

Ferromagnetismo de muestra de monel en función de temperatura

González M. , Nieto F. y Venegas M.

Laboratorio 4 B, primer cuatrimestre 2023, cátedra Larotonda

Departamento de Física, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales - UBA

Resumen

Se planteó como objetivo la deducción de la temperatura de Curie de una aleación de níquel (65,11 %) y cobre (32,86 %) mediante el armado experimental de un transformador que usó la muestra como núcleo en uno de sus dos bobinados secundarios puestos en contrafase. El monel fue enfriado en nitrógeno líquido y fue aumentando su temperatura dentro del bobinado. Se midieron dos voltajes proporcionales a H y B y fueron analizados mediante el gráfico histéresis. Mediante dos enfoques (Potencia disipada en el monel y Magnetización remanente vs Temperatura) se llegaron a dos conclusiones de la temperatura de Curie: $(-20,9 \pm 3,6)^\circ C$ y $(-18,4 \pm 3,4)^\circ C$, respectivamente. El promedio de ambos nos da un resultado final de $(-19,6 \pm 2,5)^\circ C$.

1. Introducción

En este trabajo se estudiará la transición de fases de un material ferromagnético a paramagnético, al pasar por la temperatura de Curie.

Los materiales ferromagnéticos, a temperaturas muy bajas, presentan una estructura de dominios, que determina la existencia de una magnetización espontánea. En presencia de campos magnéticos externos, los dominios se orientan en la dirección del campo aplicado y también cambian de tamaños. Al remover este campo los materiales no vuelven a su estado inicial, si no que permanecen con una magnetización remanente M_s , que da origen al fenómeno de histéresis en este tipo de materiales. Esta magnetización remanente depende de la temperatura, anulándose en una temperatura llamada Temperatura de Curie T_c . Para temperaturas menores, la magnetización viene dada por

$$M_s \propto (T - T_c)^\beta \quad (1)$$

donde T es la temperatura y β es un parámetro.

En este experimento se trabajó con un núcleo de monel (una aleación de níquel (65,11 %) y cobre (32,86 %) entre otros compuestos). Si se aplica una tensión a la bobina primaria, en la secundaria se va a inducir un campo magnético B , el cual viene dado por

$$\varepsilon \propto - \frac{d\phi_B}{dt} \quad (2)$$

donde ε es la fem y ϕ_B es el flujo magnético. La curva de histéresis es la relación entre el campo inducido B y el campo aplicado H .

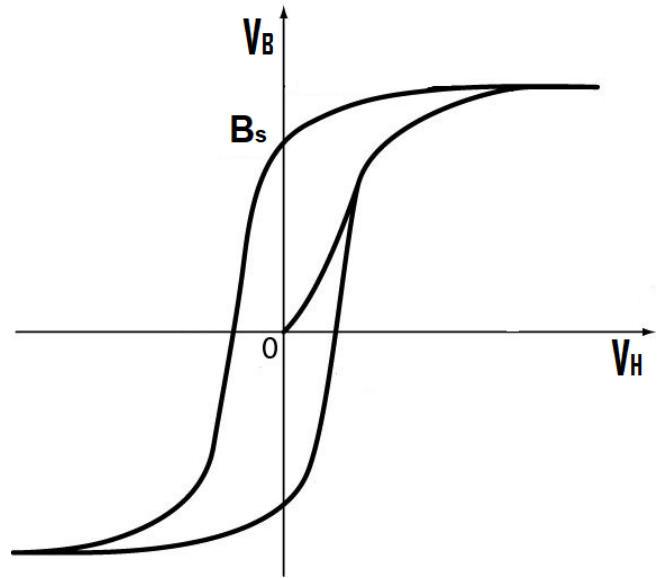


Figura 1: Curva de Histéresis: campo magnético V_B en función del campo magnético V_H .

