Defasador de Amplitude Variável: um Aparato Simples e Preciso Para Medidas de Suscetibilidade Magnética

V. C. Gelfuso e W. A. Ortiz^{*}

Grupo de Supercondutividade e Magnetismo, Departamento de Física, Universidade Federal de São Carlos 13565-905 São Carlos, SP, Brazil

Recebido em 14 de Janeiro, 2000. Aceito em 25 de Agosto, 2000

Apresentamos aqui um aparato simples e barato para a realização de medidas precisas de suscetibilidade-AC. A montagem experimental baseia-se em um defasador de amplitude variável, montado exclusivamente com componentes passivos. Confiabilidade e eficiência do método foram comprovadas através de centenas de experimentos realizados ao longo de mais de uma década. A precisão do aparato, em unidades de momento magnético, equivale a cerca de 4×10^{-5} emu, comparável à de um magnetômetro de amostra vibrante comercial.

An inexpensive and simple apparatus for precision AC-susceptibility measurements is presented. The experimental setup is based on a variable-amplitude phase-shifter with no active components. Reliability and efficiency of the method have been confirmed by hundreds of experiments, performed during more than a decade. The equivalent moment precision of the setup employed is about 4×10^{-5} emu, comparable to that of a commercial vibrating-sample magnetometer.

I Introdução

A determinação das propriedades magnéticas dos materiais é uma etapa indispensável para sua completa caracterização. Mais ainda, o estudo sistemático da resposta magnética de uma amostra permite investigar suas características básicas, sejam elas intrínsecas do material ou decorrentes do processamento físicoquímico durante as diferentes etapas de sua preparação. Ademais, é de grande utilidade prática quantificar a resposta magnética de um material, de modo que se possa avaliar seu potencial para eventuais aplicações. Dentre as propriedades magnéticas mensuráveis, destacamse a magnetização, M, e a suscetibilidade magnética, χ . A primeira é, por definição, uma medida do momento magnético por unidade de volume da amostra. A segunda mede a derivada de M em função do campo magnético aplicado, H, ou seja, a variação na magnetização decorrente de uma pequena mudança em H.

É muito comum usar-se um campo senoidal de baixa amplitude como campo de prova, h, gerando-se assim a variação necessária para a determinação de χ , caso em que a medida resultante é genericamente chamada de suscetibilidade-AC, que é uma grandeza complexa, $\chi_{AC} = \chi' + j\chi''$. Vale mencionar que a componente real, χ' , está em fase com h, e mede a resposta dos momentos magnéticos excitados por esse campo. A componente imaginária está em fase com a derivada temporal da corrente, sendo proporcional às perdas energéticas associadas ao processo dinâmico de excitação dos momentos.

Neste trabalho apresentamos uma montagem simples, especialmente desenvolvida para a realização de medidas precisas de χ_{AC} . Trata-se de um dispositivo fartamente testado em trabalhos científicos e que, tendo custo extremamente baixo, torna-se muito atraente para uso na caracterização magnética de amostras, sejam os experimentos de cunho didático ou científico.

II Suscetometria-AC

Técnicas de mútua-indutância são amplamente utilizadas em suscetometria-AC. A montagem padrão consiste, basicamente, de um transformador cilíndrico, no qual a amostra atua como núcleo magnético. Na configuração mais simples, o transformador é composto de um enrolamento primário e apenas um secundário. Neste caso, a tensão de saída, V_S , é uma combinação de duas parcelas: uma delas é a resposta da amostra

^{*}Endereço eletrônico: wortiz@power.ufscar.br

ao campo excitador h, captada pelo enrolamento secundário, à qual se superpõe a derivada temporal do fluxo gerado pelo próprio primário no secundário. Em amostras com baixo sinal magnético pode ser necessário detectar sinais da ordem de nanovolts, o que requer a compensação do fluxo desenvolvido pelo campo de excitação na bobina sensora. A primeira providência para essa compensação é a simples inclusão de uma segunda bobina secundária, conectada em oposição de fases com a primeira, também excitada pelo primário. Para obter eficiência máxima no processo, o número de espiras dessa bobina de compensação deve ser cuidadosamente ajustado de modo que seja nula a tensão de saída do sistema vazio. A introdução de uma amostra magnética no secundário de detecção gera então uma tensão de saída, que se deseja medir com precisão para determinar a suscetibilidade da amostra.

