



INFORME TÉCNICO SOBRE CALIBRACIÓN DE LOS EQUIPOS MPMS-5S Y MPMS-XL (SQUID'S)

INFORME DIRIGIDO A LOS USUARIOS DE LOS
MAGNETÓMETROS SQUID

Contenido:

- 1. Variaciones con la LONGITUD de la muestra**
 - 2. Calibracion MPMs-5s**
-

SIC-MF-2005.01.21-I01

A. Arauzo⁽¹⁾, E. Guerrero⁽¹⁾, C. Rillo^(1,2)

1. Servicio de Instrumentación Científica – Área de Medidas Físicas. Universidad de Zaragoza, Pedro Cerbuna 12, 50009 Zaragoza.
2. ICMA, CSIC-UZ. Pedro Cerbuna 12, 50009 Zaragoza.

1. Variación de la señal con la longitud de la muestra

Un factor que influye en el resultado de una medida de susceptibilidad o de imanación en un sistema inductivo de caracterización magnética es la longitud de la muestra. La influencia va a depender en gran parte del diseño del bobinado secundario.

En este informe se presentan los resultados experimentales y el análisis teórico, del efecto de la longitud de la muestra en la medida de la imanación en un magnetómetro SQUID. Las medidas se han realizado en ambos equipos, MPMS-5S y MPMS-XL. El análisis teórico va a permitir una comprobación de los resultados experimentales así como una estimación de la posible desviación del valor para distintas muestras en una medida real .

Resultados experimentales

Experimentalmente se ha observado que conforme se aumenta la longitud de la muestra, el valor obtenido de la imanación disminuye. Para realizar una estimación de este efecto, en una medida estándar con pajita y cápsula, se han realizado medidas de distintas cantidades de Gd_2O_3 en polvo. Desde la cápsula casi vacía hasta la cápsula llena. Los resultados se muestran en la figura 1.

Las mismas muestras se han medido en ambos equipos y se observa una variación similar. Las diferencias observadas y que se muestran en la figura 1 son únicamente debidas a que, en el momento de realizar este estudio, los dos equipos habían sido calibrados con materiales y procedimientos diferentes (ver sección Calibración MPMS-5S)

