

Medida da magnetização com um magnetómetro de amostra vibrante

Ana Bensabat Paulino *

Novembro 2021

Resumo

Nesta atividade foi estudado o acoplamento magnético entre dois circuitos indutivos tendo-se verificado a modulação do sinal de um pelo do outro e identificando de forma qualitativa o desfasamento de 90° resultante da indução magnética. Estudou-se também a magnetização de uma amostra de Níquel com recurso às técnicas de VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) e de *Lock-in*, não tendo sido possível observar o ciclo histerético esperado. Com dados de outros colegas foi possível identificar o ciclo histerético da amostra, tendo este sido modulado por duas funções de Langevin com $r^2 = 0.9992$. Comprovou-se ainda que o ciclo histerético estudado poderá ser classificado como um *loop* interno de um ciclo histerético de Níquel presente na literatura.

1 Introdução

Para a caracterização de um material com propriedades magnéticas é fundamental estudar de que forma a sua magnetização M , ou momento magnético por unidade de volume, está dependente de fatores externos variáveis como o campo magnético aplicado H e ou a temperatura T . Para estudar a magnetização, é necessário medi-la de forma indireta, através do estudo de outras grandezas físicas diretamente mensuráveis que se relacionam com ela.

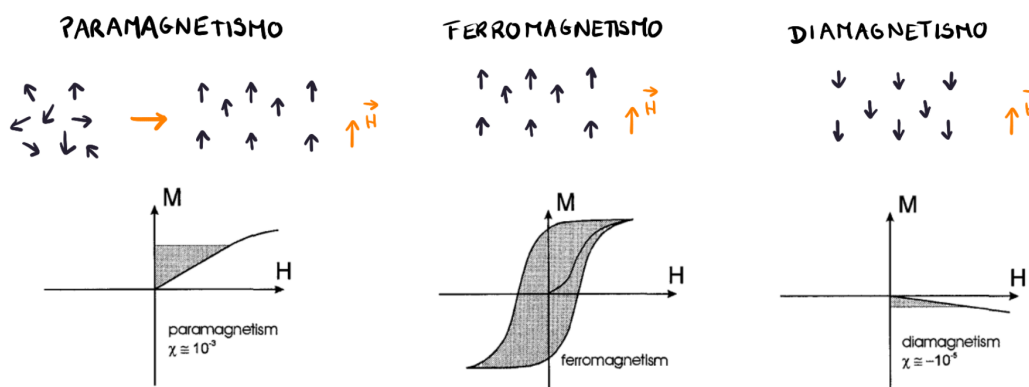


Figura 1: Diferentes tipos de ordenamento magnético e correspondente variação da magnetização em função do campo externo aplicado [1]. É de notar que o ordenamento magnético de um material não é uma propriedade permanente. O mesmo material pode ter diferentes fases magnéticas que dependem de fatores externos, como o campo magnético aplicado H e a temperatura T .

Existem vários métodos de indiretos de medição da magnetização de uma amostra [2]. Nesta atividade a magnetização foi estudada através da medição da indução magnética na vizinhança da amostra.

1.1 Técnica de *Vibrating Sample Magnetometer* - VSM

Esta técnica de medição da magnetização tem por base um princípio simples - a oscilação da amostra como forma de indução.

O esquema da figura 2 e a fotografia da figura 6 ilustram o tipo de montagem utilizados com esta técnica.

*up201905838@edu.fc.up.pt

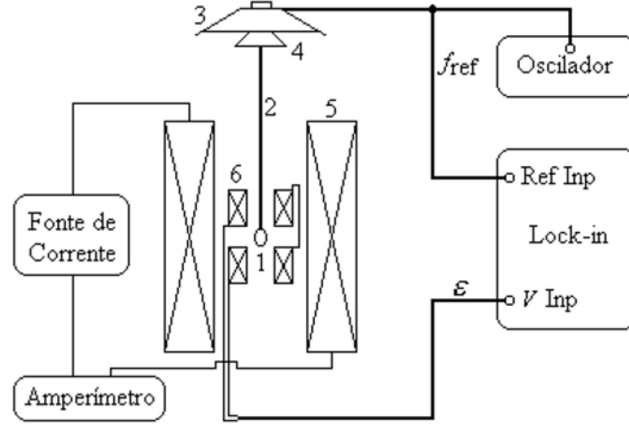


Figura 2: Esquema da montagem de um VSM, semelhante ao *setup* utilizado neste projeto. **1:** Amostra; **2:** Barra não metálica; **3:** Altifalante; **4:** Estrutura de cartão para estabilidade da barra; **5:** Bobine indutora; **6:** Bobine de detecção.

O sistema é composto por um altifalante, cuja vibração é gerada por um oscilador. A este altifalante está ligada uma barra não metálica cuja ponta se encontra unida a uma amostra de Níquel. A amostra encontra-se rodeada por duas bobines, a bobine 6 (de detecção) que se encontra inserida dentro da bobine 5 (indutora). A bobine indutora produz um campo magnético $\mathbf{H} = H\hat{u}_z$ que induz a orientação dos momentos magnéticos da amostra, \mathbf{m} e consequentemente a magnetização \mathbf{M} . Esta, por sua vez, origina um campo de indução magnética $\mathbf{B}_M(\mathbf{r})$:

$$\mathbf{m} = V\mathbf{M} \iff \mathbf{M} = \frac{\mathbf{m}}{V} \rightarrow \mathbf{B}_M \quad (1)$$

Onde V é o volume da amostra.

A vibração da membrana do altifalante, de acordo com uma frequência f induz um movimento oscilatório vertical (segundo o eixo longitudinal das bobines) da barra e, consequentemente, da amostra, dado pela seguinte equação:

$$z(t) = A\cos(\omega t) \quad (2)$$

onde A é a amplitude de vibração, ω a frequência angular de vibração do altifalante relacionada por $\omega = 2\pi f$, t o tempo e z a coordenada longitudinal (\vec{e}_z) da amostra.

Este movimento deve ser restringido ao eixo longitudinal (no exemplo da figura 2 através de uma estrutura de cartão). Ao oscilar, o campo de magnetização da amostra varia espacialmente, induzindo corrente na corrente de detecção de acordo com a Lei de Faraday:

$$\varepsilon(t) = -\frac{d\Phi_M}{dt} = -K'(z_0)\frac{dz}{dt}m \iff \varepsilon(t) = -K(z_0)A\omega m \sin(\omega t) \quad (3)$$

onde ε é a força eletromotriz gerada (tensão induzida na bobine de detecção) e Φ_M o fluxo do campo magnético \mathbf{B}_M . $K(z)$ é uma função geométrica que traça a relação entre o posicionamento da amostra e o fluxo tendo em conta os parâmetros da configuração geométrica das bobines assim como os seus números de espiras. Na equação 3 é assumido que a amostra em $t = 0$ se encontra centrada nas bobines.

Como \mathbf{m} e \mathbf{M} são proporcionais, ao medirmos a tensão induzida na bobine de detecção (ε) estaremos a medir o valor absoluto da magnetização $|\mathbf{M}|$ a menos de uma constante.

Já o campo magnético \mathbf{H} gerado pela fonte de corrente é dado pela expressão:

$$\mathbf{H} = \frac{\mathbf{B}}{\mu_0} = \frac{\mu_0\mu_r nI}{\mu_0} = \mu_r nI \quad (4)$$

Onde \mathbf{B} é o campo magnético da bobine indutora, μ_0 é a permeabilidade magnética do vácuo, μ_r a permeabilidade relativa do meio (neste caso, o ar), n a densidade de aros/voltas por unidade de comprimento da bobine e I a corrente na bobine.

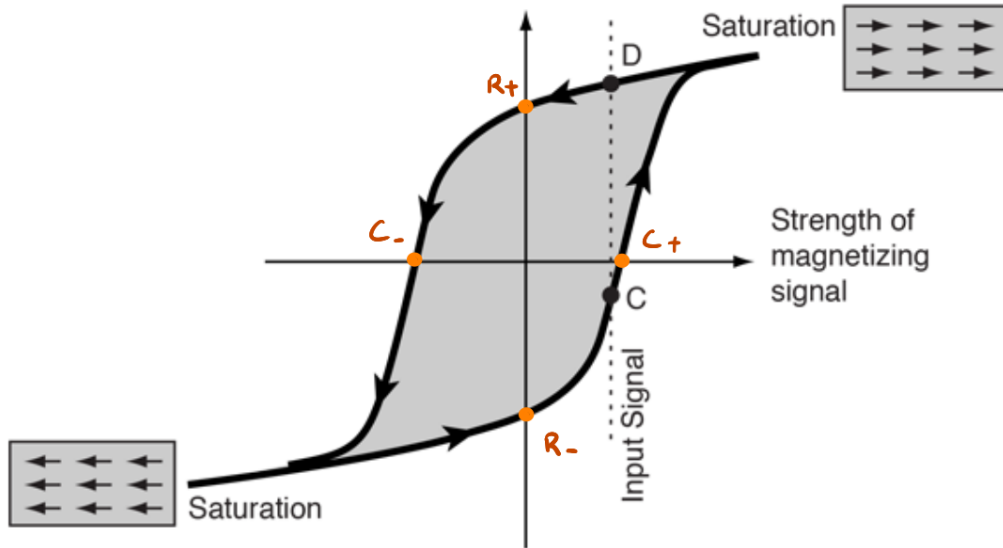


Figura 3: Ciclo histerético magnético genérico. Encontram-se representados os pontos de coercividade e remanência (ou retentividade) magnética.