Sob condições usuais de medida, a contribuição da amostra varia com os parâmetros externos do experimento, tais como a temperatura, T, ou o campo magnético. Assim, é muito importante que se possa dispor de um sinal auxiliar adicional no circuito de compensação, de modo a assegurar ajustes finos e, com isso, versatilidade e precisão ao aparato experimental. Hartshorn foi o pioneiro no desenvolvimento de uma ponte de compensação para o ajuste fino mencionado e, desde o seu trabalho publicado em 1925[1], uma grande variedade de métodos têm sido desenvolvidos para esse propósito específico[2]. Entretanto, as montagens para compensação fina mais freqüentemente usadas são baseadas na Ponte de Hartshorn ou em suas versões modificadas[3]. Como a tensão de saída de um transformador tem sempre uma componente em fase com a corrente de excitação e outra em fase com a derivada temporal da mesma, a Ponte de Hartshorn consiste de dois ramos ortogonais entre si, para que se possa compensar de forma independente as duas componentes, uma em fase com a corrente do primário e a outra em quadratura.

Embora haja suscetômetros-AC comerciais bastante precisos e sofisticados, são equipamentos de custo elevado e, de maneira geral, os grupos que usam a suscetibilidade magnética como ferramenta de investigação, projetam e constróem seus próprios suscetômetros. Assim, o desenvolvimento de versões simples e precisas são sempre bem recebidas pelos usuários da técnica. No que se segue, apresentaremos uma alternativa muito simples e eficiente para a compensação fina para uso em suscetomeria-AC. A montagem é baseada em um Defasador de Amplitude Variável (DAV), composto exclusivamente por elementos passivos. O método tem sido empregado sistematicamente nas estações experimentais do Grupo de Supercondutividade e Magnetismo (DF/UFSCar) por mais de uma década, com resultados notáveis. Vale mencionar que o DAV aqui reportado pode ser construído por um preço inferior a 1% do custo de uma Ponte de Hartshorn.

III Suscetometria usando um DAV

Em um transformador alimentado por uma corrente de primário i_p , a tensão de saída na bobina secundária, V_S , é normalmente descrita como a superposição de duas contribuições ortogonais. Uma delas é a componente resistiva V_{SR} , que está em fase com a corrente. A outra, em fase com a derivada temporal da corrente, é a componente indutiva V_{SL} . Nas montagens que usam a Ponte de Hartshorn, as duas componentes são determinadas com a ajuda de dois sinais de magnitudes ajustáveis, independentes entre si, sendo um em fase e o outro em quadratura com i_p . Usando-se fatores de calibração apropriados, e as expressões derivadas previamente por de Faria et al. [4], pode-se obter a condutividade e as componentes da suscetibilidade complexa, $\chi' \in \chi''$, a partir de $V_{SR} \in V_{SL}$. Como se nota, tratase de um tratamento cartesiano do sinal de saída do suscetômetro. Alternativamente, pode-se descrever V_S em coordenadas polares, caso em que o sinal auxiliar para a compensação fina do sinal de saída deve ser uma voltagem senoidal de fase e amplitude controláveis. Foi justamente para possibilitar esse tipo de abordagem que desenvolvemos um defasador inteiramente baseado em resistores e capacitores, capaz de gerar um sinal com as características acima descritas.

