

**DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA DE MEDICIÓN  
DE SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA AC**

**MILTON ARTUNDUAGA ARTUNDUAGA  
JHON JAIRO REALPE**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA  
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA  
INGENIERÍA FÍSICA  
POPAYÁN  
2011**

**DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA DE MEDICIÓN  
DE SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA AC**

**MILTON ARTUNDUAGA ARTUNDUAGA  
JHON JAIRO REALPE**

Trabajo de Grado presentado como requisito parcial para optar al título de Ingeniero Físico  
en la modalidad de trabajo de investigación.

**Director  
DR. GILBERTO BOLAÑOS**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA  
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA  
INGENIERÍA FÍSICA  
POPAYÁN  
2011**

**Nota de Aceptación**

-----  
-----  
-----  
-----  
-----

**Director**-----

**DOCTOR GILBERTO BOLAÑOS**

**Jurado**-----

**DOCTORA SONIA GAONA**

**Jurado**-----

**MAGISTER CESAR QUINAYÁS**

**Fecha de Sustentación: Popayán, agosto 4 de 2011**

## RESUMEN

La medida de la susceptibilidad magnética AC y su dependencia con la temperatura, la amplitud y frecuencia de un campo magnético AC, es una técnica que permite caracterizar materiales magnéticos. Además de proporcionar una caracterización magnética detallada de los compuestos, la medición de la susceptibilidad AC no requiere de ningún contacto eléctrico. Por esta razón, esta técnica es tan ampliamente utilizada para el estudio de nuevos materiales magnéticos.

El principio de medición de susceptibilidad magnética AC se basa en la técnica de inductancia mutua entre dos bobinas; el susceptómetro AC generalmente consiste de una bobina primaria y dos bobinas secundarias ubicadas coaxialmente (bobinas de captación) las cuales están en serie y en contrafase, de tal forma que en la ausencia de muestra el voltaje inducido es cero. Si una muestra es introducida en una de las bobinas de captación, se produce un voltaje de desbalance proporcional a la susceptibilidad magnética de la muestra.

El sistema implementado permite medir la susceptibilidad magnética en función de la temperatura y un campo magnético AC. Para la medida del voltaje en las bobinas secundarias se usó un amplificador *lock-in*. Se realizaron algunas medidas sobre materiales magnéticos con comportamientos reportados en la literatura. Las medidas de susceptibilidad fueron comparables cualitativamente.

## **AGRADECIMIENTOS**

En primer lugar, gracias a nuestras familias por dar inicio a nuestra formación personal y al gusto por la ciencia, en particular a la física. En segundo lugar, a la Universidad del Cauca, lugar de crecimiento académico y profesional. También, al departamento de física y a todos sus profesores, en particular al profesor Gilberto Bolaños, por su disposición, asesoría y su confianza en el desarrollo y culminación de este trabajo.

A los viejos y nuevos amigos por brindarnos su apoyo y sus buenos deseos.

Al profesor Jorge W. Coronel, por ofrecer una perspectiva diferente sobre la vida y la física. A la profesora Sonia Gaona, por sus valiosos aportes

A los doctores Andrés Rosales Rivera, Jhon Augusto Játiva Herrera, de la Universidad Nacional sede en Manizales, al Doctor Eval Bacca, profesor de la Universidad del Valle, al doctor Omar Paredes, profesor de la Universidad de Nariño, por las muestras facilitadas para realizar la caracterización del sistema, parte primordial en la culminación de este trabajo. A Abilo Velásquez, por sus oportunas sugerencias en el diseño del sistema.

## CONTENIDO

	Pág.
RESUMEN.....	iii
AGRADECIMIENTOS .....	iv
CONTENIDO .....	v
LISTA DE FIGURAS.....	vii
LISTA DE TABLAS .....	ix
INTRODUCCIÓN .....	1
1. MARCO TEÓRICO.....	3
1.1. GENERALIDADES.....	3
1.2. LA SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA AC .....	4
1.3. ALGUNAS MEDIDAS DE SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA AC .....	8
1.4. PRINCIPIO DE MEDICIÓN .....	10
2. DISEÑO DEL SUSCEPTÓMETRO .....	15
2.1. DISEÑO DEL SISTEMA DE BOBINAS.....	15
2.2. DISEÑO DE LA FUENTE DE CORRIENTE.....	23
2.3. TÉCNICA LOCK-IN .....	24
3. DISEÑO DEL SISTEMA DE ADQUISICIÓN DE DATOS .....	29
3.1. ESTRUCTURA DEL EQUIPO DE MEDICIÓN PROPUESTO .....	29
3.1.1. Sistema de bobinas.....	29
3.1.2. Generador de señales.....	30
3.1.3. Fuente de corriente controlada por voltaje (circuito de Howland) .....	31
3.1.4. Amplificador <i>lock-in</i> .....	32
3.1.5. Multímetros digitales .....	34
3.1.6. Sistema criogénico .....	37
3.1.7. Equipo de vacío.....	39
3.1.8. Controlador y sensor de temperatura .....	39

3.1.9. Software para la adquisición de datos.....	40
4. VALIDACIÓN DEL SISTEMA Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS .....	43
4.1. MEDIDAS SIN FUENTE DE CORRIENTE .....	43
4.2. CARACTERIZACIÓN DE LA FUENTE DE CORRIENTE.....	49
4.3. MEDIDAS DE SUSCEPTIBILIDAD CON FUENTE DE CORRIENTE .....	52
4.4. ESPECIFICACIONES TÉCNICAS.....	57
5. CONCLUSIONES .....	59
6. RECOMENDACIONES .....	61
REFERENCIAS.....	62

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.1. Variación de $M$ con respecto al campo aplicado $H_a$ .....	5
Figura 1.2. Susceptibilidad magnética AC de $LaBaCa(Cu_{1-x}Zn_x)O_{7-\delta}$ para diferentes concentraciones de Zn.....	8
Figura 1.3. Susceptibilidad magnética de $LaMnO_3$ para distintos valores de frecuencia .....	9
Figura 1.4. Configuración para la medida de la susceptibilidad magnética AC .....	10
Figura 1.5. Configuración bobina primaria y bobinas secundarias.....	12
Figura 2.1. Aproximación para un inductor real. ....	15
Figura 2.2. Modelo aproximado de la bobina primaria.....	16
Figura 2.3. Curvas de campo magnético en la bobina primaria respecto al número de vueltas. ....	19
Figura 2.4. Dimensiones del carrete (unidades en mm).....	22
Figura 2.5. Configuración básica de una fuente de Howland. ....	23
Figura 2.6. Fuente de voltaje dual.....	24
Figura 3.1. Sistema de bobinas .....	30
Figura 3.2. Generador de señales .....	31
Figura 3.3. (a) y (b). Vista tridimensional de la PCB. (c). Caja metálica para ubicación de la PCB .....	32
Figura 3.4. Amplificador <i>lock-in</i> PAR 129a.....	33
Figura 3.5. Dispositivos de medición de las salidas del <i>Lock-in</i> para la adquisición de datos por GPIB.....	35
Figura 3.6. Compresor de Helio.....	38
Figura 3.7. Dedo frío y Expansor.....	38
Figura 3.8. Parte superior: dispositivos de control de temperatura. Parte inferior: medición de temperatura.....	40
Figura 3.9. Vista de la aplicación del software de adquisición de datos.....	41
Figura 3.10. Esquema del sistema de medición de susceptibilidad magnética AC .....	42

Figura 4.1. Corriente en la bobina primaria en función de la temperatura sin fuente de corriente .....	44
Figura 4.2. Amplitud en las bobinas secundarias con y sin muestra.....	45
Figura 4.3. Fase en las bobinas secundarias con y sin muestra.....	46
Figura 4.4. Voltaje en las bobinas secundarias con y sin muestra superconductora (composita 3% MgO).....	47
Figura 4.5. Susceptibilidad en unidades arbitrarias para la muestra superconductora (composita MgO 3%) sin fuente de corriente .....	48
Figura 4.6. Curva de caracterización de la fuente de corriente para diferentes valores frecuencia, en función del voltaje de entrada.....	49
Figura 4.7. Error relativo en la corriente vs el voltaje de entrada para los cuatro valores de frecuencia probados. ....	51
Figura 4.8. Caracterización de la fuente de corriente con la temperatura para una frecuencia de 1.11 kHz y un voltaje de entrada de 4.5 V <sub>pp</sub> .....	52
Figura 4.9. Voltaje en las bobinas secundarias con y sin muestra superconductora (composita 3% MgO), con fuente de corriente. ....	53
Figura 4.10. Susceptibilidad en unidades arbitrarias para la muestra superconductora (composita MgO 3%) con fuente de corriente.....	54
Figura 4.11. (a). Medida de Resistencia vs Temperatura para la muestra superconductora (composita MgO 3%). (b). Vista en detalle.....	55
Figura 4.12. . Susceptibilidad magnética en función de la temperatura para la muestra LaMnO <sub>3</sub> . ....	56
Figura 4.13. Susceptibilidad magnética en función de la temperatura para la muestra LaCaMnO <sub>3</sub> .....	56

## LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 2.1. Características del sistema de bobinas .....	20
Tabla 3.1. Rango y resolución de voltaje DC del multímetro keithley 181 .....	35
Tabla 3.2. Rango y resolución de voltaje DC del multímetro keithley 195A.....	36
Tabla 4.1. Parámetros obtenidos de la linealización de las curvas corriente vs voltaje de entrada con diferentes valores de frecuencia.....	50

## INTRODUCCIÓN

La técnica de susceptibilidad magnética AC es un método extremadamente simple y elegante que permite medir las propiedades dinámicas y estáticas de los materiales magnéticos. La técnica fue inicialmente desarrollada en 1938 por Casimir y DuPré [1,2], quienes desarrollaron investigaciones del estado intermedio y características elementales de apantallamiento en superconductores. Sin embargo, por muchos años fue empleada principalmente en bajas temperaturas como un método conveniente para monitorear la dependencia de la temperatura de Curie en sales paramagnéticas diluidas. No fue sino hasta los años 60s, que la susceptibilidad AC llegó a ser ampliamente reconocida como una herramienta de laboratorio que permitía investigar densidades de corriente crítica y evaluar cualitativamente el modelo teórico de estado crítico de los superconductores [2]. Con el interés en el estudio teórico y experimental del problema de "spin glass" (vidrio de espín) en la década de los 70s, la susceptibilidad AC surgió como una técnica preferida para la extracción de información detallada sobre la evolución de los estados de "spin glass" y asociar la dinámica del espín en aleaciones magnéticas diluidas. Los descubrimientos de cupratos superconductores de alta temperatura crítica en la década de los 80s incitaron el interés en la técnica de susceptibilidad magnética AC; finalmente llegó a ser establecida como una herramienta universal e indispensable para la caracterización, tanto cualitativa como cuantitativa de materiales superconductores [2].

Por otro lado, la medición de susceptibilidad magnética AC es particularmente difundida por ser una técnica de bajo costo, no destructiva, es rápida, además, por la cantidad de información que brinda sobre las propiedades magnéticas [3-6] permitiendo el estudio no solo de nuevos materiales magnéticos sino también el estudio en campos como detección de áreas o suelos contaminados y en la cuantificación de niveles de polución, lo que actualmente se conoce como magnetismo ambiental [6,7].

El presente trabajo está orientado a describir el proceso de diseño e implementación de un sistema de medición de susceptibilidad magnética AC, que permite hacer mediciones de materiales magnéticos en bloque en función de la temperatura y de un campo magnético AC. Este sistema constituye una herramienta de utilidad para fomentar la investigación en las áreas de desarrollo de nuevos materiales magnéticos, hasta áreas tan disímiles como magnetismo ambiental, tanto en el laboratorio de Bajas Temperaturas FISBATEM de la Universidad del Cauca, como en los grupos de investigación del Departamento de Física.

El documento está distribuido de la siguiente manera: el primer capítulo presenta una breve discusión sobre el sentido físico de la susceptibilidad magnética AC, además de un recuento de la técnica utilizada para su medición. El segundo capítulo describe el diseño del sistema de bobinas y la técnica *lock-in*. El tercer capítulo describe la instrumentación, el montaje experimental utilizado y el funcionamiento del sistema. En el cuarto capítulo se realiza la caracterización del sistema y se exponen las medidas de susceptibilidad magnética en muestras con transición superconductora y transición ferro-antiferromagnética, finalmente las conclusiones sobre el sistema diseñado y recomendaciones.

## 1. MARCO TEÓRICO

En este capítulo se exponen los principios físicos básicos del magnetismo, además, se da una descripción general de la susceptibilidad magnética AC y la técnica empleada para su medida.

### 1.1. GENERALIDADES

Para realizar el estudio de los materiales magnéticos se debe partir de la descripción y medición de su magnetización  $M$ . Aunque la determinación del campo magnético asociado con una distribución de una magnetización arbitraria puede ser muy complicada, si el material tiene la forma de un gran cilindro y la magnetización es constante en todos los puntos a lo largo de su eje, la situación se simplifica [8].

El modelo microscópico para la magnetización en bloque proviene de las contribuciones de las corrientes de lazo generadas por los átomos o moléculas, del aporte del espín asociado a los electrones y en menor medida, del espín nuclear. En el interior del material las corrientes de lazo adyacentes son opuestas en dirección y por lo tanto no producen un campo magnético. (La cancelación de las corrientes de lazo es estrictamente correcta si la magnetización es constante). Sobre el contorno del material, sin embargo, las corrientes de lazo no son opuestas y aparece una densidad de corriente superficial  $M \times n$  (corriente por unidad de longitud), donde  $n$  es la normal a la superficie [8]. Para una magnetización  $M$  a lo largo del eje de la muestra con forma cilíndrica, la densidad de corriente es constante e igual a  $M$ . Esta corriente circula alrededor del cilindro, igual a la corriente en un solenoide y el campo magnético en el material es el mismo que en un solenoide  $B_m = \mu_0 M$  con  $M = nI$ , (donde  $I$  es la corriente y  $n$  es número de vueltas por unidad de longitud) [8,9].

Si una muestra se coloca en un campo magnético uniforme  $H_a$  cuya orientación es paralela al eje de la muestra, la densidad de flujo local, es la superposición del campo aplicado y el campo debido a la magnetización [8]:

$$B = \mu_0 (H_a + M) \quad (1.1)$$

Para algunos materiales la magnetización es cero en ausencia de un campo aplicado y deja de ser cero como una respuesta a un campo aplicado. Para una respuesta lineal de los materiales, la magnetización será proporcional a este, por lo tanto:

$$M = \chi H_a \quad (1.2)$$

Donde  $\chi$  es un parámetro característico del material, llamado susceptibilidad magnética y se define como la razón entre la magnetización inducida en el material  $M$  y la intensidad de campo magnético aplicado  $H_a$  [8]. La susceptibilidad magnética de un material se puede ver como una medida de la facilidad que presenta un material a ser magnetizado por un campo  $H_a$ . Reemplazando la ecuación (1.2) en la ecuación (1.1) se tiene:

$$B = \mu_0 (1 + \chi) H_a \quad (1.3)$$

Según el valor de la susceptibilidad los materiales pueden clasificarse magnéticamente en:

- Diamagnéticos  $\chi < 0$
- Paramagnéticos  $\chi > 0$
- Ferromagnéticos  $\chi \gg 1$

[Para mayor información leer anexo A]

## 1.2. LA SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA AC

Los métodos clásicos para la medición de la susceptibilidad magnética son la balanza de Faraday y el Magnetómetro de Muestra Vibrante (VMS) [10]. Las versiones modernas de estos experimentos son hechas por medio de sistemas de SQUID. En todos estos experimentos se determina la susceptibilidad estática  $\chi_t (M / H)$  dividiendo la medida de magnetización  $M$  entre el campo magnético aplicado  $H_a$ . Se puede usar dicha aproximación

solamente si  $M \propto H_a$ , o al menos la relación entre estas dos cantidades es definida. Sin embargo, al tratar con sistemas magnéticos desconocidos, no es justificable utilizar esta aproximación. En tales casos se tiene la ventaja de usar la técnica de susceptibilidad AC y determinar la variación de la magnetización respecto el campo externo aplicado, según esta expresión,  $\chi_{AC} = dM / dH_a$ . La electrónica moderna hace esta técnica tan sensible como la técnica de susceptibilidad para variables estáticas [10]. La pequeña amplitud del campo AC brinda información que se utiliza en el estudio de la microestructura magnética, mientras que la posibilidad de variar la temperatura, adiciona información importante acerca de la dinámica energética de los sistemas que se desean estudiar

En la Figura 1.1 se muestra una curva de la magnetización  $M$  respecto al campo magnético externo  $H_a$ . En un experimento estático se determina  $M$ , y la susceptibilidad magnética DC,  $\chi_{DC}$ , se obtiene al dividir  $M$  entre el valor de  $H_a$ . Si se estudia la susceptibilidad magnética AC,  $\chi_{AC}$ , una componente oscilante  $dH_a = H_{ao} \cos(\omega t)$  (donde  $H_{ao}$  corresponde a la amplitud del campo AC), se suma al campo externo y a su vez la magnetización posee una componente oscilante  $dM$  que se suma a la componente DC de la magnetización[10]. En un experimento AC, se determina  $dM/dH_a$  que es la pendiente de la curva de magnetización al valor específico del campo magnético externo DC. En el caso ideal paramagnético donde  $M$  versus  $H_a$  es una línea recta en campos pequeños, se espera que la susceptibilidad magnética AC, sea igual a la susceptibilidad DC ( $\chi_{AC} = \chi_{DC}$ ). Sin embargo, en la física experimental no se presenta dicho comportamiento [10].

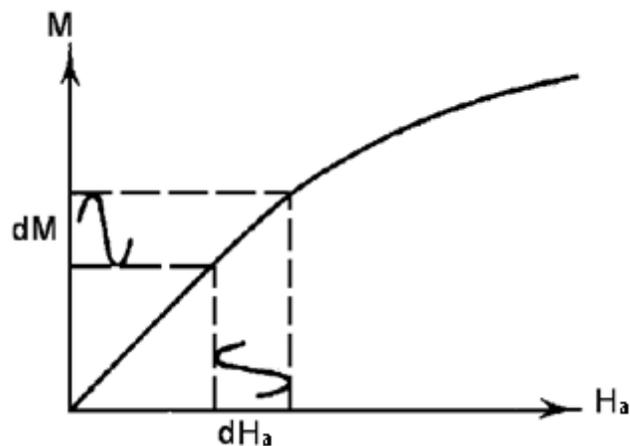


Figura 1.1. Variación de  $M$  con respecto al campo aplicado  $H_a$

Si el campo magnético aplicado a largo del eje de la muestra solo es oscilante (no tiene componente DC) y tiene una frecuencia  $\omega$ :

$$H_a = H_{a0} \cos(\omega t) \quad (1.4)$$

En respuesta al campo  $H_a$  la densidad de flujo local  $B$  en la muestra, presentará un retardo o adelanto en fase con respecto a  $H_a$ . Para pequeños campos AC aplicados la respuesta será no lineal. El resultado es una onda periódica distorsionada en donde ni  $B$  ni  $M$  se pueden expresar como una función senoidal de una sola frecuencia y la densidad de flujo promedio local  $\langle B \rangle$  en la muestra se expresa en series de Fourier [5,9]:

$$\langle B \rangle = \mu_0 H_{a0} \sum_{n=1}^{\infty} [\mu_n' \cos(n\omega t) + \mu_n'' \sin(n\omega t)] \quad (1.5)$$

Donde  $\mu_n'$  y  $\mu_n''$  son la permeabilidad real e imaginaria relativa respectivamente.

