UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS

"Susceptômetro para medidas
automáticas da susceptibilida-
de magnética AC."

RUBERLEY RODRIGUES DE SOUZA

Dissertação apresentada ao Insti-
tuto de Física e Química de São
Carlos, da Universidade de São
Paulo, para obtenção do título de
Mestre em Física Básica.

Orientador:
Prof. Dr. Cláudio José Magon

São Carlos - 1992

**IFSC UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO**
Instituto de Física e Química de São Carlos

Fone (0162) 72-6222
Fax (0162) 72-2218

Av. Dr. Carlos Botelho, 1465
Caixa Postal 369
CEP 13560.970 - São Carlos - SP
Brasil

MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE Ruberley Rodrigues de Souza
APRESENTADA AO INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS, DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, EM
30/09/1992

COMISSÃO JULGADORA:

Claudio José Magon

Prof. Dr. Claudio José Magon

Hercilio Rodolfo Rechenberg

Prof. Dr. Hercilio Rodolfo Rechenberg

Sônia Renaux Wanderley Louro

Prof. Dra. Sônia Renaux Wanderley Louro

*Dedico este trabalho a meus
pais, meus irmãos, cunhados e
sobrinhos.*

AGRADECIMENTOS

- Ao prof. Dr. Cláudio José Magon, pela orientação, apoio, paciência e principalmente pela amizade, que proporcionou um relacionamento agradável, fazendo com que as discussões resultassem em idéias construtivas ao meu engrandecimento pessoal e profissional.

- Aos profs. Drs. Maria Cristina Terrile e Máximo Siu Li, pelo empréstimo do "Lock-in" e pela amizade.

- Ao prof. Dr. Oswaldo Baffa Filho pelo empréstimo do "Dewar" de Hélio, pelas discussões esclarecedoras e pela amizade.

- Aos profs. Drs. Renê Ayres Carvalho e Otaciro Rangel Nascimento, pelas discussões esclarecedoras e pela amizade.

- Aos profs. Drs. Horácio C. Panepucci, Alberto Tannus, José Pedro Donoso Menezes, e Tito José Bonagamba, pelo apoio e pela amizade.

- À mestre Maria de Fátima Magon, pelo apoio e pela amizade.

- Ao mestre Pedro Luiz Frare Junior, pela gravação das EPROM e pela amizade.

- Ao mestre Clovis Isberto Biscegli, pelo incentivo e por sua amizade constante.

- Aos técnicos José C. Gazziro, João G. S. Filho, Odir A. Ganevarollo, José Luiz Menegazzo, Edson Luiz G. Vidotto e Mateus José Martins, pela disposição que demonstraram em ajudar quando solicitados.

- Aos técnicos da oficina mecânica, seção de transformadores e manutenção eletrônica, pelos serviços indispensáveis na realização deste trabalho.

- Aos técnicos da Baixa temperatura, pelo fornecimento de Nitrogênio e Hélio líquido.

- À srta. Leila Maria Lamon, secretária do grupo de Ressonância Magnética, por toda colaboração durante a realização deste trabalho.

- Às bibliotecárias Célia, Neuza, Sibely, Mara e Ana, pela presteza e eficiência em servir e pela amizade.

- Aos mestres Itamar José Moraes e Antônio Newton Borges, pelo incentivo e pela amizade.

- Aos meus colegas e amigos Salviano A. Leão, Paulo H. Souza, Sérgio C. Saab, Jesiel Carvalho, Marcio R. Souza, Dinis, Célia Maria e Regina Eto, pela amizade e apoio nas horas difíceis.

- Aos professores, colegas, secretárias, bibliotecárias e demais funcionários do Departamento de Física e Ciência dos Materiais, do IFQSC-USP, que contribuíram para a realização do presente trabalho.

- Aos meus familiares, que sempre me apoiaram e incentivaram, pela dedicação e amor fraternal.

ÍNDICE

LISTA DE FIGURAS	iii
LISTA DE TABELAS	viii
RESUMO	ix
ABSTRACT	x
CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO	1
1.1 - Susceptibilidade magnética	1
1.2 - Funcionamento do equipamento	7
CAPÍTULO II - TÉCNICAS DE MEDIDA DA SUSCEPTIBILIDADE MAG- NÉTICA	13
2.1 - Introdução	13
2.2 - Evolução histórica do método de indução por corrente alternada	15
CAPÍTULO III - DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO	32
3.1 - Introdução	32
3.2 - Ponte de indutância mútua	32
3.2.1 - Pré-amplificador	38
3.2.2 - Conversor DA multiplicativo	39
3.2.3 - Amplificador com realimentação	40
3.2.4 - Gerador de seno e cosseno	41
3.2.5 - Bobinas de compensação	42
3.2.6 - Controle automático	44
3.2.7 - Versão final da ponte de indutância mútua	45
3.3 - Bobinas de medida	50
3.3.1 - Bobina primária	50
3.3.2 - Bobina secundária	53
3.3.3 - Acoplamento capacitivo	55
3.3.4 - Blindagem magnética	55
3.4 - Criostato	56

3.5 - Sistema de resfriamento da amostra	59
3.5.1 - Descrição do "HELI-TRAN"	61
3.5.2 - Funcionamento do "HELI-TRAN"	64
CAPÍTULO IV - MEDIDAS E ANÁLISE DOS RESULTADOS	68
4.1 - Campo magnético aplicado na amostra	68
4.2 - Indutância mútua entre as bobinas primária e secundária	70
4.3 - Calibração do "HELI-TRAN"	70
4.4 - Calibração do Susceptômetro	73
4.4.1 - Resultados para o Sulfato de Cobre penta-hidratado	73
4.4.2 - Cálculo teórico da susceptibilidade magnética	76
4.4.3 - Cálculo da constante de calibração usando os valores dos elementos da ponte de indutância mútua	77
4.4.4 - Cálculo da constante de calibração usando dados experimentais	83
4.5 - Medida da susceptibilidade magnética do Sul- fato de Manganês mono-hidratado	85
4.6 - Estabilidade do Susceptômetro	86
CAPÍTULO V - CONCLUSÕES	88
APÊNDICE I - CAMPO MAGNÉTICO DE UM SOLENÓIDE	92
APÊNDICE II - FLUTUAÇÕES DEVIDO AO FLUXO MAGNÉTICO NA BO- BINA SECUNDÁRIA	96
APÊNDICE III - DESENVOLVIMENTO DA EQUAÇÃO DE CURIE	98
APÊNDICE IV - PROGRAMA PARA CALCULAR O CAMPO MAGNÉTICO DE UM SOLENÓIDE	103
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	112

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1.1	- Diagrama da resposta a uma excitação aplicada a um sistema físico	1
FIGURA 1.2	- Desenho esquemático de um material na presença de um campo magnético DC	2
FIGURA 1.3	- Desenho esquemático de um material na presença de um campo magnético AC	3
FIGURA 1.4	- Curvas do inverso da susceptibilidade magnética em função da temperatura para materiais: a) diamagnéticos, b) paramagnéticos, c) ferromagnéticos, d) antiferromagnéticos e e) ferrimagnéticos	4
FIGURA 1.5	- Arranjos ordenados de spins dos elétrons de materiais a) paramagnéticos, b) ferromagnéticos, c) antiferromagnéticos e d) ferrimagnéticos	6
FIGURA 1.6	- Desenho esquemático do método de auto-indutância: a) amostra no interior de uma bobina, b) circuito equivalente	7
FIGURA 1.7	- Desenho esquemático do método de indutância mútua utilizando uma bobina secundária simples.	8
FIGURA 1.8	- Desenho esquemático do método de indutância mútua utilizando uma bobina secundária com duas secções	10
FIGURA 1.9	- Princípio utilizado na medida da susceptibilidade magnética: a) diagrama do sistema, b) diagrama das voltagens	11
FIGURA 2.1	- Ponte de indutância mútua de Hartshorn	15
FIGURA 2.2	- Ponte de indutância mútua desenvolvida por Broersma	17

FIGURA 2.3	- Diagrama em bloco da ponte de indutância mútua desenvolvida por Mckim & Wolf	18
FIGURA 2.4	- Diagrama esquemático simplificado da ponte de indutância mútua desenvolvida por Pillinger et alli	19
FIGURA 2.5	- Ponte de indutância mútua desenvolvida por Maxwell	20
FIGURA 2.6	- Desenho esquemático da secção transversal do enrolamento do conjunto de bobinas de medida utilizado na ponte de indutância mútua desenvolvida por Anderson et alii	21
FIGURA 2.7	- Diagrama esquemático da ponte de indutância mútua desenvolvida por Dundon & Kretschmar	21
FIGURA 2.8	- Diagrama da ponte de indutância mútua desenvolvida por BrodberK et alii	22
FIGURA 2.9	- Circuito da ponte de indutância mútua desenvolvida por Whitmore et alii	23
FIGURA 2.10	- Diagrama em bloco da ponte de indutância mútua desenvolvida por Kumano & Ikegami	24
FIGURA 2.11	- Fôrma do conjunto de bobinas de medida e circuito da ponte de indutância mútua desenvolvida por Owers-Bradley et alii	25
FIGURA 2.12	- Diagrama do circuito da ponte de indutância mútua desenvolvida por Stahlbush et alii	25
FIGURA 2.13	- Diagrama em bloco da ponte de indutância mútua desenvolvida por Müller et alii	26
FIGURA 2.14	- Diagrama esquemático da ponte de indutância mútua desenvolvida por Corson	27
FIGURA 2.15	- Princípio de medida da ponte de indutância mútua desenvolvida por Ócio & Hamman: Em (a) através do detector SQUID, e em (b) através de um detector do tipo voltímetro	28

FIGURA 2.16 - Diagrama esquemático da ponte de indutância mútua desenvolvida por Prasad et alii	29
FIGURA 2.17 - Circuito da ponte de indutância mútua desenvolvida por Deutz et alii	29
FIGURA 2.18 - Desenho esquemático da ponte de indutância mútua desenvolvida por Fabbricatore et alii	30
FIGURA 2.19 - Desenho esquemático do princípio utilizado em um susceptômetro AC comercializado pela LAKE-SHORE	31
FIGURA 3.1 - Primeira versão da ponte de indutância mútua ..	33
FIGURA 3.2 - Circuito do amplificador de potência	34
FIGURA 3.3 - Esquema do acoplamento capacitivo em um transformador real	35
FIGURA 3.4 - Segunda versão da ponte de indutância mútua ...	35
FIGURA 3.5 - Diagrama em bloco do defasador	36
FIGURA 3.6 - Circuito do pré-amplificador	38
FIGURA 3.7 - Diagrama em bloco de um conversor DA multiplicativo	39
FIGURA 3.8 - Diagrama em bloco do circuito do amplificador com realimentação	40
FIGURA 3.9 - Diagrama do circuito do gerador de seno e cosseno	41
FIGURA 3.10 - Diagrama esquemático do sinal balanceado pelas bobinas e pelos conversores DA	43
FIGURA 3.11 - Diagrama esquemático do controle automático ...	44
FIGURA 3.12 - Diagrama em bloco da versão final da ponte de indutância mútua	45
FIGURA 3.13 - Circuito de compensação - fase/quadratura	46
FIGURA 3.14 - Circuito do controle automático	47
FIGURA 3.15 - Circuito do oscilador e do controle do contador	48
FIGURA 3.16 - Circuito para leitura no display	49

FIGURA 3.17 - Desenho esquemático do acoplamento do motor, utilizado no movimento das bobinas, com o con- junto de bobinas de medida	50
FIGURA 3.18 - Esquema dos enrolamentos das bobinas de medida.	52
FIGURA 3.19 - Fôrmas para a bobina primária	52
FIGURA 3.20 - Fôrma para a bobina secundária	54
FIGURA 4.21 - Desenho esquemático do enrolamento das bobinas primária e secundária	55
FIGURA 3.22 - Blindagem magnética	56
FIGURA 3.23 - Desenho do criostato	57
FIGURA 3.24 - Tubos de quartzo com anéis de aço inox fixados em suas extremidades	59
FIGURA 3.25 - Montagem do sistema de resfriamento da amostra.	60
FIGURA 3.26 - Detalhes da linha de transferência e seu adap- tador para o "dewar"	61
FIGURA 3.27 - Detalhes da unidade final de resfriamento	62
FIGURA 3.28 - Leitura do fluxímetro verso fluxo de vapor de hélio	63
FIGURA 4.1 - Gráfico comparativo entre o campo magnético medido experimentalmente, com e sem a blinda- gem magnética, e o campo magnético obtido por cálculo teórico	69
FIGURA 4.2 - Gráfico da curva de calibração para o "HELI- TRAN"	72
FIGURA 4.3 - Gráfico do inverso da susceptibilidade magné- tica do Sulfato de Cobre penta-hidratado (em unidades relativas) em função da temperatura ..	74
FIGURA 4.4 - Diagrama esquemático das voltagens em quadra- tura registradas pelo "lock-in"	78
FIGURA 4.5 - Gráfico do inverso da susceptibilidade molar, do Sulfato de Cobre penta-hidratado, em função da temperatura, obtido por Hockman et alii	83

FIGURA 4.6	- Gráfico do inverso da susceptibilidade magnética do Sulfato de Cobre penta-hidratado (em unidades absolutas) em função da temperatura ..	84
FIGURA 4.7	- Gráfico da variação da voltagem de saída da ponte de indutância mútua em função do tempo ..	86
FIGURA I.1	- Campo magnético de uma espira	92
FIGURA I.2	- Campo magnético de um solenóide	93

LISTA DE TABELAS

TABELA 3.I	- Dados referentes às bobinas de compensação ...	43
TABELA 3.II	- Dados referentes às bobinas primária e secundária	54
TABELA 3.III	- Diâmetro dos tubos de quartzo	58
TABELA 4.I	- Dados referentes à bobina utilizada para as medidas do campo magnético no interior da bobina primária	68
TABELA 4.II	- Dados obtidos na calibração do "HELI-TRAN" ...	71
TABELA 4.III	- Dados obtidos através das medidas realizadas para a amostra de Sulfato de Cobre pentahidratado	75

RESUMO

Foi desenvolvido uma ponte de indutâncias mútuas, auto-balanceada, para medidas automáticas e simultâneas das partes real (χ') e imaginária (χ'') da susceptibilidade magnética AC, na faixa de frequências de 20 Hz e 1 KHz e temperaturas de 2K a 300K. O sistema é balanceado em um elo de realimentação digital que assegura um sinal, em fase e quadratura, continuamente nulo. A amplificação do sinal é feita através de um amplificador "lock-in" de duas fases, cujas saídas comandam dois DAC multiplicadores, gerando o sinal composto que é usado para balancear a ponte. O valor absoluto da susceptibilidade é medida movendo as bobinas primária e secundárias de tal forma que a amostra fique posicionada ora em um dos secundários, ora em outro.

A resolução da parte numérica é 1 em 4000. A sensibilidade alcançada foi de 10^{-7} emu para amostras de 10^{-2}cm^3 em um campo de excitação de amplitude 15 gauss. A interface com um microcomputador ainda não foi desenvolvida.

ABSTRACT

An automatic self-balanced mutual inductance bridge has been designed to measure the real (χ') and imaginary (χ'') parts of the magnetic AC susceptibility simultaneously in the frequency range 20 Hz to 1 KHz and temperatures between 2K to 300K. The system is based on a digitally controlled feedback loop which ensures continuous balanced operation, in phase as well in quadrature. The signal amplification chain is made of a dual-phase lock-in amplifier, whose outputs command two DAC multipliers, generating the composite balance signal for nulling the bridge. The absolute value of the susceptibility is measured by moving the primary and secondary coils in such a way to place the sample in the center of both secondary coils.

The resolution of the numerical part is 1 in 4000. Sensivities of the order of 10^{-7} emu for samples of 10^{-2} cm³ in a primary field of 15 gauss have been obtained. The interface with a desk top computer has not been developed yet.

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

1.1 - Susceptibilidade magnética

Qualquer sistema físico pode ser caracterizado por sua resposta a um estímulo externo. Por exemplo, na eletrônica, a chamada "caixa preta" é caracterizada medindo-se a voltagem na saída, quando uma corrente é aplicada na entrada.

Fig. 1.1 - Diagrama da resposta a uma excitação aplicada a um sistema físico.

Neste caso, o estímulo (corrente) e a resposta (voltagem) estão relacionadas por uma função de transferência, ou impedância, que fornece todas as informações necessárias para entender a operação da caixa preta. Por outro lado, se conhecemos o conteúdo da caixa preta - arranjo detalhado dos resistores, capacitores, diodos, etc. - podemos prever, através de uma análise teórica, qual é a função de transferência.

Quando submetemos um material a um campo magnético, a resposta do sistema pode ser obtida medindo-se a alteração no valor da magnetização resultante. A chamada susceptibilidade magnética (χ), que caracteriza a relação entre a magnetização e o campo de excitação, cumpre o papel da função de transferência.

$$\vec{M} = \chi \vec{H} \quad (1.1)$$

A susceptibilidade magnética, dependendo do campo magnético aplicado (DC ou AC), pode ser um número real ou complexo.

No caso de um material isotrópico na presença de um campo magnético constante (DC) na direção z ($\vec{H} = H_0 \frac{\vec{z}}{z}$), a magnetização fica orientada na direção do campo magnético aplicado (Fig. 1.2).

Fig. 1.2 - Desenho esquemático de um material na presença de um campo magnético DC.

$$M = \chi_0 H_0 \quad (1.2)$$

A função transferência, neste caso, é chamada susceptibilidade magnética estática (χ_0), a qual é um número real¹ adimensional que depende das propriedades magnéticas do material, da temperatura (exceto os diamagnéticos) e da quantidade de amostra utilizada.

Já no caso de um material isotrópico na presença de um

¹ Uma vez que a magnetização tem a mesma direção que o campo magnético aplicado, então a única possibilidade para χ_0 é ser real

campo magnético alternado (AC) que oscila na direção z ($\vec{H} = H_0 \cos \omega t \frac{\vec{z}}{z}$), este material apresentará uma magnetização que tentará acompanhar a oscilação do campo magnético aplicado (Fig. 1.3).

