UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS

USP / IFQSC / SBI

8-2-000436

"NOVO MÉTODO PARA MEDIDA DA PERMITIVIDADE COMPLEXA EM ULTRA-BAIXAS FREQUÊNCIAS"

JAN SLAETS

Trabalho apresentado ao Instituto de Física e Química de São Carlos, da USP, para obtenção do título de Doutor em Física Aplicada.

Departamento de Física e Ciência dos Materiais

São Carlos

1979

Este trabalho foi realizado graças à colaboração da FAPESP, CNPq, FINEP e contrato NSF-CNPq.

INDICE

AGRADECIMENTOS I

RESUMO II

ABSTRACT III

CONTRIBUIÇÕES DA PRESENTE TESE IV

CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO 1

CAPÍTULO II - DETERMINAÇÃO DE PERMITIVIDADE DIELÉTRICA ATRAVÉS DA FASE

II.1 - Equações de Debye 5

II.2 - Determinação da permitividade dielétrica complexa 7

CAPÍTULO III - DETERMINAÇÃO NUMÉRICA DA FASE, AMPLITUDE E "OFFSET"

III.1 - Cálculo da amplitude 12

III.2 - Análise de Fourier 14

III.3 - Análise de correlação 17

III.4 - Determinação de fase através da covariança 19

CAPÍTULO IV - PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DO MEDIDOR

IV.1 - "Hardware" 23

IV.1.1 - Descrição do método da medida 23

IV.2 - "Software" 27

IV.2.1 - Programa principal 27

IV.2.2 - Programas adicionais .. 29

IV.3 - Princípio do oscilador programável. 30

CAPÍTULO V - DESCRIÇÃO DOS SISTEMAS ELETRÔNICOS

V.1 - Oscilador programável 32

V.1.1 - Gerador de pulsos com frequência programável 32

V.1.2 - Gerador de onda triangular. 33
V.1.3 - Condicionador de onda 36
V.2 - Conversor análogo digital 38
V.3 - Circuito de controle 39

CAPÍTULO VI - DESCRIÇÃO DO SOFTWARE 43
VI.1 - "Software" de comunicação 43
VI.1.1 - Programação da frequência (rotina SFREQ) 44
VI.1.2 - Sub-rotina para leitura dos dados 45
VI.2 - Determinação da fase, amplitude, estabilidade e deformação 47
VI.2.1 - Estabilidade 47
VI.2.2 - Amplitude 48
VI.2.3 - Deformação 49
VI.2.4 - Determinação da fase 50
VI.3 - Determinação de ε' e ε'' e construção de gráficos 50

CAPÍTULO VII - DISCUSSÕES E CONCLUSÕES 54

BIBLIOGRAFIA 61

APÊNDICE 63

AGRADECIMENTOS

- Ao Prof. Sérgio Mascarenhas Oliveira, pela orientação e estímulo que nos ofereceu durante a realização deste trabalho;
- Ao Sr. José Roberto Ferro e Sr. Noriberto Pereira pela assistência técnica na realização prática deste medidor;
- À Maria Stela Veludo, bolsista da FAPESP, pela colaboração na elaboração deste trabalho;
- À Marta Regina pelos serviços de datilografia;
- Ao Paulo Roberto pelos desenhos e impressão.

RESUMO

No presente trabalho descreve-se:

- a determinação da permitividade dielétrica complexa através de medidas de fase;
- a aplicação de técnicas de correlação e análise em séries de Fourier, para a determinação da fase, amplitude, qualidade e deformação do sinal atrasado;
- os circuitos eletrônicos do medidor de fase e do oscilador de U.B.F. programável;
- a programação desenvolvida em FORTRAN IV e MACRO-ASSEMBLER para o computador PDP 11/45, utilizado para operar o medidor de fase e o oscilador de U.B.F.

ABSTRACT

In the present work we describe:

- the determination of the complex dielectric permittivity by phase shift measurements;
- the application of correlation and Fourier series analyses to determine the phase shift, amplitude, quality and deformation of the shifted signal;
- the designed eletronic hardware of the phase meter and programmble ultra-low frequency oscillator;
- the developed software written in FORTRAN IV and MACRO--ASSEMBLER for PDP 11/45, to operate the phase meter.

CONTRIBUIÇÕES DA PRESENTE TESE

1. Utilização de técnicas de correlação e análise de Fourier para determinação de parâmetros dielétricos a ultra-baixas frequências através do uso de um computador;

2. Projeto, desenvolvimento e construção de um novo tipo de medidor de fase a ultra-baixas frequências, controlado por computador;

3. Novo desenho de um oscilador de ultra-baixas frequências controlado por computador;

4. Na parte de software:

   a) rotinas de interfaceamento entre o medidor de fase e o PDP 11/45 (desenvolvidos em Macro-Assembler e Fortran IV;

   b) determinação de um fator de estabilidade, das respectivas amplitudes e fase da corrente defasada, e da distorção;

   c) rotinas de saída envolvendo gráficos, dispersão e varredura automática de frequência.

CAPÍTULO I

I.1 - Introdução

Um dos aspectos mais importantes das pesquisas em dielétricos realizadas no Instituto de Física e Química de São Carlos é o da tradição destas investigações desde os trabalhos pioneiros de B. Gross e J. da Costa Ribeiro. Com efeito é um dos campos das pesquisas em física no Brasil que goza de tradição de mais de 40 anos de trabalhos. Tal tradição se consubstanciou em muitas publicações e teses no IFQSC. A área de investigação em dielétricos e particularmente o campo de eletretos expandiu-se extraordinariamente e hoje pode-se citar mesmo inúmeras aplicações tanto científicas como técnicas de tais pesquisas. Entre as aplicações científicas os trabalhos de física do estado sólido das propriedades de dielétricos e isolantes, incluindo o estado de eletreto tais como mecanismos de transporte de cargas, na natureza da polarização armazenada. Tais estudos foram tanto teóricos como experimentais (tais trabalhos foram desenvolvidos pelo Prof. B. Gross, Prof.. G.L. Ferreira, S. Mascarenhas, Prof. M. Campos, e muitos colaboradores). Também na área de defeitos em sólidos em cristais iônicos trabalhos sobre propriedades dielétricas e de transporte foram realizadas pelos professores S. Costa Ribeiro, M. Ferreira de Souza, G. Leal Ferreira, S. Mascarenhas e colaboradores.

Mais recentemente trabalhos na área de biofísica levaram a uma expansão do conceito de armazenamento de polarização em materiais de interesse biológico. Em particular demonstrou-se que todos os biopolímeros mais importantes (proteínas, polisacarídeos

e polinucleotideos) podem apresentar-se no estado de eletreto. Foi proposto então (Prof. S. Mascarenhas) o conceito de bioeletreto como importante para estudos em biofísica.

Em todas estas pesquisas um dos aspectos mais importantes é o da determinação das propriedades dielétricas com técnicas adequadas.

Com eletretos surgem como relevantes as propriedades dielétricas a ultra baixas frequências (UBF) na gama de $1 - 10^{-4}$ Hz . Coloca-se então como fundamental o desenvolvimento de técnicas de medidas e instrumentação correspondente nesta gama de frequências. Já em nossa tese de mestrado (J. Slaets) procuramos realizar as investigações preliminares para projeto, construção e análise de uma tal instrumentação. A presente tese representa novas pesquisas no referido campo conforme se pode ver da lista de contribuições da presente tese.

Durante o passado várias técnicas já foram desenvolvidas: Vaughan(4) menciona o "Método do transporte" examinando através da transformada de Laplace a subida ou a queda da polarização, ligando ou desligando um determinado campo num dielétrico para relacionar os efeitos de tempo (transiente) e de frequência na interpretação teórica.

Von Hippel (2) analisa estas medidas através de um ajustamento de curvas com gráfico de "Field", mas a precisão obtida é muito baixa.

Vaughan(1) descreve a ponte de "Scheiber" para baixas frequências (0,009Hz até 200Hz) baseado nas idéias de "Weingarten", esquematizado na figura I.1, onde Cx e Rx representam a capacitân-

cia e a resistência da amostra e Cs, Cb, R1 e R2 são as variáveis para equilibrar a ponte.

Para frequências até 0,0001Hz Vaughan (1) cita a ponte de "Harris" (3), figura I.2. Este circuito soma a corrente através da amostra com os sinais (+e) e (-je), onde as amplitudes são ajustadas até obter uma corrente total igual a zero.

Yuzuru Husimi e Akiyoshi Wada (5) desenvolveram um método para determinar a permitividade complexa utilizando "ruído pseudoaleatório". Assim todos os componentes de frequências são obtidos simultaneamente. A função de transferência é obtida aplicando transformadas de Fourier.

A formação de figuras de Lissajou produzidas pela defasagem entre a tensão e a corrente aplicada na amostra, foram utilizadas por Polensky (12), Brot (12) e Sylvio Quezado de Magalhães (11) para estudar o comportamento dielétrico de DNA a baixas frequências.

Finalmente devemos ainda citar que em nossos Laboratórios o Prof. R.L. Zimmerman e colaboradores desenvolveram (19) técnicas para medidas de coeficientes piezoelétricos complexos, envolvendo também materiais de interesse biológico.

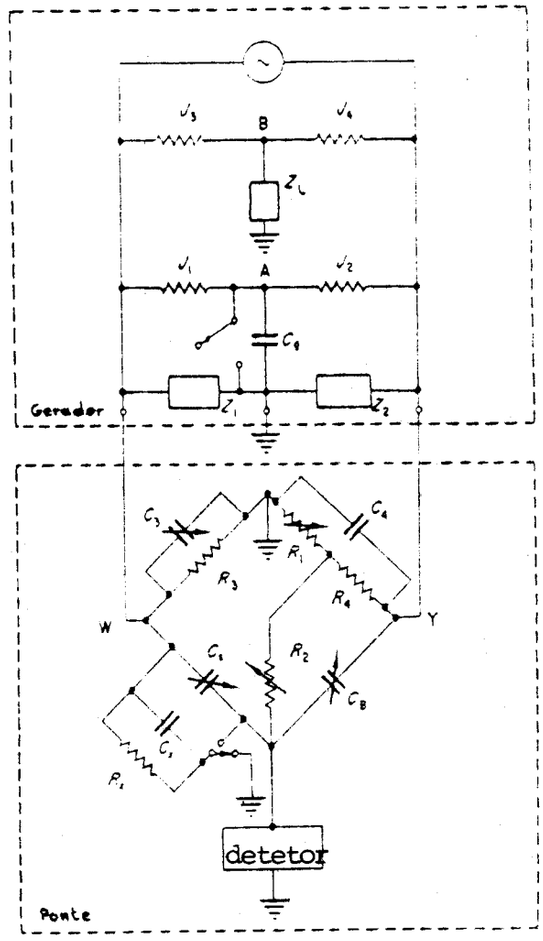


Fig. (I.1)

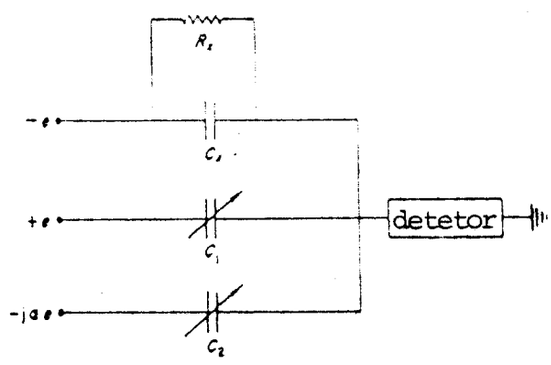


Fig. (I.2)

CAPÍTULO II

DETERMINAÇÃO DE PERMITIVIDADE DIELÉTRICA ATRAVÉS DA FASE

II.1 - Equações de Debye

Consideremos um dielétrico onde a polarização total Ps devido a um campo fixo está determinada por tres contribuições:

$Ps = Pe + Pa + Pd$

onde

Pe = polarização eletrônica

Pa = polarização atômica

Pd = polarização dipolar

Colocando estes dielétricos dentro de um campo fixo precisamos de um certo tempo para atingir o valor final de Ps. Nesta discussão assumimos que a contribuição de Pe e Pa são atingidas instantaneamente.

A polarização Pd, entretanto, pode demorar entre dias (anos, no caso de eletretos) e frações de segundos, dependendo da temperatura e as propriedades da substância.

Neste caso assumimos que o transiente pode ser descrito através de um tempo de relaxação τ. Seja Pds a saturação de Pd para um campo E assim podemos escrever (sistema CGC eletrostático)

$Pd = Pds(1 - e^{-t/\tau})$

onde τ é o tempo de relaxação.

Assim,

$$\frac{dPd}{dt} = \left(\frac{1}{\tau}\right) \left| Pds - Pd_{(t)} \right| \quad . \qquad (II.1)$$

Definimos agora a constante dielétrica "instantanea" ε_∞

$$Pe + Pa = \frac{\varepsilon_\infty - 1}{4\pi} E$$

$$Pds = Ps - (Pe + Pa) = \frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{4\pi} \qquad (II.1\text{-}2)$$

onde ε_S é a constante dielétrica "estática".

Substituindo (II.1-2) em (II.1-1) , temos:

$$\frac{dPd}{dt} = \frac{1}{\tau}\left(\frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{4\pi} E - Pd\right) \quad . \qquad (II.1\text{-}3)$$

No caso de um campo alternado, nós temos $E = E_o e^{i\omega t}$ e a equação (II.1-3) se transforma em:

$$\frac{dPd}{dt} = \frac{1}{\tau}\left(\frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{4\pi} E_o e^{i\omega t} - Pd\right) \quad .$$

Como solução obtemos

$$Pd_{(t)} = C e^{-t/\tau} + \frac{1}{4\pi} \cdot \frac{\varepsilon_S - \varepsilon_\infty}{1 + i\omega t} E_o e^{i\omega t} \quad . \qquad (II.1\text{-}4)$$

A polarização total em função do tempo t será

$$P = Pe + Pa + Pd_{(t)} \quad .$$

Porém, sabemos que

$$D(t) = \varepsilon^* E(t) = E(t) + 4\pi P(t)$$

onde D é o deslocamento elétrico, ε^* a constante dielétrica complexa definida como $\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$.

Desprezando o termo transiente na equação (II.1-4) obtemos as equações de Debye:

$$\varepsilon'(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + \omega^2\tau^2} \qquad \text{(II.1-5)}$$

$$\varepsilon''(\omega) = (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty)\frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} \qquad \text{(II.1-6)}$$

válidos para um sistema com um único tempo de relaxação.

II.2 - Determinação da permitividade dielétrica complexa

Existem várias representações ou circuitos equivalentes de um dielétrico (Von Hippel (7)) tentando aproximar as equações de Debye para ε' e ε'' em função da frequência. Mas para uma dada frequência, temperatura e campo no regime linear, podemos representar um dielétrico por um capacitor e uma resistência em paralelo.

Analisando o circuito em paralelo figura II.1 com

$v = v_o\, e^{j\omega t}$ (gerador)

$Q = C.v_c$

onde

Q = carga

C = capacitância

v_c = tensão no capacitor

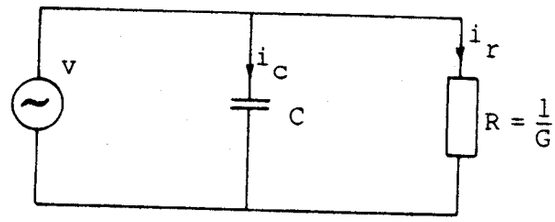


Fig. (II.1)

A corrente i fornecida pela fonte se divide em duas partes: a parte i_c do capacitor e a parte i_r na resistência.

$$i_c = \frac{dQ}{dt} = j\omega C \cdot v_c = I_c \, e^{j(\omega t + \pi/2)}$$

$$i_r = \frac{v}{R} = vG = I_r \, e^{j\omega t}$$

onde

$$G = \frac{1}{R}$$

a corrente total:

$$i = i_c + i_r = (j\omega C + G)v \quad .$$

Representando no plano complexo obtemos a figura II.2.

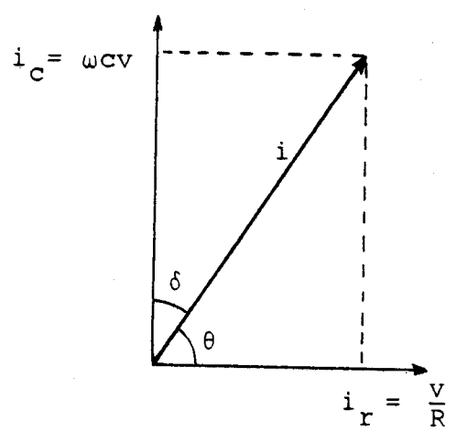


Fig. (II.2)

O fator de dissipação Δ ou $tg\delta$ está dado por:

$$\Delta = tg\delta = \frac{i_r}{i_c} = \frac{1}{\omega RC} \quad .$$

A permitividade ou constante dielétrica está relacionada com a capacitância C através da seguinte fórmula:

$$C = C_o \frac{\varepsilon'}{\varepsilon_o} = C_o \; K'$$

onde

C_o = capacitância geométrica (capacitância sem dielétrico , no vácuo)

ε' = permitividade do dielétrico

ε_o = permitividade do vácuo

K' = constante dielétrica relativa.

