

Diseño de un magnetómetro de muestra vibrante (VSM) biaxial compacto y de bajo costo

F. D. Saccone

Laboratorio de Sólidos Amorfos – Departamento de Física – Facultad de Ingeniería - Universidad de Buenos Aires - CONICET
Av. Paseo Colón 850- Ciudad de Buenos Aires - Argentina
e-mail: fsaccon@fi.uba.ar

Se presenta el diseño de un magnetómetro de muestra vibrante (VSM) de bajo costo, para medidas de ciclos de histéresis a temperatura ambiente, en un campo máximo de 0.3 T. El conjunto es un sistema compacto, controlado mediante una PC, que permite medir la magnetización en forma biaxial intercambiando el conexionado de las bobinas sensoras. El límite de sensibilidad del equipo se encuentra por debajo de 0.1 emu. Se muestran ciclos de histéresis obtenidos para diferentes muestras ferromagnéticas.

Palabras Clave: Magnetómetro de Muestra Vibrante biaxial (VSM biaxial), anisotropías magnéticas

In this work, the design and construction of a biaxial and low-cost vibrating sample magnetometer (VSM) are introduced. This VSM is automated and works at room temperature, with a 0,3 T as maximum applied field. As pick-up coils, were employed the static poles of the driver motor of a 5 1/4" disk. Sensitivity is below 0,1 emu. Different hysteresis cycles measured for different samples in parallel and perpendicular applied field, are shown.

Keywords: Biaxial Vibrating Sample Magnetometer (biaxial VSM), magnetic anisotropies

I. INTRODUCCIÓN

Para determinar propiedades magnéticas de materiales y dispositivos, tales como saturación, remanencia, campo coercitivo y máximo producto de energía $(BH)_{\max}$, se realizan medidas de ciclos de histéresis. Existen diferentes técnicas que se emplean a tal fin. Las más prácticas de éstas, están basadas en la medida de la fuerza electromotriz (fem) inducida en bobinas sensoras que colectan cambios en el flujo magnético, producto de variaciones de la magnetización con el campo aplicado. En 1959, Foner⁽¹⁾ propuso un sistema de medición basado en la oscilación de una muestra en torno a su posición de equilibrio. El método fue ganando popularidad, conforme se iban desarrollando los primeros amplificadores lock-in, ya que éstos permiten mejorar notablemente la relación señal/ruido durante la medición.

Si un dipolo magnético oscila en z, la fem inducida en las bobinas sensoras puede determinarse mediante:

$$\frac{d\Phi}{dt} = \sum_{i=1}^N \frac{d\vec{z}}{dt} \cdot \vec{\nabla} B_i \cdot S_i \quad (1)$$

donde B_i y S_i son el módulo del vector inducción generado por el dipolo y el área de las N espiras que conforman las bobinas, respectivamente. Esta expresión es válida cuando puede aproximarse a B por su valor en el centro de la espira.

Cuando la muestra es pequeña y se encuentra magnetizada en forma homogénea, el llamado teorema de reciprocidad⁽²⁾ permite calcular el flujo en la bobina mediante

$$\Phi = \mu_0 \vec{M} \cdot \vec{H}_n V$$

$$-\frac{\partial \Phi}{\partial t} = -\mu_0 \vec{M} \cdot \frac{\partial \vec{H}_n}{\partial z} vV \quad (2)$$

siendo H_n el campo normalizado de la bobina de detección en el lugar de la muestra para una corriente de valor nominal. Como se mencionara antes, la muestra vibra a lo largo del eje z con velocidad v.

De este modo las sensibilidades, según x (dirección del campo aplicado) e y (perpendicular), de las bobinas puede determinarse por medio de:

$$S_x = \frac{(\partial H_{n,x})}{(\partial z)}, \quad S_y = \frac{(\partial H_{n,y})}{(\partial z)} \quad (3)$$

En muchas ocasiones se requieren medidas de anisotropía magnética. Esto sucede cuando el sistema bajo estudio tiene una fuerte anisotropía uniaxial o, por ejemplo, en el caso de cintas o películas ferromagnéticas. En esos casos, suele optarse por la rotación de la muestra o, de ser posible, del electroimán generador del campo. Sin embargo, si solo se puede medir la componente de M paralela al campo, la determinación de la anisotropía es una medida indirecta. Una forma directa de medir la dirección de fácil magnetización y determinar la constante de anisotropía es mediante un sistema que mida magnetización en forma biaxial.