Desta forma, com os valores da corrente da bobine indutora I e da tensão ε da bobine de deteção é possível inferir a magnetização M da amostra em função do campo aplicado H .

1.2 Ciclo histerético de um material magnético

O fenómeno de histerese magnética ocorre em materiais ferromagnéticos e está intimamente relacionado com a história magnética do material. Diz-se que um material tem uma fase ferromagnética quando num intervalo de campo magnético aplicado e de temperatura, os seus dipolos magnéticos têm tendência a ficar alinhados na direção do campo de forma espontânea e permanecem, na sua maioria, alinhados indefinidamente após a remoção do campo aplicado.

Nestes materiais a relação entre a magnetização M do material e o campo magnético aplicado H segue um *loop* como na figura 3. No instante inicial $H = 0$, $M = 0$, ao ser aplicado um campo magnético crescente, a magnetização do material segue uma curva com declive acentuado até convergir para a assíntota de saturação magnética. A partir deste ponto, a magnetização da amostra atinge um máximo que não se altera com campo magnético crescente. Por outras palavras, os momentos magnéticos do material encontram-se todos alinhados com o campo. Se H decrescer a curva da magnetização será diferente, intercetando o eixo vertical no ponto R_+ e no eixo horizontal no ponto C_- . Se for aplicado um campo magnético inverso de forma semelhante, a curva da magnetização resulta no ciclo histerético.

Os pontos C_+ e D_- devem ser simétricos e correspondem ao valor da chamada coercividade magnética, o valor do campo máximo que pode ser aplicado a um material ferromagnético sem que ele desmagnetize.

Os pontos R_+ e R_- deverão também apresentar uma simetria. Correspondem à chamada remanência (ou retentividade), ou seja, o valor da magnetização que permanece num material ferromagnético após a remoção do campo magnético aplicado.

As curvas do ciclo histerético podem ser aproximadas à função de Brillouin. No limite clássico esta pode por sua vez ser aproximada à função de Langevin¹:

A função de Langevin é dada por:

$$L(x) = \coth(x) - \frac{1}{x} \quad (5)$$

¹Detalhes em anexo.

Para ser ajustada a um conjunto de dados podem ser acrescentados parâmetros de escala e translação:

$$L(x) = a \left[\coth(c(x - b)) - \frac{1}{c(x - b)} \right] \quad (6)$$

É de notar que os parâmetros e a forma dos ciclos histeréticos de materiais magnéticos diferir bastante do sugerido pela curva histerética teórica. A histerese magnética é um fenómeno complexo dependente de vários parâmetros como a geometria do material, a temperatura ambiente, a estrutura cristalina do material, a orientação do campo magnético aplicado, entre outros [1]. Portanto, não se espera que as curvas obtidas experimentalmente apresentem a forma e simetria dos pontos de remanência e coercividade expostos na figura 3.

Mais detalhes sobre as características dos ciclos histeréticos podem ser encontrados em anexo.

1.3 Técnica do *Lock-in*

De uma forma resumida, a técnica do *Lock-in* permite a deteção de uma frequência de referência em sinais cuja amplitude dessa frequência é mascarada por ruído de comparativamente elevada amplitude - *Low Signal to Noise Ratio*. O *Lock-in* consegue filtrar a frequência pretendida do sinal e amplificá-la, servindo portanto, duas funções importantes.

O seu funcionamento baseia-se em três elementos eletrónicos fundamentais: o multiplicador PSD (*Phase Sensitive Demodulation*), o PLL (*Phase-Lock Loop*) e o filtro passa-baixo. O diagrama de blocos simplificado da eletrónica subjacente a um *Lock-in* encontra-se expresso na figura 4.

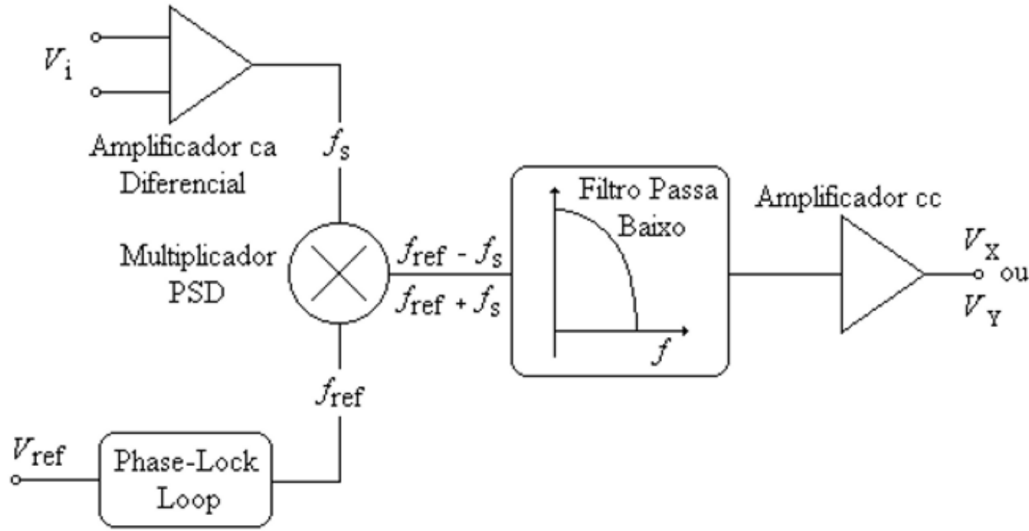


Figura 4: Diagrama de blocos simplificado de um amplificador *Lock-in*

O *Lock-in* recebe como *input* dois sinais: o sinal em estudo, que é imediatamente amplificado, e um sinal sinusoidal de frequência f_{ref} - a frequência que se procura detetar. O sinal de referência é lido pelo PLL que gera dois sinais em quadratura (um sinal seno e outro cosseno, com a mesma frequência, mas separados de 90°). No PSD, o sinal de entrada (V_s) e o sinal de referência (V_{ref}) são multiplicados, resultando no batimento entre os dois. Desta multiplicação são gerados dois sinais em quadratura V_x e V_y .

$$V_x = \frac{1}{2} V_s (\cos[(\omega + \omega_{ref})t + \phi] + \cos[(\omega - \omega_{ref})t + \phi])$$

$$V_y = \frac{1}{2} V_s (\sin[(\omega + \omega_{ref})t + \phi] + \sin[(\omega - \omega_{ref})t + \phi])$$

Estes sinais apresentam uma fase ϕ correspondente à fase entre o sinal V_s e V_{ref}

Aplicando um filtro passa baixo aos sinais V_x e V_y é possível isolar a frequência mais baixa $\omega - \omega_{ref}$, isto é, a porção do sinal de entrada cuja frequência é o mais próxima possível da referência. No final o sinal é amplificado.

Assim, no *Lock-in* podem ser lidos os valores de:

$$V_x = \frac{1}{2} V_s \cos[(\omega - \omega_f)t + \phi] \approx \frac{1}{2} V_s \cos\phi \quad (7)$$

$$V_y = \frac{1}{2} V_s \sin[(\omega - \omega_f)t + \phi] \approx \frac{1}{2} V_s \sin\phi \quad (8)$$

ou, fazendo a Transformada Fasorial, os valores:

$$R = \sqrt{V_x^2 + V_y^2} \quad (9)$$

$$\phi = \arctan\left(\frac{V_y}{V_x}\right) \quad (10)$$

Quando se opera o *Lock-in* deve-se procurar ter a melhor sensibilidade possível que o aparelho permita (sem que acenda o LED OVLD). Deve-se ter também em consideração a constante de tempo utilizada em comparação com o período da frequência de referência [3]. Esta constante corresponde ao período de integração do sinal, pelo que convém ser maior que o período do sinal de referência de forma a eliminar o ruído (em média). Como heurística, pode-se apontar para constantes de tempo 100 a 1000 vezes superiores ao período do sinal de referência.

1.4 Objetivos

Este trabalho teve como objetivos particulares:

- Observar o acoplamento magnético entre dois circuitos indutivos e demonstrar a técnica do *Lock-in* com os mesmos;
- Reforçar o conhecimento do amplificador *Lock-in*, em particular, a sua utilização e funcionamento;
- Medir o ciclo histerético de uma amostra ferromagnética de Níquel utilizando a Técnica de VSM à temperatura ambiente.

2 Materiais e Métodos

Este trabalho foi dividido em duas partes distintas. Na parte A, foi estudado o sinal de dois circuitos RL e o acoplamento entre duas bobinas. Na parte B, foi estudado o ciclo histerético de uma amostra de Níquel utilizando a técnica de VSM. Ambas as partes foram realizadas na sala FC3 017 do Departamento de Física e Astronomia da FCUP.