Introduzindo a permitividade complexa $\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon''$ no circuito equivalente da figura II.1 podemos escrever a seguinte relação

$$I = (j\omega C + G)v = j\omega C_o \frac{\varepsilon^*}{\varepsilon_o} v$$

$$= j\omega C_o \frac{(\varepsilon' - j\varepsilon'')}{\varepsilon_o} v$$

$$= (j\omega\varepsilon' + \omega\varepsilon'') \frac{C_o}{\varepsilon_o} v \qquad \text{(II.2-1)}$$

onde ε'' é chamado de "fator de perdas" e

$$tg\ \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}$$

Transformando a corrente (I) em densidade de corrente (J) através das relações:

$$C_o = \frac{A}{d}\,\varepsilon_o$$

onde C_o representa a capacitância geométrica de um capacitor com dois eletrodos paralelos de superfície A separado por uma distância d e

$$E = \frac{v}{d}$$

definindo o campo elétrico, obtemos :

$$J = (j\omega\varepsilon' - \omega\varepsilon'')E \quad .$$

Representamos agora a equação (II.2-1) no plano complexo (fig. II.3), separando a corrente (I) em sua parte real (I_r) e sua parte imaginária (I_j):

$$I = \omega\varepsilon'' \frac{C_o}{\varepsilon_o}\, v + j\,\omega\varepsilon' \frac{C_o}{\varepsilon_o}\, v$$

sendo

$$I_r = \omega\varepsilon'' \frac{C_o}{\varepsilon_o}\, v = I \sin\delta \quad , \text{ a parte real}$$

e

$$I_j = \omega\varepsilon' \frac{C_o}{\varepsilon_o}\, v = I \cos\delta \quad , \text{ a parte imaginária}$$

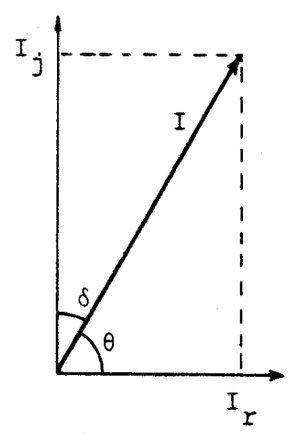


Fig. (II.3)

assim obtemos:

$$\varepsilon'' = \frac{\varepsilon_o}{v\,\omega\,C_o}\, I \sin\delta$$

ou

$$K'' = \frac{I}{E\omega} \sin\delta$$

e

$$\varepsilon' = \frac{\varepsilon_o}{v\,\omega\,C_o}\, I \cos\delta$$

ou

$$K'' = \frac{I}{E\omega} \cos\delta \quad .$$

CAPÍTULO III

DETERMINAÇÃO NUMÉRICA DA FASE, AMPLITUDE E "OFFSET"

Para esta determinação definimos as seguintes variáveis:

ϕ = fase

$v = V_o \sin(\omega t + \phi)$

T = período

N = nº pontos por período

$\bar{x}$ = offset do sinal (componente continua)

x_i = valor do sinal no instante i

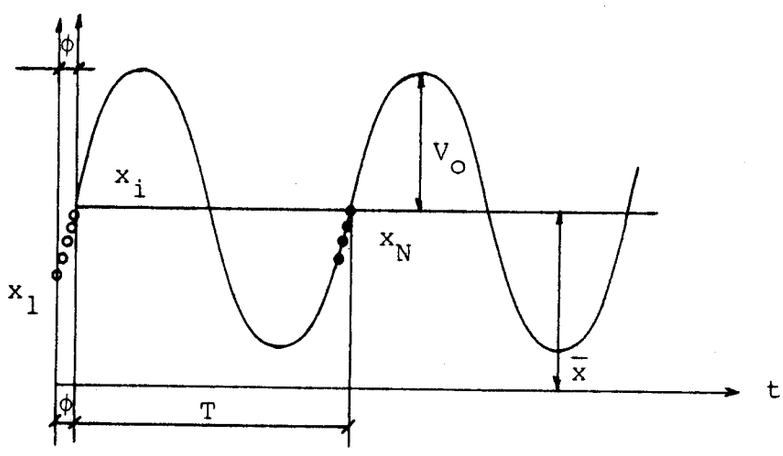


Fig. (III.1)

III.1 - Cálculo da amplitude

O valor efetivo de uma onda v(t) com período T pode ser obtido através da seguinte equação:

$$V_{ef} = \left[\frac{1}{T} \int_o^T v^2(t)dt \right]^{1/2} \quad . \qquad \text{(III.1-1)}$$

No caso de $v(t) = V_o \sin(\omega t + \phi)$ teremos:

$$V_{ef} = \frac{V_o}{\sqrt{2}} \quad . \qquad \text{(III.1-2)}$$

Aplicando a relação (III.1-1) numericamente num conjunto de N dados: $x_1, x_2, x_3, \ldots, x_i, \ldots, x_{N-1}, x_N$ onde

$$x_i = \bar{x} + v_i \qquad \text{(III.1-3)}$$

$$v_i = V_o \sin\left(\frac{2\pi i}{N} + \phi\right)$$

e

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} x_i \qquad \text{(III.1-4)}$$

obtemos:

$$V_{ef}^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} v_1^2$$

substituindo v_i através da relação $v_i = x_i - \bar{x}$ temos:

$$V_{ef}^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} (x_i - \bar{x})^2$$

$$= \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} (x_1^2 - 2x_i\bar{x} + \bar{x}^2)$$

$$= \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} x_i^2 - \frac{2\bar{x}}{N} \sum^{N} x_i + \bar{x}^2$$

$$= \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} x_i^2 - \frac{2\bar{x}}{N} \sum_{i=1}^{N} x_i + \bar{x}^2$$

$$= \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} x_i^2 - 2\bar{x}^2 + \bar{x}^2$$

$$= \left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} x_i^2\right) - \bar{x}^2$$

Utilizando a relação (III.1-2) podemos obter a amplitude V_o do sinal:

$$V_o^2 = \frac{2}{N} \sum_{c=1}^{N} x_i^2 - 2\bar{x}^2$$

ou

$$V_o = \left| \frac{2}{N} \sum_{i=1}^{N} x_i^2 - 2\bar{x}^2 \right|^{1/2}$$

ou substituindo $\bar{x}$ através da relação (III.1-4)

$$V_o = \left| \frac{2}{N} \sum_{i=1}^{N} x_i^2 - 2\left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} x_i\right)^2 \right|^{1/2} \qquad \text{(III.1-5)}$$

III.2 - <u>Análise de Fourier</u>

A análise de Fourier pode ser utilizada para descrever um sinal variável no tempo.

Para funções periódicas utiliza-se a série de Fourier, determinando-se os coeficientes dos seus termos compostos de senoides e cosenoides.

A análise de Fourier pode ser estendida a funções não periódicas, assumindo-se neste caso que o período do sinal é infinito. Nestas análises se aplica a transformada de Fourier na qual todas as frequências são representadas (extensão ao espectro contínuo).

Analisemos um sinal periódico caracterizado pela função:

$$x(t) = C_o + C_1 \sin(\omega_o t + \phi_1) + C_2 \sin(2\omega t + \phi_2) \ldots \qquad \text{(III.2-1)}$$

aplicando a relação goniométrica

$\sin(A + B) = \sin A \cos B + \cos A \sin B$

obtemos:

$$x(t) = C_o + C_1 \sin \omega_o t \cos\phi_1 + C_1 \cos \omega_o t \sin\phi_1$$
$$+ C_2 \sin 2\omega_o t \cos\phi_2 + C_2 \cos 2\omega_o t \sin\phi_2 \qquad \text{(III.2-2)}$$
$$+ \ldots\ldots$$

introduzindo as novas constantes:

$$a_o = 2C_o \qquad \text{(III.2-3)}$$

$$a_k = C_k \sin\phi_k \qquad \text{(III.2-4)}$$

$$b_k = C_k \cos\phi_k \qquad \text{(III.2-5)}$$

uma nova série de seno e coseno pode ser escrita:

$$x(t) = \frac{a_o}{2} + a_1 \cos\omega_o t + b_1 \sin\omega_o t + a_2 \cos 2\omega_o t + b_2 \sin 2\omega_o t + \ldots.$$

ou

$$x(t) = \frac{a_o}{2} + \sum_{k=1}^{n} (a_k \cos k\omega_o t + b_k \sin k\omega_o t), \qquad \text{(III.2-6)}$$

que é chamada <u>série de Fourier</u>,para a qual os coeficientes são definidos através das seguintes relações:

$$\frac{a_o}{2} = \frac{1}{T} \int_o^T x(t)dt \qquad \text{(III.2-7)}$$

$$a_k = \frac{2}{T} \int_o^T x(t) \cos k\omega_o t \; dt \qquad \text{(III.2-8)}$$

$$b_k = \frac{2}{T} \int_o^T x(t) \sin k\omega_o t \; dt \qquad \text{(III.2-9)}$$

Utilizando as equações (III.2-4) e (III.2-5) podemos definir ϕ_k

$$\frac{b_k}{a_k} = \frac{C_k \sin\phi_k}{C_k \cos\phi_k} = tg\phi_k \qquad \text{(III.2-10)}$$

$$\phi_k = arctg \frac{b_k}{a_k} \quad .$$

Aplicando as equações (III.2-8), (III.2-9) e (III.2-10), numericamente nos dados definidos na figura (III.1), obtemos os seguintes coeficientes para a frequência fundamental:

$$a = \frac{2}{T} \sum_{n=1}^{T} x_n \cos\left(\frac{2\pi}{T} n\right)$$

$$b = \frac{2}{T} \sum_{n=1}^{\pi} x_n \sin\left(\frac{2\pi}{T} n\right)$$

e

$$\phi = arctg \left[\frac{\sum_{n=1}^{T} x_n \cos\left(\frac{2\pi}{T} n\right)}{\sum_{n=1}^{T} x_n \sin\left(\frac{2\pi}{T} n\right)} \right] \quad . \qquad \text{(III.2-11)}$$

No caso em que a amplitude da fundamental C_1, na equação (III.2-1) seja conhecida, temos:

$$\sin\phi_1 = \frac{a_1}{C_1}$$

ou numericamente

$$\cos\phi_1 = \frac{2}{T} \sum_{n=1}^{N} x_n \sin\left(\frac{2\pi}{T}(n-1)\right) \quad . \qquad \text{(III.2-12)}$$

É importante observar que nesta expressão a fase ϕ_1 é definido só pelo conjunto de dados x_n.

III.3 - Análise de Correlação

Para as nossas aplicações neste trabalho, em termos estatísticos a correlação é uma medida da relação linear entre duas variáveis.

Uma possível definição para esta correlação entre duas variáveis x_i e y_i pode ser, por exemplo, a soma dos seus respectivos produtos: $\Sigma x_i y_i$.

Analisemos duas séries de números:

$$X_o, X_1, X_2, \ldots, X_N \qquad \text{(III.3-1)}$$

$$Y_o, Y_1, Y_2, \ldots, Y_N \qquad \text{(III.3-2)}$$

com as seguintes propriedades estatísticas:

valores médios:

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N} X_n$$

$$\bar{y} = \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N} Y_n \quad .$$

Definimos agora dois novos conjuntos x_n e y_n,

$$x_n = X_n - \bar{x} \qquad \text{(III.3-3)}$$

$$y_n = Y_n - \bar{y} \qquad \text{(III.3-4)}$$

para os quais as varianças C_{xx} e C_{yy} serão:

$$C_{xx} = \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N} (x_n)^2$$

$$C_{yy} = \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N} (y_n)^2$$

e os desvios padrões $\sqrt{C_{xx}}$ e $\sqrt{C_{yy}}$:

$$\sigma_x = \sqrt{C_{xx}} = \left| \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N} (x_n)^2 \right|^{1/2}$$

$$\sigma_y = \sqrt{C_{yy}} = \left| \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N} (y_n)^2 \right|^{1/2}$$

com base nos novos conjuntos de dados x_n e y_n (III.3-3) e (III.3-4) a covariança é definida da seguinte maneira:

$$C_{xy} = \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N} x_n \cdot y_n \quad . \qquad \text{(III.3-5)}$$

Através desta covariança pode-se definir o coeficiente de correlação K_{xy}, que é igual à covariança dividida pelo produto dos desvios padrões,

$$K_{xy} = \frac{C_{xy}}{\sqrt{C_{xx}}\,\sqrt{C_{yy}}} \quad . \qquad \text{(III.3-6)}$$

O coeficiente de correlação definido desta maneira, representa a covariação normalizada de tal forma que, sua variação é contida entre +1 e -1.

Para K_{xy} perto da unidade (tanto positiva como negati-

va), a correlação entre a série x e a série y é considerada alta.

Para K_{xy} perto de zero as duas séries x e y são consideradas independentes.

Para vários tipos de análises de correlação os dados podem ser funções do tempo , por exemplo x(t) e y(t), em lugar de séries de dados discretos. Introduzindo numa destas funções um deslocamento Z no tempo, obtemos a "função de correlação cruzada" (cross-correlation)

$$k_{xy}(Z) = \lim_{T\to\infty} \int_0^T x(t)\ y(t+Z)dt \quad . \qquad \text{(III.3-7)}$$

A mesma fórmula pode ser aplicada, correlacionando uma função com ela mesma, deslocada no tempo com um valor Z. Neste caso a função $k_x(Z)$ é chamada "função de auto correlação":

$$k_x(Z) = \lim_{T\to\infty} \int_0^T x(t)\ x(t+Z)dt \quad . \qquad \text{(III.3-8)}$$

III.4 - <u>Determinação da fase através da covariança</u>

Aplicando a teoria de correlação nos sinais

$x = X \sin(\omega t + \phi)$ sinal com amplitude X e a fase ϕ a determinar.

$y = \sin(\omega t)$ sinal de referência com amplitude 1

A covariação para estes sinais calculados num período T será:

$$C_{xy} = \frac{1}{T} \int_0^T X \sin(\omega t + \phi) \,.\, Y \sin \omega t\, dt$$

$$= \frac{X}{T} \int_{0}^{T} \sin(\omega t).\sin(\omega t + \phi)dt$$

$$= \frac{X}{T} \int_{0}^{T} \sin(\omega t)(\sin\omega t \cos\phi + \cos\omega t \sin\phi)dt$$

$$= \frac{X}{T} \int_{0}^{T} (\sin^2\omega t \cos\phi + \sin\omega t \cos\omega t \sin\phi)dt$$

$$= \frac{X}{T} \cos\phi \int_{0}^{T} \sin^2(\omega t)dt + \sin\phi \int_{0}^{T} \sin\omega t \cos\omega t \, dt$$

$$C_{xy} = \frac{X}{T} \cos\phi \int_{0}^{T} \sin^2 \omega t \, dt$$

$$C_{xy} = \frac{X}{2} \cos\phi \qquad \text{(III.3-9)}$$

ou

$$\cos\phi = \frac{2}{X} C_{xy} \qquad \text{(III.3-10)}$$

para pontos discretos esta covariação se torna:

$$C_{xy} = \frac{1}{T} \sum_{n=1}^{T} x_n.\sin\left(\frac{2\pi}{T}(n-1)\right) \qquad \text{(III.3-11)}$$

e a equação (III.3-10) se transforma em

$$\cos\phi = \frac{2}{XT} \sum_{n=1}^{T} x_n.\sin\left(\frac{2\pi}{T}(n-1)\right) \quad . \qquad \text{(III.3-12)}$$

Esta equação (III.3-12) é igual à equação (III.2-12), deduzida pela análise de Fourier, permitindo o cálculo da defasagem se a amplitu-

de X do sinal for conhecida.

Mostramos pois que tanto a análise de Fourier como a determinação da correlação levam ao mesmo resultado.

CAPÍTULO IV

PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DO MEDIDOR

A construção de um medidor de fases baseado na idéia de J. Van Turnhout, descrita na dissertação de Mestrado (1976), apresenta grandes dificuldades na determinação da fase.

Neste método a determinação da fase ϕ é feita com uma medida, calculando-se a diferença de tempo $(t_2)-(t_1)$ nos quais as amplitudes de cada um dos respectivos sinais é igual a zero (figura IV.1)

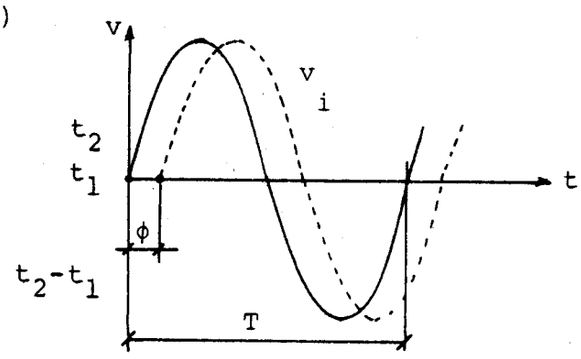


Fig. (IV.1)

$$v(t) = V \sin\omega t$$

$$i(t) = I \sin(\omega t + \phi)$$

$$\phi = \frac{360}{T}(t_2 - t_1) \quad .$$

Como a diferença de fase é feita através de uma única amostragem de cada curva i(t) e v(t), este método é extremamente sensível a ruídos e "drift".

O problema de ruído poderia ser resolvido efetuando-se várias medidas, calculando-se depois o valor médio. Isso se torna

muito ineficiente e demorado, principalmente para frequências ultra baixas, não resolvendo a instabilidade da medida provocada pelo "drift".

Para determinação da permitividade complexa, necessita-se além da defasagem, da amplitude do sinal que, neste caso, é obtida num registrador, e portanto com resultados pouco precisos.

Optamos pois pela construção de um novo medidor de fase que, utilizando um computador eletrônico, fornece as seguintes vantagens:

a) através da digitalização de vários pontos da curva:
   1- possibilita a determinação precisa da fase e da amplitude do sinal;
   2- verifica se o sinal é repetitivo (sinal em regime) e, portanto, estável;
   3- introduz uma variável, indicando a distorção do sinal evitando medidas em regiões não lineares.

b) Controle da frequência do oscilador de U.B.F, possibilitando assim a varredura automática em frequência.

IV.1 - "Hardware"

IV.1.1 - Descrição do método da medida

Como a figura (IV.2) mostra, o medidor é composto de tres partes básicas:

a) O oscilador de U.B.F

O oscilador de U.B.F. produz uma tensão senoidal $v_o(t)$ de frequência, programada pelo computador, a ser aplicada na

amostra. Neste circuito são gerados também os pulsos de sinerônismo com os respectivos períodos T e $\frac{T}{N}$, necessários para a digitalização do sinal $v_i(t)$.

b) O circuito de controle

O circuito de controle é responsável pelos seguintes passos:

- sincronização da digitalização dos dados;
- recepção e interpretação dos comandos enviados pelo computador;
- envio de mensagens para o computador em caso de erros tais como "overflow", "underflow" ou "data overrun".

c) O conversor análogo-digital

Neste circuito é feita a digitalização da tensão $v_i(t)$ em N palavras de 12 bits, sendo uma palavra para cada amostragem.

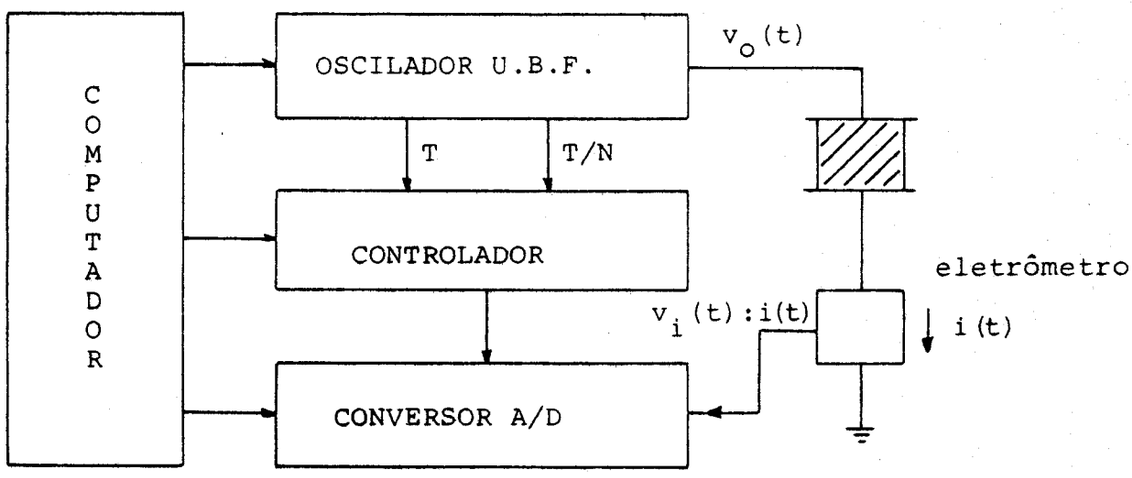


Fig. (IV.2)

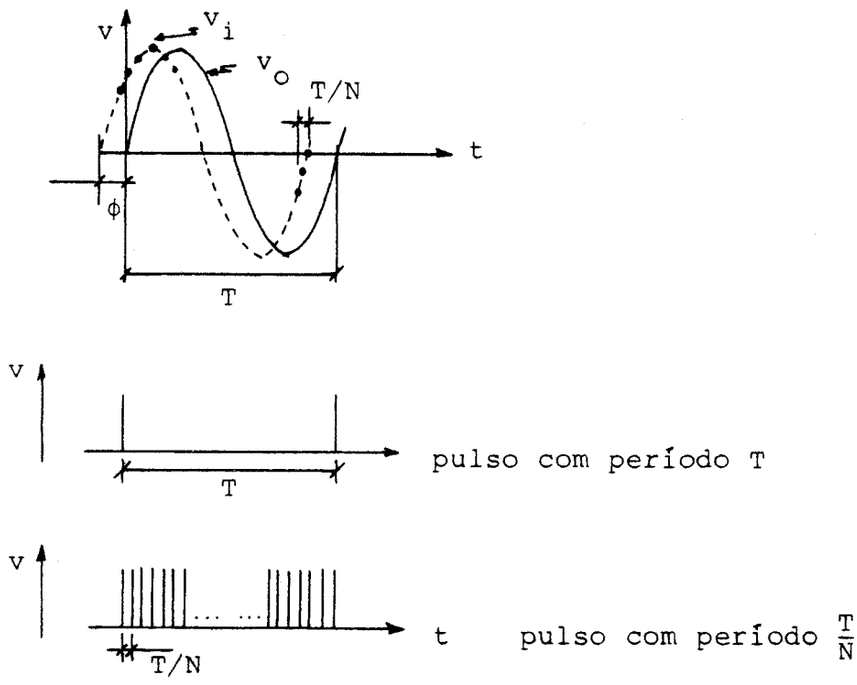
Na figura (IV.3) ilustramos o sistema de aquisição dos dados a partir de um sinal genérico v(t) onde:

v_i : curva digitalizada em N partes por período

T : período

ϕ : defasagem

$v_o = V_o \sin\omega t$: tensão aplicada na amostra



O objetivo desta medida é determinar a amplitude V_o e a fase ϕ entre v_o e v_i.

