

**CENTRO DE CIENCIAS APLICADAS Y DESARROLLO
TECNOLÓGICO, UNAM.**

**Guía de operación para el sistema de medición del
campo crítico de propagación y temperatura de Curie**

M. Esther Mata Zamora
Benjamín Valera Orozco



Proyecto: Instituto de Ciencia y Tecnología del Distrito Federal, PIFUTP08-123

Ciudad Universitaria, México D. F.
Diciembre 2010

Guía de operación para el sistema de medición del campo crítico de propagación y temperatura de Curie

M. Esther Mata Zamora, Benjamín Valera Orozco
Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, UNAM

RESUMEN

Se describen los principios de operación de un equipo diseñado para evaluar la permeabilidad magnética inicial y temperatura de Curie. El propósito fundamental de estas notas es dejar documentada una guía del procedimiento de medición para que los posibles usuarios dispongan de los parámetros ajustables e intervalos de operación del equipo.

Palabras clave: *Ferritas, Permeabilidad magnética inicial, Temperatura de Curie.*

INDICE

Introducción	1
1. Medición de curvas de voltaje	2
2. Medición de la T_C	6
3. Notas importantes para el procedimiento de la medición	8
Anexo A1	9
Agradecimientos	11
Referencias	11

Introducción

Los materiales ferromagnéticos se caracterizan entre otras cosas por tener sus momentos magnéticos atómicos acoplados sin necesidad de campo magnético externo, formando grandes regiones con orientación paralela de los espines electrónicos, y por lo tanto con los momentos magnéticos paralelos. Cuando la temperatura tiende a aumentar la agitación térmica hace desaparecer el ferromagnetismo. Para cada sustancia ferromagnética, existe una temperatura denominada temperatura de Curie, por encima de la cual la sustancia se vuelve paramagnética como consecuencia de que la agitación térmica contrarresta las fuerzas de interacción entre los espines electrónicos. Existen varios métodos para la determinación de la temperatura de Curie entre los que se encuentran el magnetómetro de muestra vibrante (Hisamitsu & Kodama 2003), el método balístico (Kaneko 1960) y el anillo de Rowland (Lewowski & Woźniak 1997, Timofeev et al 1999). Otros métodos tienen como base la generación de un campo magnético continuo o alterno en la vecindad de las celdas de calentamiento de equipos en los que se analiza las propiedades térmicas de un material; tales como el Análisis Térmico Diferencial (DSC) (Pager 2004) o el termogravimétrico (TGA) (Játiva et al 2006, Leu et al 1991). Las ventajas o desventajas de usar cualquiera de estos métodos están determinadas por el tipo de material y la disposición de tales equipos en el laboratorio. Dada la importancia de crear infraestructura para la creación de un laboratorio dedicado a la caracterización de propiedades magnéticas en el CCADET, se desarrolló un equipo portátil y de bajo costo con base en el método del anillo de Rowland (Cruz 2008, Montiel et al 2011, Mata et al 2011).

En particular, el método de prueba que usamos, se aplica a materiales magnéticos suaves en los que se mide la permeabilidad inicial mediante la obtención de las amplitudes de los voltajes de excitación y respuesta inductiva en un arreglo de dos embobinados usando como núcleo una ferrita toroidal. Para la obtención de las curvas de magnetización el voltaje de excitación se incrementa partiendo de un voltaje mínimo y hasta alcanzar un voltaje máximo. Éste método de prueba genera un circuito magnético cerrado por el cual circula una corriente (I) en el embobinado primario el cual induce un campo magnético en el embobinado secundario. El flujo magnético inducido (B) en la muestra, es fácilmente medido mediante el segundo embobinado conectado a un circuito digitalizador para cierto rango de frecuencias (10 a 50,000 Hz). La Figura 1 muestra el diagrama de bloques simplificado usado en un sistema típico para medir tanto la permeabilidad magnética inicial como la temperatura de Curie, para más detalles de la descripción y funcionamiento de este sistema vea la referencia (Mata et al 2011).

