



Universidad de Valladolid

Facultad de Ciencias

TRABAJO FIN DE GRADO

Grado en Física

Diseño y construcción de un Magnetómetro de Muestra Vibrante

Autor: Íñigo de Loyola Chacartegui Rojo

Tutor/es: José María Muñoz Muñoz

Carlos Torres Cabrera

Índice general

1. Introducción	5
1.1. Motivación	5
1.2. Objetivos	6
1.3. Estructura de la memoria	7
2. Diseño y optimización del sistema	8
2.1. Vibrador	9
2.1.1. Diseño	9
2.1.2. Frecuencia de trabajo	10
2.2. Fuente de alimentación	11
2.3. Electroimán	11
2.4. Gaussímetro	12
2.5. DAQ	13
2.5.1. Resolución	13
2.5.2. Número de canales y frecuencia de muestreo	14
2.6. Muestra magnética	16
2.7. DCS	16
2.7.1. Pautas iniciales	16
2.7.2. Características del diseño	17
2.7.3. Teoría de la sensibilidad de una bobina de inducción	19
2.7.4. Búsqueda de los parámetros óptimos	23
2.7.5. Resultado Final	28
2.8. Lock-In	30
3. Montaje experimental	33
3.1. Construcción de la interfaz del transductor	33
3.2. Construcción del DCS	37
3.2.1. Torneado y fresado	37
3.2.2. Bobinado	40
3.2.3. Equilibrado	41
3.2.4. Colocación	42
3.2.5. Amplificación	44
3.3. Configuración del sistema de clavijas del DAQ	44
3.3.1. Canales de entrada	44
3.3.2. Canales de salida	44
3.3.3. Canal de disparo	45
3.4. Preparación de la muestra	46
3.4.1. Tubo capilar	46
3.4.2. Soporte	46
3.4.3. Alineación	47
3.5. Resultado final del montaje experimental	48

4. Desarrollo de software	50
4.1. Control de instrumentos	50
4.1.1. Gaussímetro	50
4.1.2. Fuente de alimentación	50
4.1.3. DAQ	51
4.2. Adquisición de datos	51
4.3. Lock-In digital	53
4.4. Programas de medición	54
4.4.1. Toma de datos continua	54
4.4.2. Ciclos de histéresis	56
4.5. Calibración	63
5. Resultados	64
5.1. Caracterización del transductor	65
5.2. Caracterización del electroimán	65
5.3. Análisis espectral de la señal	67
5.4. Análisis estadístico de las medidas	69
5.5. Calibración	72
5.6. Estudio de las muestras magnéticas	74
5.6.1. Magnetita patrón	74
5.6.2. Ferrita hexagonal de Ba-Mg	75
5.6.3. Familia de ferritas hexagonales de Ba-Zn con inserciones de Sr	77
5.6.4. Vidrio y teflón del capilar	86
6. Conclusiones	88
6.1. Líneas de desarrollo futuras	88
A. Código utilizado en Wolfram Mathematica	98
B. Programas de VEE Pro	101
B.1. Control de instrumentos	101
B.1.1. Gaussímetro	101
B.1.2. Fuente de alimentación	102
B.2. Adquisición de datos	104
B.3. Lock-In digital	104
B.4. Programas de medición	104
B.4.1. Toma de datos continua	104
B.4.2. Ciclos de histéresis	106
B.4.3. Exportación de los datos	111
C. Comparación de los ciclos de histéresis entre los dos métodos de medida	112
C.1. Ferrita hexagonal de Ba-Mg	113
C.2. Familia de ferritas hexagonales de Ba-Zn con inserciones de Sr	115

Agradecimientos

Quiero dar las gracias a mi familia, y en especial a mi madre; a mis amigos, y en especial a PAPP.
Y a Elena, por todo.

Resumen

El Magnetómetro de Muestra Vibrante (VSM por sus siglas en inglés) es un instrumento presente en laboratorios de electromagnetismo que es capaz realizar medidas de propiedades magnéticas de manera precisa y versátil. Una de sus características más notables es su simplicidad de funcionamiento lo que le otorga la capacidad de poder ser construido a bajo coste. En este trabajo se ha creado un magnetómetro de muestra vibrante a partir de varios materiales de laboratorio del Grupo de Investigación de Materiales Magnéticos y se ha diseñado y construido desde cero el Sistema de Bobinas de Detección, el elemento más importante del instrumento. Además, se ha desarrollado el software de control encargado de hacer funcionar el instrumento y conseguir que realice medidas. Durante todo este proceso, se ha realizado un análisis exhaustivo de todos y cada uno de los factores que garantizan la más alta calidad del equipo de medición y se ha puesto a prueba para conocer sus límites. El resultado final es un instrumento capaz de aportar resultados excelentes, perfectamente válidos para un grupo de investigación.

Palabras clave: VSM, DCS, DAQ, Lock-In

Abstract

The Vibrating Sample Magnetometer is an instrument with a presence in most electromagnetism laboratories capable of taking measures of magnetic materials in a precise and versatile way. One of its main features is its simplicity which confers it the capability to be built at a low cost. In this project, a vibrating sample magnetometer has been created by gathering several laboratory materials from the Magnetic Materials Research Group, and a Detection Coil System, the instrument's most important element, has been designed and built from scratch. Moreover, a control software responsible for making the instrument work and take measures has been developed. During the overall process, an exhaustive analysis of each factor that warrants the measuring apparatus' highest quality has been done and it has been tested to find out its limits. The final result is an instrument able to provide excellent outcomes, perfectly adequate for a research group.

Keywords: VSM, DCS, DAQ, Lock-In

Capítulo 1

Introducción

1.1. Motivación

¿Por qué un Magnetómetro de muestra Vibrante? Dentro del ámbito de la magnetometría [1], se pueden encontrar ejemplos ya conocidos de sensores de campo magnético como las bobinas de inducción o las sondas de efecto Hall.

El primer tipo de sensores utiliza el fenómeno de inducción para obtener una fuerza electromotriz a partir de la variación de flujo magnético siguiendo la ley de Faraday-Lenz, es decir, obtienen la medida de un campo dinámico.

El segundo tipo de sensores utilizan el efecto Hall que consiste en la aparición de un campo eléctrico con componente perpendicular a la dirección de la corriente que atraviesa un conductor, y a la dirección de un campo magnético externo aplicado a éste. Este efecto se produce debido a la separación de los portadores del conductor tras interactuar con el campo magnético aplicado, dicha separación provoca una diferencia de potencial llamada voltaje Hall. Por lo tanto, una sonda de efecto Hall obtiene un voltaje proporcional al campo magnético aplicado a un conductor por el que circula corriente, es decir, son capaces de obtener la medida de un campo estático.

El objeto de estudio de este trabajo es la imanación de pequeñas muestras en forma de polvo. Para ello, hay que imanar dicha muestra aplicándole un campo magnético homogéneo, como el campo magnético producido por la muestra es estático sería interesante utilizar una sonda de efecto Hall que sea capaz de tomar una medida de dicho campo, pero eso acarrea diversos problemas:

- La sensibilidad de este tipo de sensores es demasiado pequeña para obtener una medida precisa de la magnetización de la muestra.
- Sería necesario separar el campo magnético de la muestra del campo homogéneo en la que se encuentra inmersa y que produce su imanación.

El Magnetómetro de Muestra Vibrante es un instrumento desarrollado por Foner en 1956 [2] que permite obtener la imanación de una muestra, una propiedad estática, de manera dinámica de la siguiente forma:

- Imanar la muestra aplicando un campo magnético uniforme sobre ésta.
- Tras haberla imanado, la hace oscilar en una dirección perpendicular al campo aplicado y se obtiene como resultado un campo magnético oscilante.
- Mediante un sistema de bobinas de inducción, denominado comúnmente “DCS”, se obtiene un voltaje originado por el flujo variable que atraviesa dichas bobinas debido al campo magnético de la muestra, este voltaje da cuenta solamente de la imanación de ésta.

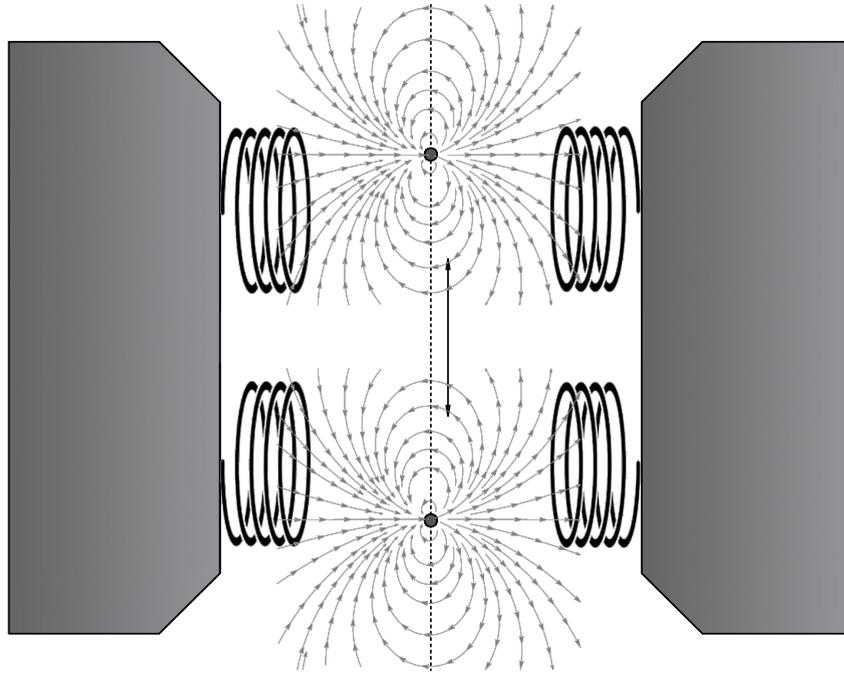


Figura 1.1: Esquema del funcionamiento de un magnetómetro de Foner donde aparece la muestra magnética imanada en dos estados de vibración distintos.

En la figura 1.1 se puede observar la diferencia en el flujo magnético que atraviesa ambas bobinas en los dos estados de vibración, esa variación de flujo es la causante de la fuerza electromotriz inducida en las bobinas.

De esta manera, se obtiene una señal de la fuerza electromotriz inducida en el sistema de bobinas de la que hay que obtener la magnitud correspondiente a la imanación de la muestra, en nuestro caso, dicha señal es además muy débil debido a la cantidad de material utilizado; por lo que hay que someter a la señal a diversos procesos de filtrado, amplificación y procesamiento para obtener una medida lo más precisa posible de la imanación de la muestra estudiada.

Debido a la simplicidad de su funcionamiento, se puede construir un Magnetómetro de Muestra Vibrante haciendo uso de los materiales que un grupo de investigación puede tener en un laboratorio de electromagnetismo sin necesidad de adquirir un modelo comercial cuyo principal inconveniente es su precio. Una prueba de ello es el primer diseño que utilizó Foner [2], en el que acopló un vaso de la cafetería del MIT a un altavoz y, a su vez, la muestra magnética a su pajita correspondiente para transmitir la vibración del altavoz a la muestra.

1.2. Objetivos

Dicho esto, los objetivos del presente Trabajo de Fin de Grado son los siguientes:

- Diseñar y construir un magnetómetro de muestra vibrante con los materiales disponibles en el laboratorio de trabajo.
- Desarrollar el software de control que se comunique con los distintos instrumentos que componen el magnetómetro para coordinarlos entre sí, realizar distintos tipos de medidas y automatizar lo máximo posible todo el proceso.
- Con el instrumento ya construido, estudiar distintas muestras magnéticas para evaluar su funcionamiento.

1.3. Estructura de la memoria

La memoria de este Trabajo de Fin de Grado se compone de seis capítulos, teniendo en cuenta que este es el primero.

Capítulo 2: Fundamento y desarrollo teórico

En este capítulo se exponen los distintos elementos que conforman el Magnetómetro de Muestra Vibrante y los factores a tener en cuenta a la hora de diseñar el instrumento para minimizar las fuentes de ruido y optimizar la calidad de la señal obtenida. Después se explica con detalle el proceso de diseño del sistema de bobinas de detección “DCS” por sus siglas en inglés, dicho diseño está centrado en maximizar la sensibilidad del sistema de bobinas partiendo de dos ligaduras asociadas a las dimensiones del instrumento y de la muestra. Finalmente, se explica el funcionamiento de un amplificador Lock-In, elemento clave del sistema capaz de obtener la amplitud y fase de una señal inmersa en un ruido varios órdenes de magnitud superior a ésta.

Capítulo 3: Montaje experimental

Este capítulo se centra en el montaje experimental, tras exponer en el capítulo anterior los elementos de los que está compuesto el instrumento, se explica el dispositivo experimental utilizado que relaciona los elementos entre sí así como el proceso de fabricación del sistema de bobinas de detección y otros componentes.

Capítulo 4: Desarrollo de Software

En este capítulo se trata el software de control utilizado para automatizar tanto el proceso de adquisición de datos como la obtención de los ciclos de histéresis de las muestras estudiadas y se describe el proceso de calibración utilizado.