Como a onda v_o do oscilador de U.B.F é senoidal e sua amplitude e frequência são conhecidas, não há necessidade de digitalizar esta curva. Em compensação, temos então que sincronizar a digitalização da corrente para não perder a informação da fase. Is

so é feito através do pulso T, obtido do oscilador de U.B.F, inicinado-se cada ciclo de digitalização do sinal de corrente v_i, no instante que t é múltiplo de 2π na equação $v_o = V_o \sin\omega t$.

Para a formação do pacote de dados é necessário um segundo pulso do oscilador, $\frac{T}{N}$, iniciando a digitalização de cada ponto a ser medido.

Teremos assim um conjunto de dados, disponível para cálculos numéricos a serem feitos no computador.

IV.1.2 - Descrição das características do oscilador de U.B.F.

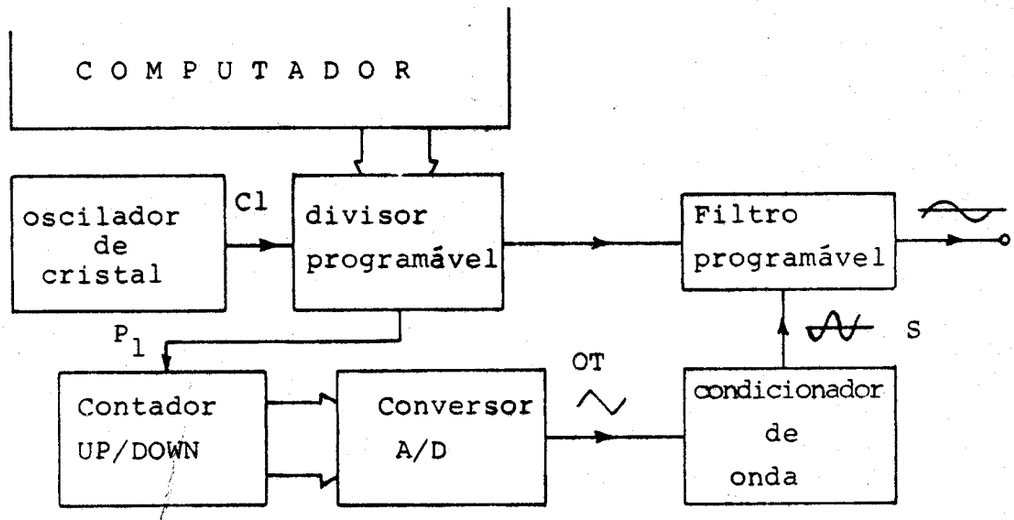


Fig. (IV.4)

A onda senoidal é construída da seguinte forma:

Um oscilador de quartzo fornece pulsos de uma frequência fixa. Esta frequência é dividida através de um divisor programável. Desta maneira obtém-se novos pulsos P_1 com frequência programável.

Estes pulsos são fornecidos a um contador "UP/DOWN" que soma ou subtrai digitalmente estes pulsos, conforme valores máximos e mínimos atingidos no contador. Desta forma obtemos, na saída do contador, uma palavra digital que, quando convertida através de um conversor Digital análogo, produz uma onda triangular escalonada (OT).

Esta onda triangular (OT) é depois convertida numa onda senoidal (S), através de circuitos limitadores com diodos. Desta maneira teremos um condicionador de onda independente da frequência, já que ele não contém capacitores ou indutâncias e os efeitos capacitivos dos diodos são desprezíveis devido ao fato de que apenas as baixas frequências devem ser condicionados.

Finalmente, esta onda senoidal (S) é filtrada por um filtro programável, removendo as deformações provocadas pela construção digital desta onda.

Podemos ver que esta deformação é facilmente removível, já que o primeiro harmônico provocado por esta deformação terá uma frequência 512 vezes maior que a fundamental, já que a onda triangular (OT) é constituída de uma escada de 256 passos.

Se necessário, é possível colocar uma memória programável "ROM" entre o contador UP/DOWN e o conversor. Desta forma podemos obter uma senoide mais estável já que com isso substitui-se o condicionador analógico.

IV.2 - "Software"

IV.2.1 - Programa principal

Este programa que ilustramos com diagrama da figura (IV.5),

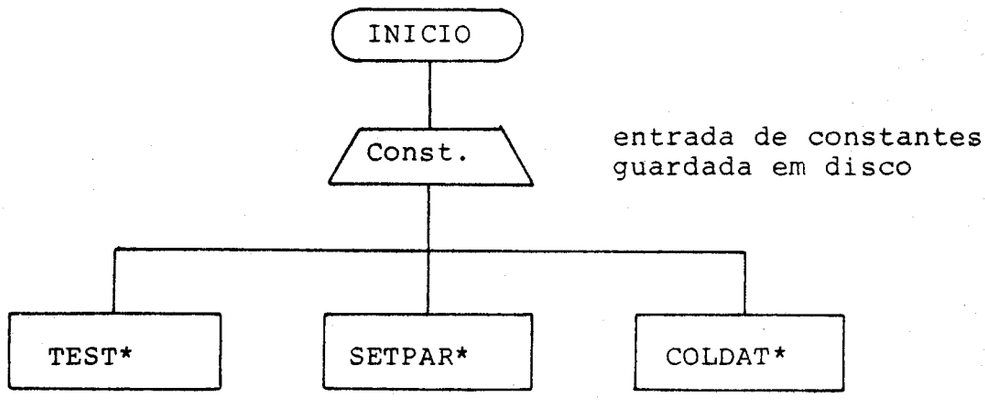
inclui tidas as rotinas necessárias para a operação do medidor de fase e o oscilador de U.B.F. e pode ser dividido em 3 partes:

1- Programas de teste para:

a) verificar o controle de frequência;

b) verificar a distorção da onda do oscilador de U.B.F. (necessário para ajustes do condicionador de onda);

c) verificar o conteúdo do conversor A/D para calibragem e regulagem. Estes dados servem também para determinar a constante de conversão do conversor A/D.



(*) as rotinas TEST, SETPAR, e COLDAT são colocadas em overlay para economizar memória.

Fig. IV.5 - Estrutura do programa U.L.F

2- Definição dos parâmetros da medida a ser feita, isto é:

a) identificação da substância;

b) frequência mínima da varredura;

c) frequência máxima da varredura;

d) número de pontos a medir;

e) escala do eletrômetro;

f) amplitude do sinal aplicado na amostra.

3- Coleta de dados

Esta rotina fornece o valor da fase, da amplitude, da estabilidade e da deformação para cada ponto de varredura em frequência e compoê-se das seguintes sub-rotinas:

a) execução e controle da varredura automática;

b) controle do oscilador da U.B.F.;

c) coleta de dados do medidor;

d) cálculos para obtenção da fase, da amplitude, da estabilidade e da deformação;

e) verificação da condição de erros. Estes podem ser:
   1. fatais;
   2. recuperáveis com a intervenção do operador (por exemplo, mudança da escala do eletrômetro) ou;
   3. auto recuperável (falta de estabilidade, caso no qual a mesma medida é repetida);

f) impressão dos dados e gravação em disco magnético para processamento posterior.

IV.2.2 - Programas adicionais

O objetivo principal das medidas em U.B.F. é obter um gráfico da variação da permitividade complexa (ε' e ε'') em função da frequência, de uma amostra dada. Isto é feito através de uma série de programas, efetuando-se:

- correções na fase e na amplitude, devido às características específicas do medidor de fase, do eletrômetro, do criostato e outros parâmetros;
- a transformação da corrente da fase e da amplitude do sinal de de U.B.F. em ε' e ε'';
- desenho de gráficos de ε' e ε'' em função da frequência.

IV.3 - Princípio do oscilador programável

Um dos problemas relacionados com a construção do oscilador de U.B.F. é o da busca de um método que representasse a variação de frequência (de 40 a 10^{-3} H_z) numa única palavra de 12 bits.

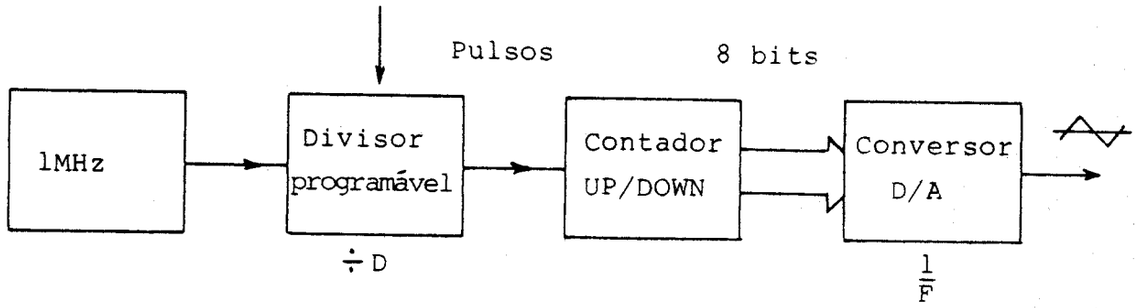


Fig. IV.6

Como a figura IV.6 mostra, precisamos de 512 pulsos para formar um período completo na saída do oscilador de U.B.F. Sabendo-se que o oscilador de cristal de quartzo oscila numa frequência de 1 MH_z teremos a seguinte relação:

$$D = \frac{1\ MH_z}{512} \times \frac{1}{F}$$

onde

D: divisão a ser efetuada

F: frequência a ser obtida.

Utilizando-se uma palavra de 12 bits, onde 3 bits representam o expoente em hexadecimal (E) e os nove bits restantes, a mantissa (M) em binário, podemos representar divisões de 64 até 10^{11} com uma resolução variando de $\frac{1}{64}$ ou 1,5%, no pior caso, até

$\frac{1}{1023}$ ou 0,1% dependendo do valor da mantissa.

Assim, a frequência F pode ser calculada da seguinte forma:

$$F = \frac{1\ MH_z}{512} \times \frac{1}{M \times (16^E)}$$

onde

M representa a mantissa (9 bits) e

E expoente em hexadecimal (3 bits).

CAPÍTULO V

DESCRIÇÃO DOS SISTEMAS ELETRÔNICOS

V.1 - Oscilador programável

A tensão senoidal produzida pelo oscilador de U.B.F. é obtida deformando-se a onda triangular escalonada, formada digitalmente, a qual o período é determinado pela frequência do gerador de pulsos programável, com um condicionador de onda. A figura (V.1) mostra um diagrama em blocos do sistema:

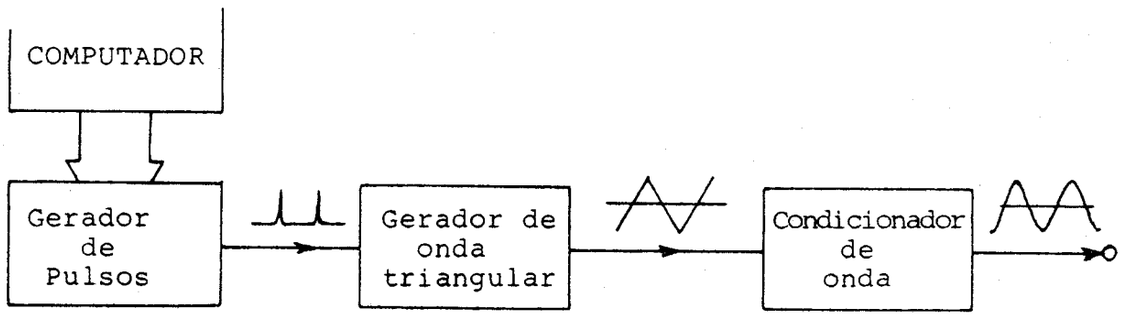


Fig. (V.1) - Oscilador de U.B.F.

V.1.1 - Gerador de pulsos com frequência programável

A programação da frequência é feita através de uma palavra de 12 bits fornecida pelo computador. Esta palavra, guardada numa memória de 12 bits, representa a divisão a ser efetuada na frequência obtida no oscilador de cristal de 1 MHz e é constituída por uma mantissa de 9 bits e um expoente hexadecimal de 3 bits como explicado no Capítulo IV secção 3.

A divisão é feita consecutivamente através de dois conjuntos de circuitos: um, para executar a divisão indicada pelo expoente, constituído de um decodificador binário-decimal, diviso-

res por 16 e portas , e outro para efetuar a divisão da mantissa, formado de contadores e comparadores como ilustrado na figura (V.2).

Para realizar a divisão da frequência do relógio de 1 MHz , determinado pelo expoente, divide-se esta frequência quatro vezes consecutivas por 16. Assim são obtidas simultaneamente todas as possíveis frequências representadas no expoente.

A escolha de uma destas frequências é feita através de portas. O conversor binário-decimal transforma o expoente de código binário em código decimal. Desta forma obtemos sinais lógicos que, ligados nas portas possibilitam a escolha de uma só frequência determinada pelo valor do expoente.

Os pulsos, com a frequência escolhida através do expoente, são fornecidos a um contador de 9 bits. O valor desta contagem é constantemente comparado com o valor da mantissa através de um comparador digital.

Se a contagem do contador coincide com o valor da mantissa um pulso é produzido, que: limpa o conteúdo do contador e obriga o gerador de onda triangular a avançar um passo.

Depois deste pulso a contagem no contador se reinicia novamente repetindo-se assim cada vez a divisão a ser efetuada pelo contador, determinada pela mantissa.

V.1.2 - Gerador de onda triangular

A geração da onda triangular é feita através de dois contadores "UP/DOWN". Estes contadores contam os pulsos fornecidos pelo gerador de pulsos em ordem crescente ou decrescente conforme o estado do multivibrador biestável no circuito de controle.

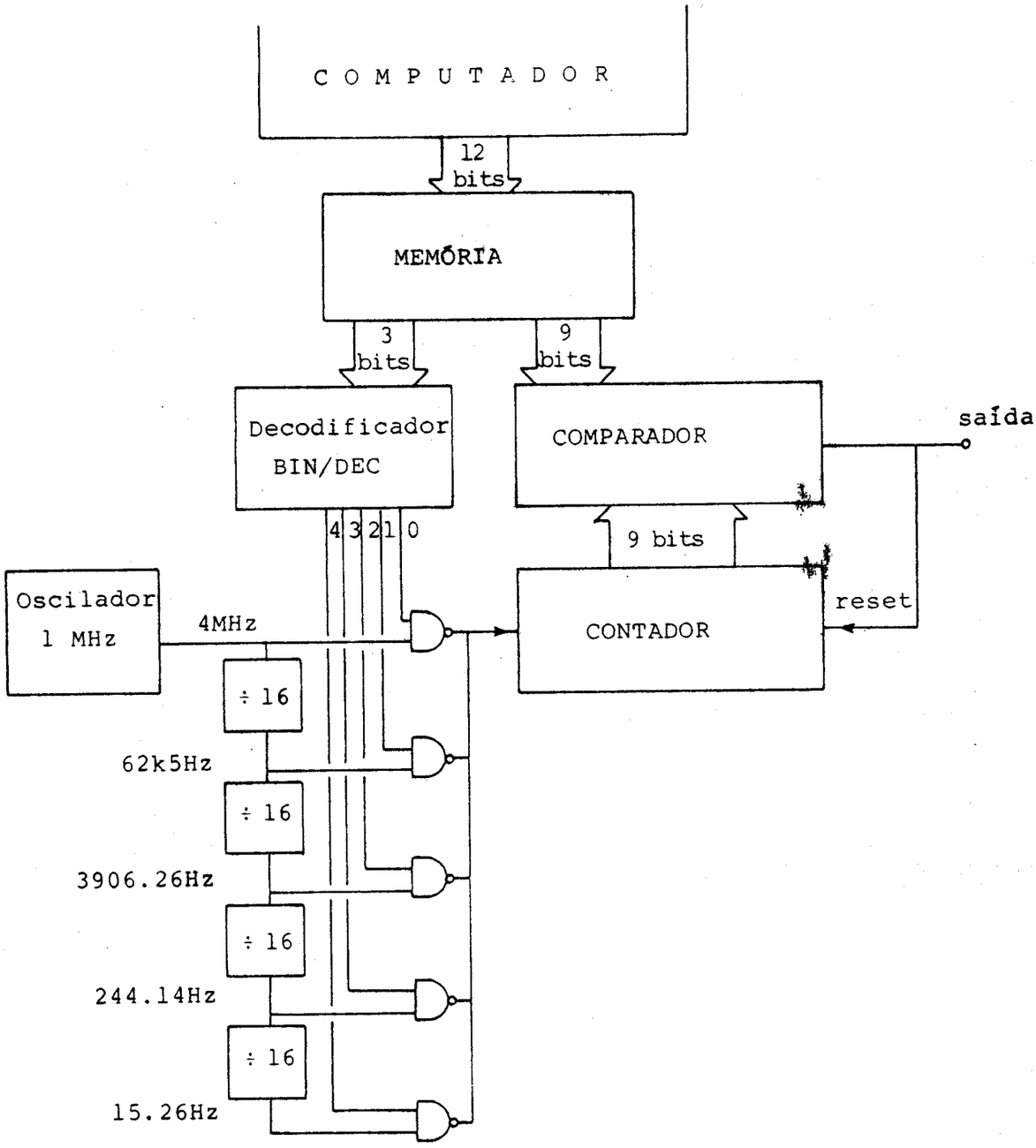


Fig. (V.2) - Gerador de pulso programável

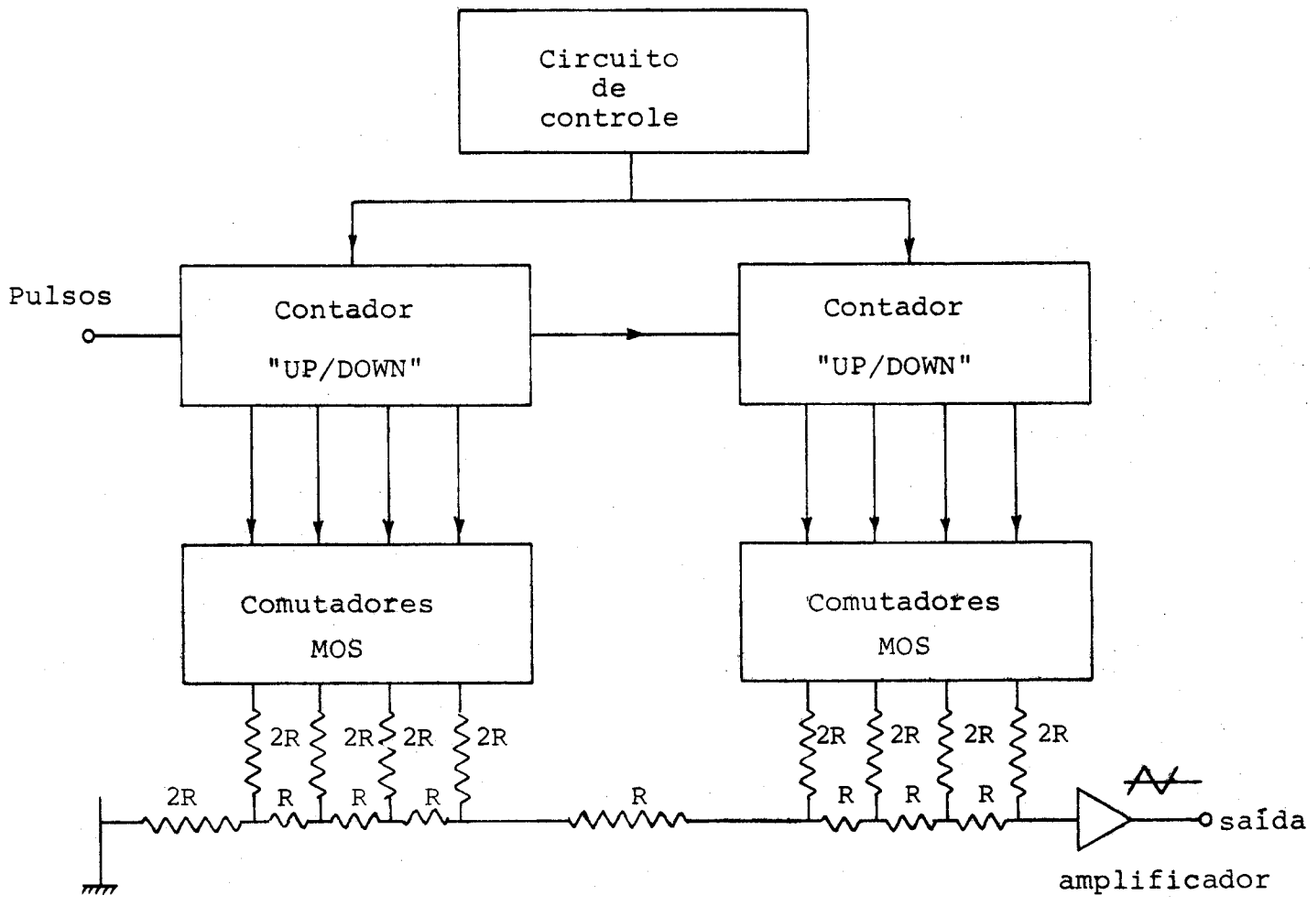


Fig. (V.3) - Gerador de onda triangular

O estado deste multivibrador depende do último limite de contagem atingida. Se este limite for uma contagem máxima (512 pulsos) o multivibrador colocará os contadores em contagem decrescente, no caso deste limite ser uma contagem mínima (0 pulsos) os contadores serão colocados em contagem crescente.