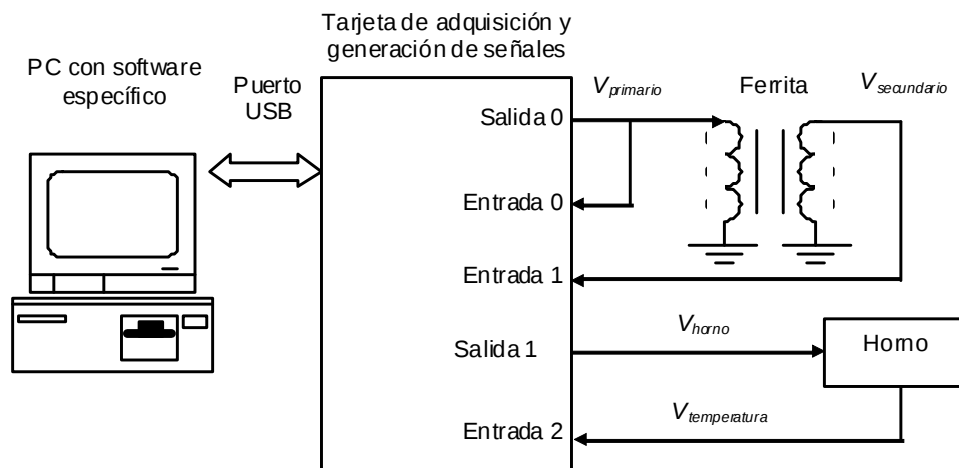


Figura 1. Esquema del sistema para la medición de propiedades ferromagnéticas.

Sobre la misma base del circuito magnético cerrado que se muestra en la Figura 1, se mide la temperatura de Curie a partir del cambio del cociente $V_{secundario}/V_{primario}$ en función de la temperatura (que también es una señal de voltaje ($V_{temperatura}$)). Para elegir los valores de voltaje adecuado se usan los resultados que se obtienen de las graficas de los voltajes digitalizados ($V_{primario}$ contra $V_{secundario}$). Este método, empleado para medir la permeabilidad magnética en función de la temperatura, se fundamenta en consideraciones puramente de los voltajes de inducción y autoinducción de los embobinados del circuito magnético. La ecuación (1) que se obtiene de tales consideraciones indica que la permeabilidad, es un parámetro incluido en la pendiente de la grafica $V_{primario}$ vs $V_{secundario}$; y por tanto es función de los mismos.

En la ecuación (1) (Mata et al 2011), μ es la permeabilidad del material, f es la frecuencia del voltaje de entrada, N_1 y N_2 son el número de espiras de los embobinados primario y secundario, respectivamente; R_p es la resistencia en el circuito primario (no mostrado en el esquema), r_1 y r_2 son los radios externo e interno de la ferrita toroidal que se emplea.

$$\left(V_{secundario} = \mu f N_1 N_2 \frac{h}{R_p} \ln \frac{r_2}{r_1} V_{primario} \right) \quad (1)$$

Si se define la constante que incluye aspectos geométricos y la resistencia R_p , como

$$G = N_1 N_2 \frac{h}{R_p} \ln \frac{r_2}{r_1}$$

Entonces

$$V_{secundario} = G f \mu V_{primario} \quad (2)$$

De la expresión anterior, al graficar en le eje de las abscisas $V_{secundario}/Gf$, la pendiente de la región lineal es directamente el valor de la permeabilidad inicial en unidades de Henrys. La captura automatizada mediante el software desarrollado y el despliegue de los datos en graficas, permite a usuario ir analizando los resultados para determinar los parámetros de la amplitud del voltaje de excitación y frecuencia más apropiados para realizar el experimento de la medición de la T_C .

La figura 2 muestra la conexión física entre el sistema de medición y una ferrita bajo prueba. La nomenclatura de los elementos que se presentan en el esquema se encuentra en el Anexo A.1 que corresponde a la lista de material.

1. Medición de curvas de voltaje

El programa para la medición de las curvas de voltaje en un núcleo de ferrita se llama CampoTc, la dirección para el archivo ejecutable es CampoTc\CampoTc.exe. Al iniciar el programa se despliega una pantalla con cuatro graficas, 3 cajas de texto para el ajuste de parámetros y dos botones para controlar el proceso de medición (ver Figura 3).