Si se considera el primer armónico de la densidad de flujo promedio local en la muestra y multiplicando a los dos lados de (1.5) por  $\cos(\omega t)$  e integrando sobre  $t$  desde 0 a  $2\pi/\omega$ , que corresponde a un periodo de oscilación, se obtiene:

$$\int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \cos(\omega t) dt = \mu_0 H_{a0} (\pi / \omega) \mu_1' \quad (1.6)$$

Similarmente, multiplicando a los dos lados de (1.5) por  $\sin(\omega t)$  e integrando sobre  $t$  desde 0 a  $2\pi/\omega$ , se obtiene:

$$\int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \sin(\omega t) dt = \mu_0 H_{a0} (\pi / \omega) \mu_1'' \quad (1.7)$$

Sin embargo, la permeabilidad relativa compleja  $\mu$  se define en términos de la susceptibilidad magnética compleja  $\chi$  como [8]:

$$\mu = 1 + \chi \quad (1.8)$$

y considerando que la susceptibilidad magnética AC se puede expresar como [2]:

$$\chi = \chi_1' + i\chi_1'' \quad (1.9)$$

se tiene que:

$$\chi_1' = \mu_1' - 1 \quad (1.10)$$

$$\chi_1'' = \mu_1'' \quad (1.11)$$

Con la ayuda de las ecuaciones (1.5) a (1.11) se puede escribir la componente real  $\chi_1'$  e imaginaria  $\chi_1''$  de la susceptibilidad en términos de la inducción magnética promedio local  $\langle B \rangle$  como [5]:

$$\chi_1' = \left( \frac{\omega}{\pi\mu_0 H_{a0}} \int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \cos(\omega t) dt \right) - 1 \quad (1.12)$$

$$\chi_1'' = \left( \frac{\omega}{\pi\mu_0 H_{a0}} \int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \sen(\omega t) dt \right) \quad (1.13)$$

Por lo tanto, la componente real de la susceptibilidad  $\chi_1'$  da una expresión cuantitativa de la cantidad de penetración de flujo magnético dentro de la muestra. Un ejemplo claro de la aplicación de la ecuación 1.12, se da en los materiales superconductores de tipo I que presentan una expulsión total de las líneas de campo a bajas temperaturas (cuando la temperatura  $T$  es menor a  $T_c$ , donde  $T_c$  es la temperatura crítica), efecto conocido como

Meissner [para mayor información leer anexo A]. Para este caso la integral de la ecuación 1.13, se vuelve cero y la parte real de la susceptibilidad es menos uno ( $\chi' = -1$ ), indicando que el material superconductor se convierte en diamagnético perfecto. Y para  $T > T_c$ , ocurre una penetración total del flujo, la integral vale 1, entonces  $\chi' = 0$ .

Por otro lado, la componente compleja de la susceptibilidad  $\chi''$  está asociada con procesos de absorción o irreversibilidad magnética, que surgen de procesos de disipación de energía dentro la muestra, por ejemplo, debido al movimiento de líneas de flujo cuantizadas en el estado superconductor o por efectos como corrientes de Eddy en el estado normal. Además un material en el estado superconductor  $\chi'' = 0$ , mientras que en el estado mixto superconductor  $\chi''$  es un pequeño valor positivo menor que 1.

### 1.3. ALGUNAS MEDIDAS DE SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA AC

En la figura 1.2 se muestra una medida de susceptibilidad magnética de  $LaBaCa(Cu_{1-x}Zn_x)O_{7-\delta}$  para diferentes concentraciones de Zn [11]

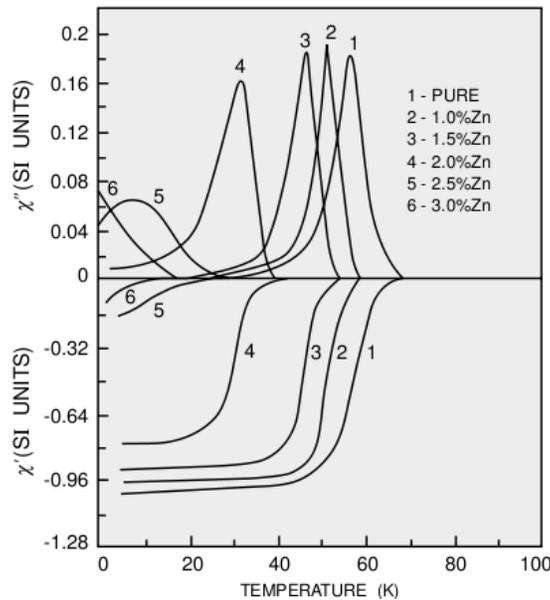


Figura 1.2. Susceptibilidad magnética AC de  $LaBaCa(Cu_{1-x}Zn_x)O_{7-\delta}$  para diferentes concentraciones de Zn

En la figura anterior, se puede apreciar la componente real e imaginaria de la susceptibilidad. El material describe un comportamiento típico superconductor. Al examinar la componente real se puede apreciar el comportamiento diamagnético del material superconductor. Por otro lado, de la ubicación, el ancho y la altura de los picos en la componente imaginaria, es posible obtener información sobre el comportamiento de la superconductividad en las fronteras de grano de la muestra.

En la figura 1.3, se pueden apreciar las curvas de susceptibilidad magnética del compuesto  $\text{LaMnO}_3$ , para diferentes valores de frecuencia [12]

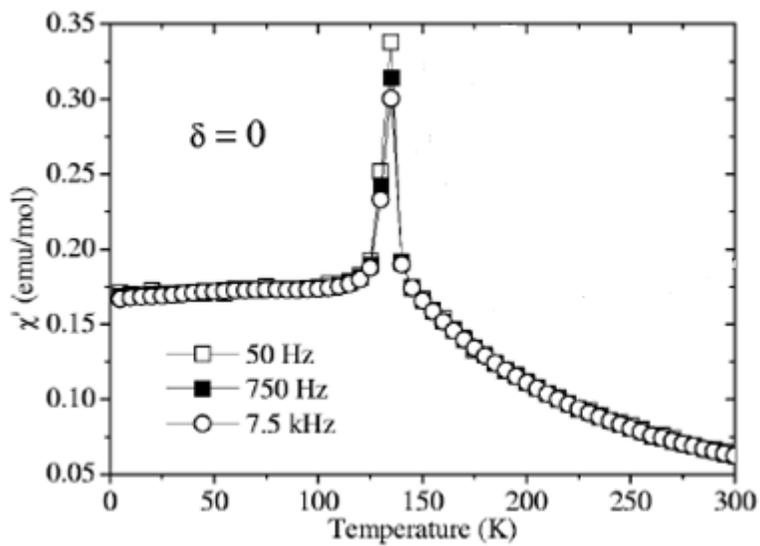


Figura 1.3. Susceptibilidad magnética de  $\text{LaMnO}_3$  para distintos valores de frecuencia

En la figura anterior, se muestra la susceptibilidad de  $\text{LaMnO}_{3+\delta}$  con  $\delta=0.0$  para tres frecuencias 50 Hz, 750 Hz Y 7.5 kHz. Se observa la dependencia del pico de la susceptibilidad, claramente con la frecuencia, en donde la altura del pico decrece con el incremento de la frecuencia. La susceptibilidad aumenta con el descenso de la temperatura, siguiendo el comportamiento de la ley Curie-Weiss, antes de aparecer el pico a los 134 K. Estos comportamientos sugieren una transición antiferromagnética característica de las frustraciones de los sistemas “spin glass” [12].

#### 1.4. PRINCIPIO DE MEDICIÓN

El principio de medición de la susceptibilidad magnética AC involucra someter una muestra a un pequeño campo magnético alterno, generado por una bobina primaria o excitadora. Debido a la presencia de la muestra se da una variación del flujo magnético que es recogido por una bobina captadora que rodea la muestra y se detecta un voltaje inducido en la bobina, tal como se muestra en la figura 1.4.

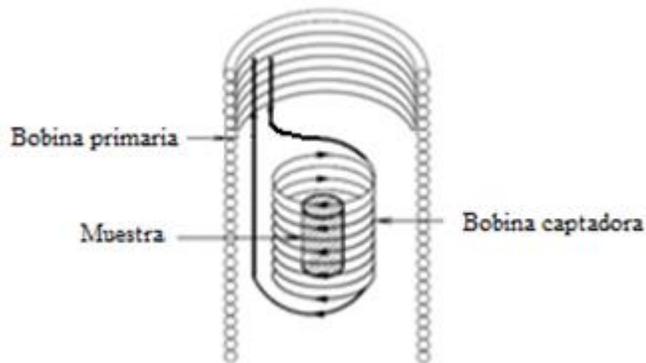


Figura 1.4. Configuración para la medida de la susceptibilidad magnética AC

Este voltaje es proporcional a la derivada temporal de la magnetización de la muestra. Usando el concepto de inductancia mutua se puede derivar una expresión para la susceptibilidad magnética en términos de cantidades directamente medibles [5,10].

Suponiendo que la muestra tiene la forma de un gran cilindro, (donde la distribución de densidad de flujo de un cilindro uniformemente magnetizado, es la misma que la de un solenoide de un gran tamaño) esta se puede modelar como una bobina interna.

El flujo magnético total  $\Phi$  sentido por la bobina captadora se puede calcular a partir de la densidad de flujo magnético  $B$ , o desde el potencial vectorial magnético  $A$  [5]:

$$\Phi = \iint \vec{B} \cdot d\vec{a} = \int \vec{A} \cdot d\vec{s} \quad (1.13)$$

Donde  $d\vec{a}$  es el diferencial de área y  $d\vec{s}$  es el diferencial de contorno de la bobina captadora. La inductancia mutua para la bobina primaria es [5]:

$$L' = \frac{L_{sp}}{N} = \frac{\Phi}{Ni} = \left( \frac{1}{Ni} \right) \iint \vec{B} \cdot d\vec{a} \quad (1.14)$$

$L_{sp}$  es la inductancia mutua entre la bobina primaria y la bobina de captación,  $i$  y  $N$ , son la corriente y el número de vueltas en la bobina primaria respectivamente. La fem inducida en la bobina de captación debido a la bobina primaria es:

$$v = -\frac{d\Phi}{dt} = -L_{sp} \frac{di}{dt} \quad (1.15)$$

Pero la magnetización es  $M = Ni/l$ , donde  $l$  es la longitud de la bobina primaria. Entonces:

$$v = -Ll \frac{dM}{dt} \quad (1.16)$$

Y de acuerdo con las ecuaciones (1.2) y (1.4), se obtiene [5]:

$$\chi = \frac{v_{rms}}{2\pi L' f H_{rms}} \quad (1.17)$$

Donde  $v_{rms}$  y  $H_{rms}$  son los valores rms del voltaje y del campo magnético aplicado generado por la bobina primaria. Generalmente no se mide  $L_{sp}$  ya que es más conveniente determinar una constante de calibración  $\alpha$  que depende de la geometría de la bobina captadora [2, 5, 13]:

$$\chi = \frac{\alpha v_{rms}}{V_s f H_{rms}} \quad (1.18)$$

Donde  $\chi$  [ $A \cdot m^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ ] es la susceptibilidad,  $\alpha$  es la constante de calibración,  $v_{rms}$  [V] es el voltaje promedio en la bobina captadora,  $V_s$  [ $m^3$ ] es el volumen de la muestra,  $f$  [ $s^{-1}$ ] es la frecuencia y  $H_{rms}$  [ $A \cdot m^{-1}$ ] es el campo magnético promedio aplicado.

Una de las más simples geometrías con la cual se puede calcular el valor de  $\alpha$  es aproximar la muestra a un dipolo magnético, cuando el tamaño de la muestra es pequeño en comparación con el radio de la bobina captadora. Por ejemplo, cuando la muestra es una esfera uniformemente magnetizada con respecto a la bobina. Por lo tanto, el valor de  $\alpha$  se puede calcular por la siguiente expresión [2, 5, 13]:

$$\alpha = \frac{[(\frac{1}{2}l_s)^2 + r_s^2]^{1/2}}{N_s \pi \mu_0} \quad (1.19)$$

Donde  $\mu_0$  es la permeabilidad magnética del vacío,  $l_s$ ,  $r_s$  y  $N_s$ , son la longitud, el radio y el número de vueltas de la bobina captadora respectivamente.

Considérese un sistema conformado por una bobina primaria (excitación) que produce un campo magnético AC casi uniforme y dentro de la bobina primaria están unas bobinas secundarias, constituidas por dos bobinas en serie de igual número de vueltas y en contra-fase, como se ilustra en la figura 1.5. La muestra se sitúa en una de las bobinas (bobina captadora), mientras la otra bobina (bobina de referencia) está vacía [4, 5, 10].

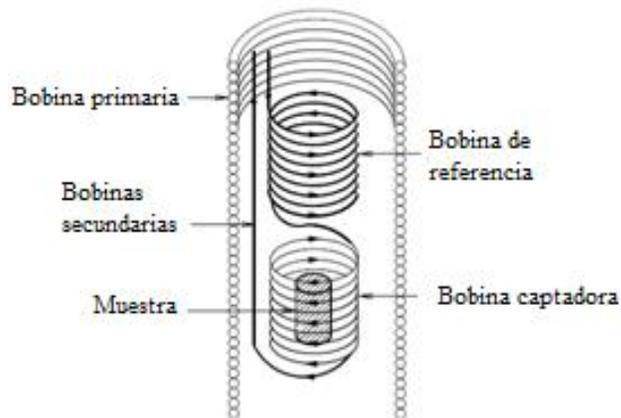


Figura 1.5. Configuración bobina primaria y bobinas secundarias.

El voltaje en las bobinas secundarias es:

$$v(t) = -\frac{d\Phi}{dt} \quad (1.20)$$

y teniendo en cuenta que las bobinas están en serie y contrafase, el flujo total es:

$$\Phi = \mu_0 \pi r_s^2 N_s [(M + H_a) - H_a] \quad (1.21)$$

Si  $M(t)$  denota la inducción magnética promedio dentro del volumen  $V_s$  de la muestra, el flujo magnético a través de las  $N_s$  vueltas de las bobinas secundarias en contrafase y de radio  $r_s$  será: [4,5]:

$$\Phi = \mu_0 \pi r_s^2 N_s M(t) \quad (1.22)$$

y el voltaje es:

$$v(t) = -\mu_0 \pi r_s^2 N_s \frac{dM(t)}{dt} \quad (1.23)$$

Pero  $M(t)$  se puede expresar en términos de la susceptibilidad magnética compleja ( $\chi_n', \chi_n''$ ) en series de Fourier: [4, 5]:

$$M(t) = H_{a0} \sum_{n=1}^{\infty} [\chi_n' \cos(n\omega t) + \chi_n'' \text{sen}(n\omega t)] \quad (1.24)$$

Reemplazando la ecuación (1.24), en la ecuación (1.23) se obtiene:

$$v(t) = v_0 \sum_{n=1}^{\infty} n [\chi_n' \text{sen}(n\omega t) - \chi_n'' \cos(n\omega t)] \quad (1.25)$$

Donde  $v_0 = \mu_0 \pi r_s^2 \omega N_s H_{a0}$

Si se considera el armónico fundamental ( $n = 1$ ) el voltaje será:

$$v(t) = v_0 (\chi_1' \text{sen}(\omega t) - \chi_1'' \text{cos}(\omega t)) \quad (1.26)$$

La ecuación (1.26) describe la relación entre las componentes de la susceptibilidad magnética AC, con el voltaje medido en las bobinas secundarias y es el principio de medición que se implementó en este trabajo.

## 2. DISEÑO DEL SUSCEPTÓMETRO

El diseño del susceptómetro fue determinado por el tipo y dimensiones de la muestra a analizar. Ciertamente diferirá dependiendo si se desea hacer mediciones de material en bloque, películas delgadas o cristales [5]. Además, se tiene que decidir qué tan grande será la amplitud del campo AC que se quiere obtener y cuál es la máxima frecuencia deseada para ese campo. Por tal razón se diseñó en primer lugar el sistema de bobinas teniendo en cuenta las consideraciones técnicas en su construcción, se presenta el diseño de una fuente de corriente necesaria para mantener la amplitud del campo AC constante y finalmente la técnica de medición del voltaje inducido en las bobinas secundarias.

### 2.1. DISEÑO DEL SISTEMA DE BOBINAS

Un inductor real tiene, en primera aproximación, el circuito equivalente de la figura 2.1, por lo tanto, la impedancia que presenta dependerá de muchos factores entre estos, la frecuencia de trabajo, los materiales de construcción y la temperatura [14].

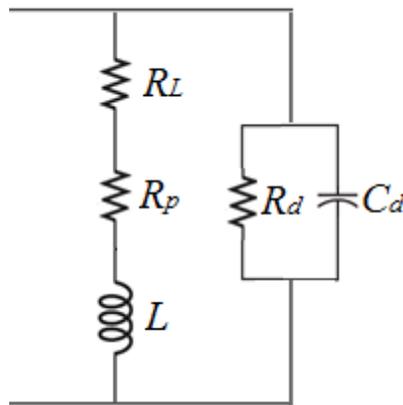


Figura 2.1. Aproximación para un inductor real.

Donde,

- $R_L$ : Resistencia óhmica debido al enrollamiento del alambre de cobre.

- $R_p$ : Resistencia de pérdida por efecto skin. Este efecto es apreciable en conductores de grandes secciones y es función de la frecuencia.
- $C_d$ : Capacitancia distribuida entre las espiras y el blindaje que las rodea. Las pérdidas son significativas para frecuencias muy altas.
- $R_d$ : Resistencia de pérdida por corrientes de Eddy e histéresis

El modelo planteado en la figura 2.1, aunque es un modelo real, es muy complejo de analizar, por tal razón, se hicieron algunas aproximaciones. En primer lugar se despreció el efecto de  $R_p$ , ya que en el diseño se usaron cables con diámetros en el orden de los milímetros. También se despreció el efecto de  $C_d$ , porque las frecuencias de trabajo máximas son de 10 kHz [14]. Y se despreció el efecto  $R_d$ , debido a que la intensidad de campo magnético es muy baja, y los efectos de perdidas por corrientes de Eddy se hacen despreciables, y los fenómenos de histéresis no se presentaran ya que el material en que está construido el carrete es no magnético. Por lo tanto, el modelo aproximado para la bobina primaria es:

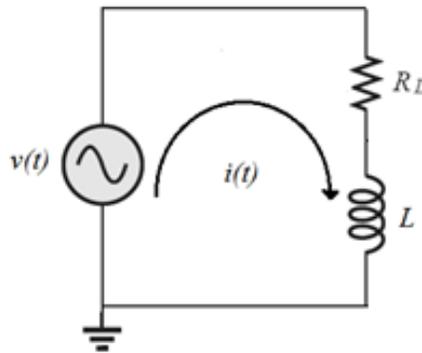


Figura 2.2. Modelo aproximado de la bobina primaria.

Para obtener una expresión de la corriente del circuito de la figura 2.2, se plantea la siguiente ecuación [14]:

$$L \frac{di(t)}{dt} + R_L i(t) = v(t) \quad (2.1)$$

Donde

$$v(t) = v_m e^{j\omega t} \quad (2.2)$$

y  $L$  es la inductancia de la bobina

Donde  $v_m$  es la amplitud de la señal entregada por la fuente de voltaje y  $\omega=2\pi f$  es la frecuencia angular.

Una solución para la ecuación (2.1) es:

$$i(t) = Ae^{j\omega t} \quad (2.3)$$

Donde  $A$  es la amplitud de la corriente.

Reemplazando (2.3) en (2.1) se obtiene lo siguiente:

$$(Lj\omega + R_L)Ae^{j\omega t} = v_m e^{j\omega t} \quad (2.4)$$

Despejando  $A$  de (2.4) y reemplazándola en (2.3) se obtiene:

$$i(t) = \frac{v_m e^{j(\omega t - \beta)}}{\sqrt{R_L^2 + (L\omega)^2}} \quad (2.5)$$

Donde

$$\beta = \arctg\left(\frac{L\omega}{R_L}\right)$$

Tomando el valor rms de  $i(t)$  en (2.5), se obtiene lo siguiente:

$$i_{rms} = \frac{v_m}{\sqrt{2}\sqrt{R_L^2 + (L\omega)^2}} \quad (2.6)$$

Y teniendo en cuenta que la inductancia para un solenoide es [8]:

$$L = \frac{\pi r_L^2 N^2 \mu_0}{l} \quad (2.7)$$

Si se considera el campo magnético promedio para un gran solenoide de la forma [8]:

$$H_{rms} = \frac{\mu_0 N i_{rms}}{l} \quad (2.8)$$

Donde  $\mu_0$  es la permeabilidad magnética en el vacío,  $N$  número de vueltas del solenoide,  $l$  es la longitud del solenoide y  $i_{rms}$  la corriente promedio.

