

Construction and calibration of a susceptometer based on the mutual inductance method

Rodrigo Medina Arocha¹ and Emily Chávez Rivas^{2*}

¹Centro de Física, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, Caracas, Venezuela
Apdo. 21827. E-mail: rmedina@pion.ivic.ve.

²Departamento de Física, Facultad Experimental de Ciencias, Universidad del Zulia
Maracaibo, Venezuela. Apdo. 4011. E-mail: emily@solidos.ciens.luz.ve.

Abstract

The following article presents a Susceptometer based on a mutual inductance bridge with significant different from that initially proposed by Hartshorn and it has a sensibility of the order of 10^{-9} emu. The Susceptometer response is lineal in the temperature range 2-300K and has been calibrated using a paramagnetic salt (pentahydrated copper sulphate) and superconducting lead, obtaining the parameters which are converted to a nanovolt output which is detected by a Lock In Amplifier in emu units.

Key words: Inductance, magnetic susceptibility, inductance bridge.

Construcción y calibración de un susceptómetro basado en el método de inductancias mutuas

Resumen

En este trabajo se presenta un Susceptómetro basado en un puente de inductancias mutuas que muestra notables modificaciones al propuesto inicialmente por Hartshorn y que permiten obtener una sensibilidad del orden de 10^{-9} emu. La respuesta del Susceptómetro es lineal en el rango de temperatura de 2 a 300 K y ha sido calibrado usando una sal paramagnética (sulfato de cobre pentahidratado) y plomo en su estado superconductor, obteniendo los parámetros que convierten la salida de hasta nanovoltios detectada por un Lock In Amplifier a unidades emu.

Palabras clave: Inductancia, susceptibilidad magnética, puente de inductancia

Introducción

Uno de los métodos más convenientes y fáciles de instalar para medir susceptibilidad magnética es un puente de inductancias mutuas ac [1]. Tales puentes pueden detectar cambios de susceptibilidad del orden de 10^{-9} emu con campos aplicados de sólo 2-20 G en la bobina de la muestra, en contraste con otras técnicas como la de Faraday, Gouy y Lewis que requieren campos del orden de 10^3 G y necesitan microbalanzas de

alta precisión, que los hace considerablemente más costosos.

La forma básica de un puente de inductancias mutuas ac fue introducida por Hartshorn [2] (Figura 1), el cual funciona básicamente de la siguiente manera: la muestra se coloca en el interior del secundario de un inductor que está formado por una bobina enrollada coaxialmente sobre una bobina secundaria. La bobina secundaria está usualmente dividida en dos secciones solenoidales idénticas enrolladas en oposición y co-

nectadas en serie. Si no hay ninguna muestra en la bobina secundaria, ya que la inductancia de las bobinas es idealmente nula, el puente está completamente compensado. Cuando se introduce la muestra en uno de los secundarios, se induce una fuerza electromotriz que depende de la magnetización de la muestra y de ahí, de la susceptibilidad. Para balancear el puente en un rango de susceptibilidades se añade un inductor variable en serie con la bobina de la muestra.

La susceptibilidad de una muestra es en términos generales variable con la temperatura, lo que permite obtener información sobre los diversos procesos que ocurren en la materia, por ejemplo, transiciones de fase. Por lo tanto es conveniente implementar un sistema de enfriamiento anexo al susceptómetro descrito anteriormente.

Parte Experimental

Se especificarán en esta sección tanto las modificaciones que se han hecho al sistema electrónico convencional de Harshorn [2] como el sistema de enfriamiento que se anexó al susceptómetro para los barridos en temperatura.