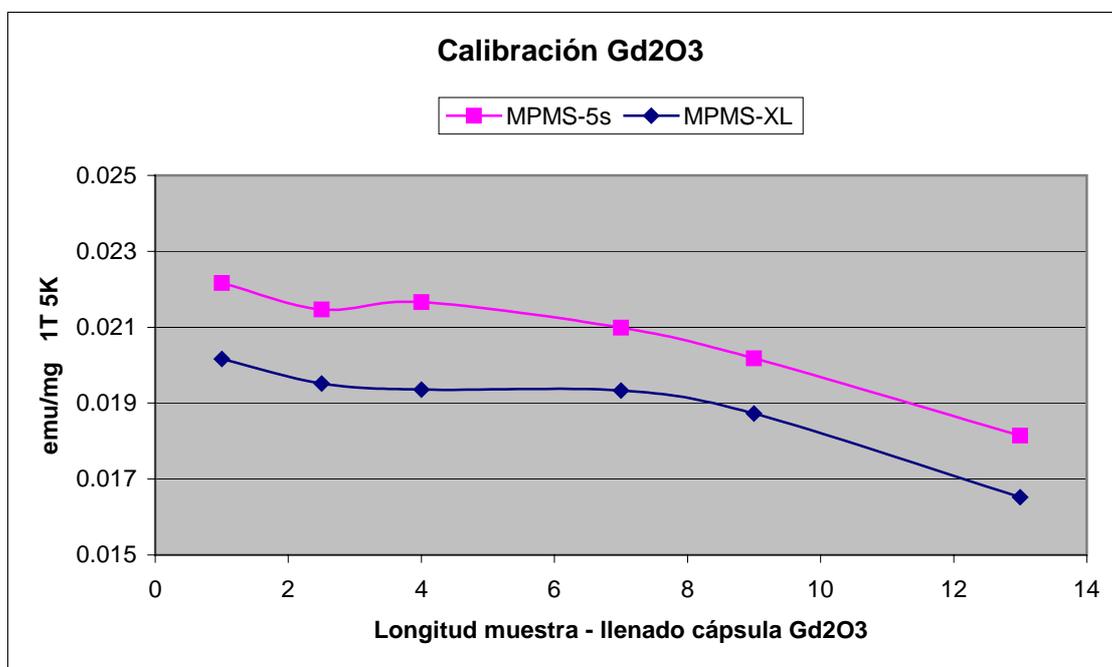


Figura1. Variación de la imanación con la longitud de la muestra para distintos llenados de la cápsula con Gd_2O_3 . Medidas realizadas en ambos equipos, MPMS-5S y MPMS-XL.

Análisis teórico

El sistema de detección del momento magnético de un magnetómetro SQUID está basado en unas bobinas captoras con un mínimo de espiras (-1, +2, -1, en nuestro caso, dónde el signo indica el sentido de bobinado), lo que va a dar lugar a una mayor sensibilidad comparado con otros bobinados, los cuales presentan un número de espiras mucho mayor.

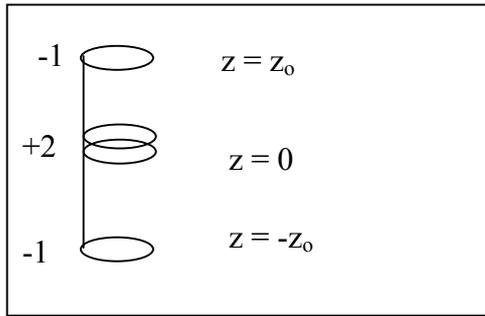
En una primera aproximación, se puede calcular la desviación de la señal observada para una muestra finita de longitud $2L$, mediante el cálculo del promedio de la máxima sensibilidad de la bobina a lo largo de la longitud de la muestra. El valor obtenido se compara con el correspondiente a una muestra puntual ($L = 0$).

En el caso de la bobina del SQUID, el voltaje obtenido en función de z , eje de simetría, está dado por:

$$V(z) = k \left[-\Phi_{dip}(z - z_0) + 2\Phi_{dip}(z) - \Phi_{dip}(z + z_0) \right] \quad (1)$$

dónde Φ_{dip} es el flujo magnético producido por un dipolo m_z a través de una espira de radio a posicionada a lo largo del eje z , centrada en $z = 0$, y con el plano de la espira normal al eje del dipolo :

$$\Phi_{dip}(z) = 2\pi m_z \frac{a^2}{(a^2 + z^2)^{3/2}} \quad (2)$$



$$a \cong 1 \text{ cm}$$

$$z_0 \cong 1.5 \text{ cm}$$

$$\Phi_{dip}(z) = 2\pi m_z \frac{1}{(1 + z^2)^{3/2}} \quad (3)$$

Figura2. Esquema bobina captora SQUID.

La función de voltaje obtenida presenta un máximo y dos mínimos en $z = 0$ y $z = \pm z_0$ respectivamente:

$$V(z = 0) = 1.66 k \quad (4)$$

$$V(z = \pm z_0) = \pm 0.69 k$$

Trabajaremos en unidades de k (factor de conversión del instrumento). Se supone simetría cilíndrica y la muestra en el centro de la espira.

Para una muestra puntual centrada en $z = 0$ la máxima sensibilidad es de 1.66.

Para una muestra de longitud $2L$, centrada en $z = 0$, la máxima sensibilidad está determinada por el promedio:

$$\langle V(z = 0) \rangle (2L) = \frac{1}{2L} \int_{-L}^L V(z) dz = \frac{1}{2L} \left[\frac{4L}{\sqrt{1+L^2}} + \frac{3-2L}{\sqrt{L^2-3L+3.25}} + \frac{-3-2L}{\sqrt{L^2+3L+3.25}} \right] \quad (5)$$

En este análisis por tanto, comparamos el valor máximo de la función $V(z)$, que corresponde para $z = 0$, entre una muestra puntual y una muestra finita de longitud $2L$. El resultado de esta aproximación se ha representado en la figura3 para distintas longitudes de la muestra, tanto la disminución del valor máximo, como la desviación respecto del mismo.