Nesse tratamento polar para V_S , as componentes χ' e χ'' são determinadas ajustando-se a amplitude e a fase do sinal auxiliar gerado pelo defasador, V_D . Desse modo, quando o sinal combinado de V_S com V_D for nulo, $V_S + V_D = 0$, a tensão de saída do defasador será simplesmente o oposto da do secundário, ou seja, $V_S = -V_D$. É evidente que as componentes cartesianas podem ser determinadas a partir da amplitude da tensão de saída e de sua fase ϕ em relação à de i_p , de modo que $V_{SR} = V_D \cos \phi$ e $V_{SL} = V_D \operatorname{sen} \phi$.

Como nos casos em que se emprega uma Ponte de Hartshorn, também aqui podemos realizar medidas de $\chi' \in \chi''$ ajustando-se a fase de um detector "lock-in" para poder discriminar as componentes indutiva e resistiva. Esta separação de fases é feita de forma bastante simples e direta pois, como se vê na Figura 1, o defasador compõe-se de um único capacitor conectado a diversos resistores, de modo que sua impedância pode se tornar puramente resistiva providenciando-se um curto-circuito temporário no capacitor C. Isto é feito através de uma chave montada em paralelo com C (não mostrada na figura). Nesta situação assegura-se que a tensão de saída é puramente resistiva, estando portanto em fase com a corrente de alimentação do primário. Assim, maximizando-se o sinal detectado pelo "lock-in" através de seu ajuste de fases, garantimos que a componente medida naquele quadrante do detector é χ'' . Evidentemente, χ' está 90° à frente.



Figura 1. Diagrama esquemático de um Defasador de Amplitude Variável. A amostra a ser estudada (não mostrada) é inserida em um dos secundários.

IV Projeto e Performance

A Fig. 1 mostra, de forma esquemática, um DAV acoplado a um transformador com dois secundários, para medidas de χ_{AC} . O sistema é alimentado por um gerador de tensão alternada seguido de um amplificador de potência, com a finalidade de simular uma fonte de corrente alternada que garanta medidas realizadas sob amplitude de excitação constante. Como é muito comum e mesmo desejável - que o amplificador "lock-in" tenha um gerador interno para alimentação de todo o sistema, introduzimos no circuito um transformador de entrada, cuja função é simplesmente a de eliminar qualquer possibilidade de estabelecimento de um "terra comum" entre o primário e os secundários. Este último caso caracteriza o sistema de prova como um auto-transformador, e não será discutido aqui.

Note-se que o defasador propriamente dito é um aparato de apenas quatro componentes, dois resistores idênticos R_2 , um potenciômetro multi-voltas R_{ϕ} e um capacitor C. Na Fig. 2 apresentamos um diagrama de fasores para tal circuito, onde se vê que a tensão de entrada $V_{\alpha\beta}$ é igual à soma das duas tensões V_{R2} . Entretanto, $V_{\alpha\beta}$ é simultaneamente igual à soma vetorial dos fasores V_C com $V_{R\phi}$, que são ortogonais entre si. Assim, à medida em que o potenciômetro R_{ϕ} é acionado, o vértice γ descreve um arco de circunferência, enquanto varia a fase ϕ da tensão de saída que, por sua vez, tem amplitude fixa $V_{\gamma\delta} = V_{\alpha\beta}/2$. O estágio anterior, formado pelos resistores R_1 , $R_A \in R'_A$, tem a função de controlar a amplitude de entrada $V_{\alpha\beta}$ e, por conseguinte, a de saída $V_{\gamma\delta}$.

Para garantir a adequada operação de uma montagem experimental baseada em um DAV, certas precauções devem ser tomadas de antemão. Primeiramente, o dispositivo auxiliar não pode perturbar o restante do sistema durante a operação regular, de modo que i_p deve ser insensível aos ajustes no defasador. Por exemplo, os valores de R_ϕ e R'_A serão alterados durante os ajustes de fase e amplitude, mas isto não pode alterar a corrente de alimentação de todo o sistema. Além disto, é indispensável que mudanças na fase não alterem a amplitude de saída e vice-versa, de modo que se possa de fato encontrar uma tensão igual e oposta a V_S através do ajuste dos dois potenciômetros do aparato. Em outras palavras, é preciso garantir que as duas variáveis do sistema sejam de fato independentes. Ademais, a margem de ação do DAV deve ser tão ampla quanto possível. A impedância do DAV tem um papel central em todos esses aspectos, e será tratada agora. Após alguma álgebra simples e tediosa, e considerando que o cursor do potenciômetro R'_A divide sua resistência em duas parcelas, $R'_A = R_{\alpha} + R_{\beta}$, chega-se à seguinte expressão geral para o DAV esquematizado na Fig. 1:

