



# IMPLEMENTAÇÃO DE SISTEMA PARA OBTENÇÃO DE RASTREABILIDADE DE GRANDEZAS MAGNÉTICAS ESTÁTICAS

*Ramon Valls Martin*<sup>1</sup>

<sup>1</sup> IPT-Instituto de Pesquisas Tecnológicas, São Paulo, Brasil, ramon@ipt.br

**Resumo:** A rastreabilidade de grandezas magnéticas é deficiente no Brasil, apesar da crescente importância desta área numa ampla variedade de aplicações tecnológicas. A sua implementação parte de padrões primários, cuja operação é baseada no fenômeno de ressonância magnética nuclear. Padrões secundários, como bobinas e gaussímetros, transferem esta rastreabilidade para instrumentos de trabalho utilizados nas indústrias. O IPT desenvolveu uma série de atividades nesta área nos últimos anos a fim de contribuir com o esforço nacional para suprir esta lacuna, e está buscando atualmente parceiros para consolidar suas capacitações e execução de programas interlaboratoriais. Inicialmente o foco está na faixa de densidades de fluxo magnético estático compreendida entre 2,5 T e 1  $\mu$ T, na qual recai a maior parte das aplicações tecnológicas e industriais.

**Palavras chave:** campo magnético, magnetismo, indução magnética, padrão NMR.

## 1. INTRODUÇÃO

A intensidade de campo magnético ( $H$ ) e a densidade de fluxo magnético ou indução magnética ( $B$ ) são grandezas magnéticas sempre presentes em aplicações tecnológicas como a caracterização de materiais magnéticos, inspeção de componentes e ensaios não destrutivos, prospecção de minerais, e mesmo imagens médicas. Apesar da crescente quantidade e importância das aplicações, no Brasil a rastreabilidade destas grandezas não tem a mesma disponibilidade daquela observada para as grandezas elétricas. Internacionalmente foi adotado o uso do fenômeno de ressonância magnética nuclear (RMN) para a realização do tesla (T), que é a unidade da indução magnética [1]. As medidas obtidas através de RMN dependem apenas de constantes físicas, que transferem a rastreabilidade para grandezas de tempo e frequência.

Uma cooperação internacional entre o IPT e o Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB – Instituto Nacional de Metrologia da Alemanha) permitiu a realização de um estágio em seus laboratórios de metrologia magnética para verificar como é obtida esta rastreabilidade.

## 1.1 Princípio de operação do magnetômetro RMN

Partículas que possuem spin e momento magnético, precessionam quando submetidas a campos magnéticos. Quando excitadas por um sinal de RF, estas partículas absorvem energia em uma frequência característica (Larmor), proporcional à intensidade do campo magnético aplicado. A constante de proporcionalidade  $\gamma$  é conhecida como constante giromagnética, e é uma constante física determinada com grande exatidão para cada tipo de partícula. O valor desta constante é recomendado pelo Committee on Data for Science and Technology (CODATA) [2]. Para prótons, esta relação pode ser expressa por (1):

$$f = 42,576396 * B \quad (1)$$

$f$  - frequência em MHz

$B$  - módulo da indução magnética em T

Para determinar  $B$ , mede-se a frequência de precessão dos prótons contidos numa amostra rica em hidrogênio. Esta amostra pode ser uma ampola preenchida com água, hidrocarbonetos, ou simplesmente um pedaço de borracha. A amostra é envolta por uma bobina de RF, que faz parte de um circuito ressonante. Quando a frequência de excitação é próxima à da precessão, a absorção de energia pelos prótons provoca uma alteração do fator de qualidade do circuito ressonante. O tênue sinal resultante (ordem de  $\mu$ V) pode ser detectado, desde que cuidados sejam tomados para maximizar a relação sinal/ruído do sistema de medição.