Reemplazando (2.6) y (2.7) en (2.8) se obtiene:

$$H_{rms} = \frac{\mu_0 N}{l} \frac{v_m}{\sqrt{2} \sqrt{R_L^2 + \left( \frac{\pi r_L^2 N^2 \mu_0}{l} \omega \right)^2}} \quad (2.9)$$

Considerando el efecto de la resistencia óhmica, debida al conductor, se puede hacer una aproximación del valor de resistencia de la bobina, dependiendo del diámetro del alambre, el número de vueltas y el radio de la bobina, de la siguiente forma:

$$R_L = \frac{2 \rho r_L}{r_a^2} N \quad (2.10)$$

Donde  $\rho$  es la resistividad del conductor,  $r_L$  radio del solenoide y  $r_a$  es el radio del alambre de embobinado. Reemplazando (2.10) en (2.9) se obtiene:

$$H_{rms} = \frac{\mu_0 N}{l} \frac{v_m}{\sqrt{2} \sqrt{\left(\frac{2\rho r_L}{r_a^2} N\right)^2 + \left(\frac{\pi r_L^2 N^2 \mu_0}{l} \omega\right)^2}} \quad (2.11)$$

La ecuación (2.11) es una expresión muy útil para calcular el valor del campo magnético en función de parámetros como la longitud, radio y el número de vueltas de la bobina, el calibre del cable, la amplitud y frecuencia de la fuente de corriente.

En la figura 2.3 se muestra el comportamiento de  $H_{rms}$  respecto el número de vueltas  $N$ , según la expresión (2.11).

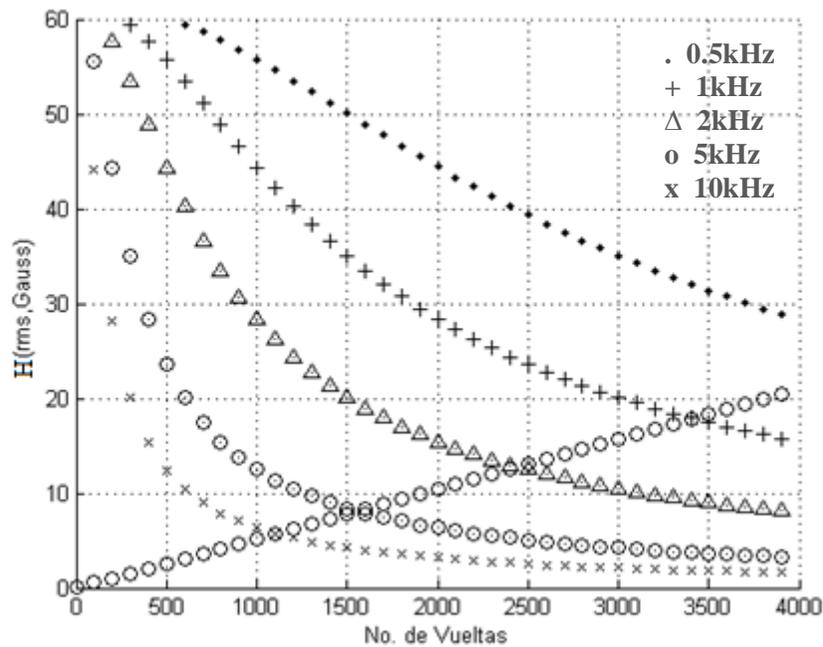


Figura 2.3. Curvas de campo magnético en la bobina primaria respecto al número de vueltas.

La curva con comportamiento lineal es el campo máximo generado para un valor constante máximo de corriente AC generado por el amplificador de corriente. Las curvas restantes

muestran los valores de campo magnético, que se pueden obtener en la bobina con las características de la tabla 2.1, para diferentes frecuencias y un voltaje de  $5 V_{pp}$  en el amplificador de corriente.

Tabla 2.1. Características del sistema de bobinas

	No. Vueltas	Longitud (mm)	Radio (mm)	Diámetro Alambre norma AWG (mm)	Distancia Separación (mm)
Bobina Primaria	1000	36	7.5	0.16	NA
Bobina Secundaria	600 c/u	8	5.5	0.1	8

Los puntos de intersección entre las curvas para distintos valores de frecuencia y la curva con comportamiento lineal, da el número de vueltas óptimo, para un valor de campo magnético deseado. Sin embargo, el diseño es óptimo solo para un valor de frecuencia dado. Por ejemplo, el punto de intersección entre la curva correspondiente a la frecuencia de 10 kHz y la curva con comportamiento lineal, es de aproximadamente 1000 vueltas, para un campo magnético de 5 Gauss. Por encima de esta frecuencia, hay una disminución en la corriente lo que implica una disminución en el campo, debido al aumento de la reactancia inductiva. De tal forma que, por debajo de este valor de frecuencia se garantiza que el campo máximo no sea menor que 5 Gauss.

Un factor importante a considerar, es la frecuencia máxima del campo deseado. Para frecuencias muy altas, se presentan efectos como capacitancias parásitas que podrían causar efectos como frecuencias de resonancia, provocando una variación en la amplitud y la fase de la señal medida. Otro efecto es el aumento de la reactancia inductiva, lo que conlleva a

un decremento en la corriente del circuito de la bobina primaria, en cuyo caso habría que adicionar una etapa de potencia para amplificar la corriente. Por otro lado, el valor de la resistencia óhmica debe ser el menor posible para evitar las variaciones abruptas de corriente en el proceso de descenso de temperatura.

Con estas consideraciones se encuentra que el campo magnético aproximado sería de 5 Gauss y el número de vueltas estaría entre 1000 y 1200 para una frecuencia máxima de 10 kHz.

En el diseño de las bobinas secundarias, se debe tener en cuenta que el volumen de la muestra no sea despreciable comparado con el volumen de la bobina. Esto se debe a que el voltaje sentido se mide por comparación del flujo desplazado en la bobina captadora, con el flujo presente en la bobina de referencia [5]. Por lo tanto, el volumen de la muestra debe ser lo más cercano posible al volumen de la bobina captadora. Además, un gran número de vueltas actuará como un amplificador de voltaje y se incrementará la sensibilidad, idealmente se selecciona el diámetro del alambre lo más pequeño posible. Otro factor importante es la separación entre las bobinas, no deben estar muy juntas para evitar el acoplamiento del flujo magnético. La escogencia de separación recomendada es equivalente a la longitud de una de las bobinas secundarias [5]. En la figura 2.4 se muestra el diseño y las dimensiones.

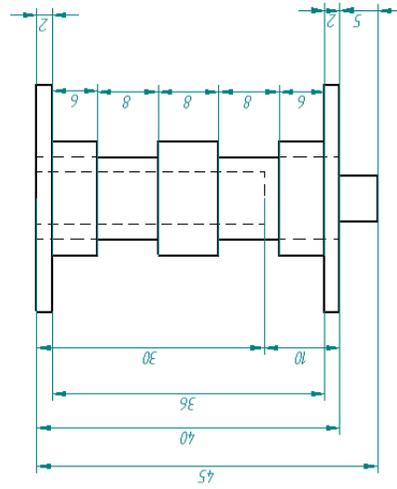
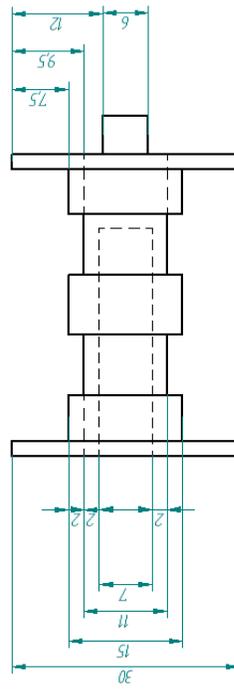


Figura 2.4. Dimensiones del carrete (unidades en mm).

Otro factor importante es el material del carrete del embobinado, que debe tener las siguientes propiedades.

- No magnético
- Buen conductor térmico

Para esto se optó por el acero inoxidable 304.

## 2.2. DISEÑO DE LA FUENTE DE CORRIENTE

Hay una consideración experimental que se debe tener en cuenta en el diseño presentado en la sección anterior. Cuando se hace el descenso de la temperatura hay una pequeña variación de la corriente que pasa a través de la bobina primaria, esto se debe a que la impedancia en la bobina cambia, lo que implica un cambio no solo en la amplitud sino en la fase de la corriente.

Por tal razón, es necesario diseñar una fuente de corriente que no dependa de las variaciones de la impedancia. Para suplir esta necesidad se optó por una fuente de corriente controlada por voltaje. Dentro de las configuraciones más conocidas está la de Howland, [10,15] cuya configuración básica es la que se muestra en la figura 2.5.

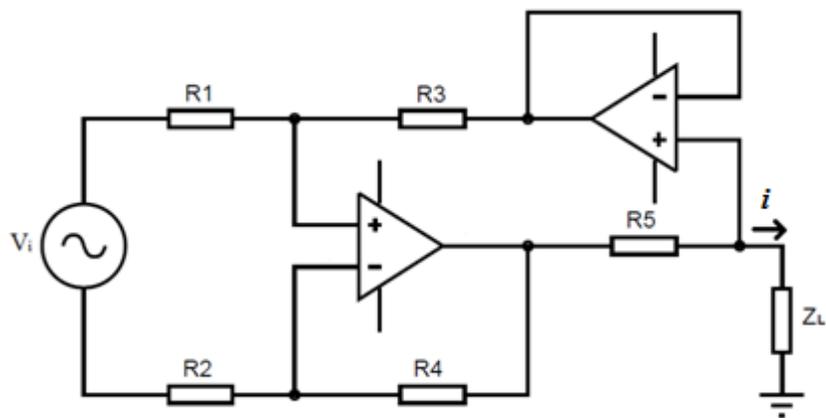


Figura 2.5. Configuración básica de una fuente de Howland.

En donde la corriente  $I_0$  es independiente de  $Z_L$  y su magnitud están en función del voltaje de entrada  $V_i$  y  $R_5$ , siempre y cuando  $R_1 = R_2 = R_3 = R_4$

$$i = \frac{2V_i}{R_5} \quad (2.12)$$

Para alimentar los amplificadores operacionales se implementó una fuente dual de voltaje [15], el esquema se muestra en la figura 2.6

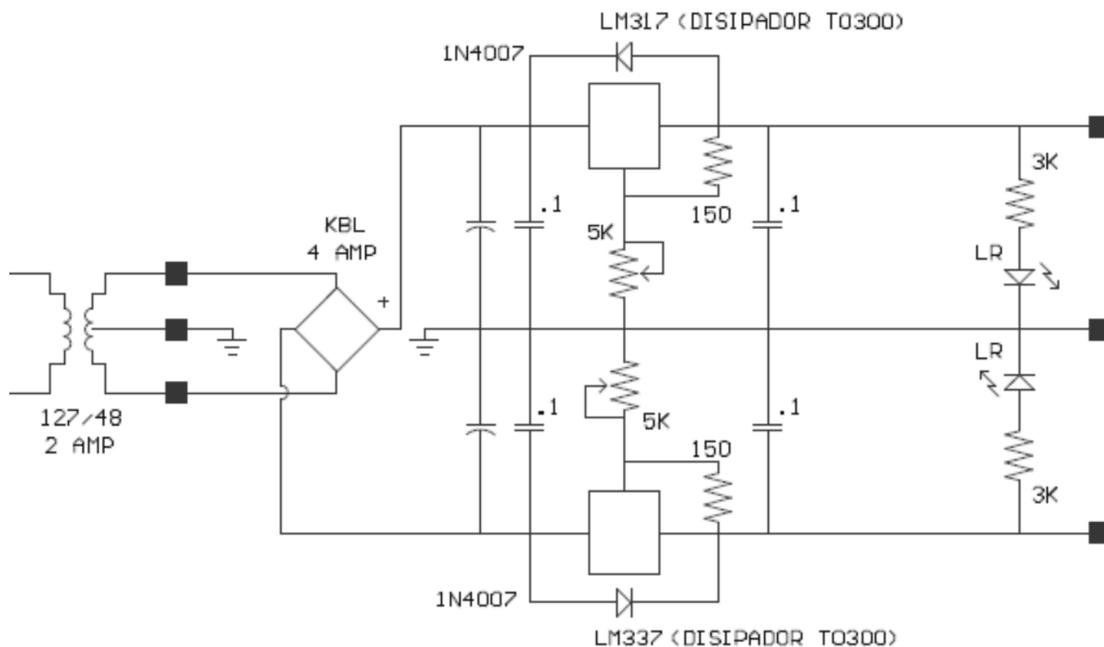


Figura 2.6. Fuente de voltaje dual.

### 2.3. TÉCNICA LOCK-IN

Cuando se detectan señales de corriente alterna muy pequeñas (en el orden de los microvoltios) pueden realizarse mediciones precisas aún cuando en apariencia las señales a medir estén “ocultas” por el ruido. Esto es posible gracias a los amplificadores *lock-in* que

utilizan una señal de referencia y una técnica conocida como detección sensible a la fase. Las señales de ruido y las de otras frecuencias que no sean la de referencia se rechazan y no afectan la medida, permitiendo así que el instrumento tenga una gran sensibilidad [16].

Normalmente el sistema se excita a una frecuencia fija (desde un oscilador o generador de funciones), y el *lock-in* detecta la respuesta del sistema a la frecuencia de referencia. Por ejemplo, la señal de referencia es una onda cuadrada a una frecuencia  $\omega_r$  que puede estar sincronizada con la señal de salida del generador de funciones. Si la salida del generador de funciones se usa para excitar el sistema, la respuesta es  $V_{s0}\text{sen}(\omega_r t + \theta_{sig})$  donde  $V_{s0}$ ,  $\omega_r$  y  $\theta_{sig}$  son la amplitud, la frecuencia angular y la fase de la señal a medir, respectivamente.

El amplificador *lock-in* genera su propia señal de referencia interna mediante un PLL (phase-locked-loop) enlazándose a la señal de referencia externa. Por lo tanto, la referencia interna es  $V_{r0}\text{sen}(\omega_L t + \theta_{ref})$  [10][11], donde  $\omega_L$ ,  $V_{r0}$  y  $\theta_{ref}$  son la frecuencia angular, la amplitud y la fase de la señal de referencia, respectivamente. El *lock-in* amplifica la señal que se desea medir, y la multiplica por la señal de referencia usando un detector sensible de fase (PSD) o multiplicador. La salida del PSD es simplemente el producto de dos ondas senoidales:

$$\begin{aligned} V_{\text{PSD}} &= V_{s0} V_{r0} \text{sen}(\omega_r t + \theta_{sig}) \text{sen}(\omega_L t + \theta_{ref}) \\ &= 1/2 V_{s0} V_{r0} \cos([\omega_r - \omega_L]t + \theta_{sig} - \theta_{ref}) - \\ &\quad 1/2 V_{s0} V_{r0} \cos([\omega_r + \omega_L]t + \theta_{sig} + \theta_{ref}) \end{aligned} \tag{2.13}$$

Las salida del PSD son dos señales AC, la primera con la diferencia de frecuencias ( $\omega_r - \omega_L$ ) y la segunda con la suma de frecuencias ( $\omega_r + \omega_L$ ). Si la salida del PSD es filtrada por un filtro pasabajas, la señal con la suma de frecuencias es removida. En el caso particular en que  $\omega_r$  sea igual a  $\omega_L$  la señal será DC. Por lo tanto la señal de salida del PSD, después del filtro será:

$$V_{\text{PSD1}} = 1/2 V_{s0} V_{r0} \cos(\theta) \quad (2.14)$$

Donde  $\theta = \theta_{sig} - \theta_{ref}$ , es la diferencia de fase entre la señal medida y la referencia.

En la expresión (2.14) se puede ver que hay una dependencia de la amplitud de la señal medida con la fase. Para eliminar esta dependencia se adiciona un segundo PSD. Si el segundo PSD multiplica la señal de entrada proveniente del sistema en observación, con la señal de referencia con un desfase de  $90^\circ$ , es decir,  $V_{r0} \text{sen}(\omega L t + \theta_{ref} + 90^\circ)$  y se pasa el producto de las señales por un filtro pasabajos, se obtiene lo siguiente:

$$V_{\text{PSD2}} = 1/2 V_{s0} V_{r0} \text{sen}(\theta) \quad (2.15)$$

Ahora se tienen dos salidas, una proporcional a  $\cos(\theta)$  y la otra a  $\text{sen}(\theta)$ . Si se llama a la primera componente X y a la segunda Y:

$$X = 1/2 V_{s0} V_{r0} \cos(\theta) \quad (2.16a)$$

$$Y = 1/2 V_{s0} V_{r0} \text{sen}(\theta) \quad (2.16b)$$

Las expresiones (2.16a) y (2.16b) representan la señal como un vector relativo a la referencia del *lock-in*. X se llama componente en fase y Y componente en cuadratura. Esto es porque cuando  $\theta = 0$ , X mide la señal mientras que  $Y = 0$ . [16,17]

Ahora, el cálculo de la magnitud (R) de la señal en modo vector ya no va a depender de la fase entre la señal medida y la de referencia:

$$R = (X^2 + Y^2)^{1/2} \cong V_{s0} \quad (2.17)$$

Un *lock-in* con dos PSD puede medir directamente X, Y y R. La fase  $\theta$  entre la señal y la referencia se define como:

$$\theta = \tan^{-1}\left(\frac{Y}{X}\right) \quad (2.18)$$

El *lock-in* toma una señal de referencia y como señal de entrada el voltaje medido en las bobinas secundarias. El voltaje de referencia se puede expresar como:

$$V_r = V_{r0} \text{sen}(\omega t) \quad (2.19)$$

Donde  $V_{r0}$  es la amplitud de la señal de referencia.

Con respecto a la señal de referencia el voltaje en las bobinas secundarias se puede expresar como:

$$V_s = V_{s0} \cos(\omega t - \theta) \quad (2.20)$$

Donde  $\theta$  es el ángulo de desfase con respecto a la señal de referencia y  $V_{s0}$  es la amplitud de la señal en las bobinas secundarias. La ecuación (2.20) se puede expresar como:

$$V_s = V_x \cos(\omega t) + V_y \text{sen}(\omega t) \quad (2.21)$$

Donde

$$V_x = V_{s0} \cos(\theta) \quad (2.22a)$$

$$V_y = V_{s0} \text{sen}(\theta) \quad (2.22b)$$

Igualando las expresiones 1.26 y 2.21 se obtiene lo siguiente:

$$V_x = |v_o| \chi_1'' \quad (2.23a)$$

$$V_y = |v_o| \chi_1' \quad (2.23b)$$

De esta forma se consigue una expresión que permite medir la componente real e imaginaria de la susceptibilidad con un amplificador *lock-in*.

### **3. DISEÑO DEL SISTEMA DE ADQUISICIÓN DE DATOS**

En este capítulo se presenta el sistema de adquisición de datos para las medidas de susceptibilidad magnética en función de la temperatura.

Para medir y registrar las propiedades magnéticas se necesita un control, un sensado de la temperatura y un registro de la amplitud y la fase en las bobinas secundarias. Por tal razón se ha diseñado y desarrollado un sistema de adquisición utilizando e interconectando diferentes equipos.

#### **3.1. ESTRUCTURA DEL EQUIPO DE MEDICIÓN PROPUESTO**

El diseño del sistema está conformado por las siguientes partes:

- Sistema de bobinas
- Generador de señales
- Fuente de corriente controlada por voltaje (Circuito de Howland)
- Amplificador *lock-in*
- Multímetros digitales
- Sistema criogénico.
- Equipo de vacío.
- Sensor y controlador de temperatura
- Tarjeta GPIB
- Computador
- Software para la adquisición de datos

##### **3.1.1. Sistema de bobinas**

El sistema de bobinas (ver figura 3.1) permite aplicar un campo magnético AC y medir la respuesta de una muestra magnética, que se traduce en un voltaje inducido, para medir este voltaje es necesario usar un amplificador *lock-in* como se aclaró en la capítulo anterior.



Figura 3.1. Sistema de bobinas

El amplificador *lock-in* no tiene una interfaz automática para adquirir y guardar los datos en un computador, por esta razón se optó por el uso de dos multímetros digitales con puerto GPIB [ver anexo B].

Las salidas del *lock-in* (componentes  $V_x$  y  $V_y$ ) se conectan a las entradas de los multímetros digitales y se interfasan con el computador a través de una tarjeta GPIB; se desarrolla una aplicación en labview que visualice y almacene los valores medidos por el *lock-in* en tiempo de ejecución.

### 3.1.2. Generador de señales

La señal de entrada del sistema de bobinas y la señal de referencia para el *lock-in* las provee un generador de señales RIGOL DG1022 [17].