Capítulo 5: Resultados

Se exponen en este capítulo los resultados obtenidos a partir de varias muestras magnéticas en polvo suministradas por el grupo de investigación para analizar el comportamiento del equipo de medida y evaluar su funcionamiento.

Capítulo 6: Conclusiones

Finalmente, se realiza una recopilación de las conclusiones del trabajo realizado, indicando posibles líneas de desarrollo futuro.

Capítulo 2

Diseño y optimización del sistema

En este capítulo se describen las partes fundamentales que componen el magnetómetro. Dentro de cada descripción, se indican distintos aspectos importantes asociados a cada parte que son necesarios tener en cuenta para realizar el mejor diseño posible del instrumento, y se explican las distintas decisiones tomadas para cumplir con este objetivo.

Más adelante se aborda el elemento que es, sin duda alguna, el más importante de todos: el “DCS” (Detection Coil System por sus siglas en inglés), encargado de recibir la señal producida por la muestra vibrante. Para ello, se realiza un análisis de las características del experimento, se escoge una distribución de las bobinas y se determinan los factores a tener en cuenta en el diseño del “DCS”.

Para encontrar el diseño óptimo, se ha realizado un desarrollo teórico para obtener la expresión de la sensibilidad de una bobina de inducción en función de sus parámetros geométricos; y mediante el software Wolfram Mathematica [3], se han buscado dichos parámetros que maximicen la sensibilidad cumpliendo las distintas condiciones de contorno y ligaduras impuestas por las características del experimento.

Finalmente, se describe el funcionamiento de un Amplificador Lock-in que, aunque no haya sido utilizado en el montaje experimental, sí que se ha implementado su proceso de amplificación y filtrado de manera digital.

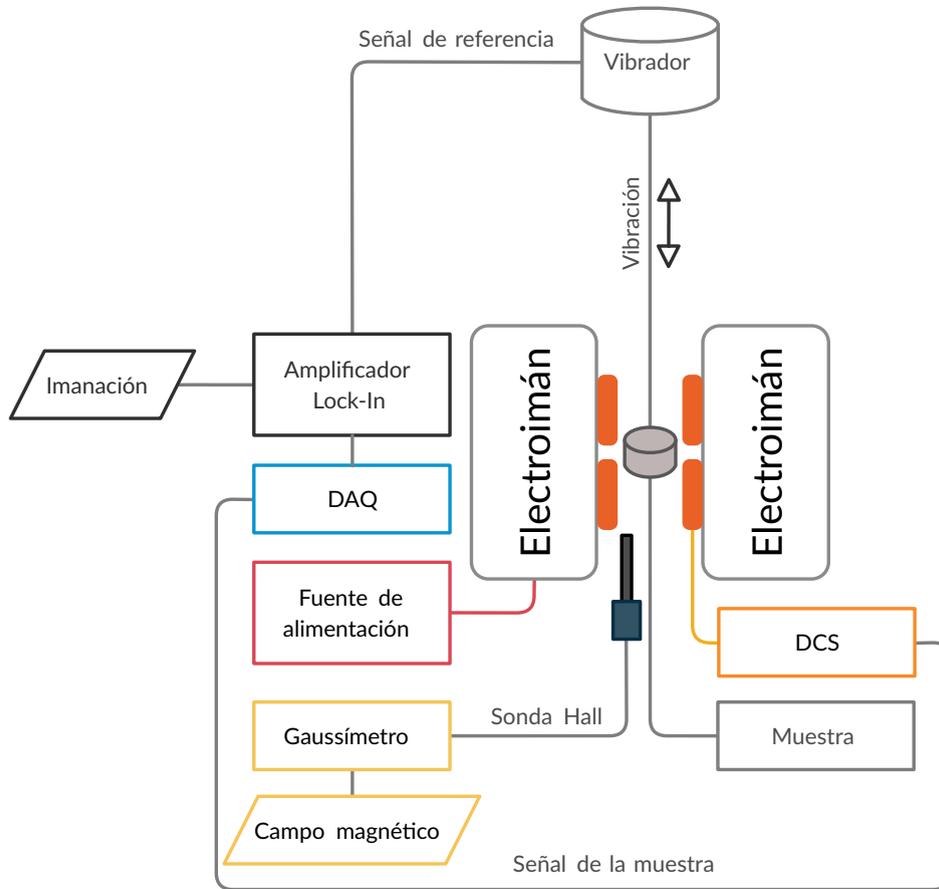


Figura 2.1: Diagrama de bloques del diseño del VSM.

En la figura 2.1 se observan los elementos fundamentales que componen el magnetómetro. A continuación, se exponen cada uno de estos elementos.

2.1. Vibrador

Como su nombre indica, este elemento es el encargado de hacer vibrar a la muestra longitudinalmente, para este montaje, se ha utilizado un transductor que formaba parte de un experimento de espectrometría Mössbauer.

2.1.1. Diseño

En su montaje original, estaba diseñado para desplazar una muestra con velocidad constante mediante un sistema de dos bobinas: una actuadora y otra detectora; un imán permanente y un sistema mecánico.

El transductor funcionaba de la siguiente forma: la bobina actuadora empujaba el imán permanente al variar el voltaje de manera constante y la bobina detectora, debido a la inducción generada por el movimiento del imán, mandaba una señal de realimentación para ajustar la señal

de la actuadora y conseguir así la velocidad constante de un eje acoplado al imán permanente. El sistema mecánico se encargaba de estabilizar el sistema y hacer que el imán volviera a una posición de equilibrio, sobre el eje se podía acoplar un soporte donde poner la muestra de estudio.

El transductor requiere de una alimentación de 12 voltios y esta alimentación junto con la señal actuadora y la de realimentación se transmiten a través de una conexión de nueve pines, toda estas señales estaban gestionadas por una interfaz analógica que alimentaba al transductor, generaba la señal de actuación y recibía la señal de realimentación ajustando la velocidad de la muestra.



Figura 2.2: Transductor utilizado para hacer vibrar la muestra.

En la figura 2.2 se observa la conexión de nueve pines utilizada para alimentar el instrumento así como para transmitir la señal de actuación y de realimentación. Este diseño resulta interesante porque, en principio, da información sobre la velocidad de la muestra y su estado de vibración. Sin embargo, es necesario analizar la respuesta en frecuencia del transductor para observar los posibles fenómenos de resonancia y el acoplamiento entre ambas bobinas para la frecuencia de trabajo utilizada. Dicho análisis se ha realizado en la sección 5.1 del Capítulo 5.

2.1.2. Frecuencia de trabajo

Dentro del aparatado de la vibración, es fundamental elegir la frecuencia a utilizar. Esto es así debido a que el equipo que se va a utilizar está conectado a la red eléctrica y ésta es una fuente de ruido electromagnético considerable ya que en una instalación eléctrica, nunca se va a encontrar una señal pura de, en el caso de Europa, 50 Hz.

Por el contrario, la señal va a presentar armónicos de esa frecuencia debido a todos los dispositivos que están conectados a la misma instalación eléctrica p.ej. ascensores, equipo de iluminación, hornos, etcétera. La magnitud de esta perturbación es la Tasa de Distorsión Armónica y, por lo general, no es superior al 2% [4].

Por lo tanto, hay que escoger una frecuencia que no coincida con ningún armónico de la red y que el armónico en común más bajo entre dicha frecuencia y la frecuencia fundamental de la red sea muy grande, es decir, que su mínimo común múltiplo sea un valor alejado de la frecuencia utilizada. Para este montaje se ha utilizado una frecuencia de 72 Hz, recomendada por el tutor, ya que el armónico en común más bajo es de 1800 Hz.

2.2. Fuente de alimentación

La fuente de alimentación es la encargada de dar la corriente al electroimán para que éste genere el campo magnético externo uniforme. Para realizar esta función es preferible que sea programable para tener un control de la corriente suministrada mediante software y bipolar, es decir, que sea capaz de suministrar una corriente tanto positiva como negativa para generar un campo magnético en ambos sentidos.

Se ha utilizado una fuente Kepco modelo Bit 4886 50-8 9/7/2018 bipolar y programable de 8A-50V, suministrada por el grupo de investigación ya que cumple con los requisitos arriba mencionados. Se conecta al ordenador vía GPIB, (General Purpose Interface Bus) un estándar de transmisión digital de datos de corto alcance usado comúnmente en instrumentación de laboratorio.

Esta fuente tiene dos modos de funcionamiento: el modo de voltaje donde suministra un voltaje fijo y el modo de corriente donde suministra una corriente fija. Debido a el funcionamiento interno de la fuente, hay que analizar el ruido que genera en cada modo y elegir aquel en el que sea menor. Tras haber realizado el análisis espectral de la señal del instrumento en la sección 5.3 del Capítulo 5, se ha elegido operar en el modo voltaje ya que es el que aporta menor cantidad de ruido al sistema.



Figura 2.3: Panel frontal de la fuente de alimentación.

Obsérvese en la figura 2.3 que los valores de corriente y voltaje son tanto positivos como negativos, dando cuenta de la bipolaridad del aparato. El instrumento está dotado de dos diales, uno para cada modo de operación, para controlar manualmente el voltaje o corriente aplicado.

2.3. Electroimán

El electroimán es el encargado de generar el campo magnético uniforme que imane a la muestra magnética que se encuentra entre sus piezas polares. Este campo ha de ser el mayor posible para tener así un mayor rango de imanaciones.

El electroimán utilizado tiene un núcleo de hierro macizo con piezas polares cónicas para concentrar aún más el campo magnético aplicado. Como está formado por un material ferromagnético, el electroimán presenta un ciclo de histéresis que habrá que tener en cuenta a la hora de realizar las medidas de las muestras magnéticas.

Su funcionamiento parte de la diferencia de las permeabilidades magnéticas entre el material del núcleo y el aire que rodea al electroimán. Al aplicar una corriente sobre los arrollamientos, éstos generan un campo magnético que, debido a las condiciones de contorno, va a estar prácticamente contenido en el núcleo de hierro y, en el espacio comprendido entre las piezas polares, va a ser prácticamente uniforme. Esto es así siempre y cuando la distancia entre éstas sea lo suficientemente pequeña y la intensidad del campo lo suficientemente grande.

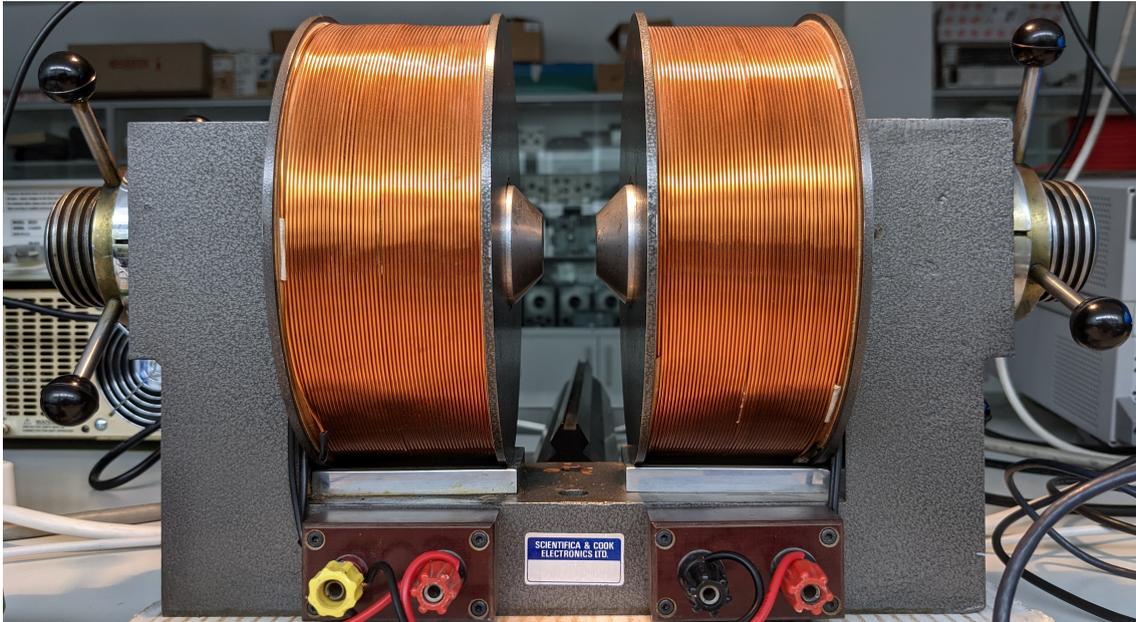


Figura 2.4: Electroimán utilizado junto con las piezas polares cónicas escogidas para concentrar el campo magnético en el espacio comprendido entre éstas.



(a)



(b)

Figura 2.5: Pieza polar cónica de frente (a) y de perfil (b) utilizada para concentrar el campo en el espacio libre entre ellas. Tiene un diámetro interno de 25.95 mm.

2.4. Gaussímetro

El gaussímetro es el encargado de medir el campo magnético uniforme generado por el electroimán, es necesario que tenga un rango de medida amplio y una sensibilidad alta para poder realizar medidas tanto a campos grandes como pequeños.