Devido as características destes contadores, é necessário o recarregamento do valor da contagem no instante que os limites da contagem são atingidas.

Finalmente o valor desta contagem é transmitida para comutadores "MOS" que têm como objetivo converter os níveis lógicos em níveis analógicos de 0 volts e 5 volts. Os sinais obtidos nestes comutadores são somados com peso adequado dependendo de cada bit através de uma cadeia de resistências como ilustrado na figura (V.3), desta maneira é efetuada conversão digital-analógica da contagem resultando numa onda triangular na saída deste conversor.

V.1.3 - Condicionador de onda

A transformação de uma voltagem triangular para uma voltagem senoidal é feita através de uma atenuação, variável e função da amplitude instantanea do sinal.

Esta técnica, baseado em atenuações acionadas por diodos figura (V.4), é frequentemente utilizada em computação analógica para a geração de funções.

Como indicado na figura (V.5) foram utilizados 12 níveis de atenuação que conforme os diodos em condução atenuam a onda triangular de 20 V_{pp} até uma senoide de 12,5 V_{pp}. Desta maneira, obtemos uma senoide composta de 24 segmentos. Devido a curva ca-

racterística (I-V) dos diodos obtemos um chaveamento suave resultando assim em deformações desprezíveis.

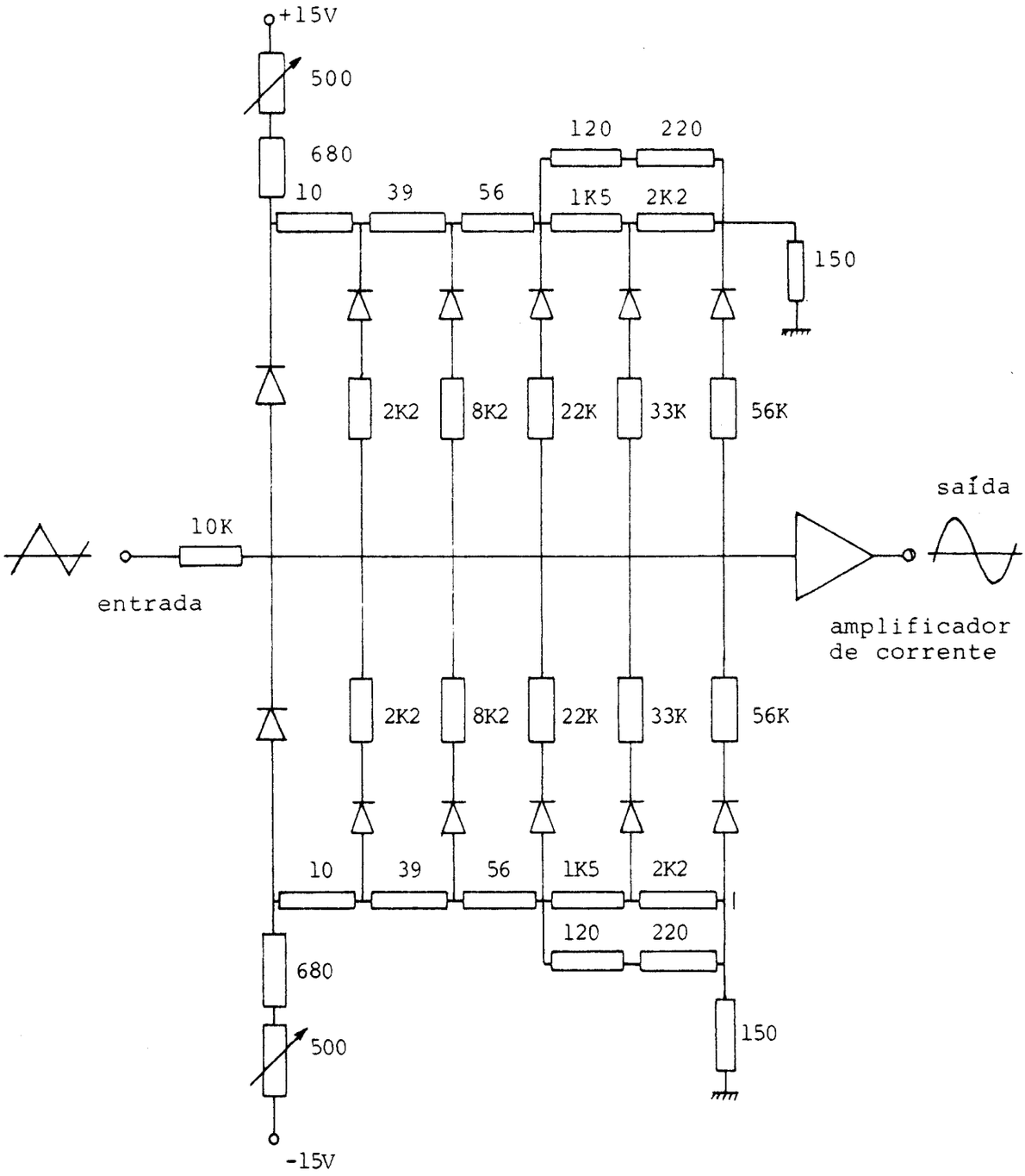


Fig. (V.4) - Condicionador de onda

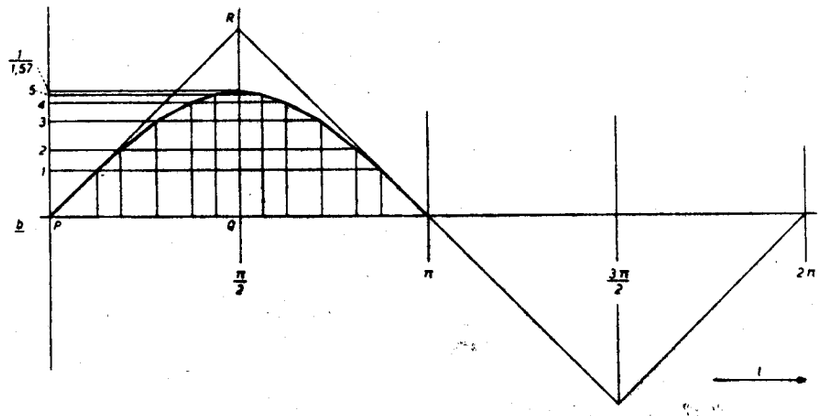


Fig. (V.5) - Condicionamento da onda triangular

V.2 - Conversor análogo digital

A digitalização do sinal de entrada é feita através de um conversor A/D de 12 bits da Datel. Este conversor digitaliza a amplitude do sinal de entrada em um código binário de 12 bits resultando assim numa representação máxima de 4096 em decimal.

Devido à utilização da entrada bipolar esta representação é utilizada tanto para sinais positivos que para sinais negativos reduzindo assim a resolução máxima até $\frac{1}{2048}$ ou aproximadamente 0,05%.

Como o eletrômetro utilizado para transformar a corrente defasada numa tensão amplificada não possue uma variação infinita de escalas para poder efetuar sempre leituras no fundo da escala, teremos, no caso menos favorável uma resolução de $\frac{1}{2048/3}$ ou $\simeq$ 0.15%.

É portanto muito importante que se utilize sempre a escala mais sensível. Avisos são incluídos nos programas para pedir a mudarem de escala se possível.

A digitalização é efetuada cada vez que é recebido um sinal (INC) do circuito de controle figura (V.6). O resultado da conversão, um sinal lógico (de 12 bits paralelo, em TTL, lógica positiva), é fornecido na interface do computador PDP 11/45 através de uma ligação assincrona paralela. Esta é controlada pelo circuito de controle do medidor de U.B.F. e pela interface.

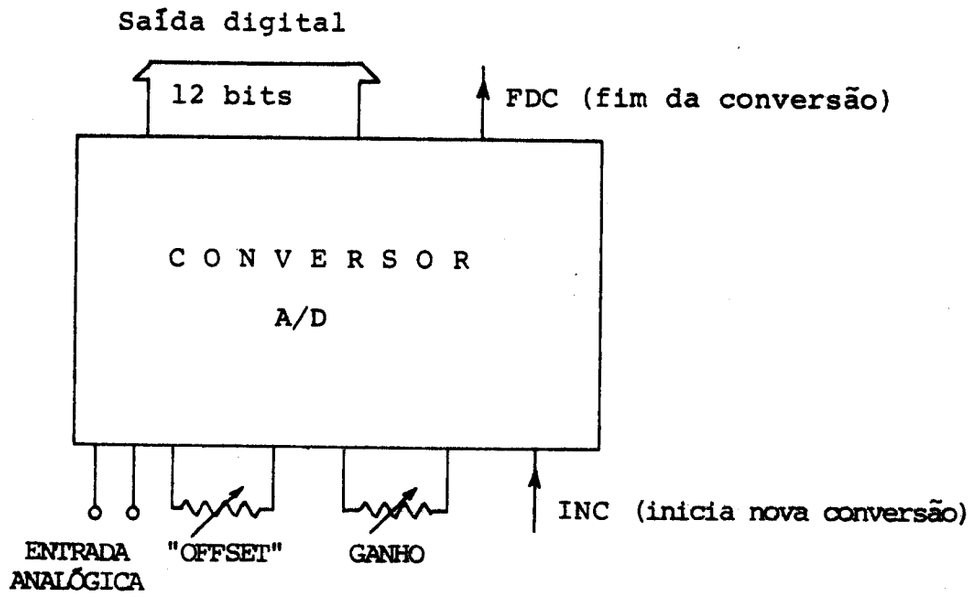
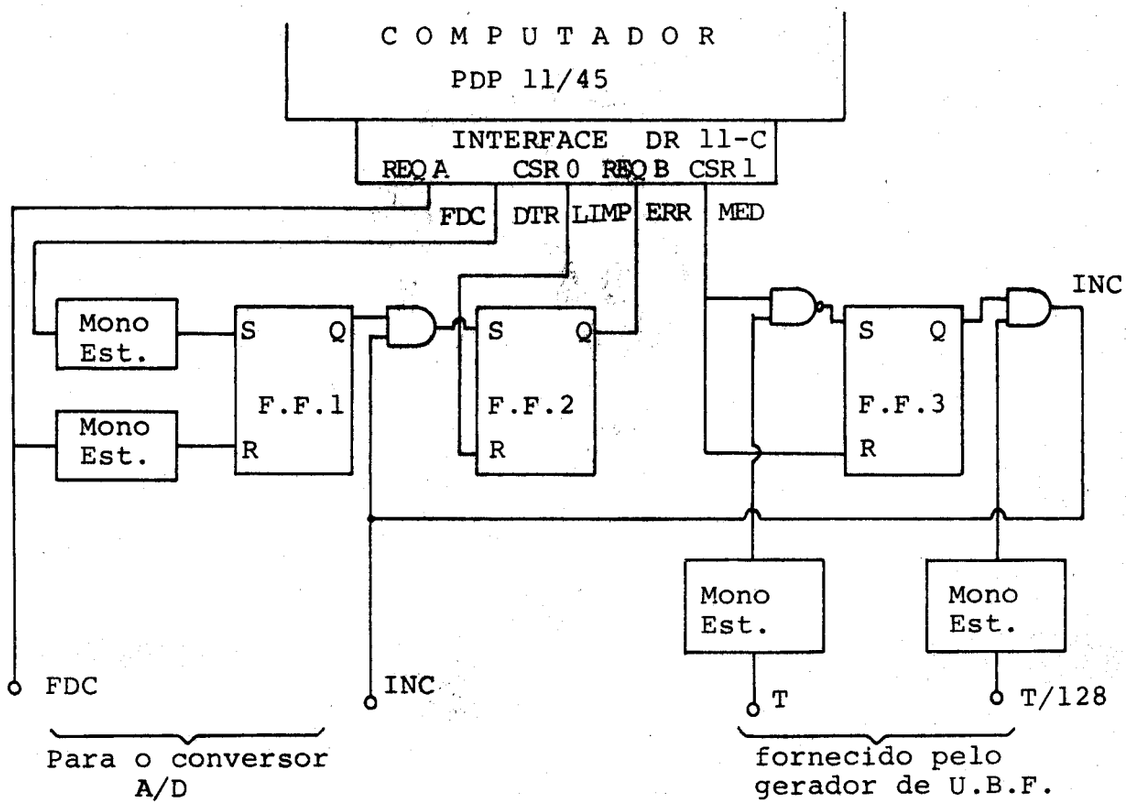


Fig. (V.6) - Conversor Análogo-Digital

V.3 - Circuito de controle

O circuito de controle realiza as seguintes operações:

- a sicronização da conversão A/D do primeiro ponto com o início do período do oscilador de U.B.F.;
- a digitalização dos próximos pontos do sinal defasado nos instantes indicados pelo oscilador de U.B.F.;
- a deteção da condição de erro "DATA OVERRUN" e a transmissão desta informação para o computador.



Lista dos sinais

FDC (fim de conversão)

DTR (dados transmitidos)

LIMP (limpa código de erro

ERR (condição de erro)

MED (pedir medidas)

INC (inicia nova conversão)

T (pulso de sicronismo do período de U.B.F.)

T/128 (pulso de sincronismo para cada ponto do período de U.B.F.)

Fig. (V.7) - Circuito de controle

O sinal MED (pede medidas, vide lista de sinais na fig. (V.7)) fornecido pela interface do computador, indica que uma digitalização deve ser iniciada ou continuada.

No caso em que a medida de um novo pacote de dados deva ser efetuada, é necessário que se espere o pulso T do oscilador de U.B.F. indicando o início de um novo período. Uma vez obtido este pulso T, será produzido um pulso INC iniciando a digitalização do primeiro ponto do sinal defasado.

Esta digitalização contínua a ser feita sincronizadamente com o pulso $\frac{T}{128}$ obtido na geração da onda triangular do oscilador de U.B.F. através dos pulsos INC até o desaparecimento do sinal MED. Desta maneira se torna possível a coleta de dados de vários períodos consecutivos sem necessidade de novas comunicações entre o computador e o circuito de controle.

Uma outra tarefa importante do circuito de controle é verificar antes de iniciar uma nova digitalização através do pulso INC, se os dados anteriores já forem transmitidos para o computador. A tentativa de se iniciar a próxima conversão A/D enquanto os dados anteriores ainda não forem transmitidos resulta numa condição de erro chamado "DATA OVERRUN". Neste caso é produzido um pulso ERR para avisar o computador que a coleta de dados está errada.

Esta verificação de erro é muito importante, já que vários equipamentos são interligados no mesmo computador problemas de atendimentos em tempo real podem acontecer resultando num atraso na transferência dos dados. Para medidas em "altas" frequências como por exemplo 40 Hz se torna necessário transferir o con-

teúdo do conversor A/D 128 vezes por período, ou seja, cada 195μsec'. Descontando o tempo da conversão de 60μsec' restam 145μsec' de prazo dentro do qual a transferência deve ser feita.

Este problema de "Data overrun" pode ser contornado alterando as prioridades de "Hardware" e de "Software" no computador. Porém uma verdadeira solução para este problema é a utilização de uma memória para armazenamento temporário de cada período, dispensando-se desta maneira o atendimento do computador em tempo real.

NOTA: *Descrições relacionadas à comunicação e interfaceamento com o computador PDP 11/45 não são discutidos, já que estes não influem diretamente no método da medida e necessita amplos conhecimentos de vários aspectos de estrutura de "Harware" e do "Software" deste computador.*

CAPÍTULO VI

DESCRIÇÃO DO SOFTWARE

Uma das maiores preocupações durante o desenvolvimento deste "Software" foi a elaboração de várias expressões de verificação para descutir e comunicar estados de processamento e falhas ocorridas.

Nada mais frustrante que testar um programa e observar que não acontece absolutamente nada. Caso que acontece frequentemente quando são utilizados rotinas em "Macro-Assembler" que inclui comunicações com periféricos. Foram necessários várias decepções com outros "Software" elaborados tais como drivers para plotter incremental e para o correlator Malvern e rotinas permitindo o uso de fita magnética em Fortran, para se chegar à conclusão que cada execução importante deve ser verificada após ser feita. Introduzimos assim uma palavra IRR transportada através de todo o "Software" indicando o estado do programa.

VI.1 - "Software" de comunicação

A comunicação do computador com o medidor de fase foi elaborada através de dois métodos diferentes. Para a transmissão de informações do computador para o medidor foi utilizado o método de endereçamento direto através de definição do "Imput/Output page" desta maneira tornando-se diretamente accessíveis os endereços e "buffers" da interface utilizada sem intervenção do sistema operacional.

Para realizar a recepção de dados enviados pelo medi-

dor, foi escrito um "driver", permitindo assim a utilização de intervenções assincrones provocáveis pela interface, que denominaremos "interrupts". Desta maneira se torna possível avisar o processador que novos dados são disponíveis na interface, sem necessidade da verificação contínua pelo computador do estado prontidão da interface.

VI.1.1 - Programação da frequência (rotina SFREQ)

Esta sub-rotina, chamavel em Fortran, possibilita a escolha da frequência do oscilador de U.B.F. O valor requerido é transferido com o argumento na chamada da sub-rotina SFREQ, sob forma de um número real de 32 bits.

Primeiramente é feita a conversão desta representação real para um inteiro de 4 bits simbolizando a divisão a ser efetuada pelo "hardware" como descrito nas secções IV.3 e V.1.

É necessário a utilização de um inteiro de duas palavras devido a representação limitada de -32767 até +32767 de um inteiro de uma palavra (16 bits).

Depois é efetuado um teste para verificar se este resultado está dentro dos limites de programação do oscilador de U.B.F. No caso de erro é dado um valor de 100 à variável IRR indicando que a frequência está fora dos limites programáveis.

A transformação deste número inteiro de 4 bits contendo a divisão a ser efetuada no oscilador de U.B.F. é transformada numa palavra de 12 bits constituída de 3 bits para a formação de expoente hexadecimal e 9 bits para a representação da mantissa. Esta sub-rotina HEX transfere o resultado desta conversão pa

ra o medidor de fase.

Devido à importância de se conhecer a frequência programada são transferidos da sub-rotina HEX para sub-rotina SFREQ o valor do expoente e da mantissa. Através deste expoente e mantissa é recalculado na sub-rotina SFREQ o valor da frequência do oscilador de U.B.F.