Las características principales son

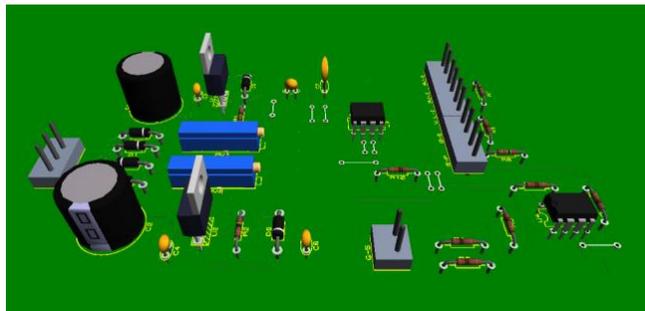
- **Número de salidas:** dos salidas con diferente frecuencia.
- **Forma de onda:** senoidal, cuadrada, triangular, rampa, pulso
- **Rango de frecuencias:** 1Hz – 10MHz



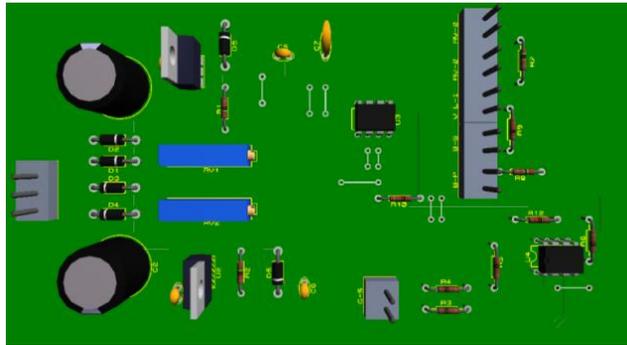
Figura 3.2. Generador de señales

### 3.1.3. Fuente de corriente controlada por voltaje (circuito de Howland)

La fuente de corriente alimenta a la bobina primaria. Para evitar interferencias se implemento el circuito en una PCB (Printed Circuit Board) y se usó una caja metálica para evitar vibraciones mecánicas en las conexiones y disminuir el ruido en las señales.



(a)



(b)



(c)

Figura 3.3. (a) y (b). Vista tridimensional de la PCB. (c). Caja metálica para ubicación de la PCB

### 3.1.4. Amplificador *lock-in*

En esta aplicación se usó el amplificador *lock-in* analógico PAR 129a. Las características principales del equipo son: [18]



Figura 3.4. Amplificador *lock-in* PAR 129a

- **Señal de entrada:** El *lock-in* utilizado tiene entradas diferenciales con  $10 \text{ nV/Hz}^{1/2}$  de ruido de entrada a  $1 \text{ kHz}$  y  $100 \text{ M}\Omega$  de impedancia de entrada. La escala de sensibilidad va desde los  $250 \text{ mV}$  hasta los  $100 \text{ }\mu\text{V}$ .
- **Sensibilidad:** Es la relación que hay entre el cambio de la medida ( $\Delta Y$ ) captada por la escala del dispositivo de medición ( $Y$ ) y el cambio de una variable física ( $\Delta X = \text{temperatura, voltaje, etc.}$ ) y su rango en toda la escala ( $X$ ).

$$\frac{\Delta Y}{Y} = S \frac{\Delta X}{X} \quad (3.1)$$

Donde  $S$  es la sensibilidad del sensor.

- **Reserva dinámica:** Asumiendo que la entrada de un *lock-in* consiste de una señal a fondo de escala a la frecuencia de referencia más una componente de ruido a alguna otra frecuencia. La reserva dinámica es la relación entre la máxima señal de ruido que el *lock-in* puede tolerar con respecto al fondo de escala y se expresa en decibeles. Por ejemplo, si el fondo de escala esta en  $1 \text{ }\mu\text{V}$ , entonces la reserva dinámica de  $60 \text{ dB}$  significa que en la entrada se puede tolerar  $1 \text{ mV}$  sin sobrecarga.

Altos valores de RD producen una degradación en la estabilidad de la salida, haciendo que gran parte de la ganancia sea DC después del detector de fase. En general se usa una RD pequeña para evitar la sobrecarga del amplificador.

- **Entrada de referencia:** La entrada de referencia puede ser configurada para que responda ante ondas senoidales o ante el borde de un pulso de referencia. El rango de la frecuencia de referencia es 0.5 Hz hasta 100 kHz, y se permite la detección del primer y segundo armónico de la referencia. Se puede cambiar la fase de referencia desde el panel frontal con 0.1° de resolución, o cambiarla en incrementos de 90° para una fácil medición de las señales en cuadratura.
- **Constantes de tiempos de los filtros:** Hay un nivel de filtrado después del detector de fase sensible, el cual suministra una graduación variable del filtrado y de las constantes de tiempo. Las constantes de tiempo pueden ser elegidas desde los 100 segundos para máxima reducción de ruido hasta los 2 ms para uso en aplicaciones con ciclos dedicados en tiempo real. Cualquiera de las configuraciones ofrecen 6 dB/octava en el filtrado.
- **Señal de salida:** Dos salidas analógicas de  $\pm 1$  V a fondo de escala.

### 3.1.5. Multímetros digitales

Las salidas del *lock-in* están conectadas a los multímetros digitales 195A y 181. [19,20]:



Figura 3.5. Dispositivos de medición de las salidas del *Lock-in* para la adquisición de datos por GPIB

➤ **Características Multímetro keithley 181**

- **Ruido:** Menos que 30 nVpp o más bajo con filtro.
- **Capacitancia de entrada:** 5000 pF en los rangos de mV
- **Relación de rechazo al modo común (CMRR):** 160 dB en los rangos de mV. 140dB sobre los rangos de V en DC y una línea de frecuencia (50 o 60 Hz)
- **Tiempo de asentamiento:** 0.5 s.
- **Filtro:** Digital de 3 polos; RC= 0.5, 1 0 2 dependiendo del rango.
- **Velocidad de conversión:** 4 lecturas/segundo
- **Puertos:** un puerto IEEE-488

En la tabla 3.1. Se muestra el rango y la resolución del voltaje DC

Tabla 3.1. Rango y resolución de voltaje DC del multímetro keithley 181

Rango	5½ Dígitos de Resolución
2mV	10nV
20mV	100nV
200mV	1µV
2V	10 µV
20V	100 µV
200V	1mV
1000V	10mV

➤ **Multímetro keithley 195A**

- **Relación de rechazo al modo normal (NMRR):** Más grande que 60 db a 50 o 60 Hz.
- **Relación de rechazo al modo común (CMRR):** Más grande que 120 dB en DC y 50 o 60 Hz (con 1 kΩ en cualquier lugar)
- **Máxima entrada admisible:** 1000 V<sub>pico</sub>
- **Puertos:** un puerto IEEE-488
- **Velocidad de conversión:** 5 lecturas/segundo.

En la tabla 3.2. Se muestra el rango y la resolución del voltaje DC

Tabla 3.2. Rango y resolución de voltaje DC del multímetro keithley 195A

Rango	Resolución
-------	------------

20mV	100nV
200mV	1μV
2V	10 μV
20V	100 μV
200V	1mV
1000V	10mV

### 3.1.6. Sistema criogénico

Se desea estudiar la respuesta de los materiales magnéticos bajo cambios de temperatura para ello se usa un sistema criogénico y un control de temperatura. El laboratorio de Física de Bajas Temperaturas (FISBATEM), cuenta con un equipo del tipo ciclo cerrado de helio. Por su configuración este equipo permite trabajar a temperaturas desde los 20 a los 300 K. El sistema criogénico, utiliza componentes standard de APD™ [21], consiste en un compresor de helio, líneas de gas o interconexión y el expansor, como se ve en la figura 3.7 y 3.8.

El equipo compresor modelo HC-2D3, refrigerado por agua, está formado fundamentalmente por el compresor propiamente dicho, filtros y separadores de aceite, material absorbente y un intercambiador de calor. Tiene además sensores, válvulas, un medidor de presión y un contador de horas. Básicamente cumple la función de enfriar, comprimir y limpiar el helio que viene por la línea de retorno del expansor para suministrarlo, a alta presión, por la línea de suministro.



Figura 3.6. Compresor de Helio

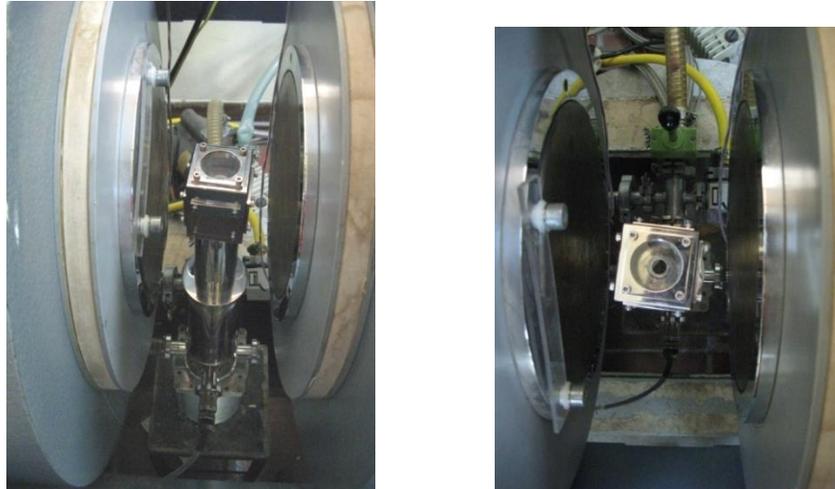


Figura 3.7. Dedo frio y Expansor.

El compresor debe ser refrigerado ya que genera una gran cantidad de calor como resultado del trabajo de comprimir helio, para ello se usa unos conductos de agua. Para que el compresor funcione debidamente deben cumplirse varias condiciones: la temperatura ambiente debe estar entre los 10 y 38 °C, la temperatura del agua entrante deber estar entre 4 y 27 °C, la del agua saliente debe ser menor que 41 °C.

### **3.1.7. Equipo de vacío**

El equipo de vacío es imprescindible para lograr un buen aislamiento entre el medio ambiente y el espacio donde se aloja la muestra, así como también la eliminación de vapor de agua que de otra manera podría afectar la muestra. Está compuesto por llaves de cierre para aislar la cámara, transductores e indicadores para verificar los valores de presión y una válvula de seguridad. El sistema de vacío trabaja con una bomba mecánica y con ella se logra un vacío que varía entre  $10^{-7}$  y  $10^{-8}$  Torr.

### **3.1.8. Controlador y sensor de temperatura**

Para el control y medición de la temperatura se necesita un sistema fiable y reproducible, en el laboratorio se dispone de un controlador de temperatura marca Lakeshore 330 (Ver figura 3.8) [22].

Este controlador es capaz de realizar un control de temperatura tipo autotuning P (proporcional), autotuning PI (proporcional e integral) y autotuning PID (proporcional, integral y derivativo), manual y por Zonas(10 zonas de temperatura), con una estabilidad de control de  $\pm 2.5$  mK.. En el panel frontal del controlador se puede leer la temperatura de cada sensor, la temperatura fijada por el usuario, y la fracción de potencia de calefacción que se aplica. Tiene además, dos entradas para sensores de temperatura, un software de calibración (SoftCal™) y una memoria no volátil para almacenar hasta 21 curvas de calibración de sensores.

Tiene una interfaz GPIB y RS-232C que permite el control remoto del equipo.

El sensor de temperatura es un diodo de silicio, de la serie DT-470 de la empresa Lakeshore, estos sensores exhiben unos elementos de sensado y precisión para temperaturas en el rango de 1.4 K a 474 K. Con en este sensor es posible usar el software de calibración (SoftCal™) [22], con lo cual puede mejorar significativamente su precisión.



Figura 3.8. Parte superior: dispositivos de control de temperatura. Parte inferior: medición de temperatura

### 3.1.9. Software para la adquisición de datos

Una vez establecidas las conexiones entre los dispositivos que conforman el sistema de medición de susceptibilidad, se diseñó una interfaz gráfica con el software Labview 8.0. Tal como se aprecia en la figura 3.9

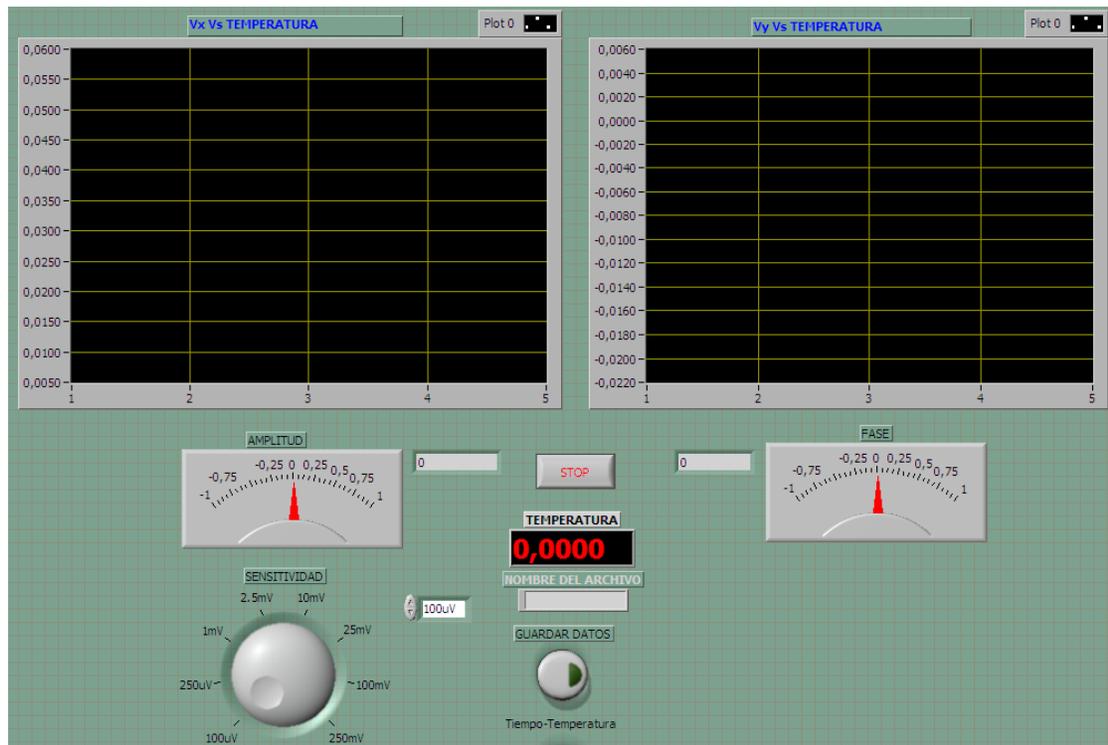


Figura 3.9. Vista de la aplicación del software de adquisición de datos.

La interfaz permite desplegar las medidas de voltaje en las bobinas secundarias en función de la temperatura, así como su amplitud y fase. También, se tiene la opción de seleccionar el factor de escala de la sensibilidad y la opción de guardar los datos de amplitud, fase y temperatura en un archivo de texto plano para su posterior análisis.

El esquema del sistema de medida de susceptibilidad magnética AC propuesto, se muestra en la figura 3.10

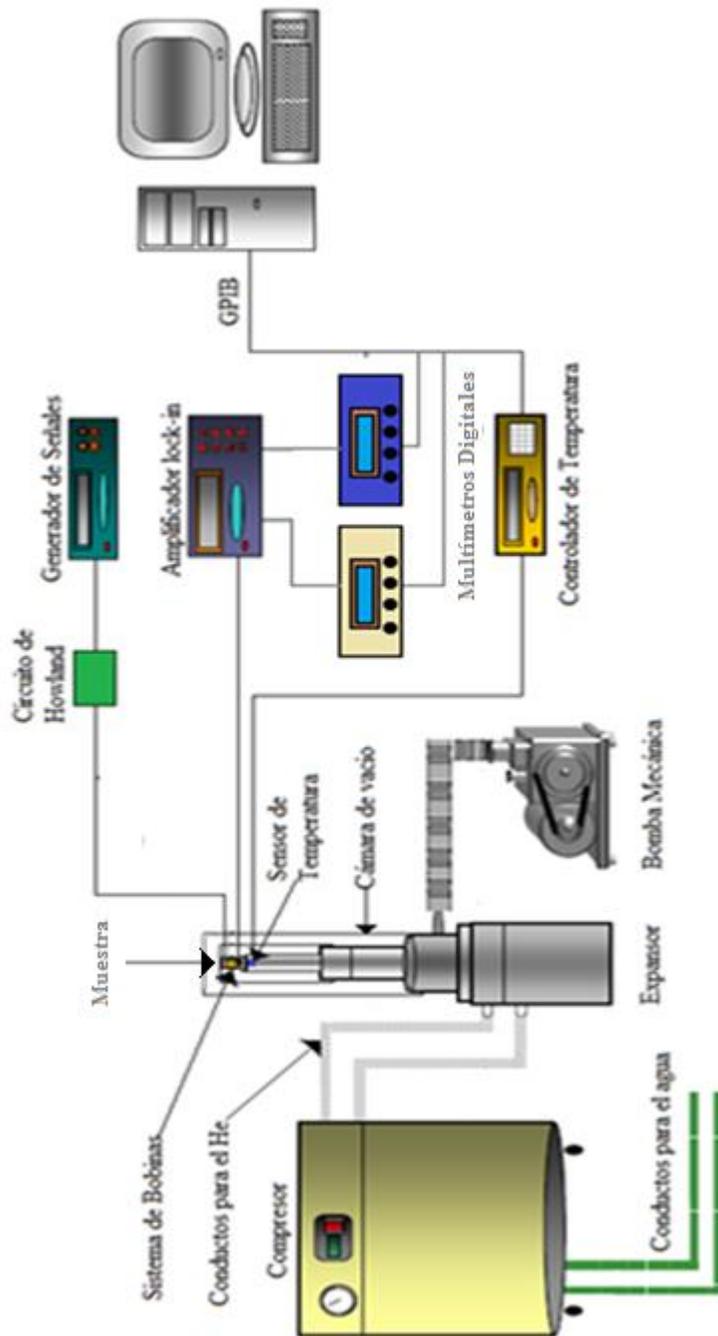


Figura 3.10. Esquema del sistema de medición de susceptibilidad magnética AC

## **4. VALIDACIÓN DEL SISTEMA Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS**

Para el desarrollo del presente proyecto se utilizó un computador Dell con un sistema operativo Windows XP SP2 y el software para la adquisición de los datos es Labview 8.0. El sistema permite variaciones de campo AC en un rango aproximado de 100 miliGauss a 5 Gauss, un rango de frecuencias de 100 Hz a 5 kHz en un rango de temperatura de 20 a 300 K. Para evaluar el funcionamiento del sistema es necesario hacer medidas sin muestra, para observar la descompensación de las bobinas de captación y las variaciones de fase debido al cambio de la resistencia y la inductancia en la bobina primaria y con muestra para medir la respuesta del material, posteriormente se resta la respuesta de la medida sin muestra de la medida con muestra para eliminar la componente de offset y obtener la susceptibilidad magnética en unidades arbitrarias.

Las medidas de susceptibilidad AC se realizaron en dos etapas. La primera etapa se realizó sin la fuente de corriente, en la segunda etapa se introduce la fuente de corriente controlada por voltaje para alimentar la bobina primaria.

### **4.1. MEDIDAS SIN FUENTE DE CORRIENTE**

Las primeras medidas se hicieron conectando directamente la salida del generador de señales a la bobina primaria, las pruebas se hicieron variando la temperatura entre 300 K a 20 K a una frecuencia 1.11 kHz y un valor de campo magnético aproximado de 1.4 Gauss.

En la figura 4.1, se observa la medida de la corriente en la bobina primaria en función de la temperatura.

