



DESENVOLVIMENTO DE DISPOSITIVO DE RECUPERAÇÃO DE
SINAIS DE MICROSCOPIA MAGNÉTICA APLICADOS A ESTUDOS
PALEOMAGNÉTICOS

Dissertação de Mestrado

Angela Augusta Passos Corrêa

Março de 2018

DESENVOLVIMENTO DE DISPOSITIVO DE RECUPERAÇÃO DE
SINAIS MICROSCOPIA MAGNÉTICA APLICADOS EM ESTUDOS
PALEOMAGNÉTICOS

Dissertação de Mestrado apresentada ao
Programa de Pós Graduação em
Geociências Aplicadas e Geodinâmica –
Instituto de Geociências – IG da
Universidade de Brasília/UnB

Área de Concentração: Geofísica Aplicada

Orientador: Prof. Dr. Elder Yokoyama.

Brasília

2018

FOLHA DE APROVAÇÃO

Angela Augusta Passos Correa

DESENVOLVIMENTO DE DISPOSITIVO DE RECUPERAÇÃO DE SINAIS MICROSCOPIA MAGNÉTICA APLICADOS EM ESTUDOS PALEOMAGNÉTICOS

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós Graduação em Geociências
Aplicadas e Geodinâmica – Instituto de Geociências – Área de Concentração: Geofísica
Aplicada

Banca examinadora

Prof. Dr. Elder Yokoyama.

Prof. Dr. Marcelo Peres Rocha

Prof. Dr. Jefferson Ferraz Damasceno Félix Araújo

AGRADECIMENTOS

A DEUS, pela vida e a possibilidade de empreender esse caminho evolutivo, por propiciar tantas oportunidades de estudos e por colocar em meu caminho pessoas amigas e preciosas.

AOS MEUS PAIS Maria Passos Correa e Francisco de Assis Correa (*In memoriam*) meu infinito agradecimento. Sempre acreditaram em minha capacidade e me acharam A MELHOR de todas, mesmo não sendo. Mas me fez tentar, não ser A MELHOR, mas a fazer o melhor de mim. Obrigada pelo amor incondicional!

A MINHA FAMÍLIA, especialmente ao meu esposo, Ciro Calachibete, companheiro incondicional e meu filho Saullo Correa Calachibete, minha fonte de inspiração. Ao meu irmão, Antonio David Passos Correa, minha cunhada ,Alexandra Calachibete, minha sogra, Nair Araújo Calachibete e demais parentes que, mesmo estando a alguns quilômetros de distância, se mantiveram incansáveis em suas manifestações de apoio e carinho.

AOS AMIGOS de Mestrado que compartilharam comigo esses momentos de aprendizado, especialmente à Darby, Eduardo e Pedro que mesmo que não tenham percebido, me apoiaram em momentos decisivos deste projeto.

A AMIGA e ex-aluna Jessica de Paula, e Thiago que mesmo seguindo caminhos diversos, sempre se fizeram presentes com lembranças, palavras de encorajamento e dedicação.

AO MEU ORIENTADOR, um agradecimento carinhoso por todos os momentos de paciência, compreensão e competência.

A TODOS OS PARTICIPANTES desse estudo, Jefferson Ferraz Damasceno Félix Araújo (PUC-Rio), Antônio Carlos (PUC-Rio), Vinicius Esteves (Eletronorte), Tony Inácio (IFMT) e Fred (Técnico laboratório, PUC-Rio) que se fizeram fonte de conhecimento, que pude acessar toda vez que me senti perdida, e foram sinônimos de compreensão e direcionamento.

AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO DA UNB, pelos momentos partilhados, sem esmorecimento em especial ao Péricles (Técnico Laboratório – UNB) e a todos os professores que fizeram parte desse caminhar.

Enfim, a todos aqueles que de uma maneira ou de outra contribuíram para que este percurso pudesse ser concluído.

Sumário

1-INTRODUÇÃO	13
1.1 Justificativas	14
1.2 Objetivo	14
2-FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	15
2.1 Bases do magnetismo	15
2.2 Propriedades magnéticas dos materiais	17
2.3 Comportamento magnético dos materiais	22
2.4 Curva de magnetização ou histerese.....	26
2.5 Geomagnetismo	27
2.6 Paleomagnetismo.....	29
2.7 Magnetômetros e sensores.....	29
3 -MATERIAIS E MÉTODOS	31
3.2 Protocolo de calibração	33
3.3 Amostras geológicas.....	36
3.4 Placa Gradiométrica	39
3.5 O Amplificador <i>Lock-in</i>	39
4-RESULTADOS E DISCUSSÃO	43
4.1 Confecção do Amplificador Lock-in.....	43
4.2 Calibração.....	45
4.3 Aperfeiçoamento	53
5- CONCLUSÃO	61

6 . REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	63
--------------------------------------	----

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. Os domínios de uma substância ferromagnética desmagnetizadasão polarizados ao longo do eixo do cristal. Os sinais de ponto e \times representam setas saindo e entrando no monitor, respectivamente (Doering 2010).

Figura 2.2 Configuração de dipolos em um material diamagnético: a) ausência de campo externo; b) com campo externo aplicado (Callister,.- 1991)

Figura 2.3 Representação esquemática dos momentos magnéticos em um material paramagnético (Padilha 2000)

Figura 2.4 Configuração de dois polos em um material paramagnético: a) na ausência de campo externo; b) com campo externo aplicado (Padilha2000).

Figura 2.5 a)Configuração do dipolo em um material ferromagnético na ausência de campo externo aplicado b) configuração de dipolos no ferro α (Padilha 2000).

Figura 2.6 Diagrama esquemático mostrando a configuração de momentos magnéticos na ferrita (Padilha 2000).

Figura 2.7 Diagrama esquemático mostrando a configuração de momentos magnéticos no MnO (Padilha 2000)

Figura 2.8 Uma família de curvas de histerese medida com uma densidade de fluxo modulada sinusoidalmente com frequência de 50 Hz e campo magnético variável de 0,3 T a 1,7 T.(Petry 2007)

Figura 3.1 Desenho esquemático do princípio de funcionamento da Microscopia de Força Magnética. Uma sonda magnetizada varre a superfície da amostra, tipicamente a uns 100 nm desta. A interação de longo alcance entre os domínios magnéticos na amostra e na sonda produz a imagem de MFM (Howland 1996).

Figura.3.2: Princípio de funcionamento elemento Hall (Melexis Inc).

Figura 3.3: Montagem do MM com sensor Hall sem blindagem – Laboratório Física PUC-Rio

Figura 3.4: Configuração do sensor e amostra. a) Foto da cavidade cilíndrica no porta amostra e b) distâncias horizontal e vertical do centro do sensor ao centro do porta amostra que contem a esfera de níquel (Araujo 2013).

Figura 3.5: Porta amostra utilizado na calibração (Araújo 2013).

Figura 3.6. Calibrador do microscópio cosnstituído da placa de acrílico e da esfera de níquel 99% de pureza.

Figura.3.7 Amostra geológica do basalto Tapirapuã utilizada em teste com o dispositivo AJE.

Figura.3.8 Amostra geológica de Vredefort utilizada em teste com o dispositivo AJE

Figura 3.7: Amplificador Lock-in comercial (SR830 DSP lock-in amplifiers) utilizado no Laboratório de Física PUC Rio.

Figura.3.8. Circuito elétrico de um *Lock-in* utilizando os CI's AD620, AD630 e OP27.

Figura.4.1 Primeira versão do circuito, protótipo do dispositivo Lock-in montado para testes.

Figura.4.2: Configuração da instalação para teste: A) Lock-in SR830 e filtro B) placa controle da configuração gradimétrica C) Sensor HQ811.

Figura.4.3: Configuração da instalação para teste dispositivo AJE: A) filtro B) placa da configuração gradimétrica e Lock-in AJE C) Sensor HQ811

Figura.4.4: Mapa obtido com o Lock-in SR830 e mapa obtido com o Lock-in AJE.

Figura.4.5 Mapas Campo alto para passos 100 μm a partir do Lock-in SR e a partir do Lock-in AJE.

Figura.4.6 Mapas Campo alto para passos 100 μm a partir do Lock-in SR 830 e Lock-in AJE.

Figura. 4.7 Mapas Campo Alto para passos 200 μm a partir do Lock-in SR830 e a partir do Lock-in AJE.

Figura.4.8: Mapas Campo Baixo para passos 100 μm a partir do Lock-in SR 830 e a partir do Lock-in AJE.

Figura.4.9 Mapas Campo baixo para passos 50 μm a partir do Lock-in AJE.

Figura.4.10 a) Circuito AJE aperfeiçoado.,b) circuito gradiométrico, c) sensor Hall.

Figura.4.11 Mapas Campo alto para passos 250 μm ,200 μm , 150 μm e 100 μm a partir do Lock-in 830 e a partir do Lock-in AJE.

Figura.4.12 Mapas Baixo Campo para passos 250 μm ,200 μm , 150 μm e 100 μm a partir do Lock-in 830 e a partir do Lock-in AJE.

Figura.4.14 Mapas de Campo do basalto Tapirapuã a partir do Lock-in 830 e a partir do Lock-in AJE.

Figura.4.16 Mapa de campo da Amostra geológica Vredefort -África obtido através do Lock-in SR830.

RESUMO

A grande maioria dos magnetômetros, atualmente usados em geociências, mede a magnetização total de uma amostra rochosa a partir de um conjunto de medidas das três componentes do campo magnético externo da mesma. Neste contexto, amostras cuja intensidade de magnetização seja muita baixa ou cuja história de magnetização seja demasiadamente complexa, podem apresentar resultados nulos ou mesmo espúrios quando feitas em magnetômetros usuais. Tem-se obtidos esses sinais através de sondas de efeito Hall e os recuperado utilizando amplificadores do tipo Lock-in. Dessa forma, com essa motivação, esse trabalho tem objetivo principal de desenvolver um equipamento de baixo custo, capaz de filtrar e amplificar sinais coletados por uma sonda micromagnética, com a mesma qualidade dos equipamentos similares ofertados no mercado, tornando-o acessível e operacional em ambientes acadêmicos. A escolha da metodologia aplicada para obter um amplificador com as características desejadas, determinou que se adquirisse um amplo conhecimento de circuitos integrados (CI's) do tipo AmPop (amplificador operacional), uma vez que o mercado oferta milhares de possibilidades destes componentes, assim, tornou-se um processo de garimpagem, com padrões de filtragem determinados pelas características das sondas utilizadas e dos registros de campo remanente impressos nas rochas, sendo que estes sinais estão na faixa de mT a nT.

PALAVRAS CHAVE: paleomagnetismo; microscopia magnética de varredura; medições magnéticas; amostra geológica.

ABSTRACT

The vast majority of magnetometers, currently used in geosciences, measure the total magnetization of a rock sample from a set of measurements of the three components of the magnetic field outside it. In this context, samples whose magnetization intensity is very low or whose history of magnetization is too complex, can present null or even spurious results when made in usual magnetometers. These signals were obtained through Hall-effect probes and those recovered using Lock-in type amplifiers. Thus, with this motivation, this work has the main objective of developing a low cost equipment, capable of filtering and amplifying signals collected by a micromagnetic probe, with the same quality of the similar equipment offered in the market, making -o accessible and operational in academic environments. The choice of the methodology applied to obtain an amplifier with the desired characteristics, determined that a broad knowledge of integrated circuits (CI's) of type AmPop (operational amplifier) was acquired, since the market offers thousands of possibilities of these components, as well , has become a prospecting process, with filtering patterns determined by the characteristics of the probes used and the remaining field records printed on the rocks, these signals being in the range of mT to nT.

KEY WORDS: paleomagnetism; magnetic scanning microscopy; magnetic measurements; geological sample.

1-INTRODUÇÃO

Ao longo das décadas, os estudos paleomagnéticos têm ocorrido por meio do uso de várias técnicas que, de certa forma, são limitadas as análises de amostras de grande volume (normalmente com alguns centímetros de diâmetro) (e.g., Butler 1992). Em particular, a grande maioria dos magnetômetros atualmente usados em geociências mede a magnetização total de uma amostra rochosa a partir de um conjunto de medidas das três componentes do campo magnético externo da mesma, tomadas a uma distância fixa (e.g., Baratchart et al., 2013). Estes dados podem ser usados para medir exclusivamente o momento total da amostra (a integral da distribuição da magnetização ao longo do volume da amostra), desde que a geometria da amostra satisfaça certas restrições. Neste contexto, amostras cuja intensidade de magnetização seja muito baixa ou cuja história de magnetização seja demasiadamente complexa podem apresentar resultados nulos ou mesmo espúrios quando feitas em magnetômetros usuais.

Uma solução a esse problema vem sendo gradativamente alcançada com o desenvolvimento de microscópios magnéticos de alta sensibilidade. Na última década, um crescente número de investigações magnéticas de micro-escala foi realizado em materiais terrestres e extraterrestres (e.g., BIFs; meteoritos marcianos; condritos e acondritos). O principal equipamento usado nesses estudos foi o microscópio magnético do tipo SQUID (*Superconducting Quantum Interference Device*) (e.g., Weiss et al., 2007; Lima e Weiss, 2009). Este tipo de microscópio pode medir amostras cuja sensibilidade é 10^{-15} Am^2 , mostrando uma sensibilidade três ordens de grandeza maior que os magnetômetros SQUIDs comuns. Entretanto, um sistema de microscópio SQUID possui algumas desvantagens, tais como delicado manuseio, necessidade de baixas temperaturas (uso de hélio líquido), baixa resolução relativo e alto custo dos sensores. Existem alternativas em relação a este tipo de equipamento, como por exemplo, o microscópio do tipo Magneto-resistência Gigante, que embora seja menos sensível, é mais robusto, e possui resolução espacial melhor.

Independentemente do tipo de microscópio magnético utilizado torna-se cada vez mais importante o desenvolvimento de uma instrumentação que garanta leituras

precisas e adequadas a essa tecnologia, e que ainda sejam acessíveis à realidade dos laboratórios, tanto no que diz respeito a custos, quanto à operacionalidade.

1.1 Justificativas

Nesse campo, laboratórios de pesquisa têm desenvolvido magnetômetros eficientes, com variação de sensores conforme suas necessidades de aplicação, o que tem levado a questionamentos, quanto a componentes essenciais a essa eficiência, que ainda são reserva de mercado. Um bom exemplo é o laboratório de física da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), que utiliza na recuperação de sinais obtidos pelas sondas de efeito Hall, o amplificador lock-in comercial. Esse amplificador é amplamente utilizado em laboratórios de medidas, onde os sinais encontram-se muito misturados a outros, não pertencentes aos campos magnéticos de interesse da pesquisa (ruídos). Esse equipamento é de difícil acesso quanto ao custo, bem como a manutenção.

1.2 Objetivo

Esse trabalho tem como objetivo principal desenvolver um equipamento de baixo custo, capaz de filtrar e amplificar sinais coletados por uma sonda micromagnética, com a mesma qualidade dos equipamentos similares ofertados no mercado, tornando-o acessível e operacional em ambientes acadêmicos.

2-FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste capítulo descrevem-se, sucintamente, os princípios físicos do magnetismo e das propriedades magnéticas dos materiais..

2.1 Bases do magnetismo

O magnetismo é o fenômeno associado ao movimento de cargas elétricas, mediado por campos magnéticos, que exercem uma força sobre corpos magnéticos e materiais eletricamente condutores (e.g., Hinze et al., 2013).

Os elementos magnéticos são compostos por dois polos que se atraem, de modo que o magnetismo seja considerado um fenômeno dipolar. A força magnética é dada, em unidades do SI, por:

$$F_M = \frac{\mu_0 p_1 p_2}{4\pi r^2}, \quad \text{Equação 2.1}$$

Onde p_1 e p_2 são os polos magnéticos pontuais e r é a distância entre eles. A constante μ_0 é a permeabilidade magnética no vácuo.

O conceito mais usado acerca do magnetismo é o de campo magnético, definido como a força magnética em um polo, em A/m. Nesse caso, assume-se que p_2 é muito maior que p_1 , de modo que p_1 não perturbe o campo B :

$$B = \frac{\mu_0 p_2}{4\pi r^2} \quad \text{Equação 2.2}$$

De acordo com Blakely (1996), o campo magnético também é conhecido como indução ou fluxo magnético e pode ser definido como a Lei de Biot-Savart, em que I é a corrente em um *loop* de corrente e $d\mathbf{l}$ é o vetor de seu elemento infinitesimal:

$$B = \frac{\mu_0}{4\pi} I \oint \frac{d\mathbf{l} \times \hat{r}}{r^2} \quad \text{Equação 2.3}$$

O campo magnético é dado em unidades de tesla (T) ou nanoteslas (nT), no SI.

Duas das Equações de Maxwell são relevantes para esse estudo. São elas a Lei de Gauss para o magnetismo e a Lei de Ampère-Maxwell, respectivamente dadas pelas equações (2.4) e (2.5):

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0 \quad \text{Equação 2.4}$$

$$\nabla \times \mathbf{B} = \mu_0 \left(\mathbf{J} + \frac{\partial \mathbf{E}}{\partial t} \right) \quad \text{Equação 2.5}$$

De acordo com a Lei de Gauss para o magnetismo, o fluxo magnético total que passa sobre qualquer superfície fechada é nulo, ou seja, o campo magnético não diverge (Fleisch 2008). Isso significa que as linhas de campo de um material magnético são fechadas no dipolo, saindo de um polo e entrando no outro.