## 2. DELINEAMENTO DO SISTEMA E MONTAGEM DOS ARRANJOS EXPERIMENTAIS

A implementação do sistema é mostrada esquematicamente na figura 1. Para a construção de padrões primários, ou absolutos, basicamente é necessário gerar um campo magnético muito estável e homogêneo, e medir a sua intensidade através de magnetometria RMN, que tem incertezas da ordem de 10 ppm. O campo deve ter características adequadas, já que em sistemas RMN a não homogeneidade do campo deteriora rapidamente a relação sinal/ruído.

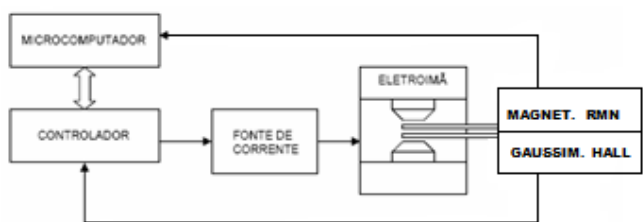


Fig. 1. Esquema para implementação de um padrão de campo magnético.

A disseminação da rastreabilidade é feita através de calibração de padrões secundários até chegar à calibração de instrumentos industriais que têm incertezas típicas de 1%. Neste caso, a configuração é semelhante àquela da figura 1, mas o magnetômetro RMN pode ser substituído por um gaussímetro de alta qualidade com incertezas da ordem de 0,1%. Na tabela 1 estão resumidas as necessidades de geração e medição para implementar um sistema prático para obtenção de rastreabilidade num amplo espectro de intensidades.

Table 1. Geração e medição do campo magnético em função da faixa de intensidades.

Intensidade	Geração de campo	Medição
2,5 T – 50 mT	Eletroímã com núcleo ferromagnético	NMR de absorção (Teslameter comercial)
3 mT – 50 mT	Eletroímã com núcleo de ar refrigerado à água	NMR de absorção não comercial
100 $\mu$ T - 3 mT	Bobina de precisão	NMR de livre precessão ou absorção em fluxo contínuo de água
1 $\mu$ T – 100 $\mu$ T	Bobina de precisão com sistema de cancelamento do campo geomagnético	NMR de livre precessão ou absorção em fluxo contínuo de água
< 1 $\mu$ T	Bobinas de precisão e câmaras blindadas	Indireta, pela medida de corrente em bobina calibrada, e medidas relativas com magnetômetros flux-gate, ou criogênicos ( Squid )

## 2.1 Intensidades entre 2,5 T e 50 mT

Nesta faixa, a abordagem do problema de rastreabilidade partiu de um magnetômetro RMN projetado e construído artesanalmente [3]. Através deste instrumento foi possível obter incertezas de 100 ppm na medição de campos produzidos por um eletroímã. A figura 2 mostra este sistema e alguns dos *probes* construídos para frequências diversas. A geração do campo é feita pelo eletroímã mostrado na figura 3.

Numa etapa posterior, para diminuir as incertezas de medição foi adquirido um teslameter PT 2025 (Metrolab - Suíça) com uma incerteza absoluta de 5 ppm declarada pelo fabricante. Um conjunto de cinco *probes* cobrem a faixa de 40 mT a 3 T. Para gerar o campo foi usado um eletroímã LEP/100-4S (Laboratorio Elettrofisico - Itália) alimentado por fonte estabilizada HP8864 de 50V/100A. Para a referência secundária foi utilizado um gaussímetro 475DSP

(Lake Shore – EUA) com um *probe* tipo Hall e incerteza de 0,15%. Este gaussímetro, em conjunto com um controlador proporcional (P) e integral (I), controla uma fonte principal e outra fonte secundária (ajuste fino) formando uma malha de realimentação. Se os parâmetros P e I do controlador estiverem ajustados corretamente, o nível de estabilidade do campo depende basicamente da qualidade do sensor Hall. Foi possível estabilizar o campo gerado em pelo menos 100 ppm, dentro das severas condições exigidas pela magnetometria RMN.