2.1 Parte A - Circuitos Indutivos Acoplados

Para esta porção do trabalho foram utilizados os geradores de sinais Digital Sweep Function Generator 8120 da Topwards e Function Generator FG2 da Circuitmate, dois reóstatos analógicos, cabos de ligação, um multímetro digital, um osciloscópio Tektronix TDS 1002-EDU e duas bobinas, uma de indutância 24 mH e outra de indutância 37.5 mH.

Iniciou-se a atividade pela montagem do circuito A - figura 5. Optou-se por medir a tensão nos terminais da bobine de duas formas distintas: com o multímetro digital e com o osciloscópio.

De seguida, montou-se o circuito B com a indutância de $L_B = 37.5mH$. Nesta montagem, a tensão foi apenas lida no osciloscópio.

Finalmente, os dois circuitos foram acoplados (aproximaram-se as bobinas) e mediu-se apenas a tensão nos terminais da resistência R_B com o osciloscópio. Neste caso, prevê-se que a bobine L_A induza corrente no circuito B, introduzindo ruído no sinal f_B através da sua modulação.

Era previsto ainda no protocolo [2] adicionar o *Lock-in* ao circuito, como exemplificado na figura 5. O intuito aqui seria demonstrar a técnica do *Lock-in* através da detecção da frequência f_B (frequência de referência lida no gerador do circuito B) no meio do sinal com ruído lido nos terminais da resistência R_B . Não foi possível realizar este passo dentro do tempo disponível.

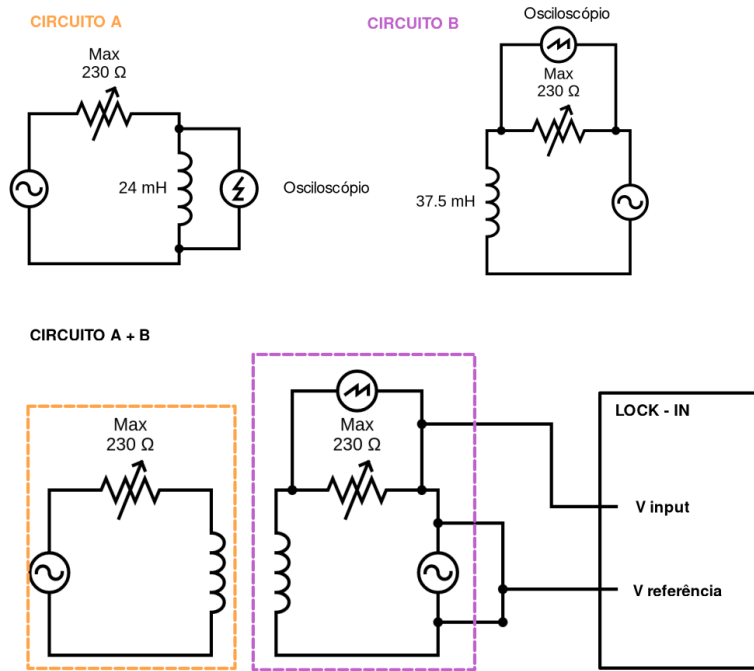


Figura 5: Circuitos A e B montados na parte A desta experiência.

Para cada montagem foram observados e registrados os sinais obtidos no multímetro e osciloscópio (Tektronix TDS 1002-EDU).

2.2 Parte B - Magnetómetro Vibrante

Esta porção do trabalho foi realizada com um aparato já preparado semelhante ao esquema da figura 2. No entanto, no lugar do cartão (número quarto na figura), o altifalante era suportado por uma estrutura metálica e a barra era mantida no lugar através com placas de acrílico e uma folha de acetato - figura 6. É importante salientar que a barra não poderia ser metálica pois iria induzir corrente na bobine de detecção, afetando os dados recolhidos.

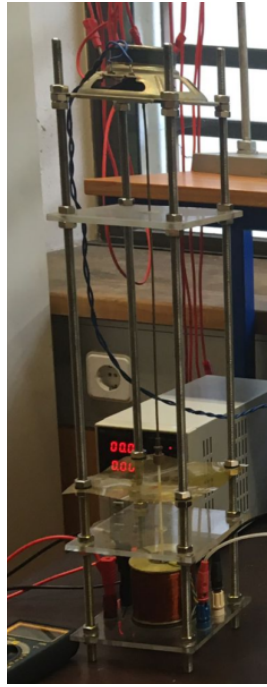


Figura 6: Aparato de VSM utilizado na atividade.

Foram também utilizados:

1. gerador de sinal AC Pasco Scientific PI-9587C Digital Function Generator / Amplifier - sinal gerado de $f_2 \approx 120$ Hz com tensão aplicada máxima;
2. *Lock-in* (SR530 Stanford Research Systems) para a medida da tensão da bobine de detecção;
3. fonte de corrente DC variável (com $|I_{max}| \leq 1$ A) para alimentação da bobine indutora (Velleman Programmable DC Lab Power Supply);
4. multímetro digital para medição da corrente elétrica I que produz o campo magnético.

O gerador do altifalante foi ligado ao *Lock-in* com um cabo BNC na entrada "Input" do painel "Reference". Um cabo de ligação misto foi utilizado para ligar os terminais da bobine de detecção à entrada A do subpainel "Signal Inputs" do *Lock-in*.

Após a montagem do circuito de acordo com o esquema 2 seguiram-se os seguintes passos:

1. Fixar a corrente I no valor máximo, registando-o e anulando de seguida a corrente;
2. Escolher no oscilador (gerador do sinal do altifalante), uma frequência de $f_{ref} \approx 120\text{Hz}$ e a amplitude do sinal que permita obter um sinal perceptível de ε ;
3. Garantir a quadratura entre o sinal de referência e o sinal medido;
4. Proceder à variação discreta da corrente e registo dos valores de R e ϕ (ou V_x e V_y).
 - Iniciar o registo com a corrente máxima;
 - Reduzir corrente até zero;
 - Inverter polaridade da corrente;
 - Aumentar corrente até ao máximo;
 - Reduzir corrente até zero;

- Inverter polaridade da corrente;
- Aumentar corrente até ao máximo;
- Anular corrente

Notas sobre o procedimento:

No decorrer da experiência evitou-se manter a corrente no valor máximo durante muito tempo, de forma a evitar o sobreaquecimento da bobine. Tal poderia alterar o seu regime indutivo.

Para garantir a quadratura do sinal certificou-se que a diferença entre a fase do painel "Reference" (daqui em diante referida como ϕ_0) e a fase ϕ lida no painel "Channel 2" era 90° . A fase ϕ_0 é uma fase intrínseca ao *Lock-in* e define o ponto de referência, ou o zero, para a medida da diferença de fase do sinal de referência e o sinal em estudo - ϕ . Assim, basta que a diferença $|\phi - \phi_0|$ corresponda a 90° para garantir a quadratura. É importante manter esta quadratura pois é característica do regime indutivo. De acordo com a Lei de Faraday [3](#), o sinal da bobine de deteção, como é proveniente da indução magnética, deve estar desfasado de 90° do sinal de referência da oscilação da amostra. Na primeira recolha de dados, ϕ_0 foi definido como 90° , pelo que a quadratura do sinal foi garantida ajustando o valor da fase ϕ no osciloscópio para 180° (utilizando os botões do painel do *Lock-in*).

Com tempo, o mais indicado seria fazer um varrimento de frequências para identificar aquela para qual o regime indutivo era máximo (maior valor de amplitude R) para o qual a fase ϕ correspondesse a 90° .

A tensão do gerador de corrente foi colocada no máximo possível para não limitar a corrente [2](#).

Foi escolhida a sensibilidade de 10 mV e a constante de tempo não foi registada (mas deveria estar preferencialmente entre 1 e 10 segundos).

3 Análise e Discussão dos Resultados

3.1 Parte A

Para a montagem do circuito A, foi inicialmente escolhida uma resistência $R_A = (100.5 \pm 0.1)\Omega$, tendo a tensão nos terminais da bobine sido medida com o multímetro. De seguida alterou-se o circuito de forma a visualizar o sinal no osciloscópio.

Procurou-se escolher valores na gama de frequência sugerida no protocolo (entre 300 a 4000 Hz), no entanto, devido às limitações do tempo, retirámos apenas valores para duas frequências - Tabela [1](#) e figura [11](#).

Para o circuito B foi escolhida uma resistência de $R_B = (0.135 \pm 0.001)\Omega$ e apenas uma frequência. O sinal foi observado no osciloscópio - figura [11](#)

Para ambos os circuitos, não foi tomado o cuidado de registar a amplitude do sinal gerado. Tal valor não é especificado nos geradores de forma quantitativa, pelo que se tornou difícil avaliar a alteração na amplitude do sinal (devido à dissipação de energia por efeito Joule).