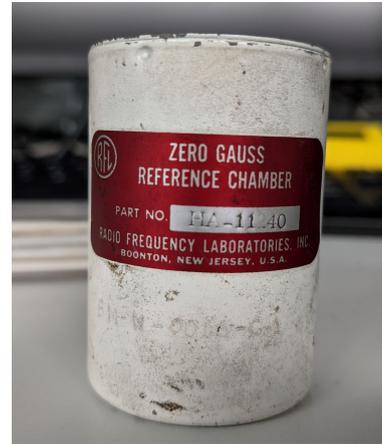
Se ha escogido una sonda de efecto Hall con escala de hasta $2T$ y sensibilidad de $10^{-5} - 10^{-6} T$. Viene acompañado por un controlador que se puede conectar a un ordenador vía USB. Para obtener una mayor fidelidad de las medidas, se ha utilizado una cavidad de campo magnético nulo para calibrar la sonda mediante el controlador.



(a)



(b)



(c)

Figura 2.6: Sonda Hall (a), controlador del gaussímetro (b) y calibre de cero gauss (c).

2.5. DAQ

DAQ son las siglas de Data Acquisition, es el sistema de adquisición de datos encargado de muestrear la señal que viene del instrumento y digitalizarla para poder manipular esos datos mediante software. A la hora de trabajar con este tipo de instrumentos hay que fijarse principalmente en los siguientes aspectos: la resolución, el número de canales y la frecuencia de muestreo.

2.5.1. Resolución

Como el DAQ presenta una fase de conversión Analógico-Digital (ADC por su siglas en inglés), la muestra que va a devolver va a ser en forma de bits. Un bit es la unidad de información digital y es un dígito binario, es decir, un número que puede ser o cero o uno. Si el convertor devuelve solamente un bit se pueden discernir dos valores, si devuelve dos se pueden discernir cuatro valores, para n bits se pueden discernir 2^n valores; por lo tanto, cuantos más bits devuelva el convertor más valores se pueden discernir, es decir, mayor resolución tiene el DAQ [5].

La resolución del DAQ se define a partir del mínimo incremento de voltaje que es capaz de percibir:

$$Q = \frac{V_{FSR}}{2^n} \quad (2.1)$$

Donde V_{FSR} es el rango del voltaje y n el número de bits utilizados. Para ejemplificar esto, se muestra la siguiente tabla donde se puede ver el mínimo incremento de voltaje que se podría observar de una señal que oscila entre $+500mV$ y $-500mV$, es decir, que tiene una amplitud pico a pico de $1V$.

Bits	Resolución	Mínimo incremento del voltaje/ mV
8	256:1	3,92
10	1024:1	0,98
12	4096:1	0,244
14	16384:1	0,061
16	65536:1	0,015

Tabla 2.1: Valores de resolución y de mínimo incremento de voltaje según la cantidad de bits del conversor ADC para un $V_{FSR} = 1V$.

2.5.2. Número de canales y frecuencia de muestreo

El canal es una entrada de señal que puede procesar el DAQ, cuanto más canales tenga, más señales distintas podrá procesar. Dentro de cada canal, el DAQ toma muestras discretas, lo que se conoce como muestrear. La cantidad de muestras tomadas depende de la frecuencia de muestreo, por lo tanto, cuanto mayor sea, mayor cantidad de muestras se van a poder tomar en un mismo intervalo de tiempo.

Dentro de la variedad de DAQ's que hay en el mercado, se distinguen dos tipos de muestreo que relaciona el número de canales y la frecuencia de muestreo de distinta manera:

- Muestreo Simple: El DAQ solamente tiene un ADC y lo comparte para todos los canales, por lo tanto la frecuencia de muestreo máxima se reparte entre los canales utilizados.
- Muestreo simultáneo: El DAQ está dotado de un ADC por cada canal, por lo que cada uno puede llegar a la frecuencia de muestreo máxima indicada.

Como el DAQ va a utilizar más de un canal, es recomendable utilizar uno de muestreo simultáneo y tener así la frecuencia de muestreo máxima para cada canal.

El DAQ utilizado ha sido un Agilent U2542A multifunción de muestreo simultáneo con 4 canales de 16 bits y 500kSa/s.



(a)



(b)

Figura 2.7: Aspecto externo del DAQ, en la parte frontal (a) se encuentra la conexión principal y en la parte posterior (b) la toma de corriente y la conexión Mini USB para comunicarse con el ordenador [6]. A pesar de tratarse de otro modelo, el aspecto externo es idéntico.

Además, este DAQ tiene dos canales de salida de 12 bits que pueden generar señales que van de 0 a 10V y de -10V a +10V transmitiendo una corriente máxima de 5mA [6]. Cada canal cuenta con un generador de señales predefinidos y puede emitir tanto corriente continua como alterna. Estos dos canales han sido utilizados para generar la señal de vibración y transmitirla al transductor.

La conexión de los canales se realiza a través de un sistema de clavijas externo que se se conecta al conector frontal.

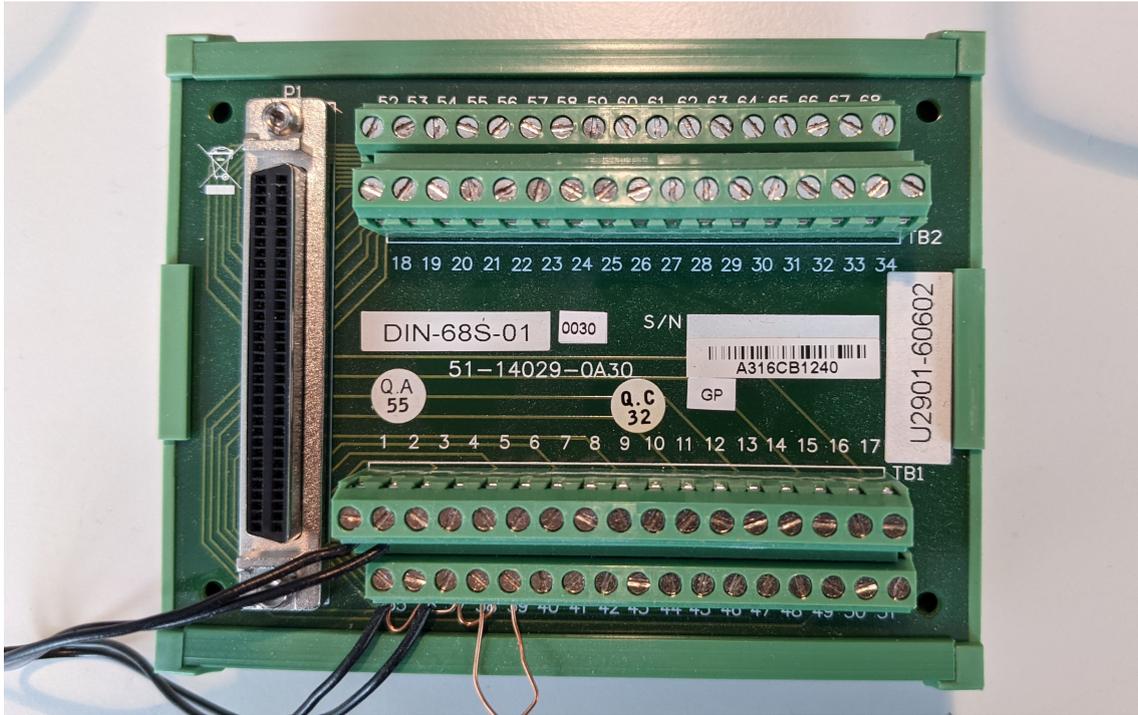


Figura 2.8: Sistema de clavijas utilizado para mandar las señales a los canales de entrada del DAQ así como para recibir la señal desde los canales de salida.

2.6. Muestra magnética

Es el objeto de estudio del instrumento, en este trabajo se han analizado muestras magnéticas en polvo de distintos tipos con masas de alrededor de 10 miligramos. Por esta razón, es necesario que estas muestras estén compactadas y ocupando el menor espacio posible; para ello, se han utilizado tubos capilares seleccionados para micro-hematocrito, un test realizado para conocer el volumen que ocupa los glóbulos rojos en una muestra de sangre mediante centrifugado [7].

Estos tubos son de la marca Cri-Gel y tienen una longitud de 70mm con un diámetro externo de 2mm y han sido suministrados por el grupo de investigación.

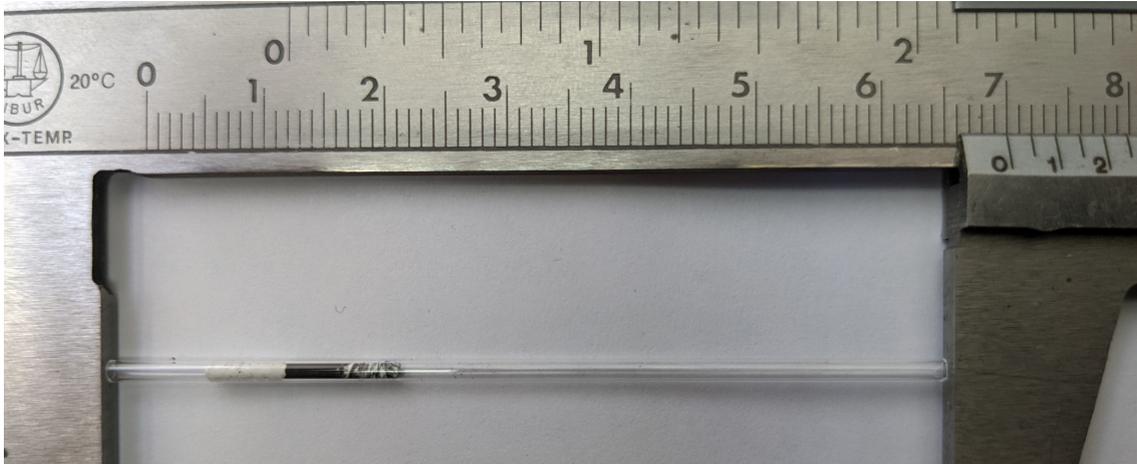


Figura 2.9: Tubo capilar con una muestra magnética en su interior, se muestra con calibre para apreciar la escala, la columna de material magnético nunca ha sido superior a 5mm.

2.7. DCS

El DCS (“Detection Coil System” por sus siglas en inglés) es, sin duda alguna, el elemento más importante del magnetómetro de muestra vibrante ya que es el encargado de detectar la señal producida por la muestra magnética, su diseño es crítico a la hora de optimizar la calidad de la señal obtenida y la sensibilidad del instrumento.

Este elemento, es el único que no ha sido suministrado por el grupo de investigación ya que se ha tenido que diseñar desde cero teniendo en cuenta las características tanto del tipo de material y medida como del espacio requerido para realizar el experimento.

2.7.1. Pautas iniciales

Para diseñar el DCS es necesario tener en cuenta la geometría que se quiere utilizar. En primer lugar, se definen las direcciones principales del diseño que son las siguientes:

- Dirección de vibración en el eje Z.
- Dirección del campo magnético en el eje X.

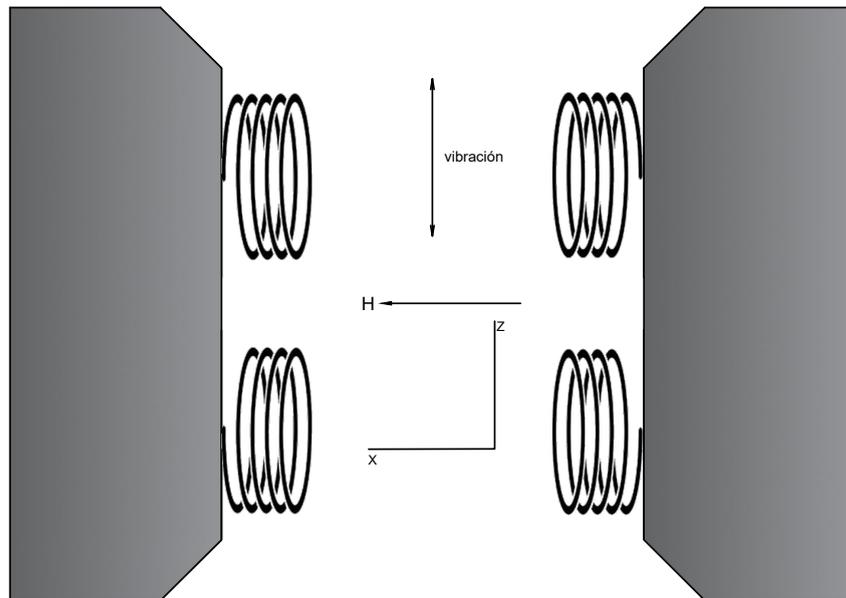


Figura 2.10: Esquema básico del diseño del DCS donde se pueden ver los principales elementos y direcciones definidas.

Como las muestras magnéticas están en forma de polvo, no cabe esperar que vayan a presentar algún tipo de anisotropía en conjunto puesto que, en principio, las direcciones cristalográficas están distribuidas uniformemente dando un comportamiento isotropo a la muestra; por lo tanto, la muestra se imanará en dirección del campo magnético.

Esto implica que el DCS ha de estar en el plano XZ y que va a detectar la componente de la imanación en la dirección del campo, es decir, M_x .