Fig. 1.3 - Desenho esquemático de um material na presença de um campo magnético AC.

Como a magnetização nem sempre consegue acompanhar a oscilação do campo magnético aplicado, ou seja a magnetização não está sempre em fase com o campo magnético, então a chamada susceptibilidade magnética AC deve ser um número complexo adimensional que depende (além das propriedades magnéticas do material, da temperatura e da quantidade de amostra utilizada) da frequência do campo aplicado.

$$\hat{\chi}(\omega) = \chi'(\omega) - j\chi''(\omega) \quad (1.3)$$

Assim a magnetização pode ser definida por:

$$M = \text{Re}[\hat{\chi} H_0 e^{j\omega t}]$$

$$M = \text{Re}[(\chi' - j\chi'')(\cos \omega t + j \sin \omega t) H_0]$$

ou seja,

$$M = (\chi' \cos \omega t + \chi'' \sin \omega t) H_0 \quad (1.4)$$

No limite de frequências muito baixas a magnetização do material, equação (1.4), consegue acompanhar a oscilação do campo magnético aplicado, e sua susceptibilidade magnética AC (componente χ') será igual a susceptibilidade magnética estática. A medida em que a frequência aumenta, a magnetização passa a sofrer um atraso com relação ao campo magnético aplicado. Este atraso provoca o surgimento de uma componente da susceptibilidade (χ'') fora de fase com o campo aplicado.

Fig. 1.4 - Curvas do inverso da susceptibilidade magnética em função da temperatura para materiais: a) diamagnéticos, b) paramagnéticos, c) ferromagnéticos, d) antiferromagnéticos e e) ferrimagnéticos.

Segundo as propriedades magnéticas do material (Fig. 1.4), podemos classificá-lo da seguinte forma:

-Diamagnético → presente em praticamente todo tipo de material, não necessita que o material contenha dipolos permanentes. A susceptibilidade magnética é negativa e muito pequena, por isso este efeito pode ser mascarado por uma outra propriedade magnética (paramagnetismo, ferromagnetismo, ...) mais intensa, que ocorre simultaneamente no material. A susceptibilidade magnética dos materiais diamagnéticos independe da temperatura do material.

-Paramagnético → A susceptibilidade magnética é positiva e pequena, os momentos magnéticos orientados aleatoriamente tendem a se alinhar na direção do campo aplicado. A susceptibilidade magnética obedece a lei de Curie:

$$\chi = \frac{C}{T}$$

onde C é a constante de Curie. A temperatura de Curie (T_c), ou seja a temperatura de ordenamento, é igual a zero ($T_c = 0$).

-Ferromagnético → A susceptibilidade magnética é positiva e grande, possui momentos magnéticos quase alinhados, mesmo na ausência de campo aplicado. Neste tipo de material, assim como nos antiferromagnéticos e ferrimagnéticos, ocorre o fenômeno de histerese, ou seja a susceptibilidade magnética depende, em geral, do campo magnético aplicado. Com isso os materiais que possuem este tipo de propriedade magnética não têm um comportamento totalmente linear. Na região linear (região de altas temperaturas — $T > T_c$) estes materiais obedecem a lei de Curie-Weiss:

$$\chi = \frac{C}{T - T_c}$$

onde T_c (maior que zero) é a temperatura de Curie. Acima desta temperatura não há magnetização espontânea.

-Antiferromagnético → Assim como nos ferromagnéticos, possui uma estrutura de spin ordenada (Fig. 1.5), porém com os spins se alinhando antiparalelamente ("spin para baixo" e "spin para cima") resultando em um momento magnético total nulo em temperaturas inferiores à temperatura de ordenamento ou temperatura de Néel (T_N). Na região de altas temperaturas ($T > T_N$) estes materiais possuem um comportamento que obedece a uma equação semelhante à equação de Curie-Weiss utilizada para materiais ferromagnéticos:

$$\chi = \frac{C}{T + \theta}$$

onde θ (Constante de Weiss) é menor que zero e é obtida através do prolongamento do comportamento linear no gráfico do inverso da susceptibilidade magnética em função da temperatura (Fig. 1.4).

-Ferrimagnético → Os materiais com este tipo de propriedade magnética têm um comportamento intermediário entre o comportamento ferromagnético e antiferromagnético, ou seja embora eles possuam spins orientados antiparalelamente há um momento magnético total não nulo.

Fig. 1.5 - Arranjos ordenados de spins dos elétrons de materiais a) paramagnéticos, b) ferromagnéticos, c) antiferromagnéticos e d) ferrimagnéticos.

1.2 - Funcionamento do equipamento

No caso de nosso experimento usaremos um campo magnético alternado aplicado a um sistema material (Fig. 1.3).

Quando colocamos uma amostra no interior de uma bobina (Fig. 1.6a) de auto-indutância L_0 e resistência R (quando vazia), na qual flui uma corrente alternada ($I = I_0 \cos \omega t$), esta amostra altera a auto-indutância e a resistência equivalentes da bobina.

Desprezando as capacitâncias parasitas, existentes entre as espiras da bobina, podemos facilmente concluir que o efeito da amostra no interior da bobina pode ser descrito pelo circuito equivalente mostrado na figura 1.6b. Visto pelo gerador a bobina e a amostra se comportam identicamente a um indutor de auto-indutância $L_0 + \Delta L$ e resistência $R + \Delta R$.

Fig. 1.6 - Desenho esquemático do método de auto-indutância: a) amostra no interior de uma bobina, b) circuito equivalente.

A medida da susceptibilidade magnética utilizando este método, é feita medindo a variação da impedância ($\Delta Z = \Delta R + j\omega \Delta L$) do circuito ao introduzirmos a amostra no interior da bobina (Fig. 1.6). Na qual ΔR é proporcional à

componente imaginária e ΔL à componente real da susceptibilidade magnética.

$$\Delta R = 4\pi \eta \chi''(\omega) L_0 \omega$$

$$\Delta L = 4\pi \eta \chi'(\omega) L_0$$

onde η é o fator de preenchimento do sistema o qual, considerando a amostra muito menor que a bobina, pode ser calculado, em primeira aproximação, como sendo a razão entre os volumes da amostra e da bobina.

$$\eta = \frac{V_A}{V_B}$$

na relação acima V_A é o volume da amostra e V_B o volume da bobina.

Fig. 1.7 - Desenho esquemático do método de indutância mútua utilizando uma bobina secundária simples.

Um outro método para medir a susceptibilidade magnética, o qual utilizaremos em nosso equipamento, é o método de

indutância mútua. Este método (Fig. 1.7) consiste em se colocar uma bobina (bobina secundária) no interior da bobina em que flui a corrente alternada (bobina primária). A esta bobina secundária é ligado um voltímetro de tal forma a medir a variação da voltagem induzida na bobina secundária quando introduzimos a amostra em seu interior.

A voltagem medida pelo voltímetro da figura 1.7 será a soma entre as voltagens induzida na bobina secundária sem amostra (V_s) mais a voltagem ao introduzirmos a amostra (ΔV).

$$V = V_s + \Delta V$$

onde

$$V_s = j\omega M_0$$

$$\Delta V = j\omega M_0 4\pi\eta \chi^{\wedge}$$

M_0 é a indutância mútua entre as bobinas primária e secundária.

Nesta montagem temos alguns problemas devido ao sistema ser muito susceptível à campos magnéticos externos e devido ao fato da voltagem induzida na bobina secundária sem amostra, V_s , ser muito maior que aquela induzida ao introduzirmos a amostra, ΔV , ($V_s \gg \Delta V$).

Assim, foi colocado no interior da bobina primária uma outra bobina secundária ligada em série com a anterior (Fig. 1.8). Esta segunda bobina secundária foi feita igual a primeira, porém enrolada em sentido oposto. Deste modo a voltagem induzida nas bobinas secundárias sem amostra, em um caso ideal, são de mesma amplitude mas defasadas de 180° , e ao somá-las obtemos um sinal nulo.

Na montagem esquematizada na figura 1.8 temos um sistema

que é imune à campos magnéticos externos de fontes distântes. Neste caso as bobinas secundárias veêm o campo magnético como um campo homogêneo de tal forma que a voltagem total induzida nas bobinas secundárias seja nula.

Fig. 1.8 - Desenho esquemático do método de indutância mútua utilizando uma bobina secundária com duas secções.

A voltagem medida pelo voltímetro da figura 1.8 será a soma das voltagens induzida em cada uma das bobinas secundárias sem amostra ($V_1 + V_2$) mais a voltagem induzida ao introduzirmos a amostra (ΔV) em uma das secundárias.

$$V = V_1 + V_2 + \Delta V$$

onde,

$$V_1 = j\omega M_1$$

$$V_2 = j\omega M_2$$

$$\Delta V = j\omega 4\pi\eta M_1 \hat{\chi}$$

$M_1 \approx M_2$ é a indutância mútua entre as bobinas primária e cada uma das secundárias (1 e 2). ΔV , listada acima, é a voltagem induzida

ao introduzirmos a amostra na bobina secundária 1. A voltagem induzida quando introduzirmos a amostra na bobina secundária 2 é igual a ΔV listada acima, com M_1 sendo substituído por $-M_2$.

Devido a impossibilidade de se construir duas bobinas secundárias idênticas, as voltagens induzidas em cada uma das bobinas secundárias sem amostra não são exatamente de mesma amplitude, ou seja mesmo sem amostra o voltímetro continuará registrando uma pequena voltagem (V_0) que, por mais que tentemos igualar as duas bobinas, ainda é muito maior que a voltagem induzida quando introduzimos a amostra ($V_0 \gg \Delta V$).

Assim, é necessário a utilização de um sistema de leitura de sinal nulo, ou seja um sistema de ponte de indutância mútua. Neste tipo de sistema (Fig. 1.9) nós somamos uma outra voltagem de mesma amplitude, mas defasada de 180° , que a voltagem total induzida nas duas bobinas secundárias sem amostra, de tal forma que a voltagem registrada no voltímetro, neste caso, seja nula.

Fig. 1.9 - Princípio utilizado na medida da susceptibilidade magnética: a) diagrama do sistema, b) diagrama das voltagens.

CAPÍTULO II

TÉCNICAS DE MEDIDA DA SUSCEPTIBILIDADE MAGNÉTICA

2.1 - Introdução

Existem na literatura várias técnicas^(25,26,27) para medir susceptibilidade magnética de um determinado composto. Estas técnicas podem ser divididas basicamente em três grupos: Método de Força, Indução e Ressonância.

Entre os métodos que usam técnicas de força temos as balanças de Gouy e Faraday que são aplicados na medida de susceptibilidade magnética, com uma precisão de $\pm 0.1\%$, de sólidos pulverizados e líquidos que apresentam características diamagnética e paramagnética e, em particular da balança de Faraday, também ferromagnética. Porém aparelhos usando estas técnicas têm a desvantagem de possuírem um custo muito alto devido à necessidade de microbalanças muito precisas e magnetos de alto campo. Além disto este método não pode ser usado para estudo de fenômenos de relaxação paramagnética que envolvem rápidas variações no tempo, as quais o aparelho não consegue acompanhar.

Já o método de indução, além do fato das medidas necessitarem de um tempo relativamente curto comparado com o das balanças de Faraday e Gouy¹, tem a vantagem de ser de baixo custo por não necessitar de campo externo e nem de microbalanças.

O método de indução pode ser dividido em 3 tipos:

¹ As balanças de Faraday e Gouy necessitam de aproximadamente 25 minutos para cada medida.

1 - Método de corrente contínua; onde um campo da ordem de alguns Gauss é produzido por uma corrente contínua que flui através de um longo solenóide em cujo interior está colocada uma bobina secundária de duas secções idênticas conectadas em oposição. A medida da susceptibilidade magnética da amostra é feita movimentando-se a amostra entre as duas secções da bobina secundária, com uma determinada frequência. Este movimento da amostra induz um sinal alternado na bobina secundária, que é proporcional à susceptibilidade magnética volumétrica do material.

2 - Método de corrente alternada; é semelhante ao anterior porém, neste caso, o campo magnético (também de alguns Gauss) é produzido por uma corrente alternada que flui através do solenóide primário¹. Como o campo magnético aplicado à amostra é alternado, não é mais necessário movimentá-la para se ter um sinal induzido na bobina secundária.

3 - Por último temos o método de rádio-frequência; a medida da susceptibilidade magnética é feita através da mudança da frequência de ressonância de um circuito RLC de alta frequência quando a amostra é colocada no interior da bobina. A limitação na sensibilidade de um aparelho usando esta técnica é imposta principalmente pela estabilidade do oscilador (cerca de 1 em 10^8 Hz).

Outros métodos úteis para estudos de susceptibilidade magnética são aqueles que utilizam técnicas de ressonância nuclear (RMN) e eletrônica (RPE).

¹ A grande diferença entre os métodos de corrente contínua e corrente alternada consiste na resposta do sistema material, ou seja no primeiro obtém-se a susceptibilidade magnética estática (χ_0) e no segundo a susceptibilidade magnética AC (χ).

2.2 - Evolução histórica do método de indução por corrente AC

Faremos agora uma revisão do que foi publicado até hoje sobre o método de indução por corrente alternada, que será o método utilizado em nosso trabalho.

Os primeiros aparelhos utilizados para estudos de susceptibilidade magnética utilizando técnicas de indutância mútua foram baseados na ponte descrita por HARTSHORN (1925) (Fig. 2.1). Porém, esses aparelhos sofreram algumas modificações principalmente no sistema de bobinas.

Fig. 2.1 - Ponte de indutância mútua de Hartshorn.

Nos aparelhos descritos por CASIMIR et alii (1939) e DE KLERK & HUDSON (1954) foi usada uma ponte de Hartshorn onde o sistema de bobinas de medida consistia de uma bobina primária externamente e uma bobina secundária de 3 secções coaxiais adjacentes. Tanto a bobina primária quanto a secundária foram mantidas a uma temperatura constante. As secções da bobina secundária foram ligadas em série, sendo a do meio com o dobro de espiras e enrolada em sentido oposto às outras duas secções das extremidades. Desta forma a indutância mútua entre primária e secundária é idealmente nula¹. Este tipo de enrolamento tem algumas vantagens tais como a necessidade de valores pequenos do

¹ Na prática isto não é verdade, devido o fato de não conseguirmos dois enrolamentos perfeitamente iguais.

indutor mútuo variável para compensar a correspondente indutância da bobina sem amostra, e também faz com que a bobina secundária seja imune a campos externos de fontes distantes.

Uma outra pequena modificação no sistema de bobinas de medida foi introduzido por CASIMIR et alii (1941). Esta modificação consiste em colocar a bobina secundária externamente à primária e dividir a bobina primária em dois enrolamentos coaxiais concêntricos de igual comprimento e conectados de tal forma a fluir uma mesma corrente, porém em sentidos opostos, em ambos enrolamentos. As duas secções da bobina primária foram enroladas de tal forma a obdecer a seguinte relação:

$$N_1 A_1 = N_2 A_2$$

onde os índices 1 e 2 correspondem aos enrolamentos interno e externo respectivamente. Foi escolhida a seguinte configuração $N_1 = 2N_2$, cuja razão entre os raios (usando a relação acima) é $r_2 = \sqrt{2} r_1$. Com esta configuração a magnitude do campo no interior da bobina é igual àquela que seria dada se houvesse apenas o enrolamento 2 (enrolamento com menor número de espiras). A vantagem de se separar o primário em dois enrolamentos coaxiais concêntricos é reduzir o efeito de acoplamento com materiais na vizinhança. Com este tipo de enrolamento o sistema atua como um quadrupolo magnético nas proximidades das bordas da bobina primária e em longas distâncias como um octupolo magnético.

A colocação da bobina primária internamente à secundária tem a vantagem de aumentar a homogeneidade do campo magnético no interior da bobina, fornecendo um maior espaço para o posicionamento da amostra, e facilitar a redução da indutância mútua total entre as bobinas primária e secundária, através do acréscimo ou redução de espiras em uma das secções da secundária.

Porém este tipo de configuração tem a desvantagem de piorar o fator de preenchimento do sistema.

Um outro tipo de ponte (Fig. 2.2) foi desenvolvido por BROERSMA (1949) para uso em medidas de materiais diamagnéticos.

Fig. 2.2 - Ponte de indutância mútua desenvolvida por Broersma.

Com a finalidade de minimizar o efeito de capacitância entre as espiras da bobina primária, foi feito um enrolamento de apenas uma camada para esta bobina. Em suas bordas foram acrescentadas algumas espiras com a finalidade de homogeneizar o campo magnético na região da amostra. A bobina secundária foi dividida em duas secções idênticas conectadas em oposição, e situadas no interior da bobina primária. A diminuição da indutância mútua total, entre primário e secundário, foi conseguida ajustando-se o número de espiras de uma das secções da bobina secundária. O menor desbalance conseguido por este ajuste foi da ordem de 10^{-3} vezes a voltagem principal¹.

NORDER (1960) descreveu um aparelho, no qual foi utilizada uma ponte de indutância mútua semelhante a esta de Broersma, para medidas de susceptibilidade magnética de sistemas

¹ Voltagem entre a bobina primária e uma das secções da bobina secundária.

metal-hidrogênio.

No aparelho desenvolvido por MCKIM & WOLF (1956), usando uma típica ponte de Hartshorn, a amostra foi colocada em um sistema que possibilitava movê-la¹ (Fig. 2.3). Este aparelho tem uma vantagem sobre os anteriores porque a cada temperatura são feitas medidas da indutância mútua da bobina sem amostra e com amostra, evitando assim efeitos produzidos por instabilidades na indutância mútua entre as bobinas primária e secundária. A bobina secundária foi feita com um grande número de espiras possibilitando um aumento da sensibilidade, mas em contrapartida aumentando o efeito de capacitância entre as espiras.

Fig. 2.3 - Diagrama em bloco da ponte de indutância mútua desenvolvida por Mckim & Wolf.

PILLINGER et alii (1958) desenvolveram uma ponte de indutância mútua (Fig. 2.4) na qual foi utilizado um "circuito primário artificial" eletrônico para fornecer corrente ao circuito primário.

