 2000).

As fibras ópticas são compactas e leves e têm a capacidade de transferir grandes quantidades de informação. Além das vantagens econômicas, elas também apresentam em relação a outras tecnologias de transmissão de dados. As fibras são feitas de vidro à base de sílica ou plástico que são isolantes e, portanto, não têm correntes fluindo nelas, como resultado, são imunes à interferência eletromagnética. Outra vantagem das fibras ópticas é que elas não são corroídas e podem ser colocadas próximas a um ambiente químico. Além de todos esses méritos, a largura de banda e a velocidade desse sistema de comunicação são grandes, em comparação com qualquer outro sistema de comunicação existente hoje (BISHNU, 2006). A fibra óptica pode ser representada como um tubo flexível de vidro onde a luz se propaga, como apresentado na Figura 1.

Figura 1 – Representação básica da fibra óptica.



Fonte: Próprio Autor

As fibras multimodo, possuem núcleos maiores quando comparadas às fibras monomodo, e podem aceitar muitos modos simultaneamente; com um núcleo maior torna-se muito mais fácil a captação da luz na fibra. Em função do núcleo maior, permite-se utilizar fontes de luz de menor custo, pois possuem maior largura espectral, fator esse que contribui diretamente no custo. Da mesma forma, os conectores multimodo são mais econômicos do que os monomodo,

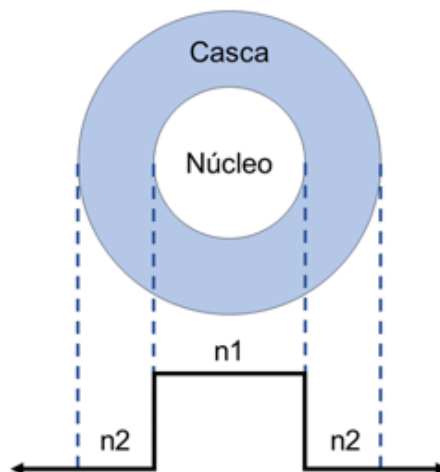
devido aos requisitos mais rigorosos de alinhamento exigidos na fibra monomodo (IRUJO, 2006).

2.1.1 Fibra multimodo de índice degrau

A fibra multimodo de índice degrau é um dos três tipos de fibra óptica usadas para comunicações. O perfil de índice de refração n_1 do núcleo da fibra multimodo de índice degrau é uniforme ao longo da direção radial. O perfil de índice de refração da casca é menor, $n_2 = n_1(1 - \Delta)$, onde Δ é a diferença relativa do índice entre n_1 e n_2 dado por $(n_1 - n_2)/n_1$, sendo que se pode atingir um valor de até 1% em relação ao índice do núcleo (STIVARI, 1982).

Na figura 2 é mostrada a seção transversal da fibra multimodo de índice degrau e a forma do perfil de índice de refração. O diâmetro do núcleo varia desde $50 \mu\text{m}$ para sistemas de comunicações à $400 \mu\text{m}$ para aplicações em curtas distâncias devido sua baixa capacidade de informação (STIVARI, 1982).

Figura 2 – Fibra de índice degrau.



Fonte: Próprio Autor.

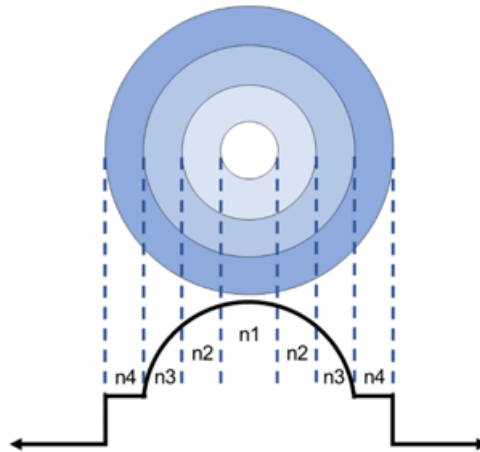
2.1.2 Fibra multimodo de índice gradual

A fibra óptica comumente usada nos sistemas de comunicação é a fibra multimodo de perfil de índice graduado. Esta fibra apresenta muitas vantagens sobre as fibras multimodo de índice degrau e sobre as fibras monomodo. O fato da fibra multimodo de índice degrau possuir um núcleo com menor diâmetro ($50 \mu\text{m}$ a $100 \mu\text{m}$), conduz a uma menor aceitação de energia luminosa (STIVARI, 1982).

A fibra multimodo de perfil de índice graduado tem as seguintes vantagens quando

comparadas com os outros tipos de fibra. Possui um núcleo de aproximadamente $50 \mu\text{m}$, apresenta uma grande largura de banda, se, comparada com a da fibra de índice degrau, especialmente quando operando na região de dispersão material zero, mesmo utilizando um LED para a excitação dos modos (STIVARI, 1982). Na Figura 3, podemos ver a representação de uma fibra multimodo de índice gradual.

Figura 3 – Fibra de índice gradual.



Fonte: Próprio Autor.

2.1.3 Dispersões em fibra óptica

A dispersão refere-se ao alargamento do pulso quando o sinal óptico transita na fibra óptica. No sistema de comunicação de fibra óptica, o sinal óptico será distorcido quando a dispersão atingir um determinado ponto e ainda levar a interferência intersimbólica causada pela sobreposição do pulso frontal e traseiro. Ela limita a largura de banda e a distância das comunicações de fibra óptica.

Dentre os parâmetros que provocam a dispersão na fibra óptica, podemos incluir, o material da fibra, a estrutura de guia de onda, modo e de sinal óptico. De acordo com as diferentes causas, a dispersão é geralmente dividida em dispersão de material, guia de onda, modo e de polarização. Em geral, em fibras multimodo ocorrem as dispersões modais, e nas fibras monomodo ocorrem as de materiais e as dispersões por modo de polarização (YINCAN *et al.*, 2018).

2.1.3.1 *Dispersão modal*

A diferença em comprimentos de onda em uma fibra multimodo (-Multimode fiber (MMF)) resulta em diferentes tempos de chegada no lado do receptor. Este efeito é conhecido como dispersão modal (intermodal). Essa dispersão modal ocorre devido ao fenômeno de dispersão cromática modal, que é causado pela diferença nos índices de refração dos diferentes modos de propagação dentro da fibra.

Como cada modo possui um caminho diferente dentro da fibra, eles percorrem distâncias diferentes e, conseqüentemente, possuem tempos de propagação diferentes. Isso resulta em uma ampliação do pulso luminoso, pois os diferentes modos se espalham ao longo do tempo. Esse fenômeno de dispersão modal pode afetar negativamente a qualidade do sinal transmitido em fibras multimodo, pois provoca a distorção dos pulsos luminosos, dificultando a separação e a interpretação correta dos bits de informação.

Por isso, em sistemas de comunicação óptica que exigem alta taxa de transmissão e distâncias longas, é preferível utilizar fibras monomodo, onde a dispersão modal não ocorre (MAIA, 2020). Vale a pena salientar que a dispersão modal ocorre apenas em fibras multimodos.

2.1.3.2 *Dispersão cromática*

É resultado do fato dos diferentes componentes espectrais do sinal, que são transmitidos na fibra óptica, quando as ondas se propagarem com velocidades diferentes devido à variação do índice de refração do núcleo e da casca com a frequência (PIRES, 2003). Esta diferença no atraso de propagação ocasiona o alargamento de cada modo transmitido na fibra (SENIOR, 2009). Sendo que esta dispersão, também, é conhecida como dispersão da velocidade de grupo essa dispersão pode ser desprezível para o trabalho considerando o comprimento reduzido da fibra (*Group Velocity Dispersion – GVD*).

2.1.4 *Interferência multimodal*

A interferência é definida como a superposição de duas ou mais ondas e sua combinação para formar uma única onda. O principal princípio em que se baseia a técnica IMM é chamado de fenômeno de autoimagem. Que pode ser definida como: “a propriedade dos guias de ondas multimodais em que o perfil do campo de entrada é reproduzido em uma ou várias imagens em intervalos periódicos ao longo da direção de propagação do guia de ondas” (SOLDANO;

PENNINGS, 1995). A reprodução da imagem se deve tanto à interferência construtiva quanto à destrutiva que está presente ao longo da guia de onda. A geração de auto-imagens em guias de ondas planas pode ser analisada usando a Análise de propagação modal (MPA) (SOLDANO; PENNINGS, 1995), sob um método híbrido (CHANG; KUESTER, 1981); além de utilizar o método de propagação de feixes, Método de propagação de feixe (BPM) (YAMACUCHI, 2003).

Este método tem atraído muita atenção em virtude de sua facilidade de implementação e baixo esforço computacional. Inicialmente, o método de propagação de feixe-BPM foi aplicado para resolver a equação escalar de Helmholtz. Esta abordagem pode ser bastante eficiente para guias de onda que exibem contraste de baixo índice de refração e nenhuma variação ao longo da direção longitudinal. A luz, por sua vez, é uma onda eletromagnética com propriedades intrinsecamente vetoriais. As propriedades vetoriais (efeitos de polarização) tornam-se muito importantes quando alto contraste e estruturas que variam longitudinalmente estão envolvidas (NASCIMIENTO, 2013).

Nas Multimode fibers (MMFs) acontece o efeito que é denominado de Difference mode delay (DMD) (differential mode delay ou diferença de atraso entre os modos excitados), isso acontece porque em fibras Multimodo (MM), um pulso de luz é capaz de excitar vários modos de propagação, desta forma, esses modos seguem diferentes caminhos no interior da fibra.

Os caminhos podem ter diferentes comprimentos e a transmissão sofre atrasos enquanto a luz se propaga pela fibra, conforme foi descrito pelos efeitos de dispersão. Os modos tendem a interferir uns nos outros provocando alta dispersão modal (MAIA, 2020). O número de modos está direcionado com o parâmetro V , que é a frequência normalizada e um número adimensional, na equação 2.1.

$$V = \frac{2\pi\alpha AN}{\lambda}. \quad (2.1)$$

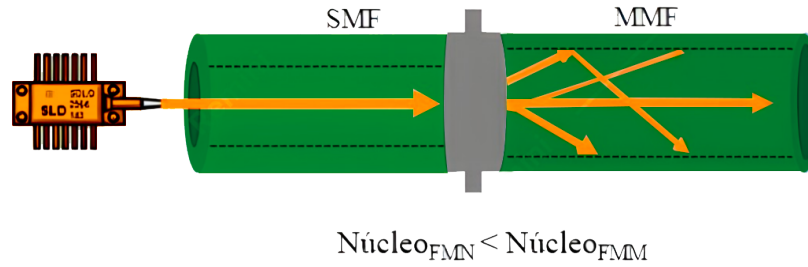
Onde α é o raio do núcleo e Apertura Numérica (AN) é a abertura numérica da fibra. Na qual o MMF de índice degrau, no qual a relação da frequência normalizada com o número de modos que é permitida a seguir 2.2.

$$M = \frac{V^2}{2}. \quad (2.2)$$

O objetivo é fazer com que o modo que se propaga no núcleo da fibra monomodo seja transmitido para o interior de uma fibra multimodo, e sendo posteriormente transmitido

para o núcleo da segunda fibra monomodo, quando os modos são recombinados formam um padrão de interferência devido ao atraso sofrido entre eles (ASCORBE; CORRES, 2017). Qualquer alteração nos modos que se propagam na casca da MMF é capaz de alterar o padrão de interferência, assim como o espectro de transmissão gerado na saída da fibra.

Figura 4 – A passagem que a luz move-se no interior da estrutura SMF-MMF.



Fonte: Próprio Autor.

O presente trabalho diferencia-se um pouco das estruturas já determinadas, ao oposto das SMF, a configuração é produzida apenas por uma seção de fibra monomodo que está acoplada no laser butterfly é ligada em uma seção de fibra multimodo (Figura 4).

A alteração de fase no meio dos modos de propagação precisa ser múltiplo inteiro de 2π com finalidade de produzir uma única imagem (MEJIA-ARANDA *et al.*, 2013). Na qual as imagens que são produzidas elas se formam em uma distância L_{Π} definida na equação 2.3, em que p relaciona-se ao número de imagens formadas e a largura do pulso.

$$L = P \left(\frac{3}{4} L_{\Pi} \right). \quad P = 0, 1, 2, 3, \dots \quad (2.3)$$

Onde $P = 0$ terá a formação da primeira auto imagem. O L_{Π} é mostrado a seguir na equação 2.4;

$$L_{\Pi} = \left(\frac{4n_{MMF}D_{MMF}^2}{3\lambda_0} \right). \quad (2.4)$$

Na qual o D_{MMF} e n_{MMF} representam ao índice de refração e ao diâmetro do núcleo. O comprimento de onda do pulso luminoso é λ_0 .

A intensidade da luz expressa pelo MMF muda frequentemente à medida que os picos e vales de interferência do espectro (ZHAO *et al.*, 2014; WU *et al.*, 2020). As variações no comprimento do MMF ou no índice de refração ocasionam a transferência do comprimento de onda da interferência construtiva, na equação 2.3 (ZHAO *et al.*, 2014).

$$\lambda = \frac{8(2N + 1)n_{core}a^2}{(m - n)[2(m + n) - 1]L}. \quad (2.5)$$

na qual L é o comprimento do MMF e o N é um número natural.

2.2 Sensores interferométricos

“Um sensor é um dispositivo que, dada a energia do ambiente em que é medido, um sinal de saída transdutivo é emitido em função da variável medida” (PALLÁS, 2008). Existem muitos sistemas ou sensores utilizados para a medição de qualquer variável que você pode imaginar, embora alguns deles podem ser caros devido aos seus componentes, nível de precisão ou de segurança necessária enquanto funciona sob certas ambientes de trabalho (UDD, 1986).

Os sensores ópticos, normalmente, são baseados na emissão de um feixe de luz que será detectado por uma célula fotossensível, dos quais podem ser, um fotodiodo ou um fototransistor, e o sinal luminoso emitido é convertido para o domínio elétrico (MAIA, 2020).

O desenvolvimento de novos dispositivos para uso em locais de alto risco (ou não) é necessário, portanto, apresentamos uma alternativa aos dispositivos eletrônicos disponíveis. Os sensores ópticos também têm outras vantagens. Eles podem medir uma ampla gama de grandezas, como temperatura, pressão, umidade, gás e vibração. Além disso, eles têm uma resposta mais rápida e são mais precisos do que os sensores eletrônicos tradicionais. Isso os torna ideais para uso em locais. Todos eles têm um elemento comum: todos usam energia elétrica para funcionar e enviar sinais (CASTILLO-CASTAÑEDA, 2003).

Várias técnicas de sensoriamento empregando fibra ópticas foram desenvolvidas, por exemplo interferômetros a fibra óptica, na literatura é possível mencionar várias aplicações de sensores interferométricos a base de fibra óptica, essa aplicação de interferometria de sensoriamento tem um aspecto interessante de fato contém grande sensibilidade a pequenas mudanças dos parâmetros físicos. Pode-se mencionar vários trabalhos encontrados tais como: Na dissertação do (SOUZA *et al.*, 2018) foi determinado um sensor com campo magnético e corrente elétrica usando o interferômetro Mach-zehnder em fibras ópticas de acordo com a nanopartículas paramagnéticas. Foi colocado a amostra (NiFe_2O_4) com tamanhos médios de cristalitos de $72 \text{ nm} \pm 13 \text{ nm}$.

A saída do sensor é alterada pela oscilação das nanopartículas na presença de um campo magnético alternado, formando diferenças para os sinais ópticos dos membros do

interferômetro. Contudo foi visto a perda do sinal óptico na saída do sensor crescendo a uma distância entre o sensor e o elemento gerado do campo magnético. O sensor ressalta aquilo que ao seu aspecto estrutural, tendo que as nanopartículas são tamanhas pequenas e de baixo peso, assim o sensor é capaz de ser disposto em outras aplicações. A resposta do sensor foi apresentando uma boa correlação considerando a função de regressão logarítmica, de tal maneira que a relação do campo magnético e da corrente quanto a variação da distância.

Gaglioti et al (2014) apresentaram um experimento baseado em um modelo conhecido, na qual o sensor fundamentado em fibra óptica, pode-se perceber que tem cada vez mais se tornado empregada nas indústrias, O sensor de intrusão e localização baseado em um interferômetro de Sagnac (GAGLIOTI; PONTES, 2014). O seu funcionamento é basicamente em dois sistemas independentes e fisicamente sobrepostos, que combina o tipo Mach-Zehnder com o Sagnac na mesma fibra, em que a saída do interferômetro de Sagnac é proporcional ao produto da magnitude e da posição onde ela é aplicada. O Interferômetro de Mach-Zehnder é proporcional apenas à magnitude da perturbação. Na qual essa posição e a magnitude são capazes de ser definidos através destes dois sinais onde uma fibra sensora com uma extensão de 200 m. Esse modelo conhecido busca as proporções de atenuação no anel que compõem o interferômetro de Sagnac, no qual foi utilizado um anel adicional como referência para localizar a perturbação mecânica.

Um outro trabalho envolvendo interferometria foi desenvolvido por (ARAUJO, 2021) descreveram o feito do tamanho de cristalito em um interferômetro de Mach-Zehnder em fibras ópticas por meio do revestimento de um dos braços sensor com nanopartículas (ARAUJO, 2021). Em que o interferômetro é um sinal óptico é dividido em dois sinais, sendo um sinal para a fibra sensora, revestido com nanopartículas, e outro para a fibra de referência. Na qual a vibração das nanopartículas na presença de um campo magnético altera a transmissão do sensor causando desequilíbrio entre os sinais ópticos dos braços do interferômetro. As amostras utilizadas foram as ferritas de níquel, os tamanhos médios de cristalito que foram utilizadas foi 3,3 nm, 51,9 nm e 74,3 nm. O sensor foi analisado em relação aos parâmetros de sensibilidade, exatidão e precisão para os diferentes tamanhos de nanopartículas. pode-se afirmar que a relação entre a potência de saída e o campo magnético aplicado apresentou linearidade entre 87,6 % e 99,2%. A sensibilidade a diferentes tamanhos de partículas variou entre 1,31 dB/mT e 2,49 dB/mT.

No trabalho desenvolvido por (MAIA, 2020), foi montada uma estrutura de sensor usando interferência multimodal com apenas duas seções de fibras, resultando em uma confi-

guração SM-MM. O objetivo do trabalho era o de medir corrente elétrica e campo magnético alternados. A autora usou como elemento sensor o aço carbono, que ao sofrer a ação de um campo magnético causava uma perturbação mecânica de oscilação na fibra, de forma que foi possível correlacionar a amplitude do campo magnético com a intensidade óptica na saída da estrutura com fibras. A sensibilidade do sensor foi testada colocando uma bobina a 2 cm e 4 cm da fibra sensora (fibra multimodo contendo o aço carbono), atingindo valores de 78,13 mV/mT e 79,80 mV/mT, respectivamente. A relação entre a variação da transmissão óptica e a intensidade do campo magnético atingiu uma linearidade de 98,297% (R^2).

Notavelmente o método proposto apresentou excelentes resultados para o sensor, além de, conforme destacado pela autora, o sensor óptico apresentou excelentes características de custo, compacidade e estrutura, com aplicações potenciais para medição de campos magnéticos alternados e correntes elétricas.

2.3 Ferrita de níquel

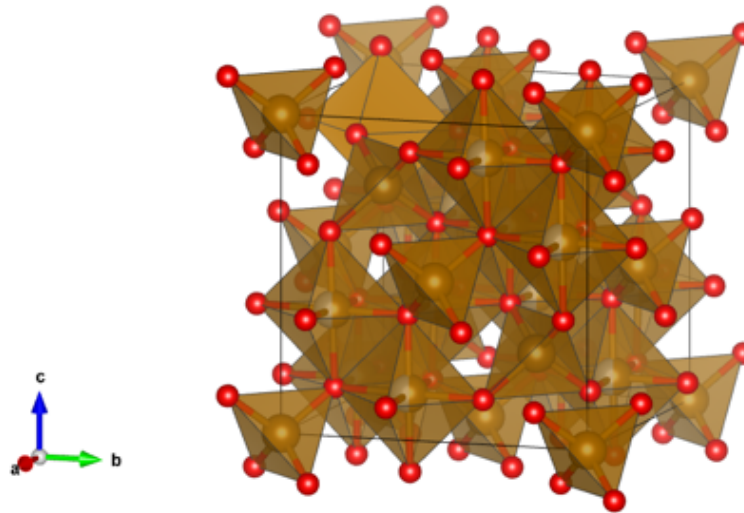
A ferrita de níquel (NiFe_2O_4) é um material cerâmico que apresenta estrutura do tipo espinélio inversa (PERRON *et al.*, 2007). Sendo considerado como um material ferromagnético mole, pois é baixo campo coercitivo e alta permeabilidade (PUJAR *et al.*, 1997). Além disso, comparado com outros materiais magnéticos, apresenta relativamente alta resistividade elétrica, dureza mecânica, estabilidade química e custos razoáveis, o que permite uma ampla variedade de aplicações em diversos dispositivos eletrônicos.

As propriedades magnéticas específicas desse tipo de material dependem do grau de densificação e da microestrutura do produto final que, por sua vez, se vinculam a fatores, tais como características do pó e parâmetros de sinterização (DOMENICHINI; CAILLOT, 2003; COSTA *et al.*, 2011).

Convencionalmente, os pós de NiFe_2O_4 são obtidos por reação em estado sólido de mistura de óxidos, mas grandes esforços têm sido realizados no desenvolvimento de métodos alternativos de síntese química visando o controle das características do pó, principalmente pureza, morfologia e tamanho médio das partículas. Na Figura 5 é apresentado o sítio tetraédrico e octaédrico em uma cela de estrutura espinélio.

As estruturas tipo espinélio são formadas em geral por um arranjo cúbico de face centrada (*fcc*), em que os metais ocupam os sítios interstícios dentro de estruturas de íons de O^{2-} , sendo que um deles possui geometria tetraédrica e o outro octaédrica. Sua fórmula geral

Figura 5 – Sítios tetraédricos e octaédricos de uma estrutura espinélio.



Fonte: Próprio Autor.

é $A^{(2+)} [B_2^{(3+)}]O_4$, onde $A^{(2+)}$ pode ser um metal do grupo IIA ou um metal de transição com estado de oxidação 2+, e $B^{(3+)}$ um metal do grupo IIIA ou um metal de transição com estado de oxidação 3+. Já para o espinélio inverso a fórmula geral é $B^{(3+)} [A^{(2+)} B_2^{(3+)}]O_4$ (COTTON; WILKINSON, 1978).

O estudo e produção de nanopartículas de ferritas está em constante desenvolvimento devido às suas aplicações atuais em biomedicina, dispositivos de memória magnéticas, entre outros. Entre elas, a ferrita de níquel ($NiFe_2O_4$), destaca-se por suas propriedades de alta resistividade elétrica e coercividade (MAAZ *et al.*, 2009).