A la hora de hablar de la distribución de las bobinas, existe mucha variedad y distintos enfoques, partiendo del primer montaje que realizó Foner donde usó un sistema de dos bobinas [8] hasta sistemas mucho más complejos de hasta doce bobinas. Estos últimos se utilizan para realizar medidas biaxiales, donde se detecta tanto la componente X como la Y de la imanación [9] o incluso para medidas en tres dimensiones donde se obtienen todas las componentes del vector magnetización [10, 11, 12]. También se pueden encontrar diseños enfocados únicamente a medir materiales en forma plana como cintas magnéticas [13] o deposiciones en capas delgadas [12].

En este trabajo se ha optado, tras indicación de los tutores, por utilizar una distribución de cuatro bobinas, también conocida como configuración Mallison [14], ya que para medidas de una sola componente ha sido el diseño utilizado en varios trabajos [14, 15, 16] y es la configuración más usada; además, los ejes de las cuatro bobinas están paralelos al campo ya que así se reduce el ruido generado [9].

Por último, hay que tener en cuenta las limitaciones en el espacio requerido que son dos:

- El DCS no puede rebasar el diámetro de las piezas polares cónicas, que es de $25,95\text{mm}$, ya que más allá de ese diámetro no está garantizado que el campo sea uniforme.
- La distancia entre bobinas ha de ser mayor que el diámetro del tubo capilar donde se encuentra la muestra, que es de 2mm , para que la muestra pueda vibrar libremente.

Conociendo la distribución de bobinas a utilizar y las ligaduras existentes, se puede empezar con la fase de diseño.

2.7.2. Características del diseño

A la hora de diseñar las bobinas de un DCS existen tres factores que afectan a la calidad de la señal obtenida por este sistema, son los siguientes [9]:

Sensibilidad La sensibilidad de un instrumento da cuenta de la mínima variación que puede percibir de la magnitud que está midiendo y se denomina con la letra S . Este factor es muy importante en este caso ya que la cantidad de material utilizado es muy pequeña y la amplitud de vibración también, por lo que la variación del flujo magnético que atraviesa el DCS es minúscula; por lo tanto, el diseño óptimo ha de ser aquel que maximice la sensibilidad dentro de los límites fijados.

Dependencia posicional de la sensibilidad La dependencia posicional da cuenta de la variación de la sensibilidad cuando la muestra se desplaza con respecto al origen de referencia del DCS. Se representa con el símbolo ΔS_ξ siendo $\xi = x, y, z$ dependiendo de en qué dirección se realice el desplazamiento. Este efecto es importante minimizarlo cuando se trabaja con muestras de gran tamaño y/o con VSM's biáxicos donde es necesario rotar la muestra y ésta puede no estar perfectamente centrada o presentar algún tipo de asimetría en su forma.

En este caso como se está trabajando con una muestra de un tamaño muy reducido y ésta no rota, minimizar este aspecto no es tan importante como maximizar la sensibilidad del sistema.

“Cross Talk” El “Cross Talk” es un efecto que se produce por la perturbación en la medida de una componente de la imanación producida por la componente perpendicular a ésta, es decir, el efecto que puede producir M_y en la señal de M_x , y viceversa.

Este aspecto, al igual que el anterior, es importante reducirlo cuando se trabaja con un DCS para VSM's en 2D donde ya no trabajamos en el plano XZ. Como en este caso no es así, el Cross Talk es nulo y no es necesario tenerlo en cuenta.

Por lo general, el diseño óptimo de un sistema de bobinas de detección ha de conseguir lo siguiente:

- Maximizar la sensibilidad.
- Minimizar la dependencia posicional de la sensibilidad.
- Minimizar el “Cross Talk”

Imágenes Magnéticas Además de estos aspectos referentes al diseño de las bobinas, existe un fenómeno importante en el que intervienen las piezas polares del electroimán que puede afectar a la sensibilidad del DCS, este efecto es el de las imágenes magnéticas.

Debido al material magnéticamente blando del que están formados las piezas polares, éstas son imanadas por la muestra; por lo tanto, si la muestra vibra, la imanación de los polos lo hará también [17]. Entonces, el DCS recogerá la señal de la muestra y de su imagen por lo que su sensibilidad variará, este fenómeno ocurre en ambos polos y es recursivo, la imagen magnética de un polo puede inducir otra imagen en el otro polo y así construir infinitas imágenes. Como cabría esperar, el efecto de las sucesivas imágenes es despreciable o no existe, teniendo en cuenta las dimensiones del electroimán y que dichas imágenes están cada vez más lejos de las bobinas de detección.

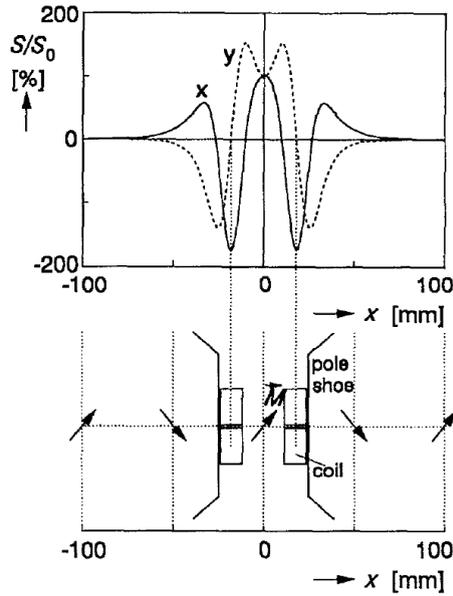


Figura 2.11: Descripción del efecto que tienen las imágenes magnéticas en la sensibilidad del sistema [9].

En la gráfica superior de la figura 2.11 se muestra la sensibilidad del DCS teniendo en cuenta las imágenes magnéticas (en línea discontinua) y la sensibilidad sin tenerlas en cuenta (línea continua). Obsérvese que la máxima variación se produce justamente en la posición que ocupan las bobinas. En la ilustración inferior se muestra el esquema de las imágenes magnéticas y cómo éstas sufren una reflexión con respecto a la imanación de la muestra [9].

Este efecto se puede reducir aumentando la distancia entre el sistema de bobinas y los polos del electroimán. Aún así, aunque sean apreciables, no afecta mucho en las dependencias posicionales por lo que la configuración óptima puede no diferir mucho. También es muy importante tener en cuenta que si se satura el electroimán los efectos pueden ser menores y la sensibilidad puede cambiar según cuál sea el campo aplicado.

En este caso, este fenómeno es despreciable por la baja cantidad de material utilizado.

Así pues, el diseño óptimo únicamente debe de maximizar la sensibilidad del sistema.

2.7.3. Teoría de la sensibilidad de una bobina de inducción

Como el objetivo del sistema óptimo es maximizar su sensibilidad, es necesario obtener una expresión de la sensibilidad de una bobina de inducción y relacionarla con sus dimensiones para obtener así las dimensiones de la bobina óptima.

Para empezar, hay que introducir el concepto del Principio de Reciprocidad [18]. Este principio afirma que la inducción mutua entre dos bobinas es independiente de quién sea la que lleve la corriente I , la expresión del flujo mutuo entre dos bobinas es:

$$\Phi = \int_{S_1} \mu_0 \vec{H}_2 d\vec{S}'_1 \quad (2.2)$$

En esta expresión, es la bobina 2 la que está generando el flujo magnético sobre la bobina 1, si se reemplaza la bobina 1 por un material magnético de magnetización \vec{M}_1 y volumen V_1 , el cambio se traduce en lo siguiente:

$$I d\vec{S}'_1 = \vec{M}_1 dV'_1$$

Entonces, la expresión del flujo mutuo es la siguiente:

$$\Phi = \int_{V_1} \mu_0 \vec{M}_1 \frac{\vec{H}_2}{I} dV_1' = \mu_0 \vec{M} \vec{H}_n V \quad (2.3)$$

Donde \vec{H}_n es el campo generado por la bobina de detección cuando circula una corriente de 1 A. En el magnetómetro, la muestra vibra en dirección del eje Z con una velocidad $v = \frac{dz}{dt}$, la situación es la misma si se realiza un cambio de sistema de referencia sobre la muestra en la que la bobina vibra con la misma velocidad v y la muestra se encuentra en reposo.

Si se aplica la ley de Faraday-Lenz a esta situación se obtiene lo siguiente:

$$-\frac{\partial \Phi}{\partial t} = -\mu_0 \vec{M} \frac{\partial \vec{H}_n}{\partial t} V \quad (2.4)$$

Teniendo en cuenta la velocidad de vibración de la bobina de detección se puede aplicar la regla de la cadena y se obtiene esta expresión:

$$-\frac{\partial \Phi}{\partial t} = -\mu_0 \vec{M} \frac{\partial \vec{H}_n}{\partial z} v V \quad (2.5)$$

En esta expresión, el voltaje inducido es proporcional al término $\frac{\partial \vec{H}_n}{\partial z}$, este término es la sensibilidad de la bobina [9] y da cuenta de la variación del campo aplicado por la bobina a la muestra cuando la primera se desplaza en la dirección Z; cambiando el sistema de referencia y aplicando el principio de reciprocidad, este término da cuenta de la variación del campo aplicado a la bobina por la muestra imanada cuando ésta se desplaza sobre el eje Z. Por lo tanto, el objetivo es conseguir que esta variación sea la máxima posible.

Gracias al principio de reciprocidad, se ha desplazado el problema del campo generado por la muestra al generado por la bobina. De esta manera, se puede relacionar directamente la sensibilidad de la bobina con el campo que genera y a su vez con las dimensiones de ésta.

A continuación, se presentan los parámetros utilizados para definir las dimensiones de la bobina:

- C_d : Diámetro externo de la bobina.
- C_b : Diámetro interno de la bobina.
- C_l : Ancho de la bobina.
- $r = \sqrt{x^2 + z^2}$: Distancia de la muestra al centro de la bobina, siendo (x, z) las coordenadas del centro de la bobina.
- $r_e = \frac{1}{2} \sqrt{(C_l^2 + C_d^2)}$: Radio de la circunferencia circunscrita a la bobina.

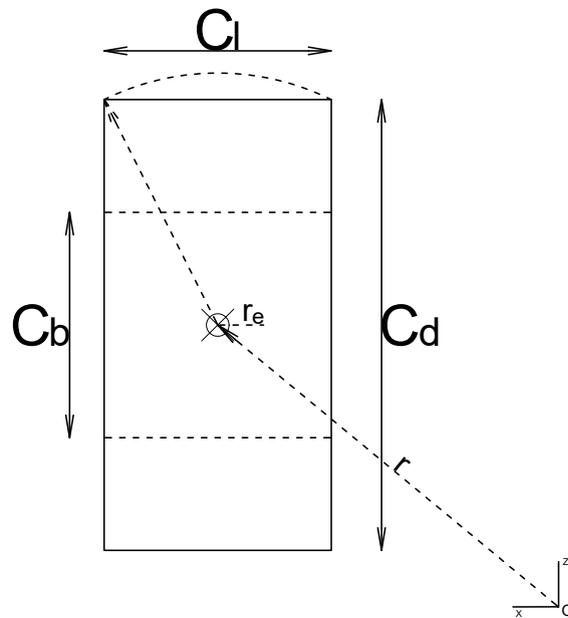


Figura 2.12: Sección transversal de una bobina con las dimensiones definidas.

En la figura 2.12 se pueden distinguir los parámetros dimensionales definidos anteriormente. Además de las dimensiones de la bobina, hay que tener en cuenta la distribución de las cuatro bobinas que forman el DCS, es decir, sus posiciones relativas.

Los parámetros utilizados son los siguientes:

- D_z : Distancia vertical de los centros de las bobinas superiores e inferiores.
- D_x : Distancia horizontal de los centros de las bobinas del lado derecho y del lado izquierdo.
- s_z : Espacio vertical entre las bobinas superiores e inferiores.
- s_x : Espacio horizontal entre las bobinas del lado derecho y del lado izquierdo.