En la Figura 1 se observa la curva de histéresis teórica para un temperatura menor a T_c . En cuanto a la potencia disipada, los cambios de tamaño y las rotaciones de los dominios magnéticos que se producen continuamente en el interior de un material ferromagnético sometido a una excitación magnética variable conllevan el gasto de una energía debido al fenómeno de la histéresis magnética. Esta energía finalmente se acaba transformando en calor y se puede demostrar que su valor durante un ciclo y por unidad de volumen de material ferromagnético es igual al área encerrada dentro del ciclo de histéresis. [1]

Para realizar el experimento se empleó un filtro

integrador. El mismo es un instrumento que toma señales y las integra en función del tiempo. El circuito empleado es uno pasivo RC de tipo pasabajos. Por lo tanto, la tensión de salida será la caída sobre el capacitor, lo cual lleva a la expresión

$$V_{out} = \frac{1}{RC} \int \frac{V_{in}}{1 + \frac{1}{j\omega RC}} dt \simeq \frac{1}{RC} \int V_{in} dt \quad (3)$$

donde V_{in} y V_{out} son las tensiones de entrada y de salida respectivamente, R es la resistencia, C es la capacidad y ω es la frecuencia. Tomando los valores muy cercanos a 0 para ωRC se puede aproximar la ecuación por el término de la derecha. Al pasar por un integrador la tensión V_{in} sale integrada como V_{out} . Esto implica que si se manda un señal con forma sinusoidal, el integrador devolverá una señal similar pero con una fase agregada y un offset.

2. Detalle experimental

2.1. Medición de B y H

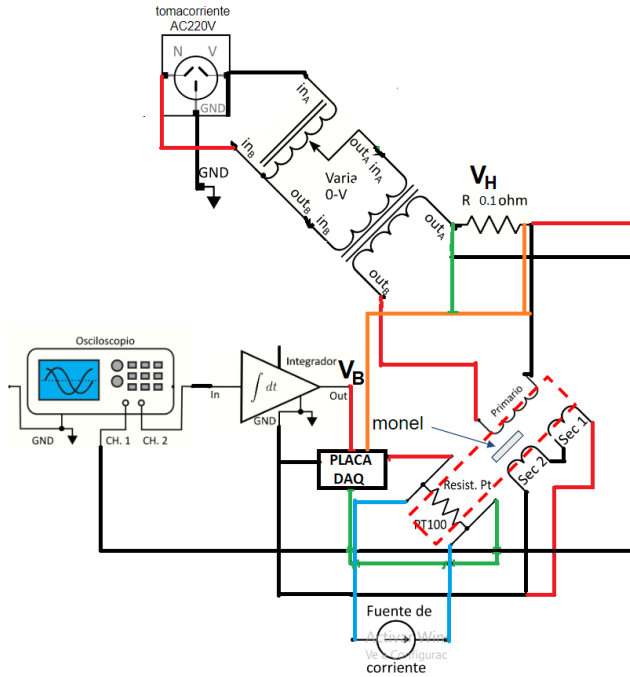


Figura 2: Dispositivo experimental

Para el armado experimental se diseñó el dispositivo que se muestra en la figura 2 consistente en un autotransformador que disminuye la tensión de línea a aquella que se desee y luego esta salida está conectada a un transformador. A la salida de este último está conectado el bobinado primario con una resistencia de $R = (0,10 \pm 0,01)\Omega$ y la caída de potencial sobre esta (V_H) es una magnitud proporcional a la corriente en el circuito primario y por

lo tanto al campo H generado por este circuito primario. Dentro de este último se encuentran otros dos bobinados secundarios que fueron conectados en contra fase para que las f.e.m. se cancelen mutuamente, a estos tenemos conectado en serie un circuito integrador cuya señal de salida (V_B) será proporcional al aumento del campo B generado por la presencia del núcleo de monel, no esta de más aclarar que es justamente proporcional al campo M en el material.

Para visualizar lo que sucedía durante las mediciones se utilizó un osciloscopio conectado como en la figura 9 que medía V_H y V_B , sin embargo para tomar estas mediciones luego analizadas en el presente informe se utilizó una placa de adquisición debido a su mayor resolución de 16 bits que permite evitar ajustar la escala y dejarla fija en un rango que va de $-0,2V$ a $0,2V$ lo cual resulta en un error de resolución de $6,1 \times 10^{-6}V$.