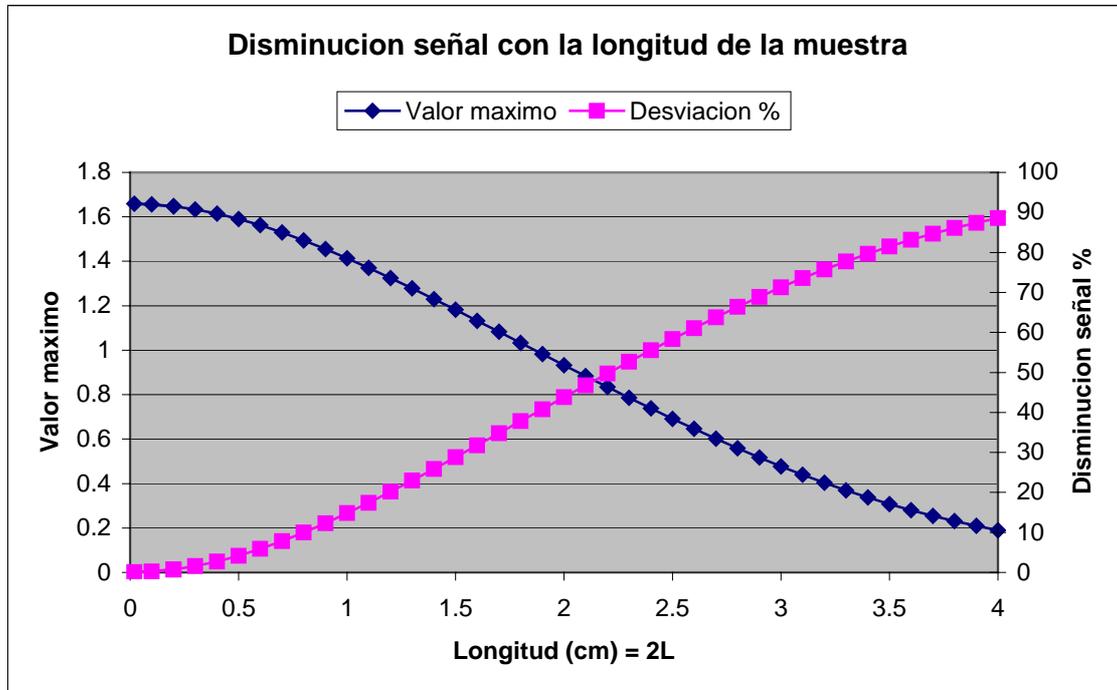


Figura3. Disminución del voltaje máximo con la longitud de la muestra. Escala de la izquierda, valor absoluto en azul, en la escala de la derecha, disminución en % en rosa.