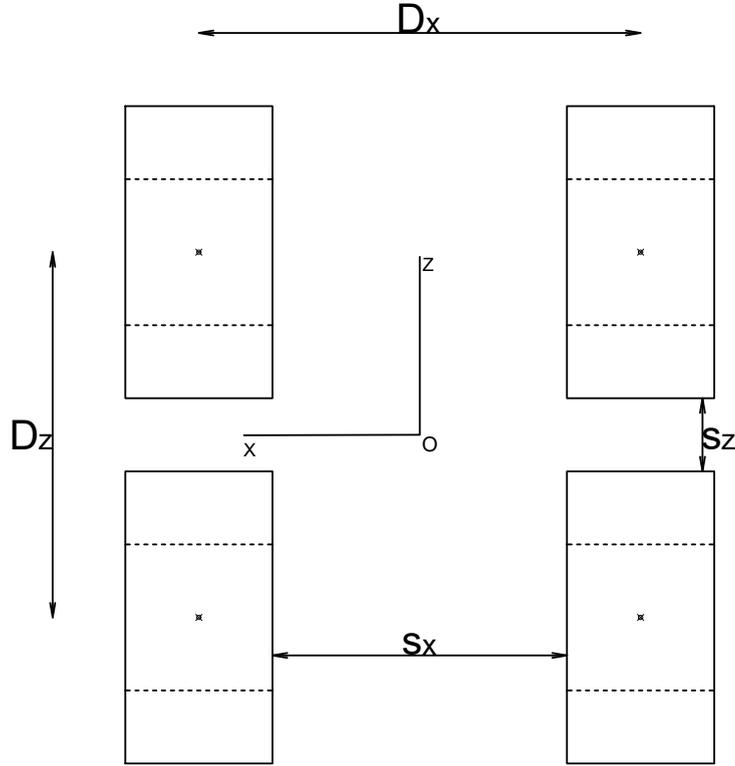


Figura 2.13: Sección transversal de la distribución de las cuatro bobinas

En la figura 2.13 se pueden distinguir los distintos parámetros definidos anteriormente. Como la distribución es simétrica con respecto a la muestra, se pueden obtener las siguientes relaciones entre los parámetros definidos:

$$D_z = C_d + s_z \quad (2.6)$$

$$D_x = C_l + s_x \quad (2.7)$$

$$z = \frac{D_z}{2} \quad (2.8)$$

$$x = \frac{D_x}{2} \quad (2.9)$$

Con los parámetros definidos, se pueden introducir las ligaduras del sistema:

$$2C_d + s_z \leq 25,95 \text{ mm} \quad (2.10)$$

$$s_x = 2x - C_l \geq 2 \text{ mm} \quad (2.11)$$

Habiendo descrito la configuración más general posible del DCS, es posible relacionar los parámetros de las bobinas con la sensibilidad. Como en el magnetómetro no hay corrientes libres se puede hacer uso de potenciales escalares magnéticos para describir el campo magnético de la expresión (2.5).

$$H_{n,\xi} = \frac{N}{a} \frac{\partial V_c}{\partial \xi} \quad (2.12)$$

Donde N/a es la densidad de corriente de la bobina, N es el número de vueltas y a es la sección por la que pasa la corriente y es igual a $\frac{1}{2}(C_d - C_b)C_l$. Suponiendo un bobinado de cable de cobre con un diámetro d , se puede estimar el número de vueltas sin más que coger el área a y dividirlo por el diámetro al cuadrado, entonces, $N = a/d^2 =$ y $N/a = 1/d^2$. ξ es la dirección del campo, es decir, $\xi = x, y, z$.

La expresión del potencial magnético generado por una bobina con su eje en la dirección X y con una densidad corriente unitaria de $1 A/m^2$ es [9]:

$$V_c(x, r) = \sum_{l=1,3,5,\dots} B_l \frac{1}{r^{l+1}} P_l \left(\frac{x}{r} \right) \quad (2.13)$$

Válida únicamente si $r > r_e$, es decir, si la muestra se encuentra en el exterior de la circunferencia de la figura 2.12.

Los primeros tres coeficientes B_l con $l = 1, 3, 5$ son los siguientes:

$$B_1 = \left(\frac{C_b}{2} \right)^4 \frac{\beta}{6} (\alpha^3 - 1) \quad (2.14)$$

$$B_3 = - \left(\frac{C_b}{2} \right)^6 \frac{\beta}{120} [9(\alpha^5 - 1) - 20\beta^2(\alpha^3 - 1)] \quad (2.15)$$

$$B_5 = \left(\frac{C_b}{2} \right)^8 \frac{\beta}{336} [15(\alpha^7 - 1) - 84\beta^2(\alpha^5 - 1) + 56\beta^4(\alpha^3 - 1)] \quad (2.16)$$

Con $\alpha = C_d/C_b$ y $\beta = C_l/C_b$. P_l son los polinomios de Legendre cuya definición es [19]:

$$P_l(z) = \frac{1}{2^l l!} \left(\frac{d}{dz} \right)^l (z^2 - 1)^l \quad (2.17)$$

Haciendo uso de (2.12) y (2.13) y utilizando las propiedades de los polinomios de Legendre [20], se obtiene la expresión de la sensibilidad para una magnetización en dirección X:

$$S_x = \frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{N}{a} \frac{\partial V_c}{\partial x} \right) = \frac{N}{a} \frac{\partial^2}{\partial z \partial x} V_c(x, r) = \frac{N}{a} \sum_{l=1,3,5,\dots} B_l \frac{l+1}{r^{l+3}} \frac{z}{r} P'_{l+2} \left(\frac{x}{r} \right) \quad (2.18)$$

Se observa que la expresión de la sensibilidad es bastante complicada al tener muchos términos y al estar todos los parámetros relacionados entre sí. Para el cálculo de la expresión y la búsqueda del diseño óptimo se ha usado el software Wolfram Mathematica especializado en cálculo simbólico [3] debido a su facilidad de gestionar variables y expresiones y su implementación en graficación de figuras y cálculo diferencial.

2.7.4. Búsqueda de los parámetros óptimos

El cálculo de la expresión de la sensibilidad conlleva unas expresiones muy enrevesadas junto con una derivación de expresiones escritas de forma implícita. Con el fin de simplificar al máximo posible el cálculo se ha utilizado una variable para no realizar ninguna derivación implícita ni reglas de la cadena.

En el proceso de derivación se deriva con respecto a $\frac{x}{r}$ con $r = (x^2 + z^2)^{\frac{1}{2}}$, por lo tanto se hace el siguiente cambio de variable:

$$y = \frac{x}{\sqrt{x^2 + z^2}} \quad (2.19)$$

De esta forma, la derivación se puede hacer directamente; despejando la variable x de esta expresión se obtiene:

$$x = \frac{yz}{\sqrt{1-y^2}} \quad (2.20)$$

Una de las ventajas que tiene utilizar Mathematica es el uso de la función “Manipulate” donde se puede poner una expresión o comando en función de unas variables que el usuario puede modificar mediante controles de manera interactiva y observar el efecto que las variables manipuladas tienen sobre dicha expresión, un ejemplo de esta función se puede ver en la figura A.4 del apéndice.

Debido a las características de la construcción del DCS, la distancia vertical entre las bobinas ha de ser nula, por lo tanto $s_z = 0$, esto simplifica las expresiones (2.6),(2.8) y modifica la ligadura (2.10):

$$D_z = C_d \quad (2.21)$$

$$z = \frac{Dz}{2} = \frac{C_d}{2} \quad (2.22)$$

$$2C_d \leq 25,95 \text{ mm} \quad ; \quad C_d \leq 12,975 \text{ mm} \quad (2.23)$$

$$(2.24)$$

El método utilizado para encontrar el diseño óptimo ha sido utilizar los parámetros C_d , C_b y C_l , relacionados con las dimensiones de una bobina, como variables a manipular para representar la sensibilidad en función de la variable y definida en (2.19) y encontrar el máximo de esta, devolviendo un valor máximo de S_x y el punto y donde se encuentra dicho máximo.

Tras encontrar la configuración que dé la sensibilidad más alta, se ha encontrado el máximo de dicha sensibilidad, obteniendo así el valor de y y mediante la expresión (2.20) y (2.22) se ha obtenido x ; finalmente, mediante la ecuación (2.9) y (2.7) se ha obtenido s_x y se ha comprobado que cumple la ligadura (2.11).

El código utilizado para obtener el diseño óptimo se encuentra en el apéndice A.

Con todas estas herramientas hay que encontrar el diseño que haga que el máximo en la sensibilidad sea el mayor posible, en la figura A.4b se observa un gran mínimo para $y = 0$. Este mínimo (o máximo dependiendo de las dimensiones de la bobina) siempre va a estar presente y representa la situación en la que $x = 0$ y $z = C_d$, es decir, aquella en la que la bobina se encuentra por encima de la muestra; esto implica que tanto por encima como por debajo de la muestra las bobinas están completamente solapadas y, por lo tanto, constituye una solución no aceptable. Por esa razón, se va a obviar ese resultado a la hora de hacer el análisis y se van a buscar máximos a los lados del origen.

Tras estar manipulando los parámetros, el primer fenómeno que se ha visto es que la magnitud de S_x varía considerablemente al modificar solamente el valor de C_d dejando los demás parámetros en un valor inicial como se puede ver en la figura A.4b. Para visualizar este fenómeno, se ha realizado una representación tridimensional de la sensibilidad con C_l y C_b fijos y C_d e y como variables, figura 2.14. En dicha figura se pueden ver las crestas laterales, nótese como dichas crestas aumentan hasta un 300% al variar ligeramente C_d , dando cuenta de la fuerte dependencia de S_x con C_d . La razón por la que ocurre esto es que C_d afecta a la superficie máxima de la bobina y a mayor superficie, mayor flujo magnético puede haber, de ahí su fuerte dependencia con S_x . Se observa además como, en este caso, la cresta presenta un máximo, esto es debido a que C_d también afecta a las propiedades geométricas de la bobina ya que la relación (2.22) indica que la variable z depende exclusivamente de C_d . En la figura 2.14b se observa que la variación de C_d apenas varía la posición de los máximos de la sensibilidad.

Es importante tener en cuenta estas consideraciones ya que para que el diseño óptimo sea válido ha de cumplir no solo la ligadura (2.23), que es fácilmente comprobable, sino también la ligadura (2.11), que depende de x cuyo valor no se conoce directamente pero sí su dependencia con y y z gracias a (2.20).

Para obtener un valor lo suficientemente grande de s_x es necesario obtener un valor de x lo suficientemente grande y un C_l lo suficientemente pequeño, mediante (2.20) se observa que

x depende linealmente de z y y , como se ha indicado anteriormente, el valor y del máximo de la sensibilidad apenas varía con C_d . Por lo que para obtener un valor de x grande se puede aumentar el valor de C_d .

Por esta razón, se ha decidido tomar el máximo valor de C_d (diámetro externo) para maximizar así el valor de x :

$$C_d = 12,975 \text{ mm}$$

El siguiente parámetro que se ha analizado ha sido C_b . Como esta variable es el diámetro interior de la bobina, su efecto sobre la sensibilidad depende de la diferencia que tenga con respecto a C_d ya que, si es muy grande, la variación de superficie es muy pequeña al ir reduciéndose las vueltas de radios más pequeños y, hasta que no se reduzcan las vueltas de los radios más grandes no se empieza a notar la variación en el máximo de la sensibilidad, esto ocurre cuando la diferencia con C_d es pequeña.

Para observar este comportamiento, se ha realizado el mismo estudio que con el parámetro anterior, analizando la sensibilidad en función de y y de C_b dejando los demás parámetros fijos, este comportamiento se observa en la figura 2.15a. En dicha figura se puede observar como la sensibilidad apenas varía cuando el valor de C_b es pequeño pero, a medida que su valor se acerca al de C_d , va disminuyendo cada vez más. En la figura 2.15b se observa que la variación de C_b apenas varía la posición de los máximos de la sensibilidad al igual que C_d salvo cuando su valor es cercano a dicho parámetro.

Por recomendación de los tutores y de cara a su construcción, se ha fijado el valor de C_b (diámetro interno) en 5 mm.

$$C_b = 5 \text{ mm}$$

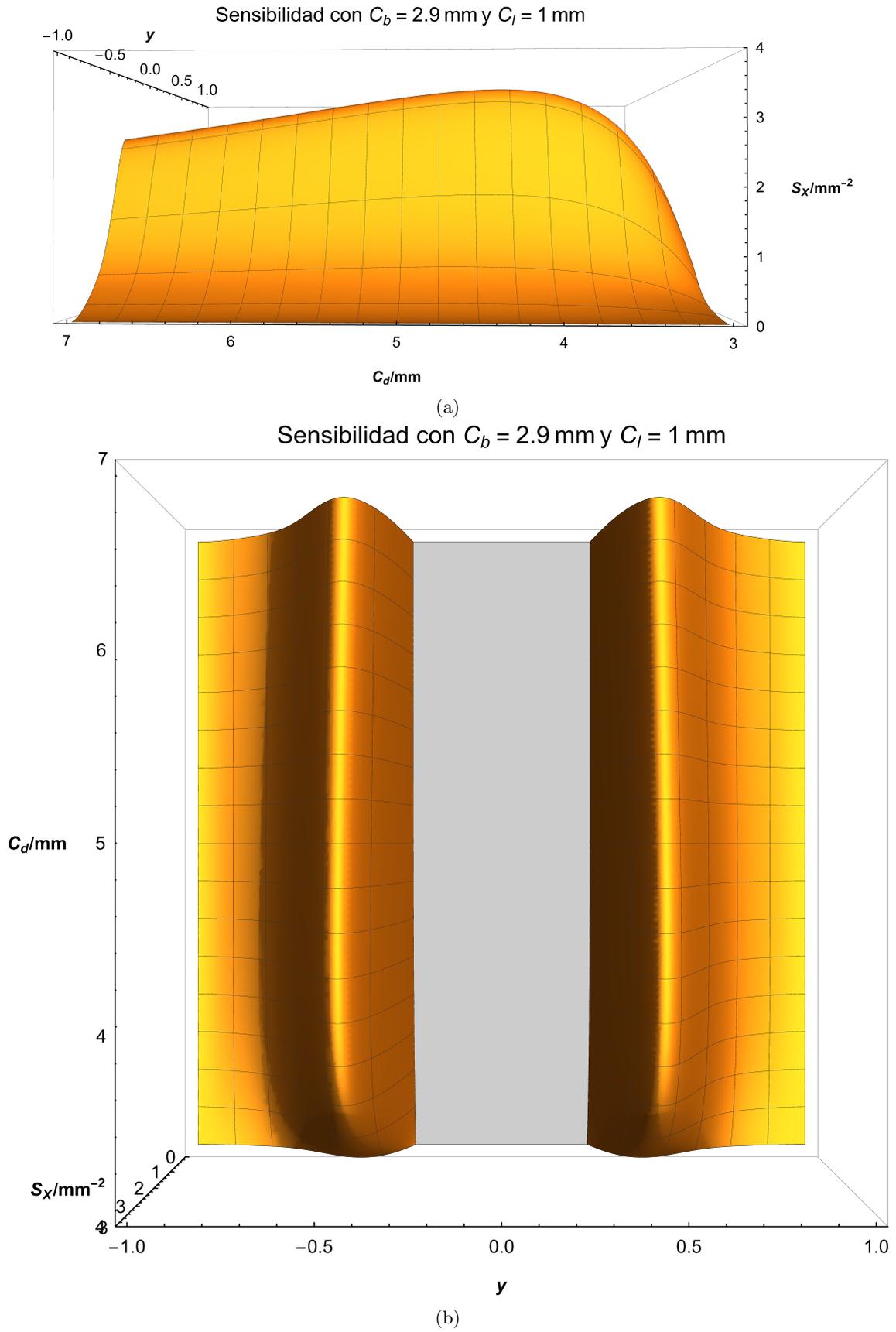


Figura 2.14: Perfil (a) y planta (b) de $S_x(y, C_d)$.