A partir da técnica de coprecipitação foram, também, produzidas $NiFe_2O_4$ com boas propriedades catalíticas (BENRABAA, 2012). Aplicando a espectroscopia Mössbauer foi estudado o efeito do tamanho de cristalito no grau de inversão da $NiFe_2O_4$, os autores concluíram que a $NiFe_2O_4$ assume configuração mista devido a permanência de alguns íons de níquel em sítios tetraédricos (SIDDIQUE; BUTT, 2010).

2.4 Propriedades magnéticas

A propriedade magnética é a capacidade que um material tem de atrair outros materiais magnéticos ou de ser atraído por um campo magnético externo. Essa propriedade é resultado da presença de ímãs microscópicos em nível atômico, como elétrons, que possuem carga elétrica e movimento orbital, gerando um pequeno campo magnético. Quanto maior for a

concentração de ímãs microscópicos em um material, mais forte será sua propriedade magnética.

Essa propriedade pode ser utilizada em diversas aplicações, como em ímãs permanentes, motores elétricos, transformadores, eletroímãs, entre outros. Apesar da complexidade que envolve os princípios e mecanismos básicos, que explicam tal fenômeno, é seguro afirmar que a fonte de magnetismo encontra-se na estrutura atômica (BASSALO, 1994).

Materiais Diamagnéticos: o diamagnetismo é uma característica intrínseca da matéria. Se observamos o movimento de um elétron em torno do núcleo, numa visão semiclássica, age de forma similar com um movimento de rotação sobre uma orbital circular (em primeira aproximação) entorno de um eixo que passa pelo núcleo e também girando sobre seu próprio centro (similar ao modelo planetário). Além disso, seu movimento circular ao redor do núcleo pode ser considerado como uma corrente e induz um campo magnético pela lei de Lenz, caracterizado por um momento magnético m orientado na direção contrária ao campo.

Materiais Paramagnéticos: no entanto, já nos anos 1895, Curie provou que existe um certo conjunto de materiais que possuem uma susceptibilidade com forte dependência com a temperatura quando aplicamos um campo magnético externo. Esta dependência foi expressa como $\chi = C/T$, sendo C conhecida comumente como constante de Curie. Nos prelúdios da mecânica estatística esta dependência empírica foi provada de forma estrita para um sistema simples de dois níveis e resumida na teoria de Brillouin.

Materiais Ferromagnéticos: são aqueles cujos átomos apresentam um momento magnético diferente de zero. Esses materiais apresentam uma transição de fases a uma dada temperatura, acima da qual esses momentos não possuem um alinhamento uniforme, não apresentando magnetização total. Abaixo dessa temperatura de transição ocorre o alinhamento desses momentos magnéticos em um arranjo que determinará o tipo de simetria presente. Esse alinhamento é criado por interações de trocas quânticas, para as quais a energia magnética associada pode favorecer um alinhamento paralelo, antiparalelo ou algumas variações de um alinhamento antiparalelo (CULLITY; GRAHAM, 2009).

Materiais Ferrimagnéticos: são materiais que possuem dois tipos diferentes de íons magnéticos que se orientam antiparalelamente, mas, como existem dois tipos de íons com momentos magnéticos bem distintos, a magnetização resultante não é nula. A resultante magnética é naturalmente inferior à do ferromagnetismo, mas ainda assim, encontram-se aplicações práticas para estes materiais chamados de ferritas (FARIA; LIMA, 2005).

Materiais Antiferromagnéticos : o fenômeno de antiferromagnetismo esta presente

em materiais que tem uma integral de troca $J < 0$, onde os materiais apresentam sub-redes magnéticas com momentos magnéticos antiparalelos. Estas sub-redes magnéticas tem os momentos magnéticos opostos e iguais. Este ordenamento é quebrado acima de uma certa temperatura conhecida como temperatura de Néel (T_N). Esta temperatura T_N caracteriza a transição de fase antiferromagneto-paramagneto, ou seja, de uma fase ordenada para uma fase totalmente desordenada, a qual é caracterizada por um pico na susceptibilidade magnética é uma anomalia no calor específico, semelhante à encontrada no ponto Curie de um ferromagneto (CAMEJO, 2021).

Superparamagnetismo em Ferritas: O estudo de superparamagnetismo inicia-se considerando que os momentos magnéticos atômicos no interior de uma partícula se movam coerentemente, representados pelo vetor clássico de magnitude $\mu = \mu_{at}N$, sendo μ_{at} momento magnético atômico e N é o número de átomos magnéticos da partícula; de modo que o momento magnético de cada partícula pode ser milhares de magnetons de Bohr. Esse fato aliado a analogia com o sistema paramagnético motivou a nomenclatura superparamagnetismo (SOARES, 2012).

2.5 Sínteses e caracterização de nanopartículas

2.5.1 Método Sol-Gel Proteico

Em meados do século XIX, os estudos de Ebelmen e Graham sobre géis a base de sílica, culminou em um grande interesse no meio científico pelo processo sol-gel para a produção de vidros e materiais cerâmicos (MEDEIROS, 2007). O método sol-gel protéico é uma variação do método sol-gel, ambos são considerados métodos químicos de síntese. A fase sol é a suspensão coloidal de partículas sólidas em um líquido e a fase gel é uma estrutura rígida de partículas coloidais ou cadeias poliméricas que imobilizam a fase líquida em seus interstícios (BRINKER; SCHERER, 2013).

O método sol-gel é baseado na reação de polimerização inorgânica. É composto por um sol que é uma dispersão estável composta de partículas coloidais em um solvente, que com o aumento da energia do sistema tende a evoluir para uma configuração tridimensional, e um gel que, como o próprio nome já diz, é composto por polímero que dá consistência gelatinosa a solução (PINTO, 2011). Existem várias formas de preparação dessa técnica e recentemente pesquisadores o dividiram em dois métodos (MEDEIROS, 2007). São eles o sol-gel convencional e o proteico, este último é o método no qual iremos utilizar no presente trabalho.

O método tradicional pode ser realizado utilizando dois modos diferentes de preparação. Uma utiliza solução aquosas e a outra, que tem maior utilização no meio acadêmico, tem como precursor um composto organometálico hidrolisável, no qual denominamos de alcóxidos metálicos, esse composto é o resultado da reação de um haleto metálico com um determinado álcool. Apesar do método tradicional ser muito eficiente, o mesmo possui algumas desvantagens, como por exemplo o alto custo de seus reagentes e a inviabilização do processo em larga escala entre outras (MEDEIROS, 2007).

O método sol-gel proteico utilizado neste trabalho é uma variante do método sol-gel convencional, no qual podemos utilizar a gelatina ou a água de coco como precursor orgânico (M; J,). Ambas funcionam como uma rede tridimensional rígida de cadeias poliméricas (PINTO, 2011). As referidas se mostraram muito eficientes na obtenção de nanopartículas uma vez que, elas apresentam uma concentração bastante significativa de proteínas. (MENESES *et al.*, 2007; MAIA, 2005). Essa técnica se torna bastante interessante pelo fato de ser uma alternativa bastante eficiente e de baixo custo.

2.5.2 *Difração de raios-X*

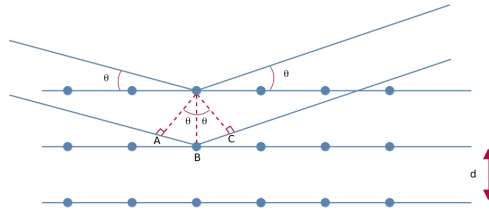
As ondas eletromagnéticas que se propagam através de comprimentos de onda muito reduzidos com valores no intervalo de 0,1nm –10 nm e com frequências superiores às radiações ultravioletas, são chamadas de raio-X (FONER, 1996). Os raios-X são geralmente produzidos em um tubo de elétrons a alto vácuo onde os elétrons são termonicamente emitidos de um filamento cátodo e acelerados até um ânodo metálico por uma diferença de potencial de 10keV ou mais. Esses elétrons possuem energia suficiente para arrancar elétrons das camadas mais internas deste ânodo. Quando os elétrons voltam para os níveis de energia vazios eles perdem energia que é emitida na forma de uma onda eletromagnética na região do espectro característico dos raios-X (MCKELVEY, 1993).

O espaçamento dos átomos numa grade cristalina pode ser determinado pela medida dos ângulos e intensidade pelos quais um feixe de raios-X, de um dado comprimento de onda, é difratado pelas camadas de elétrons ao redor dos átomos. O espaçamento dos diferentes tipos de átomos em moléculas orgânicas complexas, mesmo aquelas muito grandes como as proteínas, também pode ser analisado por métodos de difração de raios-X. Entretanto, esta é uma tarefa de execução muito mais difícil do que para cristais simples, devido ao grande número de átomos na molécula de proteína liberar milhares de pontos de difração, que precisam ser analisados por

computadores (DAVID L.N;MICHAEL, 1998).

O princípio operacional ocorre quando os raios-X são difratados por átomos de diferentes planos atômicos de um cristal, separados pela distância na Figura 6, podemos visualizar.

Figura 6 – Esquema bidimensional da difração dos raios-X por dois planos paralelos de um cristal separados pela distância d .



Fonte: Próprio Autora

Percebe-se que fragmento da radiação incidente é refletida pelo primeiro plano de átomos, contudo o restante da radiação alcança na estrutura, tornando-se refletida pelos restantes planos de átomos interiores. Os sentidos trilhados pelos raios refletidos por aqueles planos dos átomos interiores são superiores aos dos planos dos átomos externos. Sempre que a variação de caminhos entre os raios difratados ($2d\sin\theta$) se empatarem a um múltiplo inteiro (n) do comprimento de onda (λ) da radiação incidente acontece interferência construtiva, formando a lei de Bragg (CULLITY; GRAHAM, 2015).

$$n\lambda = 2d\sin(\theta). \quad (2.6)$$

Já, d é a distância interplanar, θ é o ângulo de incidência, $n = 1, 2, 3, 4, \dots$, e λ é o comprimento de onda dos raios-X. No entanto, usamos apenas $n = 1$ o que representa a primeira franja de interferência construtiva. A dimensão que isto aparece, podemos observar-se com detector que para algumas posições angulares aponta um máximo de intensidade é a interferência construtiva e para as outras posições a intensidade é mínima é a interferência destrutiva. Nessa maneira, registra-se um modelo de difração de raios-X que é construído através de picos de intensidades máximas (WANG, 2006).

2.5.2.1 Refinamento estrutural

O método de Rietveld (RIETVELD, 1967) é um modelo baseado no método matemático. Entretanto, a quantidade de cálculo envolvida nesse modelo é enorme, fazendo-se necessário o uso de um computador para realizá-los.

Refinar é tentar aproximar o máximo possível, o difratograma observado devido a difração de raios-X de uma determinada estrutura cristalina, de um difratograma calculado (SANTOS, 2009).

O método de refinamento Rietveld é um método desenvolvido pelo cristalógrafo holandês Hugo Rietveld para uso em caracterização de materiais cristalinos. O método usa a aproximação por mínimos quadrados para calcular as intensidades dos picos ponto a ponto e a introdução dessa técnica representou um passo significativo na análise de padrões de difração de amostras em pó, pois, ao contrário de outras técnicas usadas na época, foi capaz de lidar de maneira confiável com superposições de picos.

O princípio do método é minimizar a função S_y da diferença entre os difratograma calculado (y_{cals}) e observado (y_{obs}) (YOUNG *et al.*, 2000).

$$S_y = \sum_i w_i [y_{iobs} - y_{ical}]^2. \quad (2.7)$$

No qual w_i é o peso estatístico de cada ponto medido estruturais.

Os principais parâmetros refináveis na amostra são: parâmetros de rede (a , b , c , α , β , γ); posições atômicas (x , y , z); fator de ocupação; deslocamentos atômicos (U_{iso}). Além desses parâmetros estruturais listados, esse método fornece valores finais da largura à meia altura (FWHM) dos picos utilizados no cálculo da microestrutura (tamanho dos cristalitos e microdeformação), dos fatores de escala e densidade para cálculo da concentração das fases, parâmetros existentes no modelo pré-definido para determinar a orientação preferencial (textura), e dos parâmetros chamados instrumentais que dependem da geometria do difratômetro (NOGUEIRA, 2013).

2.5.2.2 Tamanho de cristalito

Equação de Scherrer e de Williamson-Hall

Uma das formas utilizadas para determinar o tamanho dos cristalitos (D) para as direções cristalográficas $[hkl]$ foi utilizando a equação de Scherrer, determinada na equação 2.8

(AZAROFF; BUERGER, 1958);

$$D_{hkl} = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta}. \quad (2.8)$$

onde: λ é o comprimento de onda do raio-X, k depende do arranjo experimental utilizado e da geometria da amostra (JAMES, 1962), θ é o ângulo de difração, β é a largura a meia altura dos picos de difração (FWHM – *Full Width at Half Maximum*).

O tamanho médio dos cristalitos (D) e a microdeformação dos cristalitos ¹ (ϵ) foram obtidos pelo gráfico de Williamson-Hall (WILLIAMSON; HALL, 1953), esse método considera que o alargamento dos picos de difração é função não só do tamanho de cristalito mas também da microdeformação, essa constatação também foi relatada por (CULLITY; GRAHAM, 2009). O método de Scherrer, apesar de ser bastante aplicado pelos pesquisadores, considera que a largura dos picos de difração está associado somente ao tamanho do cristalito, sem levar em consideração o efeito da microdeformação, o que pode induzir a erros no valor do tamanho (GONÇALVES *et al.*, 2012).

Sendo a largura dos picos de difração uma combinação da largura relacionado ao tamanho e da largura relacionado a microdeformação ,pode-se obter a seguinte relação (WILLIAMSON; HALL, 1953):

$$\frac{\beta \cos\theta}{\lambda} = \frac{k}{D} + \frac{4\epsilon}{\lambda} \sin\theta. \quad (2.9)$$

Size Strain Plot (SSP)

O gráfico de tamanho-deformação é uma representação gráfica da relação entre o tamanho dos cristalitos e a deformação da rede num material. É normalmente utilizado em experiências de difração de raios X para analisar a microestrutura dos materiais. O gráfico tamanho-deformação baseia-se no princípio de que o alargamento dos picos de difração resulta tanto do tamanho dos cristalitos como da tensão da rede dentro deles.

O gráfico é normalmente criado medindo a largura total a meio-máximo (FWHM) dos picos de difração em diferentes ângulos e, em seguida, calculando o tamanho dos cristalitos e a tensão da rede utilizando modelos matemáticos, tais como a equação de Scherrer ou a análise de Williamson-Hall (MANIAMMA *et al.*, 2017).

¹ Entenda-se por cristalito tamanho de domínio coerente

O método gráfico SSP assume que o perfil dos picos de difração é a convolução de duas funções gaussianas tendo larguras β_D e β_ϵ . A equação 2.10 descreve o resultado teórico da largura total β dessa convolução (SARKAR,2019).

$$\beta^2 = \beta_D^2 + \beta_\epsilon^2. \quad (2.10)$$

No método SSP, não se calcula a microdeformação para cada direção cristalográfica, no lugar disso calcula-se uma microdeformação *rms*, baseado no valor médio *rms* de uma função gaussiana (MANIAMMA *et al.*, 2017).

$$\beta^2 = \left(\frac{k\lambda}{D \cos \theta}\right)^2 + (4\epsilon \tan \theta)^2. \quad (2.11)$$

Fazendo a multiplicação da equação 2.11 por $D \cos \theta / \lambda^2$, no qual D é a distância interplanar, acharemos a equação 2.12.

$$\frac{d^2 \beta^2 \cos 2\theta}{\lambda^2} = \left(\frac{k}{D}\right)^2 d^2 + \frac{16\epsilon^2 \sin^2 \theta}{\lambda^2} d^2. \quad (2.12)$$

Decompondo o valor de D na lei de Bragg, a equação 2.6, substituindo apenas no último termo da equação 2.12, descobriremos a equação 2.13.

$$\frac{d^2 \beta^2 \cos 2\theta}{\lambda^2} = \left(\frac{k}{D}\right)^2 d^2 + 4\epsilon^2. \quad (2.13)$$

A equação 2.13, ϵ é definida a partir da Fórmula de Stokes-Wilson. Nesse caso ϵ terá um valor diferente para cada valor de θ , (SEN,2020) afirmam que o valor médio *rms* da microdeformação, baseado num perfil gaussiano, é dado pela equação.

$$\langle \epsilon \rangle_{rms} = \epsilon \sqrt{\frac{2}{\pi}}. \quad (2.14)$$

Isolando o valor de ϵ na equação 2.14 e fazendo a substituição na equação 2.12, encontraremos a equação (2.15), que é a equação do Size-Strain (MANIAMMA *et al.*, 2017)).

$$\frac{d^2 \beta^2 \cos 2\theta}{\lambda^2} = \left(\frac{k}{D}\right)^2 d^2 + 2\pi \langle \epsilon \rangle_{rms}^2. \quad (2.15)$$

Os valores de D e $\langle \epsilon \rangle_{rms}$ para calcular, deve-se ter valores de β e 2θ , para cada pico de difração da amostra.

2.5.3 *Magnetômetro de amostra vibrante*

Entre as mais importantes características físicas estão o tamanho, a distribuição de tamanho e a morfologia das partículas, parâmetros intrínsecos dos materiais (anisotropia magnetocristalina e magnetização de saturação, entre outras), interação superfície/interface, etc. (SCHETTINO, 2009).

O magnetômetro de amostra vibrante é um instrumento científico que mede propriedades magnéticas sendo amplamente utilizado nos laboratórios de pesquisa devido seu bom desempenho, simplicidade funcional e baixo custo operacional. De forma geral, um magnetômetro Magnetômetro de amostra vibrante (VSM) é formado por um conjunto de equipamentos usados para medir o momento magnético de uma amostra para um determinado valor de campo aplicado (DIAS, 2011; FREITAS, 2009).

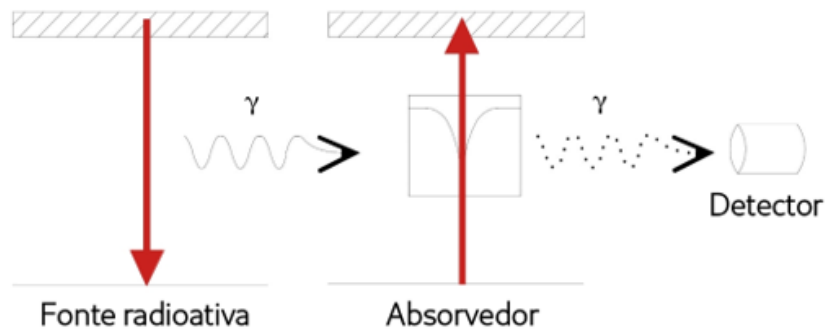
O magnetômetro possui uma haste, cujo material não é magnético, onde em uma extremidade é colocada a amostra e a outra extremidade é fixada a um auto-falante que fornece a frequência de vibração do conjunto haste-amostra; concomitantemente um eletroímã gera um campo magnético na direção da amostra, essa se magnetiza quando o campo atua perpendicular ou paralelo a direção de oscilação (SOARES, 2012).

2.5.4 *Espectroscopia Mössbauer*

A Espectroscopia Mössbauer (EM) tem sido amplamente aplicada para medir o campo magnético hiperfino de nanopartículas, seu comportamento dinâmico em flutuações térmicas, concentrações relativas de íons de ferro com diferentes estados de carga íons com carga diferente estado, etc (DORMANN *et al.*, 1997; FONSECA *et al.*, 2006).

O arranjo experimental da espectroscopia Mössbauer na geometria de transmissão com disposição linear apresenta fonte – amostra – detector dispostos nessa ordem. A fonte radioativa é fixada na ponta de um eixo ligado a um transdutor de velocidade, que executa um movimento oscilatório longitudinal, de velocidade máxima ajustável. Uma fina camada da amostra absorvedora é posta no caminho da radiação γ colimada e atrás dela um detector para os fótons transmitidos. Quando o fóton chega à amostra pode ou não ser absorvido ressonantemente. No caso de ter a energia requerida para a ressonância, o fóton é absorvido e reemitido sem direção preferencial, de modo que poucos fótons incidem no detector (NOGUEIRA, 2013). Na Figura 7 podemos visualizar.

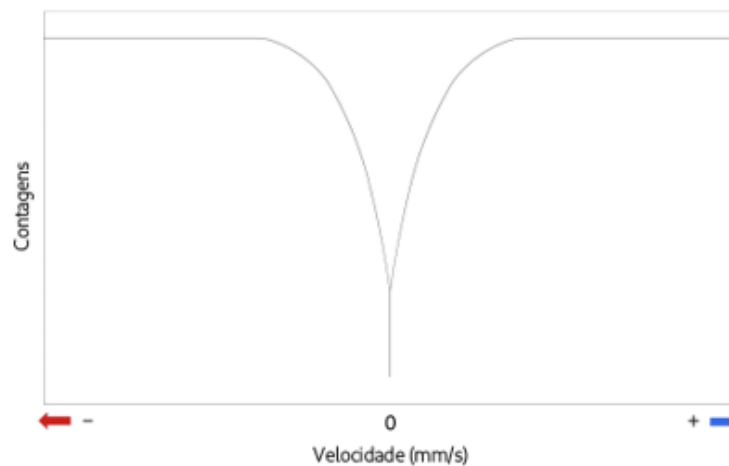
Figura 7 – Esquema simplificado para obtenção de um espectro Mössbauer.



Fonte: Próprio Autor.

O espectro de Mössbauer resulta em curvas da contagem transmitida versus velocidade, que estão relacionadas com a variação na energia do raio- γ , por esse motivo é, também, conhecido como espectro de transmissão, caracterizado por vales de ressonância (Figura 8).

Figura 8 – Espectro de transmissão resultante de um experimento de espectroscopia Mössbauer.



Fonte: Próprio Autor.

Campos elétricos e magnéticos que se originam nos elétrons e cargas das vizinhanças próximas ao núcleo produzem perturbações em níveis nucleares chamadas de interações hiperfinas nucleares (GRENWOOD; GIBB, 1971). As principais interações hiperfinas são (GUTLICH *et al.*, 2011):

Deslocamento isomérico ou “*isomer shift*”: relaciona-se diretamente com os elétrons na região nuclear, em especial com os elétrons da camada mais interna (*s*) que apresentam maior densidade eletrônica. Essa densidade está interligada com o estado de valência dos íons e

com as ligações químicas, podendo ser determinados através do deslocamento isomérico

Interação elétrica quadrupolar: estão presentes somente quando núcleos com número quântico de spin maiores que $1/2$ estão envolvidos. Tais núcleos apresentam uma distribuição assimétrica de cargas elétricas e interagem com os gradientes de campo elétrico presente na amostra. A interação elétrica entre este quadrupolo e o ambiente eletrônico encurta o tempo de vida dos estados magnéticos (α e β) de spin nuclear, resultando também no alargamento da linha de ressonância.

Interação magnética: as interações apresentadas anteriormente ocorrem devido à presença de cargas elétricas no núcleo do átomo. Entretanto, um núcleo pode também interagir com o campo magnético. Se o spin nuclear for diferente de zero, então este núcleo apresenta um momento de dipolo magnético. Quando este interage com um campo magnético na região nuclear, esta interação levanta totalmente a degenerescência dos níveis de energia dos estados nucleares, dando origem a um desdobramento magnético. O desdobramento magnético é diretamente proporcional ao campo magnético aplicado na região nuclear. Assim, a técnica propicia uma maneira de medir este campo, identificando a ordem estrutural magnética (NOGUEIRA, 2013).