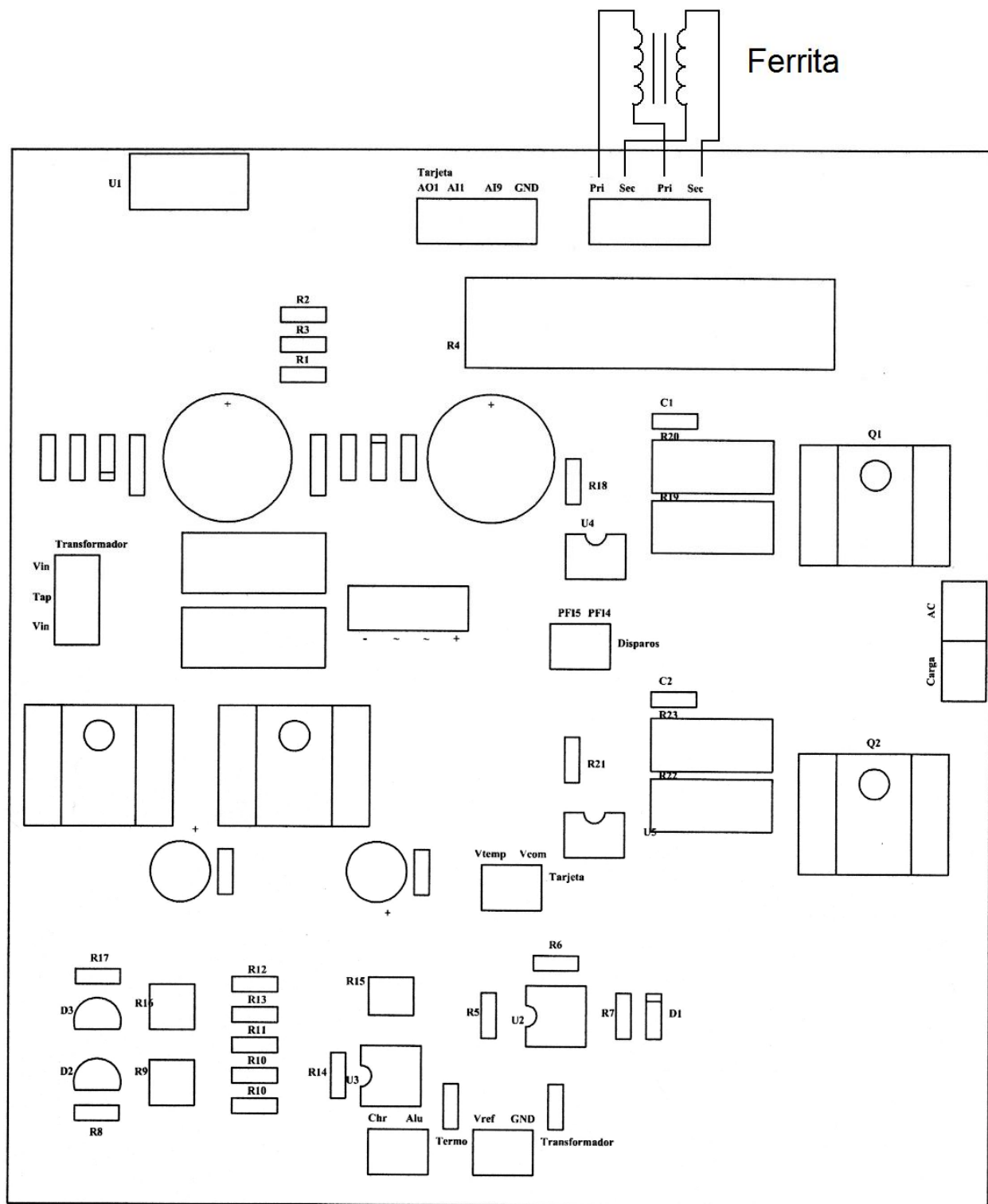


Figura 2. Conexión del sistema de medición.

Las cuatro graficas se actualizan en tiempo real durante todo el experimento y representan lo siguiente:

- La gráfica superior izquierda contiene las muestras que calcula el programa de un ciclo de la señal senoidal contra el tiempo.
- La grafica superior derecha muestra el voltaje primario contra el secundario. Esta gráfica representa el fenómeno de magnetización que ocurre en el material o núcleo de ferrita.
- Las graficas inferiores muestran los voltajes digitalizados en el primario y secundario contra el tiempo.

A la derecha se muestran los parámetros ajustables de entrada a cada proceso de medición:

- Voltaje (0V – 5V): Es el voltaje máximo al cual se realizará la prueba partiendo del voltaje mínimo que puede generar la tarjeta de digitalización. Es importante mencionar que los voltajes del primario en el software de medición no corresponden con el valor ingresado ya que el amplificador del sistema electrónico y la impedancia propia de la ferrita bajo inspección modifican este valor.
- Frecuencia (10Hz – 50,000Hz). La frecuencia de la señal senoidal de excitación fija a la cual se realizará toda la prueba.
- Número de puntos (1 - 200). Es el número de muestras que se obtendrán en el proceso de medición. Además corresponde con el número de puntos en la gráfica superior derecha.