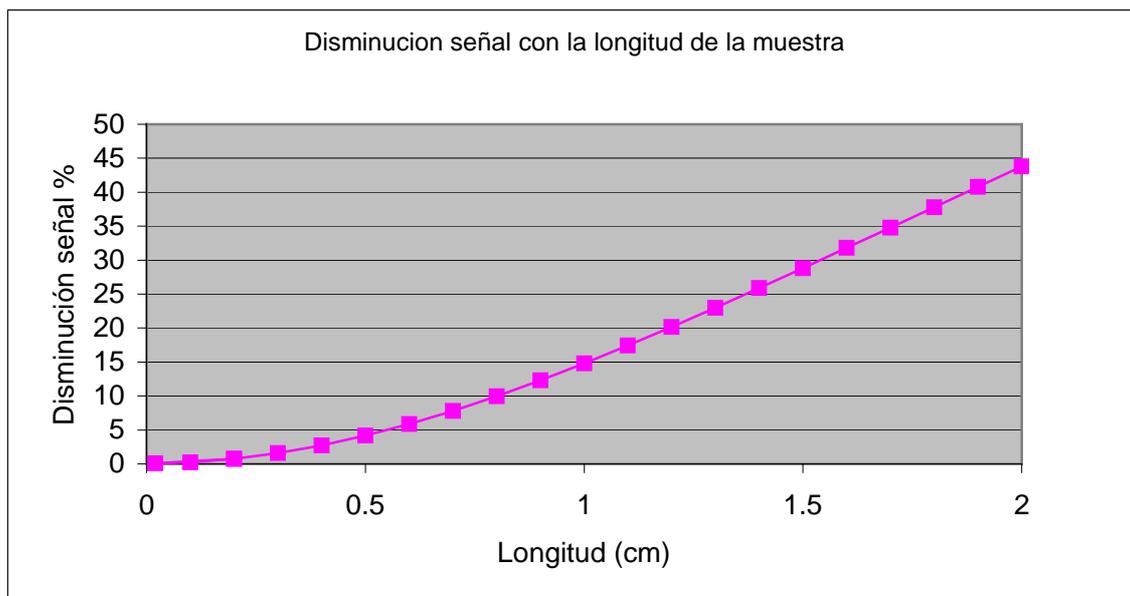


Figura4. Disminución relativa del voltaje máximo en función de la longitud de la muestra. Ampliación que muestra el efecto para muestras de hasta 2 cm.

Comparación con los resultados experimentales

En la figura 5 se muestra la variación de la señal obtenida experimentalmente para las muestras de Gd_2O_3 , comparando el valor con el valor teórico obtenido.

Se observa que hay una coincidencia entre ambos valores dentro del error de medida¹, para longitudes menores a 1 cm. Para las muestras mayores, la disminución observada experimentalmente es ligeramente menor.

Este efecto para muestras grandes se puede explicar debido al ajuste de la función completa $V(z)$ y no solo al máximo de la señal (ver siguiente párrafo).

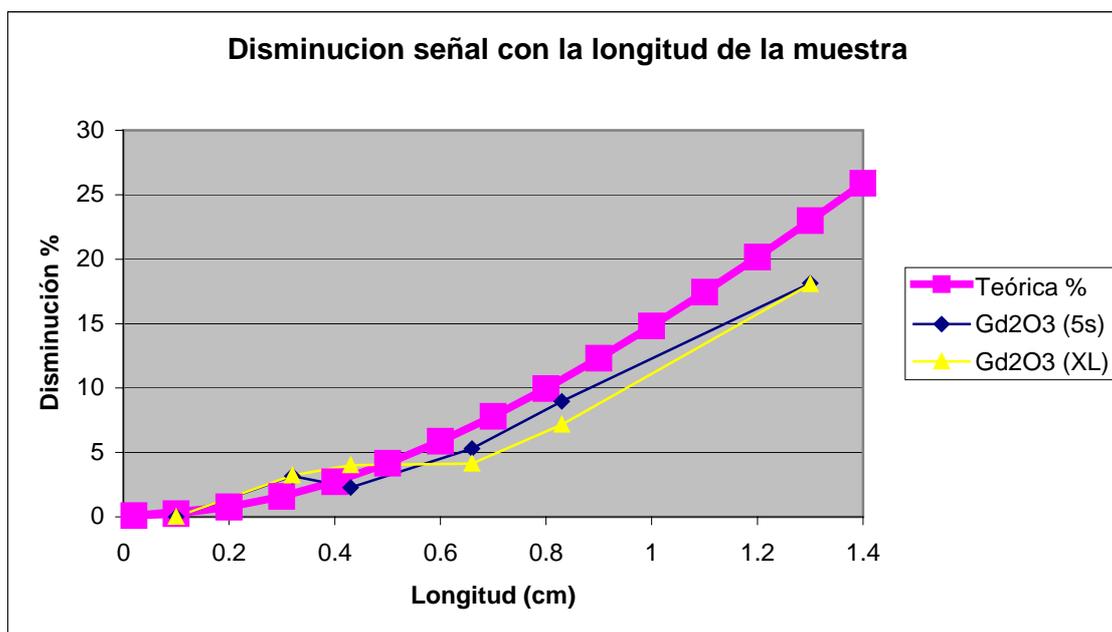


Figura5. Disminución relativa de la imanación con la longitud de la muestra. Comparación entre los resultados experimentales y la desviación teórica.