Para poner en marcha el experimento se emplea una aleación de monel que está en contacto con una resistencia de platino PT100 que presenta una respuesta lineal de resistencia frente a la temperatura. Esta resistencia está conectada a 4 terminales con una fuente de corriente y a la placa de adquisición para medir la caída de tensión. El monel se introduce en un recipiente parcialmente lleno de nitrógeno líquido, con temperaturas cercanas a 70K. Luego de esperar unos segundos para que se equilibre la temperatura del monel, se quita rápidamente del contenedor y se introduce una de las bobinas secundarias. La placa de adquisición registra V_H y V_B y la caída de tensión en la PT100 mientras que la temperatura del monel se equilibra con la del ambiente. Las mediciones se realizaron automáticamente cada 1 segundo y se fijó como temperatura de corte a los 20°C, asumiendo que en este punto se había sobrepasado la temperatura de Curie. Se observó que esta suposición era correcta ya que las figuras de histéresis se mantenían inalteradas hacia las mediciones finales por lo cual estas resultaron redundantes y se incluyen en el informe aquellas con una temperatura menor a 19,12°C.

Por último la resistencia de platino PT100 tiene asociado el parámetro α que nos da la relación entre resistencia y temperatura como se muestra en la ecuación 4, el cual se obtuvo por tabla y tiene un valor de $\alpha = 0,385$. [2]

$$T = \frac{R - 100\Omega}{\alpha \cdot \Omega/^{\circ}C} \quad (4)$$

Algo que vale aclarar es que no se calibró la resistencia de platino corroborando que tenga 100Ω a 0°C y 138,5Ω a 100°C, dado que no se empleó nin-

guna especie de termómetro o medidor de temperatura, por lo que se utilizaron puramente los valores tabulados para α . [2]

3. Resultados y discusión

3.1. Consideraciones del experimento

Al realizar el armado experimental y comenzar a medir la caída de tensión en A, V_H que es proporcional al campo H y la caída de tensión en B, V_B , proporcional al campo B se observaron algunas imperfecciones con el armado. En primer lugar, al conectar las dos bobinas del circuito secundario en contrafase, lo esperable es que ambas f.e.m. se cancelaran entre sí y por lo tanto la medición de V_B sin poner ningún monel debería ser cero. Sin embargo se observó un V_B residual (3) dado por el hecho de que estas dos bobinas no son exactamente iguales entonces hay una f.e.m. total diferente de cero. En el apéndice 5.3 se discute mas en profundidad este aspecto y el desfase del integrador.

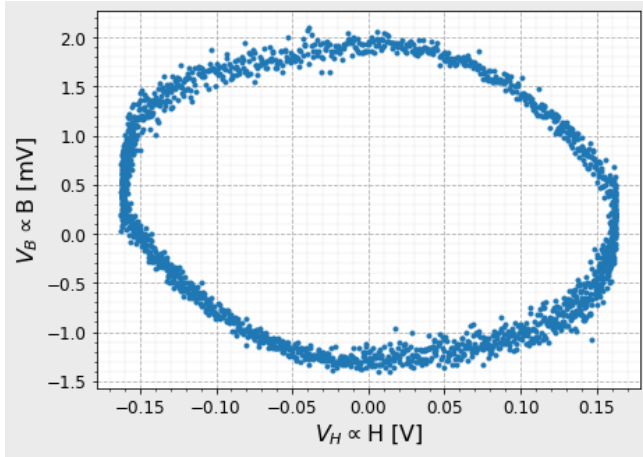


Figura 3: Campo B residual para el transformador sin monel en la bobina

Si bien la contribución de este B residual es pequeña en comparación al campo B que se obtendrá con el monel frío (3 órdenes de magnitud menor) es una incerteza sistemática que acompañará los resultados de toda esta experiencia y no será despreciable una vez que el monel se acerque a la temperatura de curie. Por esto mismo se decidió tomar la amplitud de este V_B residual para cuando $V_H = 0$ como error sistemático para el calculo magnetización remanente del monel. Lo propio se hizo con el área dentro de la figura 1 tomándola como error sistemático para el análisis de la potencia disipada en el monel.

$$V_{residual}(V_H = 0) = (1,838 \pm 0,004) \times 10^{-3} V \quad (5)$$

$$\text{Área}_{residual} = (7,895 \pm 0,001) \times 10^{-3} V^2 \quad (6)$$

Una vez tenidas en cuenta estas imperfecciones se puede proceder a analizar los resultados para la histéresis del monel. Las figuras 4, 5 y 6 son algunas de las curvas de histéresis obtenidas para la muestra a diferentes temperaturas:

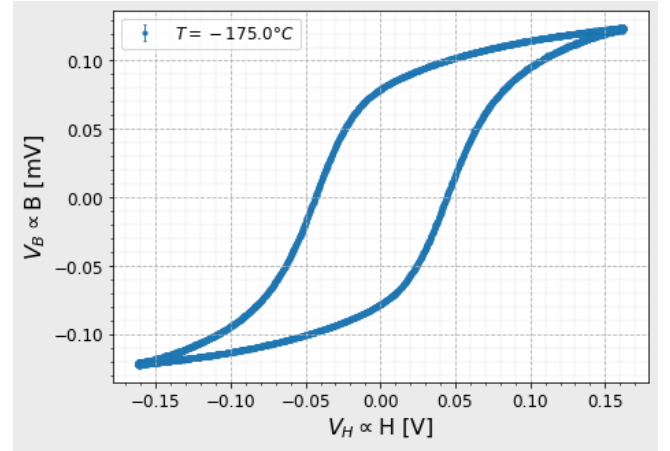


Figura 4: Gráfico de histéresis con los datos del sistema con muestra de monel a $(-175,0 \pm 1,8)^\circ C$ de temperatura.

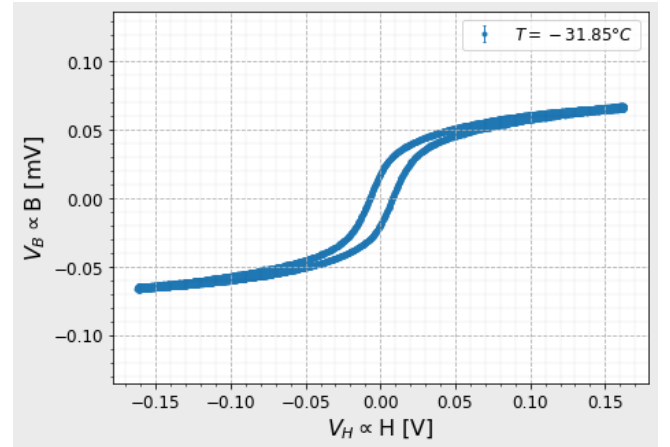


Figura 5: Gráfico de histéresis con los datos del sistema con muestra de monel a $(-31,8 \pm 3,3)^\circ C$ de temperatura.

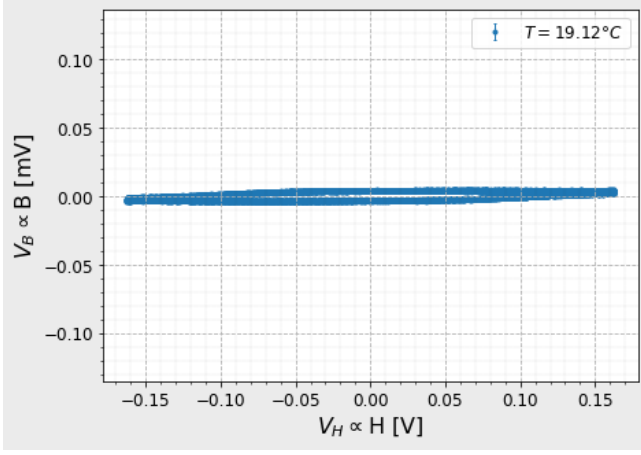


Figura 6: Gráfico de histéresis con los datos del sistema con muestra de monel a $(19,1 \pm 5,4)^\circ\text{C}$ de temperatura.

Si se modifica la escala en la figura (6) para ver con mas detalle lo que sucede a temperatura ambiente se puede observar un fenómeno inesperado (figura 7).

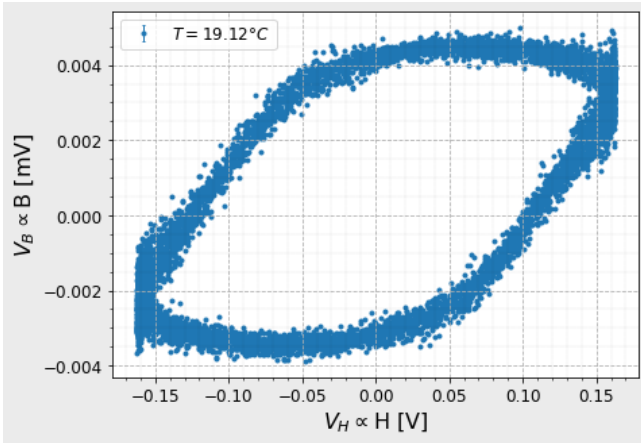


Figura 7: Gráfico de histéresis con los datos del sistema con muestra de monel a $(19,1 \pm 5,4)^\circ\text{C}$ de temperatura reescalado.