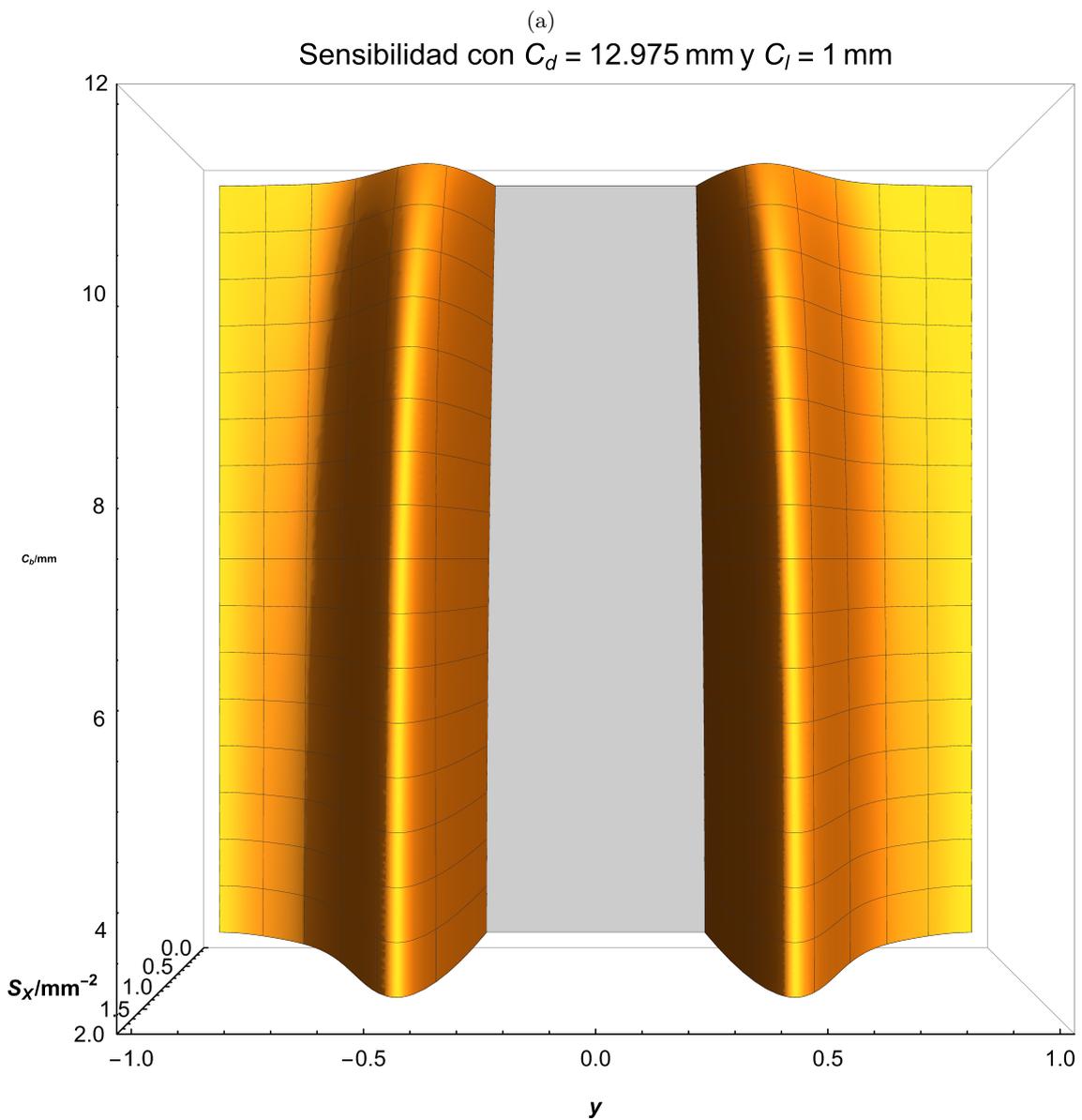
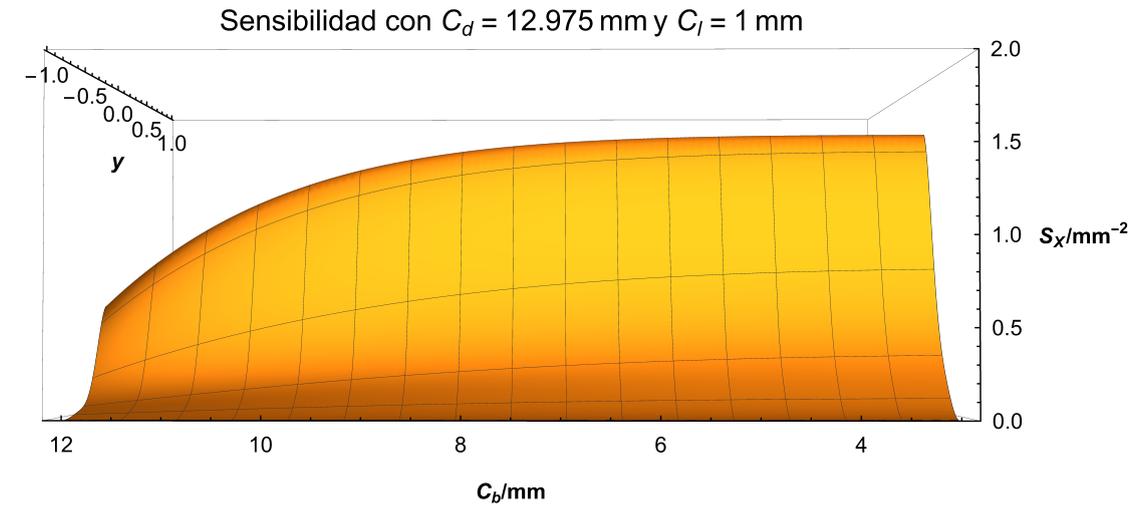


Figura 2.15: Perfil (a) y planta (b) de $S_x(y, C_b)$.

Por último, queda fijar el valor de C_l que, como se ha indicado antes, hay que procurar que sea lo suficientemente pequeño para satisfacer una de las ligaduras. Al igual que con los dos parámetros anteriores, se ha realizado una representación tridimensional de la sensibilidad en función de y y de C_l dejando los demás parámetros fijos.

El parámetro C_l afecta al ancho de la bobina, por lo tanto, aumenta el número de vueltas sin aumentar la superficie efectiva. Entonces, un aumento de C_l implicaría un aumento de la sensibilidad máxima con C_d y C_b fijos, no obstante, en la figura 2.16a se observa un máximo en la sensibilidad máxima seguido de una disminución que no vuelve al anterior máximo hasta que su valor no se duplica. Al igual que con los dos parámetros anteriores, el cambio en las propiedades geométricas que también produce este parámetro puede ser el responsable de este comportamiento. Se observa además en la figura 2.16b que C_l afecta enormemente a la posición y del máximo de la sensibilidad.

Observando este comportamiento, queda claro que el valor óptimo de C_l es aquel donde se observa el máximo en 2.16a, para ello, se ha utilizado una función para encontrar el máximo de la sensibilidad habiendo fijado los valores de C_d y C_b e indicando las coordenadas por donde empezar a buscar, el código utilizado se encuentra en la figura A.5a. La función devuelve un valor $C_l = 4,438\text{ mm}$ e $y = 0,492$.

2.7.5. Resultado Final

Finalmente, habiendo encontrado el valor óptimo de C_l , se ha cogido el valor redondeado para mayor facilidad en su construcción. Por lo tanto, estas son las dimensiones óptimas de la bobina del DCS. Habiendo obtenido el valor de y a través de la función Manipulate, no hay más que utilizar la ecuación (2.20) junto con el valor de C_d para obtener x , y con x y C_l sacar s_x con la ligadura (2.11), los valores obtenidos son los siguientes:

$$\boxed{y = 0,4945 \quad x = 3,69\text{ mm} \quad s_x = 2,88\text{ mm}} \quad (2.25)$$

Con el valor de x y z se obtiene el valor de la distancia r :

$$r = 7,46\text{ mm}$$

Por lo tanto, el diseño encontrado del DCS optimiza la sensibilidad cumpliendo con las ligaduras impuestas externamente y las condiciones de validez de las expresiones utilizadas.

$$\boxed{C_d = 12,975\text{ mm} \quad C_b = 5\text{ mm} \quad C_l = 4,5\text{ mm}} \quad (2.26)$$

Que arrojan el siguiente valor de r_e :

$$r_e = 6,86\text{ mm}$$

Que es menor que r , por lo tanto, la expresión (2.13) es válida y todo lo derivado a partir de ésta también. Hay que tener cuidado con esta afirmación ya que la condición se cumple en el centro del sistema, como la muestra está vibrando si su amplitud es tal que $r < r_e$ no se puede afirmar la validez de las expresiones, este detalle no se ha tenido en cuenta al no poder determinar la amplitud de la vibración.