Adicionalmente se cuenta con una barra de progreso de 0 a 100% que indica el avance de la medición y un control de inicio. Una vez terminado el experimento se tiene la opción de copiar los datos en el portapapeles de Windows para posteriormente pegar los mismos en otras aplicaciones.

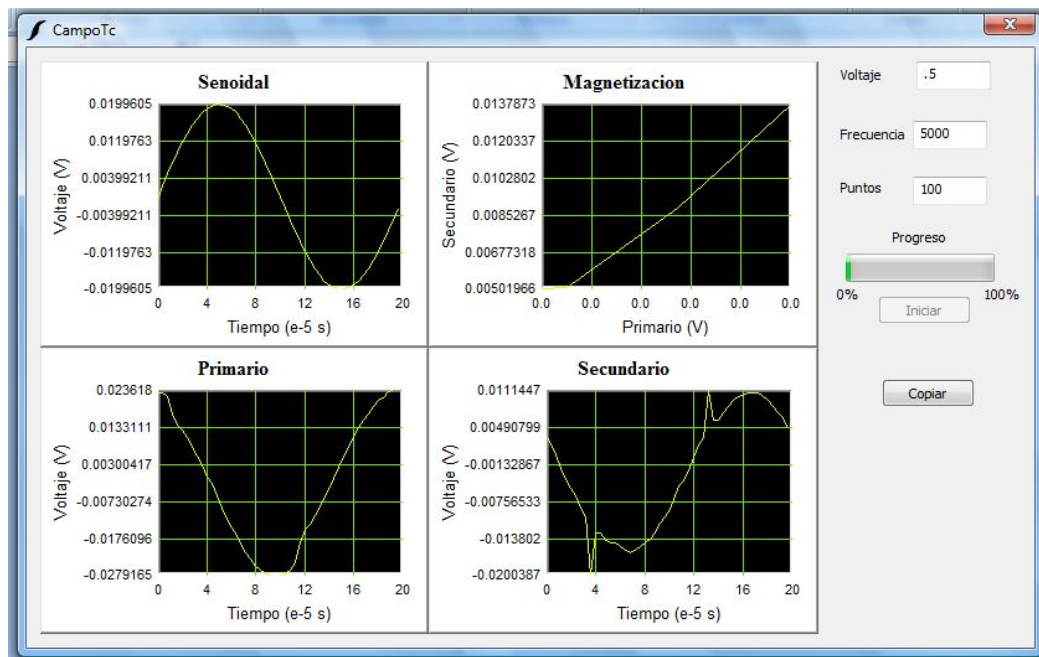


Figura 3. Pantalla del programa de medición de las curvas de voltaje en un núcleo de ferrita.

El voltaje inicial se amplifica tres veces antes de alimentar el circuito primario, así que debe tomarse en cuenta este punto. Otro dato importante es que la corriente que circula por el primario tiene la siguiente expresión

$$i_1(t) = \frac{V_1}{\sqrt{R_p^2 + (\omega L_p)^2}} \cos\left(\omega t - \tan^{-1} \frac{\omega L_p}{R_p}\right)$$

Donde V_1 es el voltaje antes del amplificador, R_p es la resistencia en el circuito primario (12Ω), f ($\omega=2\pi f$) es la frecuencia y L_p la inductancia del embobinado primario. Como se puede observar, la corriente depende tanto de la amplitud del voltaje V_1 como de la frecuencia. El circuito primario forma un circuito pasa bajos con una frecuencia de corte que depende del material que forma el núcleo del embobinado primario (Figura 4).