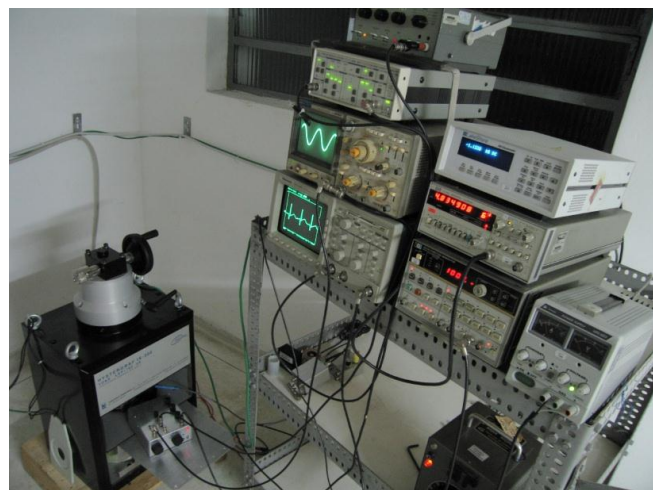


Fig. 2. Arranjo experimental do primeiro magnetômetro RMN e *probes* construídos no IPT.

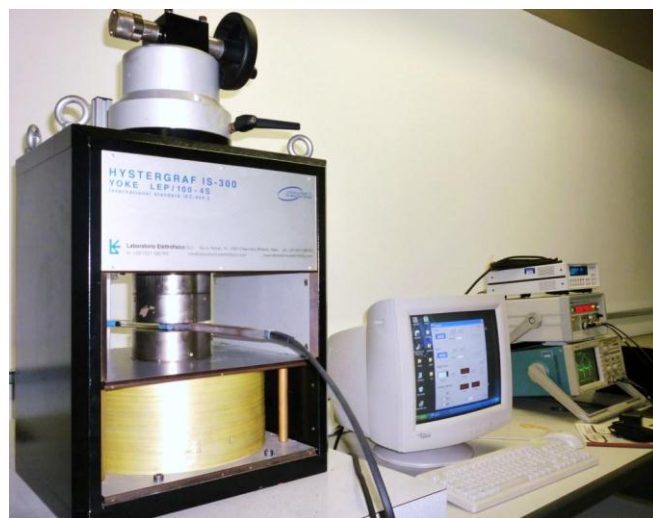


Fig. 3. Eletroímã utilizado para a gerar o campo até 2,5 T.

## 2.2 Intensidades entre 3 mT e 50 mT

Para gerar campos na faixa de intensidades médias seria necessário construir um eletroímã com núcleo de ar, e com bobinas bipartidas refrigeradas à água para ter acesso transversal no centro do campo. Foi encontrada uma solução alternativa utilizando um arranjo semelhante ao sistema descrito anteriormente, mas com a troca do sensor Hall (Lake Shore HMMT-6J08-VF) por outro específico para baixas intensidades (Lake Shore HMLA-5006-HJ), além de um amplificador de transcondutância bipolar. Este amplificador foi construído localmente. Por ser bipolar permite cancelar a remanência do núcleo ferromagnético do eletroímã, que atinge até 5 mT num entreferro de 12 mm.

## 2.3 Intensidades entre 100 $\mu$ T e 3 mT

A operação nestas intensidades foi viabilizada pela aquisição de uma bobina compensada de precisão MSK 101A (Magnet Physic - Alemanha). Esta bobina é composta por seis enrolamentos numa geometria que permite a obtenção de campos magnéticos com extrema homogeneidade e baixo espalhamento externo. Abaixo de 50 mT a medição do campo magnético é feita por um magnetômetro RMN de fluxo contínuo de água, que será descrito na próxima seção. A figura 4 mostra o aspecto desta bobina.