3 METODOLOGIA

Os experimentos do sensor de corrente/campo magnético para acontecer foram realizados os testes em laboratório do Instituto Federal do Ceará (IFCE), para que assim se tornasse possível recolher dados. O presente capítulo expõe os materiais usados no setup e os equipamentos utilizados. O processo experimental posto para realizar a captura das informações da potência , na qual o fotodiodo recebe o sinal de luz da fibra óptica.

3.1 Materiais utilizados

3.1.1 Laser butterfly

A fonte luminosa utilizada no setup experimental foi um SFL 1550S que tem uma frequência única com pacote Butterfly, controlado por um ITC4020 da Thorlabs mostrado na Figura10 , que possui comprimento de onda central em 1550 nm e a largura de banda de 0.5 nm.

Figura 9 – SFL1550S - Frequência única com pacote Butterfly.



Fonte:(THORLABS, 2010)

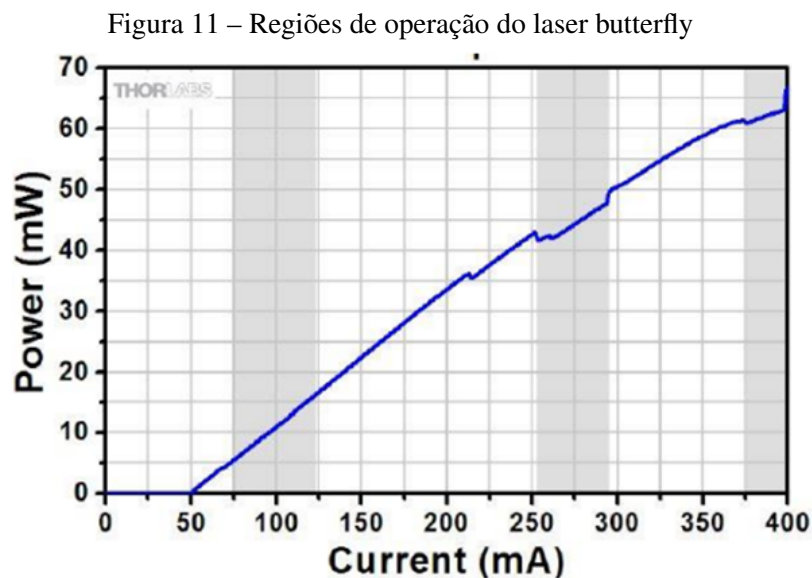
Figura 10 – Controlador de diodo laser e de temperatura de bancada, ITC4020.



Fonte:(THORLABS, 2010)

O ITC4020 é capaz de controlar a tensão, a corrente e até mesmo a temperatura do laser butterfly. Já o SFL1550S possui uma característica que merece ser destacada, a qual é chamada de corrente de treshold que equivale a 50 mA. Operando abaixo dessa corrente, o laser possui um comportamento ao de um LED, ou seja, no regime de emissão espontânea. Por outro lado, acima da corrente de treshold, o laser opera no modo de emissão estimulada e a potência de saída aumenta com a corrente em uma taxa maior, conforme sugere a Figura 9 (MAIA, 2020).

As zonas em cinza delimitam intervalo de corrente para o qual a operação do laser é multimodo, e as brancas implicam no funcionamento do laser em operação monomodo. No laserbutterfly é possível modificar o valor da corrente, e conseqüentemente alterar a potência de saída. Baseando-se no gráfico da Figura 11, identifica-se o valor de potência de acordo com a corrente configurada (MAIA, 2020).



Fonte: (THORLABS, 2010)

3.1.2 Fibra óptica multimodo

As fibras ópticas possuem uma estrutura cilíndrica com um núcleo de sílica envolto por uma casca que possui um índice de refração menor. No experimento apresentado neste trabalho utilizou-se a fibra multimodo, que permite a transmissão de vários modos de propagação (AGRAWAL, 2004). A fibra utilizada nesse trabalho opera em uma faixa de comprimento de onda que vai de 400 nm até 2200 nm, possui um núcleo com diâmetro de 200 μm .

3.1.3 Fotodiodo

O fotodiodo é responsável por converter um sinal luminoso em um sinal elétrico. Neste trabalho, foi utilizado um fotodiodo de germânio ver Figura 12, que opera em uma faixa de comprimento de onda de 800 nm até 1800 nm , proveniente da empresa Thorlabs. O dispositivo em questão é um semicondutor de junção p-n, cuja aplicação de luz na junção provoca transferência de energia das ondas de luz incidente para a estrutura atômica, aumentando com isso o número de portadores minoritários (NASHELSKY; BOYLESTAD, 2004).

Figura 12 – Fotodiodo de Germânio



Fonte: (THORLABS, 2019)

3.1.4 Osciloscópio

O osciloscópio permite visualizar um sinal de tensão e sua variação no domínio do tempo em um gráfico bidimensional. O modelo usado neste caso possui a função FFT (Fast Fourier Transform), que permitia plotar na tela o sinal também no domínio da frequência.

3.1.5 Multímetro

O dispositivo utilizado para medir algumas grandezas elétricas, tais como: tensão, corrente, resistência e entre outros. Desta forma nos experimentos deste trabalho, o multímetro foi aplicado para medir o parâmetro tensão elétrica e sua variação.

3.1.6 Teslameter

O teslameter é um registrador de campo magnético (Phywe). A ponta de prova que foi utilizada foi axial e a escala é de 20 mT.

3.2 Síntese das nanopartículas

As nanopartículas de NiFe_2O_4 , as quais são material de estudo desse trabalho, foram sintetizadas utilizando o método sol-gel proteico (BRINKER; SCHERER, 2013). Na Figura 13 é descrita de forma resumida a sintetização dos elementos para a obtenção da amostra. No laboratório são utilizados dois béqueres, no primeiro, dissolvemos 4 g de gelatina em água destilada e no segundo, 8 g de nitrato de ferro ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) em água destilada, logo em seguida a gelatina foi adicionada a solução de ferro. Em outros dois béqueres são dissolvidos 1,425 g de gelatina em água destilada e 2,85 g de nitrato de níquel ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) em água destilada, logo em seguida a gelatina é adicionada a solução de níquel.

Figura 13 – Fluxograma da sintetização.



Fonte: Próprio Autor.

Ao final desses dois processos colocamos ambas as soluções de ferro e níquel que estão dispostas em dois béqueres em agitação magnética por 20 minutos. Ao passar pela agitação magnética, as duas soluções são misturadas em um único béquer e colocadas, novamente, em agitação magnética por 2 horas. Finalizado essa etapa, a amostra é levada para secagem em uma estufa a uma temperatura média de $100\text{ }^\circ\text{C}$ por 24 horas para remoção de água, ao passar as 24 horas obtendo uma substância escura conhecida como puff.

Após a secagem a amostra é macerada e o produto obtido é um pó de coloração marrom, no qual é calcinado por 4 horas a temperatura de $300\text{ }^\circ\text{C}$, $500\text{ }^\circ\text{C}$ e $800\text{ }^\circ\text{C}$. com taxa de aquecimento de $15\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$.

Figura 14 – Forno de calcinação.



Fonte: Próprio Autor.

Figura 15 – Mufla de calcinação.



Fonte: Próprio Autor.

Em um forno bipartido rotativo (20 rot./min) com sistema de homogeneização e inclinação ajustável para que haja uma boa homogeneidade do pó. O fluxo de ar utilizado é de 50 ml/min. A temperatura máxima alcançada pelo forno é de 1100 °C (Figura 14), as nanopartículas calcinadas no forno rotativo foram as de 300°C. No forno tipo mufla da Figura 15, as amostras de 500°C e 800°C, foram calcinadas.

Uma parte do pó é separada para serem realizadas a caracterização estrutural de todas as amostras foram feitas pela técnicas difração de raio-X (DRX) em um difratômetro Rigaku a radiação Cu-K (comprimento de onda $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), Fluorescência de raios-X (FRX), medidas dos espectros mössbauer (EM) e Magnetômetro de amostra vibrante (VSM).

Por outro lado, as fases cristalinas foram indexadas com auxílio do banco de dados do International Center for Diffraction Data (ICDD) (RIETVELD, 1967). Os parâmetros estruturais, as posições atômicas, fator de ocupação, parâmetros da função perfil foram refinados usando o

método de Rietveld (RIETVELD, 1967), com auxílio do software GSAS/EXPGUI (BLEICHER *et al.*, 2000).

3.3 Caracterização das nanopartículas

3.3.1 Difração de raio-X

As medidas de difração de raios-X deste trabalho foram realizadas utilizando o difratômetro de raios-X, Rigaku (Figura 16), do Laboratório de Raios-X do departamento de Física da Universidade Federal do Ceará (UFC). As radiações na qual as amostras foram submetidas possuem comprimento de onda de $\lambda(Cu) = 1,5406 \text{ \AA}$. A identificação das fases cristalinas foi adquirida através da utilização do software *X Pert HighScore Plus* e do catálogo *International Centre for Diffraction Data (ICDD)*(RIETVELD, 1967), este catálogo nos fornece as informações importantes sobre a fase identificado como: grupo espacial, célula unitária, volume da célula entre outros. O refinamento das amostras foi realizado pelo o método de Rietveld, utilizado o software GSAS (LARSON; DREELE,)(TOBY, 2001).

Figura 16 – Rigaku gerador de raios-X.



Fonte: Próprio Autor.

A dimensão do cristalito foi calculada utilizando a equação de Scherrer, e também, os gráficos de Williamson-Hall e Size Strain Plot para estimarmos o tamanho do cristalito e a microdeformação das amostras.

3.4 Magnetômetro de amostra vibrante

No presente trabalho as medidas magnéticas passaram em um magnetômetro de amostra vibrante, a uma temperatura ambiente. O procedimento proporciona uma resposta magnética da amostra que (as curvas de histerese) no momento em que é aplicada em um campo magnético. As medidas de magnetização das nanopartículas ocorreram no Laboratório de Análises Magnética e Óptica- LAMOp na Universidade do Estado do Rio Grande do Norte (UERN).

3.5 Espectroscopia Mössbauer

Essa técnica propicia uma maneira de medir este campo, identificando a ordem estrutural magnética. Os espectros Mössbauer foram obtidos no Laboratório de magnetismo e materiais magnéticos da Universidade Federal do Ceará, com equipamento operando no modo de transmissão em temperatura ambiente. Por intermédio desses parâmetros magnéticos é possível observar a influência do tamanho dos cristalitos nas propriedades magnéticas do material. Os espectros Mössbauer, para esse trabalho, foram registrados a temperatura ambiente, os dados foram avaliados com espectros discretos utilizando uma rotina de mínimos quadrados.

3.6 Fluorescência de raios-X

A fluorescência de raios-X das amostras foram realizadas no ZSXMini II-Rigaku, disponível na Universidade Federal do Ceará (UFC), no Laboratório de Raios-X. A agitação dos fótons ou transições atômicas é provocada por um espectro de banda de raios-X gerado por um tubo de raios-X operado a uma tensão de 40 kV e 1,20 mA. O Dispositivo há três monocromadores (TAP, LiF e PET) encarregados pela dispersão em comprimento de onda dos fótons de raios-X gerados pelos elementos químicos presentes na nanopartículas. Na Figura 17 é apresentada a imagem do equipamento.

O espectrômetro de fluorescência reconhece as energias de raios-X secundários e apresentados pelos elétrons das camadas mais externas do átomo, no decorrer do preenchimento dos vazios largados nas camadas mais próximas do núcleo do átomo ionizado, por raios-X primários. Permite identificar os elementos químicos presentes na amostras assim como as suas quantidades, que são proporcionais às intensidades das energias emitidas.

Figura 17 – ZSXMini II Rigaku.

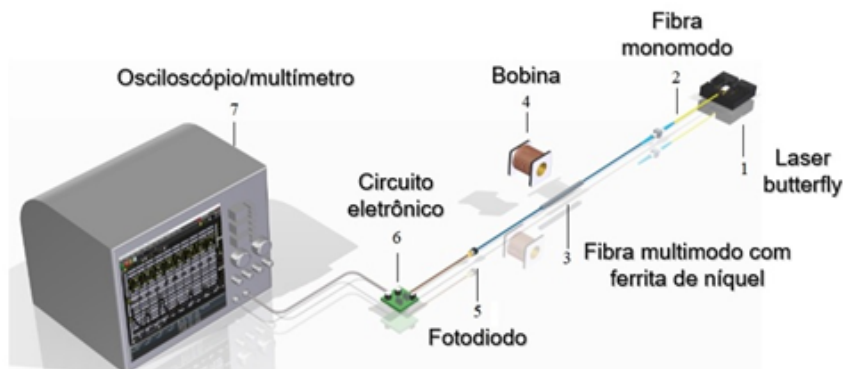


Fonte: Próprio Autor.

3.7 Descrição do setup experimental

O sensor a ser utilizado neste trabalho, servirá para o monitoramento de corrente e campo magnético alternados que estão interagindo com a ferrita de níquel, com base na teoria da interferência modal, resultado dos efeitos lineares de dispersão. O processo de composição do sensor é descrito por meio da Figura 18 disposta abaixo.

Figura 18 – Setup com fibra multimodo - Descrição: 1 – Laser butterfly; 2 – Fibra monomodo; 3 – Fibra multimodo com ferrita de níquel; 4 – Bobina; 5 – Fotodiodo; 6 – Circuito eletrônico; 7 – Osciloscópio/multímetro.



Fonte: Adaptada da literatura (MAIA, 2020).

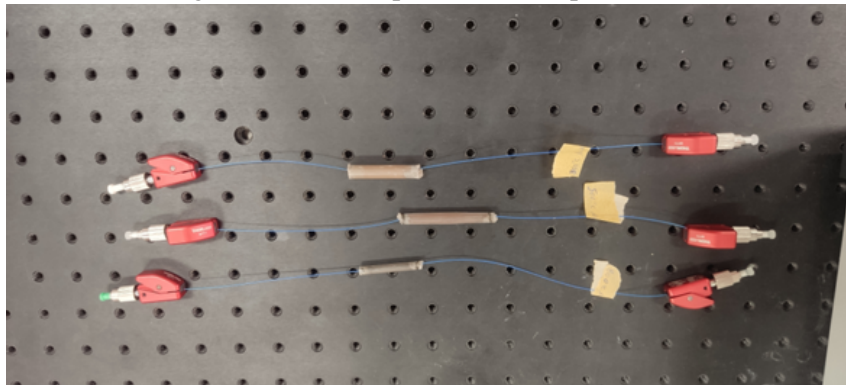
Para a realização do experimento, foi utilizado um variac para alimentar a bobina, e assim gerar um campo magnético variável para que seja possível medi-lo. A intensidade desse campo magnético foi controlada pela corrente circulante na bobina. Em um dos fios de conexão da bobina com o variac foi ligado um alicate amperímetro para que assim possamos realizar o monitoramento dos valores de corrente injetados no qual serão obtidos.

Espera se que o presente sensor pode ser caracterizado também como medidor de corrente pelo fato de ser possível fazer também uma correlação do sinal de saída em função da

corrente elétrica, já que o campo magnético é resultado da passagem dessa corrente pela bobina. Por fim, o circuito eletrônico será ligado a um osciloscópio e também em um multímetro para medição e coleta dos valores de tensão elétrica.

As nanopartículas foram envoltas na fibra óptica utilizando um tubo de plástico. A fibra foi colocada dentro do tubo contendo as nanopartículas, que é fechado em ambos os lados com esponja e fixado na fibra com cola, como visto na Figura 19.

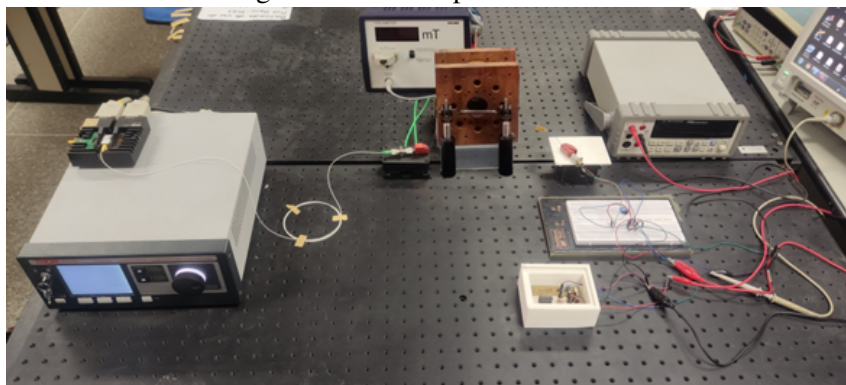
Figura 19 – Fibra óptica com nanopartículas.



Fonte: Próprio Autor.

Dando seguimento foram produzidos os experimentos com o protótipo de bancada montado na Figura 20. Os resultados exibidos e discutidos a seguir foram obtidos com o sensor óptico de fibra.

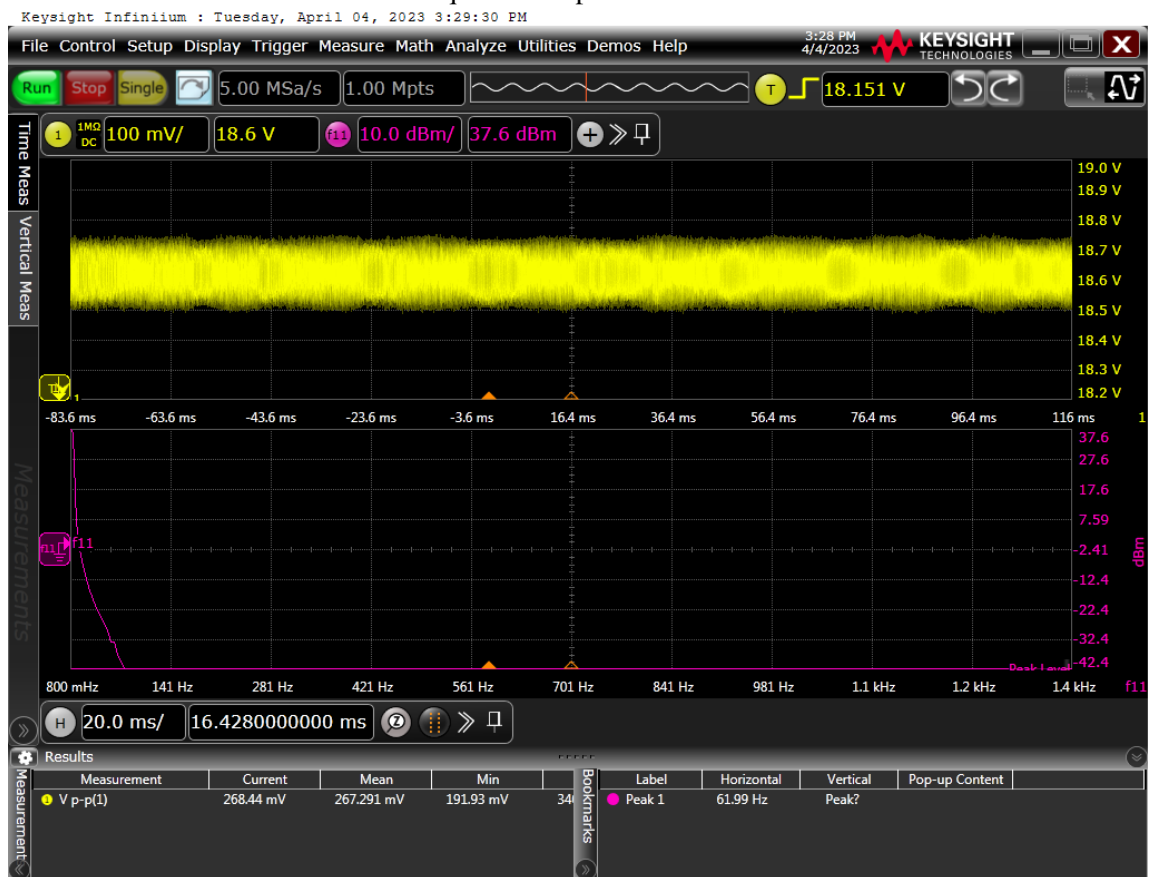
Figura 20 – Protótipo de bancada.



Fonte: Próprio Autor.

O sinal que foi medido na saída do do circuito eletrônicos de captação de dados, resultando no surgimento de vários harmônicos no domínio da frequência. É possível verificar que na Figura 21 que o sinal tem bastante ruídos. Em seguida foi adicionado o filtro assim foi possível conseguir uma senoide bem definida e livre de harmônicos na Figura 21.

Figura 21 – Sinal observado no osciloscópio sem o uso do circuito eletrônico. Podendo observar que o sinal possui vários harmônicos.



Fonte: Próprio Autor.

4 RESULTADOS

No presente capítulo apresentamos os resultados obtidos da aplicação das técnicas de caracterização estruturais, microestruturais e magnéticas nas amostras de estudo, assim como a resposta do sensor. Por outro lado, o refinamento estrutural dos dados de difração de raios X proporcionou o cálculo do tamanho de cristalito pela equação de Scherrer, Williamson-Hall e o método SSP. São apresentados também nesta sessão os cálculos da sensibilidade do sensor para cada amostra de estudo.

4.1 Caracterização estrutural e microestrutural

4.1.1 Fluorescência de raios-X

Nas amostras de estudo foram realizadas as medidas de Fluorescência de raios-X (FRX) com intuito de determinar a concentração dos elementos Fe, Ni e impurezas. O objetivo é verificar se a estequiometria do composto não se altera mesmo com todas as reações que as amostras sofrem. Na tabela 1 são apresentados resultados quantitativos dos elementos nas nanopartículas NiFe_2O_4 .

Tabela 1 – Análise de FRX das amostras de NiFe_2O_4

	300°C	500°C	800°C
Elemento	Massa(%)	Massa(%)	Massa(%)
Fe	63,146	64,442	64,824
Ni	34,142	33,147	32,774

Fonte:Próprio Autor.

Sabendo dos valores da massa atômica do Ni (58,6934) e Fe (55,845) e os valores de porcentagem das suas massas Ni e Fe, exibidos na Tabela 1, é possível calcular a proporção molar do composto, sendo assim, capaz de examinar sua relação estequiométrica Tabela 2, temos os valores das proporção molar e as calcinações.

Tabela 2 – Proporção molar entre Ni e Fe

Temperatura (°C)	Ni	Fe
300	1,36	2,65
500	1,32	2,70
800	1,30	2,72

Fonte: Próprio Autor.