La energía del sistema durante la medida tiene dos términos, uno de anisotropía E_A y otro de interacción de M con el campo local, E_P . En el caso de anisotropía uniaxial el primer término se escribe como:

$$E_A = K_0 + K_1 (\sin^2 \theta) \quad (4)$$

donde θ es el ángulo entre M y el eje de fácil magnetización de la muestra. El otro término corresponde a:

$$E_P = -\mu_0 \vec{H} \cdot \vec{M} = -\mu_0 M H \cos(\psi - \theta) \quad (5)$$

donde ψ es el ángulo entre H y la dirección de fácil magnetización.

En equilibrio, la condición de mínima energía $dE_T/d\theta=0$, conduce a:

$$K_1 \sin(2\theta) = \mu_0 M_y H \quad (6)$$

puesto que $M_y = M \sin(\psi - \theta)$. De este modo, rotando la muestra se puede encontrar el ángulo para el cual M_y es máximo (eje fácil) y el valor de la constante K_1 .

El arreglo más eficiente y con menores requerimientos para medir M en la dirección paralela y perpendicular a H es un sistema de 12 bobinas^(3,4). Si la muestra oscila en dirección z y el campo aplicado es paralelo a x , M_x puede medirse con todas las bobinas, mientras que M_y se determina utilizando un total de 8, modificando el conexionado según se describe en Fig. 1.

II. DESCRIPCIÓN DEL MAGNETÓMETRO

Bobinas de detección (pick-up)

Se utilizaron como bobinas pick-up un arreglo que conforma el conjunto de polos del estator de un drive de disquete de PC de 5 1/4", las que se mantuvieron en su montaje original. Su característica principal es que se trata de un diseño de espesor reducido (7 mm) lo que permite un gap pequeño entre las piezas polares, aumentando el campo y su uniformidad. Las 6 bobinas idénticas están ubicadas simétricamente en una circunferencia de 60 mm de diámetro. El conjunto se fijó a las piezas polares del electroimán de manera que el plano de las mismas es perpendicular al campo. Las seis bobinas están conectadas en serie y, según se describe en la Fig. 1, las tres superiores en oposición a las tres inferiores. Para realizar la medida de M_y se desconectan los pares centrales (1-2 de i y 1-2 de j) y se invierte el conexionado de 4 de las 8 restantes (5-6 de i y 3-4 de j).

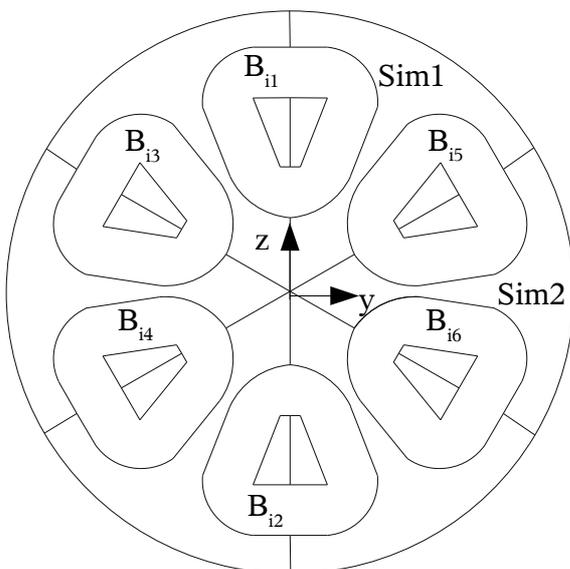


Figura 1. Esquema de las bobinas pick-ups utilizadas.

Electroimán y Fuente de corriente

El electroimán utilizado (Atomic Lab Inc.-Cenco) puede soportar hasta 100 V y tiene una potencia máxima de 1.3 kW. Para su alimentación se utilizó una fuente de corriente Kepco BOP 50 4M, la cual puede entregar hasta 4 A en régimen continuo. El conjunto es capaz de generar un campo de hasta 0,3 T en un gap de 32 mm.