Como explicado na secção IV.3 existirá no máximo uma diferença de 1,5% entre o valor da frequência pedida e obtida. É importante mencionar que todos os cálculos a serem efetuados depois, utilizem a verdadeira frequência obtida no oscilador de U.B.F. e não a solicitada.

Na figura (VI.1) são ilustrados as principais partes desta sub-rotina.

Sub-rotina SFREQ (FREQ, IRR)

- Tranformação Real * 4 Interger * 4
- Verificação de erro
  Sub-rotina HEX (IFRS, IMANT, EEXP)
  - Transformação Interger * 4 12 bits
  - Transferência para medidor
- Cálculo da frequência do oscilador

Fig. (VI.1) - Estrutura da sub-rotina para programação da frequência

VI.1.2 - Sub-rotina para leitura dos dados

Esta sub-rotina contém todo o restante da "Software" necessário para estabelecer a comunicação entre o computador e o medidor de fase e é constituído de duas partes: uma para emissão

de mensagem e outra para recepção de dados.

Esta sub-rotina SUBULF é escrita em Macro-Assembler e contém dois pontos de entrada definidos por símbolos globais chamaveis em Fortran.

A parte contendo a emissão é chamada através do símbolo SETO. Esta rotina quando chamada provoca a geração do pulso LIMP na interface do computador efetuando a retirada da condição de erro existente no medidor de fase no caso de "DATA OVERRUN" discutido na secção V.3. A execução deste comando é feita através de construções operando diretamente nos registros da interface.

A parte de recepção é chamada através do ponto de entrada RDULF na sub-rotina SUBULF, e executa as seguintes tarefas:

- a comunicação com o "Driver" pedindo a iniciação de uma coleta de uma quantidade ISAMPL de dados a serem colocados nas posições consecutivas de memória definidas por esta rotina. A quantidade de pontos ISAMPL a serem digitalizados depende do número de pontos a converter por período e do número de períodos a serem transmitidos;
- a verificação da existência de "Data overrun" explicado na secção V.3 ;
- a verificação de cada ponto digitalizado para detectar a ocorrência de "overflow" ou "underflow" na conversão análogo digital;
- na ocorrência de uma destas falhas chamar a sub-rotina ERROR. Esta sub-rotina envia uma mensagem explicativa do erro ocorrido para o operador. O valor de IRR relacionado ao tipo de falha ocorrido será mantido e transferido para o programa principal a

fim de possibiliatar a tomada de providências necessárias.

Rotinas contidas em SUBULF

- SETO : apaga condição de erro "DATA OVERRUN" no medidor de fase;
- RDULF: efetua a obtenção e verificação preliminar de digitalização do sinal defasado.

Fig. (VI.2) - Sub-rotina SUBULF

Mencionamos também a existência de rotinas de comunicação, relacionados à recepção de informações ou emissão de mensagens que, devido à suas simplicidades, não são discutidos. Também não trataremos, pelas mesmas razões, da varredura (logarítmica) automática.

VI.2 - Determinação da fase, amplitude, estabilidade e deformação

Para a determinação da fase, amplitude, estabilidade e deformação, são utilizados os dados obtidos através da digitalização de dois períodos consecutivos do sinal defasado.

VI.2.1 - Estabilidade

Através destes dois conjuntos de dados, cada um representando um período digitalizado, se torna possível determinar a estabilidade ou reprodutibilidade da medida efetuada. Definimos a variável DEVSTAB indicando esta estabilidade da seguinte forma:

$$DEVSTAB = \left| \frac{1}{N(AMPL\ 1)^2} \sum_{i=1}^{N} (DAT\ 1(i) - DAT\ 2(i))^2 \right|^{1/2}$$

desta maneira obtem-se um desvio normalizado entre os dois conjuntos de dados DAT 1 e DAT 2 com amplitude AMPL 1 , formado através da digitalização consecutiva de dois períodos T em N pontos cada um.

Este valor da estabilidade é fundamental para interpretar a precisão da medida.

Normalmente serão rejeitados os dados com um desvio DEVSTAB maior que 1%, caso no qual se repetirá automaticamente a medida até 3 vezes no máximo. Se nestas 3 vezes não for conseguida uma medida suficientemente estável, a sub-rotina erros envia uma mensagem para o operador avisando a existência da instabilidabilidade na coleta de dados.

Neste caso deve-se verificar se não existe possibilidade de aumentar a amplitude da tensão aplicada na amostra, ou alterar a escala do eletrômetro para aumentar a amplitude do sinal fornecido no conversor A/D resultando uma conversão de maior resolução.

Notamos que a estabilidade mínima a ser obtida para a aceitação da medida é um parâmetro fixado pelo operador adaptável desta forma à qualidade da medida.

VI.2.2 - Amplitude

São feitos dois cálculos da amplitude do sinal:

No primeiro método descrito na secção III.1, supõe-se que a varia

ção do sinal é senoidal. Assim a amplitude AMPL 1 pode ser calculada da seguinte forma:

$$\text{AMPL 1} = \left| \frac{2 \sum_{i=1}^{N} \text{DAT 1}(i)}{N} - 2(\text{OFFSET})^2 \right|^{1/2}$$

onde DAT 1 representa o conjunto de N dados que representam um período digitalizado e OFFSET é o valor do componente C.C. do sinal.

No segundo método a determinação da amplitude AMPL 2 é obtido através da análise de Fourier como descrito na secção III.2 e pode ser obtido através da seguinte expressão:

$$\text{AMPL 2} = \left| a^2 + b^2 \right|^{1/2}$$

onde, AMPL 2 representa a amplitude do sinal obtido pelo método de Fourier, e a e b os coeficientes de Fourier para a frequência fundamental.

Devido a precisão maior obtida na determinação da amplitude pela análise de Fourier, utilizamos AMPL 2 em vez de AMPL 1 nos cálculos subsequentes,

VI.2.3 - Deformação

É necessário que se verifique a existência de distorção no sinal defasado para evitar determinações da fase assim como ε' e ε'', com sinais distorcidos, que podem ser provocados por vários efeitos tais como: variações da condutividade em relação ao campo aplicado como citado por Brot (12) em medidas feitas em DNA, ou saturações em caso de relaxações dipolares.

Para a avaliação desta distorção definimos uma variável DIST indicando a percentagem da potência do sinal, devida aos harmônicos, da seguinte forma:

$$DIST = \frac{(AMPL\ 1)^2 - (AMPL\ 2)^2}{(AMPL\ 2)^2} \times 1000$$

onde: DIST : Distorção em %

$(AMPL\ 1)^2$: Potência total

$(AMPL\ 2)^2$: Potência do fundamental

VI.2.4 - Determinação da fase

Para a determinação da fase (FAS) do sinal defasado, utilizando-se a expressão deduzida tanto pela teoria de correlação (Cap. III.3), como pela análise de Fourier (Sec. III.2) sendo:

$$FAS = \arccos \left| \frac{2}{AMPL\ 2\ .\ N} \sum_{i=1}^{N} DAT\ 1(i)\ .\ \sin\left(\frac{2\pi}{N}\ (i-1)\right) \right|$$

onde DAT 1 representa o sinal defasado digitalizado as N pontas.

VI.3 - Determinação de ε' e ε" e construção de gráficos

Antes de efetuar qualquer tipo de cálculo com os resultados da fase e amplitude obtidos com a aplicação dos processos descritos na secção VI.2, temos que corrigir a fase com a curva de defasagem obtida ligando a saída do oscilador na entrada do conversor. Esta técnica corrige simultaneamente os seguintes artefatos:

a) correções devido ao fato de que o início da digitalização do

primeiro ponto é feito num instante t_1 depois do início de cada ciclo devido a atrasos provocados nos circuitos de sincronização. Como este atraso é independente da frequência, obtemos uma falsa variação na fase como ilustrado na figura (VI.3);

b) Existem também outros efeitos devidos aos filtros colocados para evitar a distorção provocada pela formação digital da senoide como discutido na secção IV.3.

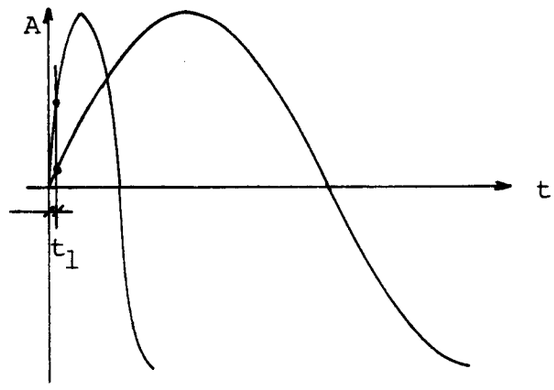


Fig. (VI.3) - Efeito do atraso digital na fase.

Para efetuar as correções necessárias devido ao efeito da impedância do eletrômetro e do conjunto (cabos, creostato, etc.), analisamos o circuito equivalente da nossa medida como ilustrado na figura (VI.4).

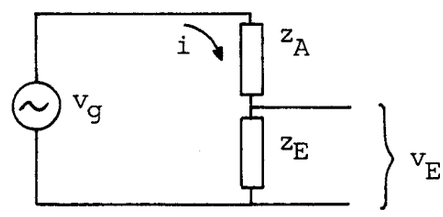


Fig. (VI.4) - Circuito equivalente da medida experimental.

onde

$\hat{v}_g$: tensão do gerador de U.B.F.

$\hat{i}$: corrente no circuito

$\hat{v}_E$: medida feita pelo medidor de fase

$\hat{z}_E$: impedância do eletrômetro e cabos

$\hat{z}_x$: impedância da amostra

representam todas variáveis complexas.

Assim podemos escrever que

$$\hat{i} = \frac{\hat{v}_E}{\hat{z}_E} \qquad \text{(VI.4-1)}$$

e

$$\hat{z}_A = \frac{\hat{v}_g - \hat{v}_E}{\hat{i}} \qquad \text{(VI.4-2)}$$

ou combinando (VI.4-1) e (VI.4-2)

$$\hat{z}_A = \frac{\hat{v}_g - \hat{v}_E}{\hat{v}_E \cdot \hat{i}} \cdot \hat{z}_E \qquad \text{(VI.4-3)}$$

Assim obtemos facilmente através de um programa a impedância complexa $\hat{z}_A$ da amostra como definida pela equação VI.4-3.

Na secção III.4 relacionamos a permitividade dielétrica complexa com a impedância complexa através da seguinte equação:

$$\hat{z}_A = (j\omega\varepsilon' + \omega\varepsilon'') \frac{C_o}{\varepsilon_o}$$

ou

$$\omega\varepsilon'' + j\omega\varepsilon' = \frac{\hat{z}_A - \varepsilon_o}{C_o}$$

$$\omega\varepsilon'' + j\omega\varepsilon' = R_A \frac{\varepsilon_o}{C_o} + j R_j \frac{\varepsilon_o}{C_o}$$

onde

R_A é a parte real de $\hat{z}_A$

e

R_j é a parte imaginária.

Igualando as partes reais e imaginárias obtemos:

$$\omega\varepsilon'' = R_A \frac{\varepsilon_o}{C_o}$$

ou

$$\varepsilon'' = \frac{R_A}{\omega} \frac{\varepsilon_o}{C_o} \qquad \text{(VI.4-4)}$$

e

$$\omega\varepsilon' = R_j \frac{\varepsilon_o}{C_o}$$

ou

$$\varepsilon' = \frac{R_j}{\omega} \frac{\varepsilon_o}{C_o} \quad . \qquad \text{(VI.4-5)}$$

Através das equações VI.4-4 e VI.4-5, obtemos assim ε' e ε''.

Para graficar ε'' e ε' contra logaritmo da frequência é utilizada uma rotina escrita em Fortran produzindo o gráfico no ploter incremental CALCOMP do computador PDP 11/45.

CAPÍTULO VII

DISCUSSÕES E CONCLUSÕES

Cabe agora, no presente trabalho, fazer uma discussão geral sobre os nossos resultados e ressaltar as conclusões mais importantes a que nos levaram os mesmos.

Um dos aspectos a nosso ver mais importantes de serem discutidos é de que esta tese representa um esforço interdisciplinar entre as áreas de instrumentação, computação e física no que tange à parte de espectroscopia de dielétricos a ultra-baixas frequências. O fato de que escolhemos trabalho interdisciplinar repousa na consideração de que em física aplicada (área de nosso doutoramento) tal faceta é essencial. Por outro lado devemos reconhecer também que nosso trabalho visou dar continuidade às tradições de investigações em dielétricos de um lado e contribuir para os esforços de implantação dos grupos de instrumentação e biofísica em nosso Instituto. Trata-se de uma das primeiras, senão a primeira tese realizada com tal escopo mais amplo o que redundou, como seria de se esperar em certos ônus que aumentaram a dificuldade de sua realização, dentro das condições de infra estrutura vigentes no próprio ambiente do país, porém que terminaram, a nosso ver por demonstrar que é possível a realização de tal tipo de pesquisas interdisciplinares com resultados positivos.

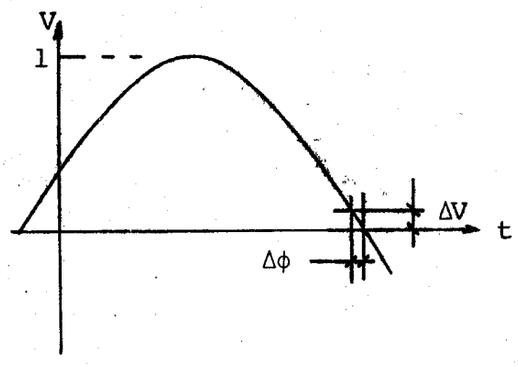
Nesse particular um aspecto que não nos furtamos a apresentar nesta discussão é de que muitas investigações que realizamos na presente tese, por exemplo no que se refere a "software" de comunicação e outros aspectos, as quais dedicamos longo tempo de

pesquisa e trabalho não são discutidas em detalhe na presente apresentação. Mencionaremos entretanto como exemplo o problema da exigência da resposta em tempo real. Isto demandou o desenvolvimento de um "driver" para a interface, a transferência de dados para o sistema operacional a partir da interface e deste para sub-rotinas de Macro-Assembler. Não discutimos os detalhes destas investigações que redundaram em resultados positivos para não alongar demasiadamente a tese.

Um outro problema essencial de ser focalizado na presente discussão é o fato de que a espectroscopia de ultra-baixas frequências é um campo de pesquisa em física totalmente novo e em aberto (gama de $1\text{-}10^{-4}$ Hz) o que traz vantagens de um lado porém graves dificuldades de outro. As vantagens são óbvias, com tal instrumentação e tal novo método de medidas, nos colocamos em posição de dar uma contribuição pioneira no campo dos dielétricos e deste ramo da espectroscopia em geral. As desvantagens são que ficamos sem sistemas com os quais padronizar os nossos métodos. Assim todos os materiais dos cabos, do sistema de medidas, das próprias componentes do hardware não foram ainda investigados nesta gama de U.B.F. e fica o grave problema de avaliarmos a sua influência em particular sobre as medidas de dispersão. Cremos que gradualmente, com a sedimentação de resultados experimentais no campo, que o presente método verá trazer, iremos ganhando a necessária experiência para um mais completo entendimento do campo. Limitando-nos entretanto no presente trabalho a vencer os passos iniciais que cremos irão desencadear o pleno uso do método e da própria instrumentação nas investigações. É interessante notar que apesar de nossos esforços

e do nosso orientador, foi-nos impossível obter dos melhores laboratórios no campo de pesquisas em dielétricos tanto nos E.U. como no Japão, países líderes em tais campos, amostras para padronização de nossa instrumentação a ultra-baixas frequências com a precisão que desejávamos.

Com relação ao problema da precisão na medida da fase(0.01) uma importante discussão é a que se refere ao que se necessita em termos de desvio nas medidas para chegarmos a um tal número. Isto pode ser visto da figura (VII.1), onde ilustramos a precisão necessária na medida da amplitude para obtermos uma diferença de fase com precisão de 0.01^{o}.



$\Delta\phi = 0.01^{o}$

$\Delta V = 1.75 \times 10^{-4}$

ou 0.0175%

Fig. (VII.1)

Ainda nesta discussão gostaríamos de focalizar o problema da alternativa que enfrentamos inicialmente na construção do sistema. Para medida da diferença de fase poderíamos em princípio partir da digitalização das duas funções i(t) e v(t) para posterior processamento. Entretanto um oscilador comum, tipo RC por exemplo leva aos seguintes problemas:

- existência de transientes de longo tempo de duração nesta gama de U.B.F.;
- instabilidade em frequência e amplitude incompatíveis com a precisão que buscavamos;
- complicação na parte de programação devido ao fato de termos que digitalizar duas funções em tempo real, levando em conta também a determinação ou escolha da frequência.

Tal problema teve solução satisfatória com o projeto, construção e desenvolvimento do oscilador de U.B.F. digital programável que é a nosso ver um dos elementos centrais do novo método. Com tal oscilador pudemos chegar aos seguintes resultados:

- inexistência de transientes;
- alta precisão na frequência e na amplitude bem como grande estabilidade com relação às mesmas variáveis;
- a curva i(t) digitalizada e utilizada com os métodos de correlação anteriormente discutidos contém a informação da diferença de fase para qualquer frequência desejada.

Com respeito à precisão da frequência ela passou a ser a do oscilador fonte que é de frequência relativamente alta (1MHz), portanto com oscilador programável e U.B.F. passamos a gozar de excelente estabilidade de frequência bem de seu próprio valor absoluto . Como a amplitude da função gerada independe da frequência,obtivemos também excelente estabilidade em amplitude. Cremos que tal solução, que não foi adotado em laboratórios com tradição em medidas dielétricas, foi uma das chaves para a solução do problema.

Neste tipo de medidas foi essencial a resolução do problema do drift do eletrômetro o que foi conseguido, como discuti-

mos pela análise de dois períodos o que nos permitiu avaliação de vários fatores tais como:

- drift do eletrômetro e sua correção;
- avaliação do ruído no sinal;
- avaliação da eventual não linearidade da resposta do sistema.

Queremos deixar bem ressaltado o fato de que o nosso sistema apesar de trabalhar em regime linear poder avaliar (pela relação estatística das amplitudes apenas do fundamental) possíveis não linearidades. Este ponto pode abrir um campo totalmente novo nas pesquisas visto que com muitos materiais, em especial materiais de interesse biológico como o colágeno, DNA e RNA foram detetadas fortes não linearidades na resposta do sistema conforme pesquisas recentes em nossos laboratórios (teses de mestrado de S. Quezado, orientador S. Mascarenhas; tese de mestrado de J. Póvoa, orientador Prof. R.L. Zimmerman).

Embora tenhamos utilizado o computador de maior porte PDP 11/45 pelo fato de estar disponível em nossos laboratórios é perfeitamente viável a construção de um sistema utilizando um microprocessador específico para o método. Este é outro aspecto que faz parte importante da presente discussão, em virtude de suas implicações práticas.

Finalmente ainda nestas discussões queremos sublinhar o fato de que em se tratando de um método que envolve técnicas digitais ficam abertas amplas possibilidades de ampliação do software para outros problemas. Um dos exemplos que nos ocorre citar é o da própria análise mais profunda das não linearidades em função da amplitude do campo aplicado bem como da própria frequência. Es

te aspecto é de extrema importância por exemplo para estudos de influências de hidratação nas propriedades dielétricas de DNA e RNA conforme foi demonstrado em nossos laboratórios (ref. Trabalho S. Quezado, J.N. Onuchic e S. Mascarenhas, Int. S. Dielectrics, Kyoto).

Queremos finalmente fazer um resumo das conclusões mais importantes da presente tese:

- factibilidade da análise da utilização de técnicas de correlação e análise de Fourier para determinação de parâmetros dielétricos a U.B.F. através do uso de um sistema com aquisição digital de dados;
- factibilidade do projeto, desenvolvimento e construção de um novo tipo de medidor de fase a U.B.F. controlado por computador;
- excelência do desempenho de um oscilador de U.B.F. programável, controlado por computador.