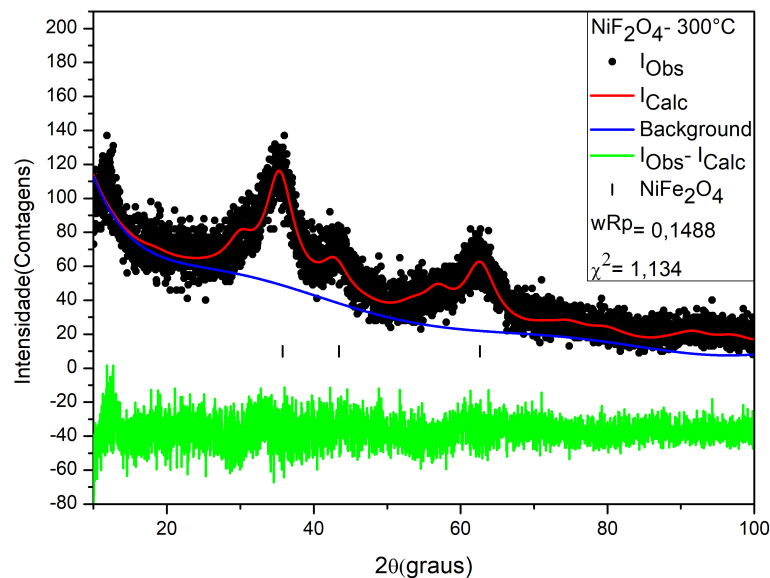
Pode-se observar, na tabela 1, que as quantidades somadas de Ni e Fe equivale a aproximadamente a 100% do total, o que já é previsto.

No entanto, encontramos diferença nas relações estequiométricas das amostras de estudo e as teóricas usadas na hora da síntese, fato que pode estar relacionado a presença de impurezas. As impurezas podem ser concebidas nos reagentes que foram utilizados como: $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e aos sais encontrados na gelatina. Já a diferença que é encontrada para o ferro pode ser atribuída no momento na sua pesagem dos reagentes na preparação.

4.1.2 Difração de raios-X

Para a investigação das fases resultantes pós-mistura e identificação qualitativa da fase presente foi realizada utilizando o software High Score Plus (ICSD 39030). Após o refinamento pelo método de Rietveld utilizando o software GSAS por meio da interface EXPGUI obteve-se os resultados apresentados nas Figuras 22, 23 e 24.

Figura 22 – Difratoograma da amostra de NiFe_2O_4 calcinadas a temperaturas de 300°C .



Fonte: Próprio Autor.

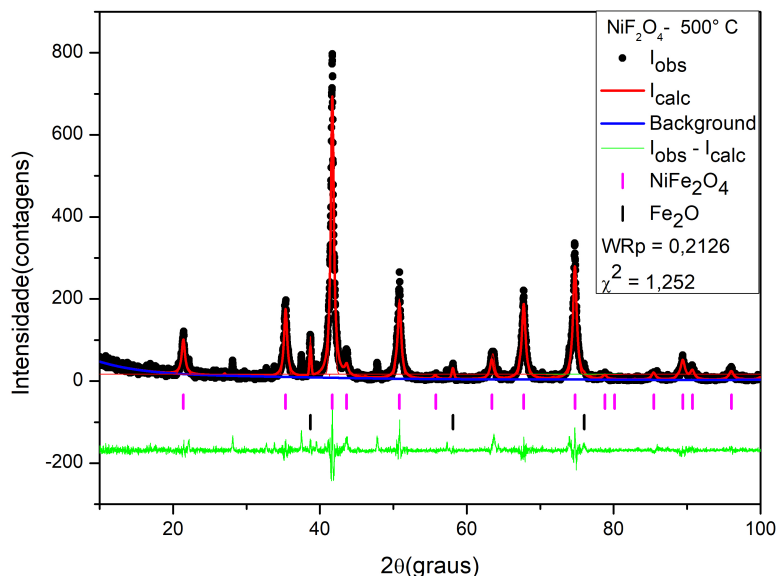
Na Figura 22 mostra-se o espectro de raios-X para a amostra em pó de NiFe_2O_4 , sintetizado na temperatura a 300°C , como podemos observar no gráfico foi analisada houve a formação de NiFe_2O_4 com a fase predominante, com estrutura cristalina cúbica, $Fd3m$. Na qual

pode-se observar que na temperatura de 300°C, os picos da NiFe_2O_4 são mais largos e de baixa intensidade, que as demais temperaturas, esse fato é mais visível para o plano (311).

No gráfico, os pontos preto representam os dados experimentais, a linha em vermelho o perfil de difração calculado, a linha em azul a linha de background (ou de base) e a linha em verde a diferença entre os perfis experimentais e calculados. Note que aparecem também diversas linhas verticais da cor preto, indiciado as posições de Bragg para a fase de NiFe_2O_4 .

Por outro lado nas amostras calcinadas em 500°C e 800°C, foi constatada a presença de uma fase secundária de oxido de ferro (Fe_2O_3) com uma estrutura cristalina romboédrica e grupo de simetria $R\bar{3}c$. Nas Figuras 23 e 24 mostraram-se os resultados dos refinamentos das amostras de NiFe_2O_4 calcinadas a 500 °C e 800 °C, respectivamente. A análise de difração de raios-X foi usada para identificar e quantificar as fases, cristalinas presentes na amostra de 500°C, sendo possível identificar duas fases distintas: uma fase referente ao NiFe_2O_4 usando ICSD Collection (ICSD 076179) e a fase referente ao Fe_2O_3 (ICSD 066756). Já na amostra de 800°C, temos o (ICSD 02108) pra ferrita de níquel e uma fase secundária Fe_2O_3 com o (ICSD 071194).

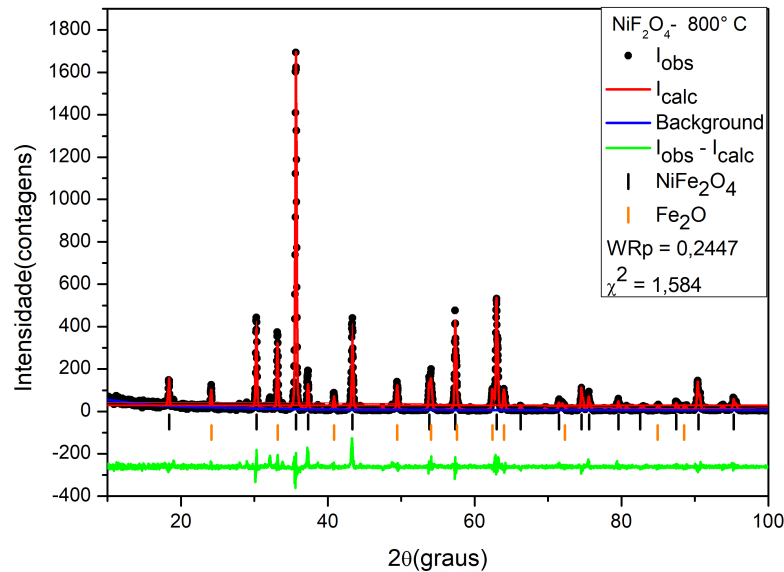
Figura 23 – Difratoograma da amostra de NiFe_2O_4 calcinadas a temperaturas de 500°C.



Fonte: Próprio Autor.

Os resultados alcançados após o refinamento estrutural usando o método Rietveld, são apresentados na Tabela 3. Na qual o tamanho médio dos cristalitas foram calculados pela

Figura 24 – Difratoograma da amostra de NiFe_2O_4 calcinadas a temperaturas de 800°C .



Fonte: Próprio Autor.

equação de Scherrer e por o método Williamson-Hall a partir dos valores da largura a meia altura dos picos de difração (FWHM – Full Width at Half Maximum), tornando-se pelo gráfico de Williamson-Hall possível determinar a micro-deformação da amostra.

Tabela 3 – Resultados dos refinamentos pelo método de Rietveld.

Amostra/Temperatura ($^\circ\text{C}$)	NiFe_2O_4 – 300°C	NiFe_2O_4 – 500°C	NiFe_2O_4 – 800°C
R_{wp} (%)	14,88	21,01	24,47
R_p (%)	12,72	14,72	16,90
χ^2	1,134	1,233	1,584
Parâmetro de Rede (Å)	7,9868	8,3381	8,3395
Scherrer	2,0	17,0	64,8
D (nm)			
W-H	14,0	N/D	N/D
SSP	2,14	16,10	53,85
ε (%)			
W-H	0,995	N/D	N/D
SSP	0,095	$4 \cdot 10^{-7}$	$2,8 \cdot 10^{-7}$
Fases Identificadas	NiFe_2O_4 (100%)	NiFe_2O_4 (62%) Fe_2O_3 (38%)	NiFe_2O_4 (80%) Fe_2O_3 (20%)

Fonte: Próprio Autor.

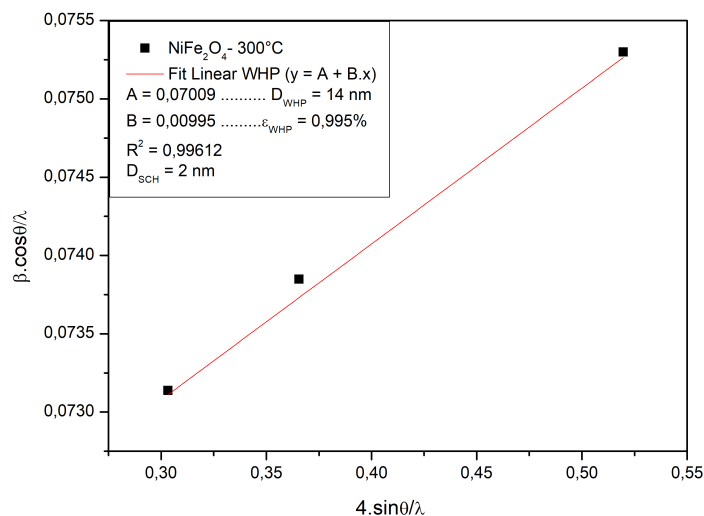
Consequentemente, os refinamentos podem ser examinados numericamente a partir dos fatores de confiabilidade os quais são: o valor esperado (R_p), perfil ponderado (R_{wp}) e fator de ajuste (χ^2). Esses valores de confiabilidade, R_p e R_{wp} precisam ficar próximos ou inferior a 10% (GOMES *et al.*, 2005). A condição de ajuste χ^2 , tem que tender a 1, pois esse fator é

demonstrado pela relação (R_{wp}/R_p) e tendo convergência o valor dessa relação aproxima-se de 1 e conseguimos afirmar que a intensidade observada (I_{obs}) e a intensidade calculada (I_{calc}) é muito próxima (BID *et al.*, 2007).

Verificando os valores para esses fatores apresentados na tabela 5 é possível dizer que os valores de R_p e R_{wp} para as amostras foram superior a 10%. Na qual o valor máximo obtido para esses fatores foi o R_{wp} de 24,47% da nanopartícula de $NiFe_2O_4$ - 800°C, podemos perceber que está um pouco distante do valor ideal de 10%, ainda pode ser considerado como um valor aceitável. Em relação a análise do χ^2 , observa-se que os valores diversificaram de 1,134 a 1,584, o que aponta uma concordância entres os fatores. Percebe-se que os fatores R_p e R_{wp} e χ^2 revelam um bom refinamento das amostras.

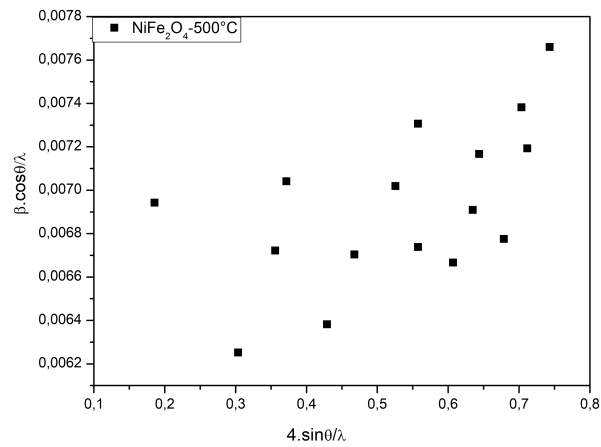
Nas Figuras 25, 26 e 27 podemos observar os gráficos de Williamson-Hall para todas as amostras $NiFe_2O_4$, respectivamente. Nota-se que a nanopartícula a 300°C permitiu traçar uma reta entre os pontos e estimar o tamanho médio de cristalito e a microdeformação pelo gráfico de Williamson-Hall, permitindo fazer um ajuste linear. Percebe-se que nas amostras de 500 e 800°C, os pontos estão dispersos, não possibilitando um ajuste linear. Com essa dispersão dos pontos não viabilizou estimar o tamanho médio dos cristalitos e a microdeformação da amostra por esse método. A dispersão pode estar relacionada à anisotropia no tamanho dos cristalitos (NOGUEIRA, 2013).

Figura 25 – Gráfico de Williamson-Hall para as amostras de $NiFe_2O_4$ calcinada a 300 °C.



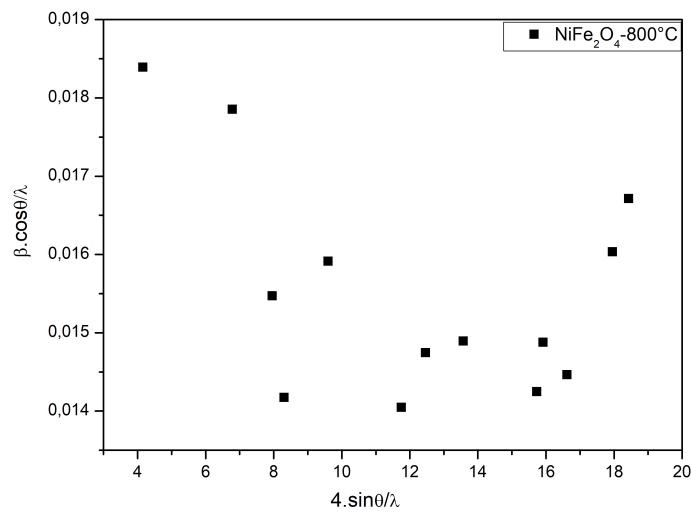
Fonte: Próprio Autor.

Figura 26 – Gráfico de Williamson-Hall para as amostras de NiFe_2O_4 calcinada a 500°C .



Fonte: Próprio Autor.

Figura 27 – Gráfico de Williamson-Hall para as amostras de NiFe_2O_4 calcinada a 800°C .

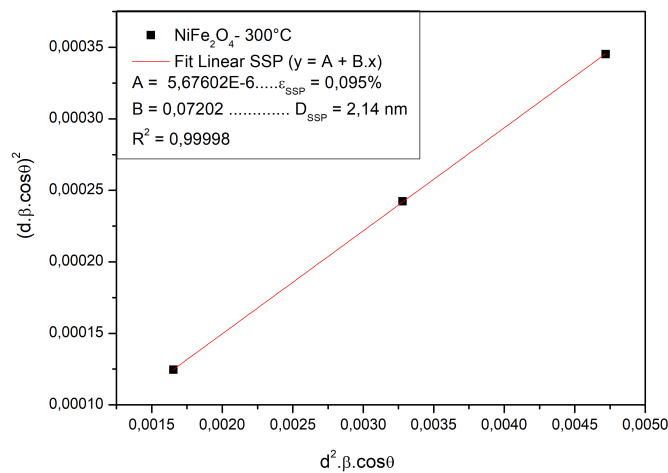


Fonte: Próprio Autor.

Foi utilizado o método Size strain plot (SSP) para tentar determinar o tamanho médio dos cristalitos e a microdeformação das nanopartículas de NiFe_2O_4 , pois já que usando o gráfico de Williamson-Hall não foi possível fazer essas determinações nas amostras de 500°C e 800°C . Usando este método foi provável conseguir boa homogeneidade entre os pontos permitindo traçar uma reta média entre eles nas Figuras 28, 29 e 30. Deste modo foi possível calcular o tamanho médio dos cristalitos para as amostras, no entanto não foi possível estimar a microdeformação de nanopartícula de 500°C e 800°C de NiFe_2O_4 .

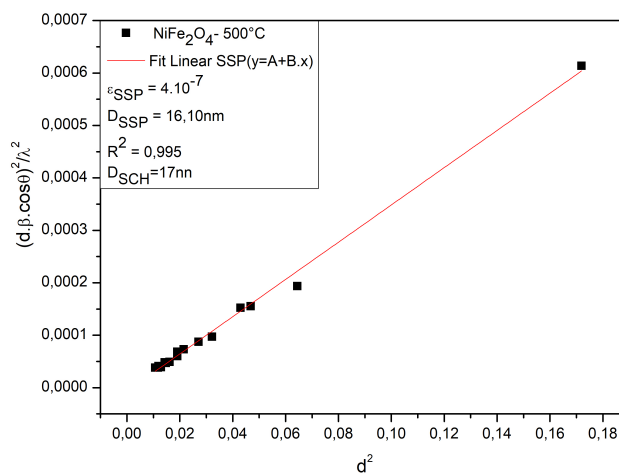
Os gráficos de SSP foi possível fazer um ajuste por uma reta com fator de correlação R^2 maior que 90%. Podemos observar que as retas apresentam coeficiente angular positivo, O que indica uma micro deformação positiva, que define uma expansão na rede (GONÇALVES *et al.*, 2012). O fator que teve uma atenção nessa análise é ao tamanho médio dos cristalitos calculado pelo gráfico do SSP ter sido próximos com os valores calculados pela equação de Scherrer.

Figura 28 – Gráfico de SSP para as amostras de NiFe_2O_4 calcinada a 300 °C.



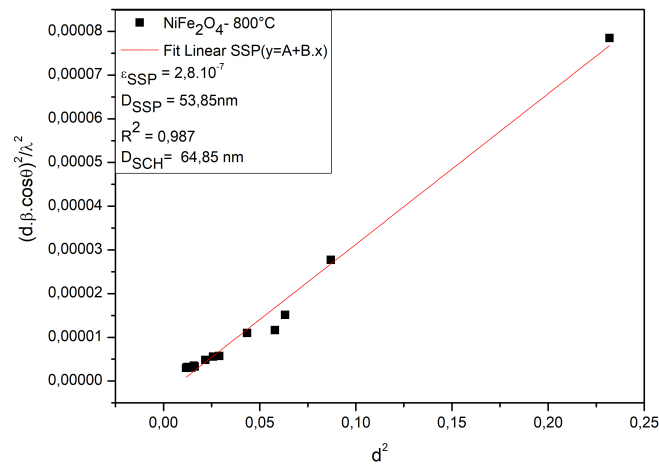
Fonte: Próprio Autor.

Figura 29 – Gráfico de SSP para as amostras de NiFe_2O_4 calcinada a 500 °C.



Fonte: Próprio Autor.

Figura 30 – Gráfico de SSP para as amostras de NiFe_2O_4 calcinada a 800°C .

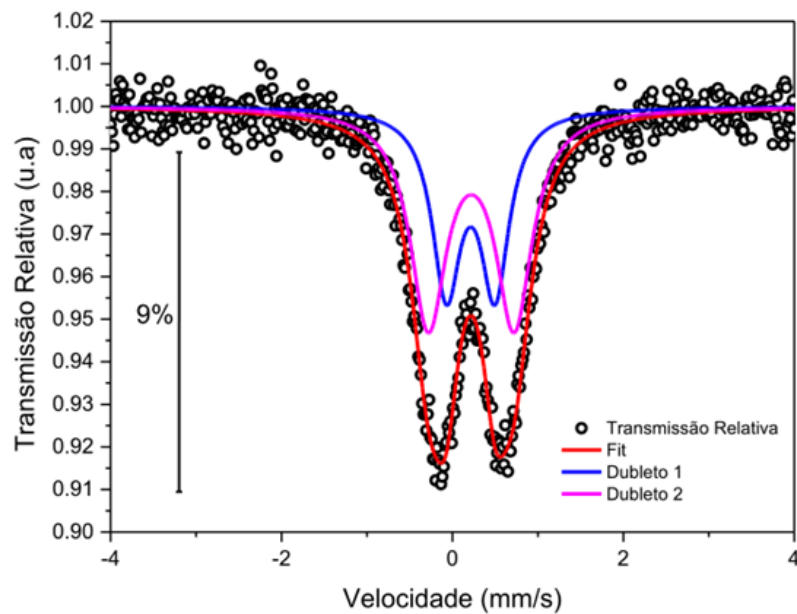


Fonte: Próprio Autor.

4.1.3 Espectroscopia Mössbauer

Nas Figuras 31, 32 e 33 são apresentados os espectros Mössbauer das amostras de ferrita de níquel calcinadas a diferentes temperaturas (300° , 500° e 800°C) durante 4h com seus respectivos ajustes.

Figura 31 – Espectro Mössbauer amostra NiFe_2O_4 300°C .



Fonte: Próprio Autor.

O espectro Mössbauer da amostra tratada a 300°C apresentou dois dubletos, caracte-

rizando um comportamento superparamagnético da ferrita de níquel e da hematita, o que pode estar associado ao tamanho de partícula do material.

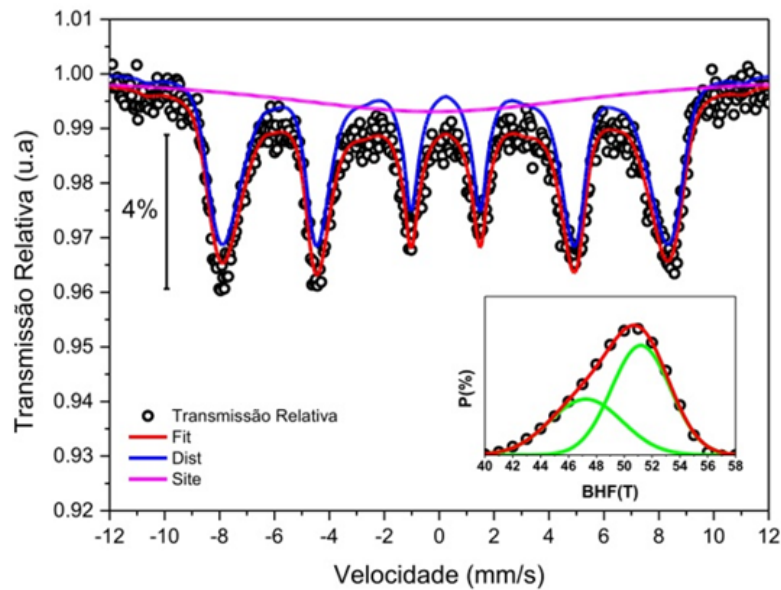
Tabela 4 – Parâmetros Hiperfinos amostra NiFe₂O₄ 300°C

	σ (mm/s)	Δ (mm/s)	BHF(t)	Γ (mm/s)	Área (%)
DUBLETO	0,32	0,57	-	0,40	39,78
DUBLETO	0,33	1,00	-	0,51	60,22

Fonte: Próprio Autor.

A partir dos valores de deslocamento isomérico σ e dos valores de quadrupolo Δ (Tabela 4), podemos inferir que o ferro se encontra na forma Fe³⁺ em sítios octa e tetraédrico, característicos das ferritas e da hematita.

Figura 32 – Espectro Mössbauer amostra NiFe₂O₄ 500°C.



Fonte: Próprio Autor.