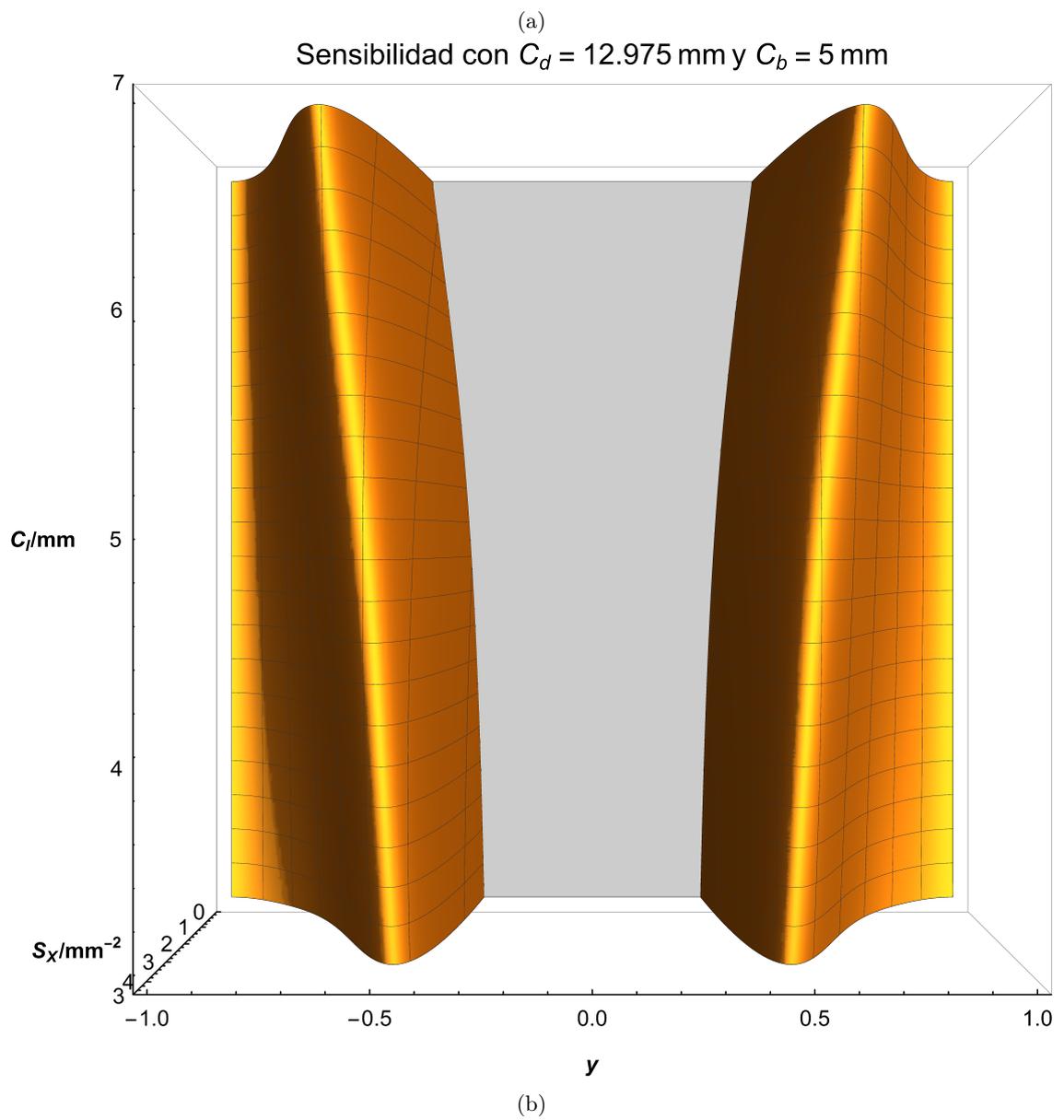
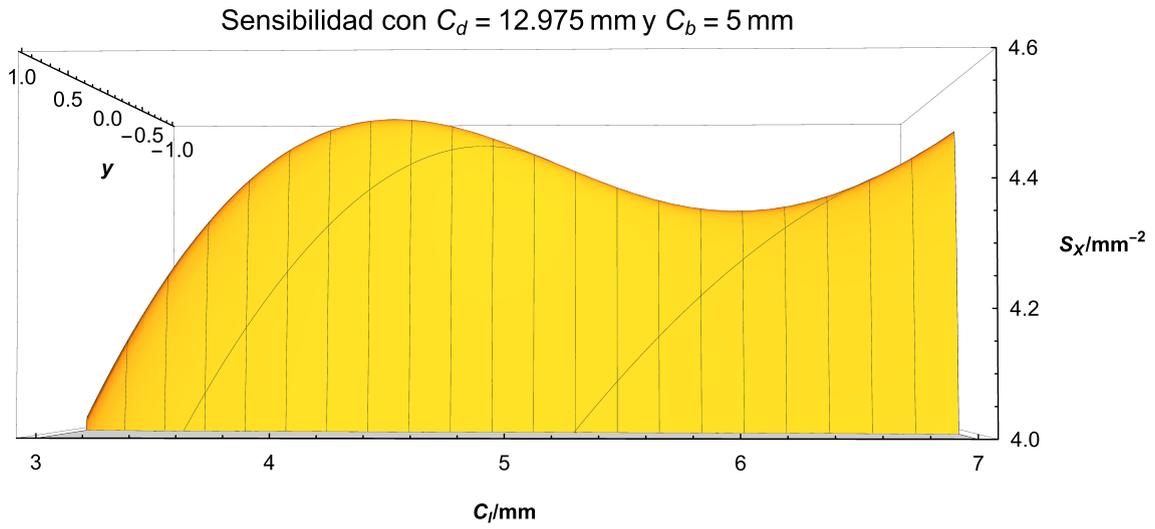


Figura 2.16: Perfil (a) y planta (b) de $S_x(y, C_l)$.

2.8. Lock-In

Por último, tras obtener la señal producida por el DCS, es necesario someterla a diferentes etapas de amplificación y filtrado para obtener la información de la muestra magnética. Para realizar esta tarea, hay que analizar las características de la señal obtenida, que son las siguientes:

- Es de tipo sinusoidal con una frecuencia principal fija correspondiente con la frecuencia de vibración.
- Tiene una intensidad muy baja, del orden de μV .
- Se encuentra en un ambiente con ruido considerable.

Con estas características, el candidato ideal para tratar la señal es un Amplificador Lock-In.

Dentro del filtrado de señales, uno puede pensar que la mejor manera de obtener una señal lo más limpia posible es utilizando un filtro pasa banda centrado en la frecuencia deseada. El principal problema es que se vuelve complicado diseñar un filtro de este tipo con un factor de calidad lo suficientemente grande para no recoger ruido de frecuencias cercanas a la frecuencia de trabajo, la solución a este problema es utilizar un amplificador lock-in.

El amplificador lock-in es un instrumento, presente en muchos laboratorios, que es capaz de obtener la amplitud de una señal que se encuentra inmersa en un ambiente de ruido enorme, o puede obtener una señal alterna con mucha resolución. A continuación se va a explicar, de forma resumida, cuál es su funcionamiento [21]:

Un amplificador lock-in mide la amplitud de una señal sinusoidal que recibe:

$$V_{in} = V_0 \cos(\omega_0 t) + V_n(t) \quad (2.27)$$

Donde $\omega_0 = 2\pi f_0$, siendo f_0 la frecuencia de trabajo, y $V_n(t)$ el ruido de fondo. Para que realice esta tarea es necesario alimentar al amplificador con una señal de referencia de frecuencia f_0 que sea lo más limpia posible, es decir, que esté sincronizada con la señal que queremos filtrar.

El lock-in usa esta señal de referencia para encontrar la señal a medir e ignorar el resto de señales. En el dominio de la frecuencia lo que hace es llevar la frecuencia de la señal a medir a cero Hz, y ahí promediar. Eso equivale a usar un filtro de ancho de banda extremadamente pequeño, además, puede suministrar información sobre la fase de la señal. Este instrumento es especialmente útil cuando dicha señal está rodeada de ruido de fondo de varios órdenes de magnitud superior a la señal que se quiere obtener.

El amplificador lock-in está compuesto por cinco etapas:

1. Amplificador AC: Amplificador de voltaje de corriente alterna, puede estar combinado con algún filtro pasa banda variable para hacer un filtrado inicial.
2. Oscilador controlado por voltaje: Es un oscilador que está sincronizado con una señal de referencia externa en frecuencia y fase. Este oscilador también viene dotado de un circuito desfaseador para cambiar la fase entre la señal generada por el oscilador y la de referencia.
3. PSD (Phase Sensitive Detector): Es el corazón del amplificador, es un circuito que se encarga de multiplicar la señal recibida y la de referencia.
4. Filtro pasa baja: Circuito RC utilizado para filtrar las frecuencias altas y dejar solamente una señal de corriente continua.
5. Amplificador DC: Amplificador de baja frecuencia.

Los cambios que las cinco etapas producen sobre la señal son los siguientes:

La señal de entrada es una señal sinusoidal $V_0 \cos(2\pi f_0 t + \delta)$ que, al hacerla pasar por la fase 1, con una ganancia G_{ac} , se obtiene la siguiente señal:

$$V_{ac}(t) = G_{ac} V_0 \cos(\omega_0 t + \delta) \quad (2.28)$$

En la fase 2 se ha generado una señal con la misma frecuencia que la señal de entrada y fase ϕ que se puede controlar a través del desfasador:

$$V_{osc} = E_0 \cos(\omega_0 t + \phi) \quad (2.29)$$

En la fase 3, la señal V_{ac} y la señal V_{osc} se multiplican dando la siguiente señal:

$$V_{PSD}(t) = G_{ac} V_0 E_0 \cos(\omega_0 t + \delta) \cos(\omega_0 t + \phi) \quad (2.30)$$

A la hora de multiplicar funciones sinusoidales se puede utilizar la siguiente identidad trigonométrica:

$$\cos(\alpha) \cos(\beta) = \frac{1}{2} (\cos(\alpha - \beta) + \cos(\alpha + \beta)) \quad (2.31)$$

Esta expresión indica que cuando dos señales sinusoidales de frecuencias f_1 y f_2 se multiplican, el producto resultante es una suma de dos señales sinusoidales de frecuencias $f_1 + f_2$ y $f_1 - f_2$, en el caso de que tengan la misma frecuencia, las señales resultantes tienen frecuencias $2f_0$ y $f_0 - f_0 = 0$.

Utilizando la ecuación (2.31) sobre (2.30) se obtiene esta expresión:

$$V_{PSD} = \frac{1}{2} G_{ac} V_0 E_0 [\cos(\delta - \phi) + \cos(2\omega_0 t + \delta + \phi)] \quad (2.32)$$

Para obtener el valor de V_0 , en la fase 4 se elimina la componente de frecuencia $2f_0$ mediante el filtro pasa baja y solamente queda la componente continua. Finalmente, en la fase 5 se amplifica la señal con el amplificador DC con ganancia G_{dc} y el resultado final es:

$$V_{out} = \frac{1}{2} G_{dc} G_{ac} E_0 V_0 \cos(\delta - \phi) \quad (2.33)$$

Al operar el amplificador, hay que encontrar la fase ϕ que maximice V_{out} , es decir, que haga que $\delta - \phi = 0$, de esta manera se obtiene además la diferencia de fase relativa entre la señal de entrada y el oscilador.

Conociendo los valores de las ganancias de los amplificadores y los parámetros utilizados en el oscilador, se puede obtener el valor deseado de V_0 . Este proceso ignora en gran medida el ruido que la señal pueda tener ya que su espectro en frecuencias está distribuido uniformemente y este método solamente se centra en la frecuencia f_0 con un factor de calidad Q dependiente de cuánto tiempo se esté tomando la medida, cuanto mayor sea, mayor será el factor de calidad. Es tarea del experimentador el manipular los valores de ganancia de los amplificadores y las constantes de tiempo de las medidas para obtener la señal de mejor calidad adecuándose a las características de cada experimento.

Para este proyecto, en un principio se decidió utilizar un amplificador lock-in analógico Ithaco Dynatrac 391 A. Aunque el funcionamiento era bueno, se decidió prescindir del instrumento para implementarlo en software, ya que mejoraba mucho la flexibilidad y no aumentaba el ruido. Dicha implementación se encuentra en la sección 4.3 del capítulo 4.



Figura 2.17: Imagen del amplificador lock-in que se iba a utilizar en un principio.

En los distintos diales de la figura 2.17 se pueden ver la entrada y salida de la señal, la constante de tiempo y la entrada de referencia del oscilador así como el dial de fase. Este amplificador permite variar las ganancias de las etapas de amplificación utilizando varios modos de funcionamiento. Nótese que al ser analógico no hay ninguna manera de controlar ni programar los parámetros desde un ordenador, esa es una de las razones por las que se decidió prescindir de este instrumento e implementar su funcionamiento de forma digital.

Estas son todas las consideraciones referidas al diseño que se han tomado para preparar el montaje experimental del magnetómetro de muestra vibrante.

Capítulo 3

Montaje experimental

En este capítulo se describen los elementos y procesos que conforman el montaje experimental teniendo en cuenta todos los aspectos que reduzcan el ruido y maximicen la calidad del magnetómetro. Inicialmente, se aborda las construcciones de la interfaz que permita obtener todas las señales del transductor y del soporte del DCS diseñado en el capítulo anterior. Más adelante, se describe la preparación de las conexiones del sistema de clavijas y el proceso de la preparación de la muestra para, finalmente, mostrar todo el montaje experimental final.

Tras haber definido las funciones de cada parte que compone el magnetómetro en el capítulo anterior, es momento de relacionar los distintos elementos entre sí para construir el instrumento. En la figura 3.1 se observan todos los elementos que conforman el montaje experimental junto con las señales y relaciones entre ellos.

3.1. Construcción de la interfaz del transductor

Empezando por el transductor, este elemento tiene las siguientes relaciones:

- Recibir la alimentación de 12 voltios de una fuente externa.
- Recibir la señal de vibración del canal de salida del DAQ.
- Mandar la señal de realimentación a un canal de entrada del DAQ.

Estas tres señales viajan a través de una conexión de nueve pines. Para hacer que logren su cometido, hay que construir una interfaz que permita extraer la información de la conexión para enviarla al DAQ y a una fuente de alimentación que haga que el transductor funcione.

Para empezar, hay que conocer qué transmite cada pin, para ello, uno de los tutores desmontó la interfaz y el alumno extrajo la conexión para estudiarla en un banco de pruebas externo. En dicho banco, el tutor determinó qué función desempeñaba cada pin.



Figura 3.2: Parte anterior de la conexión del transductor.

En la figura 3.2 se pueden observar las posiciones de los pines y su distribución donde cada pin está indicado con una letra impresa en el plástico.

Se ha construido un dispositivo que hace de interfaz entre el transductor y el resto de elementos con los que está relacionado a partir de una fuente de alimentación. Dicha fuente está en una carcasa de aluminio que se ha utilizado para alojar todas las conexiones del transductor y hacer de interfaz entre éste y los demás elementos con los que está relacionado. La conexión del transductor fue insertada en la carcasa por uno de los tutores y las conexiones fueron realizadas por el alumno.

La función de cada pin, el código de colores de las conexiones y los elementos de la carcasa a la que están conectadas son las siguientes:

Pin	Función del transductor	Código de color	Conexión
A	Señal de la bobina de detección	Gris y rosa	Toma coaxial
B	Toma de tierra de la bobina de detección	Rosa y marrón	Referencia de la toma coaxial
C	Toma negativa de la alimentación	Blanco y amarillo	Toma negativa de la fuente de alimentación
J	Toma positiva de la alimentación	Rojo y azul	Toma positiva de la fuente de alimentación
F	Toma a tierra de la alimentación	Amarillo y marrón	Referencia a tierra de la fuente de alimentación
E	Señal de la bobina de actuación	Negro	Conexión frontal izquierda
K	Conexión aislada	Blanco y verde	Referencia a tierra de la fuente de alimentación
D y H	Conexiones no utilizadas		

Tabla 3.1: Tabla donde se muestra el pin de la conexión por su letra, la función que desempeña, el color del cable utilizado para dicho pin y la conexión con el elemento de la fuente de alimentación.