Na parte de software oferecem-se as seguintes conclusões:

- é possível a programação adequada em tempo real das rotinas de interfaceamento entre o medidor de fase e o PDP 11/45, desenvolvido em Macro-Assembler e Fortran IV, dentro das características desejadas de precisão requeridas pelas medidas a U.B.F.;
- é possível a determinação de um fator de estabilidade e das respectivas amplitudes e fase da corrente defasada com técnicas de correlação, bem como de critérios de não linearidade da resposta do sistema;
- é possível tornar o sistema bastante sofisticado sob o ponto de vista de automação com rotinas adequadas de saída, envolvendo gráficos, curvas de dispersão e varredura automática de frequência.

Como conclusão final mostramos pois experimentalmente que o medidor de U.B.F. proposto nesta tese pode funcionar dentro das especificações para as quais foi projetado. Esperamos que tal instrumento e o novo método de análise de propriedades dielétricas a U.B.F., por nós propostos, possa ter utilidade prática e dar sua contribuição ao campo de investigações em espectroscopia de dielétricos nesta gama ainda de grande potencial para pesquisas.

BIBLIOGRAFIA

(1) W.E. Vaughan, Dielectric properties and molecular behaviour, Van Nostrand Reinhold Company London (1969).

(2) A.R. Von Hippel, Dielectric and waves - John Wiley and Sons, Inc (1954).

(3) W.P. Harris, Harris Ultra Low Frequency Impedance Bridge, National Bureau of Standards Report 9627.

(4) J. Van Turnhout and P.H. Ong, Dielectric measurements at ultra-low frequencies by recheating of electrets, Central Laboratorium Delft.

(5) Y. Husinni and A. Wada, Time-domain measurements of dielectric dispersion as a response to pseudoradom noise, Rev. Sci. Instrum., vol 47, nº 2, February (1976).

(6) S.J. Wyard, Solid State Biophysics, McGraw-Hill Book Co. (1969).

(7) A.R. Von Hippel, Dielectric materials and applications, The Technology Press of M.I.T. (1954).

(8) B. Gross, Charge storage in solid dielectrics, Elsevier Amsterdam.

(9) S. Mascarenhas, Electrets in biophysics, N.Y. Ac. Sci., 1975.

(10) J. Slaets, Ponte de Ultra-Baixa Frequência para medidas dielétricas: aplicações a eletretos, 1976, IFQSC.

(11) S. Quezado, DNA: Bioeletreto, ferroeletricidade e não linearidade, dessertação, 1978, IFQSC.

(12) C. Brot and B. Lassier, On the Nonlinear Dielectric Behavior of Deoxyribonucleic Acid Fibers, J. Chem. Phys., 1965, vol. 43, p. 3603-3608.

(13) K.G. Beauchamp, Signal processing Using Analog and Digital Techniques, 1973, John Wiley & Sons.

(14) Henry W. Ott, Noise Reduction Techniques in electronic Systems, 1976, John Wiley & Sons.

(15) Giacoleto, Electronics Designers Handbook, 1977, McGraw-Hill.

(16) R.W. Budding, Functie generator voor zelfbouw.

(17) R.W. Budding, FUnctie generator voor zelfbouw, Radio Eletrônica, Vol. 19, pg 601, 604, AE.E. Kluwer.

(18) Alan B. Gkebene, Monolitic waveform generation, IEEE Spectrum April, 1972, p. 34-40.

(19) R.L. Zimmerman - Induced Piezoelectricity in Amorphous Biomaterials, Biophysical Journal, 16, 1341 (1976)

(20) Texas Instruments, The linear and interface circuits Data book, 1973.

(21) Texas Instruments, The TTL Book for Design Engineers, 1973.

(22) Don Lancaster, CMOS Cookbook, 1977, Haward W. Sams & Co.

(23) D.E.C., PDP 11/45 processor handbook, 1978.

(24) D.E.C., Computer interfacing accessories and Logic handbook, 1978.

(25) D.E.C., DR 11-C general device interface Manual, 1974.

(26) D.E.C., PDP-11 Fortran Language Reference Manual, 1975.

(27) D.E.C., PDP-11 Fortran IV - Plus User's Guide, 1975.

E manuais do sistema operacional RSX-11 M -V3.0 para o PDP-11 da Digital Equipment Corporation (D.E.C)

APÊNDICE

Neste apêndice apresentamos resultados importantes para a avaliação experimental do comportamento do sistema. Em particular discutimos os seguintes aspectos:

A_1 - Características técnicas do oscilador de UBF e do medidor de fase como construido praticamente.

A_2 - Correção da fase própria do sistema em função da frequência de medida.

A_3 - Teste experimental da estabilidade do conjunto oscilador de UBF e medidor de fase.

A_4 - Exemplo da rotina de teste do sistema em operação

A_5 - Exemplo de uma medida, com listagem do procedimento geral.

A_6 - Simulação da permitividade dielétrica complexa com um circuito RC e obtenção das curvas e em função da frequência (curvas de dispersão).

A_7 - Exemplo experimental da análise da distorção harmônica (não linearidade) com amostra de DNA.

Nota: As listagens "fonte" de toda a programação elaborada nesta tese estão arquivadas no DFCM onde podem ser consultadas.

APÊNDICE A_1

CARACTERÍSTICAS DO MEDIDOR DE FASE

Oscilador de U.B.F.

- Frequência de 40Hz até 0.0001Hz com resolução >1,6%
- Amplitude 5V
- Distorção harmônica $\ll$ 1%
- Impedância de saída 75Ω
- Máxima corrente de saída 20mA (R_L = 250Ω)
- Estabilidade e precisão da frequência $\ll$ 0.02% (depende do cristal)

Medidor de fase

- Sensibilidade de entrada ajustável de 1V até 5V .
- Impedância de entrada 1MΩ .
- Conversor A/D em 12 bit código binário com resolução de ±1 bit. sendo >0.05% para fundo de escala.
- Frequência máxima 40Hz (para conversão em 127 pontos).
- Determinação da distorção (típico 0.007%).
- Determinação do desvio da senoide ideal (típico 0.75%).
- Determinação da estabilidade (relação entre dois períodos consecutivos) (típico 0.15%).
- Determinação da amplitude em % do fundo de escala.
- Determinação do "Offset" em % fundo de escala (típico 0.8%)
- Tempo de medida: 2 ciclos (no máximo 3 ciclos)

APÊNDICE A_2

CORREÇÃO DE FASE

Como discutido nos capítulos anteriores, se torna necessário corrigir a fase devido a deslocamento do pulso de sincronismo e atrasos que ocorrem nos circuitos eletrônicos.

Para determinar esta correção de fase foi feito uma série de medidas de fase a várias frequências, utilizando-se a varredura automática, com a saída do oscilador de U.B.F. diretamente ligado à entrada do conversor análogo digital conforme a figura 1 . Desta forma obtivemos o gráfico ilustrado na figura 2, indicando a fase em função da frequência.

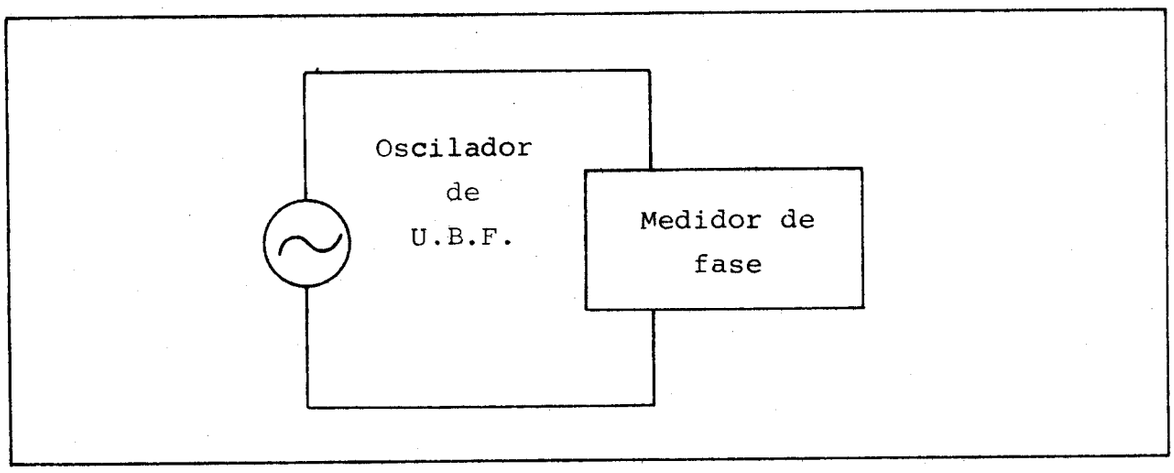


FIG. 1

Esta correção pode ser efetuada subtraindo-se da fase obtida com o medidor de fase o valor DT definido da seguinte forma:

$DT = 1.4^{o} - 3 \times 10^{-4} sec \times freq. \times 360^{o}$ (em graus) .

Onde 1.4^{o} ou Período/256 é dividido à maneira no qual foi obtido o pulso de sincronismo e 300μsec devido ao atraso nos circuitos eletrônicos.

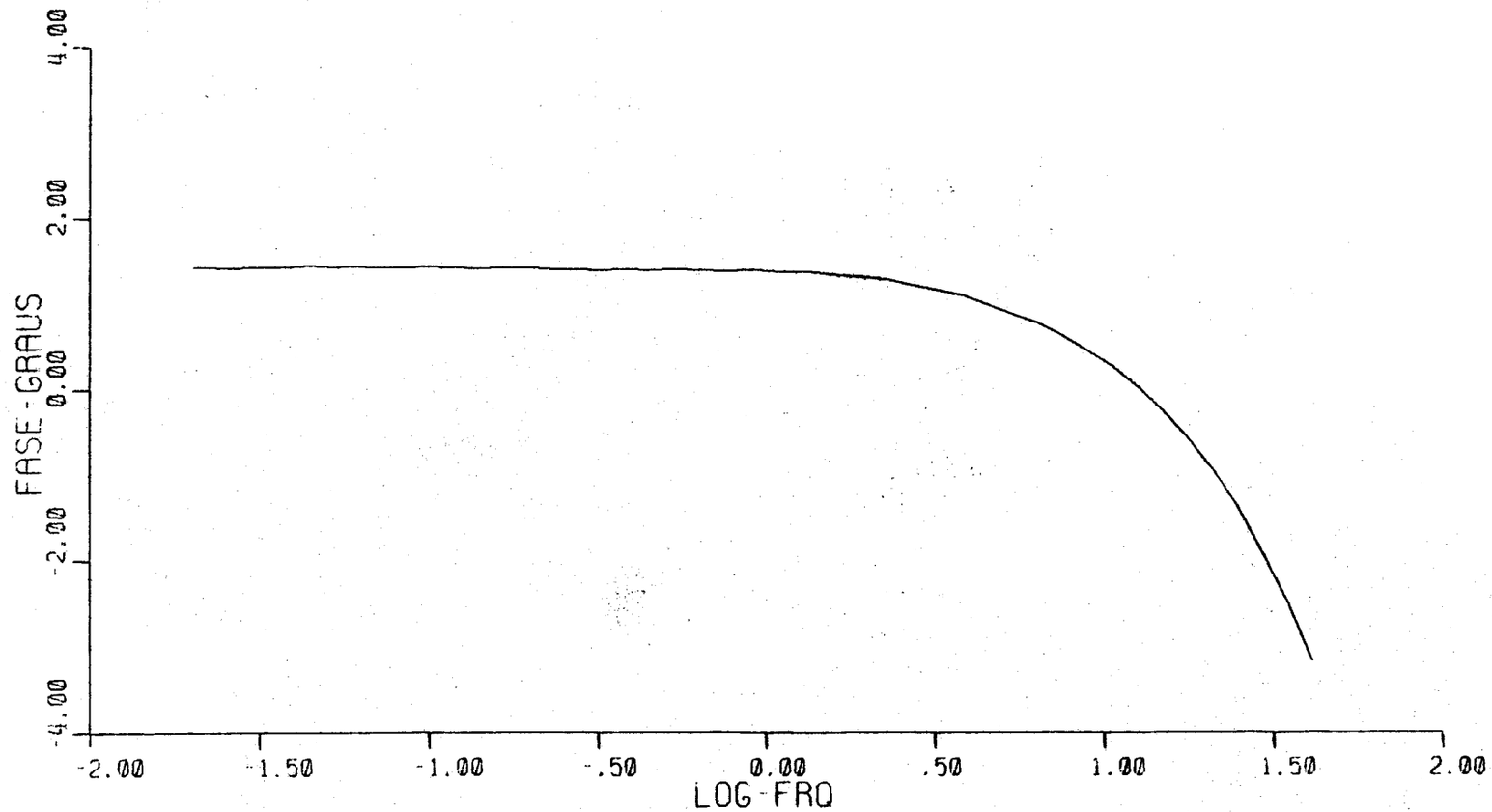


FIG. 2 - Fase em função da frequência

APÊNDICE A_3

TESTE DE ESTABILIDADE DO CONJUNTO OSCILADOR - MEDIDOR DE FASE

Para a verificação da estabilidade do conjunto total, foram feitas 500 medidas de uma defasagem a 0.05Hz com uma amplitude do sinal defasado de 91.17% do fundo de escala. Com os resultados assim obtidos, foram construídos dois histogramas: um para a fase e um para a amplitude (fig. 3 e 4). Desta forma ilustramos a variação da fase e da amplitude durante estas 7 horas de coleta. Como se vê, tanto a fase como a amplitude mostraram excelente estabilidade durante o período de medida.

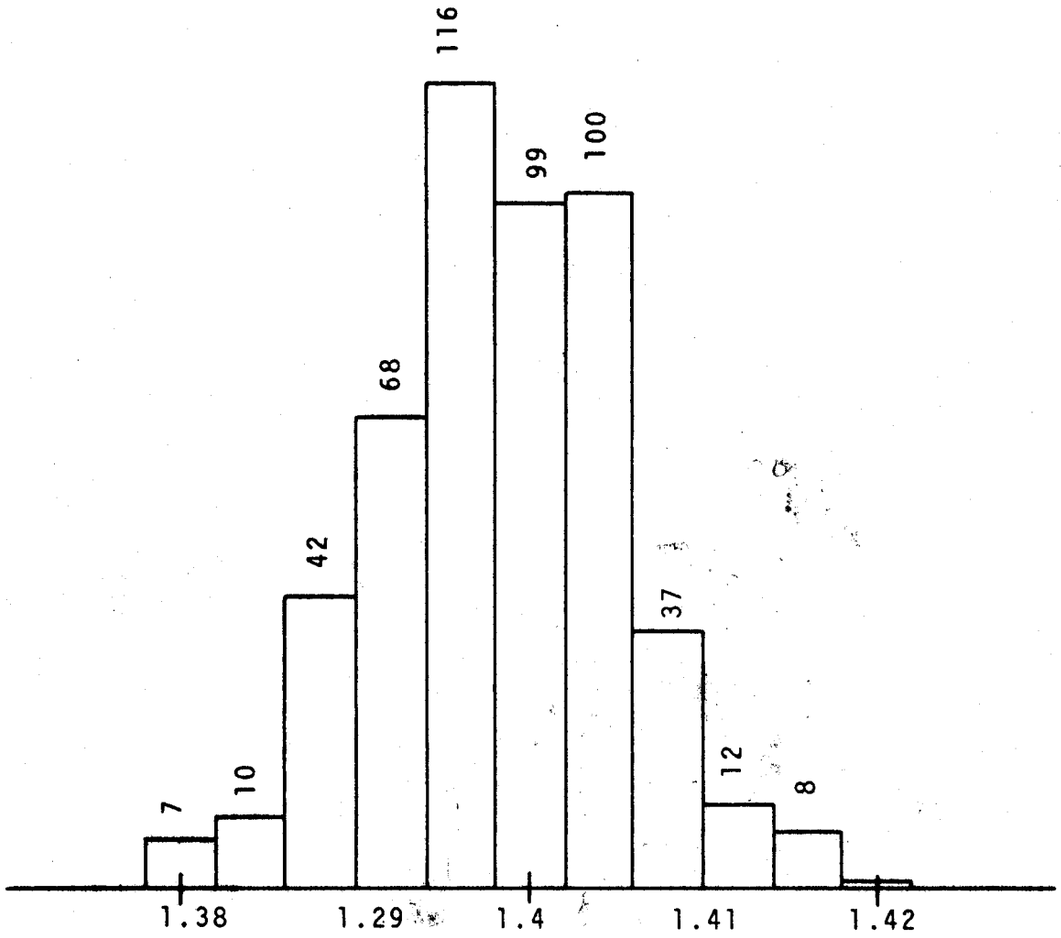


FIG. 3 - Estabilidade da fase (0.05Hz)

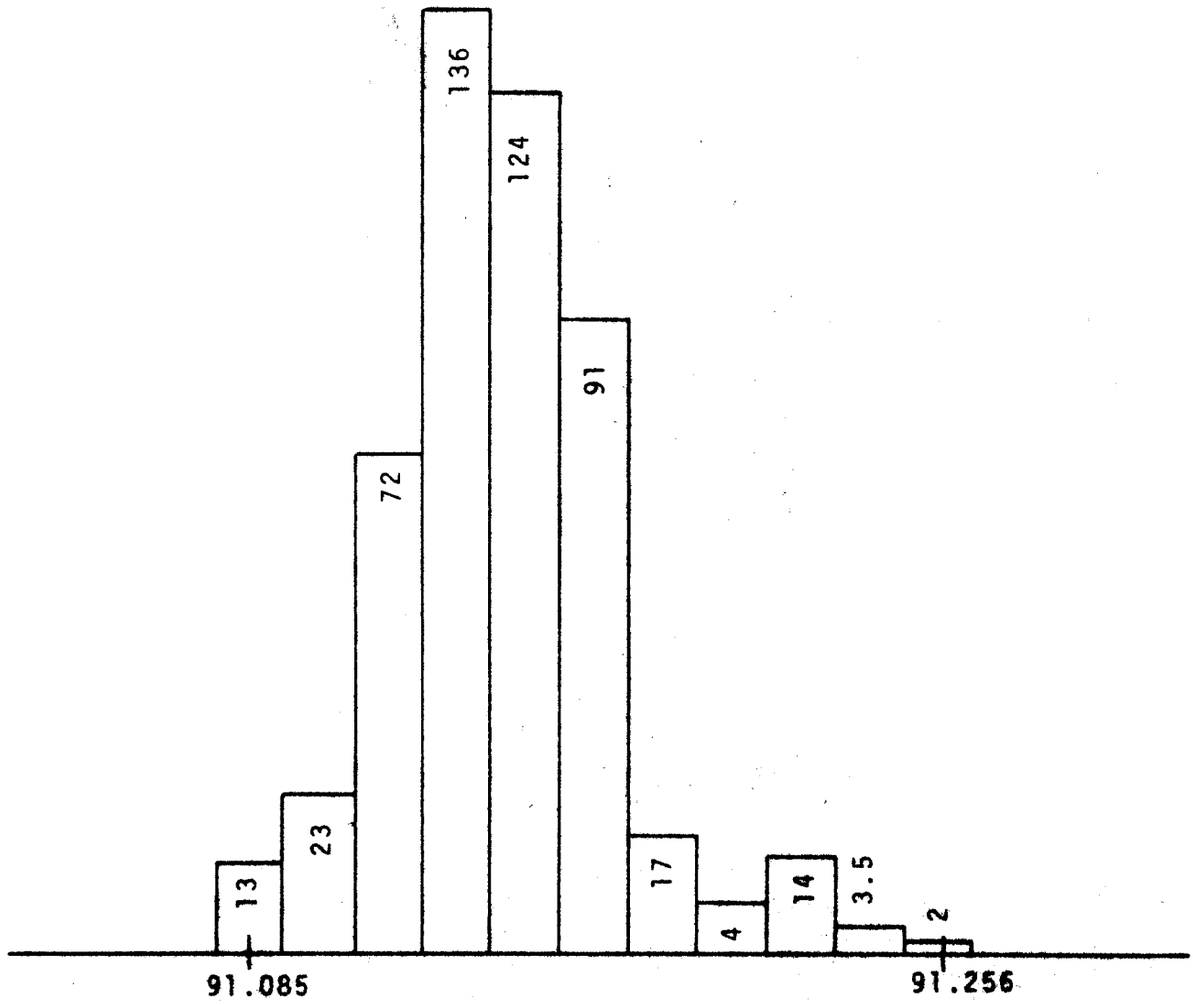


FIG. 4 - Estabilidade da amplitude do conjunto oscilador-medidor de fase (91.173% de fundo de escala a 0.05Hz)

APÊNDICE A_4

EXEMPLO DA ROTINA DE TESTE

Ilustramos na figura 13 uma listagem típica necessária para regulagem do condicionador de onda. Nesta listagem aparecem a diferença em % entre as amplitudes obtidas e as amplitudes ideais de um período.