Tabela 5 – Parâmetros Hiperfinos amostra NiFe₂O₄ 500°C

	σ (mm/s)	Δ (mm/s)	BHF(t)	Γ (mm/s)	Área (%)
SINGLETO	-0,11	-	-	15,20	38,28
SEXTETO	0,34	-0,01	-	46,29	61,72

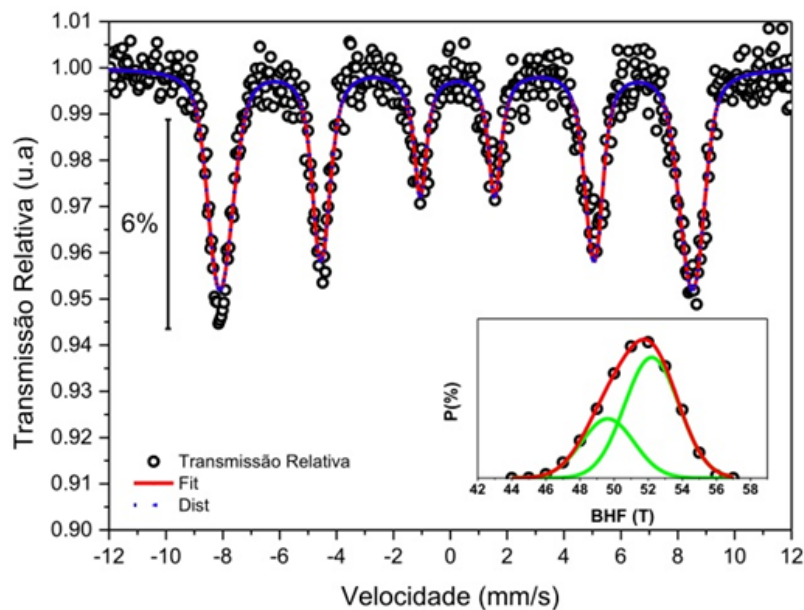
Fonte: Próprio Autor.

O espectro Mössbauer da amostra tratada à 500°C apresentou um singleto largo e uma distribuição de sextetos, indicando que está ocorrendo uma mudança do regime superpara-

magnético para o regime ferrimagnético da ferrita de níquel e antiferromagnético da hematita. Isso pode estar associado ao tratamento térmico em temperatura mais elevada, o que pode gerar o aumento do tamanho de partícula do material.

A distribuição do campo, gráfico menor, apresenta uma banda mais expressiva em valores variando de 40 à 58 T com máximo em 51 T. Foi realizada a deconvolução deste pico e pode-se perceber que o mesmo é constituído de dois outros picos com valores de 47,25 T (podendo ser associado à ferrita de níquel) e 51,20 T (podendo ser associado à hematita).

Figura 33 – Espectro Mössbauer amostra NiFe₂O₄ 800°C.



Fonte: Próprio Autor.

Tabela 6 – Parâmetros Hiperfinos amostra NiFe₂O₄ 800°C

	σ (mm/s)	Δ (mm/s)	BHF (T)	Γ (mm/s)	Área (%)
DUBLETO	0,35	-0,05	-	50,66	100,00

Fonte: Próprio Autor.

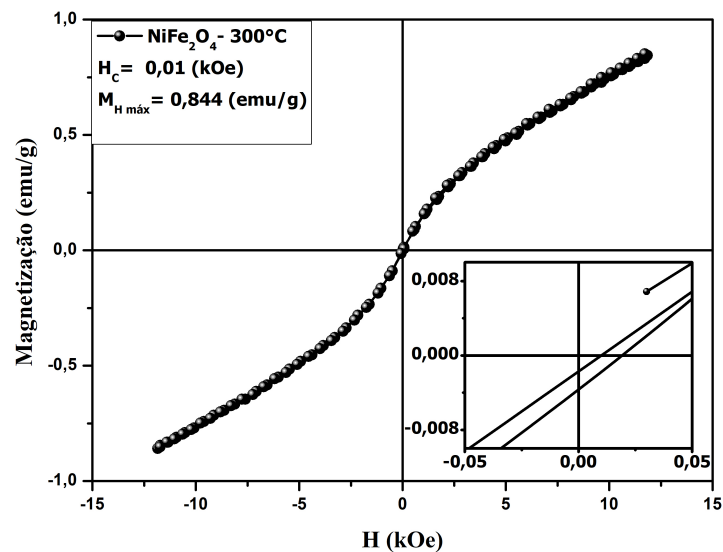
O espectro Mossbauer da amostra tratada à 800°C apresentou uma distribuição de sextetos, indicando que nesta temperatura, a mudança do regime superparamagnético para regime ferrimagnético da ferrita de níquel e antiferromagnético da hematita já ocorreu.

A distribuição do campo, gráfico menor, apresenta uma banda mais expressiva em valores variando de 44 e 56 T com pico próximo de 52 T. Foi realizada a deconvolução deste pico e pode-se perceber que o mesmo é constituído de dois outros picos com valores de 49,64 T (podendo ser associado à ferrita de níquel) e 52,21 (podendo ser associado à hematita).

4.1.4 Magnetômetro de amostra vibrante

Nas Figuras 34, 35 e 36 são apresentados os ciclos de histerese das nanopartículas de ferrita de níquel, $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 300^\circ\text{C}$, $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 500^\circ\text{C}$ e $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$. Assim como, as características magnéticas foram definidas a partir das medidas do ciclo de histerese para cada condição de sinterização.

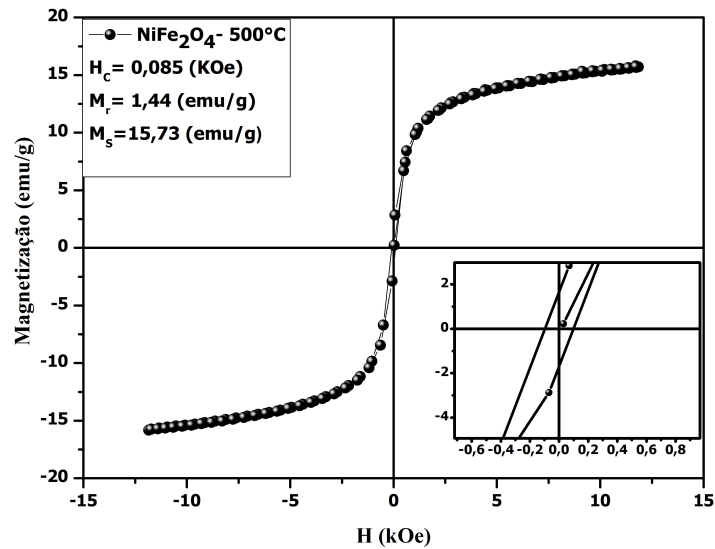
Figura 34 – Ciclo de histerese referente à amostra $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 300^\circ\text{C}$



Fonte: Próprio Autor.

Na Figura 34, é apresentado o laço de histerese da amostra $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 300^\circ\text{C}$, mostrado, uma máxima é de 0,844 meu/g e campo de coercivo de aproximadamente 0,01 Oe. A baixa coercividade, baixa magnetização de saturação e baixa magnetização remanente relaciona-se de forma direta com os parâmetros microestruturais do material, tais como: tamanho médio de cristalito (da ordem de 2,0 nm). A parte da superparamagnética é dada pelas partículas que têm tamanho abaixo do diâmetro crítico, já a contribuição ferrimagnética vem da contribuição das partículas que possuem tamanhos acima do diâmetro crítico. Entretanto, a espectroscopia Mössbauer dessa amostra confirmou a fase superparamagnética. Acredita-se que para esse tipo de material NiFe_2O_4 tem que expor um comportamento ferrimagnético. Todavia, ao analisar o ciclo de histerese das Figuras 35 e 36, existem indícios da presença de duas fases magnéticas, uma superparamagnética e outra ferrimagnética. Com isso pode ocorrer devido à larga distribuição de tamanhos e o material pode ser composto por partículas que tem tamanho acima e abaixo do diâmetro crítico.

Figura 35 – Ciclo de histerese referente à amostra NiFe₂O₄ – 500 °C.



Fonte: Próprio Autor.

A amostra NiFe₂O₄ – 500 °C apresenta uma máxima de 15,73 (emu/g) e campo de coercivo é de aproximadamente 0,085(Oe) é o campo remanente 1,44 (emu/g). Já na NiFe₂O₄ – 800 °C, temos que o máxima é 121,20 (emu/g) o campo de coercivo 0,093 (Oe) é campo remanente 10,06 (emu/g). Para temperatura de preparação baixa a amostra é superparamagnética e para temperatura alta a amostra é ferrimagnética, o modo de se comportar é puramente ferromagnético, os valores mostrados para a magnetização de saturação em ambas as amostras estão de acordo com resultados encontrados na literatura para amostras de mesma composição e obtidas usando a mesma síntese.

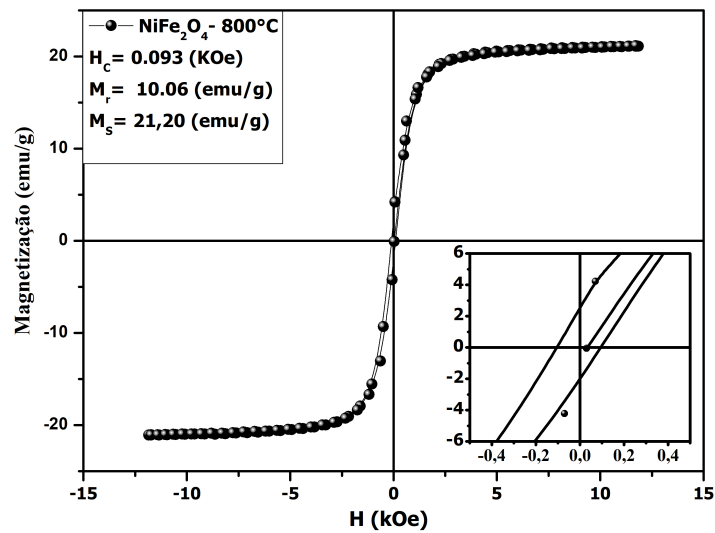
A Tabela 7 contém as propriedades magnéticas das nanoparticulas de NiFe₂O₄ estão apresentados tais como: os valores de magnetização de saturação (M_s), magnetização remanente (M_r), campo coercividade (H_c) e tamanho de cristalito.

Tabela 7 – Os parâmetros magnéticos das amostras de NiFe₂O₄.

Amostras	NiFe ₂ O ₄ - 300°C	NiFe ₂ O ₄ -500°C	NiFe ₂ O ₄ -800°C
D (Sherrer)	2,0	17,45	64,8
H_c (Oe)	10	85	93
M_r (emu/g)	-	1,44	10,06
$M_{Hmáx}$ (emu/g)	0,844	15,73	21,20
Fase Magnética	Superparamagnética	Ferrimagnética	Ferrimagnética

Fonte: Próprio Autor.

Figura 36 – Ciclo de histerese referente à amostra $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$.



Fonte: Próprio Autor.

4.2 Saturação

A partir da primeira hipótese a ser considerada inicial, que uma maior magnetização gera uma maior oscilação da fibra e consequentemente maior a potência de saída. A nanopartícula com isso é fruto somente da interação do campo magnético aplicado com a magnetização induzida na amostra.

A conjectura principal explica o comportamento do sensor com a nanopartículas de NiFe_2O_4 foram de que quanto maior é a magnetização da amostra, maior é a oscilação da fibra e, por consequência, maior a potência de saída. Com isso quer dizer que a saturação ocorreria quando a magnetização da nanopartícula for muito alta. A magnetização da $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$ é maior que a de $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 500^\circ\text{C}$, Com isso quer dizer que a saturação do sensor com a de $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$ é expressa na suposição inicial. No entanto, os testes com a $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$ mostram valores de potência de saída inferior ao da $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 500^\circ\text{C}$, por mais que tenha uma magnetização maior. Com isso, não é possível dizer que a magnetização de um campo máximo é o causador da saturação do sensor.

Na execução dos experimentos com o sensor multimodo utiliza-se campo magnético alternado, deste modo a oscilação da fibra é semelhante a uma histerese, já que a fibra varia de um valor positivo de campo magnético para um valor negativo do campo magnético. Portanto, investigar o campo magnético a partir das medidas do VSM das nanopartículas conseguem dar

uma explicação para a saturação ou não saturação da potência de saída do sensor.

Examinamos neste tópico a respeito da saturação da potência de saída do sensor. No gráfico da Figura 37 apresentam as curvas de magnetização das nanopartículas a sua comparação entre elas, podemos observar que a magnetização da nanopartícula de NiFe_2O_4 a 300°C é bem menor que as duas outras.

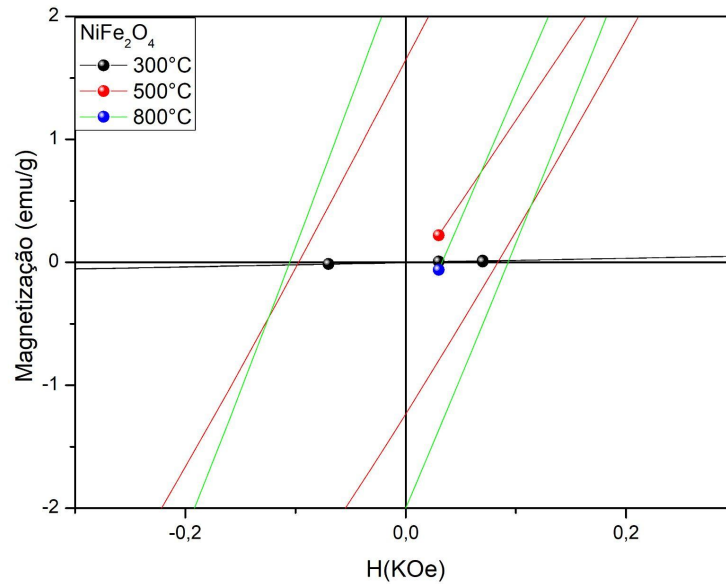
A Figura 37 permite uma ampliação da parte central das medidas de VSM de todas as amostras e foram feitas estimativas da largura horizontal da abertura dos ciclos de histerese. Na qual é possível observar que a relação entre a saturação do sensor é o intervalo do campo magnético do ciclo de histerese das nanopartículas. No momento em que o campo magnético aplicado ao sensor é superior do intervalo do campo magnético da histerese tem a saturação da potência de saída. Pode-se analisar que a largura horizontal da histerese é de 1 mT, para amostra a 300°C .

No entanto, quando o campo magnético é aplicado ao sensor é inferior ao intervalo do campo magnético da histerese não existe saturação do sensor. A amostra $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 500^\circ\text{C}$ não houve saturação e $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$ houve saturação de potência, pode-se observar que as larguras horizontais de suas histereses são de 17 mT e 19 mT, respectivamente. Uma hipótese é que a distância do campo aplicado influencia. O autor (ARAUJO, 2021) usou uma distância de 4,3 cm é possível perceber que decaiu com a distância, então mais próximo maior e o campo magnético.

A saturação deve ocorrer quando o campo aplicado é maior que a "largura da histerese" obtida do VSM. Na amostra a 500°C é para ter um crescimento até 17 mT, como é mostrado no VSM e depois ter um decaimento, no entanto isso não aconteceu continuou crescendo. Na nanopartícula a 800°C aconteceu o mesmo caso.

No entanto, quando o campo magnético é aplicado ao sensor é inferior ao intervalo do campo magnético da histerese não existe saturação do sensor. As amostras $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 500^\circ\text{C}$ não houve saturação e $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$ houve saturação de potência, pode-se observar que as larguras horizontais de suas histereses são de 17 mT e 19 mT, respectivamente.

Figura 37 – As curvas de magnetização das nanopartículas na região de campo magnético utilizado no sensor.



Fonte: Próprio Autor.

4.3 Caracterização do sensor interferométrico

4.3.1 Validação da bobina

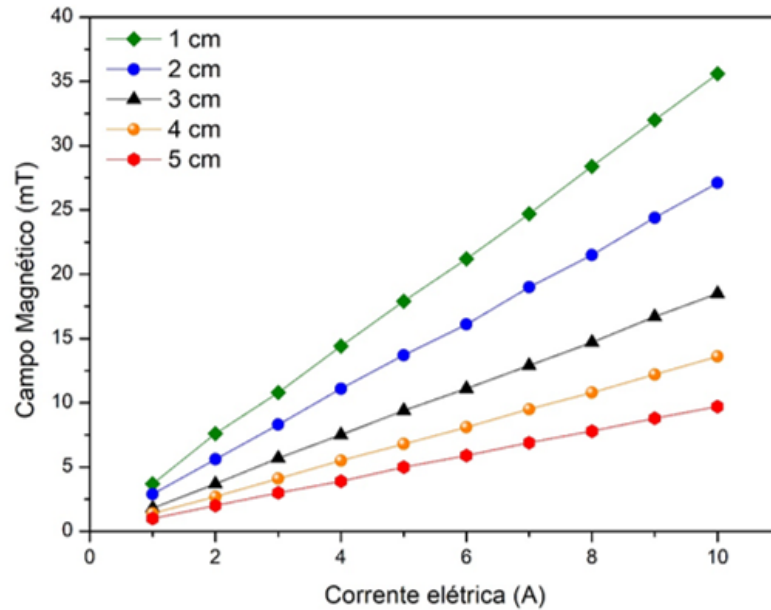
Antes de realizar os experimentos foram feito, a caracterização da bobina. Esta tem o papel de gerar um campo magnético, ao fazer circular uma corrente elétrica na mesma. Foi possível constatar que o campo magnético é diretamente proporcional à corrente elétrica que passa na bobina como predito pela teoria clássica do electromagnetismo.

Para a realização do teste foi utilizado um teslameter, para medir a intensidade do campo magnético. A corrente elétrica foi injetada na bobina usando um *variac*, sendo que os valores foram variados de 1 A a 10 A em intervalos de 1 A. A distância usada é 1,2,3,4 e 5 cm.

Os testes de caracterização da bobina são apresentados em forma de gráfico na Figura 38. Onde podemos constatar que na distância menor (1 cm), os valores de mínimo e máximo obtidos referente ao campo magnético foram 3,88 mT e 35,6 mT. Já para a distância maiores (5 cm) foi atingido a marca de 1,1 mT e 10,0 mT referente ao mínimo e máximo respectivamente. Pode-se observar na Figura 38, que o resultado é um gráfico linear do campo em função da corrente.

Também observa-se que o campo magnético é diretamente proporcional à corrente

Figura 38 – A medição foi realizada ao longo do eixo da bobina por um teslameter.



Fonte: Próprio Autor.

Tabela 8 – Campo magnético (mT) em função da corrente I e da distância entre o sensor e a face-lateral da bobina.

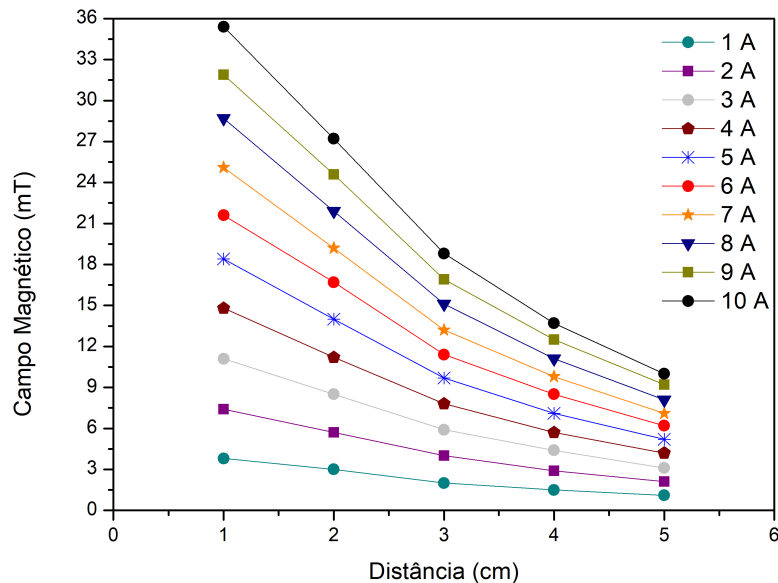
I (A)	Campo Magnético (mT)				
	1 cm	2 cm	3cm	4 cm	5cm
1,0	03,7	02,9	01,8	01,4	01,0
2,0	07,6	05,6	03,7	02,7	02,0
3,0	10,8	08,3	05,7	04,1	03,0
4,0	14,4	11,1	07,5	05,5	03,9
5,0	17,9	13,7	09,4	06,8	05,0
6,0	21,2	16,1	11,1	08,1	05,9
7,0	24,7	19,0	12,9	09,5	06,9
8,0	28,4	21,5	14,7	10,8	07,8
9,0	32,0	24,4	16,7	12,2	08,8
10,0	35,6	27,1	18,5	13,6	09,7

Fonte: Próprio Autor.

elétrica que passa na bobina. Segundo a lei de Biot-Savart o comportamento linear do campo magnético com corrente elétrica é o esperado ao medir campo ao longo do eixo de um solenoide, usando um medidor de campo (Tesla-Meter) devido ao fato do campo se dispersar fora da bobina e variar a distancia. Na Tabela 8 mostra-se a intensidade de campo referente a variação de corrente, e distâncias.

Podemos visualizar a partir da Figura 39, o gráfico do campo magnético em função da distância da bobina. Nesse caso, pode-se utilizar uma função exponencial para ajustar o

Figura 39 – Decaimento do campo em razão do aumento da distância.



Fonte: Próprio Autor.

decaimento do campo com a distância.