Si el monel para esta temperatura sobrepasó la temperatura de Curie, no debería aportar ninguna curva de histéresis y se debería observar nuevamente la figura 3, dado que no hay un medio ferromagnético actuando como núcleo en la bobina secundaria. Sin embargo vemos que el gráfico sigue teniendo una forma que indica que cuando H comienza a disminuir luego de haber llegado a su máximo, B en cambio se mantiene cuasi constante hasta que H cambia de signo. Esto indica que hay todavía tiene características de una curva de histéresis. Para analizar mejor esto, se aumentó la corriente en el circuito primario de $(1,10 \pm 0,07)$ A a $(3,61 \pm 0,14)$ A y para que no hayan dudas de si el monel había sobrepasado la temperatura de curie se lo calentó con una pistola de calor y se tomó

nuevamente la medición y se obtuvo el gráfico que se observa en la figura 8.

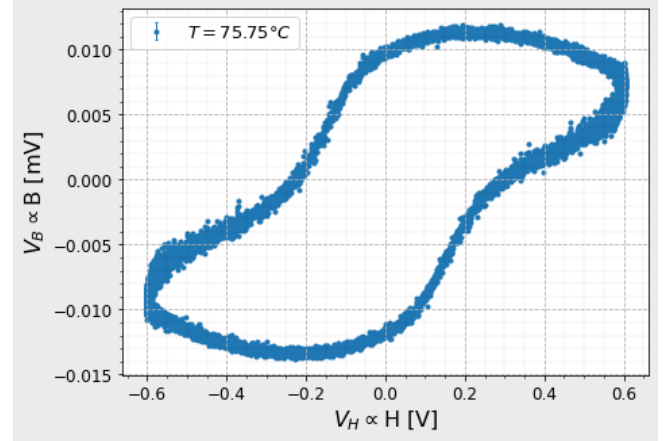


Figura 8: Gráfico de histéresis con los datos del sistema con muestra de monel a $(75,7 \pm 3,5)^\circ\text{C}$ de temperatura reescalado.

Se puede ver claramente como ahora no solo sigue sucediendo lo que se destacó anteriormente sino que también se puede distinguir la forma de magnetización de saturación en los extremos del gráfico al llegar el campo H a los extremos. Por lo tanto con cierta seguridad se puede plantear la hipótesis de que hay algún material ferromagnético, externo al monel, como puede ser alguna soldadura en la resistencia de platino, alguna impureza en la misma o en el mismo cable al que se conecta la resistencia.

Cabe aclarar que la forma ovalada en la parte superior e inferior del gráfico está dada por la superposición con el potencial V_B residual que se mencionó previamente. Una vez terminado el experimento se pudo corroborar esta hipótesis al introducir solamente el cable de la resistencia en el bobinado secundario y ver cómo se formaba una figura similar, es decir que este cable estaba alterando el campo magnético dentro de la bobina indicando sus propiedades ferromagnéticas

3.2. Magnetización remanente

Como se discutió en la introducción, un criterio para determinar la temperatura de curie es ver para qué temperatura la magnetización remanente M_r en el monel se anula. Con las mediciones V_B y V_H que fueron tomadas se puede calcular una magnitud proporcional a M_r , pero el procedimiento es el mismo. Se registró para cada una de las temperaturas cuál era el potencial V_B cuando $V_H = 0$ y se obtuvo el gráfico de la figura 9