Na figura 13 observamos a distorção provocada pela atenuação exagerada na parte negativa da onda senoidal resultando numa distorção de potência em mais que 1%. Esta desregulagem foi provocada artificialmente para teste do sistema.

```
>ULF
ULF>TEST
TST>SETFRQ
FREQ  10 23
FREQR       10.2796049
TST>SETFRQ
FREQ   000142
FREQR        0.0001426
TST>SETFRQ
FREQ:  4513
FREQR        0 4521123
TST>^Z

ULF>^Z

>REA ULF 6 T1
>ULF
ULF>S
FRQMAX [HZ ]   40.
FRQMIN [HZ ]   40.
NR  FREQ  POINTS , REPEAT  . 2
FULL SCALE [AMP ] : 1
AMPLIM   1.
STABMI  . 1
ULF>C
```

0.007	0.006	0.001	0.009	0.006	0.011
0.009	0.013	0.013	0.011	0.008	0.006
0.008	0.008	0.009	0.008	0.006	0.006
0.008	0.009	0.008	0.008	0.009	0.008
0.008	0.008	0.007	0.006	0.004	0.002
0.000	0.000	-0.003	-0.005	-0.007	-0.006
-0.005	-0.002	0.000	0.001	0.002	0.004
0.005	0.006	0.009	0.007	0.008	0.008
0.007	0.011	0.005	0.009	0.007	0.008
0.008	0.005	0.007	0.010	0.011	0.015
0.010	0.011	0.003	0.006	0.009	0.004
0.007	0.009	0.008	0.006	0.002	0.006
0.002	0.004	0.006	0.007	0.006	0.002
0.000	0.001	0.001	0.000	-0.002	-0.007
-0.007	-0.011	-0.014	-0.019	-0.019	-0.02
-0.021	-0.025	-0.028	-0.031	-0.032	-0.03
-0.029	-0.027	-0.026	-0.024	-0.023	-0.02
-0.018	-0.016	-0.014	-0.014	-0.012	-0.01
-0.008	-0.006	-0.002	0.001	0.001	0.00
0.002	0.001	0.004	0.007	0.007	0.00
0.007	0.005	0.001	0.003	0.004	0.005
0.007					

```
FRQ: 40.6901 AMPL:     90.3628    FASE:  -0.6419 DEVDAT:    0.168
             DEVSIN:       1.1299 DIST:     1.026 OFFSET:       0.696
```

FIG. 13 - Exemplo de teste

APÊNDICE A_5

EXEMPLO DE UMA MEDIDA

A listagem obtida no teletipo durante a execução de uma medida completa é ilustrada nas figuras 9,10 e 11, onde pedimos ao sistema uma varredura de frequência de 40Hz até 0,1Hz em 20 pontos, repetindo-se cada medida 2 vezes.

Como estabilidade mínima solicitamos 1% e amplitude mínima 15% que são os critérios utilizados para aceitação da medida. Podemos observar que a medida de 4.4089 Hz foi rejeitada por falta de estabilidade (DEVDAT >1%) e foi feita automaticamente uma nova medida. Atingindo a frequência de0,2581 Hz observamos o pedido de mudança de escala devido a obtenção de amplitude <15% .

Depois da coleta de dados, foi escolhida uma medida para cada frequência através do programa SEL. O programa "out" lista no terminal os pontos utilizados para efetuar os cálculos da permitividade dielétrica.

Finalmente foi executado o programa PLOTE que produz o gráfico ilustrado na figura 12 de E' E" baseado nos dados experimentais.

Como se vê, o sistema é bastante flexível e pode ser utilizado com muita conveniência nas várias condições de operação desejadas.

```
>ULF
ULF>S
FRQMAX [HZ.] : 40.
FRQMIN [HZ.] : .1
NR. FREQ. POINTS , REPEAT : 20,2
FULL SCALE [AMP.] : 100.
AMPLIM : 15.
STABMI : 1.
ULF>C

FRQ: 40.6901 AMPL:     91.5913    FASE:  -0.6552 DEVDAT:   0.157
             DEVSIN:     0.7395 DIST:    0.005 OFFSET:      0.710

FRQ: 40.6901 AMPL:     91.5828    FASE:  -0.6598 DEVDAT:   0.138
             DEVSIN:     0.7427 DIST:    0.006 OFFSET:      0.713

FRQ: 29.5928 AMPL:     91.5748    FASE:   1.3738 DEVDAT:   0.197
             DEVSIN:     0.7405 DIST:    0.006 OFFSET:      0.507

FRQ: 29.5928 AMPL:     91.6319    FASE:   1.3704 DEVDAT:   0.156
             DEVSIN:     0.7423 DIST:    0.006 OFFSET:      0.708

FRQ: 21.4629 AMPL:     91.6137    FASE:   3.4406 DEVDAT:   0.366
             DEVSIN:     0.7450 DIST:    0.006 OFFSET:      1.022

FRQ: 21.4629 AMPL:     91.5140    FASE:   3.4256 DEVDAT:   0.155
             DEVSIN:     0.7536 DIST:    0.006 OFFSET:      0.708

FRQ: 15.6250 AMPL:     91 2013    FASE:   5.6613 DEVDAT:   0.516
             DEVSIN:     0.7778 DIST:    0.006 OFFSET:      0.359

FRQ: 15.6250 AMPL:     91.3499    FASE:   5.6524 DEVDAT:   0.138
             DEVSIN:     0.7514 DIST:    0.006 OFFSET:      0.711

FRQ: 11.3554 AMPL:     91.1468    FASE:   8.3000 DEVDAT:   0.818
             DEVSIN:     0.7796 DIST:    0.006 OFFSET:      1.128

FRQ: 11.3554 AMPL:     90.9347    FASE:   8.3075 DEVDAT:   0.135
             DEVSIN:     0.7701 DIST:    0.006 OFFSET:      0.711

FRQ:  8.2760 AMPL:     89.4776    FASE:  11.5553 DEVDAT:   2.119
             DEVSIN:     0.9723 DIST:    0.009 OFFSET:     -0.110

FRQ:  8.2760 AMPL:     90.0991    FASE:  11.5686 DEVDAT:   0.108
             DEVSIN:     0.8060 DIST:    0.007 OFFSET:      0.702

FRQ:  8.2760 AMPL:     90.1216    FASE:  11.5645 DEVDAT:   0.127
             DEVSIN:     0.8019 DIST:    0.006 OFFSET:      0.707

FRQ:  6.0468 AMPL:     88.6675    FASE:  15.6757 DEVDAT:   0.391
             DEVSIN:     0.8366 DIST:    0.007 OFFSET:      0.608

FRQ:  6.0468 AMPL:     88.7562    FASE:  15.6601 DEVDAT:   0.152
             DEVSIN:     0.8259 DIST:    0.007 OFFSET:      0.710
```

FIG. 9

FRQ:	4.4089	AMPL:	86.1875	FASE:	20.9327	DEVDAT:	1.140
		DEVSIN:	0.8814	DIST:	0.008	OFFSET:	0.458
FRQ:	4.4089	AMPL:	86.5539	FASE:	20.9239	DEVDAT:	0.147
		DEVSIN:	0.7919	DIST:	0.006	OFFSET:	0.701
FRQ:	4.4089	AMPL:	86.5692	FASE:	20.9185	DEVDAT:	0.175
		DEVSIN:	0.7865	DIST:	0.006	OFFSET:	0.706
FRQ:	3.2124	AMPL:	82.0446	FASE:	27.4388	DEVDAT:	1.888
		DEVSIN:	1.0262	DIST:	0.011	OFFSET:	0.394
FRQ:	3.2124	AMPL:	82.6119	FASE:	27.4366	DEVDAT:	0.161
		DEVSIN:	0.8633	DIST:	0.007	OFFSET:	0.711
FRQ:	3.2124	AMPL:	82.6037	FASE:	27.4481	DEVDAT:	0.213
		DEVSIN:	0.8655	DIST:	0.007	OFFSET:	0.715
FRQ:	2.3475	AMPL:	76.5040	FASE:	35.2808	DEVDAT:	0.326
		DEVSIN:	0.8772	DIST:	0.008	OFFSET:	0.739
FRQ:	2.3475	AMPL:	76.4376	FASE:	35.2789	DEVDAT:	0.200
		DEVSIN:	0.8790	DIST:	0.008	OFFSET:	0.715
FRQ:	1.7193	AMPL:	67.3380	FASE:	43.9735	DEVDAT:	2.182
		DEVSIN:	1.3040	DIST:	0.017	OFFSET:	0.509
FRQ:	1.7193	AMPL:	67.9103	FASE:	43.9709	DEVDAT:	0.230
		DEVSIN:	1.0230	DIST:	0.010	OFFSET:	0.729
FRQ:	1.7193	AMPL:	67.9100	FASE:	43.9667	DEVDAT:	0.268
		DEVSIN:	1.0165	DIST:	0.010	OFFSET:	0.728
FRQ:	1.2585	AMPL:	57.5753	FASE:	52.9098	DEVDAT:	0.321
		DEVSIN:	1.1455	DIST:	0.013	OFFSET:	0.715
FRQ:	1.2585	AMPL:	57.5793	FASE:	52.9115	DEVDAT:	0.254
		DEVSIN:	1.1349	DIST:	0.013	OFFSET:	0.712
FRQ:	0.9110	AMPL:	46.0478	FASE:	61.4787	DEVDAT:	0.866
		DEVSIN:	1.4038	DIST:	0.020	OFFSET:	0.700
FRQ:	0.9110	AMPL:	46.1732	FASE:	61.4889	DEVDAT:	0.283
		DEVSIN:	1.3460	DIST:	0.018	OFFSET:	0.730
FRQ:	0.6634	AMPL:	36.0426	FASE:	68.6544	DEVDAT:	1.914
		DEVSIN:	1.5343	DIST:	0.024	OFFSET:	0.796
FRQ:	0.6634	AMPL:	35.7970	FASE:	68.6525	DEVDAT:	0.576
		DEVSIN:	1.5613	DIST:	0.025	OFFSET:	0.728
FRQ:	0.6634	AMPL:	35.8298	FASE:	68.6788	DEVDAT:	0.659
		DEVSIN:	1.4781	DIST:	0.022	OFFSET:	0.732

FIG. 10

```
FRQ:   0.4844 AMPL:     27.1092     FASE:   74.3425 DEVDAT:    0.553
              DEVSIN:       1.7696 DIST:     0.031 OFFSET:       0.716

FRQ:   0.4844 AMPL:     27.1186     FASE:   74.3444 DEVDAT:    0.543
              DEVSIN:       1.7893 DIST:     0.032 OFFSET:       0.711

FRQ:   0.3538 AMPL:     20.2603     FASE:   78.8096 DEVDAT:    0.713
              DEVSIN:       2.0857 DIST:     0.044 OFFSET:       0.725

FRQ:   0.3538 AMPL:     20.2451     FASE:   78.8739 DEVDAT:    0.635
              DEVSIN:       2.1319 DIST:     0.046 OFFSET:       0.719
CHANGE SCALE:[Y/N]? N

FRQ:   0.2581 AMPL:     14.8772     FASE:   82.1226 DEVDAT:    2.217
              DEVSIN:       2.6917 DIST:     0.073 OFFSET:       0.738
CHANGE SCALE:[Y/N]? ^Z

ULF>^Z

>RUN SEL
>
 FRQMAX:      40.6901054
FRQMIN, NR. POINTS:          16      0.2580768
SEL  --  STOP SEL

RUN OUT
>
```

	FRQ.	FASE:	AMPL. :	OFFSET:	DEVDAT:	DEVSIN:	DISTOR. :
1	40.6901	-0.6598	91.5828	0.713	0.138	0.7427	0.006
2	29.5928	1.3704	91.6319	0.708	0.156	0.7423	0.006
3	21.4629	3.4256	91.5140	0.708	0.155	0.7536	0.006
4	15.6250	5.6524	91.3499	0.711	0.138	0.7514	0.006
5	11.3554	8.3075	90.9347	0.711	0.135	0.7701	0.006
6	8.2760	11.5645	90.1216	0.707	0.127	0.8019	0.006
7	6.0468	15.6601	88.7562	0.710	0.152	0.8259	0.007
8	4.4089	20.9185	86.5692	0.706	0.175	0.7865	0.006
9	3.2124	27.4481	82.6037	0.715	0.213	0.8655	0.007
10	2.3475	35.2789	76.4376	0.715	0.200	0.8790	0.008
11	1.7193	43.9667	67.9100	0.728	0.268	1.0165	0.010
12	1.2585	52.9115	57.5793	0.712	0.254	1.1349	0.013
13	0.9110	61.4889	46.1732	0.730	0.283	1.3460	0.018
14	0.6634	68.6788	35.8298	0.732	0.659	1.4781	0.022
15	0.4844	74.3444	27.1186	0.711	0.543	1.7893	0.032
16	0.3538	78.8739	20.2451	0.719	0.635	2.1319	0.046

```
OUT  --  STOP

RUN PLOTE
 AMAX :
>100.
PLOTE  --  STOP PLOT
```

FIG. 11

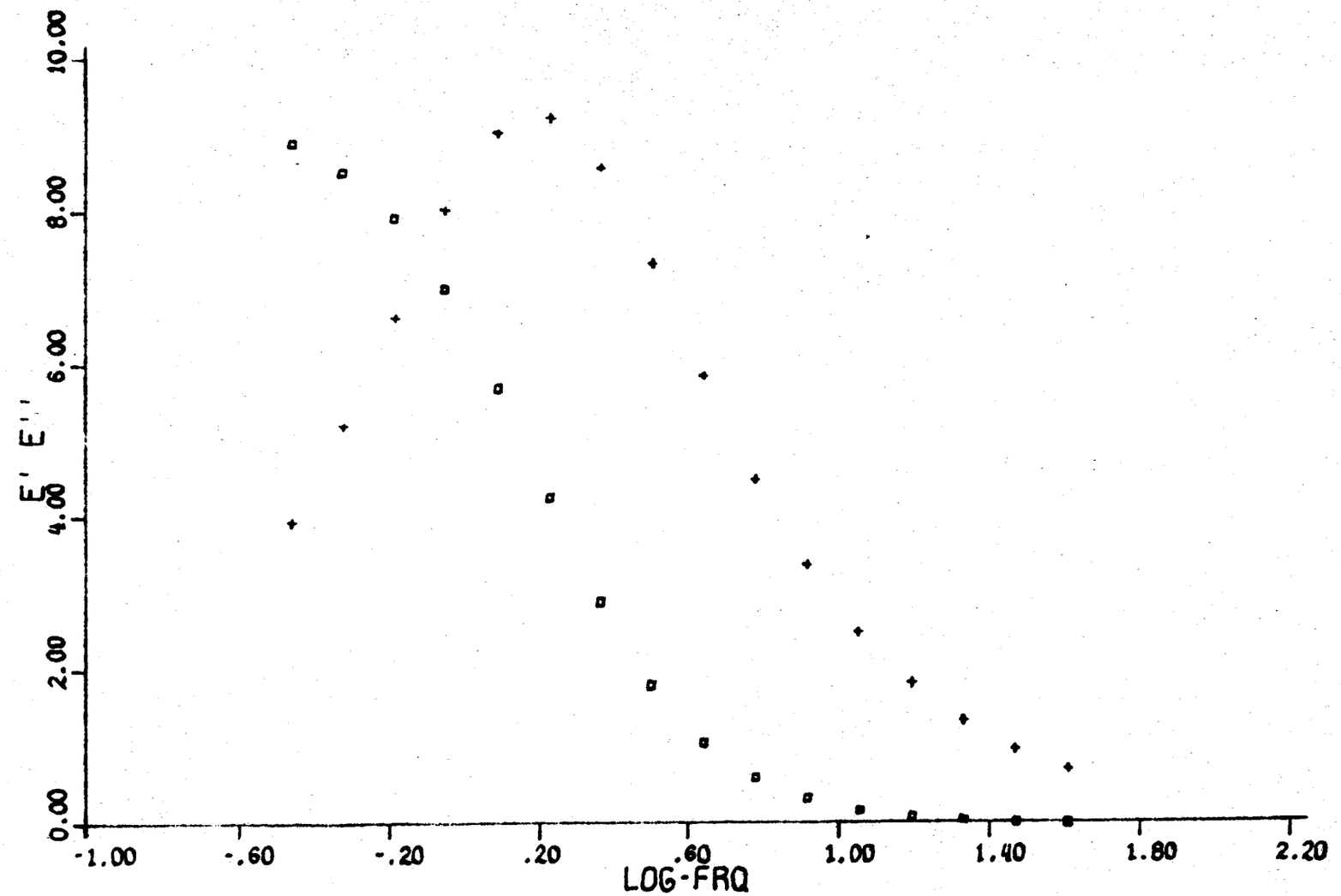
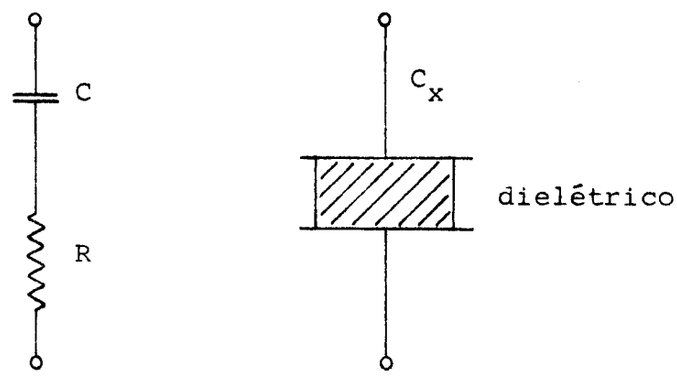

10.00
8.00
6.00
4.00
2.00
0.00
E' E''
-1.00
-.60
-.20
.20
.60
1.00
1.40
1.80
2.20
LOG-FRQ

FIG. 12

APÊNDICE A_6

SIMULAÇÃO DA PERMITIVIDADE DIELÉTRICA COMPLEXA COM UM CIRCUITO RC

Para verificar o funcionamento do medidor de fase e a determinação de permitividade dielétrica complexa utilizamos o modelo mais simples. Um capacitor C em série com uma resistência R, como utilizado pelo A.R. Von Hippel (2) para representação do dielétrico.



A impedância Z para este circuito é:

$$Z = R + \frac{1}{j\omega C}$$

$$\frac{1}{Z} = \omega C \left(\frac{RC}{1 + \omega^2 R^2 C^2} + j \frac{1}{1 + \omega^2 R^2 C^2} \right) \quad . \qquad (A_6\text{-}1)$$

Como definido no Capítulo II temos por definição:

ε^* constante dielétrica complexa

k^* constante dielétrica complexa relativa,

e

$$C_x = C_o \frac{\varepsilon^*}{\varepsilon_o} = C_o k^*$$

assim temos:

$$\frac{1}{Z} = (\varepsilon'' + j\varepsilon') \frac{C_o}{\varepsilon_o} = (k'' + jk')\,\omega C_o \quad . \qquad (A_6\text{-}2)$$

Das equações (A_3-1) e (A_3-2) obtemos:

$$k'' = \left(\frac{\omega RC}{1 + \omega^2 R^2 C^2}\right) \frac{C}{C_o} \qquad (A_6\text{-}3)$$

$$k' = \left(\frac{1}{1 + \omega^2 R^2 C^2}\right) \frac{C}{C_o} \qquad (A_6\text{-}4)$$

observamos que a curva k" terá seu máximo para:

$$\omega RC = 1 \quad . \qquad (A_6\text{-}5)$$

Para determinação teórica dos valores de k" e k' utilizamos as equações (A_3-3) e (A_3-4) com a constante $\frac{C}{C_o} = 1$.