Circuito electrónico

Se ha construido un susceptómetro basado esencialmente en el puente de inductancias propuesto por Hartshorn [2] al cual se le han incorporado importantes modificaciones y cuyo esquema se muestra en la Figura 2. El circuito en general tiene las siguientes características:

a) El centro de los secundarios en oposición de la bobina B_1 , que tiene las características especificadas en la introducción, está conectado a tierra lo que reduce el ruido, ya que deja de ser un punto flotante.

b) El inductor M de la Figura 1 se ha sustituido por una serie de bobinas B_2 , B_3 y B_4 que sumadas y/o restadas a la bobina de medición B_1 logran compensar el circuito, B_2 y B_4 son bobinas de inductancias fijas mientras que B_3 es una bobina de inductancia variable.

c) La resistencia R se ha sustituido por un sistema de reostatos; éste consiste de seis resistencias de 100Ω colocadas en serie conectadas en paralelo a un potenciómetro de 240Ω , pero con la característica que el potenciómetro está

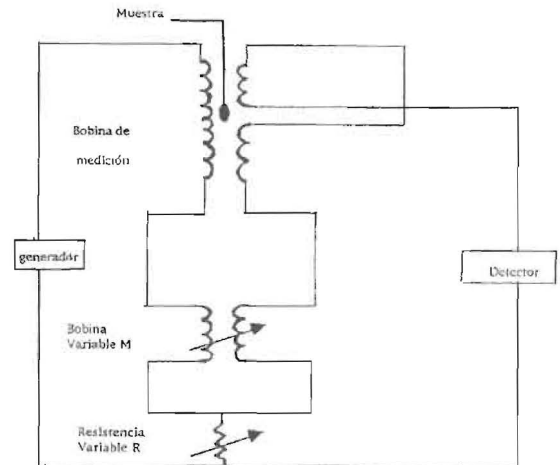


Figura 1. Circuito electrónico del Puente de Hartshorn básico.

conectado cada dos pasos del sistema de resistencias, garantizando así un solapamiento adecuado.

En este punto es importante hacer notar que a diferencia de otros autores [3,4,5] nuestro sistema presentó una estimable disipación, la cual se atribuyó a corrientes de Foucault, que obligó a introducir un amplificador para esta señal (A_3) constituido por un circuito integrado 741, que a pesar de no ser un circuito de precisión produjo buenos resultados. La retroalimentación del amplificador A_3 se realiza mediante la resistencia de $10 \text{ k}\Omega$, la alimentación se hace con una fuente de voltaje dc de $\pm 12 \text{ V}$, al igual que para los demás amplificadores del equipo. La salida de este amplificador va conectada a una capacitancia de $0.47 \mu\text{F}$, luego a una resistencia de $1 \text{ k}\Omega$ y finalmente al primario de una bobina (B_6), conectado a tierra. Este inductor tiene la función de acoplar esta parte del circuito al circuito del primario. La polaridad de este inductor puede cambiarse con el switch S_6 .

d) La sensibilidad del aparato está determinada por un banco de resistencias de precisión de 50Ω , 100Ω , 200Ω , 500Ω , $1 \text{ k}\Omega$, $2 \text{ k}\Omega$, $5 \text{ k}\Omega$, $10 \text{ k}\Omega$, $20 \text{ k}\Omega$, $50 \text{ k}\Omega$ que permiten la retroalimentación del amplificador A_2 . Esto permite ganancias de 0.005 , 0.01 , 0.02 , 0.05 , 0.1 , 0.2 , 0.5 , 1 , 2 , 5 y 10 . El circuito integrado de este amplificador es un 13741.