¹ Com este sistema é possível mover a amostra para dentro e para fora de uma das seções da bobina secundária.

Fig. 2.4 - Diagrama esquemático simplificado da ponte de indutância mútua desenvolvida por Pillinger et alii.

Este circuito primário artificial permite manter uma impedância constante nos circuitos primário e secundário, possibilitando a utilização de indutores com capacitância relativamente grande entre espiras, sem que se introduzam efeitos expúrios muito sérios. Com o uso destes indutores com múltiplas camadas foram possíveis medidas de susceptibilidade magnética com precisão de $\pm 2 \times 10^{-7} \text{ emu/cm}^3$. Uma versão comercial desta ponte de indutância mútua foi desenvolvida pela Cryotronics, Inc.¹.

Segundo WIEBES et alii (1964), este sistema descrito por Pillinger et alii tem algumas desvantagens como: baixa linearidade causada pelo uso de válvulas; potência fornecida a esta válvula deve ser extremamente estável; mudança de fase entre as duas correntes do circuito primário. Para solucionar estes problemas Wiebes et alii propuzeram uma ponte em que a compensação da indutância mútua é feita por variação na corrente do enrolamento primário de um indutor mútuo padrão de valor fixo.

Alguns autores como CHAMBERS & PARK (1961), DAYBELL (1967), WEJGAARD & TOMAR (1973), ROSENTHAL & MAXFIELD (1974) e BAUHOFFER (1977), fizeram uso de pontes de indutância mútua para medidas de resistividade elétrica.

¹ ABEL et alii (1964) usou esta versão comercial para fazer medidas com Nitrato de Cério Magnésio.

Uma modificação da ponte de Hartshorn usando apenas componentes padrão foi feita por MAXWELL (1965).

Fig. 2.5 - Ponte de indutância mútua desenvolvida por Maxwell.

Nesta ponte (Fig. 2.5) foi evitado o uso de indutor mútuo variável (como no caso da ponte de Hartshorn) e de elementos ativos (que é o caso da ponte de Pillinger et alii).

Uma ponte de auto-indutância para estudo de susceptibilidade magnética em frequências de 200 a 10^6 Hz foi descrita por DE VRIES & LIVIUS (1967). Nesta montagem foi utilizada basicamente uma ponte de Wheatstone.

ANDERSON et alii (1970) descreveram uma ponte de indutância mútua altamente estável para uso em baixas temperaturas. Para reduzir os indesejáveis acoplamentos capacitivos entre a bobina primária e secundária foi colocada, entre estas bobinas, uma blindagem eletrostática. Outra técnica utilizada para minimizar acoplamentos capacitivos foi a separação das camadas de espiras da bobina primária por uma película de mylar e o enrolamento da bobina secundária foi feito de uma maneira completamente simétrica (Fig. 2.6).

Fig. 2.6 - Desenho esquemático da secção transversal do enrolamento do conjunto de bobinas de medida utilizado na ponte de indutância mútua desenvolvida por Anderson et alii.

Uma modernização da ponte descrita por Pillinger et alii foi feita por DUNDON & KRETSCHMAR (1978). Nesta ponte (Fig. 2.7) foi adotado o uso de amplificadores operacionais em substituição às válvulas.

fig 2.7 - Diagrama esquemático da ponte de indutância mútua desenvolvida por Dundon & Kretschmar.

BRODBECK et alii (1978) descreveram também uma ponte de indutância mútua que faz uso de amplificadores operacionais (Fig. 2.8). Nesta ponte foi colocado um amplificador operacional diferencial na saída da bobina secundária fazendo com que se obtenha uma rejeição automática dos ruídos comuns a ambas secções da bobina secundária. Este amplificador serve também como um dispositivo usado para balancear a componente resistiva da indutância mútua¹, sem que se necessite acoplar diretamente os circuitos primário e secundário.

Fig. 2.8 - Diagrama da ponte de indutância mútua desenvolvida por Brodberk et alii.

Na figura 2.8, M_2 é usado quando houver necessidade de medidas de sinais de indutância mútua muito grandes. O balanceamento da ponte é feito pelos amplificadores operacionais A_1 (balancea a parte indutiva variando a resistência R_1) e A_2 (balancea a parte resistiva variando a resistência R_3). P é uma

¹ Este balanceamento é conseguido variando a resistência, R_3 , de entrada do amplificador operacional.

chave usada para inverter a polaridade do sinal induzido no circuito secundário através de M_3 . O amplificador operacional A_1 foi ligado na configuração de não inversor a fim de conseguir uma alta impedância de entrada (cerca de $10M\Omega$), evitando assim drenagem de corrente do circuito primário.

Com este aparelho foi conseguida uma calibração diretamente em unidades absoluta (emu) usando potenciômetro digital de multivoltas.

Uma outra ponte de indutância mútua que também fez uso de amplificadores operacionais (Fig. 2.9) foi descrita por WHITMORE et alii (1978).

Fig. 2.9 - Circuito da Ponte de indutância mútua desenvolvida por Whitmore et alii.

Para evitar problemas devidos a acoplamento capacitivo entre os circuitos primário e secundário, foi colocada uma blindagem eletrostática em todos os transformadores e foi usada também uma técnica para balancear a componente resistiva, que não utiliza conexão direta entre os dois circuitos (Fig. 2.9). Deste modo o circuito secundário ficou com terra flutuante.

Fig. 2.11 - Fôrma do conjunto de bobinas de medida e circuito da ponte de indutância mútua desenvolvida por Owers-Bradley et alii.

Uma ponte de indutância mútua operando em 25 Hz usada para medidas da susceptibilidade magnética diferencial em temperaturas de 1 a 100 K e em campos estáticos de 0 a 50 KG foi descrita por STAHLBUSH et alii (1981).

Fig. 2.12 - Diagrama do circuito da ponte de indutância mútua desenvolvida por Stahlbush et alii.

Para conseguir o campo estático foi usado, em combinação com a ponte de indutância mútua (Fig. 2.12), um magneto supercondutor. Porém este magneto produz uma grande variação no sinal de "background". Para eliminar os efeitos desta variação foi necessário mover a amostra entre as duas secções da bobina secundária e medir a diferença do sinal.

MÜLLER et alii (1982) desenvolveram uma ponte de indutância mútua, controlada por um computador on-line, para medidas de relaxação magnética em baixas temperaturas. Nesta ponte (Fig. 2.13), operada em frequências de 1 Hz a 3 MHz, não foi usado nenhum sistema de compensação.

Fig. 2.13 - Diagrama em bloco da ponte de indutância mútua desenvolvida por Müller et alii.

Os autores indicam três motivos principais que os levaram a optar pelo não uso de sistemas de compensação: 1) Problemas de instabilidades causados pelos componentes usados na compensação; 2) aumento no tempo de medida e dificuldade na automatização devido a compensação; 3) o circuito de compensação depende fortemente da frequência.

CORSON (1982) descreveu uma ponte de indutância mútua (Fig. 2.14) na qual foram utilizados amplificadores operacionais e um divisor "Kelvin-Varley" em uma configuração que proporcionou alta precisão e baixo ruído para operação em frequências de 10 a 300 Hz.

Fig. 2.14 - Diagrama esquemático da ponte de indutância mútua desenvolvida por Corson.

OCIO & HAMMANN (1985) descreveram um aparelho que possui um circuito de realimentação controlado digitalmente. Esta realimentação mantém a ponte continuamente balanceada. A detecção de nulo é feita, de acordo com a frequência utilizada (Fig. 2.15), por um detector SQUID (0 a 1 KHz) ou por um detector do tipo voltímetro (20 Hz a 10 KHz).

Neste sistema foram substituídos as décadas de transformadores ou amplificadores operacionais por uma bobina colocada em volta de uma das seções da bobina secundária (Fig. 2.15). A condição de equilíbrio foi conseguida fazendo

passar uma corrente, controlada pelo circuito de realimentação, através desta bobina.

Fig. 2.15 - Princípio de medida da ponte de indutância mútua desenvolvida por Ócio & Hammann: Em (a) através do detector SQUID, e em (b) através de um detector do tipo voltímetro.

PRASAD et alii (1985) descreveram uma ponte de indutância mútua, para ser usada entre 4 e 300 K, onde o nulo da componente resistiva foi conseguido com o auxílio de uma década de resistência e o da componente indutiva com o auxílio de um divisor de voltagem.

Na figura 2.16 está esquematizada esta ponte de indutância mútua, onde o transformador T_1 foi ligado na realimentação do amplificador operacional A_1 a fim de garantir que a voltagem induzida em seu secundário esteja em quadratura com relação à corrente no circuito primário.

Fig. 2.16 - Diagrama esquemático da ponte de indutância mútua desenvolvida por Prasad et alii.

Foi desenvolvida por DEUTZ et alii (1989) uma ponte de indutância mútua automática para medidas precisas da susceptibilidade magnética entre 1.2 e 300 K. O circuito usado para a ponte (Fig. 2.17) foi basicamente o mesmo desenvolvido por Maxwell, porém foram substituídos os circuitos compensadores em fase e em quadratura por componentes controlados por computador.

Fig. 2.17 - Circuito da ponte de indutância mútua desenvolvida por Deutz et alii.

Neste aparelho o ajuste de nulo da ponte e a calibração da sensibilidade é feito em todas as temperaturas. A susceptibilidade magnética é medida movendo a amostra entre as duas secções da bobina secundária. O sistema foi desenvolvido para alta sensibilidade e baixas frequências, com um nível de ruído, muito baixo, determinado principalmente pelo sistema de bobinas e pelo indutor mútuo padrão.

FABBRICATORE et alii (1991) descreveram um aparelho que usa sistemas digitais simples para medidas magnéticas AC, de baixas frequências, em supercondutores. Na figura 2.18 está esquematizado a ponte de indutância mútua usada neste aparelho.

Fig. 2.18 - Desenho esquemático da ponte de indutância mútua desenvolvida por Fabbricatore et alii.

Este aparelho tem a vantagem de ser de baixo custo. E possibilitar medidas de propriedades magnéticas em temperaturas de 1.5 a 300 K.

Atualmente (1992) a LAKESHORE comercializa alguns modelos de susceptômetros AC e DC, controlados por microcomputadores.

Fig. 2.19 - Desenho esquemático do princípio utilizado em um susceptômetro comercializado pela LAKESHORE.

Estes aparelhos (Fig. 2.19) realizam medidas de susceptibilidade magnética AC (em frequências de 1 Hz a 10 KHz) e momento magnético DC, em unidades absolutas, em temperaturas entre 4.2 K e 325 K. Eles podem ser utilizados para medidas de vários tipos de materiais como supercondutores, vidros de spin, materiais paramagnéticos, ferromagnéticos, antiferromagnéticos e outros.

CAPÍTULO III

DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO

3.1 - Introdução

Neste capítulo descreveremos o equipamento construído para medidas da susceptibilidade magnética AC complexa. Será descrito também neste capítulo o sistema de resfriamento da amostra "HELI-TRAN".

Na escolha do modelo do equipamento foi levado em conta o custo, a possibilidade de automatização e o sistema de resfriamento da amostra disponível em nosso laboratório.

Para a leitura da voltagem induzida na bobina secundária, foi utilizado um amplificador "lock-in" da "STANFORD" modelo SR530. Este "lock-in" tem a vantagem de fornecer, simultaneamente, a leitura das duas fases dessa voltagem.

A medida da susceptibilidade magnética é feita situando a amostra em cada uma das secções da bobina secundária e medindo a diferença de sinal induzido nelas. Com isto minimiza-se as interferências externas nas medidas e possibilita, após uma calibração, realizarmos medidas, da susceptibilidade magnética AC, em unidades absolutas.

3.2 - Ponte de indutância mútua

Foram feitos diversos testes usando vários modelos de ponte de indutância mútua.

Começamos primeiramente utilizando uma ponte de Hartshorn tradicional (Fig. 3.1).

Para balancear o sinal induzido pela amostra foi utilizado dois "dekatran"¹. Para zerar o sinal em fase com a corrente no primário (fase resistiva) foi ligado um "dekatran", mod.1145, em paralelo com um resistor de 0.1 Ω . O nulo do sinal em quadratura com a corrente no primário (fase indutiva) foi conseguido por meio de um "dekatran", modelo DT72A, ligado ao secundário de um transformador de núcleo de ar.

Fig. 3.1 - Primeira versão da ponte de indutância mútua.

Como gerador do sinal alternado no circuito primário da ponte de indutância mútua foi utilizado o gerador interno do "lock-in" (SR530). Para amplificar este sinal foi utilizado um

¹ "Dekatan" ou década de transformador é um auto-transformador com derivação variável. A posição desta derivação é indicada por um disco de leitura que fornece a razão do número de espiras de saída pelo número de entrada.

amplificador de potência SI-1050G da "SANKEN", cujo circuito está esquematizado na figura 3.2.

Fig. 3.2 - Circuito do amplificador de potência.

Nesta ponte (Fig. 3.1) surgiram alguns problemas de difícil solução como o acoplamento capacitivo entre os enrolamentos primário e secundário das bobinas de medida e dos transformadores utilizados para fornecer uma voltagem em quadratura com a corrente no primário a fim de balancear a ponte de indutância mútua. Este acoplamento capacitivo causa defasagens espúrias entre a corrente no primário e a voltagem no secundário¹.

¹ Em transformadores ideais a corrente no primário e a voltagem no secundário devem estar defasados de, exatamente, 90° .

Na figura 3.3 foram esquematizadas as capacitâncias existentes entre espiras e entre os enrolamentos, primário e secundário, de um transformador real⁽³⁸⁾.

Fig. 3.3 - Esquema do acoplamento capacitivo em um transformador real.

Após diversos testes com algumas mudanças nesse tipo de ponte de indutância mútua, chegamos a conclusão que seria melhor usarmos uma ponte onde não fosse necessário o uso de transformadores para balancear a componente em quadratura com a corrente no primário.

Fig. 3.4 - Segunda versão da ponte de indutância mútua.

Com a finalidade de possibilitar a automatização da ponte de indutância mútua, foram substituídos os dois "dekattran" por conversores DA multiplicativos.

Nesta ponte (Fig. 3.4) foi colocado um transformador na saída do amplificador de potência a fim de desacoplar o circuito primário do gerador de onda senoidal, possibilitando assim que o enrolamento primário da bobina de medida fosse aterrado¹.

Nesse tipo de montagem a defasagem entre a corrente no primário e a voltagem no secundário², devido a acoplamentos capacitivos, fica reduzida apenas à contribuição devido à bobina de medida, sendo possível reduzi-la ao máximo tomando alguns cuidados em sua construção. O efeito de drenagem de corrente através do ponto em comum entre os circuitos primário e secundário^(5,42) foi reduzido ao máximo através do uso de um amplificador operacional de alta impedância de entrada ($Z \approx 10^{12} \Omega$).

Fig. 3.5 - Diagrama em bloco do defasador.

O sinal em quadratura com a corrente no primário foi conseguido através de um defasador, esquematizado na figura 3.5,

¹ Este aterramento tem a finalidade de diminuir o acoplamento capacitivo entre os enrolamentos da bobina de medida. Veja seção 3.3.3.

² Quando falamos em defasagem, indesejável, entre corrente no primário e voltagem no secundário, estamos nos referindo à diferença entre a defasagem existente e àquela de um transformador ideal (90°).

feito com componentes eletrônicos padrão. Este defasador possui ajuste de fase para cada frequência utilizada e um dispositivo ("LED") que indica quando a tensão fornecida, $V_s(90)$, está defasada de 90° com relação à corrente no primário.

O funcionamento deste dispositivo (Fig. 3.5) se baseia em multiplicar as duas tensões fornecidas pelo defasador ($V_s(0)$ e $V_s(90)$) e comparar o resultado deste produto com uma tensão que equivale ao erro máximo permitido para a defasagem.

$$V_i = V'_0 \cos \omega t$$

$$V_s(0) = V_0 \cos \omega t \quad (3.1)$$

$$V_s(90) = V_0 \sin(\omega t + \phi)$$

Supondo ϕ pequeno o produto das tensões fornecida pelo defasador resulta em:

$$V_s(0) \times V_s(90) = \frac{V_0^2}{2} (\sin 2\omega t + \phi \cos 2\omega t) + \frac{V_0^2}{2} \phi \quad (3.2)$$

Antes de compararmos este resultado com a tensão de comparação fazemos com que ele passe por um filtro passa baixa¹. Com isso o termo entre parenteses (sinal alternado) será filtrado, permanecendo assim somente o último termo (sinal contínuo) que é diretamente proporcional a ϕ . Assim, se a tensão resultante do produto das saídas do defasador for menor que a

¹ A frequência de corte deste filtro tem que ser apropriadamente escolhida, tendo que ser menor que ω .

tensão de comparação o "led" se apaga (indicando que as duas voltagens estão em quadratura) caso contrário ele permanece aceso.

Portanto a precisão do defasador é dada pelo desempenho dos componentes eletrônicos e pela magnitude da tensão de comparação.

3.2.1 - Pré-amplificador

Para melhorar a relação sinal ruído, obtendo uma rejeição automática dos ruídos comuns a ambas secções da bobina secundária⁽⁵⁾, foi utilizado um pré-amplificador, com uma ganho de 401, na saída da bobina secundária (Fig. 3.6). Com isso foi evitado também que ruídos fossem captados através do cabo que liga a bobina ao "lock-in". O ganho deste amplificador é dado pelo resistor R_G através da equação (3.3).

Fig. 3.6 - Circuito do pré-amplificador.

$$G = 1 + \frac{40 \times 10^3}{R_G} \quad (3.3)$$

Para evitar ruídos captados através da fonte de alimentação, foi utilizado uma fonte de alimentação ($\pm 15V$) exclusivamente para este pré-amplificador.

3.2.2 - Conversor DA multiplicativo

Nessa versão da ponte de indutância mútua (Fig. 3.4) foram utilizados, para o balanceamento da ponte, dois conversores DA multiplicativos, de 12 bits, em substituição aos "dekattran".

Fig. 3.7 - Diagrama em bloco de um conversor DA multiplicativo.