Já a Lei de Ampère-Maxwell dita que a variação de um fluxo elétrico sobre uma superfície produz um campo magnético rotacional (e.g., Fleisch 2008). Se não existem correntes na região, então o campo magnético é irrotacional.

De acordo com Duff e Naylor (1966), um campo conservativo possui um potencial escalar. Isso é uma consequência do Teorema de Helmholtz, que dita que qualquer campo vetorial contínuo e nulo no infinito pode ser expresso como o gradiente de um escalar Φ . Pelo fato de o campo magnético decair com o aumento da distância da fonte, essa função é negativa e pode ser expressa por (Blakely 1996):

$$\mathbf{B} = -\nabla\Phi \quad \text{Equação 2.6}$$

O momento dipolar magnético é a quantidade que expressa o torque de um dipolo quando exposto a um campo magnético. Ele é definido, em $\text{A}\cdot\text{m}^2$, como:

$$\mathbf{m} = I\hat{\mathbf{n}}S, \quad \text{Equação 2.7}$$

em que S é a área de um *loop* de corrente e $\hat{\mathbf{n}}$ é seu vetor unitário normal (Blakely 1996). O potencial Φ em um ponto r pode ser expresso em função do momento magnético, como:

$$\Phi(r) = -\frac{\mu_0}{4\pi} \mathbf{m} \cdot \nabla \left(\frac{1}{r} \right) \quad \text{Equação 2.8}$$

Por fim, o conceito de magnetização, ou polarização magnética, é definido como o campo vetorial que expressa a densidade de momentos magnéticos individuais em um certo volume magnético V . Ela é dada, em A/m, por:

$$\mathbf{M} = \frac{1}{V} \sum_i \mathbf{m}_i \quad \text{Equação 2.9}$$

A densidade de corrente I_V pode ser definida como a rotação da magnetização de um material. Assim, a Lei de Ampère-Maxwell pode ser escrita de outra maneira:

$$\nabla \times \mathbf{B} = \mu_0 (\mathbf{I} + \nabla \times \mathbf{M}) \quad \text{Equação 2.10}$$

Essa equação pode ser usada para a definição de outra quantidade chamada de intensidade do campo magnético. Esse vetor é definido como a indução magnética subtraída pelos efeitos da magnetização (Blakely (1996)) e é dado, em A/m, por:

$$\mathbf{H} = \frac{\mathbf{B}}{\mu_0} - \mathbf{M} \quad \text{Equação 2.11}$$

Na literatura da geofísica, os termos \mathbf{H} e \mathbf{B} são geralmente utilizados com o mesmo significado. Isso acontece devido ao fato de as medidas magnéticas serem feitas em ambientes com poucos materiais magnéticos (Lowrie 1974).

2.2 Propriedades magnéticas dos materiais

As propriedades magnéticas dos materiais e seus fenômenos associados são pesquisados experimentalmente com uma ampla variedade de técnicas, dentre elas:

magnetização, susceptibilidade DC e AC, Resistividade Elétrica, Espalhamento de nêutrons, Ressonância Magnética, Efeito Mossbauer, Efeito Termoelétrico e Efeito Hall (e.g, Barbixa 1998). Neste item serão abordados as principais propriedades e efeitos magnéticos associados aos materiais.

2.2.1 Permeabilidade magnética (μ)

Está relacionada com a intensidade de magnetização, esta varia em função da intensidade do campo aplicado. As permeabilidades medem a facilidade com que a indução magnética B pode ser introduzida em um material sob a ação de um campo externo H.

$$\mu = Tg\theta B/H \quad \text{Equação 2.12}$$

Tabela 2.1. Permeabilidade magnética relativa (μ_r) (adimensional) de alguns materiais (Gomes 2017).

Material	Permeabilidade Magnética Relativa
Bismuto	0,999833
Água	0,999991
Cobre	0,999995
Ar	1,000000
Alumínio	1,000021
Ferro	7.000

2.2.2 Domínios magnéticos

As regiões de magnetização espontânea são os locais onde átomos cooperam magneticamente com as estruturas do material (e.g., Dunlop e Ozdemir, 1997). As propriedades magnéticas são exibidas quando um campo magnético é aplicado nos domínios magnéticos que tendem a se alinhar entre si (e.g., Tauxe 2005). Na figura abaixo, os elementos foram distribuídos de forma caótica em determinada região. Dessa forma, a magnetização induzida proporcionou o alinhamento de determinadas substâncias susceptíveis a magnetização com o campo.

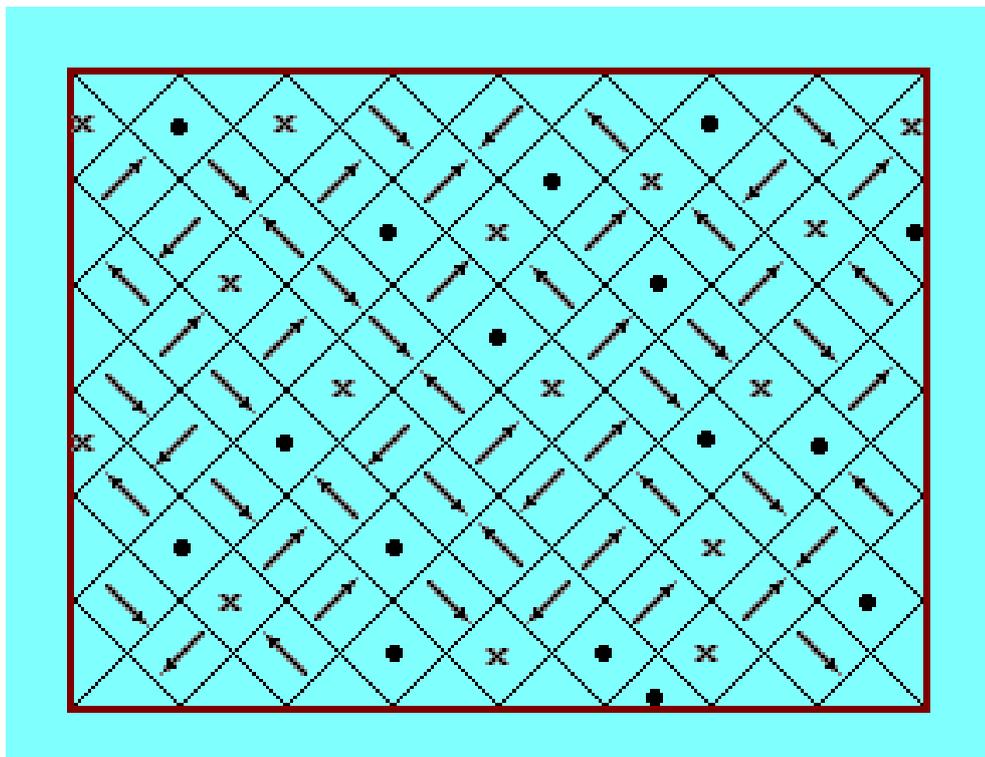


Figura 2.1. Os domínios de uma substância ferromagnética desmagnetizada são polarizados ao longo do eixo do cristal. Os sinais de ponto e x representam setas saindo e entrando no monitor, respectivamente (Doering 2010).

2.2.3 Temperatura de Curie

Um ímã, quando aquecido, perde suas propriedades magnéticas, pois a energia térmica promove um desarranjo na disposição das partículas dos átomos contidos em sua estrutura (e.g., Doering 2010). As temperaturas nas quais alguns materiais perdem a magnetização podem ser observadas na tabela abaixo:

Tabela -2.2 Temperatura de Curie em alguns materiais (Doering 2010)

Material	Temperatura de Curie
Ferro	770°
Cobalto	1075°
Níquel	365°
Gadolíneo	15°

Para estudos paleomagnéticos e desmagnetização de materiais, também se utiliza a temperatura de Curie como referência. Em geral, os materiais são representados por óxidos e hidróxidos de Ferro em forma mineral, como mostra a Tabela 2.3.

Tabela 2.3 Temperatura de Curie em alguns minerais (Marcos 2002)

Mineral	Tipo de magnetismo	T _{Curie/Neel} (° C)
Magnetita Fe ₃ O ₄	Ferrimagnetismo	580
Maghemita γ-Fe ₂ O ₃	Ferrimagnetismo	590-675
Titanomagnetita TM60 (x=0.6) Fe _{2.4} Ti _{0.6} O ₄	Ferrimagnetismo	150
Hematites α-Fe ₂ O ₃	Antiferromagnetismo de canto + parasito	675
Titanohematites, y = 0.5 Fe _{1.5} Ti _{0.5} O ₃	Ferrimagnetismo	200
Goethita α-FeOOH	Ferromagnetismo parasito	120
Pirrotina monoclinica Fe ₇ S ₈	Ferrimagnetismo	320
Pirrotina hexagonal Fe ₉ S ₁₀	Antiferromagnetismo + ferrimagnetismo	265
Greigita Fe ₃ S ₄	Ferrimagnetismo	330
Trevorita Fe ₂ NiO ₄	Ferrimagnetismo	580
Jacobsita Fe ₂ MnO ₄	Ferrimagnetismo	300
Magnesioferrita Fe ₂ MgO ₄	Ferrimagnetismo	440

2.2.4 Magnetização versus Temperatura

A análise termomagnética de altas temperaturas é ideal para estimar as temperaturas de Curie/Néel característica de cada fase mineral magnética, bem como proporciona informações sobre estrutura magnética e reações químicas dos minerais ferromagnéticos (Dunlop e Ozdemir, 1997). As curvas termomagnéticas de baixa temperatura (70 K inicial até temperatura ambiente) fornecem informações sobre transições de fase (i.e. transição de Morin, transição de Verwey), que também são diagnósticas dos portadores magnéticos.

2.3 Comportamento magnético dos materiais

O comportamento magnético dos materiais é determinado a partir da interação eletrônica(spins) do material com um campo indutor. Os principais comportamentos magnéticos são: diamagnetismo, paramagnetismo e ferromagnetismo.

2.3.1 Diamagnetismo

Um magnetismo considerado fraco devido a persistir apenas na presença do externo. Se retirado o campo externo, seus átomos passam a ter momento nulo. O momento magnético induzido pelo campo externo é muito pequena e de direção oposta ao do campo aplicado. O diamagnetismo só é observado em materiais que não apresente outro tipo de magnetismo, mesmo estando presente todos os materiais, devido se apresentar de forma muito fraca. Sem significância prática.

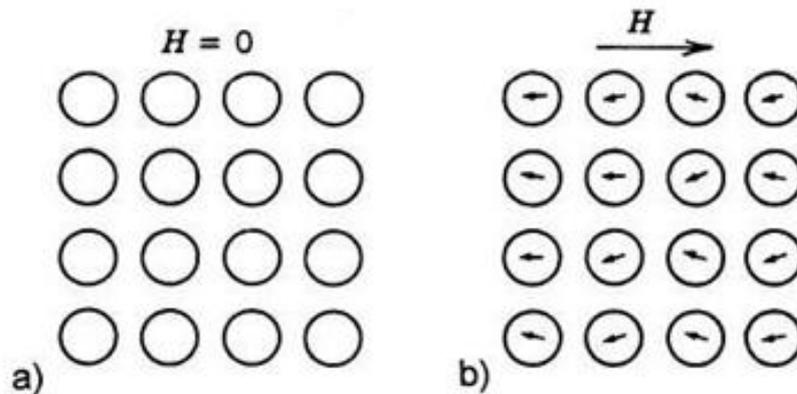


Figura 2.2 Configuração de dipolos em um material diamagnético: a) ausência de campo externo; b) com campo externo aplicado (Callister,- 1991).

2.3.2 Paramagnetismo

Um átomo sozinho com momento magnético e orientação aleatória que anula a magnetização para um grupo de átomos caracteriza materiais paramagnéticos. O alinhamento do campo aplicado pode ser de mesma direção dos dipolos, sem aplicação prática.

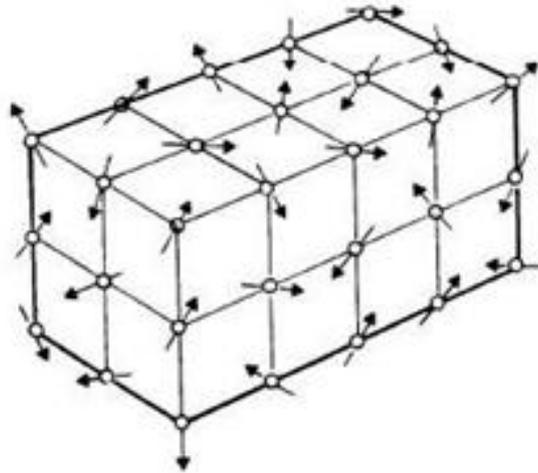


Figura 2.3 Representação esquemática dos momentos magnéticos em um material paramagnético (Padilha 2000)

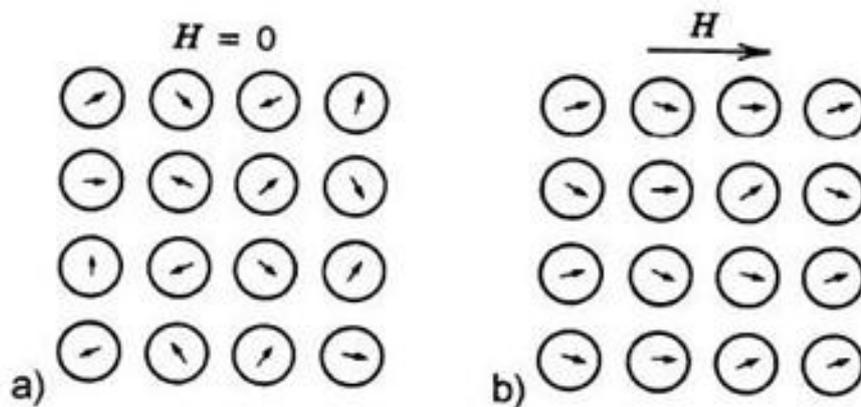


Figura 2.4 Configuração de dois polos em um material paramagnético: a) na ausência de campo externo; b) com campo externo aplicado (Padilha2000).

2.3.3 Ferromagnetismo

A permeabilidade magnética e concentração das linhas de força magnéticas é que caracterizam o ferromagnetismo. O momento magnético de uma mesma amostra é arranjado na mesma direção e sentido. Quando aplicado um campo magnético nessa amostra, os domínios se reorganizam no mesmo sentido e a magnetização da amostra

deixa de ser nula. Retirando o campo externo, a amostra continuará apresentando uma magnetização não nula. As susceptibilidades magnéticas dos materiais ferromagnéticos chegam a apresentar valores tão altos quanto 106. Para temperaturas acima da de Curie perdem o ferromagnetismo e tornam-se paramagnéticos. A susceptibilidade magnética diminui gradativamente com o aumento da temperatura nos materiais ferromagnéticos.

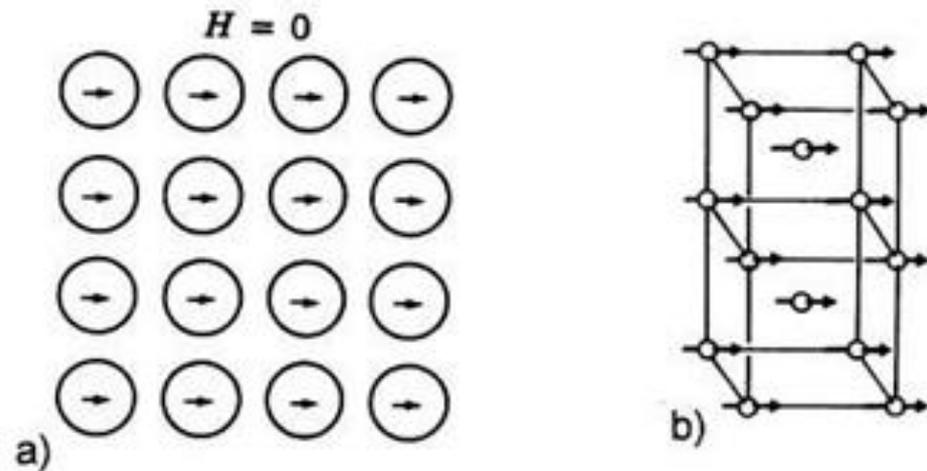


Figura 2.5 a) Configuração do dipolo em um material ferromagnético na ausência de campo externo aplicado b) configuração de dipolos no ferro α (Padilha 2000).

2.3.3.1 Ferrimagnetismo

As características visíveis do ferromagnetismo e do ferrimagnetismo são muito semelhantes o que as diferenciam são as origens do momento magnético, segundo Padilha 2000. Se caracteriza por não ter um ordenamento de todos os momentos magnéticos de uma amostra quanto a direção e sentido, sendo que alguns estão opostos e anulam-se, porém de forma aleatória, não podendo dessa forma anular totalmente a magnetização espontânea.