Sistema vibrante

El dispositivo que produce la vibración de la muestra es un sistema de dos parlantes de audio de rango medio de 4" ensamblados por detrás y con un eje pasante. Esto permite compensar pasivamente la vibración mecánica (lo que se traduce en una señal con menores componentes espúreas) y monitorear, conectando un osciloscopio a uno de ellos, que la femi en el núcleo del parlante sea una respuesta lo más fiel posible de la excitación empleada. Una muestra de la señal resultante se puede apreciar en la Fig. 2.

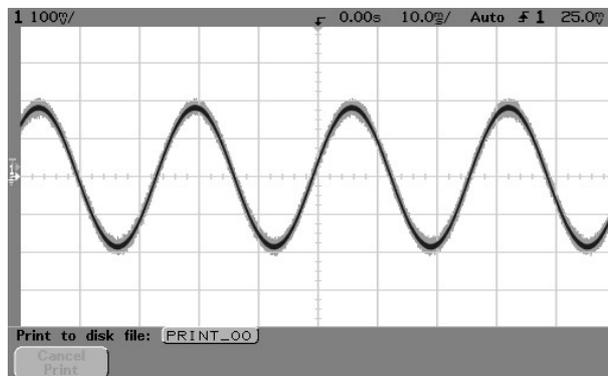


Figura 2: Señal de excitación en la varilla, monitoreada desde un parlante.

Se analizó la respuesta en frecuencia del vibrador, determinándose que la mayor amplitud de vibración del sistema se encuentra en los 38 Hz.

Adquisición y control

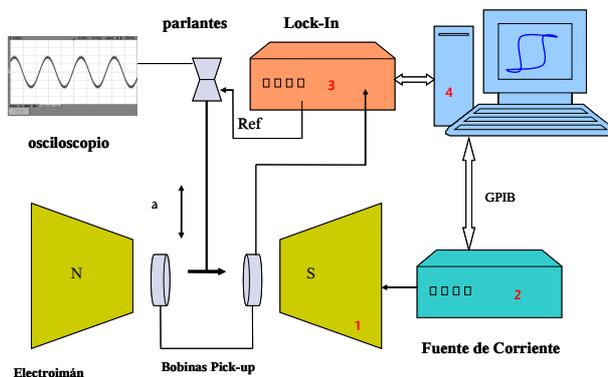


Figura 3: esquema del VSM. 1) Atomic Lab Inc.-Cenco, 1,3 kW. 2) Fuente Kepco BOP 50V/4A. 3) Lock-In Perkin Elmer 7280. 4) Tarjeta National DAQ 5.1

El instrumento empleado en la detección del flujo colectado por las bobinas es un amplificador Lock-In Perkin Elmer 7280 DSP. La adquisición y el control

mediante PC de la fuente de corriente y el Lock-In se realizó con una plaqueta PCI-GPIB NI IEEE 488.2 (de National Instruments). Como software de control se utilizaron programas hechos en Labview 5.1.

La Fig. 3 muestra un esquema del conjunto del VSM implementado.

III. RESULTADOS OBTENIDOS

Calibración del campo aplicado

Se puede observar en la Fig. 4 la calibración obtenida para diferentes gaps. Se observa que la respuesta es lineal dentro del rango de corriente suministrado por la fuente.

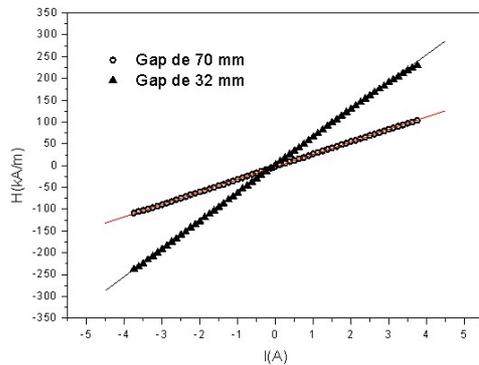


Figura 4. Calibración del campo en el gap del electroimán.

Cálculo mediante elementos finitos de la sensibilidad del sistema de detección.

Existen resultados anteriores^{3, 5, 6} de cálculos analíticos de la sensibilidad para desplazamientos transversales y a lo largo del eje de bobinas pick-up de simetría cilíndrica. Sin embargo, en el caso presente esto no es posible y se requiere su estimación a partir de simulaciones numéricas. En tales casos, el método más apropiado y difundido en la resolución de problemas de electromagnetismo es el de los elementos finitos. Por este motivo, se realizó una estimación de la sensibilidad de las bobinas "pick-up" mediante una configuración 2-D a escala. Se utilizó el software FEMM 4.0⁷⁾ de distribución libre, el que permite resolver, en particular, problemas magnéticos con corrientes armónicas por el método de elementos finitos.