O funcionamento dos conversores DA multiplicativos (Fig. 3.7) é semelhante ao de um divisor de tensão controlado digitalmente. Sua voltagem de saída é uma fração da voltagem de entrada, e é dada pela seguinte relação:

$$V_s = \frac{V_i}{4096} N \quad (3.4)$$

onde N é o número digital que controla a voltagem de saída. Este número N é fornecido por um contador ligado a um oscilador de

onda quadrada, que faz com que o valor de N aumente ou diminua¹.

3.2.3 - Amplificador com realimentação

Nessa versão da ponte de indutância mútua (Fig. 3.4) havia uma forte dependência com flutuações térmicas do conjunto de bobina de medida, tornando assim impossível a realização de medidas precisas. Para solucionar este problema seria necessário colocar a bobina de medida em temperatura fixa ou fazer com que a corrente não varie com a resistência da bobina devido às flutuações térmicas.

Primeiramente tentamos a construção de um criostato², que além de solucionar o problema de flutuações térmicas das bobinas de medida também possibilitaria um ganho na relação sinal ruído e conseqüentemente uma maior sensibilidade do equipamento.

Fig. 3.8 - Diagrama em bloco do circuito do amplificador com realimentação.

¹ Para leitura do número N, em um display, foi gravada uma "EPROM" para transformá-lo de binário para decimal.

² O projeto e a construção deste criostato será descrito na seção 3.4.

Devido ao pouco tempo que dispunhamos para encerrar nosso trabalho, fomos obrigado a deixar o desenvolvimento deste criostato para um momento mais oportuno. Assim resolvemos fazer algumas mudanças no circuito da ponte de indutância mútua para que a corrente no circuito primário ficasse independente das flutuações térmicas da bobina primária. Para isso colocamos um amplificador operacional com realimentação (Fig. 3.8) a fim de que a corrente aplicada à bobina primária permanecesse constante.

3.2.4 - Gerador de seno e cosseno

Uma outra mudança no circuito foi a substituição do gerador de onda senoidal por um gerador ("BURN-BROWN") de seno e cosseno (Fig. 3.9), o qual possibilitou a substituição do defasador (Fig. 3.5) que tinha a desvantagem de necessitar de ajustes de fase a cada frequência utilizada, e também ajustes na precisão da defasagem quando variávamos a corrente na bobina primária.

Fig. 3.9 - Diagrama do circuito do gerador de seno e cosseno.

A frequência deste oscilador é dada por:

$$f = \frac{42.05 R}{(C + 0.001) (3.785 + 2R)} \quad (3.5)$$

onde f está em Hz, R em KΩ e C em μF.

3.2.5 - Bobinas de compensação

Com o uso do amplificador com realimentação solucionamos o problema da instabilidade devido a variações na corrente do circuito primário provocada pelas flutuações térmicas, e que consequentemente alterava a resistência da bobina primária. Porém temos ainda uma pequena instabilidade devido a flutuações térmicas na bobina secundária. Para minimizar essa instabilidade e aumentar a sensibilidade e resolução da ponte de indutância mútua foram colocadas duas bobinas para compensar a diferença de voltagem induzida nas bobinas secundárias¹, uma para cada fase.

A finalidade destas bobinas é conseguir, variando sua corrente, um sinal nulo induzido na bobina secundária² sem amostra. Com isso a ponte de indutância mútua ficou mais estável, ou seja, menos susceptível às flutuações térmicas da bobina secundária³. Agora os conversores DA passaram a ser utilizados apenas para balancear o sinal induzido pela amostra, aumentando assim sua resolução⁴.

¹ As fôrmas destas bobinas estão esquematizada, juntamente com a fôrma da bobina primária, na figura 3.19.

² Na seção 3.3.2 está indicado os cuidados tomados para a diminuição do sinal induzido na bobina secundária. Porém esta diminuição, embora necessária, não é suficiente.

³ No APÊNDICE II é mostrado a dependência da estabilidade da ponte com a magnitude do fluxo magnético através da bobina secundária.

⁴ Como o sinal a ser balanceado é menor, podemos diminuir a voltagem de entrada de cada conversor, diminuindo o valor de cada "bit".

Fig. 3.10 - Diagrama esquemático do sinal balanceado pelas bobinas e pelos conversores DA.

TABELA 3.I - Dados referentes às bobinas de compensação

BOBINA DE COMP.	FASE	QUADRATURA
comprimento (mm)	3	3
diâmetro interno (mm)	36	34
diâmetro do fio (mm)	0,284	0,284
número de camadas	5	10
número de espiras	45	90
impedância (Ω)	2	4
auto-indutância* (mH)	0,933	3,617

*A auto-indutância foi calculada usando o valor médio do raio de cada enrolamento

3.2.6 - Controle automático

Para maior rapidez e precisão na realização de cada medida (visando já a automatização do equipamento), evitando assim influências devido a pequenas flutuações térmicas, foi feito um circuito para manter a ponte continuamente balanceada.

Para esse controle automático, foi ligado um conversor de voltagem para frequência em cada uma das saídas do "lock-in" (fase/quadratura) para o contador que controla a voltagem de saída do conversor DA¹.

Fig. 3.11 - Diagrama esquemático do controle automático.

Este controle automático (Fig. 3.11) funciona da seguinte maneira: A voltagem lida no "lock-in" é fornecida a um conversor de voltagem para frequência (V/f) que faz com que quanto maior a voltagem maior a frequência de pulsos fornecidos ao contador que controla os conversores DA. Estes pulsos faz com que os contadores aumente ou diminua a voltagem de saída dos conversores DA, a qual é fornecida ao "lock-in" a fim de balancear a ponte de indutância mútua.

¹ O controle manual da ponte não foi retirado. Foi colocada uma chave que seleciona um dos dois controles.

A medida que a voltagem lida no "lock-in" diminui os conversores V/f diminui, gradativamente, a frequência de pulsos fornecidos ao contador, até que a voltagem no "lock-in" seja nula e consequentemente a ponte esteja balanceada. Neste momento cessam-se os pulsos.

3.2.7 - Versão final da ponte de indutância mútua

Nesta seção foi feito um diagrama em bloco da versão final da ponte de indutância mútua (Fig. 3.12). Foram feitos também desenhos detalhados de partes dos circuitos da ponte de indutância mútua (figuras 3.13 a 3.16).

Fig. 3.12 - Diagrama em bloco da versão final da ponte de indutância mútua.

Fig. 3.13 - Circuito de compensação - fase/quadratura.

Fig. 3.14 - Circuito do controle automático.

Fig. 3.15 - Circuito do oscilador e do controle do contador.

Fig. 3.16 - Circuito para leitura no display.

3.3 - Bobinas de medida

Os enrolamentos das bobinas primária e secundária foram feitos em fôrmas de "LUCITE".

Foi escolhido a colocação da bobina secundária internamente à primária pelo fato de melhorar o fator de preenchimento do sistema.

Em nosso sistema de medida, em vez de se movimentar a amostra entre as duas secções da bobina secundária, movimentamos o conjunto de bobinas de medida de tal forma a situar a amostra no centro de cada secção da bobina secundária. Para este movimento foi acoplado a este conjunto de bobinas um pequeno motor (Fig. 3.17), possibilitando o movimento automático das bobinas.

Fig. 3.17 - Desenho esquemático do acoplamento do motor, utilizado no movimento das bobinas, com o conjunto de bobinas de medida.

3.3.1 - Bobina primária

No projeto da bobina primária foram observados as seguintes condições:

- 1 - Campo magnético homogêneo na região da amostra.
- 2 - Rápido decaimento do campo magnético na região fora

da bobina.

3 - Espaço disponível, limitado pelo sistema de resfriamento da amostra.

4 - Campo magnético central, por unidade de corrente aplicada, da ordem de algumas dezenas de gauss/A.

$$B = \frac{2\pi i N}{L c} (\cos\beta - \cos\alpha) \quad (3.6)$$

onde i é a corrente que flui na bobina primária ($i(\text{cgs}) = c/10 i(\text{SI})$), N o número de espiras, L o comprimento (cm), e α e β (Fig. I.2) são os ângulos de inclinação das retas que ligam o ponto no qual queremos calcular o campo magnético às extremidades da bobina primária¹.

Para facilitar a determinação dos parâmetros (comprimento, diâmetro e número de espiras) foi feito um programa em microcomputador em linguagem FORTRAN-77² para desenhar a forma do campo magnético no eixo central da bobina.

Depois de tentarmos vários modelos de bobina, resolvemos separar a bobina primária em três secções coaxiais adjacentes (Fig. 3.18), sendo as duas secções nas extremidades com um maior número de espiras, de tal forma a homogeneizar o campo magnético na região da amostra. Para diminuir o acoplamento magnético com metais, como o "HELI-TRAN", nas proximidades, recorreremos à solução citada por alguns autores^(9,32,38) onde foram feitos, para a bobina primária, dois enrolamentos coaxiais concêntricos e enrolados em sentidos opostos obedecendo a seguinte relação³:

$$N_1 A_1 = N_2 A_2 \quad (3.7)$$

¹ Veja os cálculos detalhados dessa equação no APÊNDICE I.

² Este programa está listado no APÊNDICE IV.

³ Com este tipo de enrolamento o campo magnético decai como um quadrupolo magnético nas proximidades das bobinas da bobina e como um octupolo magnético em regiões distantes da bobina.

onde N é o número de espiras e A a área de cada enrolamento. O índice 1 indica o enrolamento interno e o índice 2 o externo.

Fig. 3.18 - Esquema dos enrolamentos das bobinas de medida.

a)

*unidades em milímetro

b)

Fig. 3.19 - Fôrmas para os enrolamentos da bobina primária:
a) externo e b) interno, e bobinas de compensação.

No caso de nossa bobina fizemos, para cada secção do primário, o enrolamento externo com metade do número de espiras do enrolamento interno. Assim, variamos o raio de cada secção do enrolamento externo (Fig. 3.19) para que fosse obedecida a relação (3.7).

3.3.2 - Bobina secundária

O enrolamento secundário (Fig. 3.18) foi feito de duas secções coaxiais adjacentes ligadas em série e enroladas em sentidos opostos de tal forma que a soma das voltagens induzidas nas duas secções resulte, no caso de dois enrolamentos idênticos, em um sinal nulo. Para minimizar a voltagem total induzida na bobina secundária foram retiradas algumas espiras de uma das secções até encontrarmos um sinal mínimo¹. Esta operação, retirada de espiras de uma secção do secundário, foi dificultada devido à bobina secundária estar localizada internamente à primária.

Para a definição das dimensões (Fig. 3.20) e do número de espiras da bobina secundária foram observadas as seguintes condições:

- 1 - Região de homogeneidade do campo magnético induzido pela corrente na bobina primária.
- 2 - Diâmetro interno e externo dado pelo sistema de resfriamento e pela bobina primária respectivamente.
- 3 - Indutância mútua entre primário e uma secção do secundário da ordem de alguns mH.

$$M = N_s n \mu_0 A \quad (3.8)$$

¹ O sinal mínimo conseguido é da ordem de 10^{-3} vezes a voltagem dada por apenas uma secção.

onde N_s é o número de espiras de uma secção da bobina secundária, n é o número de espiras por unidade de comprimento da bobina primária, μ_0 é a permeabilidade do vácuo, e A é a área da bobina secundária.

Fig. 3.20 - Fôrma para a bobina secundária.

Na tabela abaixo estão listados alguns dados referentes às bobinas primária e secundária (Fig. 3.18).

TABELA 3.II - Dados referentes às bobinas primária e secundária.

bobina	primária**				secundária (cada)
	P _{1c}	P _{1b}	P _{2c}	P _{2b}	
comprimento (mm)	28	8	28	8	9
diâmetro interno (mm)	34	34	49,2	50,6	23
diâmetro do fio (mm)	0,284	0,284	0,284	0,284	0,119
número de camadas	4	10	2	5	23
número de espiras	368	250	184	125	1830
impedância (Ω)	14	10	10	7	330
auto-indutância* (mH)	5,893	10,465	2,956	5,216	242,94

*A auto-indutância foi calculada usando o valor médio do raio de cada enrolamento.

**Como as bobinas das bordas são iguais, foram listadas apenas as características de uma delas.

3.3.3 - Acoplamento capacitivo

Por maior que sejam os cuidados tomados no enrolamento das bobinas primária e secundária, sempre haverá um pequeno acoplamento capacitivo entre estes dois enrolamentos.

Para minimizar esse acoplamento capacitivo foi colocada uma blindagem eletrostática entre os dois enrolamentos. Esta blindagem eletrostática⁽⁴²⁾ foi feita de uma chapa de cobre de 0.1 mm de espessura. Foi tomado o cuidado para não fechar o "loop" com a chapa de cobre, evitando assim que ocorra indução de corrente na blindagem. Esta corrente induzida na blindagem poderia blindar uma parte do campo magnético da bobina primária.

Uma outra providência tomada foi enrolar as duas bobinas, primária e secundária, de tal forma que a camada interna do primário e a camada externa do secundário estejam em potencial terra (Fig. 3.21). Ou seja, as camadas mais próximas entre primário e secundário estão em um mesmo potencial⁽²⁾, diminuindo assim a capacitância entre as duas bobinas.

Fig. 3.21 - Desenho esquemático do enrolamento das bobinas primária e secundária.

3.3.4 - Blindagem magnética

No aparelho utilizado para resfriamento da amostra¹ não podemos movimentar a amostra porque dispomos de uma região muito pequena para colocá-la.

¹ Este aparelho será descrito na seção 3.5.

Devido a este fato temos então que movimentar o conjunto de bobina de medida, mas para isto precisamos reduzir mais ainda o acoplamento do campo magnético com materiais nas proximidades. Assim foi feita uma blindagem magnética com uma chapa de μ -metal de 1 mm de espessura (Fig. 3.22).

Em cada extremidade da bobina primária foi colocado um conjunto de dois discos de μ -metal. O primeiro disco com um diâmetro de 100 mm e o segundo com 56 mm. Estes dois discos estão separados um do outro por uma distância de 2 mm, e o conjunto de discos separado da borda da bobina por uma distância de 2.2 mm.

Ligando os dois conjuntos de discos, a fim de fechar o fluxo magnético, foram colocadas três barras de ferro doce de 76 mm de comprimento.

Fig. 3.22 - Blindagem magnética.

3.4 - Criostato

Foi Projetado e construído um pequeno criostato para manter as bobinas imersas em nitrogênio líquido. Para o projeto do criostato tivemos que levar em conta algumas restrições, como

limitações nas dimensões e formato, impostas pelo sistema de resfriamento da amostra.

Primeiramente o criostato tinha de ser construído com um furo de pouco mais de 11mm em seu eixo central, de tal forma que ele pudesse envolver um tubo de 11mm que é parte integrante do sistema de resfriamento da amostra.

Segundo, ele não podia ser muito grande devido ao pouco espaço de que dispunhamos, e também não podia ser muito pequeno para que o nitrogênio não evaporasse rapidamente deixando emersa uma parte da bobina.

Na figura 3.23 está desenhado o criostato, em unidades milimétricas, feito de aço inox.

Fig. 3.23 - Desenho do criostato

No eixo central deste criostato foram colados, com cola araudite na proporção 2x1 (adesivo/endurecedor), dois tubos de quartzo¹ concêntricos cujos diâmetros estão listados abaixo.

TABELA 3.III - Diâmetro dos tubos de quartzo.

	diâmetro interno (mm)	diâmetro externo (mm)
tubo interno	11,5	13,4
tubo externo	14,5	17,1

Porém este criostato apresentou alguns problemas:

1 - Por não conseguir descolar os tubos de quartzo sem quebrá-los, a cada abertura do criostato era necessário a troca destes tubos, tornando o criostato muito dispendioso.

2 - Dificuldades de se encontrar no mercado tubos de quartzo, nas dimensões corretas, para substituir aqueles que eventualmente eram quebrados.

3 - Pequeno tempo de duração do nitrogênio líquido no criostato. Era necessário reenchê-lo a cada 10 minutos.

4 - Isolamento térmico debilitado fazendo com que as paredes externas do criostato ficassem cobertas de gelo.

Para solucionar os dois primeiros problemas, listados acima, foi colado em cada extremidade dos tubos de quartzo um anel de aço inox de aproximadamente 10 mm de comprimento (Fig. 3.24). Estes aneis foram feitos com diâmetro interno igual ao diâmetro interno do tubo de quartzo no qual seria colado, e o diâmetro externo com uma folga de 2 décimos de milímetro do

¹ Os tubos foram escolhidos serem de quartzo pela pureza e por suportarem choques térmicos.

diâmetro da posição na qual ele seria encaixado no criostato. Após encaixado no criostato foi colocado uma pequena camada de cola araudite (2x1) sobre a junção do anel com o criostato.

Fig. 3.24 - tubos de quartzo com anéis de aço inox fixados em suas extremidades.

Para solucionar os dois últimos problemas, listados acima, seria necessário a construção de um outro criostato. Porém, devido ao fato de não dispormos de tempo suficiente para aguardar a construção de um novo criostato, resolvemos abandonar temporariamente o projeto do mesmo.

3.5 - Sistema de resfriamento da amostra

Para o resfriamento da amostra foi usado um sistema comercial de transferência de helio líquido¹, "HELI-TRAN" modelo LTR-3 da "APD Cryogenics", desenhado para esfriar amostras em um espectrômetro de RPE (Ressonância Paramagnética Eletrônica) em

¹ Este sistema foi montado e colocado em funcionamento em paralelo com o desenvolvimento do susceptômetro.

temperaturas que variam desde 2.0 até 300K. A temperatura é controlada digitalmente por uma unidade microprocessadora da "Scientific Instruments, Inc." modelo 5500-5.

Fig. 3.25 - Montagem do sistema de resfriamento da amostra.

Este sistema (Fig. 3.25) tem algumas vantagens sobre os sistemas tradicionais de resfriamento de amostras:

1 - Devido às suas pequenas dimensões e por estar todo montado em um "rack", este sistema é de fácil manuseio e pode ser facilmente transportado.

2 - Facilidade de troca de amostras sem que haja a necessidade de elevar sua temperatura.