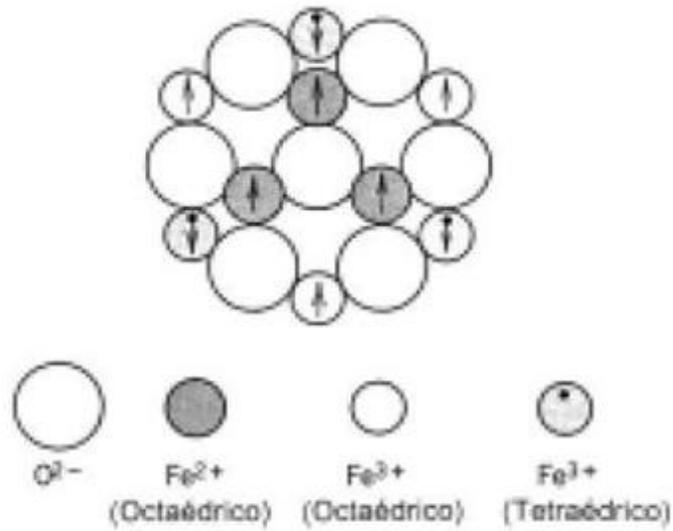


Figura 2.6 Diagrama esquemático mostrando a configuração de momentos magnéticos na ferrita (Padilha 2000).

2.3.3.2 Antiferromagnetismo

Todos os momentos magnéticos de uma amostra são arranjados na mesma direção porem, em sentido contrário.

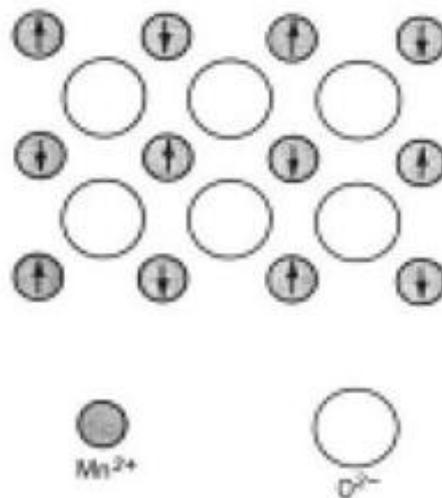


Figura 2.7 Diagrama esquemático mostrando a configuração de momentos magnéticos no MnO (Padilha 2000)

2.4 Curva de magnetização ou histerese

Quando um material tende a conservar suas propriedades sempre que retirado o estímulo que o criou, receberá o nome de histerese (e.g., Bertotti 1998).

Após o material ferromagnético ser exposto a um campo magnético crescente, até atingir a saturação e em seguida haver a diminuição do campo, o fluxo \mathbf{B} diminui mais lentamente que \mathbf{H} . Assim \mathbf{B} ainda terá um fluxo remanescente quando \mathbf{H} já estiver chegado à zero. É necessária uma força coercitiva para zera-lo novamente, assim, \mathbf{H} continua crescendo no sentido negativo, o material terá polaridade oposta, tornando fácil a magnetização, até quando aproximar-se da saturação, tornando-se então difícil. Aparecerá então uma densidade de fluxo remanescente quando reduzir o campo a zero novamente. Tem-se que aplicar a força coerciva, agora no sentido positivo para zerar \mathbf{B} . Se continuar aumentando o campo, satura-se novamente o material retornando a polaridade inicial.

A histerese magnética é o fenômeno que causa o atraso entre densidade de fluxo e campo magnético, enquanto que o ciclo traçado pela curva de magnetização é chamado de ciclo de histerese (Figura 2.9).

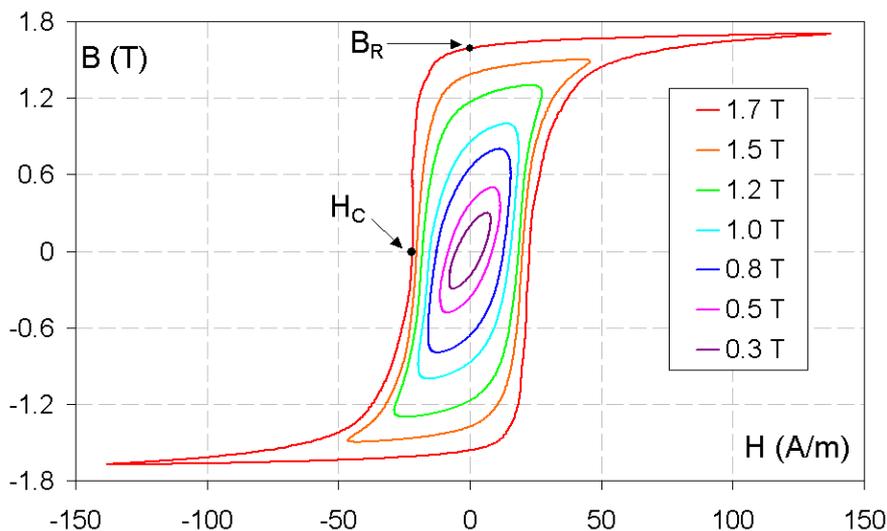


Figura 2.8 Uma família de curvas de histerese medida com uma densidade de fluxo modulada sinusoidalmente com frequência de 50 Hz e campo magnético variável de 0,3 T a 1,7 T.(Petry 2007)

B = Densidade de fluxo magnético

H = Campo magnético

BR = Remanência

HC = Coercividade

2.5 Geomagnetismo

Apesar dos Chineses já se orientarem utilizando uma bússola a muitos séculos, só em 1600, William Gilbert em sua publicação “De Magnete”, sugere que o campo magnético tem origem interna, no centro da Terra. Na primeira metade do século XVII, René Descartes descreve a representação do campo magnético por “linhas de campo” com trajetória de entrada no polo Norte e saída no polo Sul, determinando um “circuito fechado de linhas de campo”, ou seja, o campo magnético da Terra funciona de maneira muito similar a um ímã de barra. O campo da superfície terrestre varia tanto em direção quanto em intensidade, dependente da posição geográfica. Em 1839, Carl Friedrich Gauss aperfeiçoou os métodos visualização do campo, modernizando o método de análise por harmônicos esféricos do campo geométrico. Analise essa que permite distinguir três campos magnéticos de origem diferente, os campos interno, externo e crustal (Merrill et al., 1998).

Segundo Lowrie (1997), o método magnético com suas muitas aplicações, levando-se em conta que as anomalias induzidas pelo campo indicam a geometria e a profundidade de corpos magnetizados na crosta terrestre, os mesmo operam como fonte para as variações do campo magnético.

2.5.1 Campo magnético da Terra de origem externa

Do campo magnético total na superfície da terra apenas 1% corresponde ao campo de origem externa. Esse tipo de campo é originado das atividades solares com variações entre dezenas de nT a 1% do campo total observado conforme a intensidade das atividades e ocorrência de tempestades solares. Conforme Chapman (1940) o período das variações do campo de origem externa podem ocorrer de milissegundos até

dias. Segundo Merrill (1998) variações do campo externas mais longas, que vão de 11 a 22 anos e são também reguladas pela atividade solar de longo período.

2.5.2 *Campo magnético da terra de origem interna*

A partir dos movimentos do líquido metálico no núcleo terrestre surge o campo magnético interno. Em estudos Loczy (1976) observa que as evidências sísmicas mostram que o núcleo externo é líquido com provável composição de Ferro (Fe) e Níquel (Ni) que são bons condutores elétricos. Existe nessas fontes magnéticas internas uma variação muito grande de profundidades, que vão do núcleo externo da Terra a crosta da Terra, acima da temperatura de Curie.

A grande parte da soma dos campos resulta do campo magnético da terra de origem interna. Pode-se identificar duas fontes de origem interna ao analisar os coeficientes: A do campo principal, que é gerado através das correntes elétricas que circulam no núcleo externo da Terra e a do campo crustal, cujas fontes são os materiais magnetizados presentes na crosta terrestre.

Sem um método formal de distinguir entre esses dois campos, Lowes (1974) recomenda utilizar para essa análise o espectro de energia (R_n) do campo de origem interna, que é chamado de espectro de Lowes-Mauersberger, de forma a evidenciar a contribuição dos diferentes graus n dos harmônicos esféricos para o campo médio em superfície com relação a um raio de referência.

2.5.3 *Campo Crustal*

O campo crustal que não se modifica no tempo é resultante das rochas capazes de reter magnetização (e.g., Tauxe 2005)

Assim, para medir o campo magnético total (\mathbf{B}), em um determinado ponto da Terra, são medidas essas principais componentes: o campo principal $\mathbf{B}_p = (\mathbf{B}_r + \mathbf{B}_\theta)$, campo externo (\mathbf{B}_e) e campo crustal (\mathbf{B}_c).

Onde (B_e, B_c, B_p) são as componentes de \mathbf{B} em coordenadas polares esféricas.

$$\mathbf{B} = \mathbf{B}_p + \mathbf{B}_e + \mathbf{B}_c$$

Verificando que o campo dipolar da Terra é da ordem de 50.000 nT para anomalias crustais que não ultrapassam 300 nT, ressalta-se que a variação é muito pequena para relações com os outros termos (Sandwell 2001).

2.6 Paleomagnetismo

O estudo dos campos magnéticos registrados no passado de formações geológicas é denominado paleomagnetismo. Segundo Butler (1992), o principal objetivo do paleomagnetismo é obter o registo das configurações antigas do campo geomagnético. Os minerais ferromagnéticos presentes nas rochas registram o campo paleomagnético. As rochas sedimentares e ígneas trazem registros considerados importantes para o estudo paleomagnético. Isso se dá, por exemplo, durante o processo de formação das rochas ígneas, quando a temperatura de um magma cai abaixo da temperatura de bloqueio, os minerais ferromagnéticos guardam a direção do campo magnético contemporâneo e após a solidificação, a rocha formada incorpora um registo que futuramente permitirá a leitura e identificação desse mesmo campo.

Já nas rochas sedimentares, o processo de aquisição é outro. O registo magnético ocorre na deposição dos sedimentos e durante o processo de diagénese, durante os quais os minerais ferromagnéticos são orientados, segundo a direção do campo magnético em vigor. Caso os minerais, no momento da sedimentação e/ou diagénese, se encontrarem no estado sólido, o registo magnético não será facilitado. Nestas rochas temos de considerar a magnetização remanescente detrítica, a pós-detrítica e a química.

2.7 Magnetômetros e sensores

Os magnetômetros existentes têm explorado vários conceitos físicos, em sua maioria os efeitos elétricos e magnéticos (e.g., Araújo 2009). Basicamente é formado por um conjunto de equipamentos usados para medir o momento magnético de uma

amostra para um determinado valor de campo aplicado. Apresentam em sua estrutura básica uma fonte de corrente, eletroímã, sensor de campo magnético e conjunto de movimentação de amostras. Onde a fonte fornece corrente elétrica para as bobinas do eletroímã que geram um campo magnético na região onde se encontra a amostra, a amostra é magnetizada e produz um campo induzido que então é lido pelo sensor. Por meio do campo induzido medido, junto a um modelo teórico é possível obter o momento magnético da amostra para cada valor aplicado.

Os sensores magnéticos possuem uma sensibilidade conforme sua eletrônica de leitura, sua geometria e do tipo de seu sensor. Há uma variedade muito grande de magnetômetros e que são muito diferentes entre si, tanto nos aspectos de construção quanto de custo, ao utiliza-los sugere-se seguir os seguintes parâmetros: a aplicação, resolução e o tamanho físico. Podemos demonstrar essa variedade com os seguintes modelos de laboratório:

- O magnetômetro de amostra vibrante (VSM): De simples funcionamento com sensibilidade de 10^{-8} Am^2 .
- O SQUID (Dispositivo de interferência quântica supercondutor): utiliza propriedades da supercondutividade para transformar variações extremamente pequenas em fluxo magnético em tensão elétrica. Seu elemento sensor SQUID o torna o mais sensível dos magnetômetros apresentando uma sensibilidade magnética de 10^{-12} Am^2 .
- Magnetômetro Hall: O efeito Hall permite medir tanto campos magnéticos contínuos como alternados em um único instrumento.

3 - MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo descrevem-se a metodologia de laboratório: adequação de um dispositivo *lock-in*, não comercial similar ao sistema de microscopia magnética do Laboratório de Física da PUC-Rio.

3.1 Microscopia magnética (MM)

Dedavid (2007) classificou as técnicas de microscopia para caracterização de materiais como sendo sinônimo de versatilidade, garantidas pela microscopia eletrônica de Varredura (MEV). Não apenas por permitir a observação de forma e tamanho de microestruturas, mas também por fornecer informação sobre distribuição de fases cristalinas e composição química por meio do uso de diferentes detectores. Além das composições, microscópios de varredura são usados para estudos de propriedades magnéticas, como no caso de Microscópios de Força Magnética (MFM – *Magnetic Force Microscopy*). A investigação de propriedades magnéticas de materiais, e seu modo de operação, está intimamente relacionado com o fato de a força magnética pertencer à família das interações de longo alcance, daí sua grande utilidade. A Figura 3.1 ilustra esquematicamente o princípio de funcionamento da MFM. Esta técnica utiliza-se de uma sonda recoberta por um filme de material magnético.

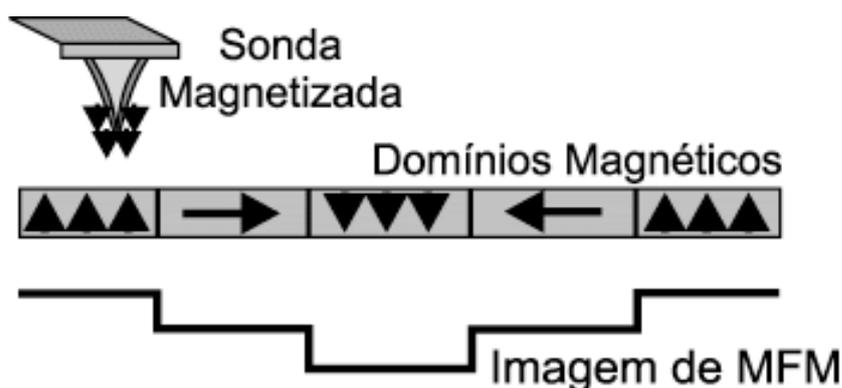


Figura 3.1. Desenho esquemático do princípio de funcionamento da Microscopia de Força Magnética. Uma sonda magnetizada varre a superfície da amostra, tipicamente a uns 100 nm desta. A interação de longo alcance entre os domínios magnéticos na amostra e na sonda produz a imagem de MFM (Howland 1996).

Neste trabalho, foi usado o microcópico magnético montado no laboratório de física da PUC-RIO, que utiliza uma sonda de elemento Hall HQ0811-AKM, que consiste de uma liga InSb (Figura 3.2). Para um campo magnético aplicado verticalmente na direção de penetração na superfície da película fina do reverso, o fluxo de elétrons no filme fino semiconductor é curvado pela força de Lorentz e a distribuição do fluxo de elétrons no filme muda para o lado do eletrodo (4). Como resultado, a diferença de potencial V_H é gerada entre os terminais de saída (2) e (4). Isso é chamado de efeito Hall.

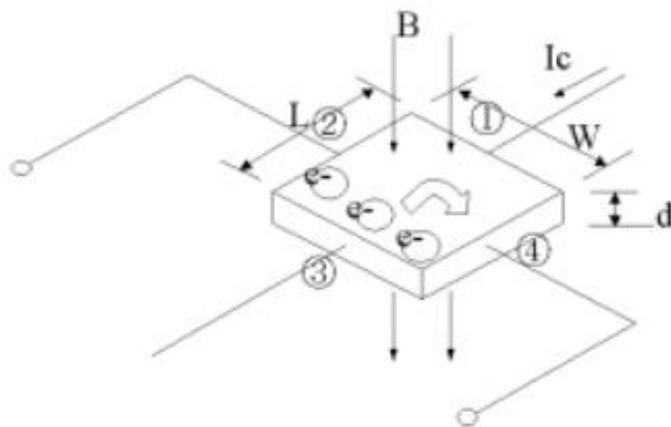


Figura.3.2: Princípio de funcionamento elemento Hall (Melexis Inc).

A Figura 3.3, apresenta a configuração do MM com um sensor de efeito Hall, que tem se mostrado bastante eficiente no mapeamento do campo remanescente em rochas e contribuído de forma substancial aos estudos paleomagnéticos. Apresenta uma montagem relativamente simples com os sensores de efeito Hall (MLX-90215, HQ0811, Melexis Inc.), citado anteriormente. Esses são fixos entre duas bobinas geradoras de campo magnético (Eletroímãs), uma haste acrílica móvel (posicionamento controlado por atuadores) com suporte para amostra, que é deslocada nos eixos x e y de forma que o sensor colete as informações do campo em cada ponto da amostra. Nesse processo, o mecanismo é capaz de adquirir uma curva de magnetização completa em pouco tempo, podendo ser tempos menores quanto maior for o passo aplicado, a partir de uma sensibilidade de momento de magnetização de $3,5 \times 10^{-7} \text{ Am}^2$. Para o controle de todos os processos, foi desenvolvido diversos programas em LabVIEW. Conforme descrito em, Araújo (2017).