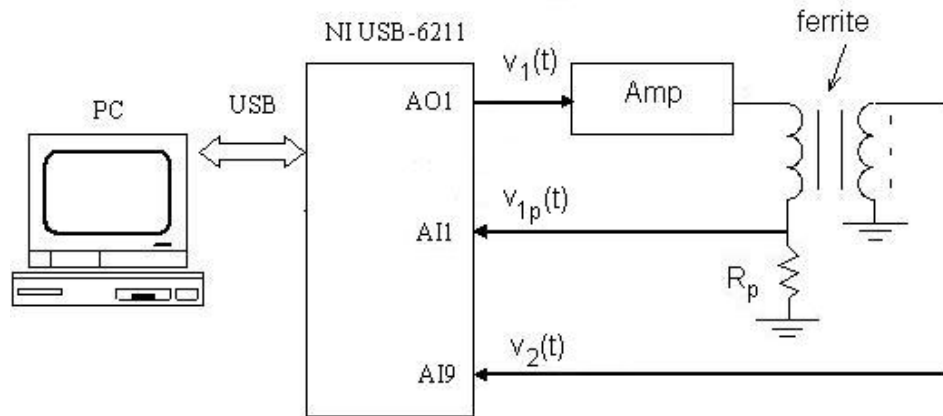


Figura 4. Esquema del sistema para la medición de los voltajes de excitación y de inducción medidos en los embobinados primario y secundario del arreglo experimental.

En la figura 5 se muestra una gráfica típica del voltaje de excitación (primario) contra el voltaje inducido (secundario) para una ferrita suave medida a tres frecuencias y tres voltajes. Este tipo de graficas son las que se obtienen al utilizar el software CampoTc. El usuario debe buscar este comportamiento en el momento de realizar un proceso de medición, ya que de aquí se obtienen los valores de voltaje y frecuencia que aseguran la operación del material en la zona de procesos reversibles. Estos valores de voltaje y frecuencia son importantes para la medición de la temperatura de Curie y para determinar el valor de permeabilidad mediante la ecuación (2).

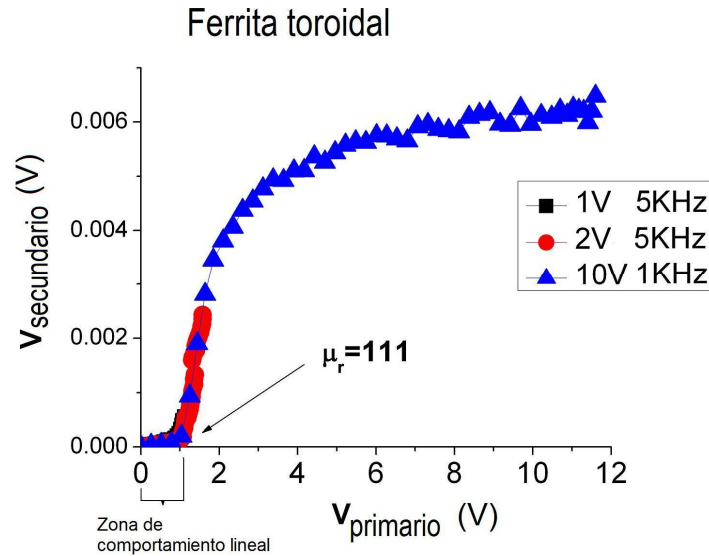


Figura 5. Curva de voltaje de excitación contra voltaje inducido.

2. Medición de la T_c

El programa para la medición de la T_c se llama CampoTcPID y la dirección del archivo ejecutable es CampoTcPID\CampoTcPID.exe. Al iniciar el programa se despliega en la pantalla seis gráficos, las opciones de los parámetros de ajuste y etiquetas que despliegan el estado del proceso, como se muestra en la Figura 6. Estos controles están agrupados en las siguientes tres secciones:

- Estado. Despliega la información de las variables: Hora actual, Temperatura actual en el interior del horno, SetPoint o temperatura objetivo para la siguiente medición y Tiempo empleado en el proceso.
- PID. Despliega la información de las variables: Voltaje calculado por el controlador software PID, Fase de disparo en el dispositivo de energización del horno, y las constantes del controlador PID T_p , T_i , y T_d .
- Parámetros. Despliega los parámetros ingresados mediante el botón cambiar de las siguientes variables de control del proceso: Amplitud final del voltaje primario, Frecuencia de la señal senoidal, Temperatura inicial y Temperatura final del proceso de medición e Incremento en temperatura por pasos discretos desde la temperatura inicial hasta la final.

Algunas recomendaciones y comentarios son los siguientes:

- La Amplitud se refiere al voltaje de entrada v_1 antes del amplificador y su intervalo es de 0V a 5V. Se recomienda que el valor de amplitud para este parámetro sea el valor de amplitud primario en la zona de comportamiento lineal dividido entre 3.
- El intervalo de la Frecuencia es un número entero entre 10Hz y 50,000Hz.
- La Temperatura inicial se recomienda que sea 50 °C.
- La Temperatura final es preferible que no sea mayor a 800 °C.