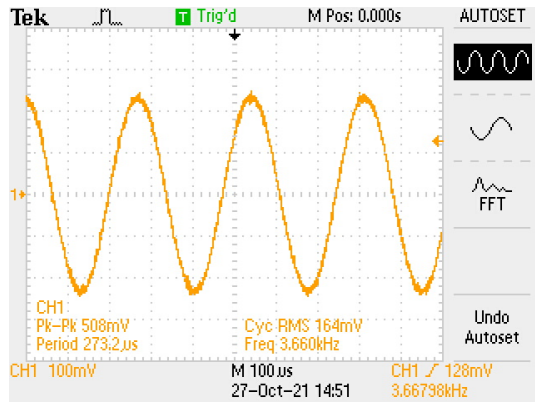
-	f (Hz)	V (V) Voltímetro	f (Hz) Osciloscópio	V (V) Osciloscópio	Erro f (%)
f_{A1}	761 ± 1	3.06 ± 0.01	748.301 ± 0.001	0.788 ± 0.001	2
f_{A2}	3700 ± 1	5.71 ± 0.01	3.66798 ± 0.000001	0.164 ± 0.0001	0.9
f_B	1076 ± 1	-	1.06667 ± 0.00001	1.67 ± 0.01	0.9

Tabela 1: Valores de tensão e frequência obtidos na parte A da experiência.

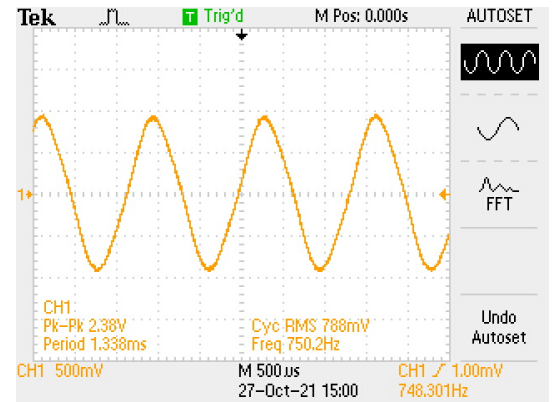
Estes resultados vão de encontro ao esperado, um sinal gerado propaga-se no circuito, sendo que a tensão lida nos terminais da bobine no circuito A e da resistência no circuito B variam de forma sinusoidal com frequência bastante próxima da gerada (com discrepâncias $\leq 2\%$).

Note-se no entanto, que os valores da tensão lida no voltímetro no circuito A (em RMS), não coincidem com os valores obtidos no osciloscópio. Levanto duas hipóteses que justifiquem essa discrepância. Com a alteração do

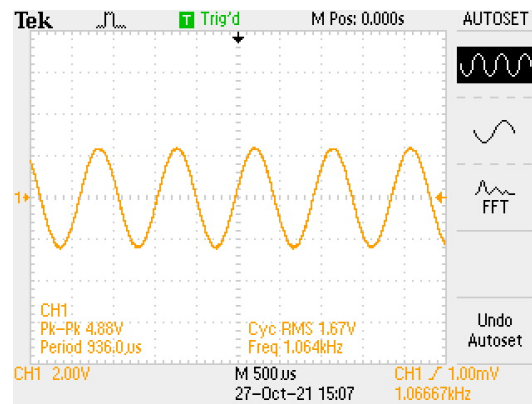
²Caso a tensão fosse mais baixa, corríamos o risco de o gerador não atingir o máximo de corrente possível e de ser necessário aumentar a tensão aplicada para continuarmos a aumentar a corrente. Com o gerador utilizado, uma alteração do valor da tensão aplicada implicaria o cessar do sinal da bobine indutora, o que iria afetar a magnetização da amostra, prejudicando a recolha de dados. Com este gerador foi também necessário selecionar com cuidado o *setting* que permitisse alterar o valor da corrente sem cessar o sinal.



(a) Circuito A - $f = 761$ Hz



(b) Circuito A - $f = 3.70$ kHz



(c) Circuito B - $f = 1.076$ kHz

Figura 7: Tensão medida com o osciloscópio nos terminais da bobine do circuito A e nos terminais da resistência do circuito B.

leitor de tensão no circuito A, há possibilidade que o valor da resistência tenha sido alterado no reóstato. Outra possibilidade poderá ser o mau contacto dos cabos utilizados.

No decorrer desta atividade foi detetado mau contacto em vários cabos. Para além disso, os reóstatos utilizados não eram muito precisos. Para diferentes medidas da resistência na mesma posição, os valores medidos eram diferentes e a resistência máxima medida excedia aquela indicada no reóstato.

De seguida, com ambos os circuitos montados (sem medida de tensão no circuito A e com o circuito B ligado ao osciloscópio), aproximaram-se as bobinas. Para facilitar o acoplamento escolheram-se resistências baixas: $R_A = (0.135 \pm 0.001)\Omega$ e $R_B = (0.208 \pm 0.001)\Omega$.

Inicialmente definiram-se frequências demasiado próximas ($f_A = (1000 \pm 1) \text{ Hz} \approx f_B = (1682 \pm 1) \text{ Hz}$) e não se observou interferência. Alteraram-se as frequências para $f_A = (1000 \pm 1)$ e $f_B = (1682 \pm 1)$, não observando interferência entre os dois sinais. Procedeu-se à variação de diversos parâmetros.

O gerador de sinais foi ligado diretamente ao osciloscópio e observou-se que o sinal registado era de baixa amplitude (devido à impedância do gerador) pelo que se aumentou a amplitude do sinal para cerca de metade do máximo. Minimizaram-se as resistências e alteraram-se as frequências utilizadas até ser possível observar o seguinte sinal:

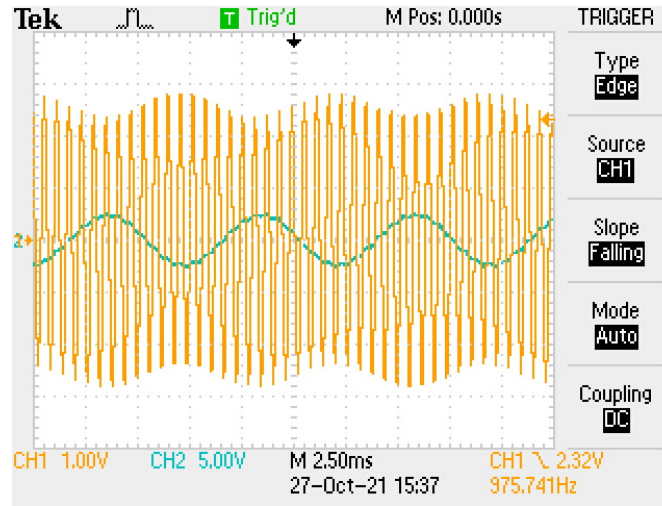


Figura 8: Modulação do sinal B pelo B resultante do acoplamento das abobines.

Não foram registados os valores de frequência utilizados, mas por análise da imagem obtida na figura 8 foi possível inferir $f_A \approx 150 \text{ Hz}$ e $f_B \approx 1000 \text{ Hz}$.

É clara a modulação do sinal do circuito B pelo do circuito A. Adicionalmente, a curva de modulação do B encontra-se desfasada de $\approx 90^\circ$ do sinal A. Este desfasamento vai de encontro ao esperado, pois o sinal gerado pela bobine A no circuito B, pela Lei de Faraday, será proporcional à derivada do sinal A.

3.2 Parte B

No primeiro ensaio desta parte foram utilizados os seguintes parâmetros:

- sensibilidade do *Lock-in* - 10 mV;
- $I_{max} \approx 0.950 \text{ A}$;
- $f_{oscilador} = (120.0 \pm 0.1) \text{ Hz}$;
- $f_{ref Lock-in} = (119.7 \pm 0.1) \text{ Hz}$;
- $\phi_0 = 90^\circ$;
- $\phi = 180^\circ$.

Com estes parâmetros, e procedendo como indicado atrás, obtiveram-se os seguintes resultados³:

³Tabelas com os dados experimentais em anexo.

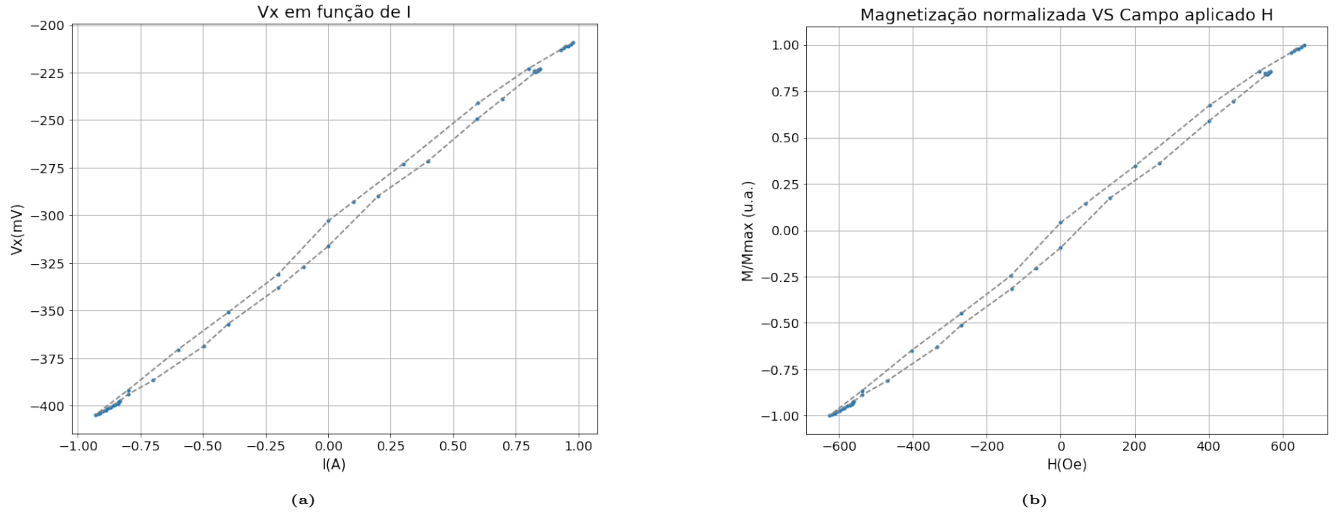


Figura 9: Dados experimentais do primeiro ensaio. À esquerda os dados recolhidos e à direita transladados de ≈ 305 mV e normalizados.