3.5.1 - Descrição do "HELI-TRAN"

O "HELI-TRAN" é constituído de dois componentes principais (Fig. 3.25): uma linha flexível de transferência de hélio líquido com seu adaptador para o reservatório de hélio líquido ("dewar"), e uma unidade final de resfriamento ("COLD END ASSEMBLY") na qual está localizado o porta amostra.

Na linha de transferência (Fig. 3.26) temos duas blindagens térmica: Uma feita com uma parede evacuada e outra feita por um fluxo de hélio paralelo ao fluxo de hélio líquido que vai para a unidade final de resfriamento (fluxo do "tip"). Esta blindagem feita com fluxo de hélio tem a finalidade de absorver radiações térmicas do ambiente e manter constante o fluxo do "tip".

Fig. 3.26 - Detalhes da linha de transferência e seu adaptador para o "dewar".

No final da linha de transferência, na parte que encaixa na unidade final de resfriamento, há uma válvula de agulha¹ que serve para controlar o fluxo de hélio do "tip". Em sua outra extremidade há um filtro para evitar que cristais de gelo ou outras impurezas, contidas no reservatório de hélio, entupam a linha de transferência.

Na unidade final de resfriamento (Fig. 3.27) há dois termopares e um aquecedor. Um dos termopares, T1, fica junto ao aquecedor mantido em vácuo, não tendo assim contato com o hélio. Este termopar é usado, em conjunto com o aquecedor, para controlar a temperatura e também para leitura. O outro termopar, T2, está localizado um pouco abaixo do porta amostra, na região onde há fluxo de hélio, e é usado simplesmente para leitura da temperatura.

Fig. 3.27 - Detalhes da unidade final de resfriamento.

¹ Essa válvula é muito frágil, por isto é recomendado não removê-la.

Fig. 3.28 - Leitura do fluxímetro verso fluxo de vapor de hélio.

Segundo o manual de instruções a temperatura na amostra pode ser calculada, usando tanto a leitura da temperatura do termopar 1 quanto do termopar 2, através das seguintes equações:

$$T_s = T_1 + \frac{1.7}{F} \quad (3.9)$$

$$T_s = T_2 + \frac{1.1}{F}$$

onde T_s é a temperatura da amostra e F o fluxo do "tip" dado em ll/h (litros por hora de hélio líquido). Porém, a leitura do fluxímetro é dada em unidades milimétricas. Para transformá-las em ll/h utilizamos o seguinte procedimento: Primeiramente

transformamo-nas em vl/min (litros por minuto de vapor de hélio) usando o gráfico da figura 3.28, feito isto utilizamos a equação (3.10) para converter o fluxo de hélio de vl/min para ll/h:

$$F(\text{ll/h}) = \frac{60}{754} F(\text{vl/min}) \quad (3.10)$$

Após alguns experimentos foi verificado que as equações anteriores não são válidas para todas as temperaturas. Por isto tivemos que colocar um terceiro termopar no local da amostra e fazer uma nova calibração¹.

3.5.2 - Funcionamento do "HELI-TRAN"

Devido ao fato do manual de instruções do "HELI-TRAN" ter sido muito mal escrito, deixando nos com muitas dúvidas sem esclarecimento, colocá-lo em funcionamento foi uma tarefa muito árdua. Tarefa essa comparável ao trabalho de desenvolvimento do susceptômetro.

Procedimentos iniciais

Para iniciar um experimento com o "HELI-TRAN" é necessário seguir o seguinte procedimento:

- 1 - Atarrachar o conjunto de bobinas na unidade final de resfriamento.
- 2 - Ligar a bomba de vácuo e fazer vácuo no sistema a 10^{-3} mm de Hg ou melhor.
- 3 - Introduzir o adaptador da linha de transferência no reservatório de hélio.

¹ Detalhes desta calibração são dados no capítulo IV.

4 - Fechar a válvula da recuperação do reservatório de hélio e introduzir lentamente a linha de transferência em seu adaptador.

5 - Conectar a outra extremidade da linha de transferência na unidade final de resfriamento, enroscando-a umas 4 voltas.

6 - Abrir as válvulas dos fluxímetros deixando que o hélio flua através do sistema.

7 - Elevar a pressão do reservatório de hélio entre 130 e 250 mm de Hg.

8 - Aguardar de 20 a 60 minutos, dependendo da pressão colocada no reservatório de hélio, até que a temperatura em T₁ caia a 4.2 K. Após a temperatura em T₁ chegar a 4.2 K aguardar alguns minutos até que o fluxo do "tip" se estabilise. Para um menor consumo deixar que a pressão do reservatório caia até cerca de 70 mm de Hg, durante o período de resfriamento do sistema¹.

9 - Fechar a válvula de agulha ao ponto máximo em que T₁ continue registrando 4.2 K (cerca de 1 volta a partir da posição em que a válvula está completamente fechada)².

10 - Para temperaturas acima de 4.2 K, fechar mais ainda a válvula de agulha (cerca de 1/2 volta aberta) até que o fluxo do "tip"³ seja menor do que 25 mm. O fluxo na blindagem da linha de transferência deve sempre permanecer em torno de 35 mm afim de manter constante o fluxo do "tip".

Após estes procedimentos o "HELI-TRAN" está pronto para

¹ É desaconselhável uma rápida despressurização do reservatório de hélio pois aumenta o consumo. Uma despressurização rápida a partir de 250 mm de Hg consome 11% do volume total de hélio contido no reservatório, e a partir de 130 mm de Hg consome 5%. Congelamento na região em que está conectado o adaptador da linha de transferência também aumenta o consumo.

² O ajuste da válvula de agulha tem uma histerese de aproximadamente 1/4 de volta.

³ Para temperaturas mais altas é necessário diminuir mais ainda este fluxo.

que seja realizado o experimento. A varredura de temperatura é feita com o auxílio do controlador de temperaturas, inserindo a temperatura desejada no "SET POINT". É aconselhável fazer variações lentas na temperatura, ou seja usar um valor pequeno para o "RATE"¹. Para temperaturas mais altas deve-se escolher valores mais apropriados para os parâmetros "PROP" (proporcional), "DER" (derivada) e "INT" (integral)².

Procedimentos finais

Para interromper a transferência de hélio segue se o seguinte procedimento:

- 1 - Fechar a válvula de agulha.
- 2 - Despressurizar lentamente o reservatório de hélio abrindo aos poucos a válvula da recuperação.
- 3 - Fechar as válvulas dos fluxímetros depois que houver cessado o fluxo de hélio através deles.
- 4 - Aguardar que a temperatura se eleve acima de 270 K.
- 5 - Desconectar a linha de transferência da unidade final de resfriamento e retirá-la do reservatório de hélio.
- 6 - Retirar o adaptador da linha de transferência do reservatório de hélio.
- 7 - Desligar a bomba de vácuo, fechando primeiramente a válvula na unidade final de resfriamento.

Cuidados importantes

Existem alguns cuidados importante a serem tomados para que haja um bom funcionamento do "HELI-TRAN".

¹ "RATE" é a taxa de variação da temperatura por minuto. Testes durante as medidas nos mostraram que os melhores números são aqueles menores que 3K/min.

² São estes parâmetros que fornecem a potência aplicada ao aquecedor. Em baixas temperaturas todos eles são iguais a 50. Em altas temperaturas eles devem ser diminuídos.

*O vácuo da linha de transferência deve ser feito periodicamente a 10^{-4} mm de Hg ou melhor. Um vácuo ruim na linha de transferência provoca um aumento no consumo de hélio.

*O filtro da entrada da linha de transferência deve ser limpo periodicamente. Cristais de gelo e impurezas contidas no reservatório de hélio entope esse filtro fazendo surgir instabilidades nos fluxos.

*A bomba de vácuo deve ser ligada em temperaturas acima de 25 K. A partir desta temperatura pode haver condensação de umidade no tubo de quartzo, onde está localizado o porta amostra, devido a pequenos vazamentos existentes na unidade.

CAPÍTULO IV

MEDIDAS E ANALISE DOS RESULTADOS

4.1 - Campo magnético aplicado na amostra

Foi medido, com o auxílio de uma pequena bobina (bobina sonda) enrolada em uma vareta de PVC, o campo magnético em alguns pontos do eixo central da bobina primária.

TABELA 4.I - Dados referentes à bobina utilizada para as medidas do campo magnético no interior da bobina primária.

comprimento (mm)	2,6
diâmetro interno (mm)	6,0
diâmetro externo (mm)	8,6
diâmetro do fio (mm)	0,119
número de espiras	180

A bobina sonda foi colocada no interior da bobina primária, através da qual foi feito passar um fluxo de corrente alternada com amplitude de 173 mA (rms) e com uma frequência de 98,9 Hz. Medimos em alguns pontos a voltagem induzida na bobina sonda e calculamos o campo magnético através da seguinte equação:

$$B_0 = \frac{c}{30000} \frac{V}{n A \omega} \quad (4.1)$$

onde B_0 é dado em Gauss, c é a velocidade da luz (m/s), V a voltagem induzida na bobina sonda (V), n o número de espiras, A a área da seção reta da bobina sonda (m^2), e ω a frequência da corrente aplicada na bobina primária (Hz).

No gráfico da figura 4.1 foi feita uma comparação entre o campo magnético calculado teoricamente com o auxílio do programa listado no APÊNDICE IV e o campo magnético medido experimentalmente, apresentando uma boa aproximação entre os dois resultados.

Foi medido e esboçado no gráfico (Fig. 4.1), também, o campo magnético após ter sido colocado a blindagem magnética. Esta medida nos mostrou, como já era esperado, um decaimento mais acentuado do campo magnético fora da bobina, sem contudo alterar sua forma no interior da mesma.

Fig. 4.1 - Gráfico comparativo entre o campo magnético medido experimentalmente, com e sem a blindagem magnética, e o campo magnético obtido por cálculo teórico.

4.2 - Indutância mútua entre as bobinas primária e secundária

Foi verificada a indutância mútua entre a bobina primária e cada uma das secções da bobina secundária, e também entre a bobina primária e a combinação em série das duas secções da bobina secundária (bobina secundária total). Para isto foi medida a voltagem induzida em um dos secundários e na combinação em série dos dois secundários.

Aplicando uma corrente alternada de 173 mA com uma frequência de 98,9 Hz, obtivemos uma voltagem induzida em uma das secções da secundária de 771 mV e na combinação em série das secções da secundária de 707 μV ¹. Assim, usando a equação abaixo:

$$M = \frac{V}{\omega I_p} \quad (4.2)$$

obtemos:

indutância mútua entre primário e um secundário	7,17 mH
indutância mútua entre primário e secundário	6,58 μH

4.3 - Calibração do "HELI-TRAN"

Para a calibração do "HELI-TRAN" foi colocado um termopar de ouro/cromo no lugar da amostra e feito uma variação na temperatura do "tip", desde 4,2 K até 55 K. Para cada temperatura foi medido o valor da temperatura no "tip" (T_1) e na amostra (T_g) para diversos valores de fluxo de hélio. Os valores

¹ Para medida dessas voltagens foi utilizado o "lock-in" SR530.

medidos nesta calibração foram listados na tabela 4.II e foi feito também um gráfico (Fig. 4.2) da diferença de temperatura lida nos dois termopar ($\Delta T_{1s} = T_s - T_1$) em função do fluxo de hélio líquido por hora (ll/h).

TABELA 4.II - Dados obtidos na calibração do "HELI-TRAN".

T_1 (K)	T_s (K)	F(mm)	F(ll/h)
4,31	5,11	33,0	0,804
4,27	6,07	28,0	0,647
4,19	7,59	25,0	0,552
4,22	8,10	24,0	0,521
4,28	9,11	22,5	0,474
6,00	11,95	22,0	0,458
8,00	14,64	21,5	0,442
9,98	17,33	21,0	0,426
12,54	21,58	20,5	0,411
14,98	18,50	26,0	0,584
14,90	20,20	24,0	0,521
14,97	25,25	20,0	0,395
15,00	29,12	18,0	0,332
17,50	29,70	19,5	0,379
20,00	32,12	19,0	0,364
22,95	35,50	19,0	0,364
23,97	37,65	18,5	0,348
24,00	41,80	17,5	0,316
24,00	61,70	15,5	0,253
27,06	42,24	18,5	0,348
30,05	46,85	18,0	0,332
29,95	70,60	15,0	0,238
30,00	101,00	12,5	0,159
34,02	53,50	17,5	0,316
39,02	63,30	17,0	0,301
38,88	82,92	15,0	0,238
39,00	93,50	14,0	0,206
45,06	95,00	14,5	0,222
45,00	106,70	13,5	0,191
52,00	127,20	12,5	0,159
54,90	157,70	11,0	0,112

Como o termopar utilizado na calibração do "HELI-TRAN" possui ferro em sua composição, não é possível realizar as medidas para as amostras com este termopar no interior da bobina de medida. Assim é necessário calcularmos uma equação que forneça a temperatura na amostra em função da temperatura no "tip" e do fluxo de hélio líquido. Para isto obtivemos a seguinte função que melhor ajusta os pontos do gráfico da figura 4.2.

$$T_s = T_1 + \frac{217,328}{e^{7,487 F}} \quad (4.3)$$

onde F é o fluxo de hélio líquido por hora (ll/h).

Fig. 4.2 - Gráfico da curva de calibração para o "HELI-TRAN".

4.4 - Calibração do susceptômetro

Para calibração do susceptômetro foi feita uma medida da susceptibilidade magnética AC de uma amostra de Sulfato de Cobre penta-hidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$).

Foi escolhida esta amostra por ser um sal paramagnético de susceptibilidade magnética conhecida, a qual obedece à lei de Curie.

$$\chi = \frac{C}{T}$$

onde C é a constante de Curie¹.

Um outro motivo para a escolha desta amostra é que ela possui uma susceptibilidade magnética pequena à temperatura ambiente, possibilitando a verificação da sensibilidade do equipamento.

4.4.1 - Resultados para o Sulfato de Cobre penta-hidratado

Foram feitas medidas para o Sulfato de Cobre penta-hidratado em temperaturas entre 5 e 160 K.

Estas medidas foram feitas colocando a amostra ora no interior de uma secção da bobina secundária ora noutra, e medindo a voltagem induzida devido a amostra ao aplicarmos um campo alternado com frequência de 98,9 Hz².

A amostra foi colocada fixa em uma posição, no porta

¹ O desenvolvimento desta equação e o valor algébrico desta constante estão contidos no APÊNDICE III.

² Como foi visto na secção 1.2 a diferença entre a voltagens induzidas nas secções da bobina secundária é proporcional a susceptibilidade magnética da amostra.

amostra do "HELI-TRAN" (Fig. 3.27), e foi feito o movimento do conjunto de bobinas de medida de tal forma que a amostra ficasse posicionada ora em uma secção da bobina secundária ora noutra.

Foram utilizados 62 mg de amostra, pulverizada, colocada em um tubo de quartzo de 3 mm de diâmetro, o qual é utilizado em experimentos de RPE (Ressonância Paramagnética Eletrônica).

Os dados deste experimento estão listados na tabela 4.III. Onde ΔN ($\Delta N = N_1 - N_2$) é a diferença entre as leituras no display (seção 3.2.1) para a amostra em cada secção da bobina secundária, T_1 é a temperatura no "tip", Fluxo(mm) é o fluxo lido diretamente no fluxímetro, Fluxo(l/h) é o fluxo calculado através do gráfico da figura 3.28 e da equação (3.10), e por último T_s que é a temperatura na amostra calculada através da equação (4.3).

Fig. 4.3 - Gráfico do inverso da susceptibilidade magnética do Sulfato de Cobre penta-hidratado (em unidades relativas) em função da temperatura.

TABELA 4.III - Dados obtidos através das medidas realizadas para a amostra de Sulfato de Cobre penta-hidratado.

ΔN	T_1 (K)	Fluxo(mm)	Fluxo(l1/h)	T_s (K)
1398,30	4,17	32,0	0,772	4,84
1063,50	6,02	29,5	0,694	7,22
974,51	6,51	29,5	0,694	7,71
928,69	6,80	29,5	0,694	8,00
889,84	7,10	29,5	0,694	8,30
843,28	7,59	29,5	0,694	8,80
766,76	8,10	28,5	0,662	9,63
751,84	8,39	29,0	0,678	9,75
720,09	9,01	29,0	0,678	10,37
686,75	9,40	29,0	0,678	10,76
663,37	6,99	23,0	0,489	12,58
618,91	7,99	23,0	0,489	13,58
584,20	9,00	23,0	0,489	14,59
547,37	9,99	23,0	0,489	15,58
488,10	11,97	23,0	0,489	17,56
441,96	13,98	23,0	0,489	19,57
409,58	14,01	22,5	0,474	20,26
405,97	16,01	23,0	0,489	21,60
383,03	15,50	22,5	0,474	21,75
372,54	17,99	22,5	0,474	24,24
351,37	20,01	23,0	0,489	25,60
340,91	18,00	21,5	0,442	25,94
337,82	21,01	23,0	0,489	26,60
315,39	22,00	22,5	0,474	28,25
300,15	23,50	22,0	0,458	30,54
281,09	25,99	22,5	0,474	32,24
273,05	27,94	22,5	0,474	34,19
258,44	29,87	22,0	0,458	36,91
239,39	31,66	21,5	0,442	39,60
223,20	35,26	21,0	0,426	44,21
208,79	37,71	18,5	0,350	53,52
208,28	33,86	17,5	0,316	54,26
190,82	35,63	17,5	0,316	56,03
178,88	40,09	17,5	0,316	60,49
175,44	42,28	17,5	0,316	62,68
162,74	45,13	17,5	0,316	65,53
156,53	46,87	17,5	0,316	67,27
139,70	44,37	16,0	0,269	73,37
122,68	44,34	15,5	0,253	77,03
114,30	45,24	15,0	0,238	81,82
107,70	47,72	15,0	0,238	84,30
101,79	49,63	14,0	0,206	96,11
95,44	51,53	13,5	0,191	103,53
80,01	51,51	12,5	0,159	117,59
69,81	51,42	11,5	0,128	134,76
55,37	52,41	10,5	0,096	158,31

Na figura 4.3 foi feito um gráfico do inverso de ΔN ($\Delta N \propto \chi$) em função da temperatura da amostra (T_s), no qual foram usados os dados experimentais listados na tabela 4.III. Este

gráfico por si só já comprova um bom funcionamento do susceptômetro, uma vez que a amostra forneceu um comportamento linear, obedecendo a Lei de Curie.