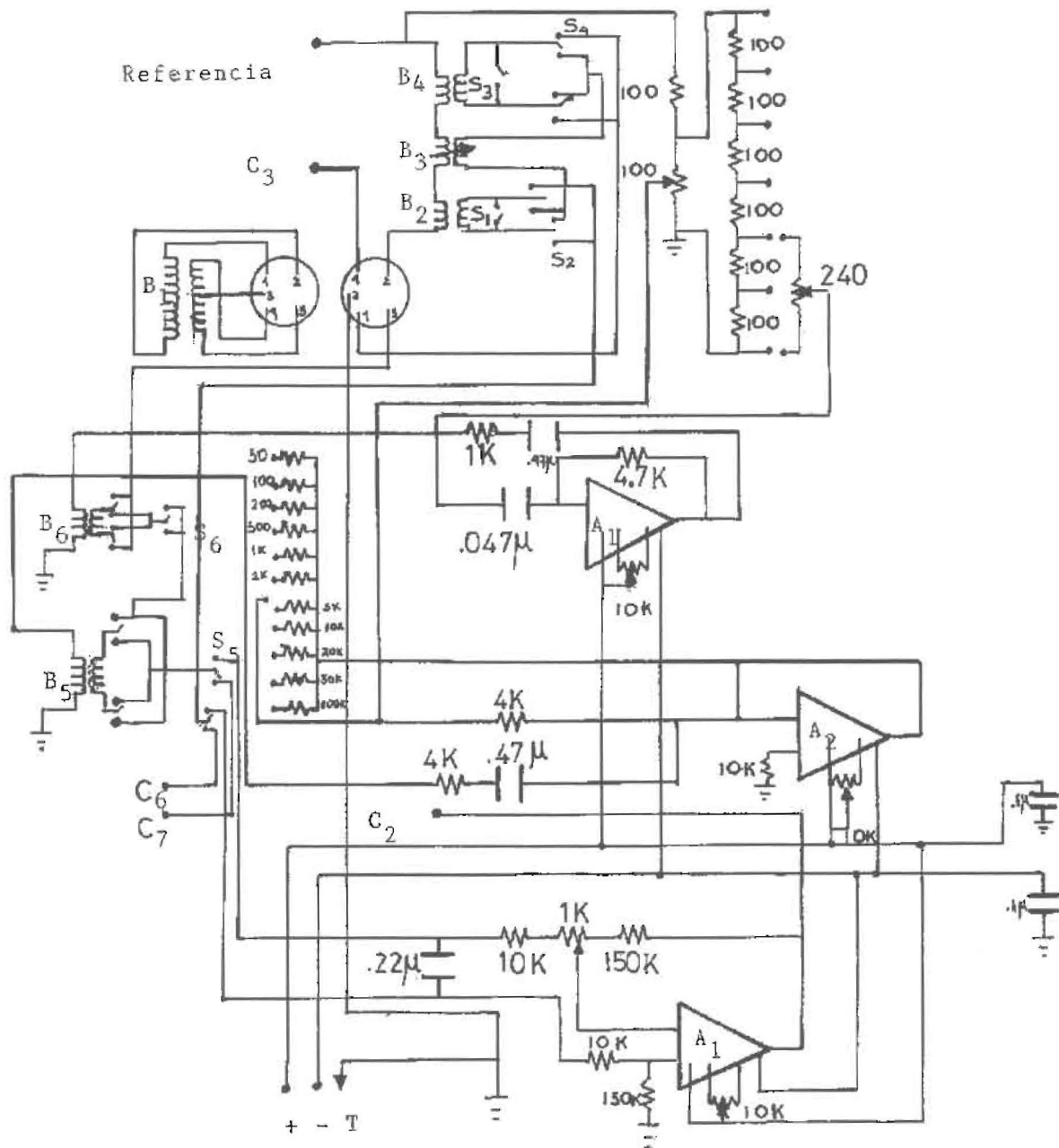


Figura 2. Diseño del circuito del Puente de Inductancias Mutuas.

La salida de este amplificador está conectada a una capacitancia de $47 \mu\text{F}$, a una resistencia de $1\text{K}\Omega$ y al primario de otro inductor B_5 que también tiene la función de mantener esta parte del circuito acoplado al circuito del primario. La po-

laridad de este inductor puede cambiarse con el switch S_5 .

e) El amplificador A_1 sustrae la señal que se genera al introducir la muestra en el secundario, de la señal total. El balance del puente se realiza

por medio de las resistencias que permiten la retroalimentación de A_1 , estas son dos resistencias de $10\text{ K}\Omega$ y $150\text{ K}\Omega$ conectadas en serie con un potenciómetro de $1\text{ K}\Omega$. El circuito integrado de este amplificador es un 13741.

f) Se tienen dos salidas, una amplificada que viene de A_1 , la cual es observable mediante un osciloscopio y una salida directa, que viene directamente de las bobinas. Esta última fue conectada a un Lock In Amplifier 124A que permite, por una parte, medir hasta nanovoltios y por otra, separar la parte real (la que interesa) de la imaginaria (disipación por corrientes de Foucault), ya que este aparato permite medir a diferentes fases.

g) A diferencia de otros autores [5], la presencia de una componente imaginaria en la señal de salida, obligó a compensar el puente en una fase 0 grados (parte real) y en una fase de 90 grados (parte imaginaria).