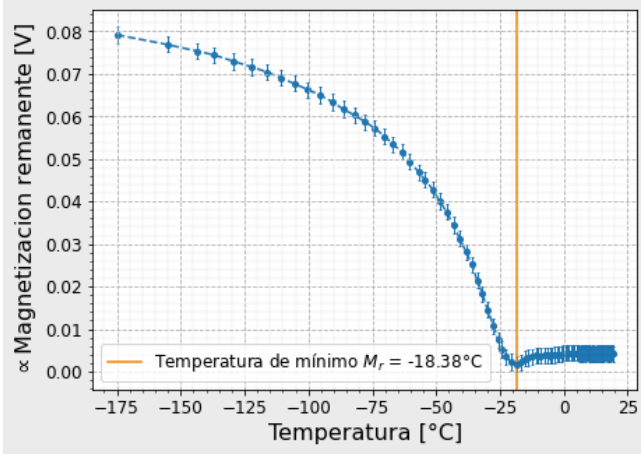


Figura 9: Magnetización remanente del monel en función de la temperatura

La temperatura que se corresponde con el mínimo de magnetización remanente es decir con la temperatura de Curie es $T_C = (-18,4 \pm 3,4)^\circ\text{C}$. Si se aumenta la escala del gráfico anterior se obtiene la figura 10 donde se puede observar claramente la ubicación del mínimo y a su vez se hace más evidente las barras de error dadas por la magnitud V_{residual} reportada en (5).

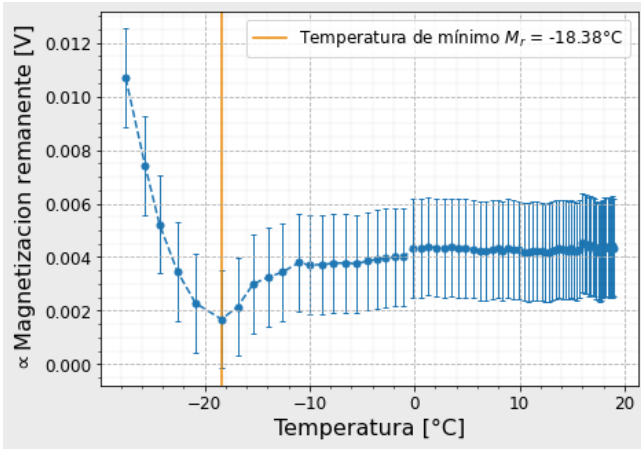


Figura 10: Magnetización remanente del monel en función de la temperatura

Algo curioso que se puede notar de este gráfico es cómo los valores de magnetización remanente de mayor temperatura sí presentan diferencias significativas con $M_r = 0$, esto puede deberse a la magnetización remanente generada por algún material ferromagnético en la resistencia de platino o el cable como se notó previamente, por eso introduce un offset en la medición. Otro fenómeno que daría para un mayor análisis es el hecho de que a partir la temperatura de Curie la magnetización vuelve a aumentar de nuevo, sin embargo para esto no se pudo encontrar una explicación.

3.3. Potencia disipada en función del tiempo

Siguiendo la línea de pensamiento ya exhibida sobre la relación entre el área del gráfico de histéresis (proporcional a la potencia disipada) y la temperatura de la muestra de monel, se decidió analizar los datos obtenidos poniendo como principal objetivo la relación gráfica de esta dos variables.

Tras obtener gráficos de las histéresis resultantes como una curva encerrada en los ejes representados por el campo magnético presente en el monel y el campo auxiliar, se llega a la conclusión de que una vez pasado el umbral de la temperatura de Curie de la muestra metálica debe experimentarse un cambio de fase.

Sobre este cambio de fase ya fue discutido de forma teórica previamente en este informe, pero no sobre su consecuencia gráfica y su utilización en este informe. Partiendo de que al pasar mencionado valor de temperatura el campo magnético del monel debería que volverse nulo podemos llegar a la conclusión de que también habrá una minimización del área encerrada por la histéresis.

Una observación que refuerza la lógica tras este análisis es la fluctuación del área de la curva frente al aumento de temperatura ya expuestos en los gráficos de histéresis (figs. 4, 5 y 6).

Bajo la luz de estas observaciones decidimos analizar los datos de la medición tomada realizando gráficos de potencia disipada (proporcional al área) en función de la temperatura (fig. 11).