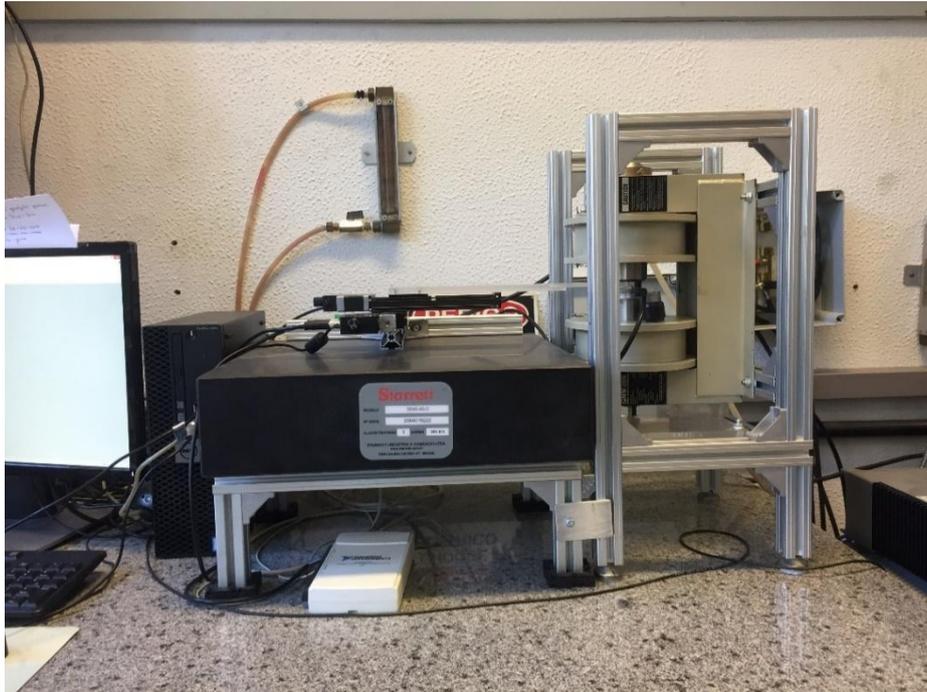


Figura 3.3: Montagem do MM com sensor Hall sem blindagem – Laboratório Física PUC-Rio

No entanto, para obter um sinal de saída do magnetômetro em termos de magnetização da amostra, torna-se necessário que se faça o procedimento de calibração que consiste em utilizar um modelo de dipolo magnético e uma amostra de magnetização, ajustando sua posição conhecida, até o magnetômetro produzir o campo magnético esperado.

3.2 Protocolo de calibração

O sistema de leitura do campo magnético, para o microscópio magnético utilizado, segue o protocolo descrito por Araújo (2013). Utiliza-se uma fonte de corrente (Keithley modelo 6221) e um *lock-in* (Stanford Research Systems modelo SR830). A fonte de corrente aplica no sensor uma corrente alternada de amplitude previamente definida (± 5 mA), com uma frequência de 100 Hz. A fonte de corrente envia para o lock-in, através de um sinal de trigger esta informação e a leitura é feita em fase pelo

lock-in. A saída do lock-in é lida por um conversor AD.

Araújo (2013) descreve o processo de calibração, como sendo a obtenção da distância entre o centro do porta amostra e o centro do sensor Hall. Estes valores, uma vez encontrados, serão utilizados na obtenção do momento magnético desejado.

Os valores de x e z utilizados representam respectivamente a distância horizontal do centro do sensor ao centro da amostra e a distância vertical do centro do sensor ao centro da amostra (Figura 3.4).

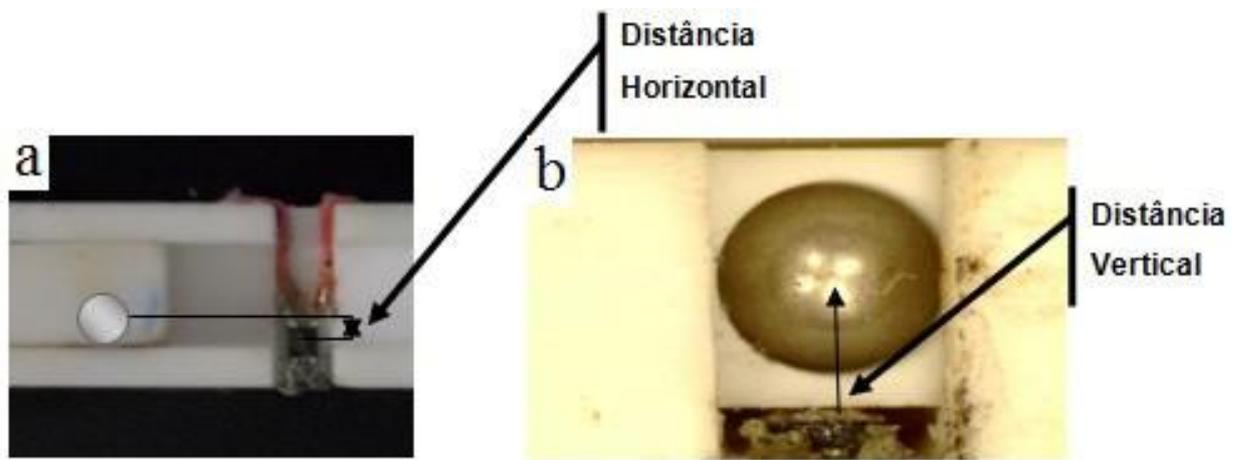


Figura 3.4: Configuração do sensor e amostra. a) Foto da cavidade cilíndrica no porta amostra e b) distâncias horizontal e vertical do centro do sensor ao centro do porta amostra que contem a esfera de níquel (Araujo 2013).

De acordo como o protocolo de Araújo (2013), utiliza-se um porta-amostra com duas esferas de níquel 99% de pureza de mesma massa igual a 126×10^{-6} Kg para obter os valores de x e z . As esferas são dispostas a uma distância de 22,5 mm uma em relação a outra (distância mínima necessária para que não haja interferência magnéticas entre elas (Figuras 3.5). Colocadas em posições diferentes tanto em x quanto em z em relação ao centro do sensor.

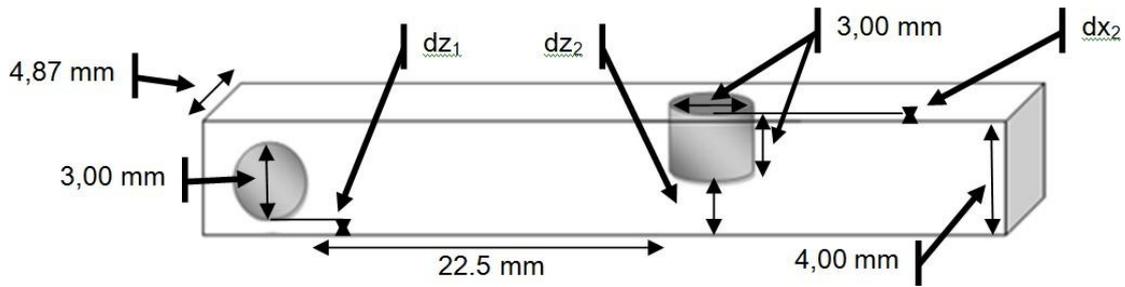


Figura 3.5: Porta amostra utilizado na calibração (Araújo 2013).

O valor da magnetização a ser encontrado independe da dependência espacial do campo induzido nas esferas, normaliza-se os campos magnéticos medidos, e observa-se as distâncias relativas entre as esferas e o sensor Araújo (2013). Para medidas precisas dos valores de dz_1 , dz_2 e dx_2 , obtém-se um sistema de duas equações correspondentes às duas medidas, e duas variáveis que são as distâncias x e z .

A análise deste porta-amostra em um microscópio óptico mostra com precisão os valores de dz_1 e dx_2 e com um micrômetro obtemos dz_2 . Uma vez obtidas às distâncias relativas, desnormaliza-se as medidas e encontra-se o valor do momento magnético desejado.

Calibrando-se o sistema a esfera pode ser sacada do porta amostra e em sua posição fixar uma amostra magnética que se deseje estudar. A Figura 3.6 mostra a esfera fixa no porta amostra utilizada na calibração.

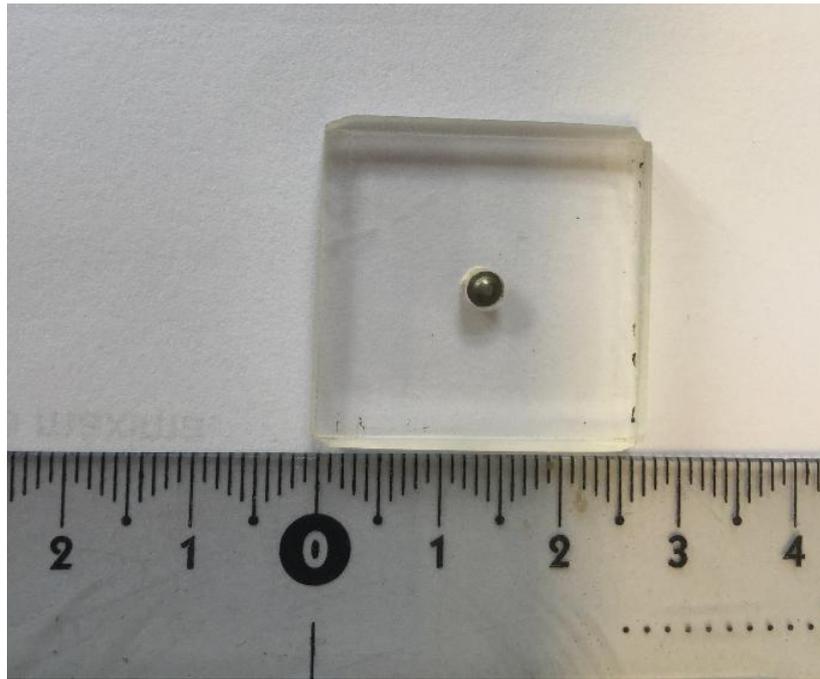


Figura 3.6. Calibrador do microscópio cosnstituído da placa de acrílico e da esfera de níquel 99% de pureza.

3.3 Amostras geológicas

O tratamento das amostras geológicas exige alguns cuidados específicos, para garantir a integridade das informações ali gravadas. Desde a coleta da amostra, passando pela limpeza até chegar na produção da lamina que será lida pelo microscópio, tem-se que observar se as medidas tomadas não irão alterar o campo remanente ali registrado. Alguns cuidados devem ser tomados, tais como o uso de luvas, na coleta o material, acondicionamento longe de fontes magnéticas e se necessária à limpeza, esta deve ser feita com ácido evitando o polimento. O preparo da amostra, para medidas do campo magnético se dá a partir da fixação do material a ser amostrado, de tamanho médio de 10 μm , em uma lamina acrílica ou de quartzo, de preferência com fita tipo dupla face, tomando-se o cuidado de não deixar rugosidades na face da amostra evitando que em distancias muito pequenas entre o sensor e amostra, ela possa ser danificada ou danificar o sensor. Lembrando que as pequenas distâncias de sensor a

amostra não só melhoram a relação sinal-ruído, mas também são críticas para a obtenção de mapas de campos magnéticos de alta resolução: quanto maior a separação entre sensor e amostra, menos resolução do mapa de campo, independente do sensor usado para detectar o campo magnético, conforme descreve Lima et al. (2014). Portanto, quanto menor o passo menos ruído teremos no sinal a ser amplificado.

Foram escolhidas duas amostras geológicas com o objetivo de executar testes de comparação nos dispositivos de amplificação, sendo a primeira (Fig.3.7), uma amostra cedida pelo pesquisador Giovanni Moreira, do IAG-USP. A amostra foi obtida em ocorrências do Basalto Tapirapuã, localizado em uma área de aproximadamente 115 km de extensão por 10 a 20 km de largura, na Serra de Tapirapuã, município de Tangará da Serra, Mato Grosso. Barros et al. (2006) caracterizaram os basaltos da Formação Serra Geral - Bacia do Paraná, por meio de dados geoquímicos, isotópicos e de datação pelo método ^{40}Ar - ^{39}Ar / ^{40}Ar , percebeu que os basaltos de Tapirapuã plotam no campo dos basaltos a baixo TiO_2 e P_2O_5 apresentando diferentes idades. Algumas devido ao elevado estado de alteração, não foi possível correlacioná-las.

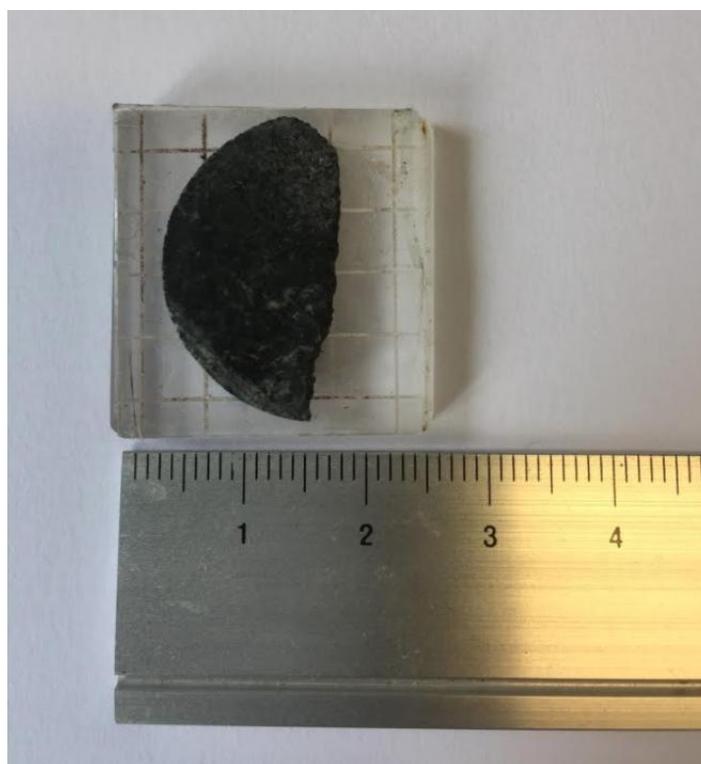


Figura.3.7 Amostra geológica do basalto Tapirapuã utilizada em teste com o dispositivo AJE

Uma segunda análise foi feita Com amostra de Vredefort que é a maior cratera de impacto do mundo (Earth Impact Database, 2018. www.unb.ca/passc/ImpactDatabase/index.html). Com cerca de 300 km de diâmetro e geometria semicircular, está localizada a aproximadamente 120 km a sudoeste de Johannesburg, na África do Sul. A estrutura está alojada em rochas supracrustais com idades que variam de 3,07 Ga a 2,1 Ga (Armstrong et al., 1991), e que fazem parte do Grupo Dominion e dos Supergrupos Witwatersrand, Ventersdorp e Transvaal. Essas rochas supracrustais recobrem o embasamento cristalino arqueano, que em Vredefort aflora em seu núcleo central, sendo constituídos por gnaisses trondhjemíticos, migmatitos, granodioritos foliados e granitos (Gibson, 2002; Lana et al., 2003a). Dados geocronológicos obtidos para produtos de fusão (pseudotaquilitos e veios de brecha) no núcleo central forneceram uma idade de 2,02 Ga para evento de impacto (Spray e Thompson, 1995; Kamo et al., 1996).

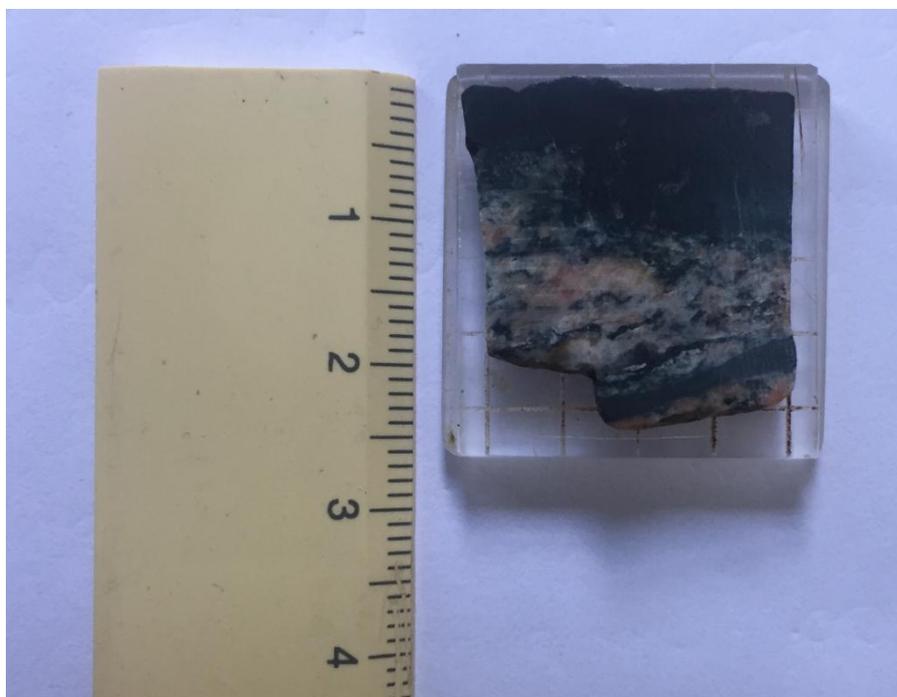


Figura.3.8 Amostra geológica de Vredefort utilizada em teste com o dispositivo AJE

3.4 Placa Gradiométrica

Os sensores de campo magnético utilizados são uma nova alternativa para a medição de campos magnéticos ultra-fracos. No entanto para a realização destas medições é necessária a redução da interferência magnética por meio do emprego de configurações gravimétricas, cujo desempenho depende da homogeneidade das características da impedância dos elementos sensores, conforme Fortaleza (2013). A implementação de um circuito eletrônico capaz de homogeneizar as características de fase das amostras, foi desenvolvido, também, no laboratório de Física da PUC – Rio. O objetivo deste circuito é eliminar as interferências de campo do ambiente no campo da amostra testada, sem a necessidade de blindagem física. Assim o sinal entregue ao amplificador estará puro, sem interferências.