- El mínimo Incremento de temperatura que se ha probado es 5 °C. En cada incremento de temperaturas se mantienen isothermas por 500 s, en las que se captura un punto momentos antes de pasar a la siguiente isoterma.
- En la parte superior derecha están los controles de *encendido* y *apagando* del programa.
- Adicionalmente se despliega en la parte superior derecha la hora aproximada de terminación de la prueba.

En las seis pantallas se observan las siguientes gráficas con despliegue en tiempo real y actualización cada segundo:

- La grafica superior izquierda muestra el voltaje en el termopar del horno (ya convertido a valores de temperatura) contra el tiempo.
- La gráfica superior central muestra un ciclo del voltaje en el embobinado primario contra el tiempo.
- La gráfica superior derecha contiene las muestras que calcula el programa de un ciclo de la señal senoidal contra el tiempo.
- La grafica inferior izquierda muestra el error entre la temperatura actual y la temperatura objetivo en cada intervalo discreto de tiempo.
- La gráfica inferior central muestra un ciclo del voltaje en el embobinado secundario contra el tiempo.
- La grafica inferior derecha muestra el cociente de voltajes $V_{\text{secundario}}/V_{\text{primario}}$ contra la temperatura, donde se mide la T_C , cuando ocurre un cambio notable en el valor del cociente de voltajes.