A curva que melhor ajustou os pontos medidos no gráfico da figura 4.3 é dada pela seguinte expressão:

$$\frac{1}{\Delta N \cdot 10^{-3}} = 0,1037 T_{\theta} + 0,0884 \quad (4.4)$$

Fazendo $\frac{1}{\Delta N} = 0$, na equação (4.4), obtemos a temperatura de ordenamento igual a $\theta = -0,85$ K que é bem próximo do resultado obtido por HOCKMAN et alii (1981), o qual é igual a $\theta = -1$ K.

4.4.2 - Cálculo teórico da susceptibilidade magnética

A susceptibilidade magnética da amostra utilizada obedece a lei de Curie:

$$\chi = \frac{N_A S (S + 1) g^2 \mu_B^2}{3 K_B T} \quad (4.5)$$

onde N_A é o número de avogrado, μ_B o magneton de Bohr, K_B a constante de Boltzmann, S o spin, g o fator giromagnético e T a temperatura na amostra.

O fator g médio, do Sulfato de Cobre penta-hidratado, foi medido utilizando a técnica de RPE em banda X ($\nu \approx 9$ GHz) resultando em $g = 2,2$, o qual está em acordo com a literatura.

Usando a equação (4.5) para S igual a 1/2, obtivemos uma relação (eq. 4.6) que fornece a susceptibilidade magnética, para o Sulfato de Cobre penta-hidratado, em função da temperatura, e em unidades de cm^3/mol .

$$\chi = \frac{0,45}{T} \quad (4.6)$$

Onde o valor 0.45 é a constante de Curie, teórica, para o Sulfato de Cobre penta-hidratado.

4.4.3 - Cálculo da constante de calibração usando os valores dos elementos da ponte de indutância mútua

Faremos aqui apenas os cálculos para a parte real, χ' , da susceptibilidade magnética. Os cálculos para a parte imaginária são idênticos a estes, resultando em uma mesma constante de calibração.

Através do circuito eletrônico da ponte indutância mútua (Fig. 3.14) esquematizado na figura 4.4, foi obtido as seguintes constantes de proporcionalidade:

$$\begin{aligned} K &= 27,7 \times 10^{-3} \, \Omega^{-1} \\ Q &= 3,86 \times 10^{-3} \end{aligned} \quad (4.7)$$

Não foi verificado o valor de K_c porque ele não é constante, e também porque ele desaparecerá após algumas manipulações

algébricas.

Fig. 4.4 - Diagrama esquemático das voltagens em quadratura registradas pelo "lock-in".

A componente em quadratura do sinal na entrada A do "lock-in" é dada por:

$$\begin{aligned}
 &\text{secundário} \left\{ \begin{aligned} V_A &= K V_0 G \omega M_0 + K_c V_0 G \omega M_c \end{aligned} \right. \\
 &\text{s/ amostra} \\
 &\text{amostra} \left\{ \begin{aligned} V_A &= K V_0 G \omega M_0 + K_c V_0 G \omega M_c + K V_0 G \omega 4\pi\chi'\eta M_1 \end{aligned} \right. \quad (4.8) \\
 &\text{no sec.1} \\
 &\text{amostra} \left\{ \begin{aligned} V_A &= K V_0 G \omega M_0 + K_c V_0 G \omega M_c - K V_0 G \omega 4\pi\chi'\eta M_2 \end{aligned} \right. \\
 &\text{no sec.2}
 \end{aligned}$$

onde M_i é a indutância mútua entre as bobinas primária e secundária, G o ganho do pré-amplificador ($G = 401$), e η o fator de preenchimento do sistema.

O sinal na entrada B do "lock-in" é dado por:

$$V_B = Q \alpha_i V_0 \quad (4.9)$$

sendo,

$$\alpha_i = \frac{N_i}{4096} - \frac{1}{2} \quad (4.10)$$

onde o índice i ($= 0,1,2$) indica a posição da amostra (0 - amostra fora do secundário, e 1 e 2 - amostra no secundário 1 e 2 respectivamente). N é o número, lido no display, que controla a saída do conversor DA.

Para que a ponte de indutância mútua esteja balanceada (sinal nulo no "lock-in") é necessário que as voltagens nas entradas A e B do "lock-in" sejam iguais. Ou seja, é necessário que V_A e V_B , nas equações (4.8) e (4.9), sejam iguais. Assim, igualando essas equações:

$$K V_0 G \omega M_0 + K_c V_0 G \omega M_c = Q \alpha_0 V_0$$

$$K V_0 G \omega (M_0 + 4\pi\chi'\eta M_1) + K_c V_0 G \omega M_c = Q \alpha_1 V_0$$

$$K V_0 G \omega (M_0 - 4\pi\chi'\eta M_2) + K_c V_0 G \omega M_c = Q \alpha_2 V_0$$

ou

$$K G \omega M_0 + K_c G \omega M_c - Q \alpha_0 = 0 \quad (4.11a)$$

$$K G \omega (M_0 + 4\pi\chi'\eta M_1) + K_c G \omega M_c - Q \alpha_1 = 0 \quad (4.11b)$$

$$K G \omega (M_0 - 4\pi\chi'\eta M_2) + K_c G \omega M_c - Q \alpha_2 = 0 \quad (4.11c)$$

Subtraindo (4.11c) de (4.11b) obtemos:

$$K G \omega 4\pi\chi'\eta (M_1 + M_2) = Q (\alpha_1 - \alpha_2)$$

logo,

$$\chi' = \frac{Q (\alpha_1 - \alpha_2)}{4\pi\eta K G \omega (M_1 + M_2)}$$

substituindo α_1 pela expressão (4.10) e usando que $M_1 \approx M_2$ ($\approx 7,17$ mH).

$$\chi' = \frac{Q (N_1 - N_2)}{4\pi\eta K G \omega 2M_1 4096} = \frac{Q \Delta N}{\pi\eta K G \omega M_1 32768} \quad (4.12)$$

Para a equação de calibração é interessante que χ' seja dada em função do ΔN , da frequência do campo magnético aplicado e do volume da amostra. Ou seja, uma equação da seguinte forma:

$$\chi' = A_T \frac{\Delta N}{\omega V_s} \quad (4.13)$$

Comparando as equações (4.12) e (4.13) vemos que A_T (constante teórica de calibração) é dada por:

$$A_T = \frac{Q V_s}{32768 M_1 \pi \eta K G} \quad (4.14)$$

Considerando, em primeira aproximação, que η seja a razão entre os volumes da amostra (V_s) e de uma secção da bobina secundária ($V \approx 4,78 \text{ cm}^3$)¹, a equação (4.14) resulta em $A_T = 2,25 \times 10^{-6} \text{ cm}^3/\text{s}$. Substituindo este valor na equação (4.13), reescrevemo-na da seguinte forma:

$$\chi' = 2,25 \times 10^{-6} \frac{\Delta N}{\omega V_s}$$

Nesta equação a susceptibilidade magnética é adimensional. Para podermos comparar a susceptibilidade magnética medida com seu valor obtido através de cálculos teóricos (seção 4.4.2) é necessário que ela seja dada em unidades de cm^3/g (χ_{massa}) ou em unidades de cm^3/mol (χ_{molar}):

$$\begin{aligned} \chi'_{\text{massa}} &= \frac{\chi'}{\rho} \\ \chi'_{\text{molar}} &= \frac{\chi'}{\rho} P_M \end{aligned} \quad (4.15)$$

onde ρ é a densidade volumétrica (massa por unidade de volume) e P_M o peso molecular da amostra.

¹ Neste cálculo foi usado o raio médio da bobina secundária ($r_m = 1,3 \text{ cm}$)

Assim a susceptibilidade magnética molar (cm^3/mol) é dada por:

$$\chi'_{\text{molar}} = 2,25 \times 10^{-6} \frac{\Delta N P_M}{\omega M} \quad (4.16)$$

Usando as medidas feitas para 62 mg de Sulfato de Cobre penta-hidratado (seção 4.4.1), cujo peso molecular é 249,69 g/mol e a frequência do campo aplicado igual a 98.9 Hz, temos que para T_s (temperatura na amostra) igual a 100 K obtem-se ΔN igual a 96,62 (eq. 4.4). Assim, através da equação (4.16), obtemos uma susceptibilidade magnética molar igual a:

$$\chi'_{\text{molar}} = \frac{0,14}{T} \text{ cm}^3/\text{mol} \quad (4.17)$$

Comparando este resultado com aquele obtido através da lei de Curie, equação (4.6), verificamos que nosso resultado é 3.2 vezes menor que o anterior. Isto é devido principalmente à aproximação usada para o fator de preenchimento, e também a erros na determinação das constantes (K , Q , M_1 , V , G) através da ponte de indutância mútua.

Portanto estes cálculos não podem ser utilizados para obtenção da constante de calibração. Assim calcularemos esta constante utilizando as medidas experimentais com o Sulfato de Cobre penta-hidratado.

4.4.4 - Cálculo da constante de calibração usando dados experimentais

Para este cálculo usaremos nossas medidas em comparação com os resultados de HOCKMAN et alii (1981), cuja susceptibilidade magnética molar é dada pela seguinte equação:

$$\chi'_{\text{molar}} = \frac{0.46}{T} \quad (4.18)$$

Fig. 4.5 - Gráfico do Inverso da susceptibilidade molar, do Sulfato de Cobre penta-hidratado, em função da temperatura, obtido por HOCKMAN et alii.

Novamente calcularemos uma constante de calibração de tal forma que a susceptibilidade magnética molar seja dada por uma equação do tipo da (4.16).

$$\chi'_{\text{molar}} = A_E \frac{\Delta N P_H}{\omega_m} \tag{4.19}$$

Onde A_E é a constante experimental de calibração.

Fig. 4.6 - Gráfico do inverso da susceptibilidade magnética do Sulfato de Cobre penta-hidratado (em unidades absolutas) em função da temperatura.

Igualando a equação (4.19) com (4.18) em $T = 100 \text{ K}$ ($\Delta N = 96,62$), obtem-se:

$$\frac{0.46}{100} = A_E \frac{96,62}{2\pi \cdot 98.9} \frac{246,69}{0.062}$$

Portanto, sendo χ'_{molar} a susceptibilidade magnética molar,

$A_E = 7,35 \times 10^{-6} \text{ cm}^3/\text{s}$. Assim reescrevendo a equação (4.19) obtemos a seguinte equação de calibração:

$$\chi'_{\text{molar}} = 7,35 \times 10^{-6} \frac{\Delta N P_M}{\omega M} \quad (4.20)$$

Utilizando esta equação e os dados experimentais da tabela 4III, foi feito (Fig. 4.6) o gráfico do inverso susceptibilidade magnética AC, em unidades absolutas (cm^3/mol), em função da temperatura.

4.5 - Medida da susceptibilidade magnética do Sulfato de Manganês mono-hidratado

Com a finalidade de verificar a calibração do susceptômetro (eq. 4.20) feita com o Sulfato de Cobre penta-hidratado, foi feita uma medida, em temperatura ambiente ($T = 300 \text{ K}$), do Sulfato de Manganês mono-hidratado ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Para esta medida foram utilizados 40,02 mg de Sulfato de Manganês mono-hidratado, cujo peso molecular é 161,01 g/mol.

A medida resultou em um valor de $\Delta N = 270$. Utilizando a equação de calibração (4.20), obtem-se o valor de $0,0135 \text{ cm}^3/\text{mol}$ para χ'_{molar} e uma constante de Curie igual a $C = 4,046 \text{ cm}^3\text{K/mol} = 2,39 \times 10^{-2} \text{ cm}^3\text{K/g}$. Este valor é bem próximo do valor tabelado no Handbook CRC (ed.49) pag.E119, no qual a constante de Curie para o $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ é igual a $C = 2,46 \times 10^{-2} \text{ cm}^3\text{K/g}$. Esta diferença (2,7%) entre os dois valores (medido e tabelado) é devido

principalmente ao erro na determinação da temperatura na amostra (Sulfato de Cobre penta-hidratado) utilizada na calibração do Susceptômetro.

4.6 - Estabilidade do susceptômetro

Para verificar a estabilidade do susceptômetro, foi conectado um registrador em uma das saídas do "lock-in", com a finalidade de se obter uma curva da variação da voltagem de saída da ponte de indutância mútua com relação ao tempo.

O registrador foi conectado na saída de 90^0 do "lock-in", que é a fase menos estável. Foi feita uma varredura de 25 s/cm com uma sensibilidade de 200 μ V, obtendo o gráfico da figura 4.7¹.

Fig. 4.7 - Gráfico da variação da voltagem de saída da ponte de indutância mútua em função do tempo.

¹ Para podermos comparar os resultados obtidos deste teste de estabilidade com as medidas das amostras, foi tomado o cuidado de manter as mesmas condições em ambos experimentos.

Notamos pelo gráfico da figura 4.7 que ainda temos uma pequena instabilidade no equipamento. Esta instabilidade equivale a uma pequena variação no dígito menos significativo do conversor DA.

Porém estas variações não influenciam muito no sinal da amostra. Para realizar cada medida, de um sinal que foi sempre maior que 50 ($\Delta N > 50$), necessitamos menos de 5 minutos. Enquanto que para haver uma variação de $\Delta N = 9$, devido a instabilidades na ponte de indutância mútua (Fig. 4.7), foi necessário mais de 14 minutos.

Esta instabilidade poderia dificultar medidas em temperaturas altas, onde o sinal induzido pela amostra torna-se gradativamente menor com o aumento da temperatura.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

A partir das medidas especificadas no CAPÍTULO IV concluimos que:

- O enrolamento duplo (invertidos) da bobina primária (seção 3.3.1) em conjunto com a blindagem feita com material magnético (seção 3.3.4), resultaram em um ótimo isolamento magnético como foi comprovado pelo gráfico da figura 4.1. Com isto foi possibilitado o movimento das bobinas sem que o mesmo provocasse interferência nas medidas.

- O "HELI-TRAN" não é um aparelho muito eficiente uma vez que em sua calibração (equação 4.3) foi verificado que a diferença entre a temperatura da amostra e do termopar T_1 (ΔT_{1s}) varia exponencialmente com o fluxo. Como em temperaturas mais altas é necessário diminuir o fluxo para que se consiga estabilizá-las, isto faz com que o erro na temperatura fique mais acentuado, pois a leitura do fluxímetro é muito crítica.

Para minimizar este erro na temperatura da amostra será necessário colocar um sensor de temperatura¹ junto da amostra, evitando assim erros devido ao cálculo feito para determinar a temperatura da amostra utilizando a equação 4.3.

- Através das medidas realizadas para o Sulfato de Cobre penta-hidratado (seção 4.4.1) comprovou-se um bom funcionamento do susceptômetro, obtendo um comportamento linear dos pontos medidos (Fig. 4.3) com pequenas flutuações que são devidas

¹ Este sensor ainda não foi colocado porque os sensores existentes em nosso laboratório possuem ferro em sua composição, os quais embora não dêem sinal em temperatura ambiente, dão um sinal enorme em baixas temperaturas, impossibilitando a medida da susceptibilidade da amostra.

principalmente ao erro na determinação da temperatura da amostra. Com o prolongamento da reta que melhor ajustou os pontos medidos, ver gráfico da figura 4.3, foi verificado uma constante de Weiss ($\theta = -0,85$ K) bem próxima daquela obtida por HOCKMAN et alii (1981) ($\theta = -1$ K).

- Para se obter o valor absoluto da susceptibilidade magnética (em unidades gaussianas) foi determinada uma constante de calibração através de cálculos teóricos (A_T) (seção 4.4.3) e também através do uso das medidas feitas com o Sulfato de Cobre penta-hidratado (A_E) (seção 4.4.4). Destas duas calibrações foi verificado que a primeira (A_T) fornecia um erro muito grande ($\sim 68\%$), o qual era devido principalmente a aproximação usada para o fator de preenchimento do sistema ($\eta \simeq V_g/V$). Já a segunda calibração (A_E) foi verificada, fazendo uma medida em temperatura ambiente com o Sulfato de Manganês mono-hidratado (seção 4.4.5), que fornecia um valor bem próximo do correto e cujo erro ($< 3\%$) foi devido principalmente a erros na determinação da temperatura da amostra.

- Ao se observar a estabilidade do Susceptômetro (seção 4.6) foi verificado que o mesmo tem uma estabilidade razoável mesmo não possuindo um sistema para manter as bobinas em temperatura fixa, como por exemplo um criostato para mantê-las imersas em nitrogênio ou hélio líquido.

Para melhorar a estabilidade do Susceptômetro temos duas soluções: A primeira é a construção de um criostato para manter as bobinas em temperatura fixa. Esta seria a melhor, uma vez que ao abaixarmos a temperatura das bobinas temos a possibilidade de melhorar a relação sinal ruído, melhorando assim a sensibilidade do equipamento.

A segunda solução é a construção de um outro conjunto de bobinas de medida, de tal forma que as bobinas primária e secundária não fiquem rigidamente unidas. Isto evita que mudanças

na geometria da bobina primária, devido a variação de sua temperatura, sejam transmitidas por contato para a bobina secundária, variando sua geometria e consequentemente a condição de balanceamento da ponte de indutância mútua.

O Susceptômetro está, atualmente, com uma resolução numérica de uma parte em 4000, a qual foi possibilitada pelo uso das bobinas de compensação que fez com que os conversores DA fossem utilizados apenas no balanceamento do sinal induzido ao introduzirmos a amostra. Porém esta resolução pode ser melhorada pela simples troca dos conversores DA multiplicativos de 12 bits por conversores de 14 ou 16 bits, conseguindo uma resolução de uma parte em 16.000 ou uma parte em 65.000 respectivamente.