3.5 O Amplificador *Lock-in*

Para qualquer montagem, além da estrutura do princípio de operação, é necessário ao menos um componente vital ao processo de recuperação de sinais de campo obtidos pela sonda, um amplificador *lock-in* (Fig. 3.7). O *Lock-in*, é uma ferramenta muito utilizada em laboratórios de pesquisa, onde haja a necessidade de recuperação de sinais mergulhados em ruído. Esse acessório trabalha com a filtragem, amplificação e ajuste de fase do sinal coletado pela sonda. Por ser um equipamento que exige um bom índice de precisão, costuma ser de alto custo, de difícil operacionalidade e manutenção.



Figura 3.7: Amplificador Lock-in comercial (SR830 DSP lock-in amplifiers) utilizado no Laboratório de Física PUC Rio

O amplificador *Lock-In* é um instrumento de duas funções, conforme Nunes (2007), recuperar sinais presentes em ruídos de segundo plano e/ou prover uma alta definição de medidas de sinais relativamente limpos, como magnitude e frequência.

Nunes (2007), ainda diz que esse dispositivo é utilizado com a função de detectar diferenças de fase entre sinais. Para tal aplica a técnica de Detecção Sensível de Fase (PSD). Este componente capta apenas o sinal de interesse para a medida, suprimindo o efeito de ruídos ou interferência de componentes ativos.

Ele é composto de três partes: Amplificador, Demodulador, Amplificador: o amplificador de entrada, um desmodulador síncrono e um filtro- amplificador passa-baixa final, que produz o sinal DC.

Portanto, se a frequência do sinal desejado for conhecida, o instrumento pode "filtrar" o sinal usando uma frequência de referência correspondente. O deslocamento de fase é essencial para um amplificador *lock-in* funcional, daí o nome alternativo de um amplificador *lock-in* ser detector sensível à fase. Se a fase do sinal de entrada não coincide com a fase do sinal de referência, a saída também é zero.

3.5.1 Componentes do Lock-in

Na montagem de um amplificador lock-in , em laboratório, foram utilizados componentes, encontrados no mercado nacional e aplicados de acordo com especificações técnicas dos CI's utilizados, para tanto, foram selecionados os seguintes componentes para a montagem do circuito elétrico: Amplificador de entrada AD620; Demodulador síncrono AD630; Amplificador de instrumentação OP27; Um gerador de função na faixa de 10-100 KHz; Um osciloscópio digital; fios; Solda; protobard; Conectores macho / fêmea; capacitores eletrolíticos 10 μ F; capacitor de disco de 0,47 μ F; condensador eletrolítico 100 μ F; Condensador 100 μ F-1000pF; resistores de 10 Ω ; resistor de 1 M Ω ; resistor de 10 K Ω ; resistência 1 K Ω ; resistência 100 K Ω ; Potenciômetro 10 K ou caixa de resistência para o ganho do amplificador; Fonte de alimentação +/- 15V.

Com a ajuda do programa Proteus 8.1, especialista em projetos de circuitos eletrônicos, associa-se os componentes para obtenção do esquema eletrônico do circuito conforme Figura 3.8.

Amplificador Lock-in AJE

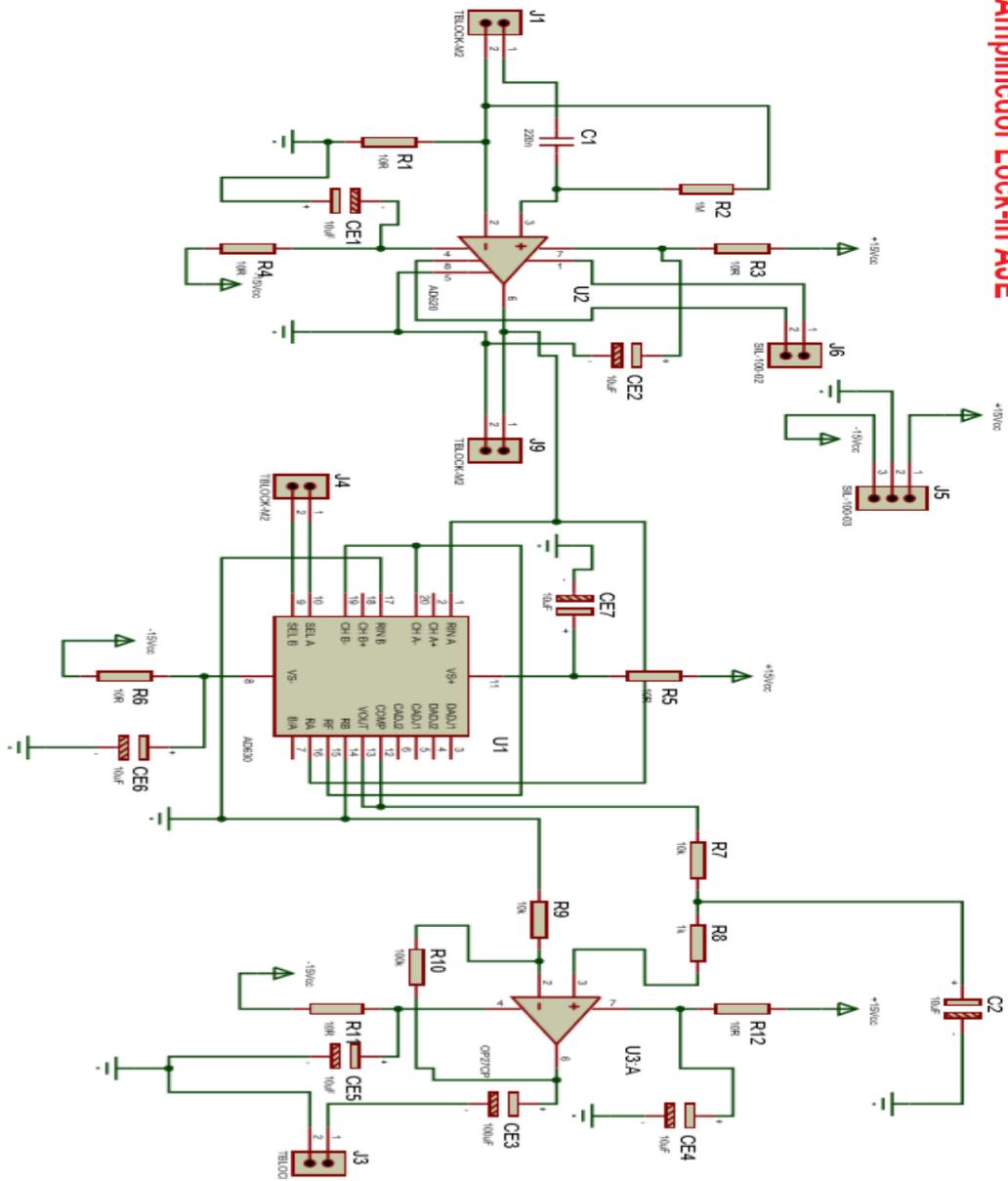


Figura.3.8. Circuito elétrico de um *Lock-in* utilizando os CI's AD620, AD630 e OP27.

4-RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesse capítulo serão apresentados resultados obtidos em laboratório, com foco na confecção do dispositivo montado para atender as execuções de um *lock-in*.

4.1 Confecção do Amplificador Lock-in

O efeito Hall é basicamente um mecanismo de controle de corrente e que depende das propriedades do material semicondutor da substância utilizada. Os fatores como independência do efeito de superfície, corrente de perda na junção e tensão de disparo na junção, colaboraram para sua grande estabilidade e confiabilidade, quando comparado a outros componentes semicondutores. Isso possibilitou análises, em escalas sub-milimétricas, registros de campos magnéticos planetários preservados em rochas, até então inacessíveis às técnicas tradicionais, também a aplicação em estudos geológicos de rochas terrestres e extraterrestre, auxiliando no estudo da evolução dos campos magnéticos que possam ter existido nos primórdios do Sistema Solar (Lima et al., 2016). Os campos registrados nessas rochas são muito baixos, na ordem de mT e para recupera-los é necessário que se tenha um bom sistema de recuperação. Para isso não basta eficiência na escolha da sonda, mas é necessário uma vasta investigação do sistema de amplificação.

Dos componentes eletrônicos ofertados no mercado, o funcionamento de três circuitos integrado (CI's) se destacou quando o objetivo era a montagem de um circuito próprio de amplificação com ajuste de fase. Os CI's selecionados para confecção do Lock-in foram:

O AD620, utilizado como amplificador inicial, amplifica o sinal de entrada usando uma resistência de ganho variável. Tendo em vista que o amplificador não apenas amplifica o sinal desejado, mas o sinal como um todo, ou seja, o ruído também é amplificado. Portanto deve-se escolher uma configuração de ganho apropriada.

O AD630, demodulador síncrono, que é o integrante essencial no amplificador Lock-in, pois é ele que faz a mistura do sinal real., formando o sinal de referência que é inserido.

O OP27G, amplificador de passagem baixa, filtra qualquer ruído no sinal demodulado e produz o sinal de CC desejado que determina o nível de filtragem. Dentro das características técnicas destes circuitos integrados pode-se montar um circuito elétrico.

A Figura 4.1 mostra a primeira montagem do circuito para testes. Tem como interface de comunicação os conectores de entrada do sinal do sensor, entrada do sinal de referência, potenciômetro de ajuste de ganho, alimentação de +/- 15V e saída do sinal processado.



Figura.4.1 Primeira versão do circuito, protótipo do dispositivo Lock-in montado para testes.

4.1.1 Testes iniciais

O amplificador AD620, nos testes preliminares, recebeu o sinal do gerador de funções, simulando o sinal obtido pela sonda magnética e amplificou a sua tensão, conforme os ajustes efetuados no potenciômetro. O funcionamento foi baseado simplesmente em um amplificador operacional não inversor. O Circuito foi alimentado a partir de uma fonte de energia +/- 15V com filtros de passa baixa, conectados a cada fonte para filtrar qualquer ruído circulante, indesejável. O capacitor de disco funcionou evitando flutuações no sinal ao realizar demodulações na estrada. Um sinal de referência, também fornecido pelo gerador de sinais, foi injetado no desmodulador para a mistura de sinal, uma vez que esse componente é a porta de entrada do sinal para o demodulador.

O demodulador síncrono (AD630) recebeu o sinal de saída do amplificador de entrada e multiplicou com a entrada de referência.

O componente final do amplificador *Lock-in*, o componente OP27, teve a finalidade de filtrar todos os sinais indesejados e produzir um sinal de CC (Corrente Contínua) que indicou a intensidade do campo.

4.2 Calibração

Os testes de calibração foram feitos com o intuito de verificar o funcionamento do dispositivo *Lock-in* desenvolvido em laboratório, que foi chamado de *Lock-in* AJE, para fins de comparação com o *Lock-in* comercial SR830.

A calibração do Hardware indicou quais as melhores condições para que o *Lock-in* AJE mapeie o campo magnético de uma esfera de níquel, sendo estas: sinal de saída na ordem $\sim 1V$; fonte de alimentação de $\pm 12 V$ e ganho ajustado de $1,77 V / mT$, recebendo um sinal de referência de 1000 Hz quando interligado ao Magnetômetro do Laboratório de Física PUC-RIO.

O *Lock-In* SR830, com ganho ajustado em 0.228 V / mT , foi interligado ao mesmo sistema utilizado pelo *Lock-in* AJE.

Inicialmente, analisou-se a esfera de níquel após ser magnetizada em campo ambiente. Para obtenção do sinal a ser tratado pelo *lock-in* SR830 utilizando-se um padrão de instalação dos dispositivos envolvidos no processo, conforme o roteiro: filtro, placa da configuração gradiométrica e *Lock-In* SR830, como mostrado na Figura 4.2. Para a leitura dos dados manteve-se a configuração original do aplicativo de controle desenvolvido em plataforma LabVIEW.

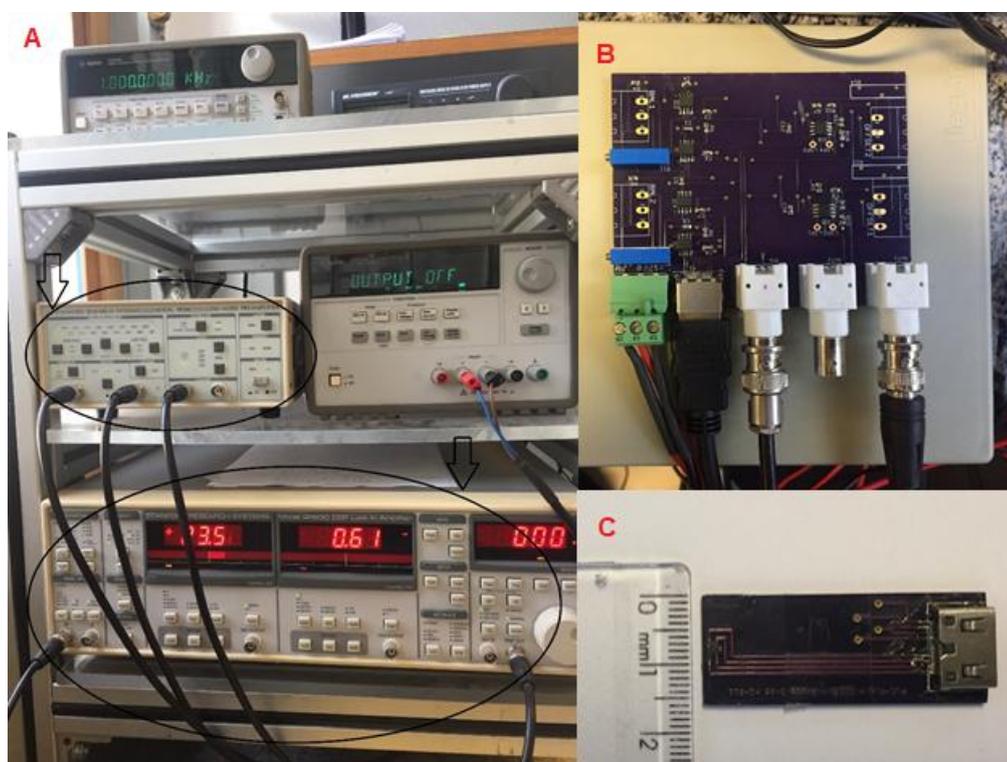


Figura.4.2: Configuração da instalação para teste: A) Lock-in SR830 e filtro B) placa controle da configuração gradiométrica C) Sensor HQ811

Os resultados desta medição foram comparados com os resultados obtidos com o dispositivo experimental, que teve o seguinte padrão de instalação: filtro; placa da configuração gradiométrica e Lock-In AJE, (Figura 4.3). Dessa forma, foram

necessárias alterações na configuração de leitura e ajustes no programa do LabVIEW.



Figura.4.3: Configuração da instalação para teste dispositivo AJE: A) filtro B) placa da configuração gradimétrica e Lock-in AJE C) Sensor HQ811

Os mapas da Figura 4.4 foram obtidos com a configuração e calibração descritas anteriormente.

A comparação entre os mapas mostra que uma similaridade robusta entre os resultados dos dois *lock-in*, apesar do *Lock-in* AJE apresentar uma zona de ruído nas regiões de transição.