Efecto del ajuste a un dipolo perfecto

En la técnica de medida del SQUID, la muestra realiza un recorrido a lo largo del secundario, obteniéndose la función $V(z)$ en función de la posición de la muestra. El valor del momento magnético correspondiente a la muestra se calcula mediante un ajuste de los valores obtenidos a una curva teórica correspondiente a un dipolo magnético.

Se ha observado para muestras grandes, que hay una desviación mayor entre los valores experimentales y el ajuste, que para el caso de una muestra pequeña, donde el ajuste a un dipolo se superpone perfectamente a los valores medidos.

Se ha observado que, generalmente, en el caso de una muestra no puntual, el ajuste realizado da lugar a un valor máximo en $z = 0$ mayor al obtenido experimentalmente, lo que equivale a un aumento efectivo del momento magnético así obtenido. El efecto es

¹ Ver Nota al final del informe

prácticamente despreciable para muestras de longitudes menores a 1 cm (ver figuras 6,7 y 8).

El ajuste puede dar lugar a una disminución efectiva menor que la calculada para el caso de muestras de gran tamaño (mayores a 1 cm).

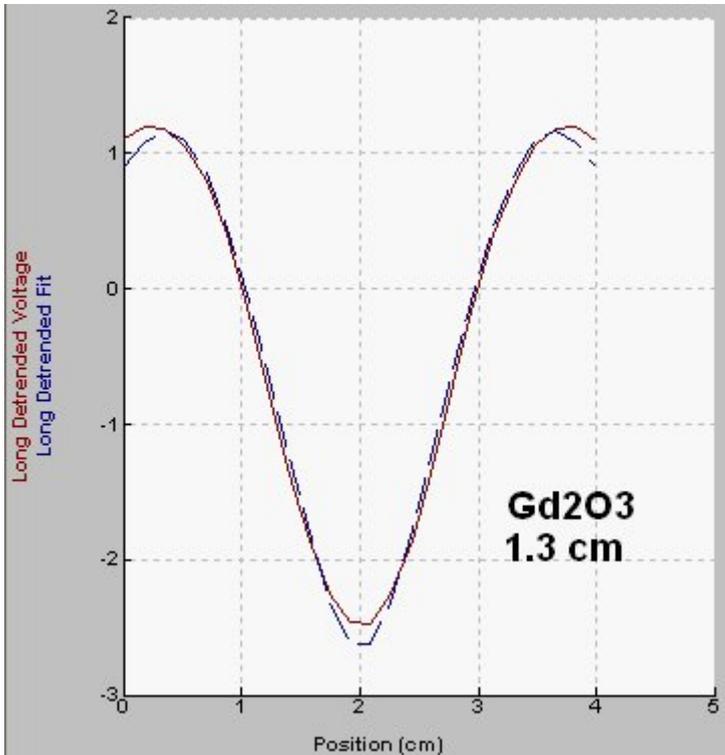


Figura6. Voltaje obtenido $V(z)$ para un recorrido de 4 cm (línea continua en rojo), y ajuste de la función (línea discontinua en azul) para una muestra de 1.3 cm (Gd_2O_3). Se observa una desviación del valor máximo (centrado en 2 cm) y de la anchura del máximo. El ajuste presenta un máximo mayor y más estrecho. Factor de regresión $R = 0.933$