Como se pode observar na figura 9a, os dados experimentais parecem seguir a típica curva do ciclo histerético, no entanto, todos os valores de tensão lidos são negativos - $V_{xmin} = -404.8mV$ e $V_{xmax} = -209.0mV$ ⁴.

Observou-se que se o conjunto de dados experimentais sofresse uma translação vertical de ≈ 305 mV passaria a ficar centrado no plano de forma a que $|V_{xmax}| = |V_{xmin}|$. Posteriormente os valores da corrente I e da tensão V_x foram convertidos para H e M/Max respetivamente. Observa-se na 9b, referente a estes dados, que os pontos de remanência não são simétricos.

Colocou-se a hipótese de o *Lock-in* poder estar mal calibrado, e o aviso do LED OVLD não tenha sido notado no decorrer da experiência, o que poderia influenciar os resultados. Nomeadamente, a escala de tempo poderia estar mal calibrada.

Foi possível repetir a recolha de dados na semana seguinte, com o *setup* de colegas de outro grupo. Obtiveram-se os seguintes dados:

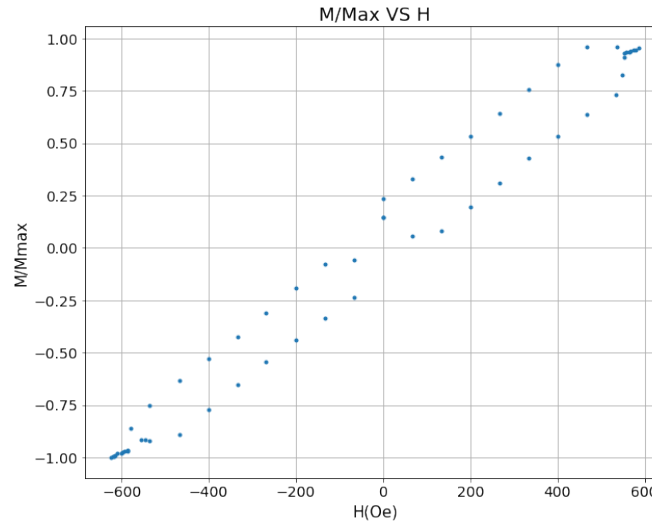


Figura 10: Dados experimentais recolhidos no segundo ensaio.

⁴Apercebêmo-nos desse facto no decorrer da experiência, contudo, no tempo disponível para terminar a recolha de dados, decidimos avançar com a mesma.

Como se pode observar na figura 10, os dados não vão de encontro ao esperado. Para os valores máximos e mínimos de campo aplicado (por volta de ± 600 Oe) correspondem valores bastante distintos da corrente. Existe uma convergência brusca nestes extremos e a restante curva aparenta ter uma "espessura" superior ao encontrado nos dados anteriores. Também os dados obtidos para $H \approx 0$ não vão de encontro ao esperado, aparentando convergir para a origem.

Estes resultados podem estar relacionados com o sobreaquecimento da bobine. Uma vez que a recolha de dados foi efetuada a seguir à de outros colegas, há possibilidade que a bobine de deteção tenha sobreaquecido no intervalo de tempo desde o início da primeira recolha de dados. As alterações de temperatura da bobine poderão alterar o seu regime indutivo [4]. Esta parece ser uma hipótese forte para os dados extremos - retiraram-se muitos pontos para o campo magnético máximo o que poderá ter provocado o aquecimento da bobine, alterando o seu regime tornando-a mais resistiva e menos indutiva.

Devido aos problemas encontrados neste dois ensaios, decidimos utilizar dados do colega Simão Costa do ano anterior, para efetuar uma análise mais profunda.

Segue-se a curva do ciclo histerético obtida com os dados do colega:

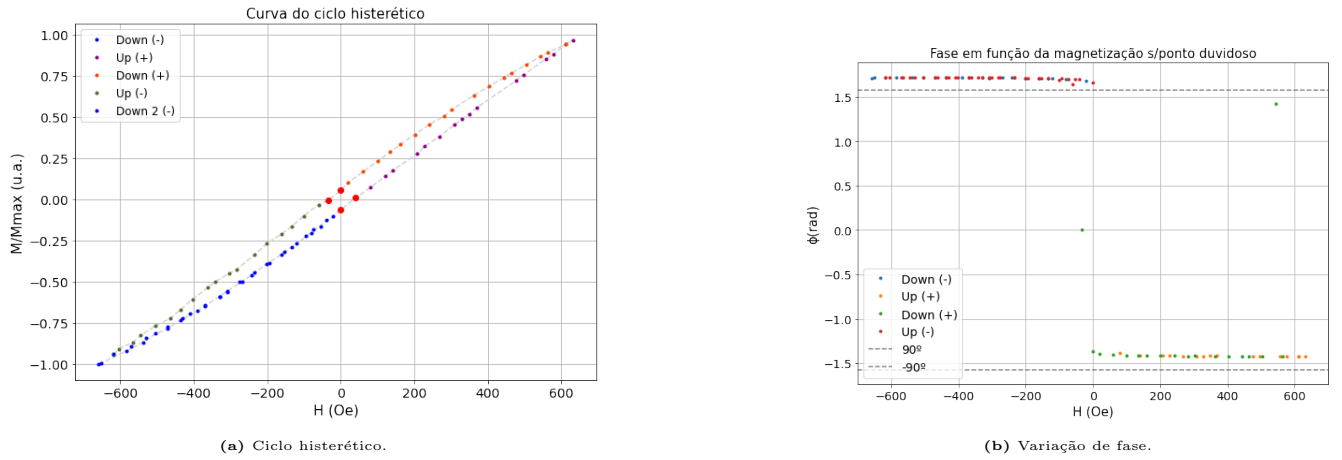


Figura 11: Dados experimentais do colega.

Observa-se a curva espectral do ciclo histerético, tendo sido possível identificar os pontos da curva onde ocorre a interseção com os eixos do plano Tabela 2.

De acordo com Bertotti [1], uma vez que nesta atividade não foi atingida a saturação, o ciclo obtido deverá estar dentro da curva geral de histerese do material da amostra (neste caso, Níquel). Utilizando a aplicação WebPlotDigitizer⁵ foi possível extrair os pontos de remanência e de coercividade do Níquel de duas fontes distintas [5] e [6]. No caso do ciclo histerético de Wang, a magnetização foi normalizada. Extrairam-se dos gráficos os seguintes pontos:

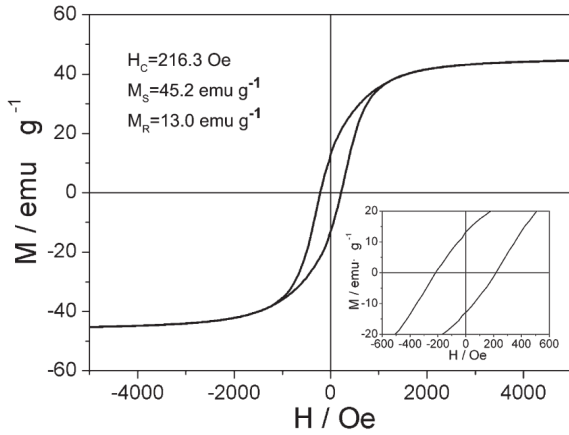
-	Referência (a) Microesferas	Referência (b) Disco	Pontos Experimentais
R_+ (Oe, u.a.)	(0, 0.23)	(0, 0.12)	(0, 0.05)
C_- (Oe, u.a.)	(-170.6, 0)	(-27, 0)	(-33.6, 0)
C_+ (Oe, u.a.)	(174.3, 0)	(23, 0)	(40.3, 0)
R_- (Oe, u.a.)	(0, -0.20)	(0, -0.12)	(0, -0.06)

Tabela 2: Valores aproximados dos pontos de coercividade e remanência retirados das referências em comparação com os obtidos experimentalmente. Nesta tabela a Referência (a) refere-se aos dados de Wang *et al.* [5] e a Referência (b) refere-se aos dados de Félix *et al.* [6]. Para a normalização dos dados de Wang retirou-se o valor máximo da magnetização: $M_{max} \approx 46$ emu g^{-1} .