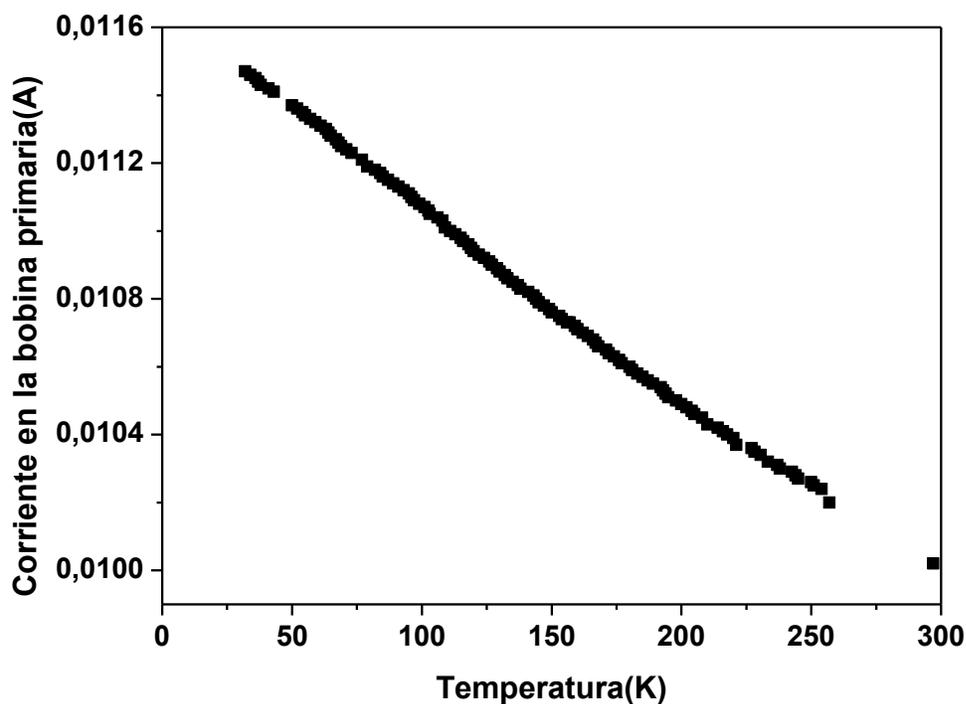


Figura 4.1. Corriente en la bobina primaria en función de la temperatura sin fuente de corriente

Como se puede observar en la figura, hay una variación considerable en la magnitud de la corriente, esto se debe al cambio en la resistencia de la bobina primaria y en menor medida al cambio de su inductancia, lo que conlleva a un cambio en el campo magnético, como consecuencia, la amplitud y la fase de la señal medida, en las bobinas secundarias, tiende a cambiar en el proceso de enfriamiento aún si una muestra no está presente.

En la figura 4.2 se observa la medida de la amplitud del voltaje en las bobinas secundarias con y sin muestra (composita 3% MgO). Esta muestra presenta una transición de fase superconductora.

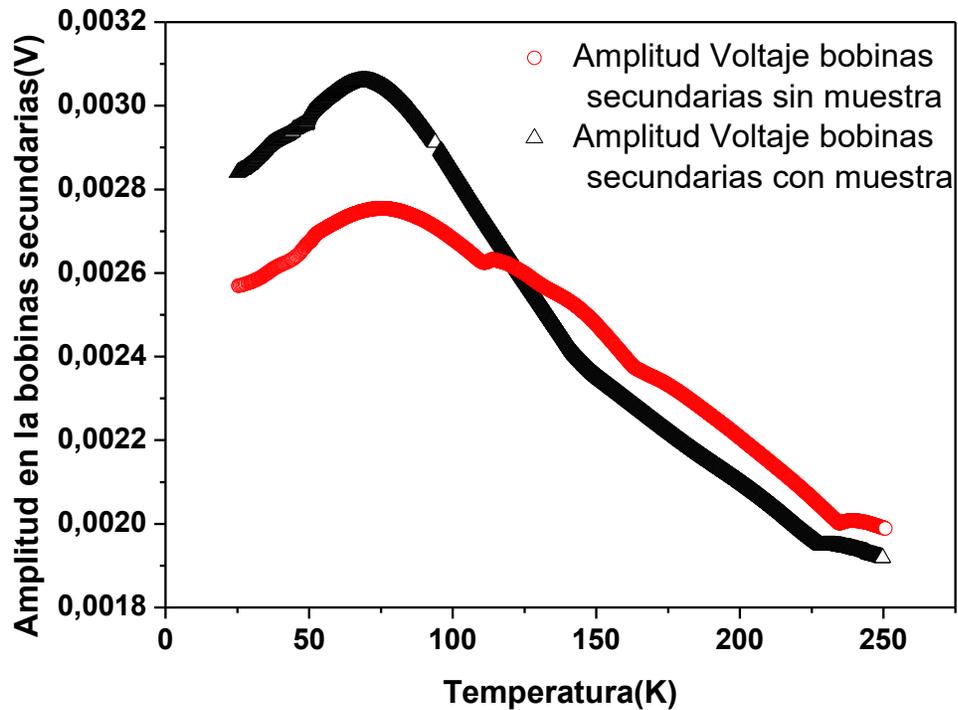


Figura 4.2. Amplitud en las bobinas secundarias con y sin muestra.

Como se observa, la variación del voltaje medido en las bobinas secundarias sin colocar muestra es comparable al medido con muestra; esto se debe al proceso antes mencionado, el cambio en la corriente en la bobina primaria, haciendo que la respuesta magnética debida a la muestra superconductor por la variación de la temperatura no sea apreciable.

Por otra parte, la fase entre el voltaje de referencia y el voltaje sentido en las bobinas secundarias cambia (ver ecuación 2.20), tal como lo ilustra la figura 4.3.

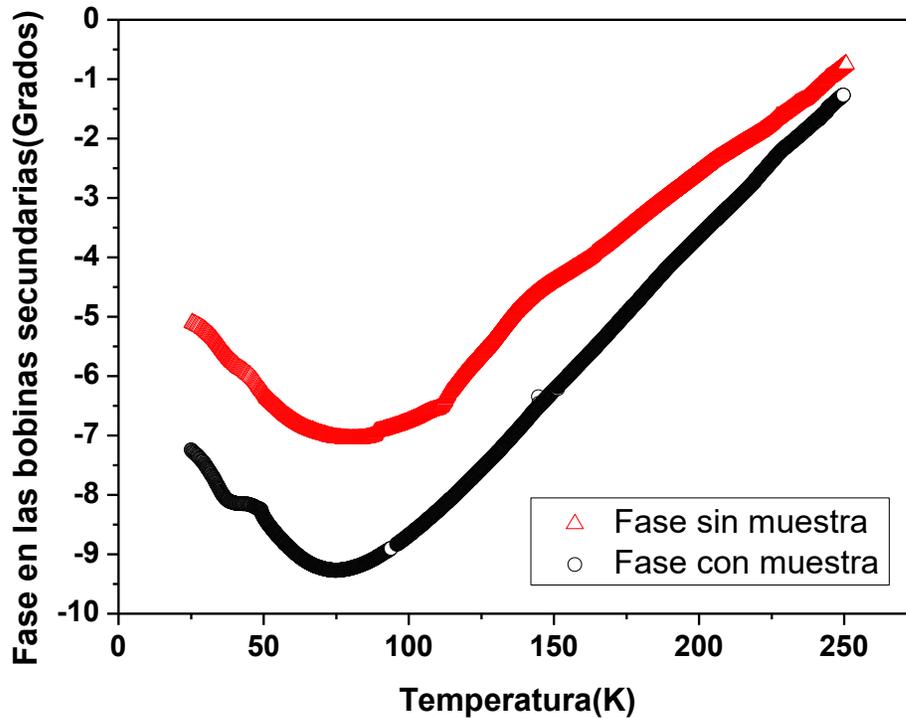


Figura 4.3. Fase en las bobinas secundarias con y sin muestra.

Este cambio de la fase en la señal medida en las bobinas secundarias sin muestra es notable y también se debe a la variación de la resistencia e inductancia en la bobina primaria.

Por otro lado, se podría considerar que un aporte en el cambio de la amplitud y la fase en el sistema de bobinas, se debería también a los cambios de la resistencia e inductancia en las bobinas secundarias pero se hacen despreciables, ya que la impedancia de entrada del amplificador *lock-in* es de 100 MΩ.

En la figura 4.4, se observan las componentes  $V_x$  y  $V_y$  (ecuaciones 2.22a y 2.22b) obtenidas de la amplitud y fase medidas por el *lock-in*.

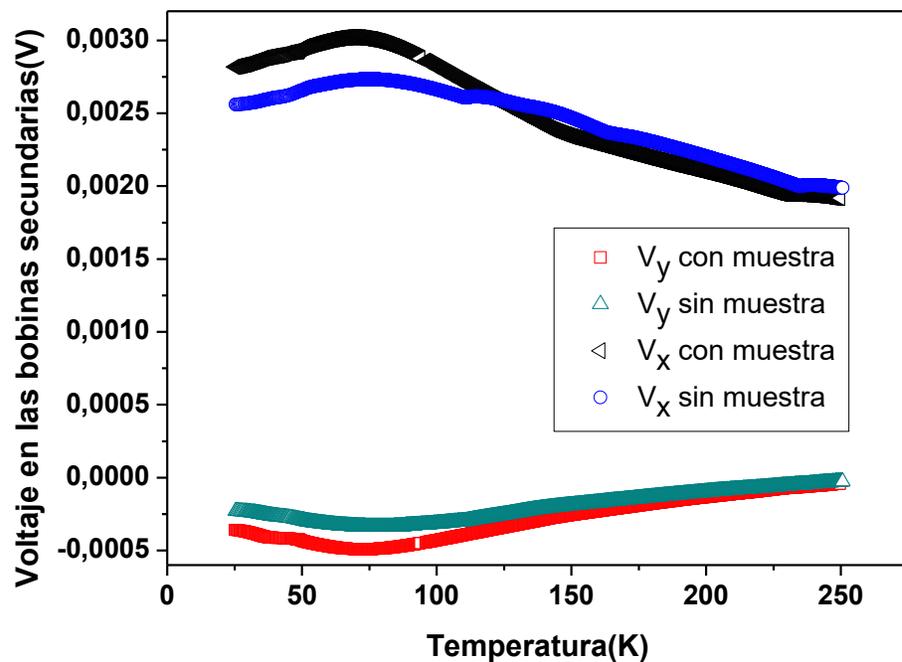


Figura 4.4. Voltaje en las bobinas secundarias con y sin muestra superconductor (composita 3% MgO)

En la figura anterior, se observa un voltaje de offset en la componente  $V_x$  y  $V_y$ , debido a imperfecciones en el embobinado (asimetrías entre las bobinas secundarias) y que no es constante debido a las variaciones de la corriente, resistencia e inductancia en la bobina primaria, en función de la temperatura. Por tal razón, es necesario restar los valores de voltaje medidos en las bobinas secundarias, con muestra y sin muestra, para poder apreciar la respuesta del material superconductor.

En la figura 4.5 se observa que la respuesta del material se ve apantallada por la respuesta del sistema de bobinas.

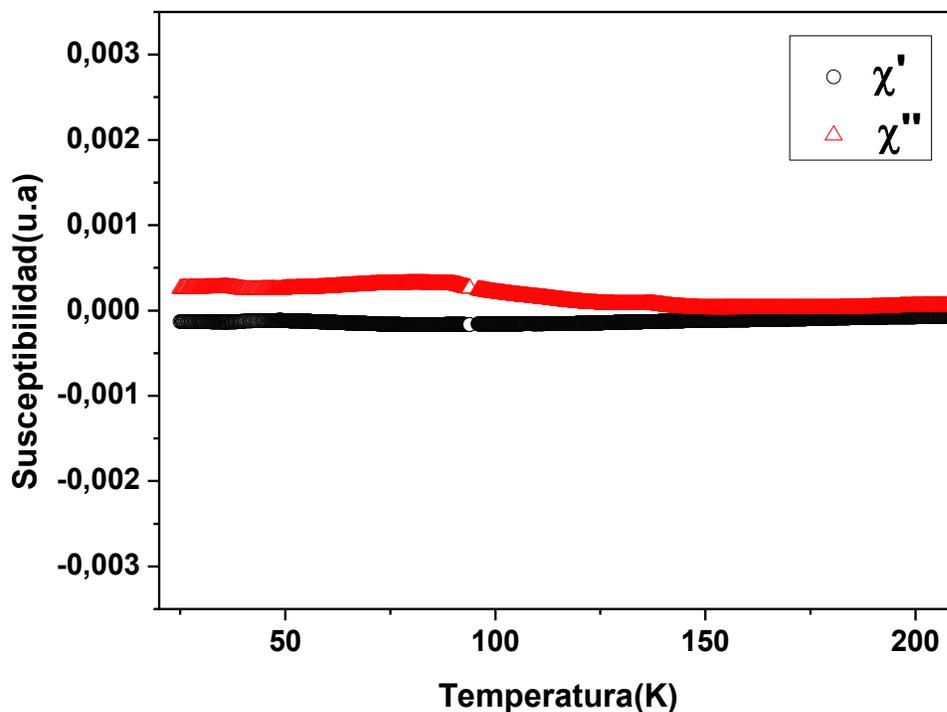


Figura 4.5. Susceptibilidad en unidades arbitrarias para la muestra superconductora (composita Mg0 3%) sin fuente de corriente

Aun si se hace la resta de los valores de voltajes, no se evidencia el comportamiento de un material superconductor.

De acuerdo a las ecuaciones 2.23a y 2.23b se puede relacionar las componentes  $V_y$  y  $V_x$  con la susceptibilidad real ( $\chi'$ ) e imaginaria ( $\chi''$ ) respectivamente. De aquí se obtiene la susceptibilidad magnética en unidades arbitrarias, como se observa en la grafica anterior

Con los resultados obtenidos anteriormente, se ve que es necesario incluir una etapa que garantice que la corriente en la bobina primaria no varíe con la temperatura, por tal razón, se implementó la fuente de corriente ó fuente Howland, descrita en el capítulo de diseño.

## 4.2. CARACTERIZACIÓN DE LA FUENTE DE CORRIENTE

Para evaluar el desempeño de la fuente de corriente, se caracterizó de la siguiente forma:

- Corriente en la bobina primaria vs voltaje y frecuencia de la señal de entrada.
- Corriente en la bobina primaria vs temperatura.

La primera caracterización consistió en determinar la corriente en la bobina primaria, con diferentes valores de frecuencia en la señal de entrada, para poder estimar los rangos de voltaje de entrada y frecuencia en los que la fuente de corriente sea independiente de la impedancia. Los resultados se observan en la figura 4.6.

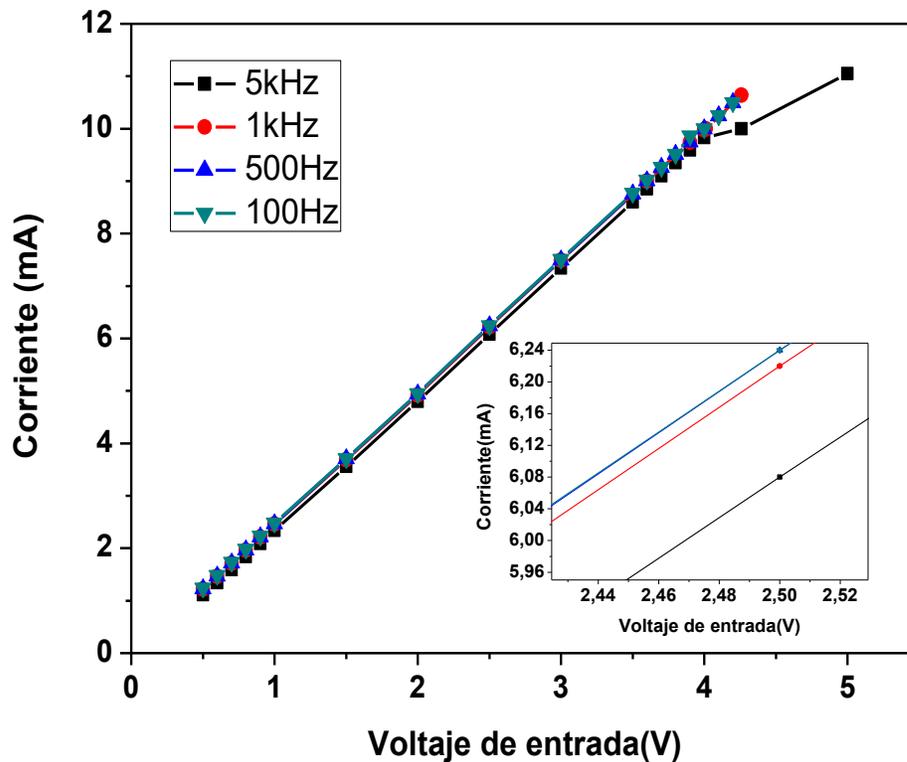


Figura 4.6. Curva de caracterización de la fuente de corriente para diferentes valores frecuencia, en función del voltaje de entrada

En la figura anterior, se observa una dependencia lineal de la corriente en la bobina primaria con valores de voltaje de entrada desde 500 mV<sub>pp</sub> hasta 4.5 V<sub>pp</sub>. Además, aparece una alinealidad en la corriente para voltajes de entrada superiores a 4.5 V<sub>pp</sub> y una frecuencia de 5 kHz y que se debe al aumento en la reactancia inductiva en la bobina primaria.

En la tabla 4.1 se muestran los valores de la pendiente e intercepto de la linealización de las curvas de la figura 4.6.

Tabla 4.1. Parámetros obtenidos de la linealización de las curvas corriente vs voltaje de entrada con diferentes valores de frecuencia

<b>Frecuencia (Hz)</b>	<b>Pendiente</b>	<b>Intercepción</b>
100	2,5137	-0,03539
500	2,51147	-0,04156
1K	2,50882	-0,05124
5K	2,50192	-0,16543

Con los parámetros de la tabla 4.1, la relación lineal entre el voltaje de entrada y la corriente en la bobina primaria se expresa para cada valor de frecuencia como:

$$I(100 \text{ Hz}) = 2,5136 * V_i - 0,03539 \quad (4.1)$$

$$I(500 \text{ Hz}) = 2,51147 * V_i - 0,04156 \quad (4.2)$$

$$I(1 \text{ kHz}) = 2,50882 * V_i - 0,05124 \quad (4.3)$$

$$I(5 \text{ kHz}) = 2,50192 * V_i - 0,165439 \quad (4.4)$$

Donde  $I$  es la corriente en la bobina primaria y  $V_i$  es el voltaje de entrada.

Como se observa en las ecuaciones (4.1) a (4.4), la dependencia de  $I$  con la frecuencia es pequeña, lo que se traduce en una mejora en la estabilidad de la corriente frente a cambios de la impedancia en la bobina primaria. Lo anterior se refuerza con la gráfica 4.7, que presenta el error relativo en la corriente vs el voltaje de entrada para los cuatro valores de frecuencia probados.

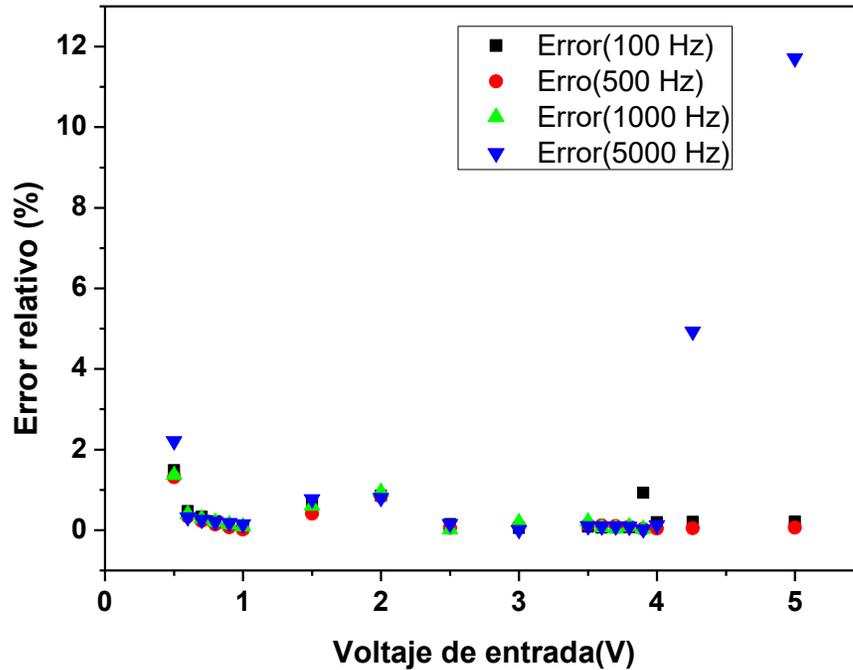


Figura 4.7. Error relativo en la corriente vs el voltaje de entrada para los cuatro valores de frecuencia probados.