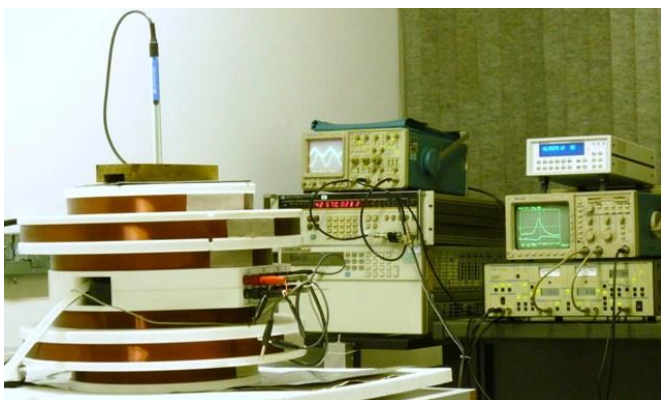
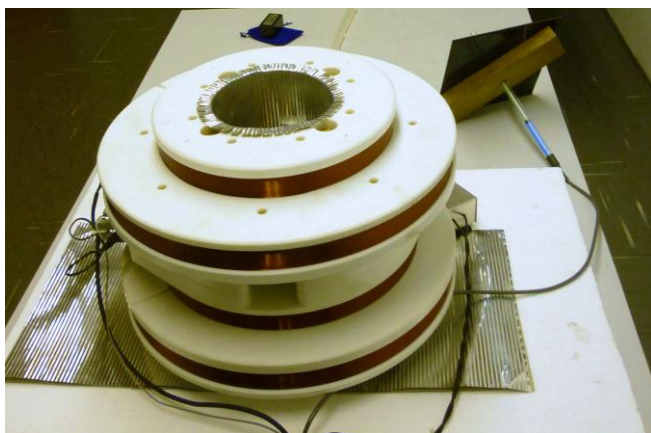


Fig. 4. Bobina de precisão para geração de campos baixos no IPT.

## 2.4 Intensidades entre 1 $\mu$ T e 100 $\mu$ T

Campos com intensidades abaixo de 100  $\mu$ T são gerados pela mesma bobina de precisão, mas é necessário realizar o cancelamento do campo geomagnético, que nos laboratórios do IPT está em torno de 25  $\mu$ T. Está prevista a construção de um sistema de bobinas triaxiais para o cancelamento do campo estático ambiente, que também servirá para a redução do ruído de baixa frequência (operação em modo AC). A medição torna-se mais difícil em baixos campos, pois como o sensor de RMN é indutivo, a relação sinal/ruído diminui com a frequência. Abaixo de 10  $\mu$ T, equivalente à frequências menores que 420 Hz, verifica-se um substancial aumento de ruído magnético originado pelos harmônicos da rede de alimentação.

## 2.5 Intensidades abaixo de 1 $\mu$ T

Para medidas inferiores a 100 nT, torna-se imprescindível o uso de dispendiosas câmaras com blindagens magnéticas, construídas com materiais de alta permeabilidade (Permalloy, Mumetal). Detectores criogênicos supercondutores (SQUID) são usados nesta faixa, que vai até o limite inferior de detecção ( $\sim 10^{-15}$  T). Nestas ínfimas intensidades encontram-se aplicações biomédicas, e ensaios especiais. Com a tecnologia disponível atualmente já é possível detectar o campo magnético criado pelas correntes que circulam em neurônios isolados.

## 3. RMN DE LIVRE PRECESSÃO E RMN DE FLUXO CONTÍNUO DE ÁGUA

Enquanto para medir intensidades acima de 50 mT são usados equipamentos RMN de absorção, que detectam o pico de ressonância dos prótons através de uma varredura limitada de campo ou de frequências, para baixas intensidades normalmente são usados sistemas de livre precessão. A técnica RMN de absorção é limitada pela relação sinal/ruído, que se deteriora à medida que a frequência de excitação diminui. Como o próprio campo medido também é o responsável pela polarização magnética dos prótons, a intensidade do sinal diminui, pois é proporcional ao nível de polarização.

Nos sistemas de livre precessão, a amostra de água é pré-polarizada com a aplicação de um campo magnético constante e intenso ( $\sim 1$  T) durante alguns segundos. Logo após, o campo de polarização é desligado, e um pulso de excitação na frequência de Larmor é aplicado. Os prótons da amostra reagem com uma oscilação amortecida. A frequência de oscilação, proporcional à intensidade do campo presente, é medida através de uma bobina de pick-up. Foi construído um sistema de livre precessão, mas os resultados não foram satisfatórios. Após o pulso de excitação na livre precessão, a amplitude do sinal decresce exponencialmente com o tempo. Devido à precária relação sinal/ruído, e à dificuldade na medição exata da frequência em intervalos de tempo pequenos, as incertezas obtidas foram excessivas. Optamos pelo desenvolvimento de um

sistema RMN com fluxo contínuo de água, no qual a mostra estática é substituída por um fluxo contínuo de água. Este sistema foi inicialmente proposto por Kim et al [4].