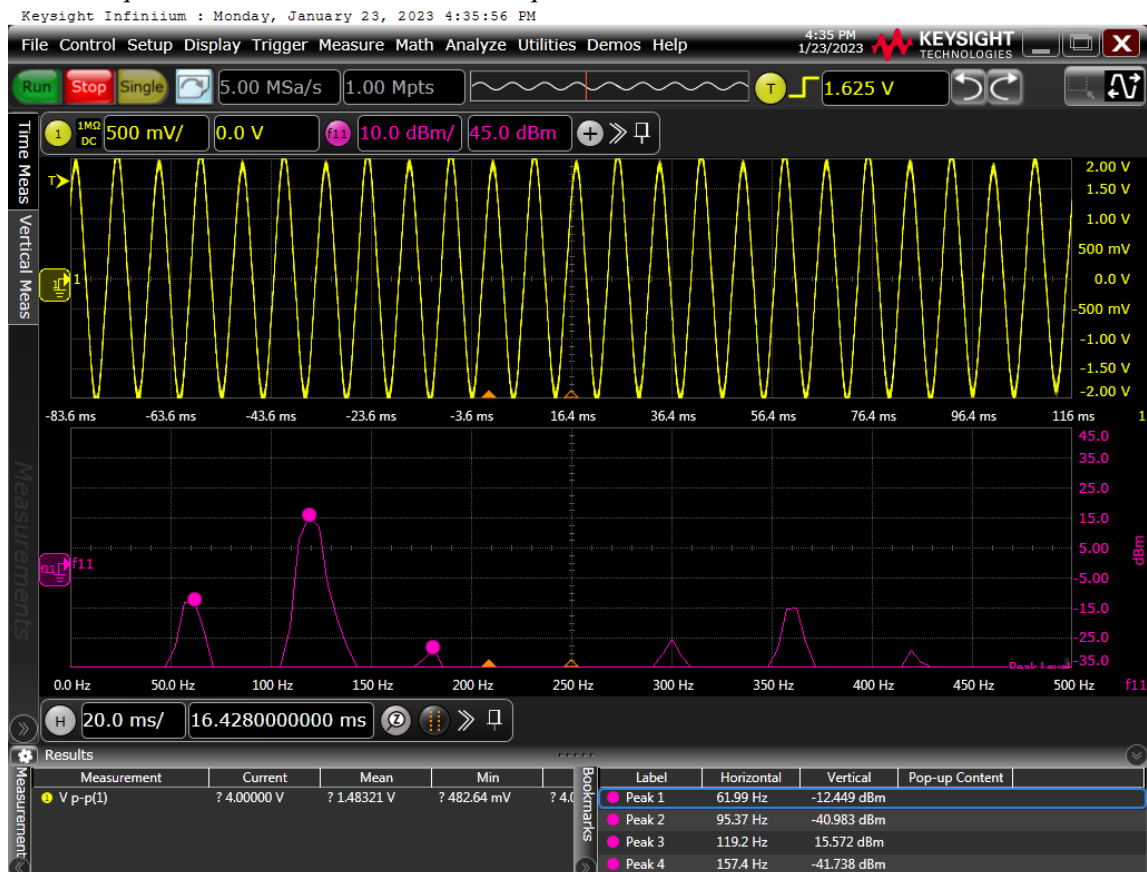
4.3.2 Resultados utilizando o sensor com fibra multimodo

O campo magnético causado pela corrente elétrica alterna em uma frequência de 60Hz, A fibra vibra com a frequência de 60 Hz, todavia o efeito da distorção da fibra na interferência multimodal não é sensível à direção da distorção. Assim, estando a fibra estendida na posição mais próxima da bobina (pico de distorção) ou na posição mais afastada da bobina (pico de distorção), o efeito na interferência multimodal é o mesmo. Dessa forma, uma distorção com frequência de 60 Hz, ocasionará uma oscilação no sinal óptico com frequência dobrada, 120 Hz . O esperado é que quanto maior a corrente aplicada, maior será o campo magnético aplicado e maior será amplitude de oscilação da fibra, pela multimodal, maior será a oscilação no potência do sinal óptico.

O sinal alcançado na saída da fibra, além de ser formado pelo efeito do campo magnético na ferrita de níquel, também era composto por ruídos oriundos do circuito eletrônico de amplificação e de perturbações mecânicas procedente do meio externo, o que comprova que o sinal não era composto por uma frequência única. Desse modo, é necessário filtrar a frequência de 120 Hz do sinal para medir tensão de pico. Para frequência abaixo e acima de 120 Hz o sinal de saída é atenuado, o circuito com a frequência de 120 Hz é adicionada um ganho ao sinal.

Em seguida foi inserido o filtro passa faixa, houve novamente um novo experimento com a montagem do sensor óptico. Na Figura 40 é demonstrado o sinal medido na saída do filtro, é possível perceber que no domínio do tempo foi permitido obter uma senóide bem definida aparentemente livre de harmônicos. Nesse uma corrente de 8 A circulava pela bobina ao fixa-la em uma distância de 1,3 cm em relação a fibra sensora.

Figura 40 – Sinal observado no osciloscópio ao utilizar o circuito eletrônico contendo o filtro passa faixa, na qual o resultante no domínio da frequência é de 120 Hz.



Fonte: Próprio Autor.

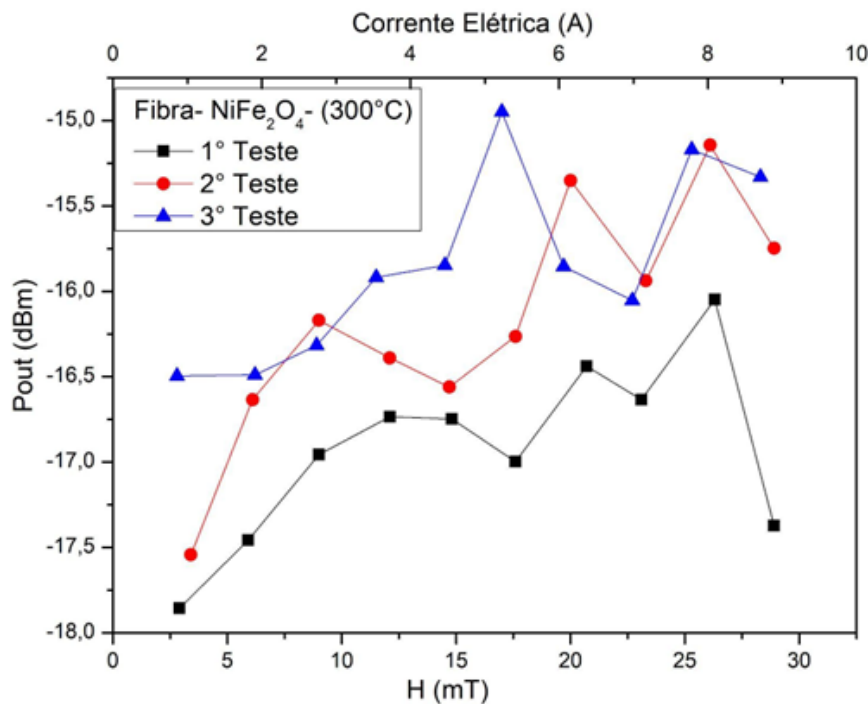
Nos experimentos do sensor multimodal foram utilizadas nanopartículas magnéticas de NiFe_2O_4 com diferentes tamanhos como elemento sensor. Os tamanhos médios dos cristalitos utilizadas foram de 2,0 nm (NiFe_2O_4 – 300 °C), 17,0 nm (NiFe_2O_4 – 500 °C) e 64,8 nm (NiFe_2O_4 – 800 °C).

Na Figura 40 mostram-se a resposta do sensor com a nanopartículas de 17,0 nm (NiFe_2O_4 – 500 °C) com relação a tensão no fotodiodo ao ligar a saída do circuito com obtenção de dados no osciloscópio. A curva em amarelo demonstra a tensão em função do tempo e a curva em rosa expressa a potência no domínio da frequência. O valor da potência é obtido da tela do

osciloscópio. Os resultados do sensor foram relativo à intensidade óptica de saída em função da corrente, Com a variação de corrente alternada injetada na bobina de 1 a 10 A. Para o sensor com nanopartícula de 2,0 nm (NiFe_2O_4 -300°C) a potência não cresce linearmente com o campo magnético para o sensor, como mostra a Figura 41.

Foram observadas variações de aproximadamente 1,55 dBm com o aumento do campo magnético. Na Tabela 9 são apresentados os valores de potência de saída medidos em função do campo (H) e da corrente elétrica (I) os experimentos com a fibra sensora com a nanopartícula de 2,0 nm NiFe_2O_4 -300°C. Foram realizados 10 testes, mas a Tabela 9 só temos 3 para a amostra de 300°C, deliberou por escolher com uma boa coerência e um tendência de linearidade.

Figura 41 – A resposta do sensor não é linear nessa região de campo magnético para a nanopartícula de 2,0 nm. Os três testes foram realizados sem desmontar o aparato experimental e um imediatamente após o outro. A sensibilidade foi de $0,50 \pm 0,70$. A distância entre a fibra e o solenóide foi de 1,3 cm.

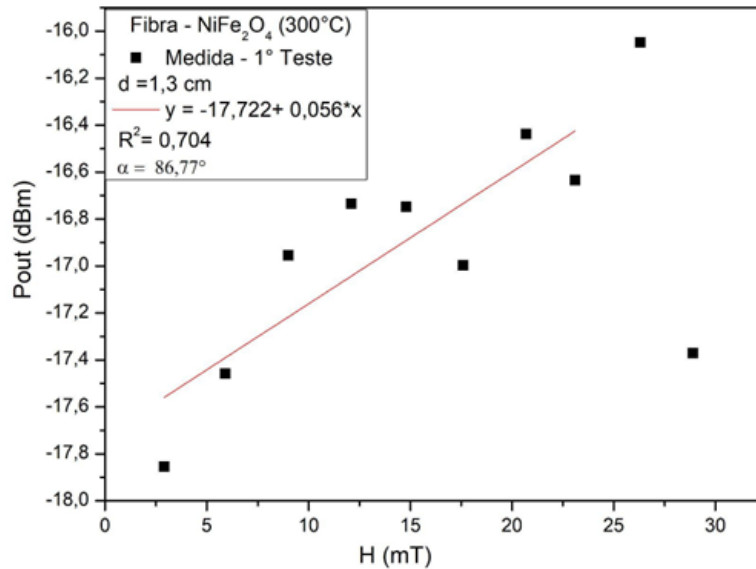


Fonte: Próprio Autor.

Observando a resposta do sensor para cada teste nas Figuras 42, 43 e 44 obteve com a regressão linear, com coeficiente de correlação inferior ($R^2 \leq 0,85$), podemos concluir que cada teste expresso nas Figuras 42, 43 e 44 não teve uma boa resposta por parte do sensor, pois o valor obtido do R^2 foi inferior a 0,85 que é o valor disposto na literatura como sendo uma

resposta de bom desempenho por parte do sensor, porém isso não signifique que não seja uma resposta satisfatório, pois apesar de não ser o resultado esperado, o sensor obteve uma resposta.

Figura 42 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe₂O₄ (300 °C), 1° Teste .



Fonte: Próprio Autor.

Essa função é descrita pelo tipo $y = a + bx$ (linha de tendência), na qual a inclinação das retas é a sensibilidade do sensor por definição, porque oferece a variação na saída por variação na entrada. Na qual o critério importante é a sensibilidade do sensor. Normalmente, uma alta sensibilidade é mais favorável em aplicações práticas.

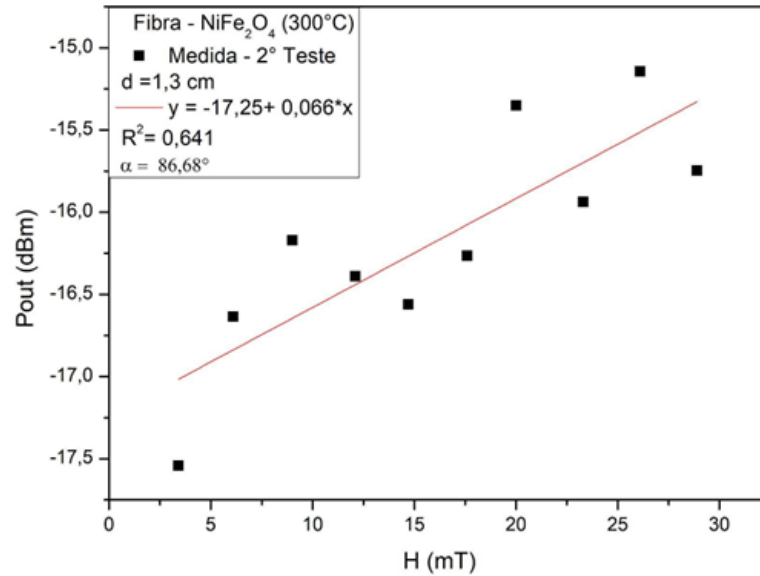
(SOUZA *et al.*, 2018) apresentou que a sensibilidade do sensor (S) é possível ser calculada por meio de uma variação da potência de saída (P) por a variação do campo magnético aplicado (H), conforme é visto na equação 4.1.

$$S = \frac{P_2 - P_1}{H_2 - H_1} \quad (4.1)$$

entende-se que os valores de P_1 e P_2 são conseguidos pelo os dois campos magnéticos diferentes, H_1 e H_2 de modo respectivo. Através da função logarítmica o resultado alcançado é um decibéis (dB/mT).

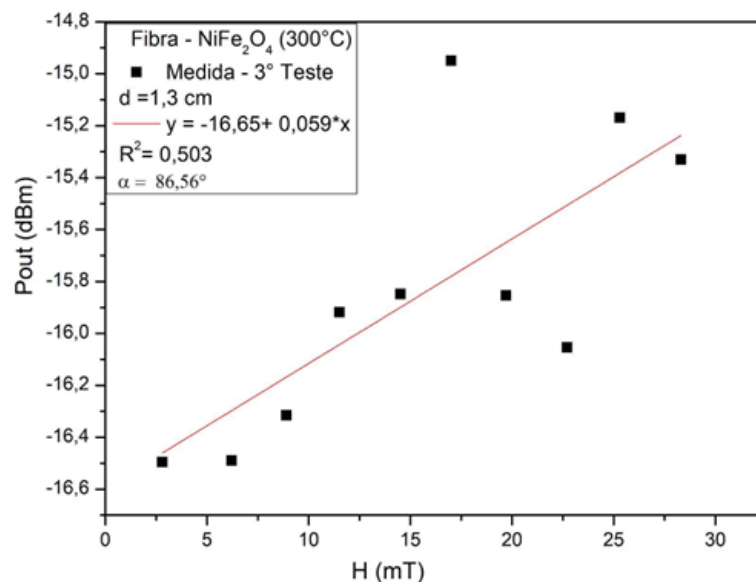
A Tabela 9 mostra os resultados obtidos dos experimentos com a fibra óptica com NiFe₂O₄ – 300 °C. Pode-se observar que (ΔH) são variações do campo magnético e (ΔP_{out}) é a

Figura 43 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe_2O_4 (300 °C), 2° Teste .



Fonte: Próprio Autor.

Figura 44 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe_2O_4 (300 °C), 3° Teste .



Fonte: Próprio Autor.

potência de saída são apresentados no momento em que é aplicada a menor e a maior corrente. A função de regressão, o coeficiente de correlação que é (R^2), ângulo de inclinação da reta e a

sensibilidade .

Tabela 9 – Resposta do sensor com fibra óptica com NiFe₂O₄ (300°C).

Teste	ΔH (mT)	ΔP_{out} (dBm)	R^2	θ	S(dBm/mT)
1	28,9	1,21	0,704	86,77	0,04
2	28,9	1,15	0,641	86,68	0,03
3	28,3	2,18	0,503	86,56	0,08
VM	28,7	1,55	-	-	0,05

Fonte: Próprio Autor.

A potência de saída cresce linearmente com o campo magnético para o sensor com nanopartícula de 17 nm, ao contrário do que acontece com o sensor com nanopartícula 2,0 nm, como mostra a Figura 45.

Na Tabela 10 estão listados os valores medidos de potência em função do campo magnético para uma distância fixa de 1,3 cm entre fibra e bobina. Quanto à variação do sinal de saída do sensor, foram observadas variações de aproximadamente 16,26 dB com o aumento do campo magnético. A Tabela 10 apresenta os valores de potência de saída (P_{out}) medidos em função do campo magnético (H) e da corrente elétrica (I) nos experimentos com a fibra sensora com nanopartículas de 17,0 nm (NiFe₂O₄ – 500 °C), Foram feitos 10 Testes. Foi utilizados os mesmos processo a fibra sensora de (300°C). Os teste a 500°C, podemos analisar que não houve saturação de potência de saída, no intervalo que foi usado. Pode-se observar na tabela que os valores apenas cresceram. Diante desses valores foi possível fazer uma curva de regressão com coeficiente de correlação.

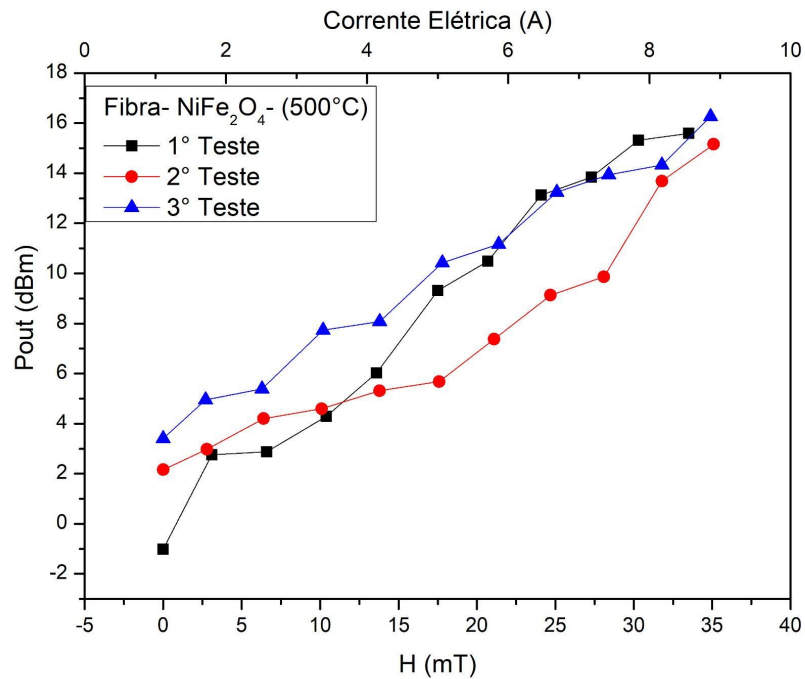
É possível observar na Figura 45 que a resposta do sensor é linear . Pode-se observar que a resposta do sensor para cada teste da nanopartícula NiFe₂O₄ com tamanho de 17,0 nm é mostrado nas Figuras 46, 47 e 48 . Na qual são considerados os valores medidos no intervalo de 1 a 10 A, todas essas medidas são apresentadas na Tabela 10. Na qual assim foi feitas curvas de regressão com coeficiente de correlação superior ($R^2 \geq 0,97$). A Tabela 10 mostra os resultados obtidos dos experimentos com a fibra óptica com NiFe₂O₄ – 500 °C.

Tabela 10 – Resposta do sensor com fibra óptica com NiFe₂O₄ (500°C).

Teste	ΔH (mT)	ΔP_{out} (dBm)	R2	θ	S (dBm/mT)
1	33,5	16,59	0,977	10,04	0,49
2	33,1	12,99	0,917	51,89	0,39
3	34,9	12,86	0,988	74,57	0,37
VM	33,83	14,15	-	-	0,42

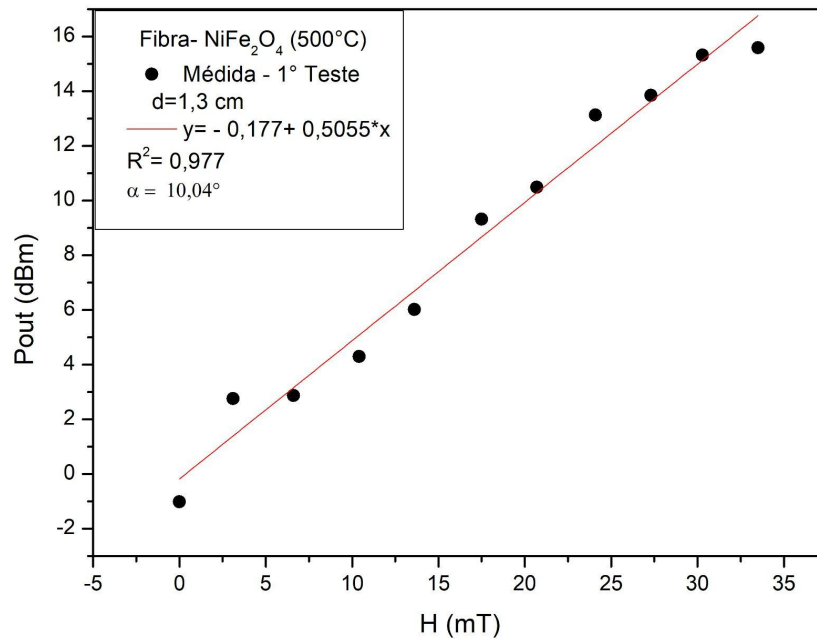
Fonte: Próprio Autor.

Figura 45 – A resposta do sensor é linear nessa região de campo magnético para a nanopartícula de 17 nm. Os três testes foram realizados sem desmontar o aparato experimental e um imediatamente após o outro. A sensibilidade foi de $0,37 \pm 0,49$. A distância entre a fibra e o solenóide foi de 1,3 cm.



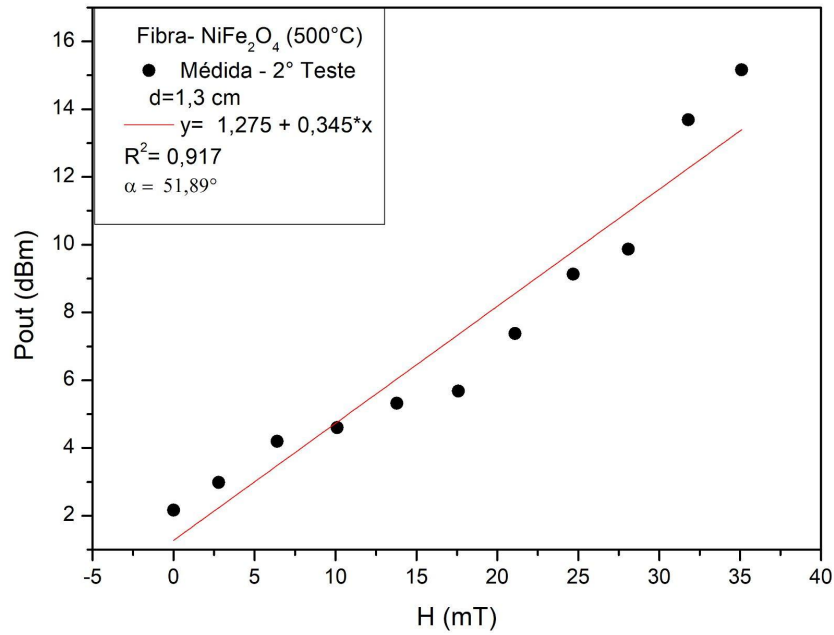
Fonte: Próprio Autor.

Figura 46 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe_2O_4 (500 °C), 1º Teste .



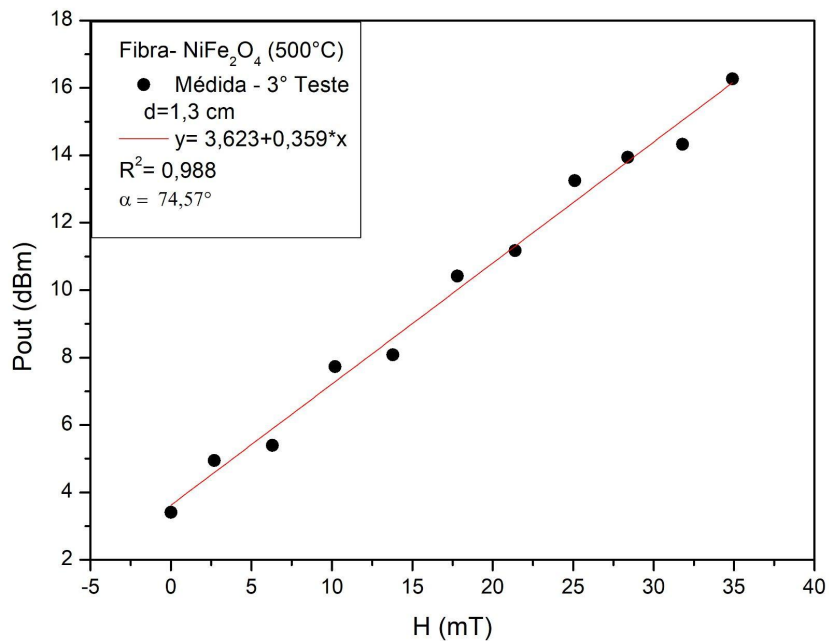
Fonte: Próprio Autor.