La segunda caracterización de la fuente de corriente, consistió en observar la variación de la corriente en función de la temperatura. Los resultados se muestran en la figura 4.10

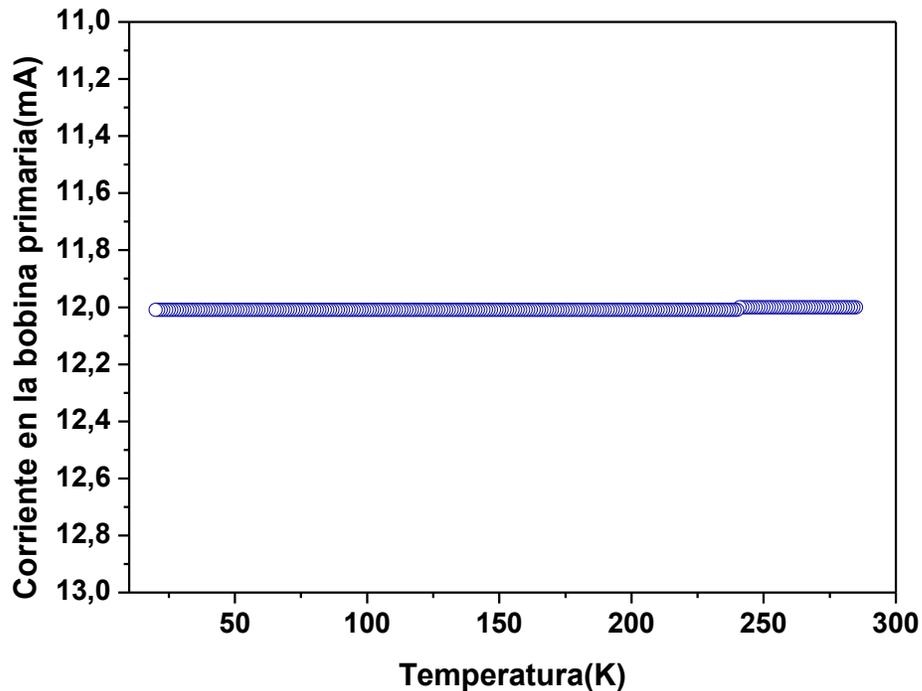


Figura 4.8. Caracterización de la fuente de corriente con la temperatura para una frecuencia de 1.11 kHz y un voltaje de entrada de 4.5 V<sub>pp</sub>

Como se observa en la figura anterior, la corriente en el rango de temperatura 20-300 K es constante y se asegura que el campo magnético AC generado por la bobina primaria sea constante en magnitud. De esta manera se espera que la medida del voltaje en las bobinas secundarias desde el *lock-in*, en magnitud, se deba en mayor medida, a la contribución de las muestras colocadas dentro del sistema de bobinas y al voltaje de offset en las bobinas secundarias.

### 4.3. MEDIDAS DE SUSCEPTIBILIDAD CON FUENTE DE CORRIENTE

Las mediciones con fuente de corriente se hicieron inicialmente para la muestra superconductora (composita 3% MgO), Se trabajó con los mismos parámetros que en la medida sin fuente de corriente, una frecuencia de 1.11 kHz en la señal de entrada en la

bobina primaria y un valor de campo magnético aproximado de 1.4 Gauss. En la figura 4.9, se observan las componentes  $V_x$  y  $V_y$ , con muestra y sin muestra. Los resultados mejoran respecto a los obtenidos sin fuente de corriente, figura 4.4.

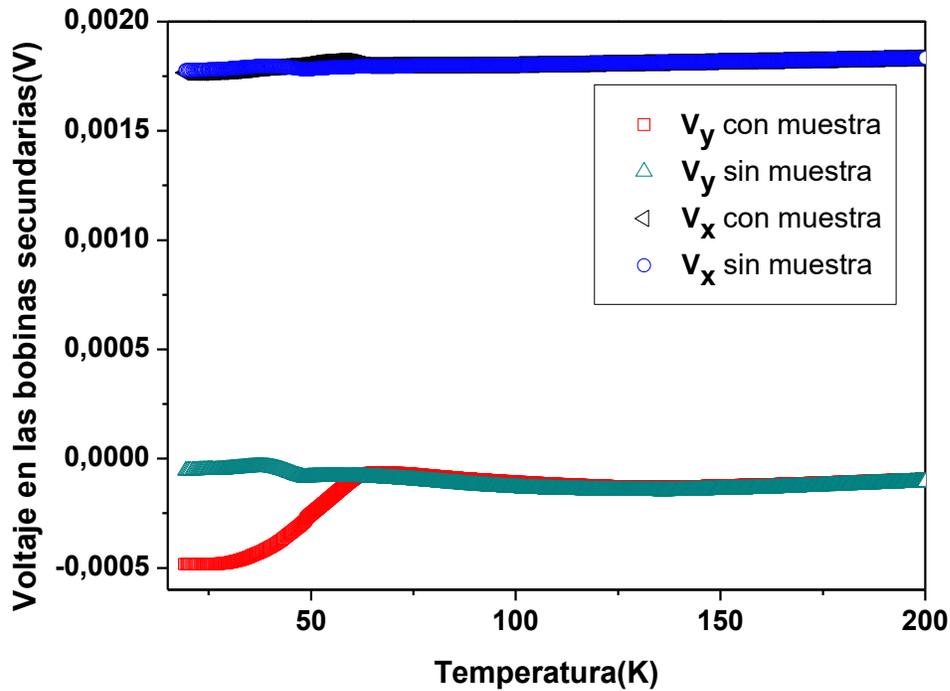


Figura 4.9. Voltaje en las bobinas secundarias con y sin muestra superconductora (composita 3% MgO), con fuente de corriente.

Como se puede ver en la figura anterior, las componentes  $V_x$  y  $V_y$  sin muestra se mantienen estables en todo el rango de temperatura. Además, se evidencia la respuesta del material por la diferencia entre las curvas con y sin muestra de la componente  $V_y$

Por otro lado, hay una pendiente en las componentes voltaje medido, y se debe al cambio en la fase de la señal medida en las bobinas secundarias, que se debe a la variación de la resistencia en la bobina primaria.

Además, se observa que en las componentes  $V_x$  y  $V_y$  está presente un voltaje de offset debido a las imperfecciones del embobinado, para eliminarlo se restan los valores de los voltajes medidos con y sin muestra, los resultados se ven en la figura 4.10

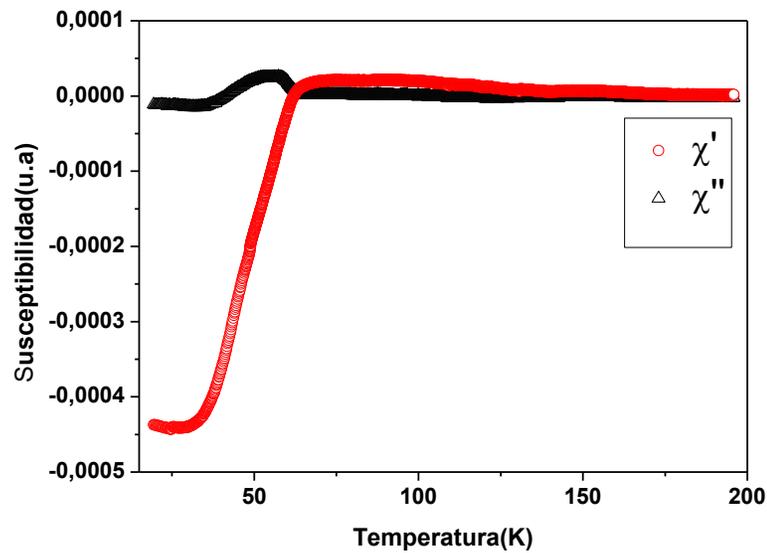


Figura 4.10. Susceptibilidad en unidades arbitrarias para la muestra superconductora (composita MgO 3%) con fuente de corriente

En la figura anterior, se ven dos fenómenos comunes de la susceptibilidad magnética AC de este tipo de materiales, primero, se observa un cambio en la magnitud de la parte real de la susceptibilidad a valores negativos que se debe a una transición de fase para-diamagnética característica de los materiales superconductores. (Anexo A)

El segundo fenómeno, es la variación de la parte imaginaria de la susceptibilidad hacia valores positivos, que está asociada con los procesos de absorción de energía e irreversibilidad magnética en el estado superconductor [2, 5,13].

Además, de la grafica anterior se obtiene que la temperatura de transición o temperatura crítica de la composita es aproximadamente  $T_c \approx 65$  K. Para validar este resultado, se usó el

sistema de medición de resistencia vs temperatura del laboratorio de Física de las Bajas temperaturas. Los resultados se ven en la figura 4.11.

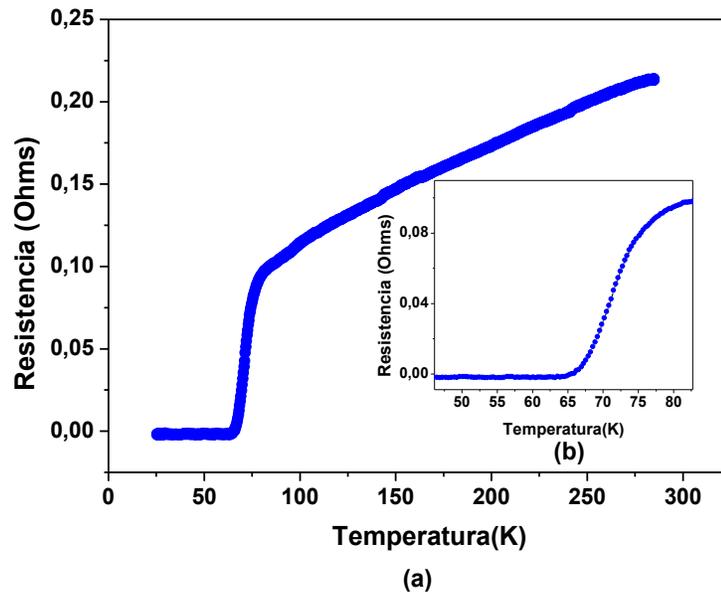
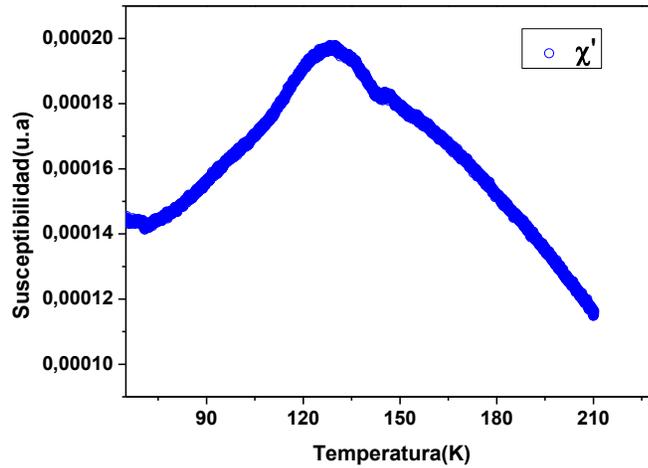


Figura 4.11. (a). Medida de Resistencia vs Temperatura para la muestra superconductora (composita MgO 3%). (b). Vista en detalle.

En la figura anterior, se observa la medida de resistencia vs temperatura de la muestra superconductora. Se observa que la resistencia disminuye gradualmente a medida que disminuye la temperatura, por debajo de la temperatura crítica  $T_c \approx 65$  K, la resistencia desciende bruscamente a valores muy cercanos a cero, lo que evidencia el estado superconductor del material.

Igualmente, se hicieron medidas de susceptibilidad magnética AC en las manganitas  $\text{LaMnO}_3$  y  $\text{LaCaMnO}_3$ . Ver figura 4.12 y 4.13.



(b)

Figura 4.12. . Susceptibilidad magnética en función de la temperatura para la muestra  $\text{LaMnO}_3$ .

En la figura 4.12 se observa la dependencia de la susceptibilidad magnética AC con la temperatura. La muestra  $\text{LaMnO}_3$  presenta una transición antiferro-ferromagnética con una temperatura de Neel  $T_N=130$  K, los resultados obtenidos son comparables cualitativamente con lo reportado en la literatura [12].

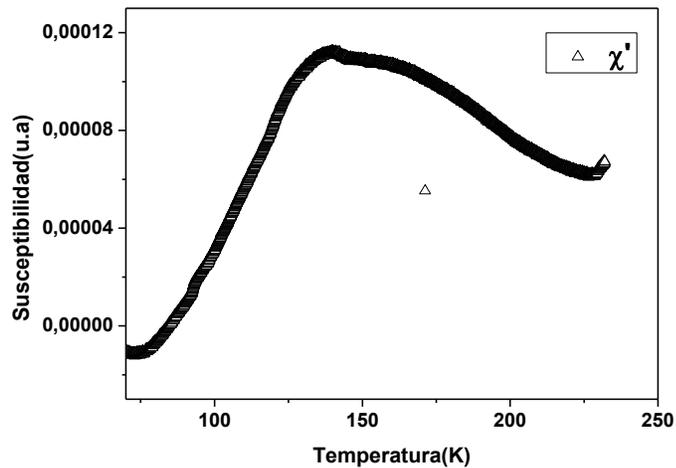


Figura 4.13. Susceptibilidad magnética en función de la temperatura para la muestra  $\text{LaCaMnO}_3$

En la figura 4.13, también se observa una transición antiferro-ferromagnética para la muestra LaCaMnO<sub>3</sub>, con una temperatura de Neel T<sub>N</sub>=140 K. Este resultado también es comparable cualitativamente con lo reportado en la literatura [23]

Con esto se corrobora el funcionamiento del sistema de medición de susceptibilidad magnética AC implementado.

#### 4.4. ESPECIFICACIONES TÉCNICAS

El sistema está en capacidad de hacer medidas en materiales en bloque, tales como superconductores de alta temperatura crítica, vidrios de espín, materiales ferromagnéticos y paramagnéticos.

A continuación las especificaciones:

- **Rango de temperatura:** 20 K a 300 K
- **Rango de frecuencia:** 100 Hz a 5 kHz
- **Rango del campo magnético AC:** 100 mGauss a 5 Gauss RMS
- **Sensibilidad:** Para estimar la sensibilidad del sistema implementado, se usan las ecuaciones (1.2), (1,18) y (1,19), obteniendo la siguiente expresión:

$$n = \frac{[(\frac{1}{2}l_s)^2 + r_s^2]^{1/2} v}{fN_s\pi\mu_0} \quad (4.5)$$

Donde  $n$ , es el número de momentos magnéticos,  $l_s$ ,  $N_s$  y  $r_s$ , son la longitud, el número de vueltas y el radio de la bobina captadora respectivamente,  $f$  es la frecuencia de la señal de entrada y  $v$  es el voltaje medido por el amplificador *lock-in*. Reemplazando los valores

según los parámetros de diseño del sistema de bobinas (tabla 2.1), un valor de  $f = 1$  kHz y un valor de sensibilidad en el *lock-in* de 1 mV, se obtiene que:

$$n = 3.3309 \times 10^{-6} \text{ emu}$$

De esta forma, el orden de precisión del sistema implementado es  $\approx 10^{-6} \text{ emu}$ .

## 5. CONCLUSIONES

Se desarrolló un sistema de medición de susceptibilidad magnética AC en un rango de temperatura de 20 K a 300 K con la posibilidad de hacer variaciones en frecuencia en un rango de 100 Hz a 5 kHz e intensidad de campo AC.

Se estudió la respuesta magnética con el sistema diseñado en distintos materiales en donde se evidenció propiedades magnéticas de muestras con transición antiferro-ferromagnética y una muestra con transición superconductor, esta última se corroboró con un sistema de medición de resistencia en función de la temperatura, disponible en el laboratorio de Física de las Bajas temperaturas de la Universidad del Cauca. Las medidas de susceptibilidad obtenidas se hicieron en unidades arbitrarias debido a la carencia de una muestra de calibración y a una caracterización de campo magnético en función de la corriente en la bobina primaria. Pese a esto los resultados obtenidos fueron comparables cualitativamente con lo reportado en la literatura.

En el diseño y construcción del sistema de bobinas se debió diseñar el carrete para el embobinado en función del espacio disponible en el criostato que, al ser tan reducido, obliga a escoger el calibre del alambre adecuado para el embobinado, de tal forma que se aproveche el espacio disponible y además, se cumplan unas condiciones de diseño. Por otro lado, un buen embobinado hace que el voltaje de offset de las bobinas secundarias sea pequeño y así evitar que en el rango de temperatura de 20 k a 300 K, las variaciones de fase no sean tan grandes (esto se debe a que la resistencia de la bobina primaria, se reduce casi a la mitad de su valor).

La implementación de la fuente de corriente aumenta la estabilidad en el sistema de bobinas, ya que al tener una corriente constante disminuyen las variaciones del voltaje de offset en función de la temperatura lo que conlleva a un aumento en la sensibilidad del sistema.

Cuando se trabaja con pequeñas señales se debe disminuir las fuentes de ruido. Las soluciones fueron usar cables blindados para la interconexión de los equipos, una PCB (Printed Circuit Board) y una caja metálica, en donde se colocan todos los elementos electrónicos. Otra consideración importante fue la puesta a tierra entre los equipos.

Con la realización del proyecto se aporta al desarrollo tecnológico de la Universidad del Cauca, ya que el diseño e implementación del sistema involucró el uso de software y hardware del que se dispone en el laboratorio de Física de las Bajas Temperaturas. Con lo que se disminuyó el costo de la implementación del sistema. En una etapa posterior, será interesante estudiar el comportamiento de la susceptibilidad AC de los materiales con un campo DC, para así obtener información que permita identificar ciclos de histéresis. Para realizar esto es necesario utilizar un electroimán del que se dispone en el laboratorio de Física de las Bajas temperaturas de la Universidad del Cauca.

## 6. RECOMENDACIONES

Para realizar medidas cuantitativas de la susceptibilidad por una calibración directa es necesaria una muestra estándar y además, conocer el valor del campo magnético en función de la corriente en la bobina primaria

Mejorar el control de temperatura para evitar histéresis térmicas propias del sistema de enfriamiento.

Para disminuir la variación de la fase en las medidas de susceptibilidad, se podría adicionar una bomba turbomolecular al sistema de vacío, al igual que construir el sistema de bobinas en dos piezas, un portamuestras en acero inoxidable M304 y el carrete en phenolic G10 para aislar el embobinado del dedo frio.

Para automatizar la adquisición de datos se puede utilizar un amplificador *lock-in* digital, además, ayudaría a mejorar los problemas que se presentan en los amplificadores *lock-in* analógicos como son límites en la reserva dinámica, filtrado de la señal de entrada, sensibilidad, filtrado DC.

## REFERENCIAS

- [1] RANGANATHAN, R. RANGARAJAN, G. An Ac magnetic susceptibility bridge and cryostat for the temperatura range 2-300°K. En: Pramãna. Vol. 19, No. 1, (July 1982). P. 65-72.
- [2] CARDWELL, David. GINLEY, David. Handbook of Superconducting Materials. 1 ed. Institute of Physics Publishing, 2003. Vol I. Pág. 1371-1383.
- [3] REHMAN, M. ABDULLAH, A. Construction and validity of low-cost-high temperature ac susceptometer. En: J Pak Mater Soc 2008; 2(1).
- [4] YOUSSEF, I. BAHGAT, A. ALI, I. A. AC Magnetic Susceptibility Technique for the Characterization of High Temperature Superconductors. En: Egypt. J. Sol., Vol. (23), No. (2), (2000). P. 231-250.
- [5] NICOLO, Martin. Superconductivity: A guide to alternating current susceptibility measurements and alternating current susceptometer design. En: Am. J. Phys. 63(1), January 1995. P. 57-65.
- [6] LOURENÇO, A. GOMES, C.R. REY, D. Parámetros magnéticos de los suelos de la periferia de Coimbra (Portugal). En: Centro de Geociências da Universidad de Coimbra.
- [7] MORTON-BERMEA, O. HERNANDEZ, E. SOLER, A.M LOZANO, SANTA-CRUZ R. GONZALES, G. BERAMENDI, L. MARTINEZ, ERICK. Utilización de herramientas sencillas para evaluar la contaminación ambiental: correlación entre propiedades magnéticas y concentración de metales pesados. En: Boletín de Mineralogía 18 (2008) 69 – 70.
- [8] HAYT, Jr. WILLIAM, Jhon. Teoría Electromagnética. 7 ed. Mexico: Mc Graw Hill, 2006. Pág. 273-281.
- [9] EXPERIMENT ACS. AC SUSCEPTIBILITY MEASUREMENTS IN HIGH-TC SUPERCONDUCTORS. University of Florida - Department of Physics PHY4803L - Advanced Physics Laboratory.