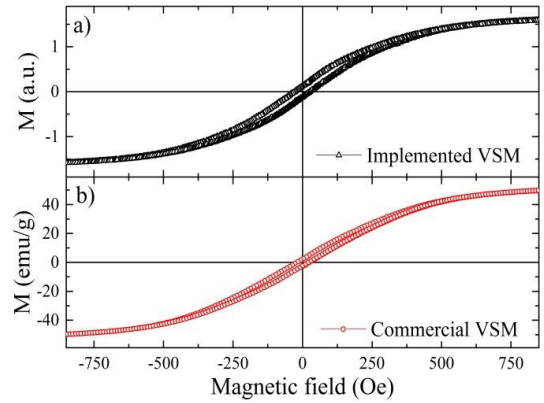
Pode-se concluir que os pontos salientados se encontram dentro do ciclo histerético apresentado por Wang *et al.*. Em comparação com os resultados de Félix *et al.*, os valores de coercividade obtidos são superiores em módulo. Esta

⁵<https://apps.automeris.io/wpd/>

pequena discrepância de valores não invalida os resultados obtidos. Desconhece-se também a constituição e geometria exata da amostra estudada nesta atividade pelo que estes parâmetros, em adição às condições experimentais, poderão influenciar os resultados.



(a) Ciclo histerético de microesferas ocas de Níquel obtido por Wang *et al.* [5].



(b) Ciclo histerético de um disco de Níquel obtido por Félix *et al.* [6] no desenvolvimento de um VSM.

Figura 12: Curvas histeréticas de Níquel presentes na literatura.

Foi também estudada a variação de fase entre o sinal de referência (do altifalante) e o sinal da bobine de detecção. Verifica-se que na maioria da gama manteve-se a quadratura do sinal, apresentando valores próximos de 90° para o sentido positivo da polarização da corrente e -90° para corrente de polarização inversa. Apenas alguns pontos duvidosos não seguiram este padrão, um deles que foi retirado para melhorar a visualização dos dados.

Seguindo a sugestão do protocolo, ajustámos os dados experimentais à função de Langevin, tendo obtido os seguintes ajustes:

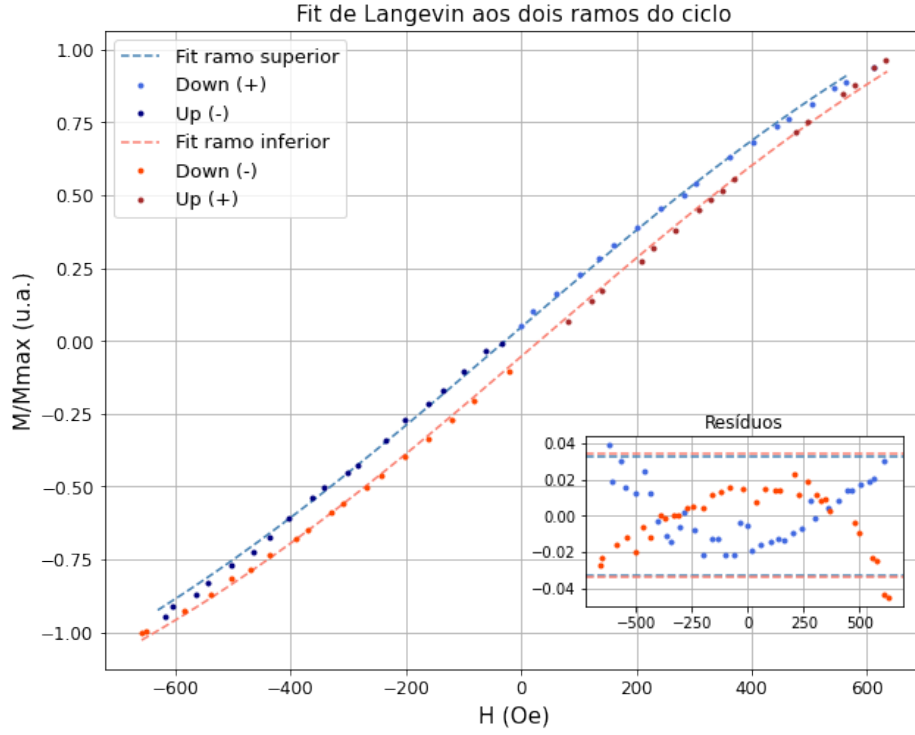


Figura 13: Fit de Langevin aos dados experimentais. O ramo superior do ciclo pode ser descrito pela função $f_1(x) = 2.37[\coth(0.001(x + 41)) - 1/0.001(x + 41)]$ e o inferior por $f_2(x) = 2.32[\coth(0.001(x - 47)) - 1/0.001(x - 47)]$.

Para realizar o ajuste dos dados experimentais à função de Langevin foi utilizado o módulo "curve_fit" da biblioteca "scipy.optimize" de Python. Como parâmetros a variar, foram utilizados os fatores de escala e translação incluídos na equação 6. Obtivemos os seguintes parâmetros de ajuste:

Parâmetros	Ramo Superior	Ramo Inferior
a	2.37 ± 0.04	2.32 ± 0.04
c	$0.00142083 \pm 2e - 08$	$0.00145731 \pm 1e - 8$
b	-41 ± 8	47 ± 10
r^2	0.9992	0.9992

Tabela 3: Parâmetros do ajuste dos dados experimentais à função de Langevin.

Com estes parâmetros (em particular, $r^2 \approx 1$) e com a análise qualitativa do gráfico pode-se concluir que a função de Langevin é uma aproximação razoável ao comportamento do ciclo histerético da amostra de Níquel estudada. Os resíduos obtidos apresentam um padrão evidente, no entanto, é de notar que a aproximação de Langevin é válida num limite idealizado⁶, pelo que é espetável que os dados experimentais não sejam modelados pela função na perfeição.

No geral, um cuidado acrescido na escolha e registo dos parâmetros de *Lock-in* utilizados e na recolha de dados no extremo da gama teria beneficiado a análise.

4 Conclusões

- Verificou-se o comportamento oscilatório da tensão em circuitos com gerador AC através da análise do sinal num osciloscópio. Desta análise retirou-se o valor do sinal gerado do osciloscópio com uma exatidão $\geq 98\%$;

⁶Abordado em detalhe no anexo.

- Verificou-se a modulação do sinal f_B pelo sinal f_A através do acoplamento magnético entre dois circuitos indutivos, observando-se o desfasamento de $\approx 90^\circ$ resultante da indução magnética;
- Verificou-se que a curva histerética experimental obtida pode ser representada como um *minor loop* da curva obtida por Wang *et al.*;
- Foi possível modular os dados experimentais (de outro colega) às seguintes variações da função de Langevin:
 - Ramo Superior: $f_1(x) = 2.37[\coth(0.001(x + 41)) - 1/0.001(x + 41)]$ com $r^2 = 0.9992$;
 - Ramo Inferior: $f_2(x) = 2.32[\coth(0.001(x - 47)) - 1/0.001(x - 47)]$ com $r^2 = 0.9992$.

Anexo

4.1 Ciclos Histeréticos

Outros fatores essenciais para a análise realizada podem ser encontrados no "Hysteresis in Magnetism - For Physicists, Materials Scientists and Engineers" e encontram-se resumidos de seguida.

Materiais Duros e Moles:

É possível classificar materiais em "duros" e "moles" consoante a facilidade ou dificuldade em magnetizar o mesmo. A classificação destes materiais pode ser facilmente inferida a partir do ciclo histerético do material:

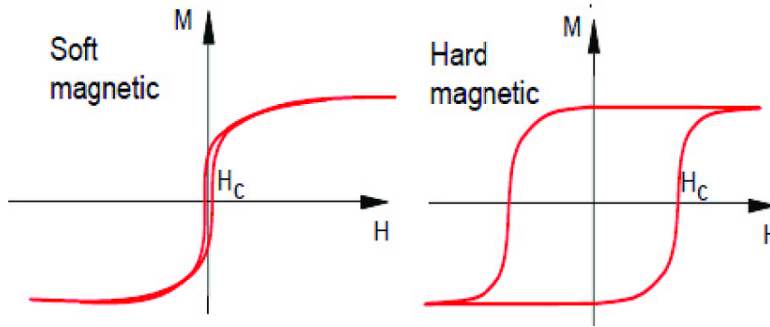
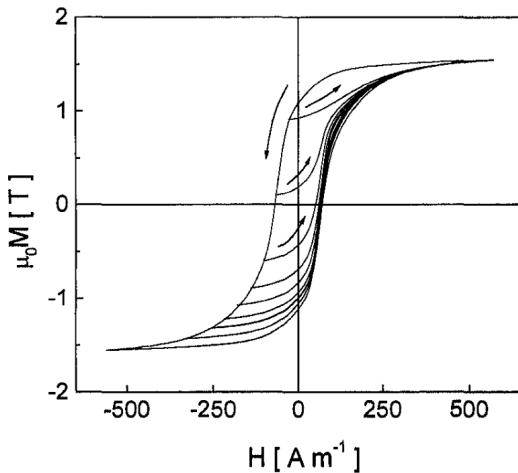