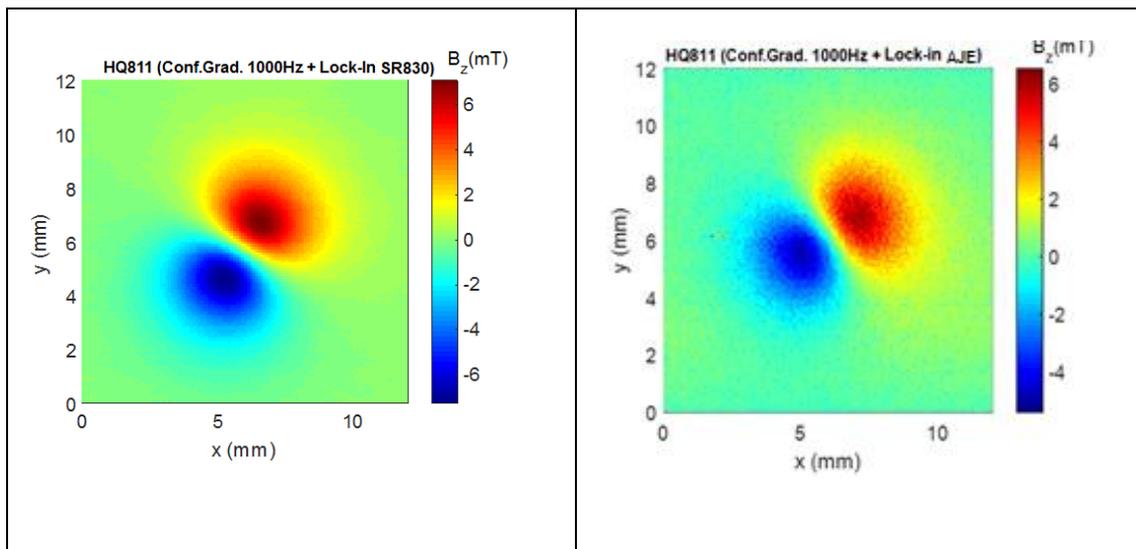


Figura.4.4: Mapa obtido com o Lock-in SR830 e mapa obtido com o Lock-in AJE

Na segunda etapa da calibração, a esfera de níquel foi analisada após ser magnetizada com um campo 0,5 T. Gerando um campo remanente de aproximadamente $\sim 4,0$ mT. Esses mapas foram chamados de Mapas de Campo Alto, no qual foram confeccionados com passos de $100 \mu\text{m}$ (Eixo X e Y) e 200 (Eixo X e Y).

A Figura 4,5 mostra uma comparação dos *lock-in*'s utilizando mapa de campo alto com passos de $100 \mu\text{m}$ para o *Lock-in* SR830 e *Lock-in* AJE sucessivamente.

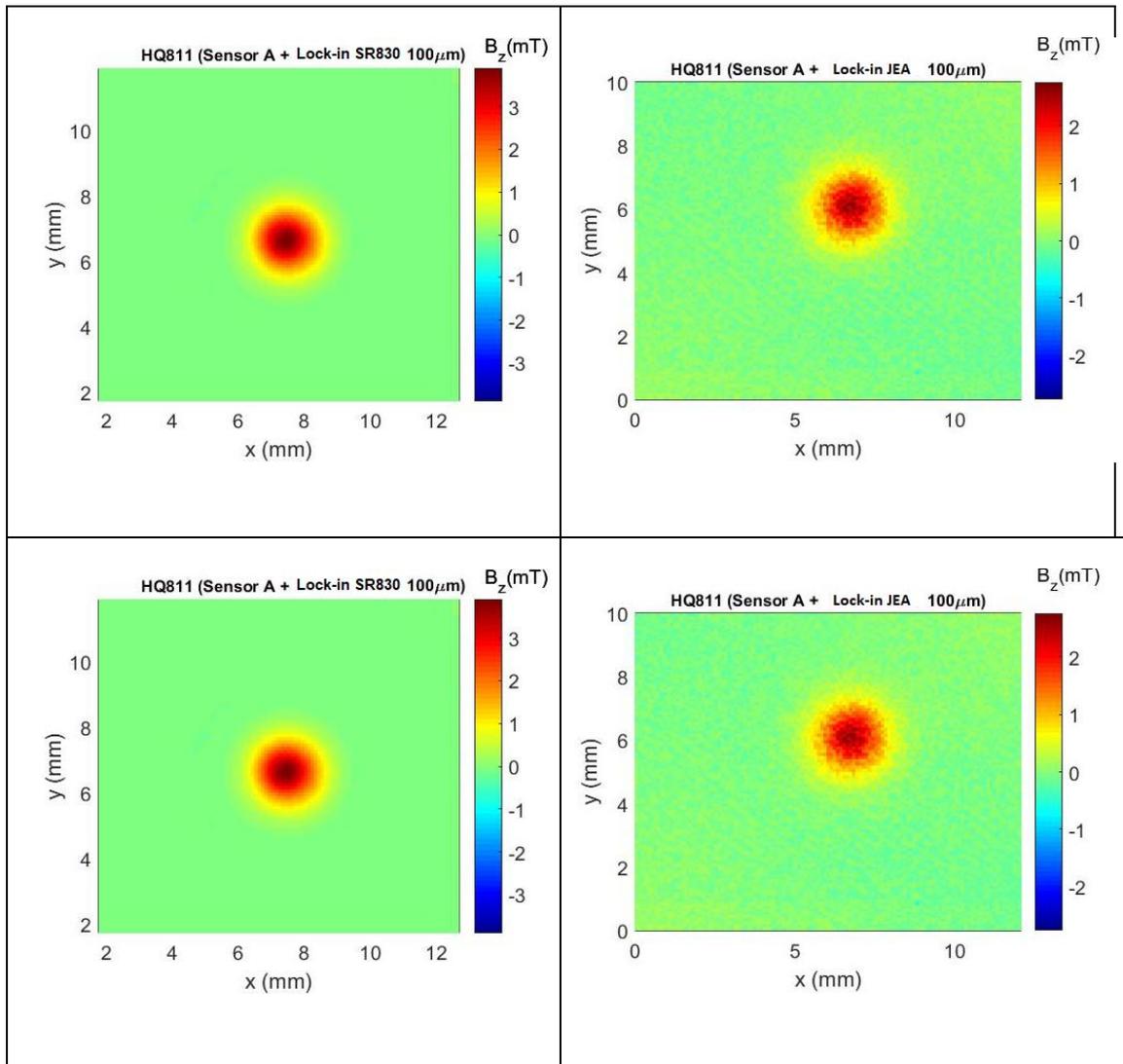


Figura.4.5 Mapas Campo alto para passos 100 μ m a partir do Lock-in SR e a partir do *Lock-in* AJE

Na Figura 4.6 as leituras com passos de 100 μm foram os mesmos observados na ordem das figuras anteriores.

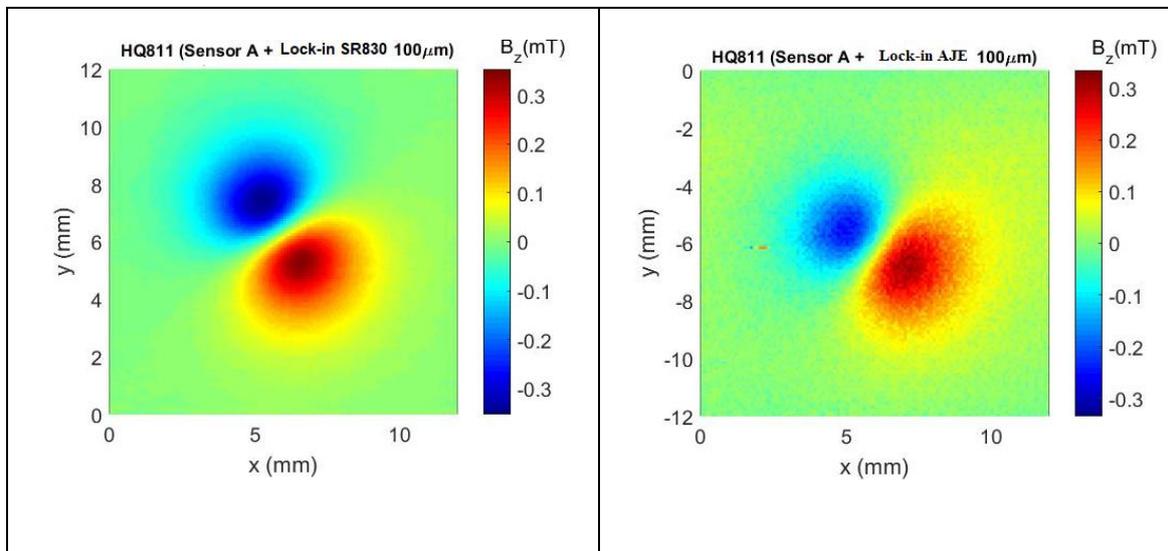


Figura.4.6 Mapas Campo alto para passos 100 μm a partir do *Lock-in* SR 830 e *Lock-in* AJE

Na figura 4.7 têm-se os mapas de campo alto para passos de 200 μm seguindo-se sempre a ordem de observação de *Lock-in* RS830 e *Lock-in* AJE.

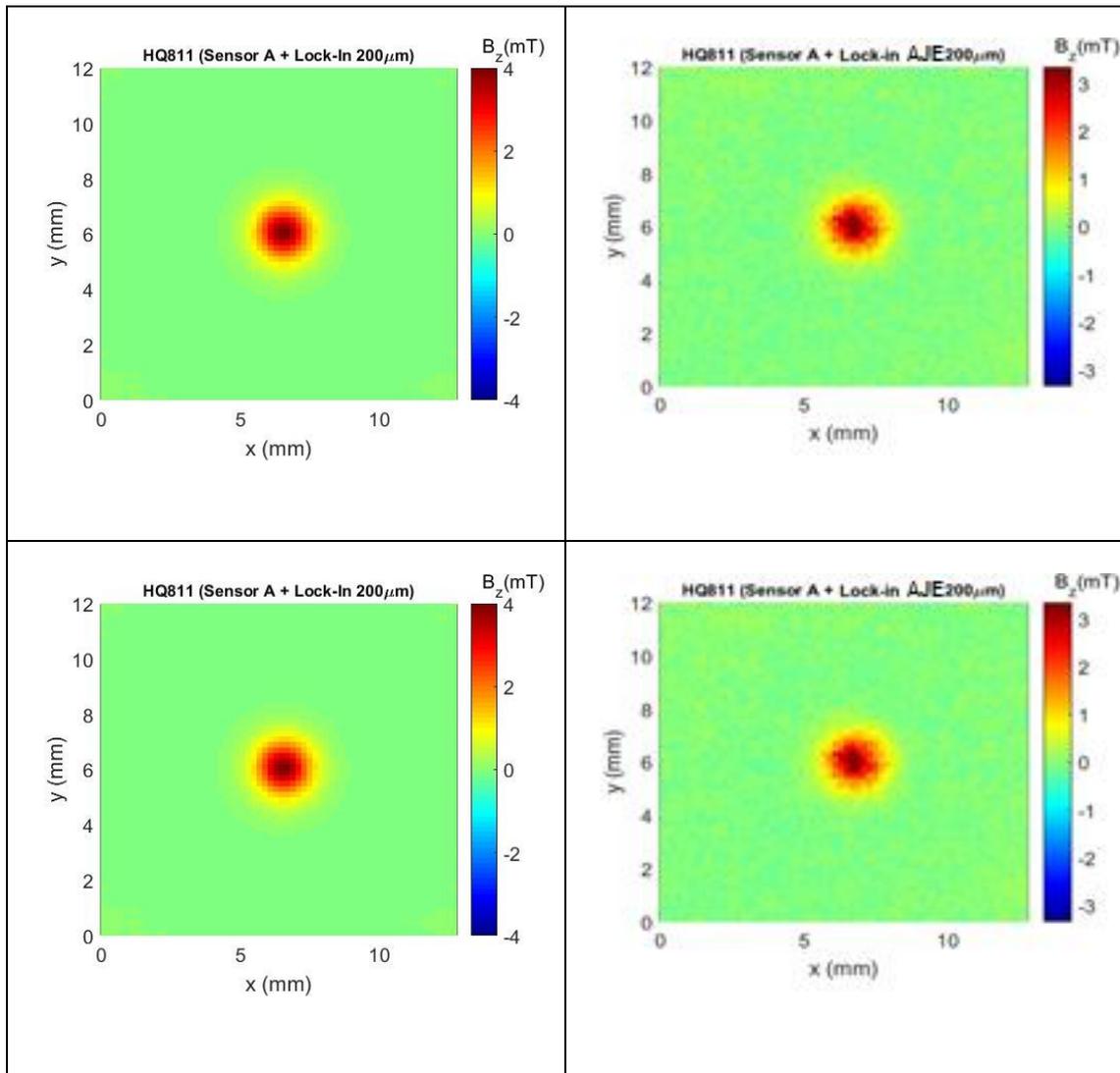


Figura. 4.7 Mapas Campo Alto para passos $200 \mu\text{m}$ a partir do Lock-in SR830 e a partir do Lock-in AJE

Da comparação dos mapas, foi possível observar que os ruídos das zonas de transição diminuiram conforme decréscimo da amplitude dos passos.

E, novamente, a esfera foi desmagnetizada e analisada. Estão, esses mapas foram chamados de mapas de Campo Baixo, aproximadamente $0,3 \text{ mT}$, sempre observado o fato de que a capacidade de medida do Magnetômetro é na ordem de até mT .

A Figura 4.8 mostra os mapas de campo baixo para medidas feita com 100 μm passos para os *lock-in*'s SR830 e AJE consecutivamente:

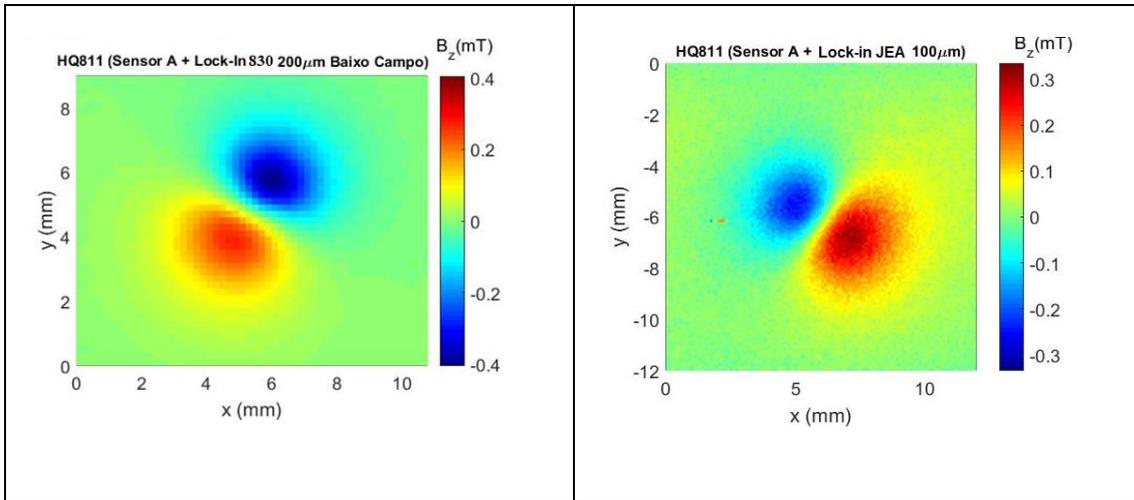


Figura.4.8: Mapas Campo Baixo para passos 100 μm a partir do Lock-in SR 830 e a partir do Lock-in AJE

Para caracterizar o ruído observado nas zonas de transição de intensidade de campo, uma vez que se notou a diminuição do mesmo quando reduzido o passo de leitura, configurou-se a leitura para passos de 50 μm . Mesmo com um tempo de leitura muito extenso, esse recurso mostrou-se bem eficiente para diminuição do ruído apresentado, como pode ser visualizado na Figura 4.9.

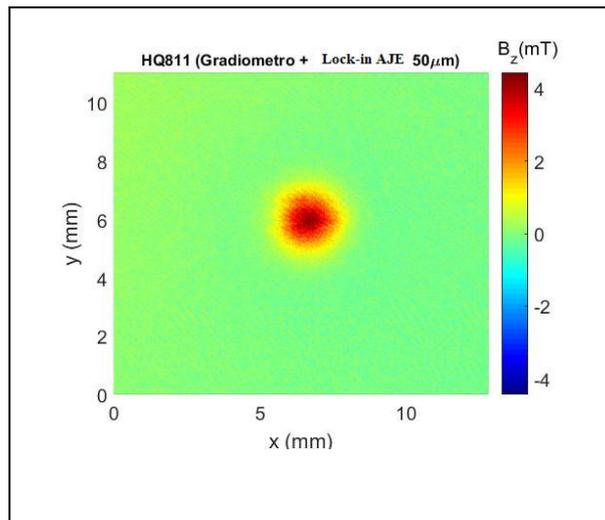


Figura.4.9 Mapas Campo baixo para passos 50 μm a partir do Lock-in AJE

4.3 Aperfeiçoamento

A partir da comparação pode-se notar que o *Lock-in* AJE ainda apresentava um nível alto de ruído nas zonas de transição, o que não chega a representar um problema, mas sim uma indicação da necessidade de aperfeiçoamento com objetivo de atingir um nível de sinal bem mais puro que o obtido nos primeiros testes. Ainda assim esse foi considerado um dispositivo funcional, com condição de substituir o amplificador comercial, para leitura de Mapas de campo magnético em amostras geologias em estudos paleomagnéticos.

As análises dos resultados iniciais, direcionaram para a necessidade reconstrução da placa de circuito eletrônico, desta vez a placa do circuito foi usinada, também, utilizou-se componentes de maior precisão, o potenciômetro foi alterado por outro potenciômetro logarítmico de melhor desempenho, que posteriormente foi ajustado para a melhor posição com base na relação sinal-ruído, ajustando, desta forma, o ganho, modificou-se a forma de alimentação da placa e o tempo de aquisição do LabVIEW. A Figura 4.10-a mostra o novo circuito com as alterações descritas, e o conjunto da figura mostra a nova configuração, de recuperação de sinal, para o dispositivo AJE, na aquisição de sinal e confecção de mapas.