Sistema de variación de temperatura

Para variar la temperatura se utilizó el conocido método de contacto por gases licuados y mantenida por dos termos de paredes evacuadas [6]. El termo externo se utiliza para enfriamiento previo, se llena generalmente de nitrógeno líquido y se encuentra a presión atmosférica. El termo interno que puede llenarse de helio líquido y que se encuentra conectado a un sistema de vacío, esto permite variar la temperatura cambiando las presiones o alterar la razón de enfriamiento cambiando la cantidad de gas de intercambio. Dentro de este termo interno se colocó una caja que contiene la bobina B_1 . Esta caja permite aislar a la bobina B_1 y a la muestra de las turbulencias producidas por el helio líquido, además se le conectó un sistema de vacío independiente para variar la razón de enfriamiento cambiando la cantidad de gas de intercambio. Un esquema de este sistema se muestra en la Figura 3.

También se encuentran dentro de esa caja un calentador, un termistor que permitió medir temperaturas en el rango de 74 a 300 K y una resistencia de carbón para medir temperaturas por debajo de 74 K , lo cual representa una ventaja sobre el sistema presentado en [5]. Estos componentes se encuentran conectados respectivamente a una fuente Harrison 6202B y un multimedidor digital Keithley 160B.

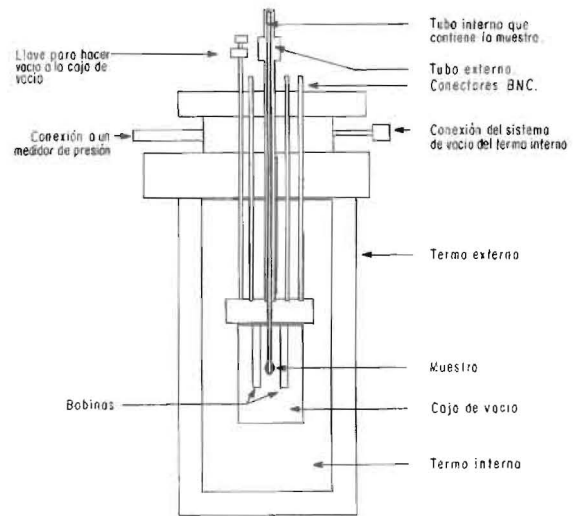


Figura 3. Sistema del susceptómetro.

Resultados y Discusión

Calibración del susceptómetro

Para establecer la relación entre la diferencia de voltaje que se mide con el Lock In Amplifier y las unidades emu correspondientes a la susceptibilidad magnética se hace necesario hacer una calibración usando una sustancia de referencia. Se escogió para ello sulfato de cobre pentahidratado, que es una sal paramagnética que cumple la ley de Curie en el rango de temperaturas en el cual hemos trabajado y que expresa que la susceptibilidad magnética χ es:

$$\chi = C/(T-T_0) \quad (1)$$

donde

$$C = Ng^2\mu^2/3K \quad (2)$$

Al introducir la muestra en el secundario, se produce una variación de voltaje V_s que es proporcional a la susceptibilidad magnética de la muestra, la cual cumple la siguiente ecuación:

$$V_s = AV_e(1 + 4\pi\chi) \quad (3)$$

donde A es una constante proporcional a la razón del número de vueltas del primario y del secundario.

dario, V_e es el voltaje de entrada al secundario y χ es la susceptibilidad magnética por unidad de volumen. Esta ecuación se cumple para una bobina infinita cuyo campo es uniforme y cuando la muestra ocupa todo el volumen. Cuando la muestra no ocupa todo el volumen se introduce un factor de llenado, el cual puede definirse como:

$$f = v / V_{ef} \tag{4}$$

donde v es el volumen que ocupa la muestra y V_{ef} es el volumen efectivo en el interior de la bobina. Para considerar que la bobina no es infinita, se introdujo un factor geométrico α , el cual no es más que el área normalizada de la curva del voltaje medido vs. longitud, este se aproximó a:

$$\alpha = V_m \int_{\frac{L}{2}}^{\frac{L}{2} + \frac{H}{2}} \cos(\pi x / L) dx / HL \tag{5}$$

donde V_m es la amplitud máxima del voltaje medido en el interior del secundario de la bobina B_3 , L es la longitud de la bobina y H es la longitud de la muestra.