Figura 14: Comparação entre ciclos histeréticos de materiais magnéticos "duros" e "moles" [7]

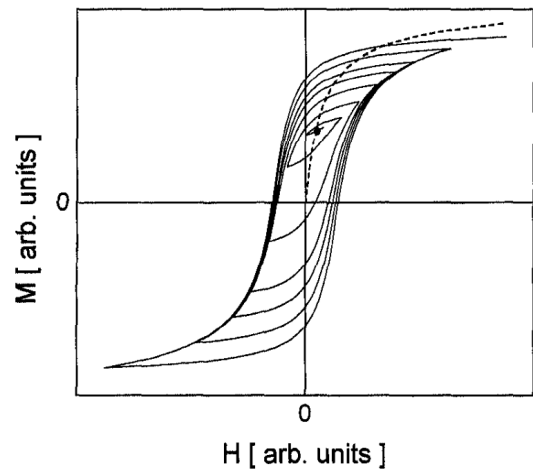
Materiais considerados duros são mais apropriados para magnetos permanentes, pois os seus valores característicos de remanência e coercividade são elevados. Por outras palavras, uma vez magnetizado e com campo externo aplicado nulo, o material mantém um valor de magnetização elevado (remanência). Adicionalmente, é necessário aplicar um campo externo elevado para alterar a sua magnetização (coercividade).

Procurei averiguar a classificação da amostra estudada nestes termos. De acordo com as convenções em [7] os materiais magnéticos podem ser considerados como "moles" se o seu campo coercivo for aproximadamente ≤ 126 Oe e "duros" se o seu campo coercivo for aproximadamente ≥ 5000 Oe. De acordo com os valores das referências mencionadas, o Níquel poderá ser classificado como mole ou de dureza magnética intermédia.

Tipos de curvas:



(a) Exemplo de *return branches*.



(b) Exemplo de *minor loops*.

Figura 15: Diferentes curvas de ciclos histeréticos.

Os ciclos histeréticos podem seguir tipos de curvas diferentes, em particular *return branches* e *minor loops*.

Os primeiros ocorrem quando se parte do ponto de saturação e a dada altura do ciclo de saturação inverte-se o campo magnético (antes de se atingir a saturação com a magnetização inversa) - figura 15a. Assim, existem inúmeras curvas diferentes de magnetização para o mesmo intervalo de campo magnético aplicado, o que também prova que é possível, numa dessas curvas, um material ferromagnético ter magnetização nula com campo nulo aplicado.

Os *minor loops* ocorrem nas condições da atividade realizada, quando o campo magnético aplicado máximo é inferior ao campo de saturação (em valores absolutos). Neste caso, para diferentes intervalos de campo aplicado, são obtidos ciclos de diferentes dimensões como na figura 15b.

4.2 Aproximações de Brillouin e de Langevin

A função de Brillouin surge no contexto da Física Estatística, onde é usada para estudar o comportamento ideal de materiais paramagnéticos (ou seja materiais com *spins desordenados* que se alinham na presença de um campo magnético):

$$B_J(x) = \frac{2J+1}{2J} \coth\left(\frac{2J+1}{2J}x\right) - \frac{1}{2J} \coth\left(\frac{1}{2J}x\right) \quad (11)$$

onde x é uma variável real dependente na temperatura, campo magnético B e noutros parâmetros mais complexos. J é um inteiro ou múltiplo de 0.5 e relacionado com o momento magnético macroscópico do material. No limite clássico deste modelo, podemos assumir que os momentos magnéticos do material estão todos alinhados, o que se traduz em $J \rightarrow \infty$. Desta aproximação provém a função de Langevin - equação 5.

4.3 Estimativa do Campo Magnético Aplicado

O campo magnético gerado por um solenoide pode ser dado pela equação 4. Desta equação o único parâmetro desconhecido é n o número de voltas por unidade de comprimento da bobine. Para estimar este número podemos, primeiramente, calcular o comprimento do fio da bobine:

$$R = \rho \frac{l}{A} = \rho \frac{l}{\pi r^2} = \rho \frac{4l}{\pi d^2} \iff l = \frac{Rd^2}{4\rho} \quad (12)$$

onde R é a resistência da bobine (medida em curto-circuito), ρ é a resistividade do material que constitui a bobine (comummente e também neste caso, Cobre) e A a área da secção reta transversal do fio e d o diâmetro do fio.

Tendo o comprimento do fio podemos calcular o número de voltas da bobine. No entanto, este cálculo não é trivial, visto que para ponto ao longo do comprimento da bobine, o fio enrola-se em vários aros de diâmetros diferentes (uns no "interior de outros"). Assim, para estimar o número de voltas total, calculámos o diâmetro médio da bobine $\bar{D} = (D_{int} + D_{ext})/2$, a média do diâmetro interno e externo da base da bobine. Tomando-o como um valor idealizado:

$$N = \frac{l}{P} = \frac{l}{\pi \bar{D}} \quad (13)$$

onde N é o número de voltas e P o diâmetro da base da bobine. Tendo este número de voltas e considerando novamente a existência de vários aros de diâmetro diferente por unidade de comprimento da bobine podemos calcular:

$$n = \frac{N}{h} \quad (14)$$

onde h é a altura da bobine.

Na conversão do campo magnético utilizámos o valor da permeabilidade magnética relativa do ar $\mu_r = 1.00000037^7$ e recolhemos as seguintes medidas:

⁷[https://en.wikipedia.org/wiki/Permeability_\(electromagnetism\)](https://en.wikipedia.org/wiki/Permeability_(electromagnetism))

-	Valor	Instrumento de Medição
h (cm)	5.10 ± 0.05	régua graduada
D_{int} (mm)	24.10 ± 0.05	craveira
D_{ext} (mm)	55.90 ± 0.05	craveira
d (μm)	500	*
R (Ω)	29.3 ± 0.1	multímetro digital

Tabela 4: Medidas da bobine indutora do VSM.

* o diâmetro do fio da bobine foi estimado utilizando uma fotografia da bobine (com escala) e o *software* ImageJ⁸.

Deve-se notar que esta estimativa do campo magnético baseia-se na definição de campo magnético no interior de um solenoide infinito. Para esta estimativa ser válida, a oscilação da amostra nunca deverá ser de amplitude grande o suficiente que desloque a amostra para os extremos da bobine onde se dá o efeito de bordo.

Nota: Nos gráficos apresentados não foram representadas barras de erro. Para os dados recolhidos diretamente dos aparelhos, a incerteza (que neste caso corresponde à sensibilidade do aparelho) era bastante pequena e pouco visível. Também a incerteza associada a esta estimativa do campo foi considerada irrelevante, visto que a aproximação efetuada foi bastante rudimentar. Esta conversão apenas aplica um fator de escala no eixo horizontal, pelo que qualquer incerteza associada é igual para todos os pontos experimentais.

Tabela 5: Dados experimentais recolhidos no primeiro ensaio do VSM

I (A)	V_x (mV)	V_y (mV)	R (mV)	$\phi(^{\circ})$
0.980	-209.0	-7.0	209.0	178.0
0.970	-210.0	-7.0	210.0	178.0
0.960	-211.0	-7.0	210.0	178.0
0.950	-211.0	-6.6	211.0	178.0
0.940	-212.0	-7.0	212.0	178.0
0.930	-213.0	-7.0	213.0	178.0
0.800	-223.0	-6.0	223.0	178.0
0.600	-241.0	-5.0	240.0	179.0
0.300	-273.0	-3.0	273.0	180.0
0.100	-293.0	-1.5	292.0	180.0
0.000	-303.0	-1.0	303.0	180.0
-0.200	-331.0	-0.6	332.0	-180.0
-0.400	-351.0	-1.8	350.5	-179.7
-0.600	-370.5	-2.8	370.2	-179.6
-0.800	-391.8	-4.3	391.7	-179.4
-0.930	-404.8	-4.7	404.2	-179.3
-0.920	-404.2	-4.3	404.1	-179.3
-0.910	-403.6	-5.2	403.1	-179.3
-0.900	-403.0	-5.0	402.0	-179.3
-0.890	-402.2	-5.1	6.0	-179.3
-0.890	-402.2	-5.1	402.2	-179.3
-0.880	-401.1	-5.1	401.3	-179.3
-0.870	-400.8	-5.1	401.5	-179.3