Debido a la simetría en la distribución del conexionado de las bobinas se hizo la simulación usando las secciones identificadas en la Fig. 1 como "Sim1" y "Sim2". Las condiciones de contorno utilizadas fueron: $A_t = 1$ Wb/m en ambos bordes de las espiras y $\partial A_r / \partial r = 0$ en los bordes radiales de las secciones. Para "Sim1" se impuso un desfase entre las excitaciones de $\pi/3$, mientras que entre las de Sim2 el desfase elegido fue π , ya que en este último caso las bobinas están conectadas en serie y oposición. La determinación de la sensibilidad se hizo para desplazamientos en las direcciones y-z.

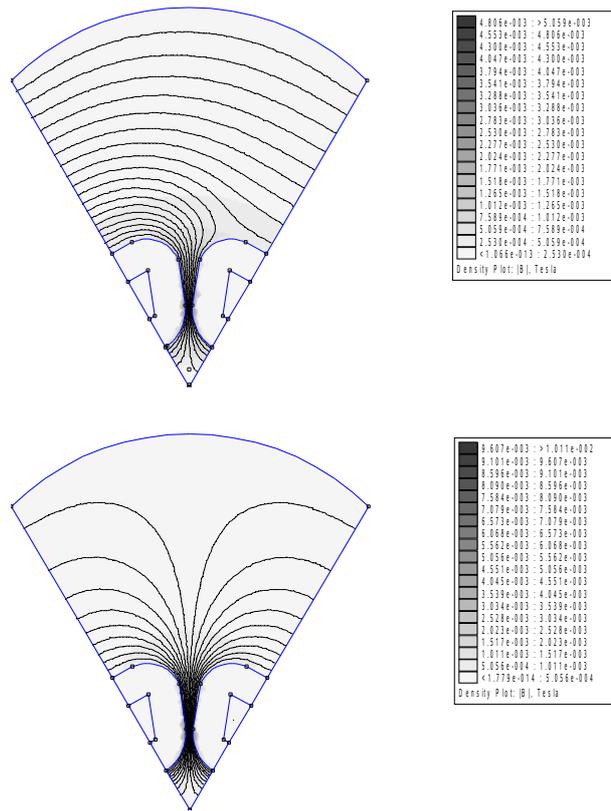
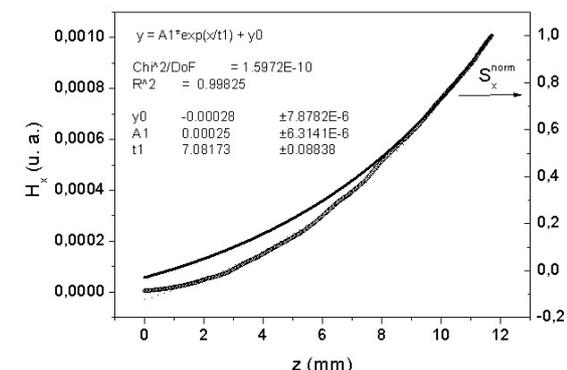
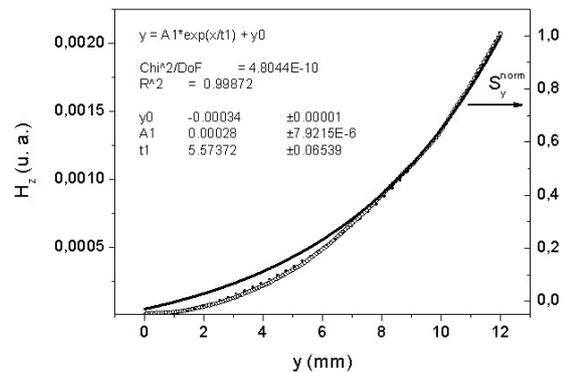


Figura 5 a-b: Líneas de potencial magnético y mapa en escala de grises del módulo del campo. La imagen superior corresponde a "Sim1" y la inferior a "Sim2" mostrados en la figura 1.