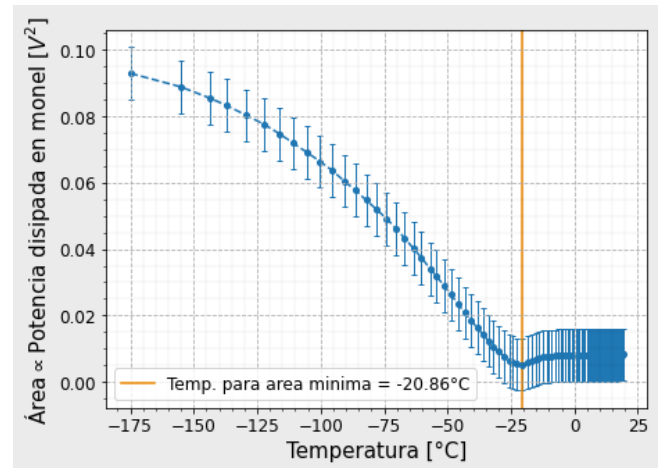


Figura 11: Área encerrada por la histéresis en función de la temperatura de la muestra de monel.

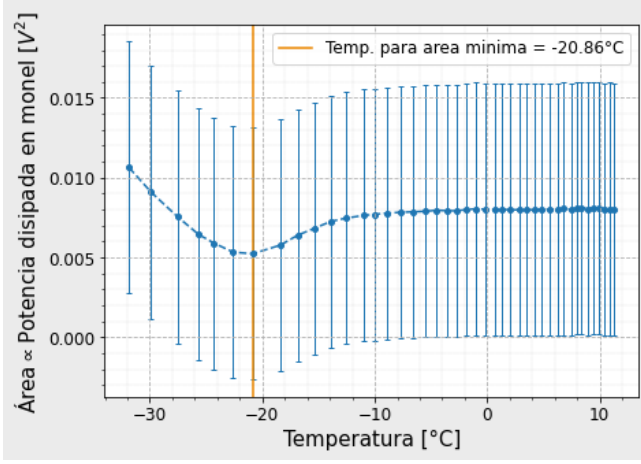


Figura 12: Área encerrada por la histéresis en función de la temperatura de la muestra de monel. Este gráfico hace énfasis en los últimos puntos de la tira de datos marcando con una recta roja vertical el punto de mínima área.

Antes de proseguir con el debido análisis debe mencionarse que se utilizó como error el área residual de la histéresis sin la muestra de monel en el bobinado secundario ya mencionado en la fórmula 5.

Al concentrarnos en la parte de más alta temperatura del gráfico (12) se puede distinguir un punto en particular que actúa como mínimo de área. Sin embargo, contrastando con expectativas teóricas se nota un leve ascenso del área pasado este punto. La hipótesis, ya mencionada, sobre esta alteración es que fue causada debido a imperfecciones en la soldadura y/o composición metálica de la resistencia de platino. Estos factores por sí mismos tienen la capacidad de provocar una potencia disipada mínima como la vista en el gráfico.

Por lo tanto utilizando el método implementado en esta sección se podría reportar el valor de la temperatura de Curie como $T_C = (-20,9 \pm 3,6)^\circ\text{C}$.

Cabe destacar ya que no es un dato no menor, que la temperatura recién mencionada es justamente la temperatura de la medición previa a aquella que resultó ser el mínimo de magnetización remanente, en la que se registró que la temperatura de Curie es $T_C = (-18,4 \pm 3,4)^\circ\text{C}$.

3.4. Integración de resultados

Como se puede observar ambos métodos mencionados dieron resultados de la temperatura de Curie diferentes pero que al ser ambas las temperaturas de dos mediciones contiguas e mutuamente incluyentes hace que no presenten diferencias significativas. Sin embargo esto indica que era necesaria una

mayor frecuencia de muestreo ya que el poder de resolución nos oculta quizás unos valores de T_C mas exactos, aquí radica una posible mejora a este experimento, justamente aumentar la frecuencia de muestreo y así lograr que ambas T_C sean más cercanas y que la diferencia entre ambas radique en el método utilizado y no en la resolución.

Como método de resolución de este conflicto y ponderada la explicación dada se hace un promedio de los valores ya mencionados con su respectivo error propagado. Como consecuencia se puede reportar la temperatura de Curie final en

$$T_C = (-19,6 \pm 2,5)^\circ\text{C}$$

4. Conclusiones

Durante la búsqueda de la temperatura de Curie a partir del análisis de la magnetización remanente en el monel en función de la temperatura se pudo observar como se reduce esta magnitud a medida que se aumenta la temperatura y cómo a partir de la temperatura de Curie $T_C = (-18,4 \pm 3,4)^\circ\text{C}$ llega a un mínimo y luego se estabiliza. También como consecuencia del análisis de estos resultados se observó cómo influye en la medición de esta magnitud la presencia de un campo B residual dado por el hecho de que ambas bobinas secundarias no son idénticas y su vez por la presencia de otros medios ferromagnéticos externos al monel, como pueden ser los cables o la misma resistencia de platino que evitaron que la magnetización remanente medida se estabilice en $M_r = 0$.