Figura 47 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe_2O_4 (500°C), 2º Teste .



Fonte: Próprio Autor.

Figura 48 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe_2O_4 (500°C), 3º Teste .



Fonte: Próprio Autor.

Foram observadas variações de aproximadamente 20,0 dBm com o aumento do campo magnético. Foram feitos os mesmos processos para a fibra sensora com $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 500^\circ\text{C}$. Os testes foram efetuados com esta fibra não houve saturação da potência de saída, no intervalo

de 1 a 10 A, na qual o campo máximo que foi utilizadas nos experimentos foram de 10A. Em que os valores de potência de saída somente cresceram. A Tabela 11 apontam os valores de potência de saída campo magnético (H) os experimentos com a fibra sensora com as nanopartículas de 64,8 nm.

A Tabela 11 apresenta os resultados obtidos dos experimentos com a fibra óptica com $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$. Na quais os valores apresentados das variações do campo magnético (ΔH) e da potência de saída (ΔP_{otu}). Na Tabela 11 a sensibilidade foi calculada utilizando a equação 4.1, mas também pode ser dada a partir do coeficiente angular do ajuste da curva. Na Figura 49, pode-se observar os três testes da amostra a 800°C .

Percebe-se nos testes do sensor um fenômeno denominado de saturação, a mesma ocorre quando o sensor atinge o limite superior da sua potência de saída em relação ao campo magnético não podendo mais registrar valores mais altos. De outra maneira, quando um sensor está saturado, ele fornece leituras máximas, independentemente de o fenômeno que está sendo medido continuar aumentando.

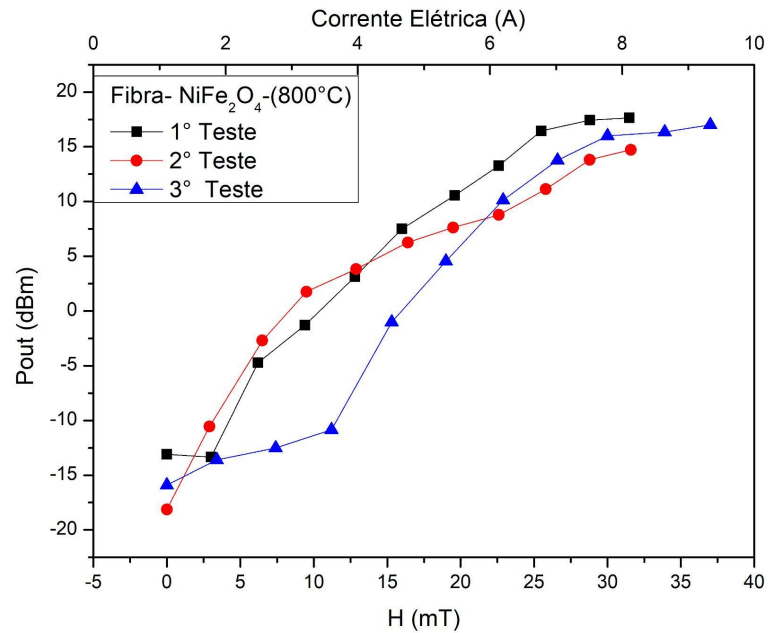
Diferenciando-se da saturação do sensor, a saturação magnética de nanopartículas refere-se ao ponto em que nanopartículas magnéticas atingem sua capacidade máxima de magnetização. Este fenômeno é influenciado pelo tamanho e composição das nanopartículas. Em nanopartículas magnéticas, a saturação magnética pode ocorrer em tamanhos muito menores do que nos materiais macroscópicos. Isso acontece porque, em escalas nanométricas, as propriedades magnéticas podem ser fortemente afetadas pela superfície e pela quantidade de átomos que compõem a nanopartícula.

A saturação magnética é o ponto em que um material magnético não pode mais ser magnetizado, mesmo quando exposto a um campo magnético externo mais forte. Isso ocorre quando todos os dipolos magnéticos no material estão alinhados na mesma direção e não podem mais ser orientados adicionalmente. Cada material tem sua própria saturação magnética, que é uma propriedade intrínseca do material e é importante em aplicações como na fabricação de núcleos de transformadores e dispositivos magnéticos.

Nas Figuras 50, 51 e 52 temos os gráficos dos testes $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$. Nas Tabelas 9, 10 e 11 estão mostrando valores na qual é possível compreender que a sensibilidade do sensor está associada com o tamanho do cristalito e a magnetização da nanopartícula. Pode-se observar a Figura 53.

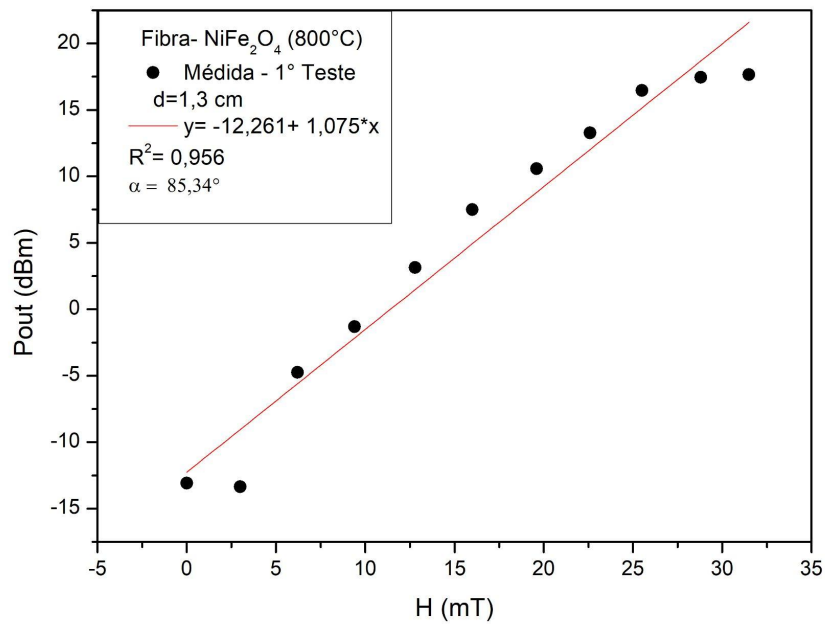
Pode-se perceber que quanto maior o tamanho da nanopartícula, maior a magnetiza-

Figura 49 – A resposta do sensor é linear nessa região de campo magnético para a nanopartícula de 64,8 nm. Porém houve saturação, os três testes foram realizados sem desmontar o aparato experimental e um imediatamente após o outro. A sensibilidade foi de $0,89 \pm 0,96$. A distância entre a fibra e o solenóide foi de 1,3 cm.



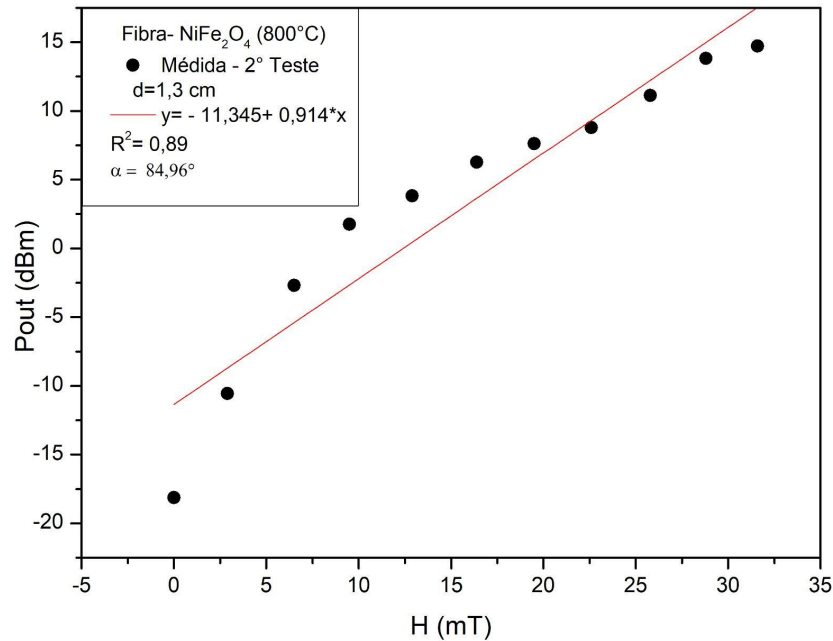
Fonte: Próprio Autor.

Figura 50 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe_2O_4 (800 °C), 1° Teste .



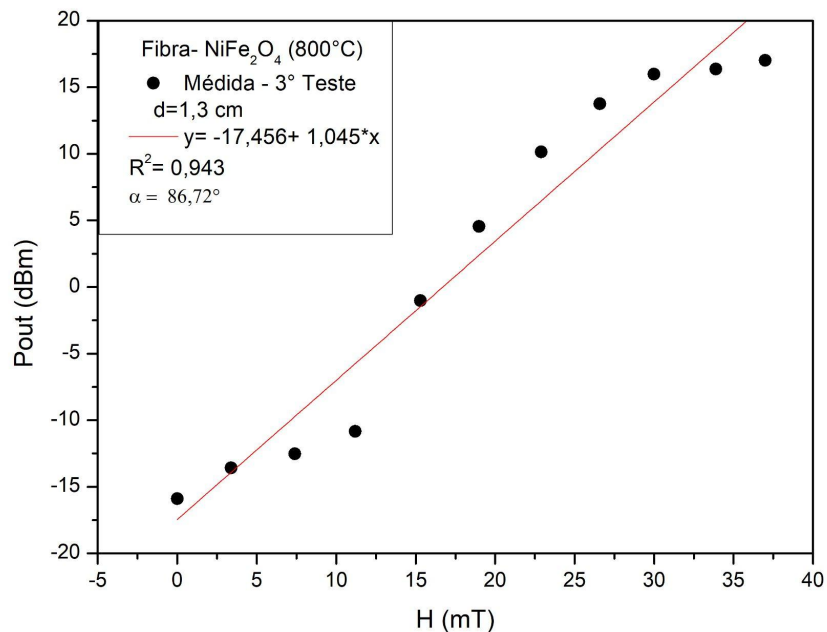
Fonte: Próprio Autor.

Figura 51 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe_2O_4 (800°C), 2º Teste .



Fonte: Próprio Autor.

Figura 52 – Resposta do sensor óptico com relação a campo magnético em função da potência de saída para fibra óptica com NiFe_2O_4 (800°C), 3º Teste .



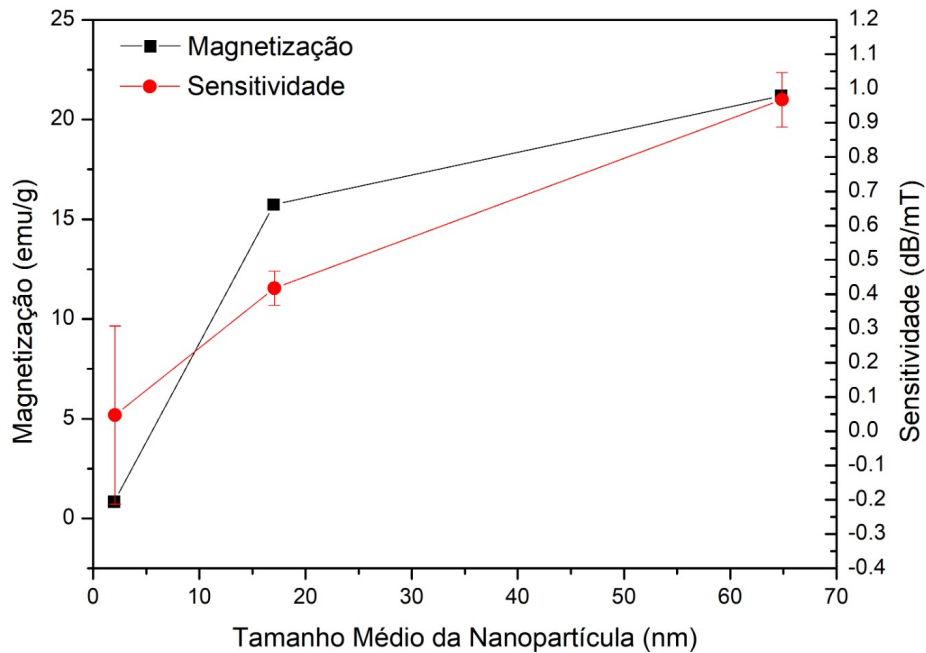
Fonte: Próprio Autor.

ção dela e, por decorrência, maior a sensibilidade na Tabela 12, dessa maneira é visível tanto pelo valor calculado para a sensibilidade, como também pelo ângulo de inclinação da reta, que é considerada a medida da sensibilidade do sensor. Na qual é importante salientar que essa relação

Tabela 11 – Resposta do sensor com fibra óptica com NiFe₂O₄ (800°C).

Teste	ΔH (mT)	ΔP_{out} (dBm)	R2	θ	S (dBm/mT)
1°	31,5	30,72	0,96	85,34	0,97
2°	31,0	32,85	0,89	84,96	1,05
3°	37,0	32,90	0,94	86,72	0,89
VM	31,16	32,15	-	-	0,97

Fonte: Próprio Autor.

Figura 53 – A sensibilidade do sensor e Magnetização da nanopartícula de NiFe₂O₄ em função do tamanho médio da nanopartícula.

Fonte: Próprio Autor.

da variação de potência na saída por variação de potência na entrada é válida para a NiFe₂O₄, no entanto não é possível garantir que é válida para qualquer nanopartícula, em razão que as nanopartículas têm suas características específicas e magnetização, no entanto pode-se precisar de outras condições.

Tabela 12 – sensibilidade das nanopartículas, magnetização e tamanho médio de NiFe₂O₄.

Elemento Sensor	S (dB/mT)	M_{Hmax} (emu/g)	D (nm)
NiFe ₂ O ₄ -300 °C	0,50 ± 0,26	0,84	2,0
NiFe ₂ O ₄ -500 °C	0,42 ± 0,05	15,73	17,0
NiFe ₂ O ₄ -800 °C	0,97 ± 0,08	21,20	64,8

Fonte: Próprio Autor.

Normalmente, os sensores ópticos fundamentam-se na emissão de um feixe de luz

que é detectado por uma célula fotossensível, nas quais são capazes de ser, um fotodiodo, um fototransistor, entre outros. Na qual o sinal luminoso remetido é convertido para o domínio elétrico. O autor (NASCIMIENTO, 2013), aponta algumas características específicas que são aplicadas para denominar um sensor, dos quais são mostrados a seguir.

Precisão: mensura o grau de reprodutibilidade dos experimentos feitos.

Sensibilidade: inclinação da curva de calibração, isto é, seja ela contínua ou não ao longo da gama de medição.

Exatidão: mensura o valor máximo de saída do sensor em verificação com o valor real.

Linear: quando a conexão do sinal de entrada e da saída se aproxima de uma reta ideal.

Histerese: no entanto o experimento é repetido mas o valor de saída medido sofre um desvio mesmo que o valor de excitação seja igual.

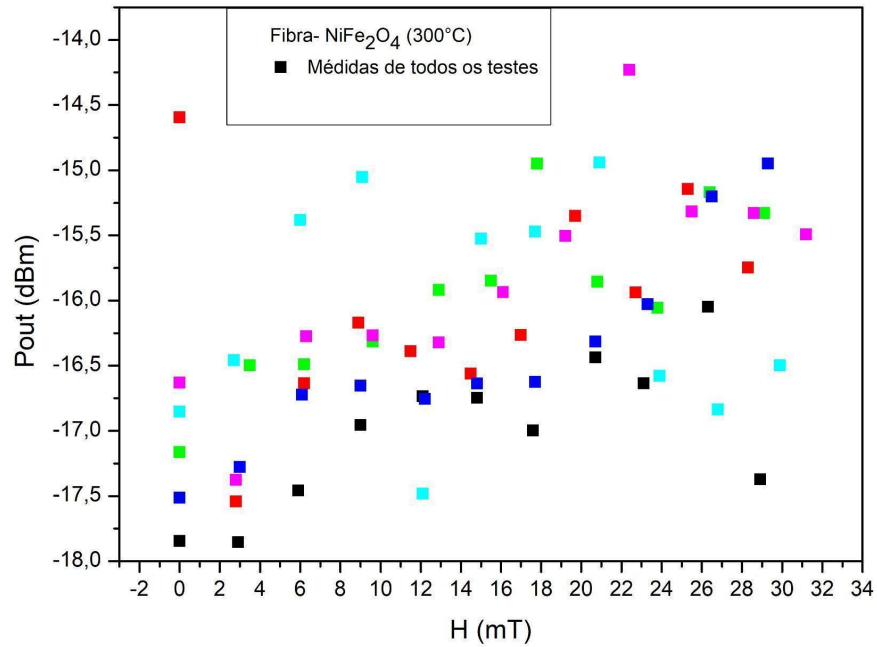
offset: quando o sinal de saída é diferente de zero mesmo que o sinal de entrada seja nula.

Na literatura o autor (ARAUJO, 2021) propôs a seguinte hipótese, que quanto maior for a magnetização da amostra, maior a oscilação da fibra e por consequência maior a potência de saída. Seguindo esse raciocínio, a saturação ocorreria quando a magnetização da amostra fosse muito alta. No entanto para a fibra sensora com $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 300^\circ\text{C}$, quando aumentava o campo aplicado, a tendência que a potência de saída crescia, visto que a magnetização é bem pequena comparado com a de $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 500^\circ\text{C}$ e $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$. Porém, os resultados obtidos para as fibras sensores com $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 500^\circ\text{C}$ e $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 800^\circ\text{C}$, podemos observar que elas mostram valores de magnetização próximas, de 15,73 emu/g e 21,20 emu/g. Observa-se que os valores médios da sensibilidade da fibra NiFe_2O_4 cresceram na ordem do tamanho do cristalito.

Foram realizados um conjunto de testes sobre as amostras de estudo nas (Figuras 54, 55 e 56). No qual pode-se observar que há uma diferença nos valores de potência de saída a campo zero, nas quais tendo variações de aproximadamente 15 e 20 dBm, para as nanopartículas calcinadas a 500°C e 800°C , podemos analisar a resposta do sensor para cada temperatura.

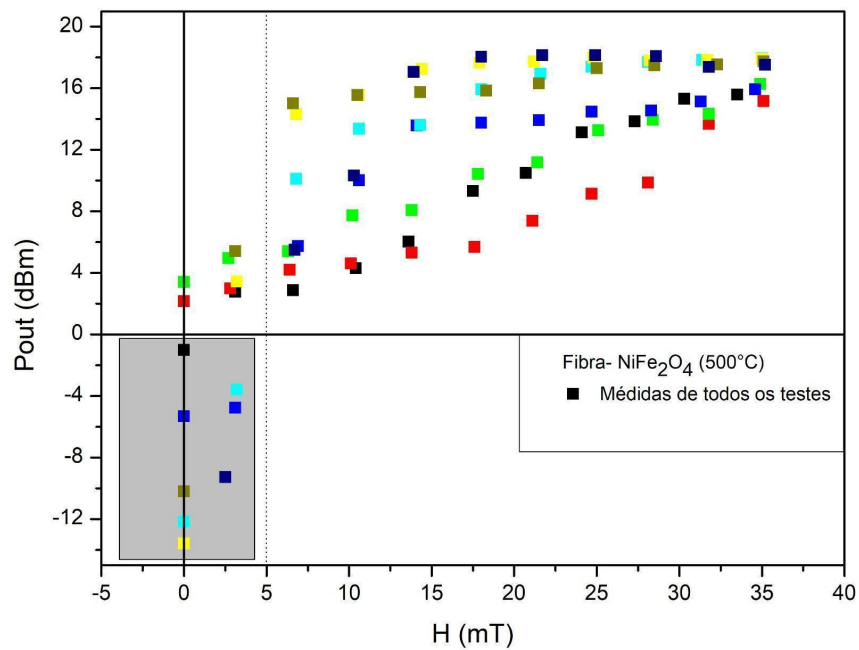
No entanto podemos perceber que a amostra de $\text{NiFe}_2\text{O}_4 - 300^\circ\text{C}$, os pontos estão dispersos pode-se observar que não tem uma boa linearidade. Porém foi possível perceber que a potência aumenta muito pouco, na qual pode-se concluir que a fibra de 300°C não da pra analisar

Figura 54 – Conjunto de testes realizados no sensor multimodal utilizando nanopartículas de NiFe_2O_4 calcinadas a 300°C .



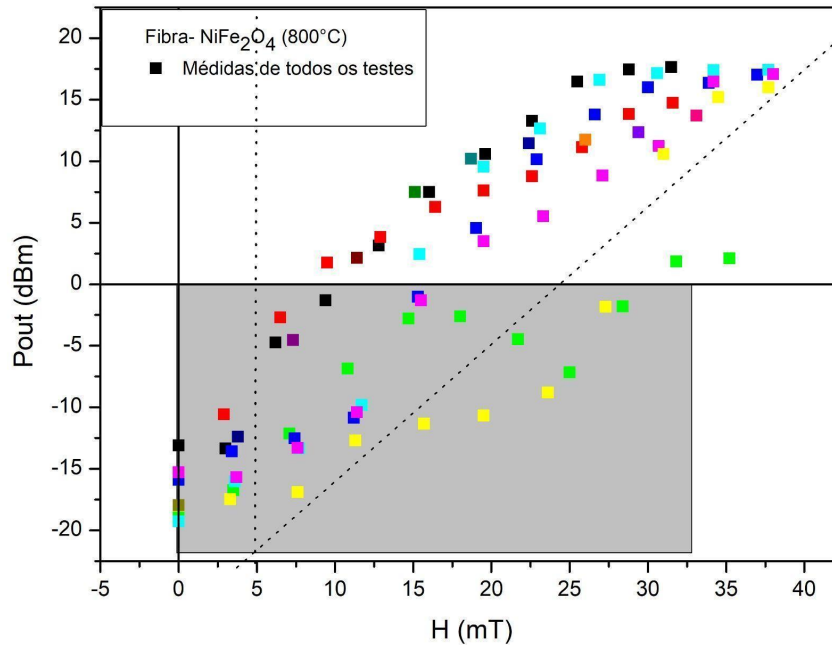
Fonte: Próprio Autor.

Figura 55 – Conjunto de testes realizados no sensor multimodal utilizando nanopartículas de NiFe_2O_4 calcinadas a 500°C .



Fonte: Próprio Autor.

Figura 56 – Conjunto de testes realizados no sensor multimodal utilizando nanopartículas de NiFe_2O_4 calcinadas a 800°C .



Fonte: Próprio Autor.

no sensor porque praticamente não tem sensibilidade.