O equipamento é composto basicamente por um circuito de circulação de água, um polarizador, o detector, a bobina geradora do campo a ser medido, e a instrumentação associada. O polarizador é constituído por uma câmara de vidro de 200 cm<sup>3</sup> posicionada no entreferro de um eletroímã, em que é produzido um campo uniforme em torno de 0,7 T. Ajustando o fluxo de água (10 a 20 cm<sup>3</sup>/s) é possível obter um tempo de exposição ao campo da mesma ordem de T1 (tempo de relaxação longitudinal), o que garante uma grande polarização magnética da água. Uma pequena bomba impulsiona a água entre o polarizador e o detector num circuito fechado através de tubos plásticos flexíveis. O diâmetro dos tubos deve minimizar o tempo de trânsito entre o polarizador e o detector, pois este tempo deve ser menor que T2 (tempo de relaxação transversal), caso contrário há uma grande perda de polarização devido a processos de relaxação: agitação térmica, turbulências, zonas de estagnação. O esquema deste sistema pode ser observado na figura 5. Na figura 6 é mostrado o detector no interior da bobina de precisão, e na figura 7, uma visão do sistema completo montado no IPT.

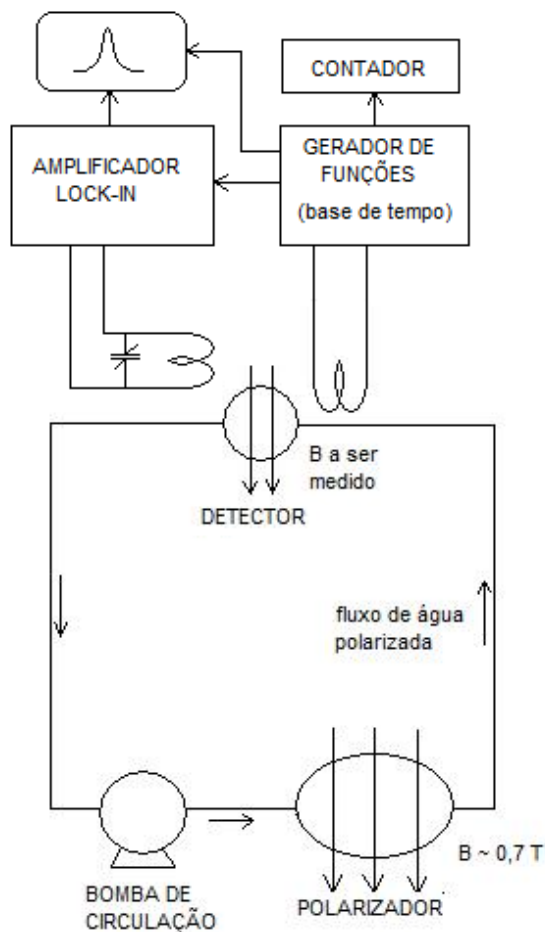


Fig. 5. Esquema de um magnetômetro RMN de fluxo contínuo de água construído no IPT.



Fig. 6. Transdutor de RMN posicionado no interior da bobina de precisão. A bobina maior, ao centro, é o pick-up do sinal de precessão. A pequena bobina, à direita, envolvendo o duto de entrada, é responsável pela excitação. O retorno do fluxo de água é feito pelo tubo superior.