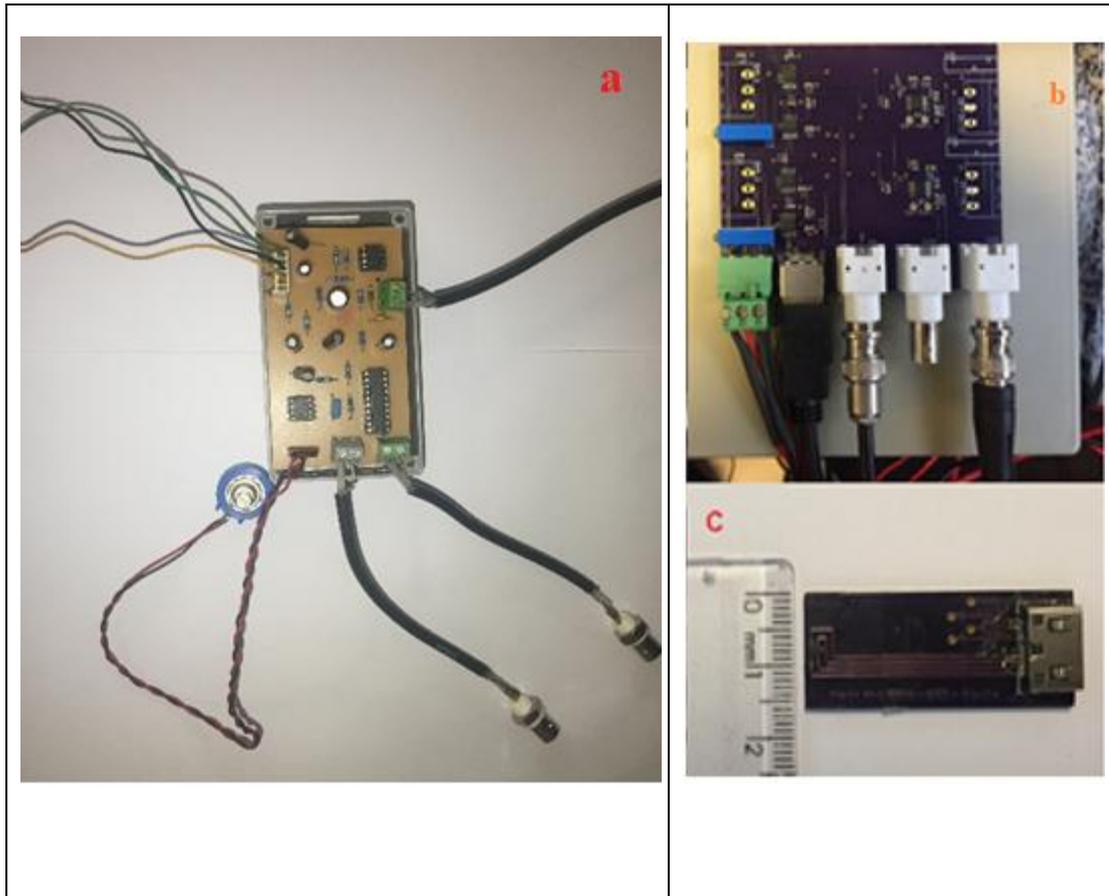


Figura.4.10 a) Circuito AJE aperfeiçoado.,b) circuito gradiométrico, c) sensor Hall

Nesta nova fase, alimentaram-se essas placas com o gerador de funções e não mais com o Lock-In 830, onde concluiu-se não haver a necessidade de utilização de um filtro.

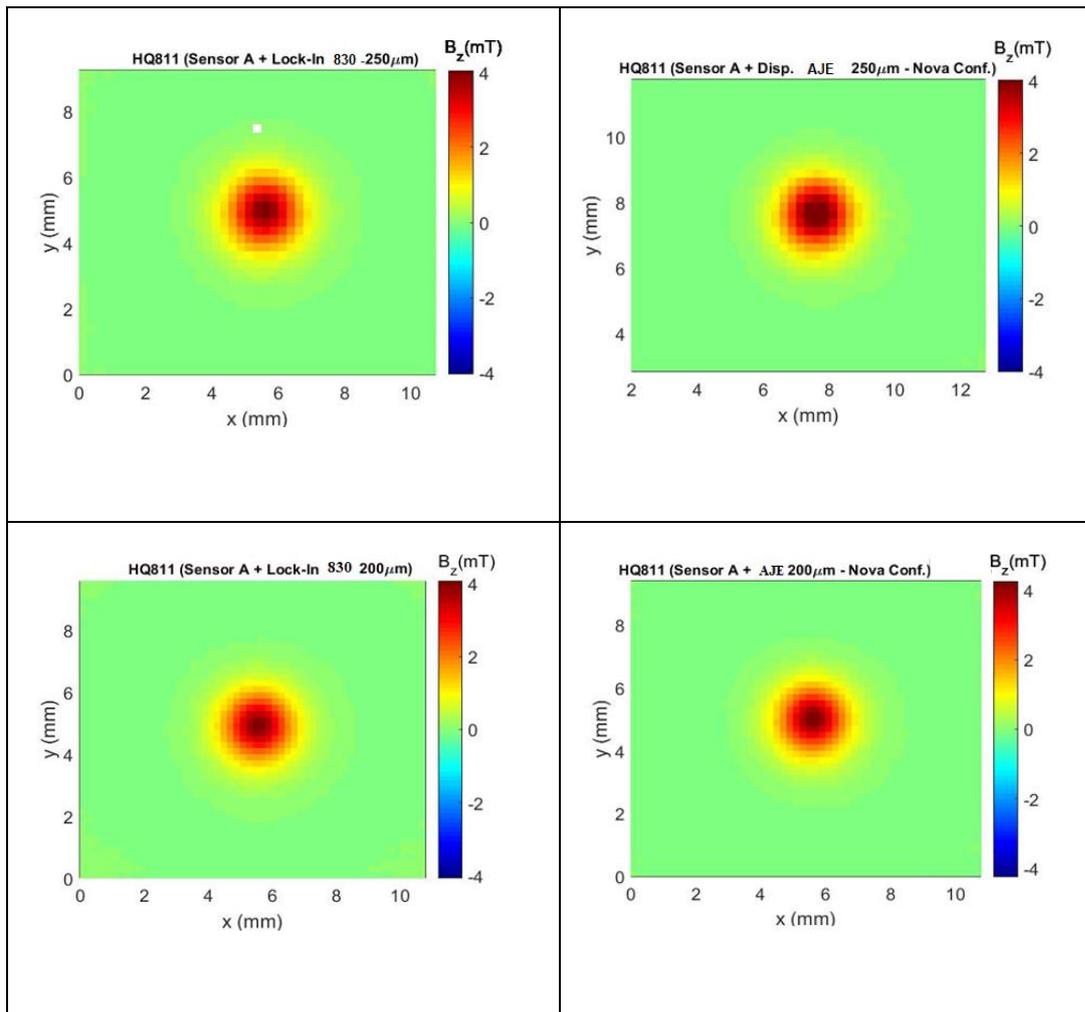
Os testes de calibração foram repetidos seguindo as configurações aqui descritas:

Dispositivo AJE (Com ganho ajustado de $1,25 \text{ V} / \text{mT}$) conectado a placa de configuração gradiometria e, ao Gerador de Funções, com alimentação de 1.0 V e sinal de referência em 1.0 kHz .

Lock-In (ganho de $0.314 \text{ V} / \text{mT}$) conectado a placa da configuração gradiometrica.

Novamente, a esfera de níquel foi analisada após ser magnetizada com um campo 0,5 T, dessa forma, gerando-se um campo remanente de aproximadamente 4,0 mT, que chamamos esses mapas de Campo Alto, em seguida, feitos mapas com passos de 250 μm , 200 μm , 150 μm e 100 μm (Eixo X e Y).

Assim na Figura 4.11, tem-se uma comparação dos mapas de campo alto, obtidos utilizando o *lock-in* 830 e *Lock-in* AJE.consecutivamente.



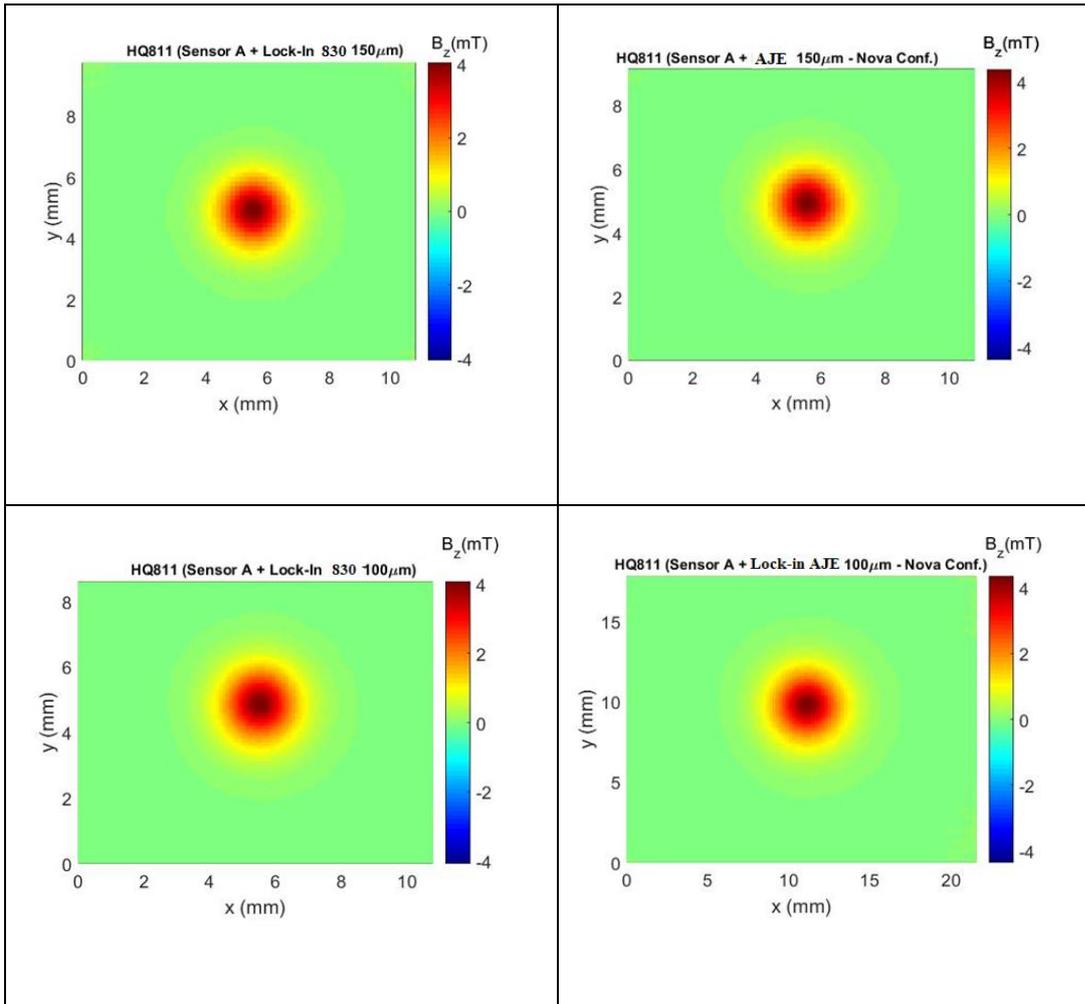
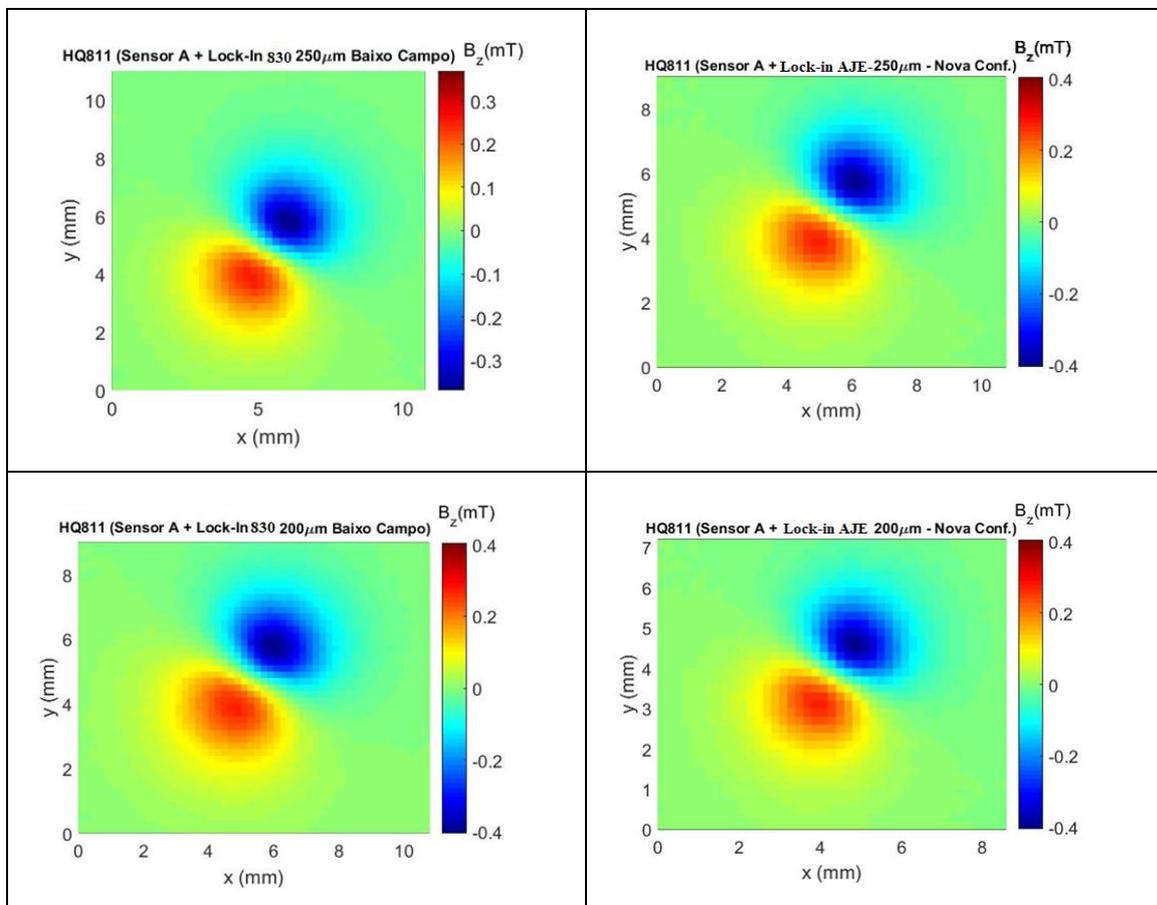


Figura.4.11 Mapas Campo alto para passos $250 \mu m$, $200 \mu m$, $150 \mu m$ e $100 \mu m$ a partir do Lock-in 830 e a partir do Lock-in AJE

Para todas as comparações com campo alto, no dispositivo *Lock-in* AJE, já com as modificações de aperfeiçoamento foram obtidos resultados muito similares, se não com o mesmo desempenho *do Lock-in* SR 830.

Posteriormente essa mesma esfera foi desmagnetizada e analisada. Esses mapas foram chamados de Campo Baixo ($\sim 0,4$ mT). Assim, foram feitos mapas com passos de $250\ \mu\text{m}$, $200\ \mu\text{m}$, $150\ \mu\text{m}$ e $100\ \mu\text{m}$ (Eixo X e Y).