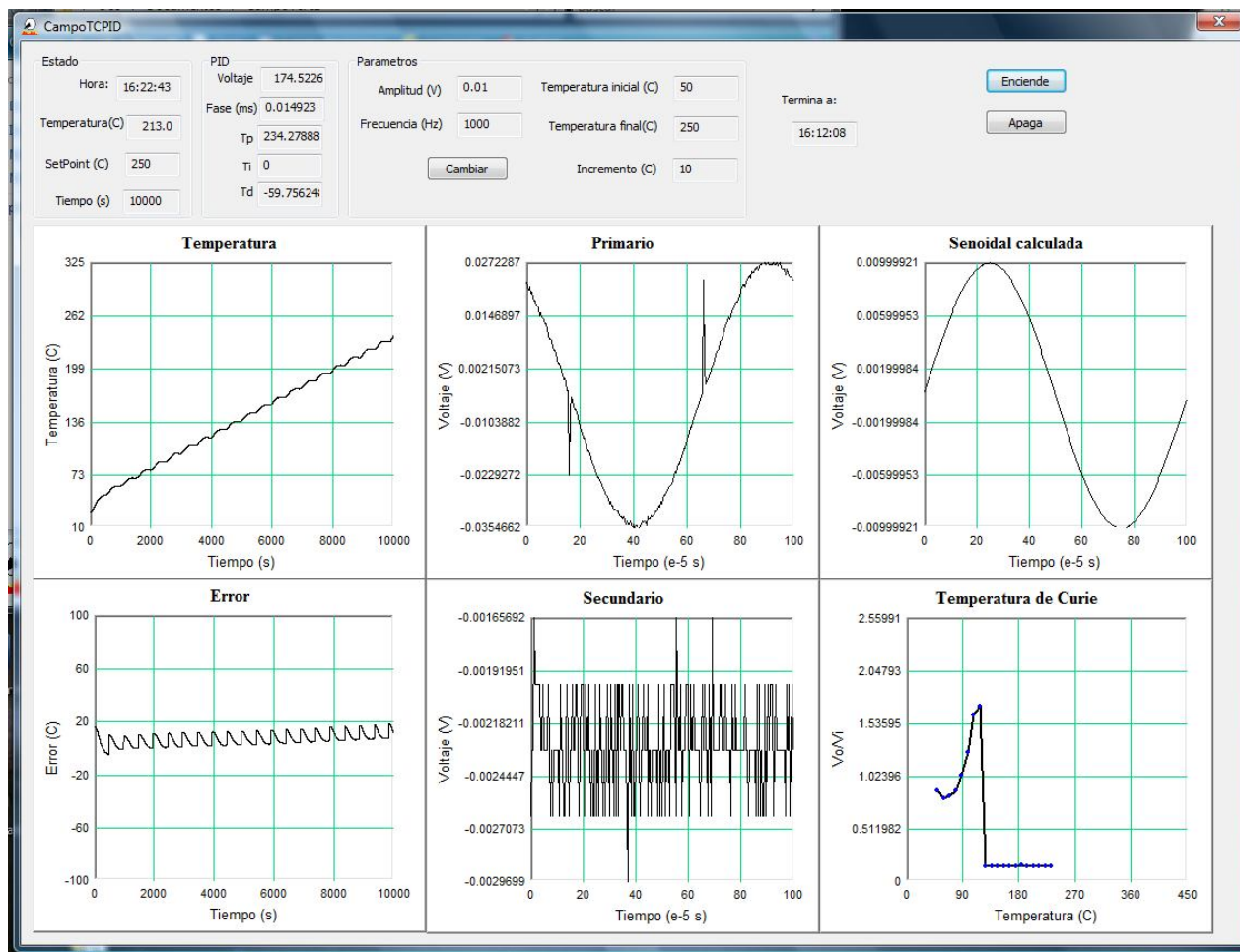


Figura 6. Pantalla del programa para la medición de la T_c .

3. Notas importantes para el procedimiento de la medición

La conexión de los cables de los embobinados en las terminales debe hacerse con todo apagado y desconectado ya que no hay protección a tierra en el equipo.

La resolución en voltaje es de 0.001 (teórico). Se recomienda considerar 0.07V.

Si bien el horno puede alcanzar temperaturas superiores a 800 °C, la temperatura máxima está en función de la temperatura a la cual se deteriora el aislamiento en el embobinado de la ferrita.

Recuerde que el voltaje inicial (V_1) es el voltaje antes del amplificador con ganancia 3.

En el caso de la medición de la T_c la computadora debe estar siempre en encendida y deshabilitada cualquier función de ahorro de energía o protector de pantalla, de otro modo el programa es interrumpido.

Las mediciones están disponibles para su transporte a otras aplicaciones en el archivo de texto llamado "Curie.txt". Es importante mencionar que una nueva medición actualizará el archivo.

A.1. Anexo. Lista de material.

Componente	Descripción	Proveedor
R1	Resistencia de carbón 1k Ω 1/2W	AG Electrónica
R2	Resistencia de carbón 1k Ω 1/2W	AG Electrónica
R3	Resistencia de carbón 2.2k Ω 1/2W	AG Electrónica
R4	Resistencia de alambre RA-.12E/25W	AG Electrónica
R5	Resistencia de carbón 1k Ω 1/2W	AG Electrónica
R6	Resistencia de carbón 1k Ω 1/2W	AG Electrónica
R7	Resistencia de carbón 1k Ω 1/2W	AG Electrónica
R8	Resistencia de precisión 10k Ω 1/4W	AG Electrónica
R9	Trim pot 3386P-1-103	AG Electrónica
R10a	Resistencia de precisión 100k Ω 1/4W	AG Electrónica
R10b	Resistencia de precisión 2.7k Ω 1/4W	AG Electrónica
R11	Resistencia de precisión 422 Ω 1/4W	AG Electrónica
R12	Resistencia de precisión 294k Ω 1/4W	AG Electrónica
R13	Resistencia de precisión 698k Ω 1/4W	AG Electrónica
R14	Resistencia de precisión 100k Ω 1/4W	AG Electrónica
R15	Trim pot 3386P-1-502	AG Electrónica
R16	Trim pot 3386P-1-103	AG Electrónica
R17	Resistencia de precisión 4.7k Ω 1/4W	AG Electrónica
R18	Resistencia de carbón 330 Ω 1/2W	AG Electrónica
R19	Resistencia de carbón 180 Ω 2W	AG Electrónica
R20	Resistencia de carbón 1k Ω 1W	AG Electrónica
R21	Resistencia de carbón 330 Ω 1/2W	AG Electrónica
R22	Resistencia de carbón 180 Ω 2W	AG Electrónica
R23	Resistencia de carbón 1k Ω 1W	AG Electrónica
R24	Resistencia de carbón 220 Ω 1W	AG Electrónica
R25	Resistencia de carbón 220 Ω 1W	AG Electrónica
U1	Circuito integrado LM3875T	AG Electrónica
U2	Circuito integrado TL062CP	AG Electrónica
U3	Circuito integrado LM308N	AG Electrónica
U4	Circuito integrado MOC3011M	AG Electrónica
U5	Circuito integrado MOC3011M	AG Electrónica
U6	Regulador de voltaje L7815CT	AG Electrónica