Pode-se observar a Figura 55, que a amostra de NiFe_2O_4 - 500°C , mostrou ter uma boa resposta do sensor, na qual temos uma boa linearidade. Já a amostra de 800°C podemos analisar a Figura 56, em que foi possível obter uma resposta boa no sensor, mostrou uma boa linearidade. Foi possível perceber que a hipótese (ARAÚJO, 2021), confirmou essa possibilidade, pois podemos observar nas (Figuras 54, 55 e 56).

4.4 Investigação de comparações de sensores com relação ao estado da arte.

Nesta seção são apresentados valores de sensibilidade encontrados na literatura, conforme analisar a sensibilidade do sensor proposto uma relação de comparação entre o protótipo de medição de corrente/campo magnético utilizando a estrutura (SM-MM) e os demais trabalhos descritos na literatura.

Podemos observar na Tabela 13 que são apresentados uma análise de estudo comparativo com alguns resultados encontrados pelo progresso dos respectivos trabalhos. Na segunda coluna foram colocados as estruturas de cada setup, já na terceira coluna é exposto a faixa de detecção de campo magnético e na quarta coluna mostrados os valores das sensibilidade para

cada sensor obtidas.

Tabela 13 – Análise de resultados comparativos da literatura.

Autor	Método	Range de detecção	sensibilidade
(MAIA, 2020)	SMF-MMF	4,49 a 12,57mT	1,28 dB/mT
(SOUZA <i>et al.</i> , 2018)	MZI e Ferrita de níquel	<0,75 mT	66,7 dB/mT
(ARAUJO, 2021)	MZI e Ferrita de níquel	12,0 mT	2,49 dB/mT
(HUANG <i>et al.</i> , 2017)	SMS e FM	8,70 a 20,70 mT	0,97 dB/mT
Este trabalho (2023)	SMF-MMF e Ferrita de níquel	2,5 a 35,0 mT	0,97 dB/mT

Fonte: Próprio Autor.

Ao relacionar a sensibilidade obtidas na literatura com a deste trabalho, podemos observar na Tabela 13, é possível evidenciar que o presente trabalho apresentou uma sensibilidade que está de acordo com a literatura.

Os autores (SOUZA *et al.*, 2018) e (ARAUJO, 2021) também alcançaram uma sensibilidade mais elevada, contudo a faixa de medição da intensidade de campo magnético é menor, por exemplo o trabalho proposto por (SOUZA *et al.*, 2018), a sensibilidade foi excelente, no entanto para o campo abaixo de 0,75 mT.

5 CONCLUSÕES

Nesta dissertação, o nosso objeto de estudo é um sensor de campo magnético e corrente que encaminhou-se com base no efeito de interferência multimodal, na qual o elemento sensor foi a ferrita de níquel (NiFe_2O_4), que foi sintetizada através do método Sol-gel proteico. Mediante as sínteses obtidas foram realizadas medidas técnicas como Difração de raios-X (DRX), FRX, VSM e EM, para sabermos se as amostras apresentariam características que indicassem uma boa interação com o sensor campo magnético.

Ao interagir com o campo magnético gerado por uma bobina, o elemento sensor provoca atraso entre os sinais que se propagam nos modos em que a amplitude do sinal aumenta em função do crescimento do campo. O sinal apresentado no osciloscópio afirmou que o pulso de luz é modulado pela reação oscilante do campo magnético, que conseqüentemente é uma onda senoidal.

Nos resultados encontrados, pode-se perceber que a sensibilidade do sensor aumenta com a magnetização da nanopartícula. Na qual isso acontece, porque a magnetização e a oscilação da amostra são diretamente proporcionais, isso sendo proveniente da interação do campo magnético aplicado com a magnetização induzida na mesma. Podemos analisar, que a magnetização da amostra aumenta com o tamanho de cristalito, pode-se então dizer, que a sensibilidade do sensor está relacionada a magnetização e, por consequência também ao tamanho da nanopartícula. Uma hipótese que a largura da histerese magnética tem influência direta na saturação não pode ser verificada.

6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

- » Melhorar o circuito eletrônico para aumentar a potência medida e diminuir o ruído.
- » Tentar melhorar a repetibilidade do experimento.

REFERÊNCIAS

- AGRAWAL, G. P. **Lightwave technology: components and devices**. [S.l.]: John Wiley and Sons, 2004.
- ARAÚJO, M. R. **Efeito do tamanho de cristalito no sensor de campo magnético baseado no interferômetro de Mach-Zehnder com nanopartículas**. 2021. Dissertação (Mestrado em engenharia e Ciência dos Materiais)-Centro de tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza. 2021.
- ASCORBE, J.; CORRES, J. Magnetic field sensors based on optical fiber. **Fiber Optic Sensors: current status and future possibilities**, Pamplona, p. 269–299, 2017.
- AZAROFF, L. V.; BUERGER, M. J. **The powder method in x-ray crystallography**. [S.l.]: McGraw-Hill Book Company, 1958.
- BARRY, J. E. **Engenharia de cabos para redes focais**. [S.l.]: Elsevier, 2000.
- BASSALO, J. M. F. A crônica da física do estado sólido: Iv. magnetismo. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, Belém, v. 16, p. 1–4, 1994.
- BENRABAA, R. *et al.* Nickel ferrite spinel as catalyst precursor in the dry reforming of methane: synthesis, characterization and catalytic properties. **Journal of Natural Gas Chemistry**, Elsevier, v. 21, n. 5, p. 595–604, 2012.
- BID, S.; SAHU, P.; PRADHAN, S. K. Microstructure characterization of mechanosynthesized nanocrystalline NiFe₂O₄ by Rietveld's analysis. **Physica E: low-dimensional systems and nanostructures**, Hooghly, v. 39, n. 2, p. 175–184, 2007.
- BISHNU, P. P. **Guided wave optical components and devices**. [S.l.]: Academic press, 2006.
- BLEICHER, L.; SASAKI, J. M.; SANTOS, C. O. P. **Development of a graphical interface for the Rietveld refinement program DBWS**. 2000. Disponível em: <http://www.raiosx.ufc.br/site/wp-content/uploads/downloads/2013/01/apostila.pdf>. Acesso em: 06 nov. 2022.
- BRINKER, C.; SCHERER, G. W. **Sol-gel science: the physics and chemistry of sol-gel processing**. [S.l.]: Academic press, 2013.
- CAMEJO, Y. M. **Estudo das propriedades magnéticas da Cromita de Európio dopada com Hólmio**. 2021. Tese (Doutorado em Física) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife. 2021.
- CASTILLO-CASTAÑEDA, E. Detecção de desgaste on-line de ferramentas de fresagem usando um sensor de fibra óptica de deslocamento. **JART**, Santiago de Queretaro, v. 1, n. 2, p. 164 – 174, 2003.
- CHANG, D. C.; KUESTER, E. F. A hybrid method for paraxial beam propagation in multimode optical waveguides. **Transactions on Microwave Theory and Techniques**, Boulder, v. 29, n. 9, p. 923 – 933, 1981.
- COSTA, A. C. F. M. *et al.* Análise estrutural e morfológica de ferrita NiFe₂O₄ dopada com cromo. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, Campina Grande, p. 6–10, 2011.

- COTTON, F. A.; WILKINSON, G. **Química inorgânica básica**. [S.l.]: LTC, 1978.
- CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to magnetic materials**. 2. ed. [S.l.]: IEEE Press Editorial, 2009.
- CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Elementos de difração de raios-X**. [S.l.]: IEEE Press Editorial, 2015.
- DAVID L.N; MICHAEL, M. **Princípios de bioquímica**. [S.l.]: Reverte, 1998.
- DIAS, B. L. **Síntese, caracterização e nanoestruturação de esferas funcionais submicrométricas**. 2011. Dissertação (Mestrado em Física) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências Físicas e Matemáticas, Programa de Pós-Graduação em Física, Florianópolis. 2011.
- DOMENICHINI, B.; CAILLOT, T. Sintering of Fe₂NiO₄ with an internal binder: a way to obtain a very dense material. **Acta materialia**, Elsevier, v. 51, n. 16, p. 4815–4821, 2003.
- DORMANN, J. L.; FIORANI, D.; TRONC, E. Magnetic relaxation in fine particle systems. **Adv Chem Phys.**;98:283–494, Wiley Online Library, v. 98, p. 283–494, 1997.
- FARIA, R. N.; LIMA, L. F. C. P. **Introdução ao magnetismo dos materiais**. [S.l.]: Editora Livraria da Física, 2005.
- FONER, S. The vibrating sample magnetometer: Experiences of a volunteer. **Journal of applied physics**, American Institute of Physics, v. 79, n. 8, p. 4740–4745, 1996.
- FONSECA, L. H. M. *et al.* Structural, magnetic, and electrochemical properties of poly(o-anisidine)/maghemite thin films. **Mater Chem Phys**, Maringá, v. 97, p. 252–5, 2006.
- FREITAS, V. F. **Mecanosíntese e caracterizações ferróicas de cerâmicas de (1-x) BiFeO₃-(x)PbTiO₃**. fl. 119. 2009. Tese (Doutorado em Física) - Universidade Estadual de Maringá, 2009.
- GAGLIOTI, S. F.; PONTES, M. J. Aplicação do interferômetro de Sagnac para detecção de perturbações mecânicas e localização. **Blucher Physics Proceedings**, Vitória, v. 1, n. 2, p. 79–80, 2014.
- GOMES, J. A. *et al.* Rietveld structure refinement of the cation distribution in ferrite fine particles studied by X-ray powder diffraction. **Journal of magnetism and magnetic materials**, Elsevier, v. 289, p. 184–187, 2005.
- GONÇALVES, N. S. *et al.* Size-strain study of NiO nanoparticles by X-ray powder diffraction line broadening. **Materials Letters**, Elsevier, v. 72, p. 36–38, 2012.
- GREWOOD, N. N.; GIBB, T. C. **Mossbauer spectroscopy**. [S.l.]: Chapman and Hall Ltd, 1971.
- GUTLICH, P.; BILL, E.; TRAUTWEIN, A. X. **Mossbauer spectroscopy and transition metal Chemistry: fundamentals and applications**. [S.l.]: Springer, 2011.

- HASTINGS, M. C.; CHIU, B.; NIPPA, D. W. Engineering the development of Optical Fiber Sensors for adverse environments. **Nuclear Engineering and Design**, Columbus, v. 167, p. 239–249, 1997.
- HUANG, Y. *et al.* A highly sensitive intensity-modulated optical fiber magnetic field sensor based on the magnetic fluid and multimode interference. **Journal Of Sensor**, Hindawi, v. 2017, 2017. Disponível em: <https://www.hindawi.com/journals/js/2017/9573061/>. Acesso em: 10 set. 2023.
- IRUJO, T. **Optical fiber in premises applications**. [S.l.]: OFS FURUKAWA COMPANY, 2006.
- JAMES, R. W. **The optical principles of the diffraction of X-rays, the crystalline state**. [S.l.]: G. Bell and Sons Ltd, 1962. v. 11.
- KLEMBA, F.; KAMIKAWACHI, R. C.; ROSADO, R.; KULLER, F.; MULLER, M.; FABRIS, J. L. Sensores a fibra ótica para detecção de hidrocarbonetos e monitoração da temperatura em polidutos. **Congresso brasileiro de P&D em petróleo e gás, salvador. Anais[...]**, p. 1–9, 2005.
- LARSON, A. C.; DREELE, R. B. V. General structure analysis system (gsas). **Report IAUR**, p. 86–748. Disponível em: <https://personal.ems.psu.edu/~ryba/coursework/Advanced%20Powder%20Diffraction/GSASManual.pdf>. Acesso em: 10 ago. 2022.
- LEE, B. Review of the present status of optical fiber sensors. **Optical Fiber Technology**, Seoul, Coreia do Sul, v. 9, p. 57–79, 2003.
- MACEDO. A. M e SASAKI. M. J. **Processo de Fabricação de pós Nanoparticulados**. Depositante: RENAMI/cnpQ.PI n. 0203876-5. Depósito: 24 de setembro de 2002. Concessão: 25 de maio de 2004.
- MAAZ, K. *et al.* Synthesis and magnetic characterization of nickel ferrite nanoparticles prepared by co-precipitation route. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Islamabad, v. 321, p. 1838–1842, 2009.
- MAIA, A. O. G. **Síntese de nanopartículas de NiO por gelatina comestível**. 2005. Dissertação (mestrado em física) – Universidade Federal do Ceará, Pós-Graduação em Física, Fortaleza. 2005.
- MAIA, L. S. P. **Sensor de corrente elétrica e campo magnético alternados utilizando modulação da luz pela interferência multimodal em fibras ópticas**. 2020. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Telecomunicações) - Departamento de Telemática. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, Fortaleza. 2020.
- MANIAMMA, K.; MADHU, G.; BIJU, V. X-ray diffraction line profile analysis of nanostructured nickel oxide: Shape factor and convolution of crystallite size and microstrain contributions. **Physica E: low-dimensional systems and nanostructures**, Thiruvananthapuram, v. 85, p. 214–222, 2017.
- MCKELVEY, J. P. **Solid state physics for engineering and materials science**. [S.l.]: Krieger Pub Co, 1993.

- MEDEIROS, A. M. L. **Síntese e caracterização de nanopartículas de Cr₂O₃ através do método sol-gel protéico**. 2007. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Departamento de Engenharia Metalúrgica e Ciências de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza. 2007.
- MEJIA-ARANDA, A. *et al.* Fiber Optic Pressure Sensor of 0-0.36 psi by Multimode Interference Technique. **Journal of applied research and technology**, Universidad Nacional Autónoma de México, v. 11, n. 5, p. 695–701, 2013.
- MENESES, C. T. *et al.* A simple route to the synthesis of high-quality NiO nanoparticles. **Journal of Nanoparticle Research**, Campinas, v. 9, p. 501–505, 2007.
- NASCIMIENTO, J. F. **Sensor multipontos de corrosão baseado em reflectometria amplificada em fibra óptica**. 2013. Tese (Doutorado em Engenharia Elétrica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica da Universidade Federal de Pernambuco, Recife. 2013.
- NASHELSKY, L.; BOYLESTAD, R. A. **YAI e KITCHENER, JA Dispositivos Eletrônicos e Teoria de Circuitos**. [S.l.]: Prentice Hall do Brasil, 2004.
- NOGUEIRA, N. A. S. **Síntese, caracterização e aplicação de nanopartículas de NiFe₂O₄ produzidas via método sol-gel protéico**. 2013. Tese (Doutorado em Engenharia e ciência dos Materiais) - Centro de tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza. 2013.
- PALLÁS, R. A. **Sensores y Acondicionadores de Senal**. [S.l.]: Alfaomega - Marcombo, 2008.
- PERRON, H. *et al.* Structural investigation and electronic properties of the nickel ferrite NiFe₂O₄: a periodic density functional theory approach. **Journal of Physics: condensed matter**, Publishing IOP, v. 19, n. 34, p. 346219, 2007.
- PINTO, P. V. **Síntese de nanopartículas de ferrita de cobalto pelo método sol-gel protéico utilizando gelatina como precursor orgânico e caracterização estrutural e magnética**. 2011. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Física) - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza. 2011.
- PIRES, J. **Fibras ópticas**. [S.l.]: Editora Appris, 2003.
- PUJAR, R. B. *et al.* Compositional, temperature and frequency dependence of initial permeability in zr 4+ substituted mg-zn ferrites. **Journal of materials science letters**, Springer, v. 16, p. 1668–1669, 1997.
- RANA, G. *et al.* Recent advances on nickel nano-ferrite: a review on processing techniques, properties and diverse applications. **Chemical engineering research and design**, Sultanpur, p. 182–208, 2021.
- RIETVELD, H. M. Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement. **Acta Crystallographica**, International Union of Crystallography, v. 22, n. 1, p. 151–152, 1967.

ROCO, M. C. Broader societal issues of nanotechnology. **Journal of nanoparticle research**, Springer, v. 5, p. 181–189, 2003.

SANTOS, C. O. P. **Aplicações do método de Rietveld e potencialidades do método de Scarlett-Madsen**. Instituto de Química, UNESP, 2009. Disponível em: https://noxconsultoria.com.br/labcacc/aulas/textos/Aplicacoes_do_metodo_de_Rietveld.pdf. Acesso em: 11 fev. 2022.

SCHETTINO, J. M. A. **Obtenção e caracterização de nanopartículas magnéticas inseridas em materiais carbonosos porosos a partir da decomposição do pentacarbonil ferro**. 2009. Tese (Doutorado em Física) - Universidade Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências Exatas, Vitória. 2009.

SENIOR, J. M. **Optical fiber communications: principles and practice, transmission characteristics of optical fibers**. [S.l.]: LIMITED, 2009.

SIDDIQUE, M.; BUTT, N. M. Effect of particle size on degree of inversion in ferrites investigated by mossbauer spectroscopy. **Physica B**, Islamabad, v. 405, p. 4211–4215, 2010.

SILVA, G. A. **Introdução à nanotecnologia e suas aplicações na medicina**. [S.l.]: Surg Neurol, 2004. v. 61. 216–20 p.

SOARES, J. F. H. **Efeitos de superfície nas propriedades magnéticas do nanocompositos de CoFe₂O₄**. 2012. Dissertação (Mestrado em Física) - Universidade Estadual do Rio de Janeiro, 2012.

SOLDANO, L. B.; PENNING, E. C. M. Optical multi- mode interference devices based on self-imaging: principles and applications. **J. of Lightwave Technol**, IEEE, v. 13, n. 4, p. 615 — 627, 1995.

SOUZA, F. C. N.; MAIA, L. S. P.; MEDEIROS, G. M. de; MIRANDA, M. A. R.; SASAKI, J. M.; GUIMARAES, G. F. Optical current and magnetic field sensor using Mach-Zehnder interferometer with nanoparticles. **IEEE Sensors Journal**, IEEE, v. 18, n. 19, p. 7998–8004, 2018.

STIVARI, S. M. S. **Características de programação em uma fibra óptica multimodo de índice graduado**. 1982. Dissertação (Mestrado em Física) - Instituto de Física Gleb Wataghin, Universidade Estadual de Campinas, 1982.

THORLABS. **Benchtop Laser Diode/TEC Controller**. 2010. Disponível em: <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=ITC4005>. Acesso em: 11 maio 2023.

THORLABS. **Germanium Photodiode**. 2019. Disponível em: <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=SM05PD6A>. Acesso em: 11 maio 2023.

TOBY, B. H. Expgui, a graphical user interface for gsm. **Jornal de cristalografia aplicada**, Maryland, v. 34, n. 2, p. 210–213, 2001.

UDD, E. **Fiber optic sensor overview**. [S.l.]: Fiber optic sensors, Marcel Dekker, 1986.

WANG, J. Prepare highly crystalline NiFe₂O₄ nanoparticles with improved magnetic properties. **Materials Science and Engineering: B**, Elsevier, v. 127, n. 1, p. 81–84, 2006.

WILLIAMSON, G. K.; HALL, W. H. X-Ray line broadening from filed aluminum and wolfram. **Acta Metallurgic**, England, v. 1, p. 22–31, 1953.

WU, Q. *et al.* Singlemode-multimode-singlemode fiber structures for sensing applications - a review. **IEEE Sensors Journal**, Jiangxi, v. 21, n. 11, p. 12734–12751, 2020.

YAMACUCHI, J. Propagating Beam Analysis of Optical Waveguides. **Research Studies Press**, 2003. Disponível em: <https://cir.nii.ac.jp/crid/1130282272168267520>. Acesso em: 08 fev. 2022.

YINCAN, Y. *et al.* **Submarine optical cable engineering**. [S.l.]: Academic Press, 2018.

YOUNG, R. A.; LARSON, A. C.; PAIVA-SANTOS, C. O. **User's Guide For DBWS Tools Rietveld Analysis Of X-Ray And Neutron powder Diffraction Patterns**. [S.l.]: School of Physics, Georgia Institute of Technology, 2000.

ZHAO, Y. *et al.* A vibration-sensing system based on sms fiber structure. **Sensors and Actuators A: physical**, Elsevier, v. 214, p. 163–167, 2014.

APÊNDICE A – TABELAS

Tabela 14 – Medidas alcançadas nos experimentos da fibra sensora com NiFe_2O_4 (300° C).

	1° Teste		2° Teste		3° Teste	
	I (A)	P_{out} (dBm)	H (mT)	P_{out} (dBm)	H (mT)	P_{out} (dBm)
0	0	-17,845	0	-14,595	0	-17,513
1	2,9	-17,855	3,4	-17,542	2,8	-16,496
2	5,9	-17,458	6,1	-16,635	6,2	-16,49
3	9,0	-16,955	9,0	-16,17	8,9	-16,316
4	12,1	-16,735	12,1	-16,39	11,5	-15,919
5	14,8	-16,748	14,7	-16,561	14,5	-15,848
6	17,6	-16,997	17,6	-16,264	17,0	-14,95
7	20,7	-16,438	20,0	-15,351	19,7	-15,854
8	23,1	-16,635	23,3	-15,938	22,7	-16,054
9	26,3	-16,048	26,1	-15,144	25,3	-15,17
10	28,9	-17,371	28,9	-15,748	28,3	-15,331

Fonte: Próprio Autor.

Tabela 15 – Medidas alcançadas nos experimentos da fibra sensora com NiFe_2O_4 (500 °C)

	1° Teste		2° Teste		3° Teste	
	I (A)	P_{out} (dBm)	H (mT)	P_{out} (dBm)	H (mT)	P_{out} (dBm)
0	0	-1,011	0	2,162	0	3,407
1	03,1	2,762	02,8	2,981	02,7	4,947
2	06,6	2,872	06,4	4,198	06,3	5,392
3	10,4	4,295	10,1	4,598	10,2	7,732
4	13,6	6,022	13,8	5,316	13,8	8,077
5	17,5	9,320	17,6	5,681	17,8	10,421
6	20,7	10,488	21,1	7,374	21,4	11,171
7	24,1	13,128	24,7	9,133	25,1	13,248
8	27,3	13,845	28,1	9,865	28,4	13,939
9	30,3	15,317	31,8	13,687	31,8	14,327
10	33,5	15,588	35,1	15,158	34,9	16,266

Fonte: Próprio Autor.

Tabela 16 – Medidas alcançadas nos experimentos da fibra sensora com NiFe_2O_4 (800 °C).

I (A)	1° Teste		2° Teste		3° Teste	
	H (mT)	P_{out} (dBm)	H (mT)	P_{out} (dBm)	H (mT)	P_{out} (dBm)
0	0	-13,085	0	-18,129	0	-15,899
1	03,0	-13,343	2,9	-10,561	3,4	-13,587
2	06,2	-4,734	6,5	-2,702	7,4	-12,520
3	09,4	-1,298	9,5	1,757	11,2	-10,839
4	12,8	3,146	12,9	3,833	15,3	-1,011
5	16,0	7,497	16,4	6,267	19,0	4,553
6	19,6	10,576	19,5	7,626	22,9	10,140
7	22,6	13,277	22,6	8,778	26,6	13,767
8	25,5	16,453	25,8	11,121	30,0	15,994
9	28,8	17,450	28,8	13,822	33,9	16,358
10	31,5	17,647	31,0	14,731	37,0	17,017

Fonte: Próprio Autor.