O detector é uma câmara de vidro de 40 cm<sup>3</sup> envolta por uma bobina de pick-up, posicionada no campo a ser medido. Para gerar o campo foi usada a bobina de precisão descrita anteriormente. Pouco antes de entrar no detector, a água é excitada transversalmente por um campo magnético alternado produzido por uma bobina auxiliar. A excitação é feita com a frequência próxima à de Larmor. É induzida a precessão de prótons, e o decaimento, determinado pelo tempo característico T2, deve ocorrer preferencialmente durante a permanência da água polarizada na câmara. Se a frequência de excitação coincidir com a frequência de Larmor, a bobina pick-up captará um pico de absorção. A determinação da intensidade do campo magnético é feita pela medição da frequência central deste pico.



Fig. 7. Arranjo experimental do magnetômetro RMN de fluxo contínuo montado no IPT. Em primeiro plano, o eletroímã usado como polarizador e o sistema de bombeamento de água. No segundo plano, a bobina onde o campo é medido, e ao fundo, a instrumentação de medição e controle.

## 4. RESULTADOS

Tanto no magnetômetro RMN comercial de absorção, quanto no sistema RMN de fluxo contínuo, deve ser feita uma varredura de campo ou de frequência para tornar possível a observação dos picos de absorção. No primeiro caso, a varredura é feita por pequenas bobinas, montadas no interior do *probe*, e que envolvem a amostra de prótons: ampola com água, deutério (campos acima de 2 T), ou pedaço de polímero. Esta varredura tem uma forma de onda triangular ajustável de 30 a 70 Hz, e uma amplitude equivalente a aproximadamente 100 ppm do campo a ser medido. A relação sinal/ruído limita a resolução da medida. Atinge um máximo em torno de 0,5 T, e decai nos extremos de utilização do eletroímã, quando há uma degradação da homogeneidade do campo gerado (limite superior de intensidades) e intensidade de sinal (limite inferior). O magnetômetro de absorção tem circuitos de sintonia automática, que controlam a frequência de excitação para manter os picos de absorção equidistantes em relação ao sinal de varredura. A figura 8 mostra, à direita, uma situação de sintonia correta e, à esquerda, um erro de leitura devido à sintonia incorreta. A sintonia automática não funciona quando a relação sinal/ruído se degrada, pois os circuitos não conseguem discriminar a posição dos picos de absorção. Neste caso, deverá ser feita a sintonia manual. Este procedimento é possível desde que a intensidade do campo mantenha-se estável, permitindo tempos prolongados de aquisição de dados e médias de grandes amostragens.



Fig. 8. À direita, sintonia correta ( $B \sim 1$  T): picos de absorção equidistantes. À esquerda, sintonia diferente da frequência de Larmor: picos agrupados. No topo, o gaussímetro Hall que controla o campo. No meio, o teslameter RMN comercial, que executa a medição.

No caso do magnetômetro de fluxo contínuo, foi usada uma varredura em frequência. A modulação é feita por uma onda triangular, que pode variar desde DC (modo quase-estático) até centenas de Hz. Como resultado do fluxo contínuo, há um surpreendente aumento da relação sinal/ruído ( $S/N \sim 20$  @ 1 mT). A operação em modo contínuo facilita notavelmente a medição da frequência de absorção. Outra vantagem da operação em modo contínuo é

a possibilidade de filtragem do sinal por médias, desde que o campo permaneça estável durante a medida. A figura 9 mostra um exemplo de um pico de absorção obtido com campo de 1 mT no sistema de fluxo contínuo. Não há nenhuma média ou filtragem neste sinal. A frequência central é de 42.576 Hz e a largura do pico é de 3 Hz. Com alguns cuidados é possível determinar a frequência central do pico com incertezas da ordem de 0,1 Hz. Isto representa incertezas menores do que 3 ppm na determinação da intensidade do campo.

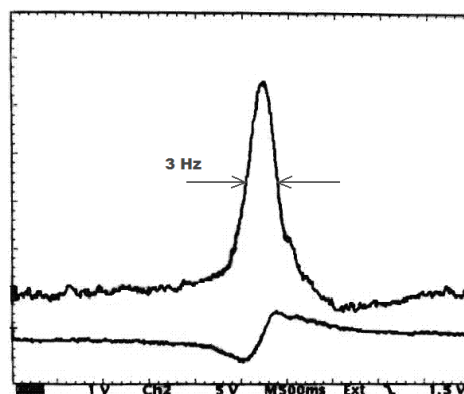


Fig. 9. Traço superior: pico de absorção com magnetômetro de fluxo contínuo e  $B = 1$  mT. Traço inferior: sinal de dispersão (alteração da fase) durante a varredura em torno da frequência de Larmor.