$$Z_{DAV} = \frac{R_1(R_\beta + Z_1)}{R_1 + R_\beta + Z_1} \tag{1}$$

onde

$$Z_{1} = \frac{2R_{2}(R_{A} + R_{\alpha})(R_{\varphi} - j/\omega C)}{2R_{2} + R_{A} + R_{\alpha} + Z_{\varphi} - j/\omega C}$$
(2)

Nota-se claramente que a relação ente as componentes real e imaginária de Z_{DAV} é governada pela relação entre $R_{\phi} \in 1/\omega C$. Assim, a defasagem do sinal de saída do DAV em relação à corrente do primário é máxima quando o potenciômetro R_{ϕ} estiver totalmente aberto. O limite ideal para a defasagem máxima é $\phi = \pi$, i.e., o sinal de saída estaria invertido em relação ao de entrada, o que seria obtido como limite extremo da desiguladade $R_{\phi} >> 1/\omega C$. Pode-se visualizar essa situação na Fig. 2 impondo-se $V_{R\phi} >> V_C$, o que leva o vértice γ para a esquerda, em direção a α , e, no limite, $\phi = 2\theta = \pi$. Logo, para que o intervalo de variação de ϕ seja amplo, é preciso garantir $R_{\phi} >> 1/\omega C$. Por outro lado, o módulo da impedância Z_{DAV} varia entre os extremos $1/\omega C$ (potenciômetro fechado) e $[R_{\phi}^2 + (1/\omega C)^2] \sim R_{\phi}$ (potenciômetro totalmente aberto). Portanto, R_2 precisa ser muito menor

do que $1/\omega C$ para que a impedância seja insensível a R_{ϕ} . De modo similar, o resistor R_A é inserido no circuito para garantir que Z_{DAV} seja praticamente independente do valor do resistor de controle de amplitude R'_A . Para completar, é preciso que R_1 seja suficientemente pequeno para que, em última análise, tenhamos $Z_{DAV} \sim R_1$, para que se possa garantir que a amplitude e a fase de i_p não sejam afetadas pelos ajustes nos potenciômetros do DAV.



Figura 2. Diagrama de fasores para o Defasador de Amplitude Variável. $V_{\alpha\beta}$ é a tensão de alimentação e $V_{\gamma\delta} = V_{\alpha\beta}/2$ é a tensão de saída do aparato.

Finalmente, é preciso levar em conta valores realistas para os parâmetros da bobina de excitação que será usada. Em nosso caso específico, a impedância é de cerca de 600 Ω , praticamente indutiva em condições de operação, i.e., em banho criogênico de nitrogênio líquido (T = 77 K) e frequência de 100 Hz ($R \sim 80\Omega$, $L \sim 1 \text{ H}$). É fácil constatar que um conjunto adequado de parâmetros para este caso é dado por: $R_1 = 0.68\Omega$, $R_2 = 1.0\Omega$, $R_A = 2.2\Omega$, $R'_A = 10k\Omega$, $R_{\phi} = 100k\Omega$, $C = 2.2\mu F$.