En relación al análisis de datos de la histéresis como potencia disipada en función, podemos afirmar que se visualizó un cambio de fase en la muestra de monel reflejada en su propiedades ferromagnéticas y que fue deducida debido a un mínimo global de potencia disipada (proporcional al área encerrada). Este cambio de fase se dio a $(-20,9 \pm 3,6)^\circ\text{C}$, la cual se puede llamar temperatura de Curie. Una observación hecha en este apartado es la influencia de posibles piezas ferromagnéticas en la soldadura y/o composición de la muestra y/o su cable soporte. Para futuras determinaciones más precisas se aconseja procurar que estas variables sean tenidas en cuenta utilizando diferentes métodos de soldadura y/o aislantes.

Una incógnita que quedó sin resolver es por qué ambas magnitudes, potencia disipada y magnetización remanente, alcanzan un mínimo en la temperatura de Curie y luego vuelven a aumentar hasta estabilizarse. Dado mayor tiempo de experimentación se podría llegar a dilucidar una explicación

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos mediante el método de magnetización remanente y potencia disipada arribamos a un valor de la temperatura de Curie a reportar de $T_C = (-19,6 \pm 2,5)^\circ C$. Esta decisión debe a que debido a la frecuencia de muestreo del experimento ambos análisis proponen puntos de datos consecutivos. Una forma de mejorar este experimento sería aumentar la frecuencia de muestreo, así la limitación para conocer la temperatura de Curie venga dada por los propios métodos utilizados y no por el poder de resolución de las mediciones de temperatura.

5. Apéndice

5.1. Gráficos de histéresis

A continuación mediante el siguiente link se podrán acceder gráficos de histéresis en formato GIF para su debida apreciación de variación en función de la temperatura.

5.2. Caracterización del circuito Integrador

Para caracterizar al circuito integrador se armó un dispositivo experimental consistente en un generador de funciones AFG3021B (GF) con una conexión directa a un osciloscopio TDS1002B (Osc) con otra conexión indirecta a través de un integrador. El GF estaba seteado para enviar una señal $A_{sen}(\omega t)$ con una frecuencia de 50 Hz y una amplitud de 2 V_{pp} .

Una vez conectado todo y enviado la señal se compararon la integral numérica de la señal enviada en contraste con la devuelta por el circuito integrador, midiendo el desfase entre ambas. Se calculó que la señal proveniente del circuito integrador estaba atrasada respecto de la integral numérica de la enviada en $(1,47 \pm 0,23) \cdot 10^{-5}\text{ s}$ lo cual resultó despreciable a todos los efectos de esta experiencia.

5.3. Aclaraciones sobre el desfase de B y del circuito integrador

Aún cuando no hay nada dentro del bobinado secundario se observó la existencia de un campo V_B residual dado por las diferencias entre ambos bobinados que hace que sus f.e.m. no se cancelen exactamente, el problema reside en que este V_B residual está desfasado respecto de V_H en $(5,575 \pm 0,001) \cdot 10^{-3}\text{ s}$, fenómeno que no debería pasar ya que teóricamente H y B son proporcionales y por lo tanto deberían estar en fase.

Se planteó como hipótesis que este desfase era debido al circuito integrador, pero se comprobó que este sólo desfasa la integral de la señal entrante en $(-1,47 \pm 0,23) \cdot 10^{-5}\text{ s}$, como consecuencia se descartó como causa del desfase

Al no conocer cual es la fuente del desfase y por lo tanto como se comporta a mayores voltajes no es posible restar este V_B residual de las mediciones que fueron tomadas en este informe. Por esto mismo se llegó a la solución de tomar los parámetros de esta histéresis aparente como incertezas para los resultados de magnetización remanente y de potencia disipada.

Referencias

- [1] <https://personales.unican.es/rodrigma/PDFs/Circuitos%20magn.pdf>.
- [2] <https://www.prelectronics.com/the-fundamentals-of-rtd-temperature-sensors/>.