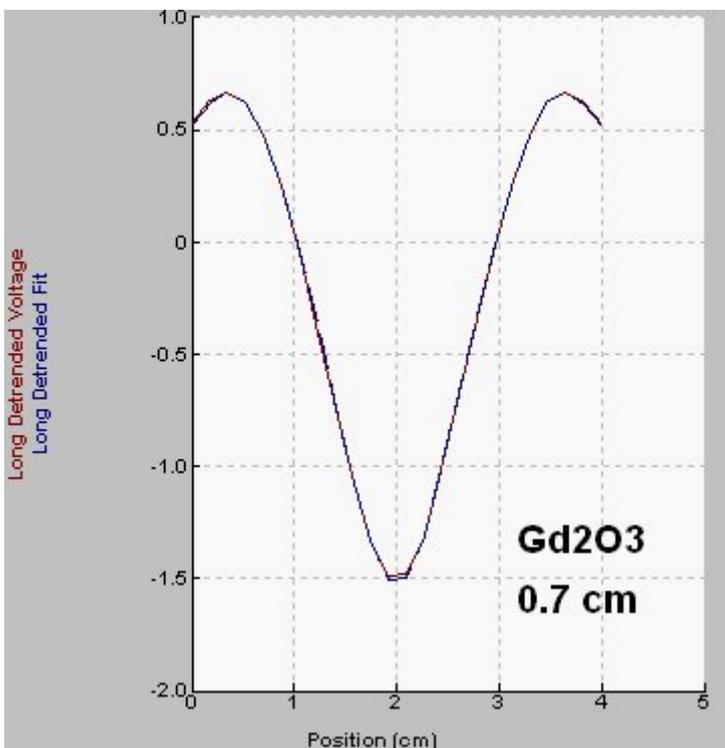
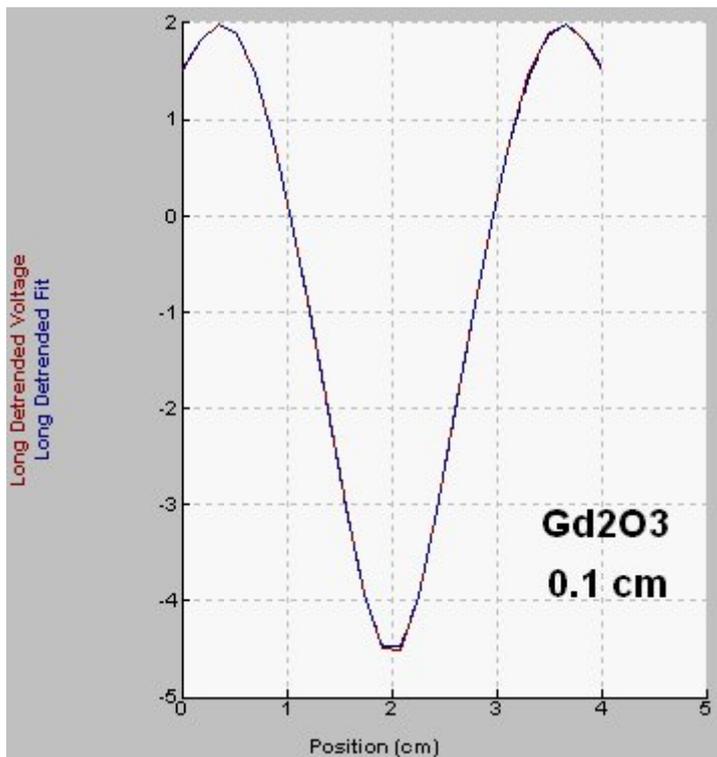


Figura7. Voltaje obtenido $V(z)$ para un recorrido de 4 cm (línea continua en rojo), y ajuste de la función (línea discontinua en azul) para una muestra de 0.7 cm (Gd_2O_3). La desviación en este caso es prácticamente despreciable. Factor de regresión $R = 0.991$



*Figura8. Voltaje obtenido $V(z)$ para un recorrido de 4 cm (línea continua en rojo), y ajuste de la función (línea discontinua en azul) para una muestra de 0.1 cm (Gd_2O_3). El ajuste en este caso es casi perfecto.
Factor de regresión $R = 0.993$*

Solución

Se recomienda a los usuarios que quieran obtener una medida absoluta de la imanación utilizar muestras de una longitud máxima de 0.5 cm.

Caso de que la muestra presente poca señal, se pueden utilizar muestras mayores y utilizar el factor de corrección calculado según la ecuación 5 (Figura 3, 4). También se puede medir una cantidad pequeña en condiciones de máxima sensibilidad del parámetro variable y escalar las medidas de la muestra masiva en todo el rango de medida de dicho parámetro.

2. Calibracion MPMS-5S

El momento magnético obtenido en el SQUID esta normalizado por un factor de calibración que se denomina ‘Longitudinal SQUID factor’, LSF.

$$M_z = \text{Amplitude/LSF}$$

La calibración del aparato se realiza normalmente con una muestra de referencia cuyas propiedades magnéticas se han obtenido en laboratorios de estándares. El fabricante de los magnetómetros de que disponemos, Quantum Design, recomiendan utilizar muestras de Paladio que ellos mismos suministran. Otros posibles calibrantes son cilindros o bolas de níquel y bolas de acero.