Con todas estas consideraciones, la diferencia de voltajes en el secundario con y sin muestra resultó ser:

$$\Delta V_s = 4\pi A V_e \chi_v \alpha / V_{ef} \tag{6}$$

Debido a que no se puede medir directamente el voltaje de entrada al secundario V_e , se introduce el voltaje de referencia, el cual es proporcional al voltaje V_e , así se tiene que:

$$\Delta V_s = 4\pi A B V_{ref} \chi_v \alpha / V_{ef} \tag{7}$$

definiendo β , la constante del aparato, como:

$$\beta = 4\pi A B / V_{ef} \tag{8}$$

y la susceptibilidad efectiva como:

$$\chi' = \chi_v \tag{9}$$

se tiene entonces, que ΔV_a , la razón del voltaje V_s entre el voltaje de referencia es:

$$\Delta V_a = \Delta V_s / V_{ref} = \alpha \beta \chi' \tag{10}$$

En la Figura 4 se muestra el inverso de la diferencia de la razón ΔV_a en función de la temperatura para una muestra de 0.14445 g de sulfato de cobre pentahidratado. Esta se colocó en un tubo de cuarzo standard y la longitud H obtenida fue de 1,7 cm ($\alpha=0.96$).

El comportamiento que se observa es lineal, el cual permite por un programa de ajuste, obtener experimentalmente la pendiente m y el corte con el eje y (b).

Comparando la ecuación 10 con la ecuación 1, se tiene que la pendiente m teóricamente es:

$$m = 1 / (C N_{moles} \alpha \beta) \tag{11}$$

donde N_{moles} es el número de moles.

La constante C se obtiene despejándola de la ecuación (11):

$$C = 1 / (m N_{moles} \alpha \beta) \tag{12}$$

Por lo que se necesita el valor de la constante del aparato β , para ello se utilizó una pequeña esfera de plomo de 0.00626 g.

La esfera de plomo en su estado superconductor tiene un comportamiento diamagnético, por lo que se cumple que los campos magnético e inducido [7] cumplen las siguientes ecuaciones:

$$B = 8\pi M / 3 \tag{13}$$

$$H = -4\pi M / 3 \tag{14}$$

y la susceptibilidad magnética por unidad de volumen es:

$$\chi = -3 / 8\pi \tag{15}$$

Para esta esfera de plomo que tiene un volumen V_{pb} determinado, la susceptibilidad efectiva es

$$\chi' = \chi V_{pb} \tag{16}$$

Comparando la razón adimensional del voltaje V_s entre el voltaje de referencia, ΔV para el plomo (Figura 5) se obtiene el factor β :

$$\beta = \Delta V / \chi V_{pb} \alpha \quad (17)$$

que arrojó un valor de $0.162903 \text{ Gauss}^2/\text{ergio}$.

La temperatura de transición normal-superconductor para el plomo hallada experimentalmente estuvo en el intervalo 7.2 K a 7.8 K, lo que está en buen acuerdo con la bibliografía [8] que reporta una temperatura de 7.2 K.

En la Tabla 1 se comparan los valores teóricos y experimentales para el sulfato de cobre pentahidratado.

Conclusiones

En base a los resultados obtenidos se puede concluir, que el susceptómetro presentado tiene una alta sensibilidad que permite determinar la variación de susceptibilidad magnética en un amplio rango de temperatura, exhibiendo un comportamiento lineal en todo el rango de temperaturas trabajado.

El buen funcionamiento del aparato queda demostrado al obtener las constantes de la ley de Curie para el sulfato de cobre pentahidratado y la temperatura de transición normal superconductor para el plomo en buen acuerdo con los reportados en la bibliografía [8].