⁸<https://imagej.nih.gov/ij/>

I (A)	V_x (mV)	V_y (mV)	R (mV)	φ(°)
-0.870	-400.7	-5.0	400.5	-179.3
-0.860	-399.7	-4.6	400.3	-179.3
-0.850	-399.1	-4.6	399.5	-179.3
-0.850	-399.2	-4.3	399.2	-179.3
-0.840	-398.6	-4.7	398.7	-179.3
-0.840	-398.6	-4.3	398.2	-179.3
-0.839	-398.3	-4.5	398.0	-179.3
-0.836	-397.8	-4.7	398.0	-179.3
-0.833	-397.5	-4.5	397.7	-179.3
-0.800	-394.1	-4.1	397.2	-179.3
-0.700	-386.7	-4.0	394.5	-179.4
-0.497	-368.7	-2.7	386.5	179.6
-0.399	-357.0	-2.2	368.3	-179.6
-0.199	-338.0	-1.0	356.8	179.8
-0.099	-327.0	-0.3	337.8	-179.9
-0.000	-316.3	-0.1	327.0	180.0
0.199	-290.0	-1.7	316.1	179.7
0.399	-271.6	-2.7	289.7	179.4
0.596	-249.5	-4.1	271.3	179.1
0.695	-239.1	-4.7	249.1	178.9
0.846	-223.0	-5.2	238.3	178.6
0.842	-223.6	-5.6	223.2	178.6
0.839	-223.5	-5.3	223.2	178.6
0.836	-224.0	-5.7	223.6	178.6
0.833	-224.5	-5.2	223.8	178.7
0.829	-224.6	-5.3	224.2	178.7
0.826	-224.5	-5.7	224.3	178.6
0.823	-224.0	-5.3	225.2	178.7

Tabela 6: Dados experimentais recolhidos no segundo ensaio do VSM

I (A)	R (mV)	φ(°)
0.928	27.9	-91.8
0.921	27.9	-91.8
0.918	27.8	-91.9
0.915	27.7	-92.0
0.913	27.7	-92.0
0.910	27.6	-92.0
0.895	27.4	-92.0
0.892	27.4	-92.0
0.891	27.3	-92.0
0.889	27.3	-91.9
0.886	27.3	-91.9
0.884	27.2	-92.0

I (A)	R (mV)	$\phi(^{\circ})$
0.881	27.2	-92.0
0.879	27.2	-92.0
0.874	27.1	-91.9
0.871	27.0	-92.6
0.868	27.0	-91.9
0.863	26.9	-91.9
0.797	20.4	-91.9
0.597	17.7	-91.9
0.497	14.8	-91.8
0.399	11.8	-91.7
0.299	8.6	-91.7
0.199	5.4	-91.5
0.099	2.2	-91.4
0.000	1.8	-90.7
0.000	4.1	85.9
-0.099	6.5	87.2
-0.199	9.2	87.4
-0.299	12.1	87.5
-0.399	14.9	87.5
-0.497	17.9	87.7
-0.597	21.1	87.7
-0.695	24.4	87.6
-0.798	26.8	87.6
-0.874	26.8	87.7
-0.873	26.7	87.6
-0.868	26.7	87.6
-0.865	26.6	87.6
-0.863	26.6	87.5
-0.862	26.6	87.6
-0.858	26.6	87.6
-0.855	26.4	87.6
-0.849	26.4	87.6
-0.847	26.3	87.6
-0.842	26.3	87.6
-0.841	26.2	87.7
-0.839	-26.2	87.6
-0.836	-26.2	87.6
-0.834	-26.2	87.6
-0.833	-26.1	87.7
-0.831	-26.1	87.6
-0.829	-26.1	87.7
-0.828	-26.1	87.7
-0.826	-26.0	87.8
-0.825	-26.0	87.8

I (A)	R (mV)	$\phi(^{\circ})$
-0.823	-25.9	87.8
-0.821	-25.9	87.8
-0.818	-25.4	87.8
-0.797	-23.0	87.8
-0.695	-20.4	87.8
-0.596	-17.7	87.6
-0.497	-14.9	87.6
-0.399	-11.9	87.5
-0.299	-8.7	87.6
-0.199	-5.4	87.4
-0.099	-2.2	87.1
0.000	-1.6	86.0
0.099	4.0	-90.0
0.199	6.6	-91.1
0.299	9.3	-91.6
0.399	12.2	-91.7
0.497	15.1	-91.9
0.597	18.2	-91.9
0.695	21.5	-91.9
0.797	24.8	-92.0
0.828	25.8	-92.0
0.826	25.7	-92.0
0.825	25.7	-92.0
0.823	25.7	-91.9
0.821	25.6	-92.0
0.820	25.6	-92.0
0.818	25.6	-92.0
0.817	25.6	-92.0
0.815	25.6	-91.9
0.813	25.5	-92.0
0.812	25.5	-92.0
0.810	25.5	-92.0

Tabela 7: Dados experimentais do colega Simão Costa

I (A)	R (mV)	$\phi(^{\circ})$
-0.98	-29.1	1.710423
-0.97	-29.0	1.713913
-0.87	-26.9	1.712168
-0.80	-25.3	1.712168
-0.75	-23.8	1.712168
-0.70	-22.9	1.712168
-0.65	-21.4	1.713913
-0.58	-19.8	1.712168

I (A)	R (mV)	$\phi(^{\circ})$
-0.55	-18.9	1.712168
-0.49	-17.2	1.712168
-0.46	-16.3	1.710423
-0.40	-14.6	1.712168
-0.36	-13.4	1.712168
-0.30	-11.5	1.708677
-0.24	-9.8	1.708677
-0.18	-7.9	1.705187
-0.12	-6.0	1.701696
-0.03	-3.0	1.675516
0.06	0.2	0.000000
0.12	2.0	-1.382301
0.18	4.0	-14.084807
0.21	5.0	-1.410226
0.31	8.0	-1.415462
0.34	9.3	-1.411971
0.40	11.0	-1.418953
0.46	13.1	-1.418953
0.49	14.1	-1.418953
0.52	15.0	-1.413717
0.55	16.1	-1.417207
0.71	20.9	-1.420698
0.74	21.9	-1.418953
0.83	24.7	-1.418953
0.86	25.5	-1.420698
0.91	27.3	-1.420698
0.94	28.1	-1.420698
0.91	27.3	-1.420698
0.84	25.9	-1.420698
0.81	25.2	-1.420698
0.75	23.7	-1.422443
0.69	22.2	-1.420698
0.66	21.4	-1.420698
0.60	19.9	-1.418953
0.54	18.3	-1.418953
0.45	15.8	-1.417207
0.42	14.6	-1.418953
0.36	13.2	-1.417207
0.30	11.4	-1.415462
0.24	9.6	-1.415462
0.20	8.3	-1.415462
0.15	6.7	-1.413717
0.09	4.8	-1.408481
0.03	2.9	-1.394518

I (A)	R (mV)	$\phi(^{\circ})$
0.00	1.5	-1.370083
-0.05	-0.2	0.000000
-0.09	-1.0	1.642355
-0.15	-3.0	1.689479
-0.20	-4.9	1.703441
-0.24	-6.2	1.705187
-0.30	-7.9	1.708677
-0.35	-9.9	1.712168
-0.42	-12.4	1.713913
-0.45	-13.1	1.715659
-0.51	-14.7	1.715659
-0.54	-15.7	1.715659
-0.60	-17.7	1.715659
-0.65	-19.6	1.715659
-0.69	-21.1	1.715659
-0.75	-22.4	1.715659
-0.81	-24.1	1.717404
-0.84	-25.3	1.717404
-0.90	-26.5	1.717404
-0.92	-27.6	1.717404
-0.92	-27.4	1.719149
-0.85	-26.0	1.720895
-0.79	-24.6	1.720895
-0.70	-22.5	1.720895
-0.64	-21.0	1.720895
-0.61	-20.3	1.719149
-0.55	-18.8	1.719149
-0.49	-17.2	1.719149
-0.46	-16.4	1.719149
-0.41	-14.6	1.713913
-0.35	-13.0	1.713913
-0.29	-11.3	1.706932
-0.23	-9.4	1.706932
-0.20	-8.5	1.706932
-0.14	-6.6	1.703441
-0.11	-5.4	1.699951
-0.08	-4.8	1.698205
-0.06	-3.8	1.696460
0.00	-1.9	1.663299

Referências

- [1] Giorgio Bertotti. *Hysteresis in Magnetism- for Physicists, Materials Scientists, and Enginners*. Academic Press, Inc, 1998.
- [2] Regentes da UC Laboratório de Física III (FIS3011). *Medida da magnetização com um magnetómetro de amostra vibrante*. 2021.
- [3] Regentes da UC Laboratório de Física II (FIS2004). *Introdução ao Lock-In SR530*. 2020.
- [4] Regentes da UC Laboratório de Física III (FIS3011). *Identificação de Metal e de Semicondutor a partir do comportamento térmico*. 2021.
- [5] Yong Wang, Qingshan Zhu, and Huigang Zhang. Fabrication and magnetic properties of hierarchical porous hollow nickel microspheres. *Journal of Materials Chemistry - J MATER CHEM*, 16, March 2006.
- [6] L. Avilés Félix, Elmer N. Monteblanco Vines, and Abel Gutarra. Optimization of a vibrating sample magnetometer for a laboratory physics course. 26:27, 03 2017.
- [7] J M D Coey. Hard magnetic materials: A perspective. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 47:4671–4681, 12 2011.