A Figura 4.12 traz a comparação entre os mapas de campo baixo para passos de $250\ \mu\text{m}$



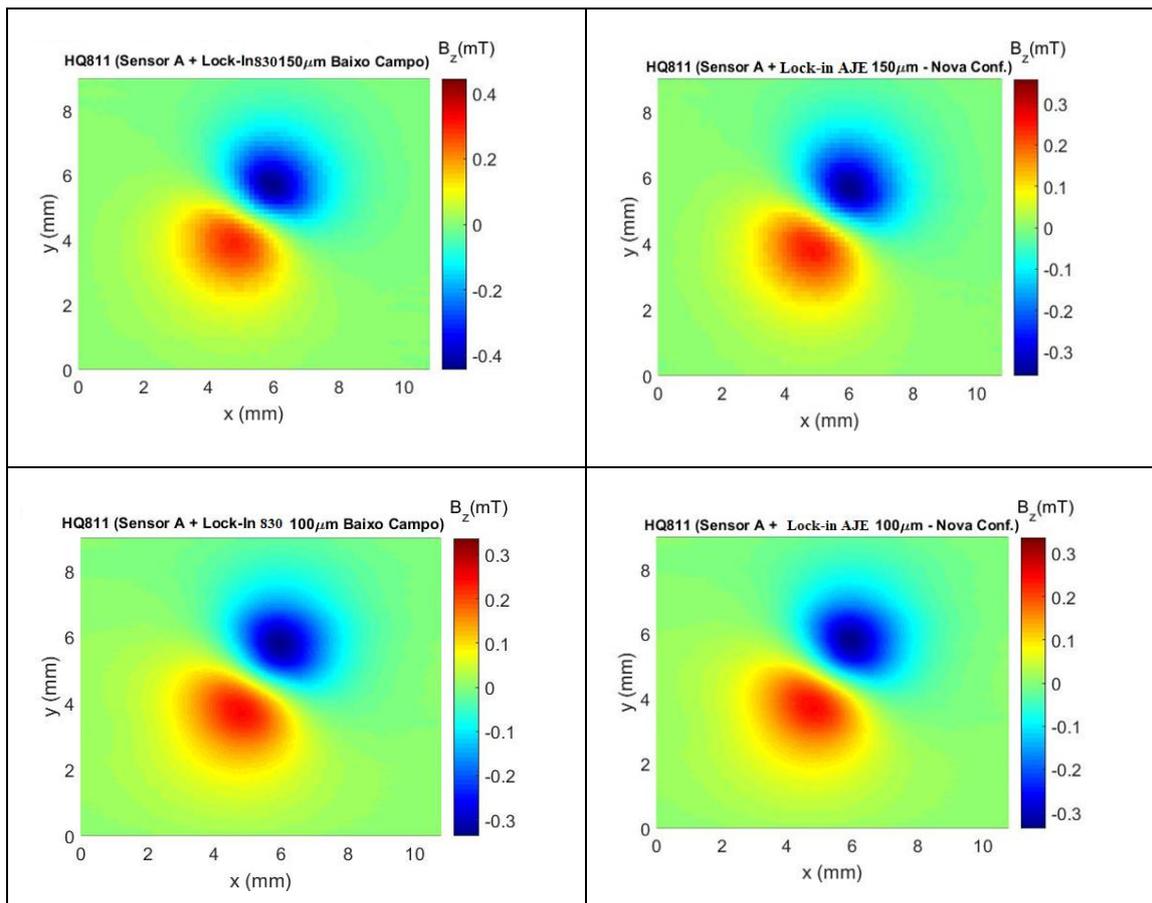


Figura.4.12 Mapas Baixo Campo para passos $250 \mu\text{m}$, $200 \mu\text{m}$, $150 \mu\text{m}$ e $100 \mu\text{m}$ a partir do Lock-in 830 e a partir do Lock-in AJE

Assim, como para os mapas de campo alto, os de campo baixo mostraram a mesma similaridade entre os amplificadores, o que demonstra que os ajustes feitos foram eficientes para correção da fonte de ruídos existente no primeiro protótipo. Portanto, tem-se um dispositivo com a desempenho esperada, para uso em laboratório, sem perdas na qualidade de obtenção de sinais e que traz ainda vantagens de acessibilidade de manutenção e redução de custos de aquisição e manutenção.

Ainda, com o propósito de testar o desempenho do dispositivo AJE em ambiente real, foram obtidos mapas da amostra do basalto Tapirapuã, representados na Figura

4.13, a partir da configuração: Microcopio diferencial Hall conectado ao lock-in SR830. Posteriormente com a configuração Dispositivo AJE (Com ganho ajustado de 1,87 V / mT) , conectado ao magnetometro hall e ao Filtro.

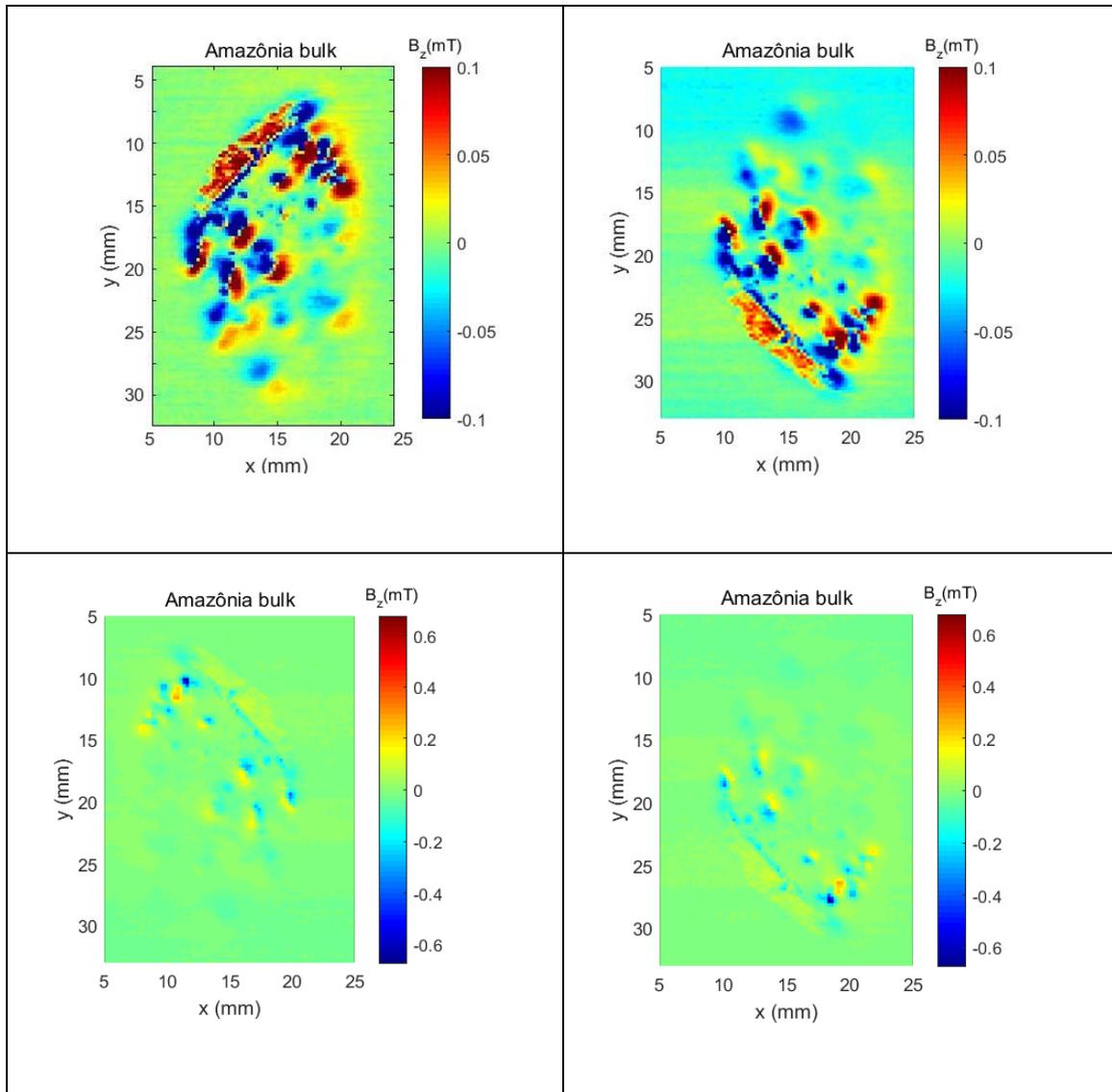


Figura.4.14 Mapas de Campo do basalto Tapirapuã a partir do Lock-in 830 e a partir do Lock-in AJE

Os resultados destes mapas se mostraram satisfatórios, ainda que com alguns ruídos, que não chegam a inviabilizar o mapa obtido, mostra uma similaridade com as medidas feitas com o Lock-in SR830.

Já as amostras de Vredefort apresentaram campos muito baixos na ordem de μT , inviabilizando a aquisição de mapas a partir do dispositivo AJE. Os mapas apresentados na Figura 4.15 foram obtidos através do Lock-in SR 830, e se apresentam bastante ruidosos.

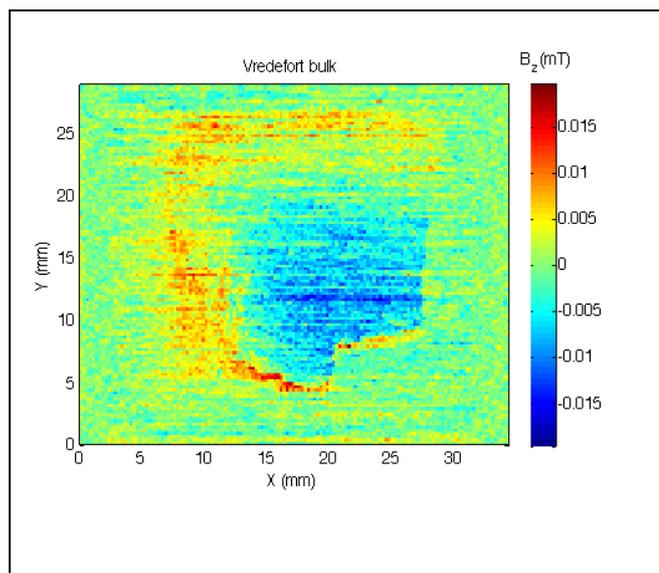


Figura.4.16 Mapa de campo da Amostra geológica Vredefort -África obtido através do Lok-in SR830

5- CONCLUSÃO

A escolha da metodologia aplicada para obter um amplificador com as características desejadas, determinou que se adquirisse um amplo conhecimento de circuitos integrados (CI's) do tipo AmPop (amplificador operacional), uma vez que o mercado oferta milhares de possibilidades destes componentes, isso se tornou um processo de garimpagem, com padrões de filtragem determinados pelas características das sondas utilizadas e dos registros de campo remanente impressos nas rochas, sendo que estes sinais estão na faixa de mT a nT. Determinou-se, também, nesse processo que não era suficiente um circuito simples de amplificação associado a um filtro do tipo passa faixa, montagens bastante comum para uma amplificação mais corriqueiras, é imprescindível o uso de um sistema de ajuste de fase, para garantir que o sinal esteja íntegro na saída do circuito de amplificação. A configuração com os AmPop's mostrou-se bastante adaptável ao aplicativo de controle, desenvolvido em linguagem Labview, existente no Laboratório da PUC-Rio, dispensando o desenvolvimento de um aplicativo próprio ou de visores integrados ao circuito, o que não é impedimento a inserção destes, em circunstâncias de melhoria do sistema.

Na fase de testes, a partir dos resultados obtidos, verificou-se, que deve-se fazer duas análises distintas. Sendo que a primeira, se dá em relação aos cuidados necessários com a montagem e manuseio do hardware e foi direcionada, a partir da observação dos mapas de campo magnético obtidos na fase de calibração, com a esfera de níquel, para a primeira e a segunda montagem do protótipo. Considerando que, os dados a serem trabalhados, são muito sensíveis às interferências magnéticas externas aos sinais de origem, ainda que, o circuito gradimétrico, tenha eliminado as interferências do ambiente, o próprio circuito do amplificador ainda pode gerar ruídos, portanto, é muito importante que se utilize componentes de precisão, faça-se um bom acabamento na usinagem da placa de circuito eletrônico, as soldas devem ser muito bem executadas, eliminando a possibilidade mal contato, e se necessário transportá-lo, deve-se tomar o cuidado de acondicioná-lo de forma segura, evitando fricção e impactos.

Em uma segunda análise, considerou-se os mapas de campo magnético, obtidos a partir de uma amostra geológica, com o sistema já calibrado, levando em conta, que a

associação dos CI's selecionados permite a leitura de campos da ordem de mT. Em casos de magnetizações remanescentes mais baixas, onde o registro é de suma importância para caracterização do tempo e local de formação da rocha, aconselha-se que, além das alterações feitas na sonda magnética, também seja feito um redimensionamento dos AmPOP, o que pode ser feito tanto para cada faixa ou para faixa de ganho total. Nesse caso, vale lembrar que na segunda opção haverá a necessidade de um sistema de filtragem melhor dimensionado, uma vez que será aumentada também a faixa de ruído.

De uma forma geral, o desempenho geral do protótipo AJE se mostrou bastante eficiente, podendo ser comparado ao Lock-in comercial, quanto ao produto final entregue, atendendo assim, os objetivos iniciais deste projeto. Um produto de fácil construção e manutenção, de custo acessível e operacional. No entanto, essas não são as únicas vantagens do dispositivo, que pode ter sua aplicabilidade, dentro do laboratório de geofísica, estendida para amplificação de sinais dentro das mesmas condições de degradação, ou seja, para sinais coletados por sensores diversos, que capturem níveis muito baixos de sinais, sendo que para que isso ocorra, só há a necessidade de uma aplicação para a conversão da tensão medida para a unidade desejada.

6 . REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Araújo. J F D F, Characterization of magnetic nanoparticles, PUC- Rio, Rio de Janeiro. 2017.

Araújo. J F D F, Construção de um magnetômetro Hall para caracterização de partículas magnéticas utilizadas em ensaios imunológicos, PUC- Rio, Rio de Janeiro. 2009.

Araújo, J. F. D. F. Construção de um Magnetômetro Hall a baixa temperatura para caracterização de nanopartículas magnéticas. Tese (doutoramento em física) Departamento de Física da Pontifícia Universidade Católica (PUC- Rio), Rio de Janeiro. 2013.

Barros, M. A. S., Mizusaki A. M. P. , Weska, R. K. , Borba, A. W., Chemale F JR. Costa, E. C., Petrografia, Geoquímica, Análises Isotópicas (Sr, Nd) e Geocronologia Ar-Ar dos Basaltos de Tapirapuã (Tangará da Serra, Mato Grosso, Brasil), Pesquisas em Geociências, 33 (2): 71 - 77, 2006 Instituto de Geociências, UFRGS ISSN 1807 -9806 Porto Alegre, RS – Brasil.

Bertotti, G, Hysteresis in Magnetism , INRIM - Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica, Itália 1998 - 558 páginas.

Blakely , R. J. ,Potential Theory in Gravity and Magnetic Applications., Cambridge University Press, 13 de set de 1996

Butler R. F., Bazard, D. R, Paleomagnetism of the Middle Jurassic Summerville Formation, east central Utah 10 April 1992.

Callister, W. D., Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. John Wiley & Sons, Inc., 2002.

Chapman S. and Bartels , J.,Geomagnetism. Vol. I. Geomagnetic . London (Sir Humphrey Milford, Oxford University Press), 1940, 8°. Pp.

Dedavid. B A, Gomes. C I, Machado. G, Microscopia Eletrônica de Varredura, Aplicações e Preparação de Amostras, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre- 2007.

Doering. A. L, Mauro. P , Nicolotti P. Propriedades Magnéticas Dos Materiais, Universidade Do Vale Do Itajaí, 2010.

Duff G F D, Naylor. D, Differential Equations of Applied Mathematics Jwang Yuan Publishing Company, 1970 - 433 páginas

Dunlop, D. J. & Özdemir, Ö. Rock Magnetism: fundamentals and frontiers. Cambridge Studies in Magnetism Cambridge, New York, Cambridge University Press. 573 pp, 1997.

Fleish, Daniel A. A student's Guide to Maxwell's Equations. 1.ed. New York: Ed. Cambridge University Press, 2008. 134 p.

Fortaleza. L G S , Homogeneização das Características de Fase de Amostras Gmi para leitura Gradiométrica, Pontifícia Universidade Católica Do Rio De Janeiro - PUC-RIO- 2013.

Hinze, J.W., Vonfresse, R., R., B., Saad, A., H. Gravity and Magnetic Exploration Principles, Practice and Applications. Cambridge University Press, New York. 512p, 2013.

Lima. E A , Paleomagnetismo em Alta Resolução: Do Centímetro ao Micrômetro , Massachusetts Institute of Technology-2016

Lima. E A , Bruno A C , Carvalho H R , and Weiss. B P , Scanning magnetic tunnel junction microscope for high-resolution imaging of remanent magnetization fields, Department of Earth, Atmospheric and Planetary Sciences, Massachusetts Institute of

Technology, Cambridge, MA 02139, USA , Department of Physics, Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro , Brazil 2014.

Lowes. F J, Do Magnetometers Measure B or H?, The University, Newcastle upon Tyne NE1 7RU, U.K. Search for more papers by this author First published: April 1974.

Lowrie, W. Viscous remanent magnetization in oceanic basalts. *Nature*, v 243, p. 27-30., 1973.

Marcos, V. V.,Estudio paleomagnético de las peridotitas de Ronda-Málaga, Universidad Complutense de Madrid Facultad de Ciencias Físicas Departamento de Física de la Tierra, Astronomía y Astrofísica I, 2002.

Merrill, R.T., McElhinny, M.W., McFadden, P.L., 1998. The Magnetic Field of the Earth: Paleomagnetism, the Core, and the Deep Mantle. International Geophysics Series, vol 63, Academic Press.

Nunes .R A A, ALBUQUERQUE .M P, O Amplificador Lock-In- Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Rio de Janeiro-RJ, 2007.

Padilha, A. F. Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades. Curitiba. Hemus Livraria, 2000. 350 p.

Petry.C. A. ,Força Magnetizante, Histerese Força Magnetizante, Histerese e Perdas Magnéticas e Perdas Magnéticas, Florianópolis, setembro de 2007.

Sandwell. D T and Smith W. H. F, 2009, Global marine gravity from retracked Geosat and ERS-1 altimetry: Ridge segmentation versus spreading rate: Journal of Geophysical

Sandwell. D T, and Smith.W H F, 2005, Retracking ERS-1 altimeter waveforms for optimal gravity field recovery: Geophysical Journal International, 163, no. 1, 79–89,

Stanford Research Systems modelo SR830,

Tauxe. L, Banerjee. S K, Butler. R F, Essentials of Paleomagnetism, 4th Web Edition,
2016.