### 4.1 Incertezas de medição

Como já foi visto, a rastreabilidade do campo magnético é dada por uma constante física e pela medida de frequência de Larmor. Como o IPT conta com um relógio de césio calibrado, a incerteza na medição da frequência é desprezível. Entretanto, outros fatores são determinantes na composição das incertezas, dentre eles:

- **Alinhamento dos probes de medição:** As medidas dos equipamentos RMN são escalares. Como resultado tem-se o módulo da indução magnética, independentemente da direção. No caso da família de probes utilizados no RMN de absorção, a resposta é a mesma tanto para campos axiais, quanto para os transversais. Instrumentos como gaussímetros com elementos Hall, e mesmo bobinas exploratórias ou fluximétricas, são vetoriais, ou seja, o valor indicado é a projeção do campo na direção de medição do sensor.

- **Sintonia do teslameter RMN:** No magnetômetro de absorção há um circuito que controla a frequência de excitação de tal forma que os picos de absorção mantenham-se equidistantes nas varreduras ascendente e descendente (circuito de controle do VCO - Voltage Controlled Oscillator - que faz a sintonia do RMN). Basicamente o erro de medição deste instrumento origina-se na determinação da posição relativa destes picos.

- **Homogeneidade e estabilidade do eletroímã ou bobina geradora de campo:** O sinal de RMN é o resultado de um estado coletivo e coerente dos prótons excitados. A agitação térmica, a interação entre vizinhos, e o ambiente determinam

uma constante de tempo de volta ao estado randômico. Gradientes de campo destroem rapidamente a coerência atenuando e alargando o pico de absorção. Facilmente o ruído pode se tornar maior que o sinal, inviabilizando a detecção automática, e exigindo o uso de técnicas de filtragem, média e detecção síncrona para observar estes picos. Esta operação em modo manual limita a exatidão. Gradientes de campo na secção transversal do entreferro, ou núcleo da bobina também podem gerar erros em função do posicionamento, já que o *probe* RMN e o *probe* sob calibração não estão sobrepostos. Da mesma forma, variações temporais do campo gerado podem gerar erros, caso os instrumentos tenham diferentes respostas dinâmicas.

- **Ruído ambiente e campo geomagnético:** Ambientes magneticamente ruidosos limitam as calibrações e medições de campos de baixa intensidade. Na ausência de blindagens passivas ou ativas, a inversão do sentido da corrente de alimentação das bobinas geradoras de campo permite cancelar algebricamente o efeito das perturbações estáticas, como o campo geomagnético, atenuando este problema.

## 5. DISCUSSÃO E FUTUROS DESENVOLVIMENTOS

A primeira tentativa para a produção de campos magnéticos foi feita com operação dos eletroímãs em malha aberta. Esta abordagem mostrou-se inadequada devido à deriva de intensidades do campo gerado. Este inconveniente origina-se na dissipação de potência nos enrolamentos, que provoca aquecimento, alterando a geometria (dilatação) e a resistência elétrica dos enrolamentos. Sistemas de realimentação foram testados com a utilização de sensores Hall, que são intrinsecamente ruidosos. O próximo passo para melhorar a estabilização do campo será a inclusão dos sensores RMN na malha de realimentação. Assim, será possível fixar valores exatos para a intensidade do campo magnético, e mantê-los dentro da incerteza do RMN.

Para campos entre 1 e 100 mT está sendo projetado uma bobina refrigerada a água. Para campos de menor intensidade, abaixo de 100  $\mu$ T, o ruído ambiente e o campo geomagnético impediram o prosseguimento das medições. Encontra-se em execução o projeto de um sistema de blindagens e bobinas para cancelamento deste campo. Outros desenvolvimentos incluem a melhora da homogeneidade do campo pela adição de bobinas de correção (bobinas de gradiente), ajustes mecânicos precisos dos entreferros, além da construção de novas bobinas.