- [10] ORTEGA, Andrés. VALENCIA, Andrés. Diseño y construcción de un susceptómetro AC. Manizales, 2001, 74p. Trabajo de grado (Ingenieros Electrónicos). Universidad Nacional de Colombia - Sede Manizales. Facultad de ingeniería y arquitectura.
- [11] MARTIEN, Dinesh. Introduction to AC Susceptibility. Quantum Design.
- [12] Evidence of Espín Frustration in  $\text{LaMnO}_{3+\delta}$  with  $\delta = 0.0$  and  $0.025$ , En: Journal of the Korean Physical Society, Vol. 37, No. 5, November 2000, pp. 561\_564
- [13] HEIN, Robert A. FRANCAVILLA, Thomas L. LIEBENBERG, Donald H. Magnetic Susceptibility of Superconductors and Other Espín System. New York: Plenum Press, 1991. Pág 31.
- [14] BOYLESTAD, Robert L. Introductory Circuit Analysis. 10 ed. Pearson, 2005. Pág 476, 629.
- [15] MALVINO, Paul. Principios de Electrónica. 6 ed. España: Mc Graw Hill, 1999. Pág. 791.
- [16] About *Lock-in* Amplifiers. Application Note #3. Stanford Research Systems.
- [17] User's Guide for DG10x2 Series. Rigol Technologies. Inc. 2008.
- [18] Two phase/vector *lock-in* amplifier model 129a. Princeton Applied Research.
- [19] Model 195A Digital Multimeter Instruction Manual. Keithley Instruments, Inc. 6 ed. Cleveland, Ohio. 1991. Document Number: 195A-901-01 Rev. F
- [20] Operator's Manual Model 181 Digital Nanovoltmeter. Keithley Instruments, Inc. Cleveland, Ohio. 1982. Document Number: 32421.
- [21] User's Guide for Advancing the Technology of Cryogenics System. APD Cryogenics inc.
- [22] User's Manual Model 330 Autotuning Temperature Controller. Lake Shore Cryogenics, Inc. Westerville, Ohio. 2000.
- [23] BRICEÑO PÉREZ, Sandra Viviana. Síntesis y procesamiento de polvos cerámicos del sistema Pr\_Sr/Ca\_MnO para obtener materiales con propiedades de magnetoresistencia gigante. Popayán 2008. Trabajo de grado (Ingeniera Física) Universidad del Cauca. Facultad de Ciencias, Naturales, Exactas y de la Educación.

## ANEXOS

### ANEXO A. INTRODUCCIÓN A LOS MATERIALES MAGNÉTICOS

Las interacciones entre los espines son originadas por mecanismos diversos, algunos de los cuales no son del todo conocidos. Sin embargo, para la mayoría de aplicaciones, únicamente es pertinente conocer el efecto de dichas interacciones, sin importar las causas que las originen. Lo que sí es necesario señalar es que debido a un principio general de la naturaleza, la orientación final de los espines será aquella en donde la energía libre del sistema sea mínima. Se puede hacer una analogía entre un par de espines microscópicos y dos imanes permanentes para tener una idea acerca de lo que sucede a nivel molecular.

Aunque para obtener resultados cuantitativos exactos es necesario aplicar la teoría cuántica, el modelo atómico sencillo, que supone la presencia de un núcleo central positivo rodeado por electrones en varias orbitas circulares, produce resultados cuantitativos razonables y proporciona una teoría cualitativa satisfactoria. Un electrón en una órbita es análogo a un pequeño lazo de corriente (en el cual la corriente se dirige en dirección opuesta a la dirección del viaje del electrón), y como tal experimenta una par en un campo magnético externo. El par tiende a alinear el campo magnético que produce el electrón orbital con el campo magnético externo. Si no hubiese otros momentos magnéticos se concluiría que todos los electrones orbitales en el material cambiarían de tal manera que sumarían su campo magnético al campo aplicado, y entonces el campo magnético resultante en cualquier punto del material sería mayor que el que se tendría si el material no estuviese presente.

Un segundo momento, sin embargo, se atribuye al espín del electrón. Aunque para modelar este fenómeno se podría considerar al electrón como girando alrededor de su propio eje y generando así un momento dipolar magnético, al hacerlo no se obtienen resultados cuantitativos satisfactorios. En su lugar, es necesario aplicar la matemática de la teoría cuántica relativista para demostrar que un electrón puede tener un momento de espín magnético cercano a  $\pm 9 \times 10^{-24} \text{ A.m}^2$ ; los signos más y menos indican que el alineamiento puede ser ayudando u oponiéndose al campo magnético externo. En un átomo, con muchos

electrones presentes, solo los espines de los electrones pertenecientes a capas parcialmente llenas contribuirán al momento magnético del átomo.

Una tercera contribución al momento de un átomo la causa el espín nuclear. Aunque este factor proporciona un efecto despreciable sobre el total de las propiedades magnéticas de los materiales, constituye la base del procedimiento de imágenes por resonancia magnética nuclear.

En general, cada átomo contiene muchas componentes diferentes de momento y su combinación determina las características magnéticas del material y suministra su clasificación.

A continuación se describen algunos tipos de materiales magnéticos.

### **A.1. MATERIALES DIAMAGNÉTICOS**

Los átomos contienen muchos electrones, cada uno con un espín y moviéndose en su propia orbita. El momento magnético asociado al átomo es el vector suma de todos los momentos electrónicos y surgen dos posibilidades:

Si los momentos magnéticos de todos los electrones están orientados de tal forma que se cancelan unos con otros, y el átomo como un todo no tiene un momento magnético neto, esta condición conduce a la definición de diamagnetismo.

Si se cancelan parcialmente los momentos magnéticos de los átomos, quedando un momento magnético neto se da origen a algún tipo de ordenamiento magnético: para-ferro, antiferro o ferrimagnetismo.

Las propiedades magnéticas del diamagnetismo se deben completamente a los momentos magnéticos de los electrones orbitando alrededor de los átomos. Por lo tanto todos los tipos de materiales presentan un grado de diamagnetismo.

Las sustancias diamagnéticas presentan una susceptibilidad negativa y aunque están compuestas de átomos sin momento magnético neto, reaccionan ante un campo aplicado. Si se da la analogía del electrón orbitando como una espira de corriente (Teoría de Langevin) al aplicar un campo magnético al sistema, el movimiento del electrón es perturbado, dando

origen a una modificación de su momento y a la aparición de un momento inducido. De acuerdo a la ley de Lenz, para la inducción magnética, el momento inducido se opone al campo aplicado y como resultado cada átomo reorienta los momentos para cancelar el campo aplicado adquiriendo un momento negativo.

De la teoría clásica de Langevin, que coincide con el resultado de la teoría cuántica del diamagnetismo, se llega a la expresión:

$$\chi = - \left( \frac{N\rho}{A} \right) \frac{e^2 Z \overline{R^2}}{6mc^2} \quad (\text{A.1})$$

Donde  $\chi$  es la susceptibilidad magnética,  $N$  es el número de Avogadro,  $\rho$  es la densidad,  $A$  es el peso atómico,  $e$  la carga del electrón,  $Z$  es el número de electrones,  $\overline{R^2}$  es el radio promedio de los cuadrados de varios radios orbitales,  $m$  es la masa del electrón y  $c$  la velocidad de la luz.

#### ➤ Características de los materiales diamagnéticos

Debido a que las cantidades presentes en la expresión (A.1) no varían mucho con la temperatura y que la expresión tenga un signo negativo coincide con los hechos experimentales de que la susceptibilidad de sustancias diamagnéticas, en general, es independiente de la temperatura, es negativa y muy pequeña.

Teniendo en cuenta que la relación entre permeabilidad y susceptibilidad magnética es  $\mu_r = 1 + \chi$ , se tiene que la permeabilidad relativa de los materiales diamagnéticos:  $0 < \mu_r < 1$  y  $\mu_r \approx 1$ .

En los materiales diamagnéticos cuando todos los electrones de las capas atómicas están apareados no se presenta un momento neto, como es el caso de los gases nobles He, Ne, Ar, etc. Tampoco se generan momentos moleculares netos cuando el proceso de formación de moléculas se llenan todos los niveles de energía, como sucede en el H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, C (diamante), Si, Ge, NaCl y la mayoría de compuestos orgánicos entre otros.

En la figura A.1, se ve el comportamiento de la susceptibilidad en función de la temperatura para un material diamagnético

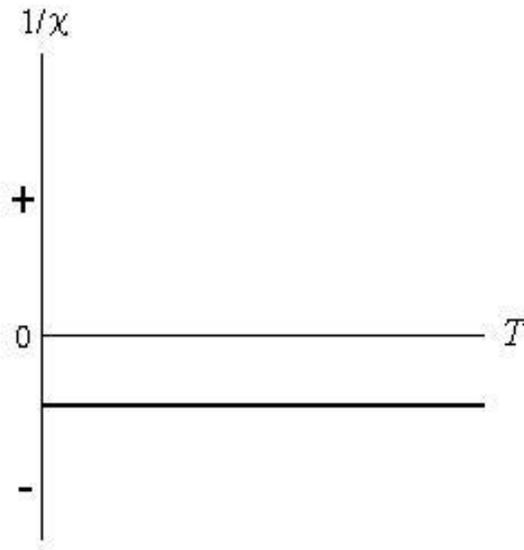


Figura A.1. Comportamiento del inverso de la susceptibilidad al variar la temperatura en un material diamagnético

Tabla A.1. Susceptibilidad magnética de algunos materiales diamagnéticos.

Material	$\chi$ ( $10^{-5}$ )
He	-0.19
Ne	-0.72
Ar	-1.94
Kr	-2.80
Bismuto	-16.6
Carbón (diamante)	-2.1
Carbón (grafito)	-1.6
Plomo	-2.9
Mercurio	-2.6
Agua	-0.91

## A.2. MATERIALES PARAMAGNÉTICOS

Para algunos materiales cada átomo posee un momento magnético permanente por la incompleta cancelación de espines electrónicos y momentos magnéticos orbitales. En la ausencia de un campo magnético aplicado, la orientación de estos momentos magnéticos atómicos es aleatoria, por lo que el material como un todo no posee una magnetización macroscópica. Pero estos momentos magnéticos son libres de rotar, y el paramagnetismo se da cuando ellos se alinean con el campo externo aplicado, pero cuando el campo es retirado el efecto desaparece.

### ➤ Teoría clásica del paramagnetismo

Las primeras mediciones de la susceptibilidad magnética realizadas por Pierre Curie, y reportadas en 1895, mostraron que esta variaba inversamente con la temperatura para los materiales paramagnéticos de la siguiente forma:

$$\chi = C/T \quad (\text{A.2})$$

Donde  $C$  es la constante de Curie del material. La expresión (A.2) se conoce como la ley de Curie.

Solo hasta 1905 Langevin, presentó una explicación teórica a este comportamiento en el mismo artículo donde presentaba su teoría del diamagnetismo.

La idea es que cada momento atómico del material gira hacia la dirección del campo, pero la agitación térmica de los átomos se opone a este movimiento manteniendo los momentos magnéticos orientados aleatoriamente.

Cuantitativamente, cada átomo en un campo magnético posee una energía potencial  $E_p$ :

$$E_p = -\mu H \cos \alpha \quad (\text{A.3})$$

Donde  $\mu$  es el momento magnético y  $\alpha$  es el ángulo entre  $\mu$  y  $H$ . La teoría de Langevin llega a que la magnetización  $M$  es:

$$M = n\mu \left( \coth a - \frac{1}{a} \right) \quad (\text{A.4})$$

Donde  $a = \mu H/kT$   $k$  es la constante de Boltzman. La expresión del lado derecho de la expresión (A.4) es llamada la función de Langevin o  $L(a)$ , que en forma de series es:

$$L(a) = \frac{a}{3} - \frac{a^3}{45} + \frac{2a^5}{945} - \dots \quad (\text{A.5})$$

La función  $L(a)$  tiende a 1 cuando  $a$  es muy grande, y para  $a$  muy pequeña tiende a una recta con pendiente 1/3, lo que conduce a dos conclusiones:

La saturación ocurre cuando  $a = \mu H/kT$ , es lo suficientemente grande. Lo que tiene mucho sentido, porque un gran  $H$  aplicado o bajas temperaturas, o las dos condiciones, son necesarios para alinear todos los momentos magnéticos atómicos.

Con pequeños valores de  $\alpha = \mu H/kT$ , se tiene que la magnetización varía linealmente con  $H$ , lo que lleva a que la expresión (A.4) toma la forma de la Ley de Curie:

$$M = \frac{n\mu a}{3} = \frac{n\mu^2 H}{3kT} \quad (\text{A.6})$$

Como  $\chi = M/H$ , entonces:

$$\chi = \frac{N\mu^2}{3AkT} = \frac{C}{T} \quad (\text{A.7})$$

Donde  $N$  es el número de Avogadro,  $\rho$  es la densidad,  $A$  es el peso atómico. La teoría de Langevin del paramagnetismo, está basada en la suposición de que los portadores de momentos magnéticos del material no interactúan entre ellos. Posteriormente se descubrió que algunos paramagnetos no obedecían a la ley de Curie sino a una ley más general llamada la ley de Curie-Weiss:

$$\chi = C/(T - \theta) \quad (\text{A.8})$$

Donde  $\theta$  es una constante para cada sustancia, con dimensiones de temperatura. Si  $\theta = 0$ , entonces el material se comporta de acuerdo a la ley de Curie, pero los valores de  $\theta$  pueden ser positivos o negativos, Figura A.2. (b). Si  $\theta$  es positivo, el campo molecular refuerza al campo aplicado con el fin de alinear paralelos los momentos magnéticos atómicos, por lo tanto la susceptibilidad se hace mayor. Si  $\theta$  es negativo, el campo molecular se opone al campo aplicado y tiende a disminuir la susceptibilidad.

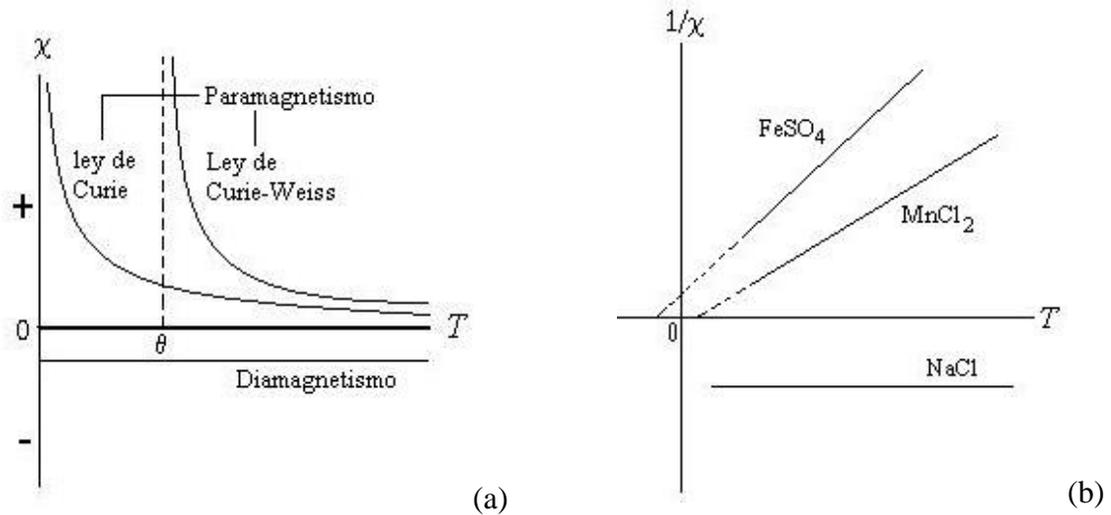


Figura A.2. (a) Susceptibilidad en función de la temperatura para los materiales diamagnéticos y los paramagnéticos que se comportan según la Ley de Curie y según la ley de Curie-Weiss. (b) Inverso de la susceptibilidad de dos materiales paramagnéticos y un diamagnético.

En 1907 Pierre Weiss, propuso que los momentos magnéticos interactuaban entre ellos, y que lo hacían por medio de un campo interno que él llamó “campo molecular”  $H_m$ . Weiss supuso que  $H_m$  era directamente proporcional a la magnetización y estaban relacionados por la constante  $\gamma$  (constante de campo molecular),  $H_m = \gamma M$ . Por consiguiente el campo total que actúa en el material sería  $H_t = H + H_m$  y entonces,

$$\chi = \frac{M}{H} = \frac{M}{H + \gamma M} \quad (\text{A.9})$$

De la ecuación (A.9) y la ley de Curie (A.2), se obtiene:

$$\chi = \frac{M}{H} = \frac{C}{T - \rho C \gamma} = \frac{C}{T - \theta} \quad (\text{A.10})$$

### ➤ Características de los materiales paramagnéticos

Su susceptibilidad magnética es positiva y pequeña, mientras su permeabilidad relativa es mayor que 1.

Al retirar el campo magnético aplicado los momentos magnéticos se reorientan al azar por efecto de la agitación térmica.

Las sales y óxidos de tierras raras presentan un alto carácter paramagnético. En estas sustancias las mediciones de la susceptibilidad y el factor  $g$  (factor de Lande) muestran que la contribución al momento magnético es principalmente debida a los orbitales. De hecho, los electrones en los niveles ( $4f$ ) incompletos responsables del momento magnético se encuentran tan inmersos en el ion que los electrones de las capas externas los apantallan del campo cristalino de otros iones, y el momento orbital queda sin atenuarse.

### A.3. MATERIALES FERROMAGNÉTICOS

Un grupo de materiales conocidos como ferromagnéticos presentan propiedades magnéticas diferentes de los materiales diamagnéticos y los paramagnéticos. Estos, tienen una permeabilidad magnética mucho mayor a 1 y una susceptibilidad  $\chi$  positiva muy grande, del orden de  $10^7$  veces mayor que la susceptibilidad de los materiales paramagnéticos. Esto significa que el material tendrá un alto valor de magnetización al aplicar un campo magnético. Adicionalmente, tienen un momento magnético espontáneo incluso cuando se retira el campo aplicado. Estas propiedades son de gran importancia para la ingeniería y la electrónica. La existencia de un momento magnético espontáneo sugiere que los momentos magnéticos de cada átomo se arreglan de una manera regular, aunque no necesariamente de una forma simple.

Los materiales ferromagnéticos presentan una transición de fase desde una fase que no tiene un momento magnético macroscópico (paramagnetismo) a alta temperatura, a una fase a baja temperatura que presenta una magnetización espontánea incluso en la ausencia de campo magnético aplicado (ferromagnetismo), Figura A.3. La temperatura en la que

ocurre la transición de fase magnética se conoce como *temperatura de Curie*  $T_c$ , o temperatura crítica, y para valores de temperaturas mayores a  $T_c$ , la susceptibilidad del material obedece a la ley de Curie-Weiss, con un valor  $\theta$  aproximadamente igual a  $T_c$ . Para  $T < T_c$ , la relación entre magnetización  $M$  y el campo aplicado  $H$  se hace más compleja, por lo tanto la susceptibilidad magnética  $\chi$  no es constante. De aquí que el análisis del comportamiento ferromagnético se hace por medio de la relación entre la magnetización y la temperatura y/o entre la magnetización y el campo aplicado.

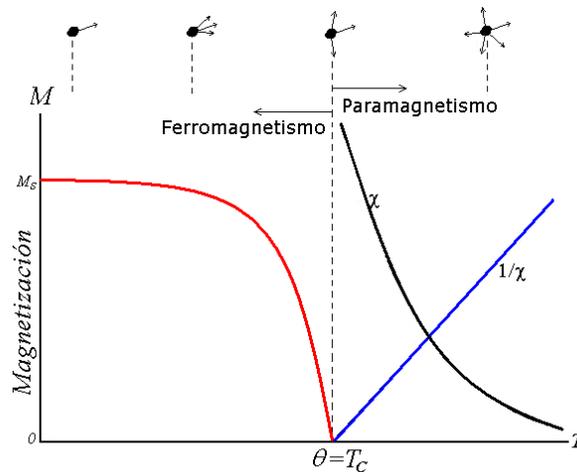


Figura A.3. Curvas de magnetización, susceptibilidad e inverso de la susceptibilidad en función de la temperatura para un material ferromagnético. En la parte superior se observa el proceso de magnetización por la orientación de los momentos magnéticos de los dominios.

Un material ferromagnético está dividido en pequeñas regiones, cada una con un momento magnético espontáneo, denominadas *dominios magnéticos*, y la frontera entre los dominios es conocida como *pared de dominio*, Figura A.4. (i). Pero el material como un todo no presenta magnetización, ya que los dominios están orientados aleatoriamente. Por lo tanto el proceso de magnetización consiste en convertir un sistema de múltiples dominios en un mono-dominio orientado en la dirección del campo magnético aplicado. Figura A.4. (iv).