Cabe notar que o DAV aqui apresentado é muito tolerante quanto ao dimensionamento dos componentes. Na prática, desde que sejam satisfeitas as premissas acima discutidas, é perfeitamente possível trabalhar com tolerâncias de até 10% dos valores nominais, sem perda de eficiência. Porém, cuidados especiais devem ser tomados com os resistores R_2 pois, como na prática eles não serão idênticos, o fasor V_{xy} da Fig. 2 não será um raio da semi-circunferência $\alpha\gamma\delta$ (já que $\gamma\delta$ não estará eqüidistante de $\alpha \in \beta$). Essa deformação compromete a pretendida independência entre a tensão de saída e a fase. Isto pode, entretanto, ser facilmente corrigido, bastando que se escolham os resistores R_2 a partir de um lote grande, de modo que seus valores coincidam dentro de uma tolerância pré-estabelecida. A experiência demonstra que tolerâncias de 0.5% podem ser facilmente alcançadas com lotes de uma ou duas dezenas de resistores comerciais.

Uma vez conhecida a expressão algébrica para Z_{DAV} e escolhidos os valores para o capacitor e os resistores, é útil realizar simulações numéricas da dependência da tensão de saída com as variáveis do problema, para verificar que o intervalo de ação projetado para o aparato será mesmo coberto na prática, e com a sensibilidade desejada. Além disso, queremos saber de antemão se será satisfeita, para os valores propostos, a hipótese de independência das variáveis, bem como verificar se a corrente de excitação não é afetada, tanto em fase quanto em magnitude, pelas variações nos potenciômetros. De fato, simulações numéricas para os parâmetros acima listados mostraram que todos os requisitos estavam satisfeitos, o que nos encorajou a construir o aparato e testá-lo na prática. Como já adiantamos, o resultado experimental foi excelente, razão pela qual o sistema - em variadas versões adequadas para experimentos diferentes - tem sido usado há mais de uma década com sucesso pleno. Cabe mencionar que a precisão típica do suscetômetro construído com base no DAV, em unidades de momento magnético, equivale a cerca de 4×10^{-5} emu, comparável à de um magnetômetro de amostra vibrante comercial.

V Considerações Finais

Uma das principais vantagens do DAV é sua simplicidade. Sem componentes ativos, trata-se de um dispositivo extremamente estável sob condições de medida. Comprovamos na prática que o aparato pode substituir com vantagem outros métodos de uso geral. A montagem de um DAV pode ser realizada por um custo inferior a 1% do preço dos componentes e circuitos necessários para a construção de uma Ponte de Hartshorn. Além disso, por incluir o tratamento de sinais em coordenadas polares, o DAV tem uma vantagem adicional nada desprezível: a calibração das duas componentes da suscetibilidade se faz através de um único fator, que calibra a amplitude das tensões, ao contrário das técnicas de tratamento em componentes cartesianas, para as quais são necessárias calibrações independentes de χ' e χ'' . Ademais, o DAV mostrou-se igualmente confiável em operações requerendo altas ou baixas sensibilidades, sendo portanto adequado para experimentos com quaisquer classes de materiais magnéticos.

O desenvolvimento do dispositivo aqui descrito teve suporte financeiro parcial de FAPESP, FINEP, CAPES e CNPq. Muitos colaboradores operaram o aparato e, nos estágios iniciais, influíram decisivamente em seu desenvolvimento, através de sugestões e discussões úteis. Agradecemos especialmente a P. C. de Camargo, O. F. de Lima, F. M. Araujo-Moreira, A. J. A. de Oliveira e C. C. de Faria.

Referências

[1] L. Hartshorn, J. Sci. Instrum. II, 145 (1925).

- [2] R. B. Goldfarb and J. V. Minervini, Rev. Sci. Instrum. 55, 761 (1984).
- [3] Ver, por exemplo: a. F. R. McKim and W. P. Wolf, J. Sci. Instrum. 34, 64 (1957); b. E. Maxwell, Rev. Sci. Instrum. 36, 553 (1965); c. W. A. Ortiz, Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, Brasil (1978).
- [4] C. C. de Faria, A. J. A. de Oliveira, F. M. A. Moreira and W. A. Ortiz, IEEE Transactions on Magnetics 31, 3403 (1995).