A determinação experimental dos valores k" e k' é feita através das relações obtidas no fim do Capítulo II sendo:

$$k' = \frac{I}{V\omega} \sin\theta \qquad (A_6\text{-}6)$$

$$k'' = \frac{I}{V\omega} \cos\theta \quad . \qquad (A_6\text{-}7)$$

Como exemplo dos resultados experimentais mostramos nas figuras 5 e 6 as curvas experimentais obtidas no registrador do computador ilustrando a permitividade complexa obtida através de medidas feitas no circuito RC descrito acima.

Ilustramos duas medidas, uma com 10μF em série com 100,9kΩ e uma com 1μF em série com 100,9 kΩ .

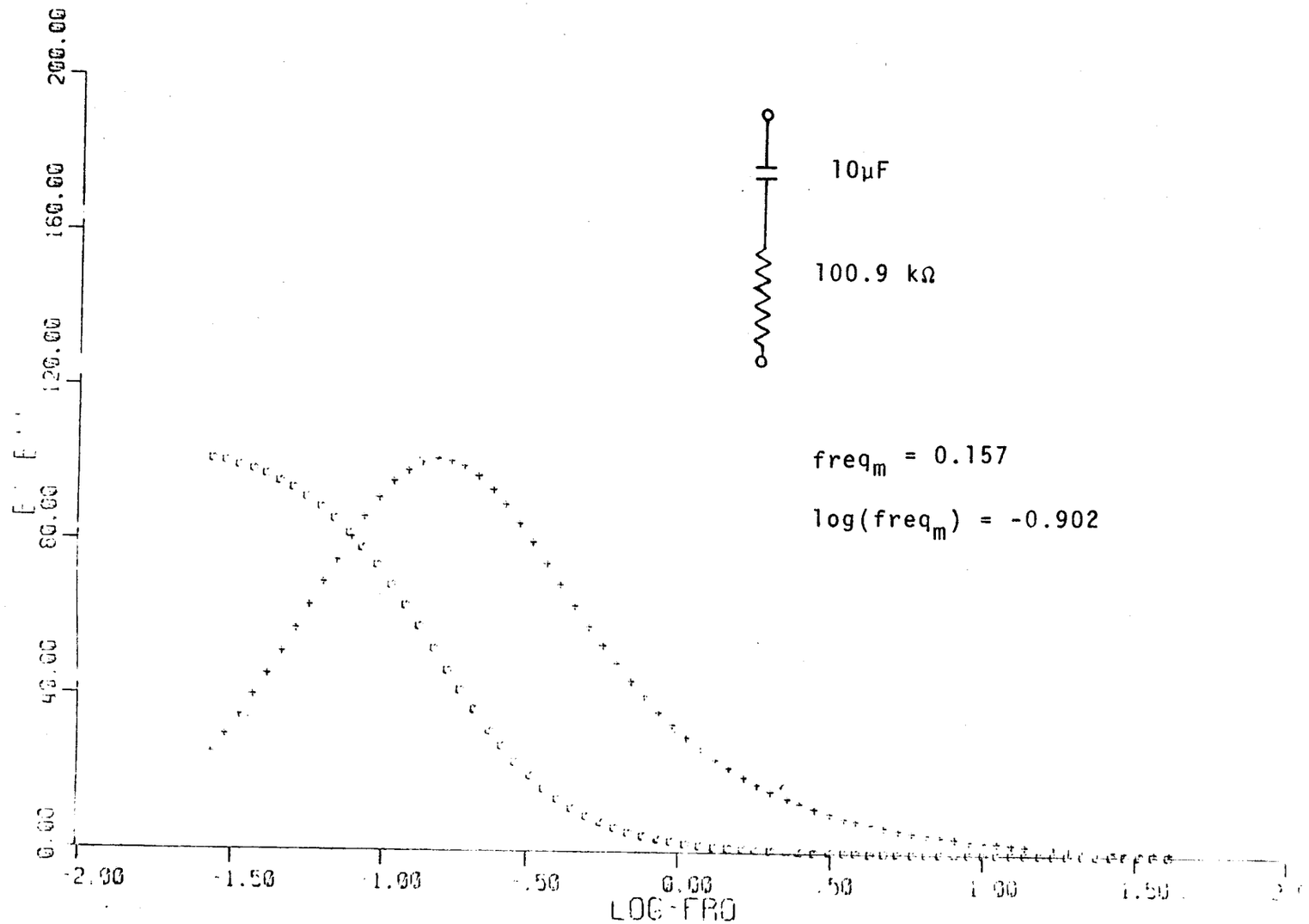


FIG. 5 - Resultados experimentais

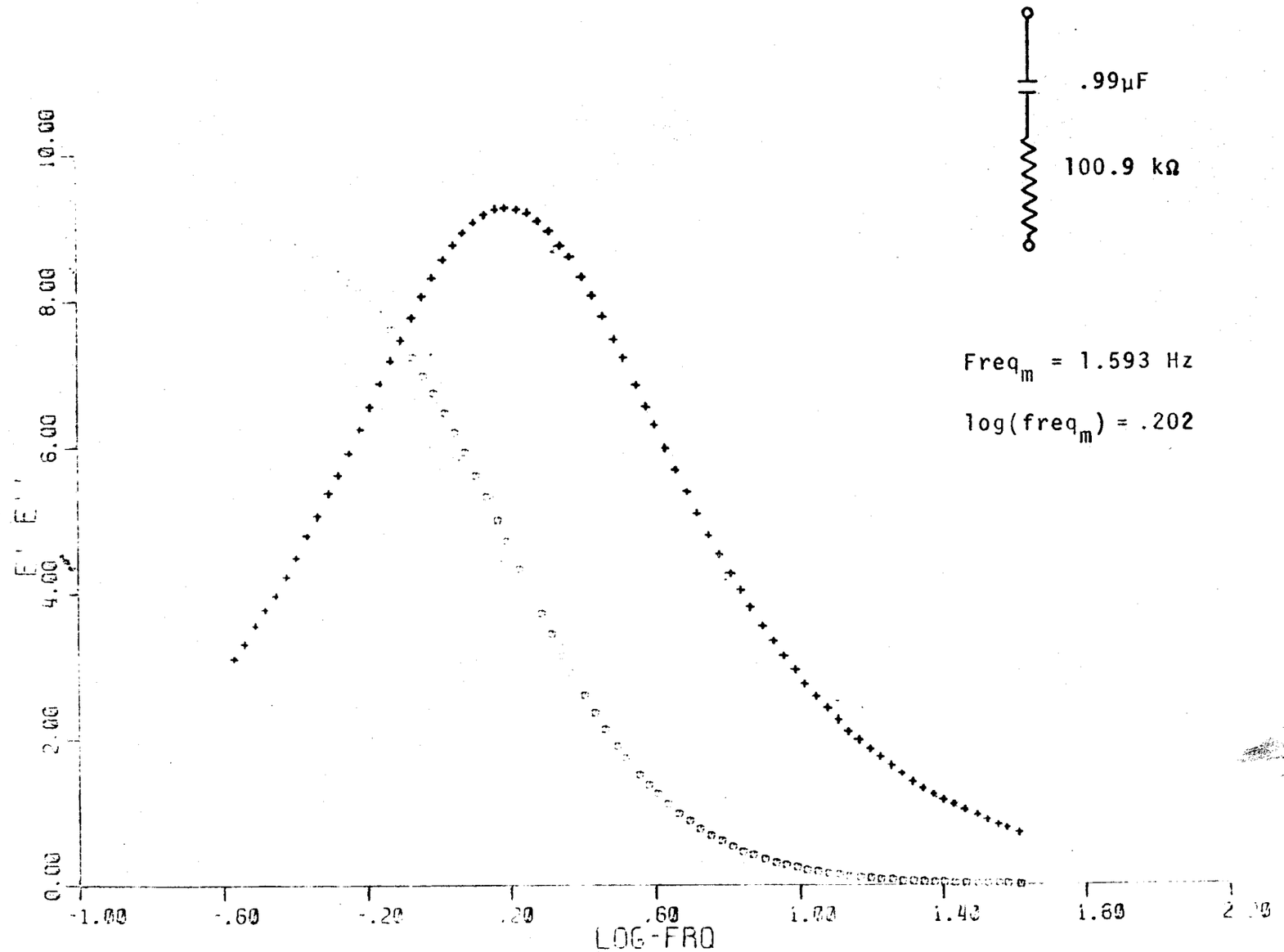


FIG. 6 - Resultados experimentais

Observamos assim que os máximos de k" se encontram no valor esperado pela equação (A_3-5) como indicado nas figuras.

Para facilitar a comparação da curva experimental obtida através das relações (A_6-6) e (A_6-7) e os dados teóricos obtidos através das relações (A_6-3) e (A_6-4) foram feitos dois gráficos com as duas curvas (a experimental e a teórica) superpostos. As figuras 7 e 8 mostram os gráficos assim obtidos no registrador do computador.

Como se pode inferir destes resultados o máximo apresenta-se em ótima concordância com o valor esperado.

Há um pequeno desvio nas baixas frequências que podemos eventualmente atribuir ao fato de que o condensador utilizado é real. No entanto, a coincidência dos máximos é excelente.

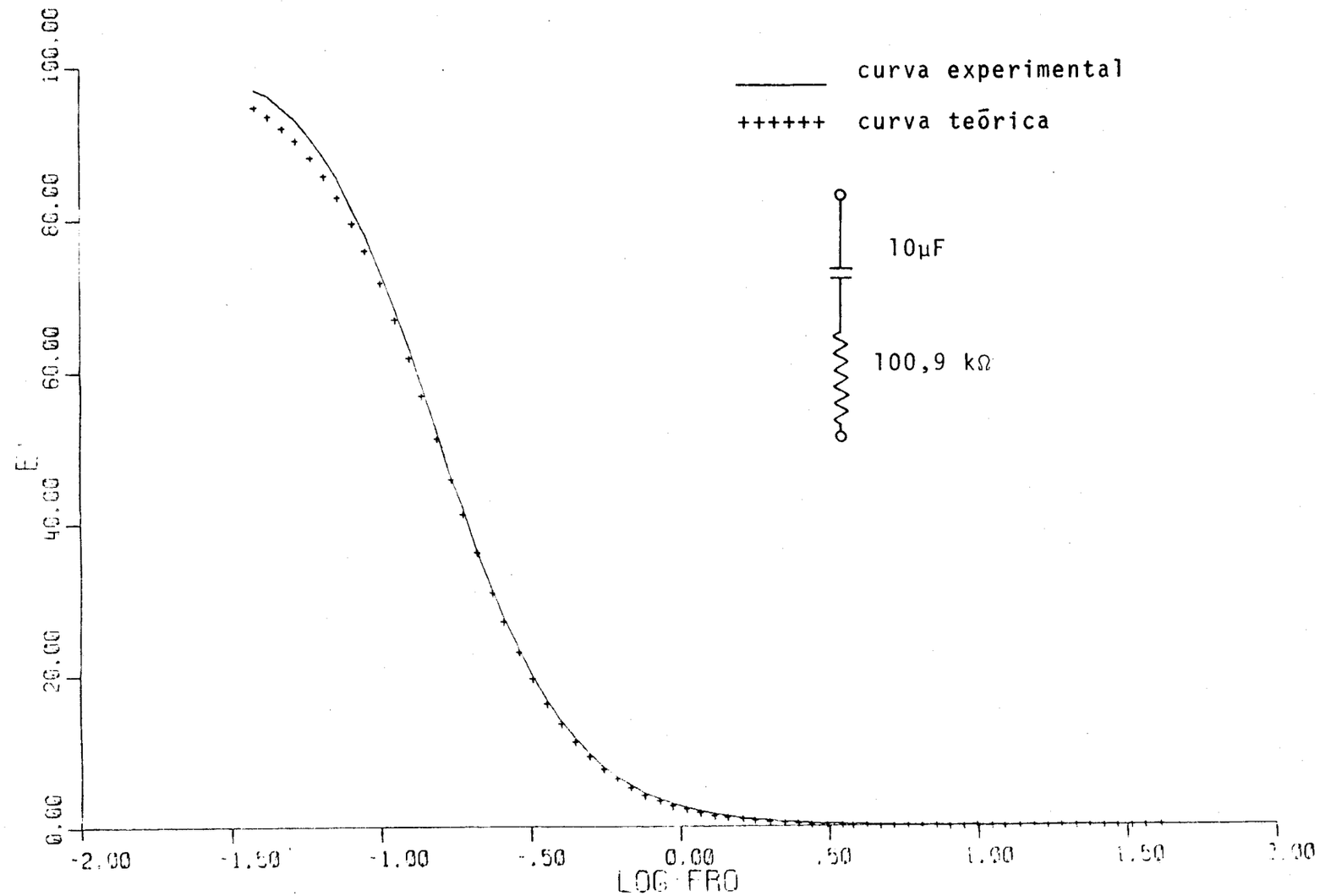


FIG. 7 - Comparação teórica-experimental

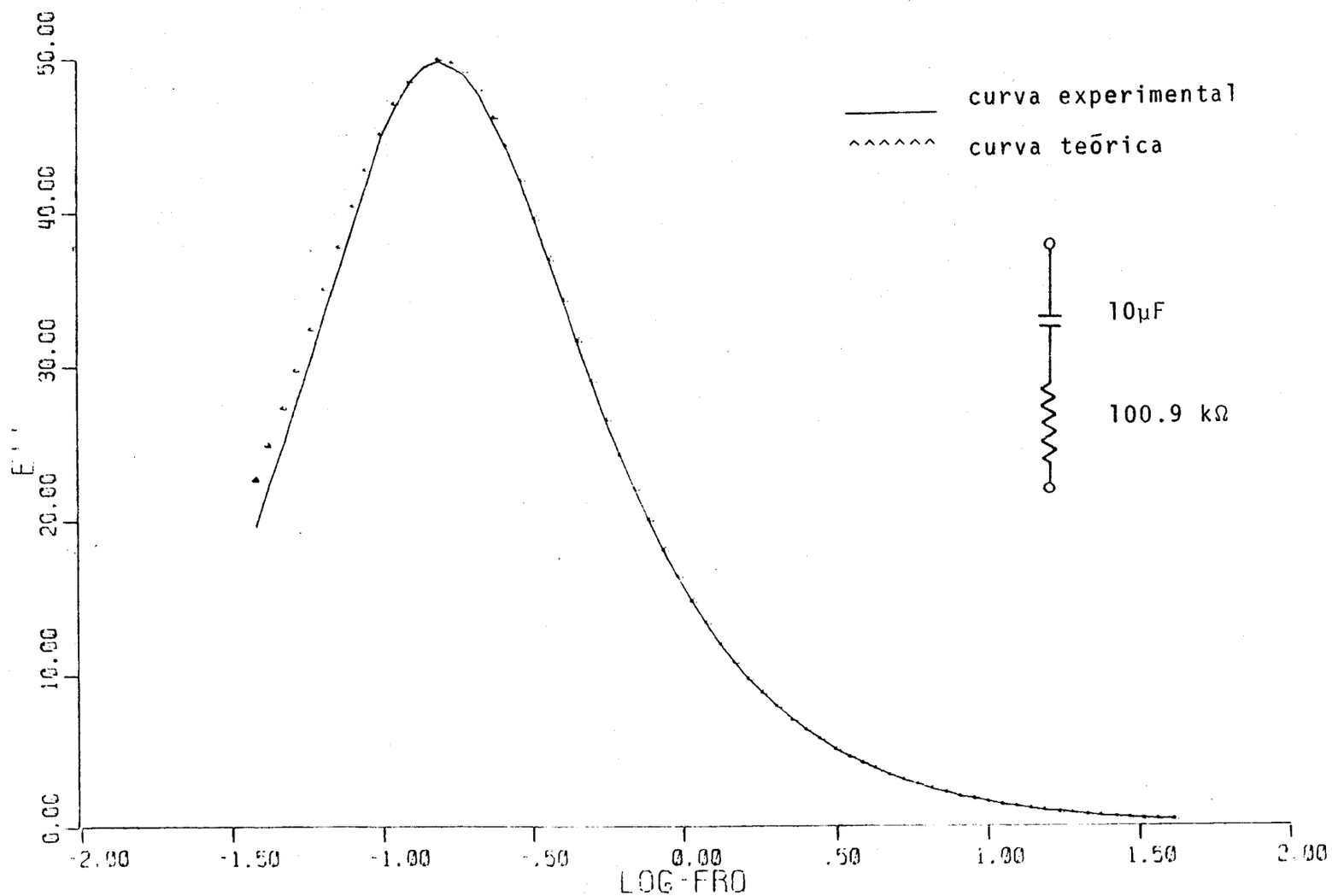


FIG. 8 - Comparação teórica-experimental

APÊNDICE A_7

EXEMPLO DA ANÁLISE DE DISTORÇÃO

Devido à obtenção da distorção nesta medida de fase, se torna possível pesquisá-la em função de vários parâmetros tais como: amplitude, temperatura, frequência e tempo.

Na figura 14 ilustramos uma medida feita em DNA onde se pode observar a variação da distorção da linearidade (harmônica), em função da frequência, provavelmente devido ao crescimento da tensão na amostra quando a frequência diminui. Este resultado está em concordância com as pesquisas realizadas em nossos laboratórios por S. Quezado, J.N. Onochic e S. Mascarenhas (1979), que mostraram que aparecem não linearidades no comportamento do DNA.

Referência

MASCARENHAS, S; ONUCHIC, J.N e QUEZADO, S. - On the non-linear dielectric properties and the alleged ferroeletricity of RNA. - Anais da Ac. Bras. Ciências.

DNA ELETROMETRO ESCALA E-10 X .1

FRQ.	FASE:	AMPL.:	OFFSET:	DEVDAT:	DEVSIN:	DISTOR.:
10.0160	-4.0678	67.4641	101.183	0.182	3.1461	0.211
7.8755	-3.4586	67.4707	101.044	0.588	3.1367	0.165
6.1613	-2.5053	67.6249	101.672	0.454	3.1660	0.092
4.8345	-1.8624	67.6478	101.451	0.788	3.1638	0.043
3.8147	-1.0925	67.8415	103.422	0.920	3.1997	0.017
2.9773	-0.2683	67.8042	101.769	0.396	3.2059	0.082
2.3475	0.9211	67.7376	100.851	0.732	3.1901	0.173
1.8496	2.0030	67.7924	101.374	0.562	3.2126	0.259
1.4532	3.2665	67.7342	101.178	0.827	3.2397	0.361
1.1303	4.9074	67.4011	101.719	0.416	3.2867	0.497
0.8910	6.7701	66.9529	100.730	0.893	3.3156	0.648
0.6975	9.1818	66.3792	101.217	0.864	3.3585	0.854
0.5474	12.1632	65.5604	101.348	0.566	3.4132	1.110
0.4283	15.7804	64.2470	101.360	0.682	3.4840	1.434
0.3363	20.2540	62.2831	101.370	0.524	3.6051	1.848
0.2642	25.4222	59.4324	101.509	0.550	3.7482	2.349
0.2119	30.8652	55.8158	101.381	0.851	3.9526	2.914
0.1659	37.6847	51.1223	101.490	0.819	4.1633	3.647
0.1293	44.8934	45.1184	101.410	0.757	4.5430	4.545
0.1004	52.0254	38.5396	101.531	0.985	5.0433	5.614

FIG. 14 - Distorção em DNA