Em relação à magnetometria RMN, esforços estão sendo feitos para a miniaturização do detector, sem deterioração significativa da relação sinal/ruído. Isto é necessário para facilitar o posicionamento do sensor em bobinas e entreferros pequenos, além de permitir o uso desta técnica em bobinas com homogeneidade precária. Um sensor pequeno está sujeito a menores variações de intensidades. Outro desenvolvimento em curso é o uso de detector independente e distante do ponto de medidas, como proposto por Woo et al [5]. Nesta configuração espera-se atingir o limite inferior de 1  $\mu$ T com rastreabilidade RMN.

A seguir, a rastreabilidade para campos estáticos deverá ser estendida para campos alternados com conteúdo

harmônico arbitrário. A faixa de intensidades AC abrangerá desde 200 mT até o limite de detecção para sistemas não criogênicos. Nesta fase serão utilizados sensores indutivos (bobinas pick-up) e sensores do tipo fluxgate de baixo ruído.

Finalmente resta toda a avaliação e análise de incertezas para garantir a confiabilidade dos resultados.

## 6. CONCLUSÕES

Foi proposto e executado parcialmente um sistema para a obtenção de rastreabilidade para a intensidade de campo magnético e para a densidade de fluxo magnético estático na faixa de 2,5 T até 1  $\mu$ T. O sistema é composto por vários arranjos experimentais específicos para cada faixa de intensidades. A rastreabilidade é garantida pelo uso de medições baseadas em magnetometria RMN. Testes preliminares mostraram a viabilidade de implantação imediata com medição direta por RMN até o limite inferior de 100  $\mu$ T. A realização da unidade tesla com incertezas abaixo de 10 ppm foi feita com um magnetômetro de absorção no entreferro de um eletroímã com núcleo ferromagnético, e a realização de 1 mT foi possível com a utilização de um magnetômetro de fluxo contínuo de água, e uma bobina especial com núcleo de ar. A disseminação destas grandezas poderá ser oferecida pela calibração de bobinas, magnetômetros, gaussímetros, e outros instrumentos de medidas magnéticas utilizados tanto em laboratórios de pesquisa, quanto em aplicações industriais. Futuros desenvolvimentos deste trabalho naturalmente dependem de parceiros estratégicos como a do próprio Inmetro.

## 7. AGRADECIMENTOS

Sinceros agradecimentos a toda a equipe técnica do Laboratório de Metrologia Elétrica do IPT pelo apoio no desenvolvimento deste projeto, à Finep (Projeto Sibratec / Compatmag), e ao Estado de São Paulo (Projeto Moderniza), que forneceram os recursos necessários à execução e às aquisições dos equipamentos utilizados.

## 8. REFERENCES

- [1] K. Weyand "Maintenance and Dissemination of the Magnetic Field Unit at PTB", IEEE I-M, 50, 2, pp 470-473, April 2001
- [2] P. J. Mohr, B. N. Taylor, 1999 CODATA "Recommended Fundamental Physical Constants" J. Phys. Chem. Ref. Data 26 1213-1852, 1998
- [3] R. V. Martin "Desenvolvimento de um padrão primário para indução magnética" Anais Momag 2006, 7<sup>o</sup> CBMag, Belo Horizonte, 2006
- [4] C. G. Kim, K. S. Ruy, B. C. Woo, P. G. Park, C. S. Kim, "Low Magnetic Field Measurement by NMR Using Polarized Flowing Water" IEEE Trans. Mag. 29,6, pp3198-3200, november 1993
- [5] B. C. Woo, C. G. Kim, P. G. Park, C. S. Kim, V. Y. Shifrin "Low Magnetic Field Measurement by a Separated NMR Detector Using Flowing Water" IEEE Trans. Mag. 33,5, pp4345-4347, september 1997