Há algumas melhorias a serem feitas no equipamento a fim de torná-lo mais operacional e mais eficiente:

- * Construção de um novo conjunto de bobinas com a finalidade de melhorar a estabilidade do Susceptômetro.

- * Construção de um "lock-in" dedicado com a finalidade de se compactar toda a parte eletrônica em uma única placa de circuito impresso.

- * Colocação de controles de ajustes da escala de sensibilidade, possibilitando a medida de amostras com susceptibilidade de diversas intensidades, e da frequência, possibilitando verificar a variação da magnitude das componentes da susceptibilidade AC, χ' e χ'' , com a frequência.

- * Melhoria no sistema de resfriamento da amostra, colocando um sensor de temperatura junto à amostra, ou utilizando um sistema de resfriamento melhor.

- * Melhoria no sistema de movimento do conjunto de bobinas de medida, substituindo o atual motor por um motor de passo, o qual possibilitaria a localização exata em que a amostra estivesse situada no centro de uma das bobinas secundárias, e com um simples comando este motor de passo movimentaria,

automaticamente, o conjunto de bobina de tal forma a localizar a amostra no centro da outra secundária. Com esta melhoria as medidas seriam feitas em tempos menores e evitaria erros na posição da amostra entre uma medida e outra.

* Refazer a calibração do susceptômetro com uma amostra padrão cuja susceptibilidade magnética seja conhecida.

* Construção de uma interface para microcomputador com a finalidade de tornar todo o sistema automático. Isto possibilitaria a realização de medidas mais rápidas e mais precisas, uma vez que poderiam ser realizadas um número maior de medidas a fim de se obter uma melhor média.

APENDICE I

CAMPO MAGNÉTICO DE UM SOLENOIDE

Calcularemos, agora, o campo magnético induzido, por uma espira circular de raio R , em um ponto P sobre o eixo central que cruza perpendicularmente o plano da espira (Fig. I.1).

Fig. I.1 - Campo magnético de uma espira.

Tomando o elemento de corrente $id\vec{l}$, teremos um campo magnético elementar, em unidades gaussiana¹, dado por:

$$d\vec{B} = \frac{i d\vec{l} \times \hat{r}}{c r^2} \quad (I.1)$$

Como o versor $\hat{r}$ e $d\vec{l}$ são perpendiculares entre si (ver figura I.1), teremos apenas contribuições da componente z para o campo magnético total, no ponto P . Assim desenvolvendo a componente z da equação (I.1), obtemos:

¹ A corrente em unidades gaussiana é dada pela seguinte relação:

$$I(\text{cgs}) = \frac{10}{c} I(\text{mks})$$

$$dB_z = \frac{i dl}{c r^2} \cos\theta = \frac{i dl}{c r^2} \frac{R}{r}$$

$$B_z = \frac{1}{c} \frac{i R}{r^3} \int dl = \frac{i R}{c r^3} 2\pi R$$

que pode ser rescrita como:

$$B_z = \frac{2\pi i}{c} \frac{R^2}{(R^2 + z^2)^{3/2}} \quad (I.2)$$

Vamos agora calcular o campo magnético em um ponto P do eixo de um solenóide de N espiras e comprimento L (Fig. I.2). Para isto selecionaremos um elemento de comprimento, dz, do solenóide, no qual está contido (N/L)dz espiras.

Fig. I.2 - Campo magnético de um solenóide.

Assim, analogamente ao cálculo do campo magnético de uma espira, o campo magnético elementar, no ponto P, será dado por:

$$dB_z = \frac{2\pi i}{c} \frac{R^2}{(R^2 + z^2)^{3/2}} \frac{N dz}{L} \quad (I.3)$$

sendo z a projeção sobre o eixo do solenóide da distância do ponto P ao elemento dz .

Fazendo uma mudança de variável com a finalidade de exprimir a equação (I.3) em função do ângulo, θ , formado entre a reta, r , que liga o ponto P ao elemento dz e o eixo do solenóide, teremos:

$$\operatorname{tg} \theta = \frac{R}{z} \Rightarrow z = R \cotg \theta$$

$$dz = - R \operatorname{cosec}^2 \theta d\theta$$

$$z^2 = R^2 \cotg^2 \theta$$

Substituindo em (I.3), obtemos

$$dB_z = - \frac{2\pi i N}{c L} \frac{R^3 \operatorname{cosec}^2 \theta d\theta}{(R^2 + R^2 \cotg^2 \theta)^{3/2}}$$

$$dB_z = - \frac{2\pi i N}{c L} \frac{\operatorname{cosec}^2 \theta d\theta}{(1 + \cotg^2 \theta)^{3/2}} = - \frac{2\pi i N}{c L} \frac{\operatorname{cosec}^2 \theta d\theta}{(\operatorname{cosec}^2 \theta)^{3/2}}$$

Portanto

$$dB_z = - \frac{2\pi i N}{c L} \operatorname{sen} \theta d\theta$$

Integrando, a equação acima, para todo o solenóide. Os

ângulos-limites de integração, mostrados na figura (I.2), são α e β .

$$B_z = - \frac{2\pi i N}{c L} \int_{\alpha}^{\beta} \text{sen } \theta \, d\theta = \frac{2\pi i N}{c L} [\cos \theta]_{\alpha}^{\beta}$$

Logo, o campo magnético no ponto P, devido ao solenóide de N espiras e comprimento L é dado por:

$$B_z = \frac{2\pi i N}{c L} (\cos \beta - \cos \alpha) \quad (I.4)$$

APENDICE II

FLUTUAÇÕES DEVIDO AO FLUXO MAGNÉTICO NA BOBINA SECUNDARIA

O fluxo magnético em cada secção da bobina secundária é dado por:

$$\begin{aligned}\phi_1 &= N_1 (\varphi_1 + \delta\varphi_1) \\ \phi_2 &= - N_2 (\varphi_2 + \delta\varphi_2)\end{aligned}\tag{II.1}$$

onde φ_1 e φ_2 são os fluxos médio por espira, e $\delta\varphi_1$ e $\delta\varphi_2$ as variações nesses fluxos, devido às mudanças na geometria das secções da bobina secundária, causada pelas flutuações térmicas.

Somando os fluxos magnéticos de cada secção da bobina secundária obtemos o fluxo total através da bobina.

$$\begin{aligned}\phi &= \phi_1 + \phi_2 \\ &= (N_1\varphi_1 - N_2\varphi_2) + (N_1\delta\varphi_1 - N_2\delta\varphi_2) \\ &= \phi_0 + \Delta\phi\end{aligned}$$

Na equação acima, ϕ_0 é o fluxo magnético independente de flutuações térmicas, e $\Delta\phi$ é a variação no fluxo magnético causada pelas flutuações térmicas.

$$\begin{aligned}\phi_0 &= (N_1\varphi_1 - N_2\varphi_2) \\ \Delta\phi &= (N_1\delta\varphi_1 - N_2\delta\varphi_2)\end{aligned}\tag{II.2}$$

Após algumas manipulações algébricas, a equação acima é reescrita da seguinte forma:

$$\Delta\phi = (N_1\varphi_1 - N_2\varphi_2) \frac{\delta\varphi_1}{\varphi_1} + N_2\varphi_2 \left(\frac{\delta\varphi_1}{\varphi_1} - \frac{\delta\varphi_2}{\varphi_2} \right) \quad (\text{II.3a})$$

ou

$$\Delta\phi = (N_1\varphi_1 - N_2\varphi_2) \frac{\delta\varphi_2}{\varphi_2} + N_1\varphi_1 \left(\frac{\delta\varphi_1}{\varphi_1} - \frac{\delta\varphi_2}{\varphi_2} \right) \quad (\text{II.3b})$$

Somando as equações (II.3) e substituindo $(N_1\varphi_1 - N_2\varphi_2)$ por ϕ_0 , obtemos:

$$\Delta\phi = \frac{1}{2} \phi_0 \left(\frac{\delta\varphi_1}{\varphi_1} + \frac{\delta\varphi_2}{\varphi_2} \right) + \frac{1}{2} (N_1\varphi_1 + N_2\varphi_2) \left(\frac{\delta\varphi_1}{\varphi_1} - \frac{\delta\varphi_2}{\varphi_2} \right) \quad (\text{II.4})$$

Na equação acima, $\frac{\delta\varphi}{\varphi}$ indica a taxa de variação do fluxo magnético, de cada secção da bobina secundária. Como essa variação é pequena, e considerando que as duas secções da bobina, variam aproximadamente igual, ou seja:

$$\frac{\delta\varphi_1}{\varphi_1} \approx \frac{\delta\varphi_2}{\varphi_2}$$

Deste modo, a variação do fluxo magnético, na bobina secundária, é dado principalmente pelo primeiro termo da equação (II.4).

$$\Delta\phi = \frac{1}{2} \phi_0 \left(\frac{\delta\varphi_1}{\varphi_1} + \frac{\delta\varphi_2}{\varphi_2} \right) \quad (\text{II.5})$$

Portanto, quanto menor for ϕ_0 menor será $\Delta\phi$.

APENDICE III

DESENVOLVIMENTO DA EQUAÇÃO DE CURIE

Considerando um sistema de N átomos não interagentes entre si em uma substância em temperatura absoluta T e situado em um campo magnético $\vec{H}$ ao longo da direção z . A energia magnética de um átomo pode ser escrita como:

$$\epsilon = - \vec{\mu} \cdot \vec{H} \quad (\text{III.1})$$

onde $\vec{\mu}$ é o momento magnético do átomo, que é proporcional ao momento angular total, $\hbar\vec{J}$, do átomo.

$$\vec{\mu} = g \mu_B \vec{J} \quad (\text{III.2})$$

μ_B ($= e\hbar/2mc$) é o magneton de Bohr.

Combinando (III.1) e (III.2) e levando em conta que $\vec{H}$ está ao longo da direção z , reescrevemos a equação (III.1) como:

$$\epsilon = - g \mu_B H J_z \quad (\text{III.3})$$

Em uma descrição da mecânica quântica J_z assume apenas valores discretos e dados por m , onde m são todos os valores entre $-J$ e $+J$, ou seja:

$$m = -J, -J+1, \dots, J-1, J \quad (\text{III.4})$$

Portanto há $2J+1$ valores possíveis para m .

Assim, a partir de (III.3), as possíveis energias magnéticas do átomo são:

$$\varepsilon = - g \mu_B H J_z \quad (\text{III.5})$$

A probabilidade de se encontrar um átomo no estado m é dada por:

$$P_m = e^{\beta g \mu_B H m} \quad (\text{III.6})$$

onde $\beta = 1/K_B T$ (K_B é a constante de Boltzmann).

Como a componente z do momento magnético é dada por (III.2), com $J_z = m$ e a probabilidade de se encontrar o átomo no estado m é dada por (III.6). Então o valor médio da componente z do momento magnético é dada por:

$$\bar{\mu}_z = \frac{\sum_{m=-J}^J e^{\beta g \mu_B H m} (g \mu_B m)}{\sum_{m=-J}^J e^{\beta g \mu_B H m}} \quad (\text{III.7})$$

Reescrevendo a equação acima em relação a função de partição de um átomo,

$$Z_a = \sum_{m=-J}^J e^{\beta g \mu_B H m} \quad (\text{III.8})$$

obtemos:

$$\bar{\mu}_z = \frac{1}{\beta} \frac{1}{Z_a} \frac{\partial Z_a}{\partial H} = \frac{1}{\beta} \frac{\partial \ln Z_a}{\partial H} \quad (\text{III.9})$$

fazendo $x = \beta g \mu_B H$, substituindo na equação (III.8) e desenvolvendo a somatória em m , obtemos:

$$Z_a = \sum_{m=-J}^J e^{xm} = e^{-xJ} + e^{-x(J-1)} + \dots + e^{xJ} \quad (\text{III.10})$$

A série acima é simplesmente uma série geométrica, onde cada termo é obtido a partir do anterior multiplicado pela razão entre dois termos consecutivos.

$$\sum_n a_n = \frac{a_0 - a_n r}{1 - r}$$

Sendo $a_0 = e^{-Jx}$, $a_n = e^{Jx}$ e $r = e^x$, reescrevemos (III.10) como:

$$Z_a = \frac{e^{-xJ} - e^{x(J+1)}}{1 - e^x}$$

ou, em uma forma mais simétrica:

$$Z_a = \frac{e^{-x(J+1/2)} - e^{x(J+1/2)}}{e^{-x/2} - e^{x/2}} = \frac{\sinh(J+1/2)x}{\sinh(x/2)} \quad (\text{III.11})$$

Calculando a derivada logarítmica da função partição, teremos:

$$\frac{\partial \ln Z_a}{\partial H} = \frac{\partial \ln Z_a}{\partial x} \frac{\partial x}{\partial H}$$

$$\frac{\partial \ln Z_a}{\partial H} = g \mu_B \beta \left[\frac{(J + 1/2) \cosh(J + 1/2)x}{\sinh(J + 1/2)x} - \frac{\frac{1}{2} \cosh(x/2)}{\sinh(x/2)} \right] \quad (\text{III.12})$$

Onde, por definição, o termo entre cochetes dividido por J é a função de Brillouin, $B_J(x)$, ou seja:

$$B_J(x) = \frac{1}{J} \left[\left(J + \frac{1}{2} \right) \coth \left(J + \frac{1}{2} \right) x - \frac{1}{2} \coth \frac{1}{2} x \right] \quad (\text{III.13})$$

Combinando (III.12) e (III.13), reescrevemos (III.9) da seguinte forma:

$$\bar{\mu}_z = g \mu_B J B_J(x) \quad (\text{III.14})$$

Se há N_0 átomos por unidade de volume, o momento magnético médio por unidade de volume, ou seja, a magnetização, é dada por:

$$\bar{M}_z = N_0 \bar{\mu}_z = N_0 g \mu_B J B_J(x) \quad (\text{III.15})$$

Investigando os limites, da função de Brillouin, para valores grandes e pequenos de x , ou seja: $K_B T \ll g \mu_B H$ e $K_B T \gg g \mu_B H$.

Primeiramente verificaremos o limite quando $x \ll 1$. Neste caso $B_J(x) = 1$, e a magnetização tenderá a um comportamento de saturação ($\bar{M}_z \rightarrow N_0 g \mu_B J$), ou seja, cada átomo tem a máxima componente z , possível, do momento magnético ($\bar{\mu}_z = N_0 g \mu_B J$).

Para $x \gg 1$ temos

$$B_J(x) = \frac{(J + 1)}{3} x \quad (\text{III.16})$$

Neste caso a magnetização é dada por:

$$\bar{M} = N_0 g \mu_B \frac{J(J + 1)}{3} x = \frac{N_0 g^2 \mu_B^2 J(J + 1)}{3 K_B T} H \quad (\text{III.17})$$

onde o termo que relaciona a magnetização com o campo magnético é chamado susceptibilidade magnética (χ).

$$\chi = \frac{N_0 g^2 \mu_B^2 J(J+1)}{3 K_B T} = \frac{C}{T} \quad (\text{III.18})$$

Portanto $\chi \propto T^{-1}$ é um resultado conhecido como a Lei de Curie, onde C é a constante de Curie.

$$C = \frac{N_0 g^2 \mu_B^2 J(J+1)}{3 K_B T} \quad (\text{III.19})$$

APENCICE IV

PROGRAMA PARA CALCULAR O CAMPO MAGNÉTICO DE UM SOLENOIDE

Este programa, em linguagem FORTRAN-77, foi feito para calcular e desenhar a forma do campo magnético de uma ou mais bobinas solenoidais coaxiais adjacentes ligadas em série. É possível também desenhar a forma do campo magnético de duas bobinas coaxiais concêntricas nas quais seus enrolamentos estão em sentidos opostos.

Para executar este programa é necessário fornecer o diâmetro do fio utilizado, a corrente fornecida, o número de espiras de cada bobina, e suas dimensões, assim como a distância entre as bobinas (se houver mais de uma)¹. Há também uma opção para a existência ou não de enrolamentos coaxiais concêntricos, onde havendo este enrolamento, será necessário fornecer seus dados.

Como saída de dados é fornecido um gráfico, na tela, do campo magnético (em unidades gaussiana) em função da posição no eixo da bobina², e também um arquivo de dados com todos os dados de entrada e o valor calculado do campo magnético em cada posição.

Para tornar este programa executável é necessário possuir, junto ao compilador FORTRAN-77, um pacote gráfico contendo as "livrarias" gráficas utilizadas para desenhar o gráfico na tela. Na falta deste pacote gráfico retira-se a saída gráfica, ficando apenas com a saída do arquivo de dados.

¹ Ao executar o programa aparecerá mensagens, na tela, indicando os dados que se deve fornecer.