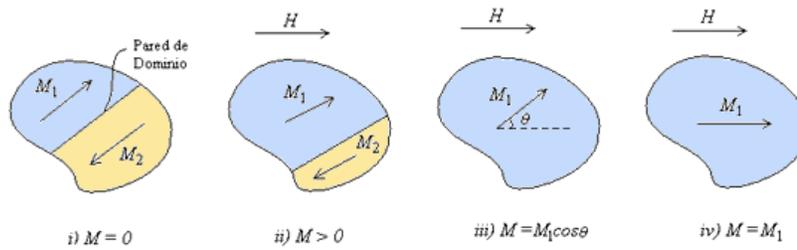


Figura A.4. Proceso de magnetización de una porción de cristal con dos dominios magnéticos.

#### A.4. MATERIALES ANTIFERROMAGNÉTICOS

En la presencia de campo magnético, los momentos magnéticos de los átomos en algunos materiales se alinean en direcciones opuestas, de ahí que no presenten un momento magnético neto.

Los materiales antiferromagnéticos tienen susceptibilidades pequeñas y positivas para todas las temperaturas. A alta temperatura estos materiales se comportan como materiales paramagnéticos pero estudios demostraron que por debajo de cierta temperatura la estructura magnética cambia. Cuando disminuye la temperatura, Figura A.5, la  $\chi$  aumenta hasta llegar a un máximo a la temperatura crítica  $T_N$  llamada temperatura de Néel.

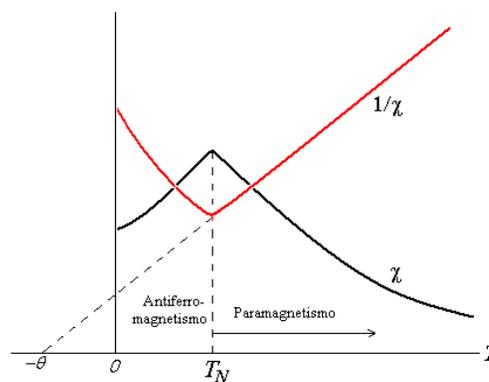


Figura A.5. Variación de la susceptibilidad y el inverso de la susceptibilidad en función de la temperatura para materiales antiferromagnéticos.

Por debajo de la  $T_N$ , la tendencia de los momentos magnéticos de alinearse antiparalelamente es lo suficiente fuerte que actúa incluso en la ausencia de campo aplicado, porque el efecto de desorden debido a la energía térmica  $kT$  es bajo.

### A.5. MATERIALES FERRIMAGNÉTICOS

A temperaturas mayores a  $T_C$  los momentos magnéticos de los materiales ferrimagnéticos están orientados al azar, pero por debajo de  $T_C$  los momentos se arreglan antiparalelos.

A diferencia de los antiferromagnéticos los momentos no son iguales y aparece una magnetización neta. Además, para los ferrimagnéticos hay otras configuraciones de espín como la helicoidal, de *spines* cantedos, espiral y tipo-sombrilla.

La magnetización macroscópica es similar a la de los ferromagnetos, pero los materiales ferromagnéticos generalmente son metales mientras que los materiales ferrimagnéticos son no-metales, Figura A.7.

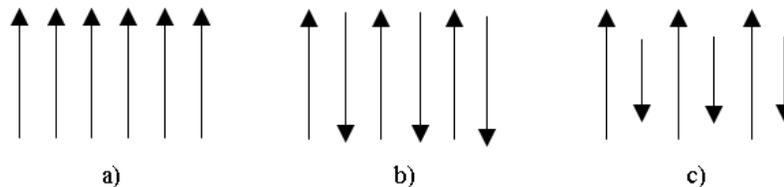


Figura A.7. Alineamiento de momentos magnéticos de diferentes tipos de magnetismo:  
(a) ferromagnetismo, (b) antiferromagnetismo y (c) ferrimagnetismo.

Otra diferencia importante con los ferromagnéticos es que para la mayoría de ferrimagnéticos la relación entre la susceptibilidad y la temperatura no obedece a la ley de Curie-Weiss en un gran rango de temperaturas por encima de  $T_C$ , Figura A.8. Únicamente para  $T > 2T_C$  la dependencia de  $\chi^{-1}$  se aproxima a la linealidad.

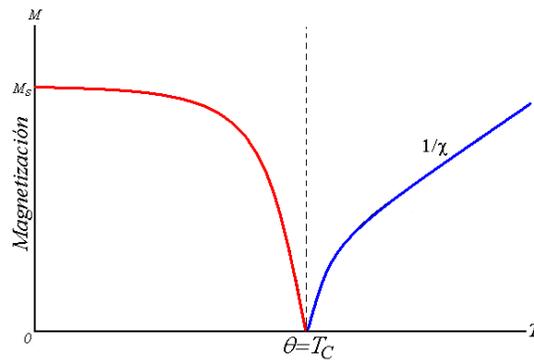


Figura A.8. Curvas de magnetización e inverso de la susceptibilidad en función de la temperatura para un material ferrimagnético.

#### A.6. VIDRIOS DE ESPÍN

En este tipo de materiales se encuentra que algunos pares de espines van a reducir su energía si se alinean paralelamente, mientras que otros lo van a hacer cuando sus posiciones sean antiparalelas. Dado que cada espín interactúa con muchos otros espines, algunos de "sus compañeros" le pueden "pedir" que se alineen en una dirección y otros en otra. Una consecuencia será que no todos los espines se puedan poner de acuerdo y que a temperaturas bajas no habrá una, sino muchas configuraciones diferentes que correspondan a estados de energía mínima. Para cada una de estas configuraciones se tiene que no todos los pares de espines contribuyen a reducir la energía libre; entonces se dice que los pares que no contribuyen se encuentran frustrados. Por consiguiente toda configuración de mínima energía contendrá muchos pares frustrados, diferentes en cada caso, ya que no será posible hacer que todos ellos contribuyan simultáneamente a reducir la energía del sistema.

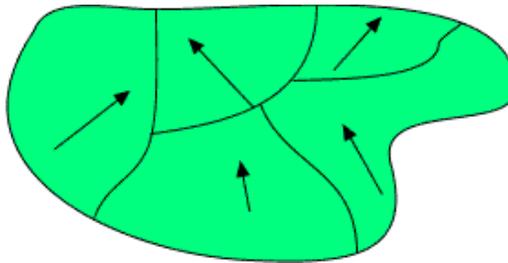


Figura A.9. Vidrios de espín. Los espines apuntan en direcciones aparentemente al azar, pero fijas al paso del tiempo

### A.7. MATERIALES SUPERCONDUCTORES

La resistividad es una propiedad intrínseca de un conductor metálico cuyo valor en ohmios por metro ( $\Omega \cdot m$ ), disminuye gradualmente a medida que se disminuye la temperatura del mismo, pero sin nunca anularse. En los materiales superconductores, en cambio, la resistividad desciende bruscamente a valores muy cercanos a cero e incluso a anularse, al enfriar el material por debajo de cierta temperatura crítica  $T_c$  y se conoce como estado de superconductividad. Este fenómeno fue descubierto en 1911 por el físico holandés Heike Kamerlingh Onnes. Una representación de los dos fenómenos (conductor - superconductor) se ilustra en la figura A.10, en donde están las curvas de la dependencia de la Resistividad vs. Temperatura de dos superconductores (superconductor convencional y superconductor de alta temperatura) y un conductor normal, como el cobre. En estos materiales superconductores, para lograr que la resistividad pueda llegar a anularse se deben cumplir ciertas condiciones, tales como: hacer circular una corriente continua o alterna pero de baja amplitud a través de ellos. A corrientes alternas, en general, la resistividad alcanza un valor mínimo distinto de cero.

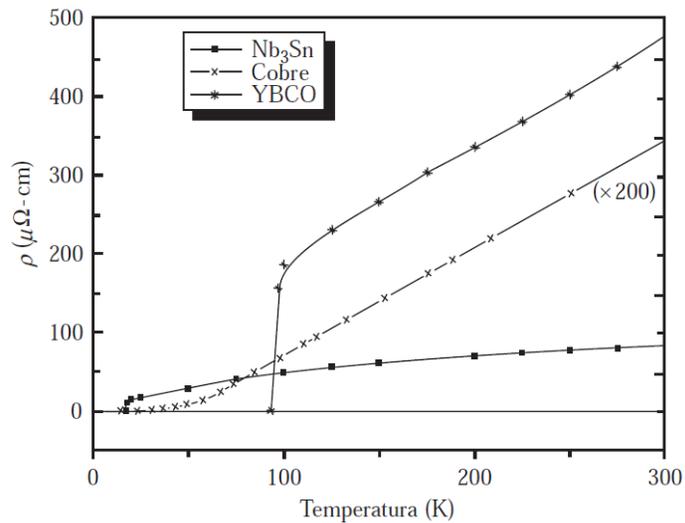


Figura A.10. Dependencia de la resistividad respecto a la temperatura de un metal normal (Cu), un superconductor convencional (Nb<sub>3</sub>Sn), y un superconductor de alta-temperatura (YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7</sub>). [Nota: La resistividad del cobre Cu se multiplica por 200 para tener buena visibilidad.]

Otra de las cualidades de los materiales superconductores es que pueden perder sus propiedades superconductoras aún cuando se encuentran por debajo de su temperatura crítica, p. ej., aplicar un campo magnético externo suficientemente intenso, o haciendo circular una cantidad excesiva de corriente. Por esta razón existe lo que se llama el diagrama de fase en función del campo aplicado. Básicamente, el mismo permite identificar las regiones de campo magnético aplicado y temperatura en las cuales el material se comporta como superconductor o se encuentra en su estado normal.

➤ **Otras características de la superconductividad**

En 1933, los alemanes Karl W. Meissner y R. Ochsenfeld llevaron a cabo experimentos que mostraron que los superconductores son diamagnetos perfectos (en cierto rango de campo magnético aplicado). Es decir que ante un campo magnético externo aplicado se inducen corrientes superficiales de manera que se elimina el campo neto en su interior. Esto es conocido como efecto Meissner y se ilustra en la figura A.11.

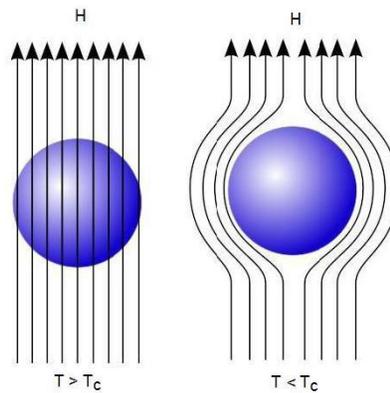


Figura A.11. Transición al estado Meissner. El campo magnético externo es apantallado por debajo de la temperatura crítica  $T_c$ .

A lo largo de las investigaciones acerca de la superconductividad, se desarrollaron algunos modelos para interpretar el comportamiento de estos materiales. Uno de los más grandes avances vino dado en 1957, año en que Bardeen, Cooper y Schrieffer desarrollaron una teoría microscópica, la cual explica el comportamiento del estado superconductor para los metales superconductores convencionales. Esta teoría se conoce como BCS y en pocas palabras dice que las supercorrientes en un superconductor se deben a electrones que viajan apareados, conocidos como pares de Cooper. En esta particular interacción, se produce una fuerte atracción entre cargas de igual signo pero que depende fuertemente de la temperatura, y por arriba de cierto valor de temperatura las fluctuaciones térmicas destruyen los pares de Cooper. En el estado superconductor el material tiene resistencia cero pues los electrones apareados no interactúan con átomos ni impurezas de la red cristalina, por lo que no se verifica un "scattering" de los pares del mismo modo en que se produce en un conductor convencional.

Los superconductores se pueden clasificar en dos categorías. Por un lado, se encuentran los superconductores de Tipo I, que no permiten que penetre el campo magnético externo, lo cual conlleva un esfuerzo energético alto e implica una ruptura brusca del estado superconductor si se supera  $T_c$ . Su diagrama de fases se presenta en la figura A.12 (a).

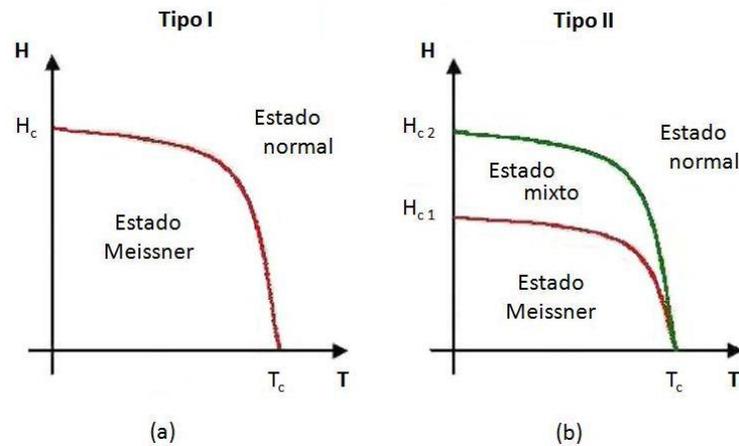


Figura A.12. (a). Diagrama de fases de los superconductores Tipo I. En el estado Meissner el material apantalla completamente el campo magnético externo. (b) Tipo II. Hay un estado mixto en que el campo externo penetra dando lugar a la formación de vórtices.

Por otro lado, están los de Tipo II, que son conocidos como superconductores imperfectos ya que en cierto rango de campos magnéticos de baja intensidad permanecen en el estado Meissner. Si se aumenta la temperatura o el campo magnético aplicado, el material entra en una fase mixta entre superconductor y normal ya que el campo aplicado va penetrando a través de pequeñas canalizaciones denominadas vórtices de Abrikósov. Aumentando la temperatura, éstos aumentan en número formando una red de vórtices, de forma que minimiza su energía. Más aún, por encima de cierto campo aplicado, el material ya no entra en el estado Meissner, y sólo se da la transición entre la fase mixta y la normal. Esto define dos campos críticos (dependientes de la temperatura) según se muestra en el diagrama de fases del Tipo II en la figura A.12 (b): por debajo de  $H_{c1}$ , el efecto Meissner es completo; por encima de  $H_{c2}$  se encuentra en estado normal, y entre  $H_{c1}$  y  $H_{c2}$  coexisten ambas fases. La aparición de vórtices en este tipo de superconductores provoca que se detecte disipación de energía debida al movimiento de los mismos. Una figura ilustrativa de los vórtices en un superconductor se muestra en la figura A.13.

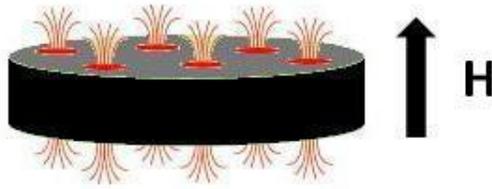


Figura A.13. Vórtices formados a partir de la penetración de las líneas de campo magnético en un material superconductor en estado mixto.

## ANEXO B. DESCRIPCIÓN DE GPIB.

GPIB es un estándar de conexión que permite la comunicación de un ordenador con instrumentos electrónicos de medida, como generadores de funciones, osciloscopios, etc. Las siglas corresponden a *General Purpose Interface Bus*, pero a pesar de este nombre, fue diseñado específicamente para la conexión de instrumentos de medida.

### B.1. HISTORIA

Fue creado en 1965 por la compañía Hewlett-Packard, que lo denominó originalmente HP-IB y se popularizó con rapidez, debido a sus altas tasas de transferencia de datos (8 Mbytes/s).

En 1975, para evitar la dispersión de características, los principales fabricantes acordaron su estandarización (IEEE 488.1), centrándose en las características eléctricas y mecánicas del bus. En Europa se acoge con la norma IEC-625.1, que modifica el conector.

En 1978 se revisó el documento y terminó siendo adoptado ampliamente en la industria bajo las siguientes denominaciones.

- GPIB (General Purpose Interface Bus)
- HP-IB (Hewlett-Packard Interface Bus)
- IEEE 488 Bus
- IEEE 488.1 (denominación posterior, al definir el IEEE 488.2).

En 1987 tuvo lugar una segunda estandarización (IEEE 488.2) que delimitó de forma más concreta la programación del GPIB, definiendo comandos de dispositivo, formato de mensajes y estado de los instrumentos. Se pretendía aumentar la compatibilidad entre sistemas. Sin embargo este protocolo no llegó a reemplazar al original. De hecho hoy en día sigue habiendo dispositivos que responden únicamente al IEEE 488.1.

En 1990 se adoptó el formato de comandos SCPI, incluido en el estándar IEEE 488.2, que estructura las órdenes a los aparatos de forma coherente, permitiendo una compatibilidad más extensa.

## B.2. CARACTERÍSTICAS FÍSICAS

El bus de transmisión de datos de GPIB es de 8 bits en paralelo, y lógica negativa con niveles TTL estándar (verdadero si el voltaje es  $\leq 0.8$  V y falso si el voltaje es  $\geq 2.0$  V). Los cables y conectores tienen el aspecto típico mostrado en la figura B.1. Están apantallados y permiten velocidades de transferencia de 1 MB/s, aunque existen versiones que llegan hasta los 8 MB/s.



Figura B.1. Cable de conexión GPIB

Los conectores tienen dos lados de conexión (macho y hembra) permitiendo diversas estructuras topológicas (bus, estrella y combinaciones), tal como se muestra en la figura B.2. Los hay de dos tipos: americano (24 pines) y europeo (IEC-625.1, 25 pines).

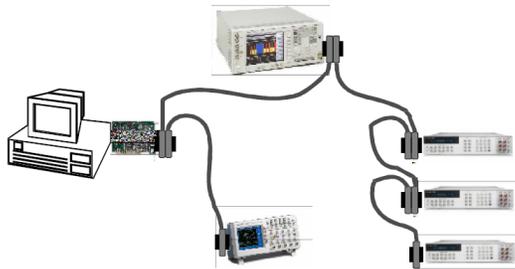


Figura B.2. Ejemplo de configuración de un sistema GPIB.

En la figura B.3, se muestra como están repartidos los 24 pines del bus.

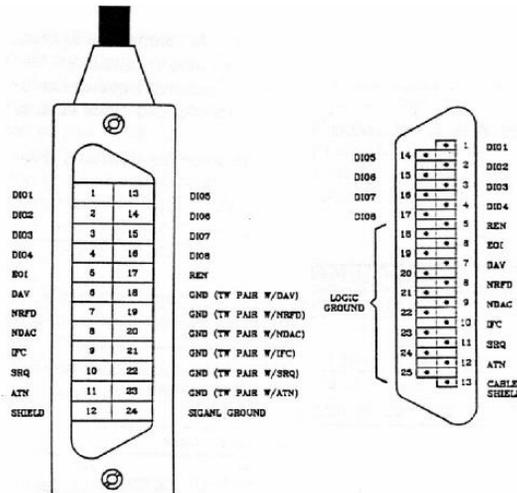


Figura B.3. Distribución de señales (americano).

- 8 líneas de transmisión de datos (DIO1-DIO8).
- 3 líneas para el control asíncrono de la comunicación (NRFD, NDAC y NRDAV). Mediante estas líneas se verifica la correcta transmisión de los datos, que es una de las fortalezas del GPIB.
- 5 líneas que gestionan la transmisión de comandos (ATN, IFC, REN, SRQ y EOI).
- El resto componen las tierras de las diferentes líneas.

Para que el bus GPIB alcance la velocidad de transmisión para la que fue diseñado (hasta 8 Mbytes/s), deben cumplirse los siguientes requisitos

- Puede haber un máximo de 15 dispositivos conectados al bus, y al menos dos tercios de ellos deben estar encendidos.

- La separación máxima entre dos dispositivos es 4 m, y la separación promedio en toda la red debe ser menor de 2 m (*National Instruments* comercializa un extensor de fibra óptica (GPIB 140 y 140/2) que permite alcanzar una longitud de hasta 2 km).
- La longitud total de la red no debe exceder los 20 m.

Un sistema típico constará de un ordenador con una tarjeta controladora GPIB, más los instrumentos (compatibles con IEEE 488). Existen tarjetas GPIB para prácticamente todos los ordenadores presentes en el mercado (PC, Macintosh, estaciones Sun, Silicon Graphics, DEC Alpha, HP RS/6000, etc.). En el caso concreto del PC, las controladoras GPIB pueden conectarse al bus ISA, PCI, PCMCIA (portátiles), USB, Ethernet, firewire, y los puertos serie y paralelo. Existen así mismo adaptadores para los estándares de comunicación RS-232 y RS-485. En la figura B.4 se muestra una tarjeta GPIB.



Figura B.4. Tarjeta GPIB-PCI para PC.