Figs. 5-c y d (Abajo): Sensibilidades según x e y



Las Figs. 5a-b muestran las líneas del potencial vectorial y un mapa en escala de grises del módulo de B. Se observa que la zona de máxima sensibilidad se encuentra entre medio de las bobinas de la sección Sim2. Sin embargo, debido a una dependencia exponencial, es la zona central del arreglo de bobinas menos sensible a la posición, como puede apreciarse en las Figs. 5c-d.

Ciclos de histéresis medidos.

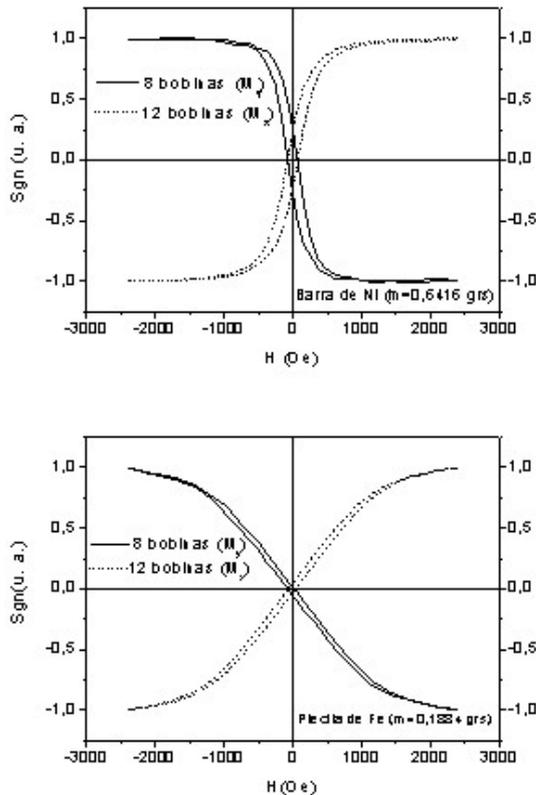


Figura 6a-b: ciclos de histéresis de hierro y de níquel medidos a temperatura ambiente en direcciones paralela y transversal al campo aplicado

Las figuras 6a-b muestran ciclos de histéresis medidos a temperatura ambiente en muestras de Fe y Ni, ambos con una pureza de 99.99 %. En ambas figuras están representados los ciclos donde se midió

magnetización paralela (M_x) y perpendicular (M_y) al campo. Las medidas están normalizadas al valor de saturación para cada muestra y según sea la dirección de la medición.

Se puede observar que la medida de M_y tiene un mayor nivel de ruido, debido a que se realiza con una menor cantidad de bobinas conectadas. La sensibilidad que se determinó del sistema está por debajo de 0,1 emu. Se buscará mejorarla en una siguiente etapa. Como otra tarea a desarrollar, se encuentra la de la construcción de un sistema eficiente para la rotación de las muestras a fin de poder realizar las medidas de anisotropía magnética, según la ecuación (6).

Agradecimientos

El presente trabajo fue subsidiado mediante el proyecto PICT N° 11894 (2002) de la Agencia Nacional de Promoción Científica y Técnica.

Referencias

- 1- "Versatile and sensitive Vibrating Sample Magnetometer", S. Foner, Rev. Sci. Instrum. **30** (1959) 548
- 2 - "Magnetometer Coils and Reciprocity", J. Mallison, J. Appl. Phys. **37** (1966) 2514
- 3 - "Design of a detection Coil System for a Biaxial Vibrating Sample Magnetometer", J. P. C. Bernards, Rev. Sci. Instrum. **64** (1993)1918
- 4 - "An improved detection coil system for a biaxial vibrating sample magnetometer", J. P. C. Bernards, G. J. P. van Engelen y H. A. J. Cramer, J. Magn. Magn. Mat **123** (1993) 141
- 5- "Method for calculating the induced voltage in a vibrating sample magnetometer detection coil system", X. Xu A. Sun, X. Jin, H. Fan y X. Yiao, Rev. Sci. Instrum. **67** (1996) 3914
- 6- "Detection coil, sensitivity function, and sample geometry effects for vibrating sample magnetometer", A. Zieba y S. Foner, Rev. Sci. Instrum. **53** (1982) 1344
- 7- Software desarrollado por D. Meeker (2003) bajo licencia de Aladdin Free Public License (versión 8, 18 nov. 1999)