² A origem do eixo das posições é escolhida como sendo o ponto central da bobina, ou no caso de mais de uma bobina a origem é escolhida como sendo a metade da soma dos comprimentos das bobinas e das distâncias entre elas.

```
program campmag
```

```
* *****
* ****PROGRAMA PARA DESENHAR A FORMA DO CAMPO MAGNETICO****
* ***PRODUZIDO POR VARIOS SOLENOIDE DE "N" ESPIRAS CADA*****
* *****
* *feito por: RUBERLEY R. DE SOUZA, em 18/05/92 - IFQSC-USP*
* *****

* declaracao de variaveis
  real x(800),y(800),z,f,d,r(20),l(20),db(20),lim,i,df,a1,a2,
  ccl,c2,ltot,mem,ne
  integer np,np0,j,n,m,jj,nc(20),nb,ji,inv
  character k*1

* x e y - vetores para os pontos
* f - funcao para calcular o campo magnetico
* r - vetor para o raio interno de cada bobina
* l - vetor para o comprimento de cada bobina
* nc - vetor para o numero de camada de cada bobina
* db - vetor para a distancia entre as bobinas
* lim - posicao maxima para o calculo do campo magnetico
* i - corrente aplicada nas bobinas
* df - diametro do fio usado para enrolar as bobinas
* a1 e a2 - angulos formado entre a reta que liga o ponto no qual
*           se esta calculando o campo e as bordas das bobinas
* c1 e c2 - posicao das bordas das bobinas em relacao a
*           referencia usada para o grafico
* ltot - soma dos comprimentos das bobinas + espacamentos entre
*        elas
* ne - numero de espiras por unidade de comprimento
* np, np0 - numero de pontos
* n - numero de espiras por camada de cada bobina
* m - contador que seleciona o arquivo de dados de saida
* nb - numero de bobinas
* inv - indica se ha enrolamentos invertido para as bobinas

  write(*,10)
10  format(///,15x,'PROGRAMA PARA DESENHAR CAMPO MAG'
  c'NETICO DE UMA BOBINA',///)
  m=1

* condicao para continuar
```

```
write(*,*)'Entre "s" p/ fim, ou outra tecla p/ continuar:'
read(*,260)k
20  continue
    if((k.eq.'s').or.(k.eq.'S')) stop

*  entrada de dados
    write(*,30)
30  format(///,25x,'TODOS OS DADOS DEVEM ESTAR EM cm',///)
    write(*,*)'Entre com o diametro do fio:'
    read(*,*)df
    write(*,*)'Entre com o numero de espiras por unid. comp.:'
    read(*,*)ne
    write(*,*)'Entre com a corrente (mA):'
    read(*,*)i
    write(*,*)'Entre com o numero de pontos , menor que 800 : '
    read(*,*)np0

40  continue
    ltot=0.0
    write(*,*)'Entre com o numero de bobinas:'
    read(*,*)nb
    write(*,*)'Entre com o comp., raio interno e numero de
ccamadas de cada bobina:'
    do 50 j=1,nb
        write(*,*)j,' ->'
        read(*,*)l(j),r(j),nc(j)
        ltot=ltot+l(j)
50  continue
    mem=ltot

60  continue
    inv=0
    write(*,*)'Digite "1" se quiser camadas invertidas:'
    read(*,*)inv
    if(inv.eq.1) then
        write(*,*)'Entre com o raio interno e numero de
ccamadas de cada bobina:'
        jj=0
        do 70 j=nb+1,2*nb
            jj=jj+1
            write(*,*)jj,' ->'
            read(*,*)r(j),nc(j)
70  continue
```

```
endif

80  continue
    ltot=mem
    if(nb.gt.1) then
        write(*,*)'Entre com a distancia entre as bobinas:'
        do 90 j=1,nb-1
            write(*,*) j,' -> ',j+1
            read(*,*)db(j)
            ltot=ltot+db(j)
90      continue
    endif

100  continue
    write(*,*)'Entre com a posicao limite a ser plotada:'
    read(*,*)lim

*   calculos preliminares
    d=lim/np0
    np=np0+1
    lim=lim/2
    z=-lim
    m=m+1
    c1=-ltot/2

*           calculo do campo magnetico
do 110 j=1,np
    y(j)=0.0
    x(j)=z
    z=z+d
110  continue

do 170 ji=1,nb
    n=ifix(l(ji)*ne)
    c2=c1+l(ji)
    if(inv.ne.1) then
        do 130 j=1,np
            z=r(ji)
            do 120 jj=1,nc(ji)
                call teta(x(j),z,c1,a1)
                call teta(x(j),z,c2,a2)
                y(j)=y(j)+f(l(ji),i,n,a1,a2)
            z=z+df
```



```
120          continue
130          continue

* calculo das bobinas invertidas
      else
        ii=ji+nb
        do 160 j=1,np
          z=r(ji)
          do 140 jj=1,nc(ji)
            call teta(x(j),z,c1,a1)
            call teta(x(j),z,c2,a2)
            y(j)=y(j)+f(l(ji),i,n,a1,a2)
            z=z+df
140          continue
          z=r(ii)
          do 150 jj=1,nc(ii)
            call teta(x(j),z,c1,a1)
            call teta(x(j),z,c2,a2)
            y(j)=y(j)-f(l(ji),i,n,a1,a2)
            z=z+df
150          continue
160          continue
          endif
          c1=c2+db(ji)
170          continue

* saida para arquivo de dados
      write(m,180)df,i
180      format(15x,'D.FIO',3x,'CORR.',/,14x,f5.4,2x,f6.1)
      write(m,190)
190      format(10x,'RAIO',2x,'COMP',2x,'N.CAM.',2x,'ESPACAM.',2x,'R
cAIOI',2x,'N.CAM.INV.')
      do 210 j=1,nb-1
        ji=j+nb
        write(m,200)r(j),l(j),nc(j),db(j),r(ji),nc(ji)
200        format(9x,f5.3,2x,f4.1,4x,i2,5x,f5.2,4x,f5.3,10x,i2)
210      continue
        write(m,220)r(nb),l(nb),nc(nb),r(2*nb),nc(2*nb)
220      format(9x,f5.3,2x,f4.1,4x,i2,14x,f5.3,10x,i2,/)
        do 240 j=1,np
          write(m,230)x(j),y(j)
230          format(1x,f7.3,1x,f7.3)
240          continue
```

* impressao, na tela, do grafico

```
    pause
    call limpa
    call plots(0.0,0.0,0.0)
    call factor(2.0)
    call plotar(1,2.0,x,y,np,'Z(cm)','CAMP.MAG.(gauss)',5,16,-1
cim,lim)
    pause
    call setibm(2)
    call limpa
```

* condicao para continuar ou finalizar programa

```
    write(*,250)
250  format(///,10x,'Entre: '1x,'"s" -> fim',/17x,'"c" -> mudar c
    combinacao das bobinas',/,17x,'"a" -> alterar bobinas invert
    cidas',/,17x,'"d" -> mudar distancias entre as bobinas',/,17
    cx,'"o" -> mudar limites',/17x,'outra tecla para continuar',
    c/)
    read(*,260)k
260  format(a1)
    if((k.eq.'c').or.(k.eq.'C')) goto 40
    if((k.eq.'a').or.(k.eq.'A')) goto 60
    if((k.eq.'d').or.(k.eq.'D')) goto 80
    if((k.eq.'o').or.(k.eq.'O')) goto 100
    goto 20
    end
```

* funcao para calcular o campo magnetico

```
    real function f(l,i,n,t1,t2)
    real l,i,pi,t1,t2
    integer n
    pi=3.141592
    f=2E-4*pi*i*float(n)/l*(cos(t2)-cos(t1))
    return
    end
```

* subrotina para apagar o grafico

```
subroutine limpa
write(*,*) char(27), '[2J'
end
```

* subrotina para calcular o angulo teta

```
subroutine teta(z,r,b,t)
real z,b,r,t,pi
pi=3.141592
```

* calculo do angulo teta

```
if(z.lt.b) then
  t=atan(r/(b-z))
else if(z.gt.b) then
  t=pi-atan(r/(z-b))
else
  t=pi/2
endif
return
end
```

* subrotina para imprimir o grafico na tela

```
subroutine plotar(k,fat,x,y,np,lbx,lby,ncx,ncy,xmn,xmx)
```

* PLOTAR, subrotina feita por RUBERLEY RODRIGUES DE SOUZA em,
* 17/05/1988 - UFG - baseada na subrotina EZPLOT

* declaracao das variaveis

```
real x(np),y(np),ymx,ymn,dx,dy,xmn,xmx,dxx,dyy,fat
integer np,i,ncx,ncy
character*80 lbx,lby
```

* k = 1 indica que sera plotados os eixos (0,y) e (x,0)
* fat - fator de multiplicacao
* lbx e lby - titulo dos eixos x e y
* ncx e ncy - numero de caracter dos label de x e y
* np - numero de pontos

```
* x e y - vetores com os pontos
* xmn,ymn,xmx e ymx - valores minimos e maximos de x e y
* dx e dy - incrementos dos eixos
* dxx e dyy - incrementos dos pontos

* calculo de y minimo e y maximo
  ymx=y(1)
  ymn=ymx
  do 4 i=1,np
    if(ymx-y(i))1,2,2
1      continue
    ymx=y(i)
2      continue
    if(y(i)-ymn)3,4,4
3      continue
    ymn=y(i)
4      continue

* calculo dos incrementos
  dy=(ymx-ymn)/3.
  dx=(xmx-xmn)/6.
  dyy=dy/fat
  dxx=dx/fat
  do 5 i=1,np
    y(i)=(y(i)-ymn)/dyy
    x(i)=(x(i)-xmn)/dxx
5      continue
  if(k.ne.1) goto 6
  call plot(1.0,1.0,-3)
  call newpen(4)

* plotagem dos eixos
  call axis(0.0,0.0,lbx,-ncx,11.75,0.0,xmn,dx)
  call axis(0.0,0.0,lby,ncy,7.0,90.0,ymn,dy)
  call newpen(-5)
  x0=-xmn/dxx
  y0=-ymn/dyy

* plotagem dos eixos de coordenada (0,0)
  if(abs(y0).lt.10) then
    call plot(0.0,y0,3)
    call plot(11.75,y0,2)
  endif
```

```
        if(abs(x0).lt.20) then
            call plot(x0,0.0,3)
            call plot(x0,7.0,2)
        endif
        call newpen(1)
6      continue

*   plotagem dos pontos
        call plot(x(1),y(1),3)
        do 7 i=1,np
            call plot(x(i),y(i),2)
7      continue
        return
    end
```

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- 1 - ABEL, W.R.; ANDERSON, A.C.; WHEATLEY, J.C. Temperature Measurements Using Small Quantities of Cerium Magnesium Nitrate. Rev. Sci. Instrum., v.35, n.4, p.444, 1964.
- 2 - ANDERSON, A.C.; PETERSON, R.E.; ROBICHAUX, J.E. Magnetic Thermometry. Rev. Sci. Instrum., v.41, n.4, p.528, 1970.
- 3 - BAUHOFFER, W. Continuous, Contactless Measurement of the Temperature-dependent Electrical Resistivity of Metals. J. Phys. E: Sci. Instrum., v10, n.12, p.1212, 1977.
- 4 - BLEANEY, B.I.; BLEANEY, B. Electricity and Magnetism. 2.ed. Oxford, Clarendon press, 1968.
- 5 - BRODBECK, C.M.; BUKREY, R.R.; HOEKSEMA, J.T. Integrated Circuit AC Mutual Inductance Bridge for Magnetic Susceptibility Measurements. Rev. Sci. Instrum., v.49, n.9, p.1279, 1978.
- 6 - BROERSMA, S. Inductance Apparatus for Diamagnetic Measurements. Rev. Sci. Instrum., v.20, n.9, p.660, 1949.
- 7 - BUTTERWORTH, S. Capacity and Eddy Current Effects in Inductometers. Proc. Phys. Soc., n.33, p.312, 1921.
- 8 - CASIMIR, H.B.G.; DE HAAS, W.J.; DE KLERK, D. Measurements on iron Ammonium alum. Physica, v.6, n.3, p.241, 1939.
- 9 - CASIMIR, H.B.G.; BIJL, D.; DU PRÉ, F.K. Measurements on Paramagnetic Relaxation in Chromium Potassium Alum. Physica, v.8, n.5, p.449, 1941.
- 10 - CHAMBERS, R.G.; PARK, J.G. Measurement of Electrical Resistivity by a Mutual Inductance Method. Brit. J. Applied phys., v.12, p.507, 1961.

- 11 - CORSON, M.R. Precision Operational-Amplifier Mutual Inductance Bridge for Cryogenic Thermometry and Susceptibility Measurements. Rev. Sci. Instrum., v.53, n.10, p.1606, 1982.
- 12 - DAYBELL, M.D. Eddy Current Method for Low Temperature Resistivity Measurements. Rev. Sci. Instrum., v.38, n.10, p.1412, 1967.
- 13 - DE KLERK, D.; HUDSON, R.P. Installation for Adiabatic Demagnetization Experiments at the National Bureau of Standards. J. Res. Nat. Bur. Stan., v.53, n.3, p.173, 1954.
- 14 - DEUTZ, A.F.; HULSTMAN, R.; RANENBURG, F.J. Automatic Mutual Inductance Bridge for Accurate AC Susceptibility Measurements from 1.2 to 300 K. Rev. Sci. Instrum., v.60, n.1, p.113, 1989.
- 15 - DUNDON, J.M.; KRETSCHMAR, M.E. Op-Amp Mutual Inductance Bridge. Rev. Sci. Instrum., v.49, n.3, p.406, 1978.
- 16 - FABBRICATORE, P.; GAMBARDELLA, U.; GÖMÖRY, F.; MUSENICH, R.; OCCHETTO, M.; PARODI, R.; POMPA, P. A Simple Digital System for AC Magnetic Measurements on Superconductors Rev. Sci. Instrum., v.62, n.7, p.1796, 1991.
- 17 - FONER, S. Review of Magnetometry. IEEE Trans. Magnet., v.MAG-17, n.6, p.3358, 1981.
- 18 - HARTSHORN, L. A Precision Method for the Comparison of Unequal Mutual Inductances at Telephonic Frequencies. J. Sci. Instrum., v.2, n.5, p.145, 1925.
- 19 - HOCKMAN, A.J.; SENA, F.J.; GENTILE, P.S. Use of the AC Mutual Inductance Bridge for Measuring Diamagnetism and Paramagnetic Temperature Dependence. Rev. Sci. Instrum., v.52, n.2, p.224, 1980.
- 20 - KITTEL, C. Introduction to Solid State Physics. 4.ed. Wiley & Sons, Inc., New York London Sydney Toronto, 1971.

- 21 - KUMANO, M.; IKEGAMI, Y. Semiautomatic Mutual Inductance Bridge for Magnetic Susceptibility Measurements. Rev. Sci. Instrum., v.50, n.7, p.921, 1979.
- 22 - MAXWELL, E. Mutual Inductance Bridge for AC susceptibility Measurements at Low Frequencies. Rev. Sci. Instrum., v.36, n.4, p.553, 1965.
- 23 - MCKIM, F.R.; WOLF, W.P. An Improved Inductance Method for Measuring Susceptibility of Small Paramagnetic Specimens at Low Temperatures. J. Sci. Instrum., v.34, n.2, p.64, 1957.
- 24 - MORRISH, A.H. The Physical Principles of Magnetism. John Wiley & Sons, Inc., New York London Sydney, 1965.
- 25 - MULAY, L.N. Instrumentation and Some Analytical Applications of Magnetic Susceptibility. Anal. Chem., v.34, n.5, p.343R, 1962.
- 26 - MULAY, L.N. Magnetic Susceptibility. John Wiley & Sons, Inc., New York London Sydney, 1963.
- 27 - MULAY, L.N.; MULAY, I.L. Magnetic Susceptibility: Trends in Instrumentation, Research, and Applications. Anal.Chem., v.36, n.5, p.404R, 1964.
- 28 - MÜLLER, P.H.; SCHIENLE, M.; KASTEN, A. Mutual Inductance Bridge for Magnetic Relaxation Measurements at Low Temperatures. J. Magn. Mat., v.28, n.3, p.341, 1982.
- 29 - NORDER, W.A. Induction Apparatus for the Continuous Measurement of Magnetic Susceptibility. Rev. Sci.Instrum., v.31, n.8, p.849, 1960.
- 30 - OCIO, M.; HAMMANN,J. Self-balanced Bridge for Automatic Measurements of Magnetic Susceptibilities. Rev. Sci.Instrum., v.56, n.7, p.1367, 1985.
- 31 - OWERS-BRADLEY, J.R.; ZHOU, W.S.; HALPERIN, W.P. Simple Wide Temperature Range AC Susceptometer. Rev. Sci. Instrum., v.52, n.7, p.1106, 1981.

- 32 - PILLINGER, W.L.; JASTRAM, P.S.; DAUNT, J.G. Electronic ac Mutual Inductance Bridge for Measuring Small Susceptibilities at Low Temperatures. Rev. Sci. Instrum., v.29, n.2, p.159, 1958.
- 33 - PRASAD, M.; RAO, R.R.; CHAUDHURIA, K.R. A Versatile AC Mutual Inductance Bridge. J. Phys. E: Sci. Instrum., v.19, n.12, p.1013, 1986.
- 34 - REIF, F Fundamentals of Statistical and Thermal Physics. Macgraw-Hill Book Company, New York San Francisco St. Louis Toronto London Sydney, 1965.
- 35 - REITZ, J.R.; MILFORD, F.J.; CHRISTY, R.W. Fundamentos da Teoria Eletromagnética. 3.ed. Campus, Rio de Janeiro, 1982.
- 36 - ROSENTHALM, D.; MAXFIELD, B.W. Accurate Determination of the Electrical Resistivity from Mutual Inductance Measurements. Rev. Sci. Instrum., v.46, n.4, p.398, 1975.
- 37 - STAHLBUSH, R.E.; BASTUSCHECK, C.M.; RAYCHAUDHURI, A.K.; SCOTT, J.C.; GRUBB, D.; GILLMAN, H.D. Studies of a Polymeric Chomium Phosphinate: Struture and Magnetic Properties. Phys. Rev. B, v.23, n.7, p.3393, 1981.
- 38 - VAN DE KLUNDERT, L.J.M; DE ROOIJ, C.; CASPARI, M.; VAN DER MAREL, L.C. Induction Methods Used in Low Temperature Physics. Cryogenics, v.15, n.10, p.577, 1975.
- 39 - VAN VLECK, J.H. The Theory of Electric and Magnetic Susceptibilities. Oxford University press, 1932.
- 40 - VRIES, A.J.; LIVIUS, J.W.M. A Sensitive and Rapid Bridge for the Study of Magnetic Susceptibilities at Frequencies from 200 to 10^6 Hz. Appl. Sci. Res., v.17, p.31, 1967.
- 41 - WEJGAARD, W.; TOMAR, V.S. Contactless Measurement of Electrical Resistivity by Eddy Current Methods: Discussion and a New Technique. J. Phys. E: Sci. Instrum., v.7, n.5, p.395, 1974.

- 42 - WHITMORE, S.C.; RYAN, S.R.; SANDERS JR. ,T.M. Mutual Inductance Bridge for Low-Temperature Thermometry and Susceptibility Measurements. Rev. Sci. Instrum., v.49, n.11, p.1579, 1978.
- 43 - WIEBES, J.; HULSCHER, W.S.; KRAMERS, H.C. A Mutual Inductance Compensator With Varying Primary Current. Appl. Sci. Res., v.11B, n.3-4, p.213, 1964.