Debido al efecto anteriormente explicado, de la longitud de la muestra, distintos calibrantes pueden dar lugar a pequeñas variaciones en la calibración del equipo.

En el MPMS-5S se han realizado distintas calibraciones desde su instalación en el Servicio de Instrumentación Científica. Estas calibraciones han sido realizadas bien con una muestra de referencia de Pd, bien con esferas de acero.

Abajo se detallan las distintas calibraciones e incidencias relacionadas en este equipo:

Registro:

Mayo 1993 Puesta en marcha. Calibración del equipo por el técnico de QD. Aparentemente coincide con el valor de calibración de fábrica (LSF = -8081.24 no se modifica).

Finales 1993 Se observa que la calibración con el Pd no coincide con el valor de calibración de fábrica. El valor de la susceptibilidad obtenido es un 6 % mayor que el esperado.

Enero 1994 Recalibración del equipo con el Pd. Factor LSF = -8634.805.

Julio 2000 Calibracion con las esferas y puesto el factor de calibración de fabrica de nuevo (LSF = -8081.24).

22.11.2004 Calibracion con el Pd (LSF = -8661.55)

Muestras:

La muestra de Pd utilizada es un cilindro de 3 mm de longitud y diámetro. El Pd da a T ambiente una señal paramagnética conocida:

$$T = 298 \text{ K} \quad \chi (\text{cm}^3/\text{g}) = 5.25 \cdot 10^{-6}$$

Las esferas de acero han sido proporcionadas por el NIST. El valor de la imanación obtenido está determinado en este caso por el factor desimanador:

$$\chi (\text{cm}^3) = r^3 \text{ (r es el radio de la esfera)}$$

Se tienen seis bolas de distintos diámetros, desde 1.585 mm hasta 7.932 mm de diámetro. La calibración se hizo con las esferas de tamaño pequeño y medio:

| | |
|--------|--------------|
| Bola 1 | D = 1.585 mm |
| Bola 2 | D = 3.955 mm |
| Bola 3 | D = 4.760 mm |

Se ha comprobado que la calibración realizada con las esferas de acero da lugar a un factor de calibración menor que cuando se realiza la calibración con el Pd. La diferencia observada es de aproximadamente un 7%. Esto da lugar a que **el valor de la imanación obtenido con la calibración de las esferas es un 7% mayor que el obtenido con la calibración del Pd.**

Esta diferencia se explica parcialmente por el efecto de la longitud de la muestra de referencia. Las esferas utilizadas son más pequeñas en longitud que la muestra de Pd. Pero por otra parte el ajuste a un dipolo es perfecto, por geometría, en el caso de la esfera. La diferencia obtenida es por tanto mucho mayor de la esperada por efectos puramente de tamaño (figuras 3 y 4).

Por tanto se ha realizado la calibración con el Pd, ya que es la recomendación de Quantum Design, además de ser la muestra de referencia que proporcionan con todos sus equipos.

Solución

Caso de que algún usuario quiera corregir medidas antiguas, o comparar medidas realizadas en distintos periodos de tiempo de acuerdo con el registro arriba indicado deberá hacer la siguiente corrección:

| | |
|------------------------------------|---------------------------|
| Enero 1994 a Julio 2000 | No modificación |
| Julio 2000 a Noviembre 2004 | Multiplicar x 0.93 |

Nota

Error de Medida

Mediante repetidas medidas de una muestra de Pd (calibrante), se ha observado unas variaciones en el valor obtenido menores al 0.5 % (desviación típica $\sigma = 0.3$). Estas variaciones son debidas fundamentalmente al cambio de la posición longitudinal de la muestra. Para desviaciones grandes en la posición respecto al centro de la pajita (1-2 cm), se observan variaciones que pueden llegar al 1 % (desviación típica $\sigma = 0.5$).

Se han obtenido mayores desviaciones, de hasta el 2 %, para el caso de la varilla con terminación de cobre (adaptación para portamuestras de rosca).

Para medidas de gran precisión, se recomienda usar la varilla con terminación de kapton.