Agradecimiento

Los autores quieren agradecer al Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas por donarnos de los elementos necesarios para el desarrollo del presente trabajo.

Nomenclatura

- N: Número de moléculas.
 μ : Magnetón de Bohr.
 g : Factor que indica el número de magnetones de Bohr si no hubieran efectos cuánticos.
 K: Constante de Boltzmann.
 T: Temperatura, K.

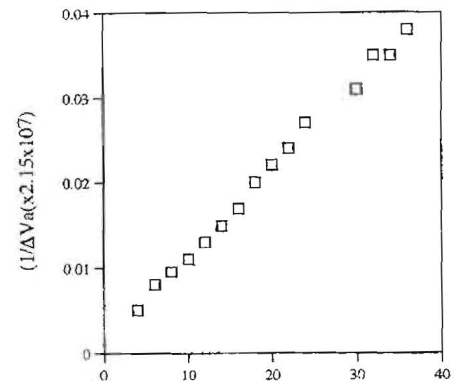


Figura 4. Comportamiento del inverso de la razón adimensional en función de la temperatura en una muestra de sulfato de cobre pentahidratado.

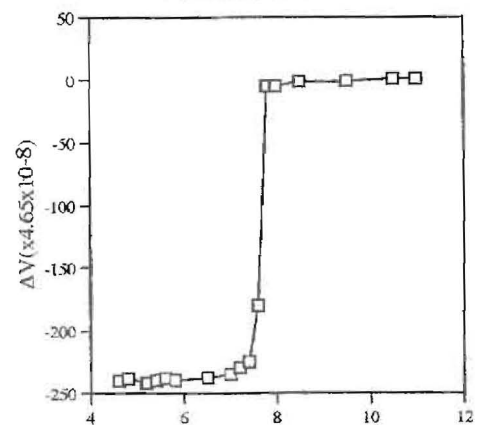


Figura 5. Comportamiento de la razón adimensional en función de la temperatura para una esfera de plomo puro.

Tabla I
Valores de la constantes de Curie y sus respectivas temperaturas críticas

Sustancia	Teóricos		Experimentales	
	C(emu/K)	T _c (K)	C(emu/K)	T _c (K)
CuSO ₄ ·5H ₂ O	0.46	-0.7	0.48	-0.32

T_c : Temperatura de Curie, K.
 χ : Susceptibilidad magnética, emu.
 V: Voltaje, V.
 B: Campo magnético inducido o Inducción, G.
 H: Campo magnético, G.
 M: Magnetización, G.
 R: Resistencia, Ω .
 C: Capacitancia, F.
 m: Masa, g

Referencias Bibliográficas

1. Mac Millan J.A.: Paramagnetismo Eelectrónico. Monografía editada por el Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico de la Secretaría General de la OEA. USA (1975), 1-50.
2. Hartshorn L.: A Sensitive Bridge for the Study of Magnetic Susceptibilities, J. Sci. Instrum., Vol. 2,(1925), 145-152.
3. Brodbeck C. M., Burrey R. R. and Heksema J.T.: Integrated circuit ac mutual inductance bridge for magnetic susceptibility measurements, Rev. Sci. Instrum., Vol. 49, No, 9, (1978), 1279-1281.
4. Hockman A. J., Sena F. J. and Gentile P. S.: Use of the ac mutual inductance bridge for measuring diamagnetism and paramagnetic temperature dependence, Rev. Sci. Instrum., Vol. 52, No. 2, (1981), 224-228.
5. Edgar A. and Quilty J. W.: A mutual inductance apparatus for measuring magnetic susceptibility and electrical conductivity, Am. J. Phys., Vol. 61, No. 10, (1993), 943-946.
6. White G.K.: Experimental Techniques in Low Temperature Physic. Editado por Oxford University, England (1979). 33-120.
7. Jackson J.D.: Electrodinámica Clásica, editorial Alhambra, España, (1980), 200-201.
8. American Institute of Physic Handbook, 3th edition, USA, (1980).

Recibido el 20 de Junio de 1995

En forma revisada el 19 de Septiembre de 1997