U7	Regulador de voltaje L7915CT	AG Electrónica
D1	Diodo zener 1N5231B	AG Electrónica
D2	Sensor de temperatura LM335Z	AG Electrónica
D3	Referencia de precisión LM329DZ	AG Electrónica
D4	Puente rectificador RS402L	AG Electrónica
Q1	Tiristor 2N6396	AG Electrónica
Q2	Tiristor 2N6396	AG Electrónica
C1	Capacitor cerámico monolítico CM-.33/50V	AG Electrónica
C2	Capacitor cerámico monolítico CM-.33/50V	AG Electrónica
C3	Capacitor electrolítico CE-2200/63V	AG Electrónica
C4	Capacitor cerámico monolítico CM-.1/50V	AG Electrónica
C5	Capacitor de tantalio CT-.1/50V	AG Electrónica
C6	Capacitor electrolítico CE-100/100V	AG Electrónica
C7	Capacitor cerámico monolítico CM-.1/50V	AG Electrónica
C8	Capacitor electrolítico CE-2200/63V	AG Electrónica
C9	Capacitor cerámico monolítico CM-.1/50V	AG Electrónica
C10	Capacitor de tantalio CT-.1/50V	AG Electrónica
C11	Capacitor electrolítico CE-100/100V	AG Electrónica
C12	Capacitor cerámico monolítico CM-.1/50V	AG Electrónica
T1	Transformador 30 V 4 A	Varios
T2	Transformador 6V TR06-500	Steren
J1-J10	Terminal con 2 tornillos TRT-02	Steren
Q1-2,U6-7	Disipador de calor TO-200	Steren
U2,3,4,5	Base para circuito impreso IC8P	Steren
F1, F2	Portafusible europeo para circuito impreso	Varios

Agradecimientos

Este trabajo fue realizado gracias al financiamiento del Instituto de Ciencia y Tecnología del Distrito Federal (ICyTDF), PIFUTP08-123.

Referencias

Cruz R, 2008, Desarrollo de un sistema de medición del campo crítico de propagación y la temperatura de Curie en ferritas. Tesis de licenciatura, UNAM, México.

Hisamitsu, T & Kodama, 2003, 'Rock magnetic calibration for Curie temperature among different magnetometers installed in the Centre for Advanced Marie Core Research, Kochi University/JAMSTEC', Frontier Research on earth evolution vol. 2, pp.1-9, <<http://www.jamstec.go.jp/ifree>>.

Játiva J A, Ortiz E, Trochez J C, Vargas-Hernández C, Jurado J F 2006, 'Estudios estructurales, termogravimetría y calorimetría en $\text{La}_{0.5}\text{Sr}_{0.5}\text{MnO}_3$ cerca de la transición PM-FMM', Revista Colombiana de Física vol. 38, No. 3, pp. 1058-1061.

Kaneko T 1960, 'The change of Curie temperature of Iron-Nickel alloys due to hydrostatic pressure', J. Physical Society of Japan vol. 15, No. 12, pp. 2247-2251.

Leu M S, Tsai, C S, Lin CS, Lin S T 1991, 'The determination of Curie temperature by differential scanning calorimetry under magnetic field', IEEE Trans. Magn. Vol. 27, No.6, pp. 5414-5416.

Lewowski, T & Woźniak, K, 1997, 'Measurement of Curie temperature for gadolinium: a laboratory experiment for students', Eur. J. Phys., Vol. 18, pp. 453-455.

Mata-Zamora M E, Valera-Orozco B, Montiel H 2011, 'Determinación de la permeabilidad inicial en ferritas suaves con el método modificado del anillo de Rowland', Revista de Superpies y Vacío.

Montiel H, Mata E, Valera B, Cruz R, 2011, *Sistema de medición del campo crítico de propagación y temperatura de Curie en materiales ferromagnéticos*, Informe Técnico II-TECC-2009-014, CCADET, México.

Pager P, Trochez J C, Ortiz E 2004, 'Observación de la temperatura de Curie en el TGA y medida de la contribución magnética al calor específico del níquel', Revista Colombiana de Física vol. 36 No. 1, pp. -9.

Timofeev YA, Mao Ho-Kwang, Struzhkin V, Hemley RJ 1999, 'Inductive method for investigation of ferromagnetic properties of materials under pressure', Rev. Sc. Instruments vol. 70, No. 10, pp. 4059-4061.