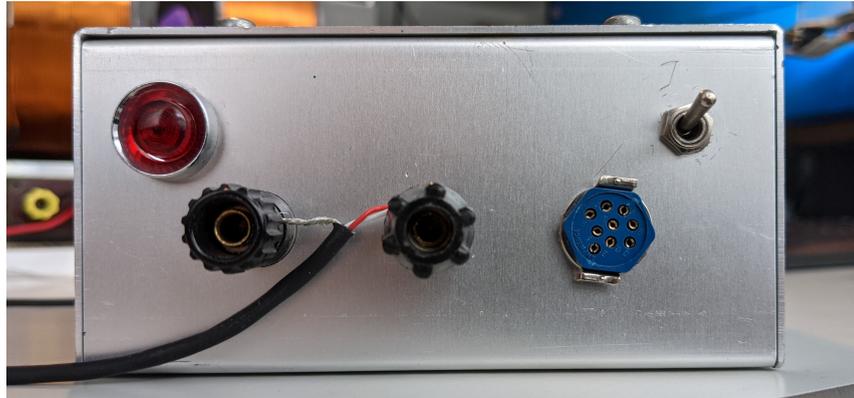
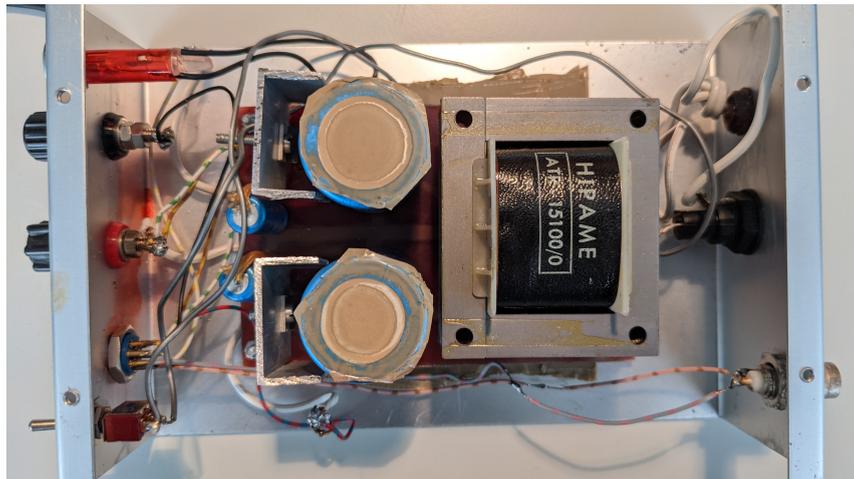
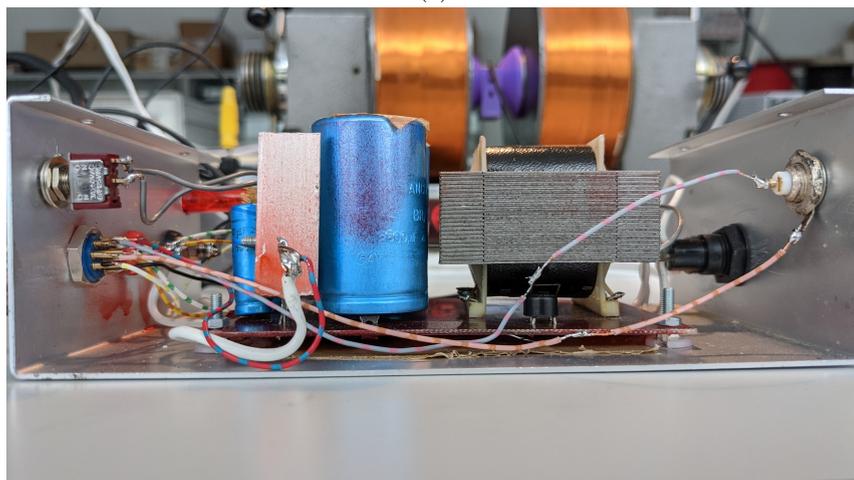


Figura 3.3: Aspecto externo de la interfaz con las conexiones utilizadas. La conexión izquierda es la entrada de la señal de actuación y la conexión central es la de referencia a tierra.



(a)



(b)

Figura 3.4: Planta (a) y perfil (b) de la interfaz con la carcasa quitada.

En la figura 3.4 se pueden observar los elementos que conforman la fuente de alimentación junto

con las conexiones realizadas. El código de colores y la función de cada conexión se encuentran en la tabla 3.1. Tras probar las conexiones realizadas y observar que funcionaba todo correctamente, se dio por finalizada la construcción de la interfaz del transductor.

3.2. Construcción del DCS

Tras encontrar el diseño óptimo del DCS, se empezó con la fase de construcción. La idea para construir el sistema de bobinas, propuesta por los tutores, fue la de utilizar dos cilindros macizos de teflón, tornearlos para obtener las dimensiones deseadas y realizar el orificio para la vibración de la muestra mediante fresado.

3.2.1. Torneado y fresado

Debido a la nula experiencia del alumno con los procesos de torneado y fresado, toda esta parte de la construcción fue realizada por el mismo tutor referenciado anteriormente.

Tras realizar la construcción, las medidas finales fueron las siguientes:

$$\boxed{C_d = 13,15 \text{ mm} \quad C_b = 5 \text{ mm} \quad C_l = 4 \text{ mm} \quad s_x = 3 \text{ mm}} \quad (3.1)$$

Esta configuración no cumple con la primera ligadura (2.23) ya que el tamaño del DCS es superior al diámetro de las piezas polares. No obstante, como en el proceso de bobinado nunca se va a rebasar la estructura de teflón, el diámetro real de la bobina va a ser menor que C_d .

Utilizando todo lo desarrollado en la sección 2.7 del capítulo anterior, se puede calcular la sensibilidad para el sistema real:

Con todos los parámetros fijados, el valor de la variable y y de la sensibilidad S_x es:

$$\boxed{y = 0,470 \quad S_x(0,47) = 4,466 \text{ mm}^{-2}} \quad (3.2)$$

Que se diferencia en un 0,19% con respecto a la sensibilidad máxima con los parámetros definidos, siendo un resultado completamente aceptable.

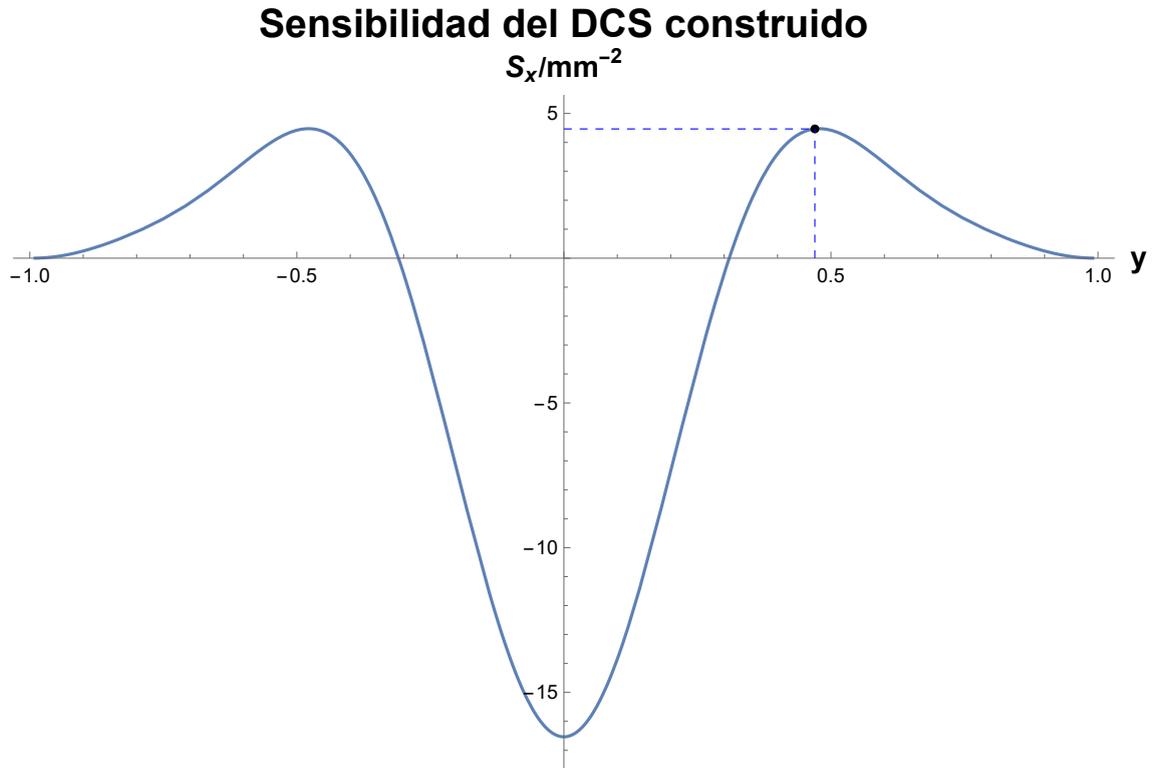


Figura 3.5: Sensibilidad de la bobina del DCS construido junto con el punto asociado a la posición de su centro con respecto al centro del sistema.

Finalmente, se practicó un orificio de 3 mm en el eje de la carcasa para su bobinado.

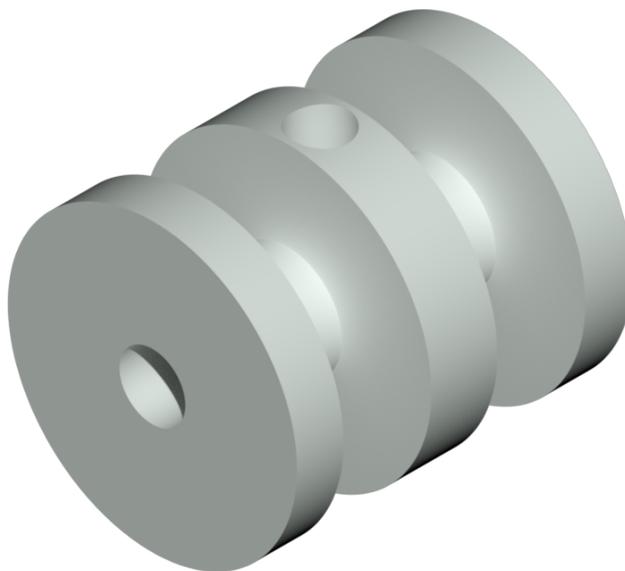
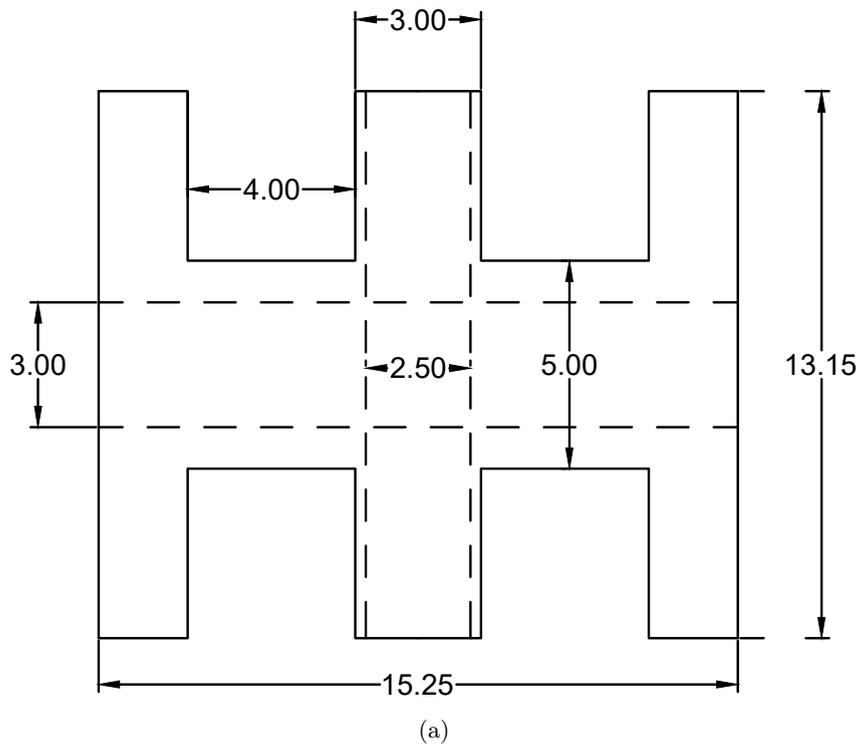


Figura 3.6: Sección transversal (a) y representación gráfica en perspectiva (b) de uno de los cilindros de teflón que forman la carcasa del DCS. Cada uno aloja dos bobinas en sus hendiduras y la carcasa en su totalidad consiste en ambos cilindros, uno encima del otro, con el eje de vibración alineado.

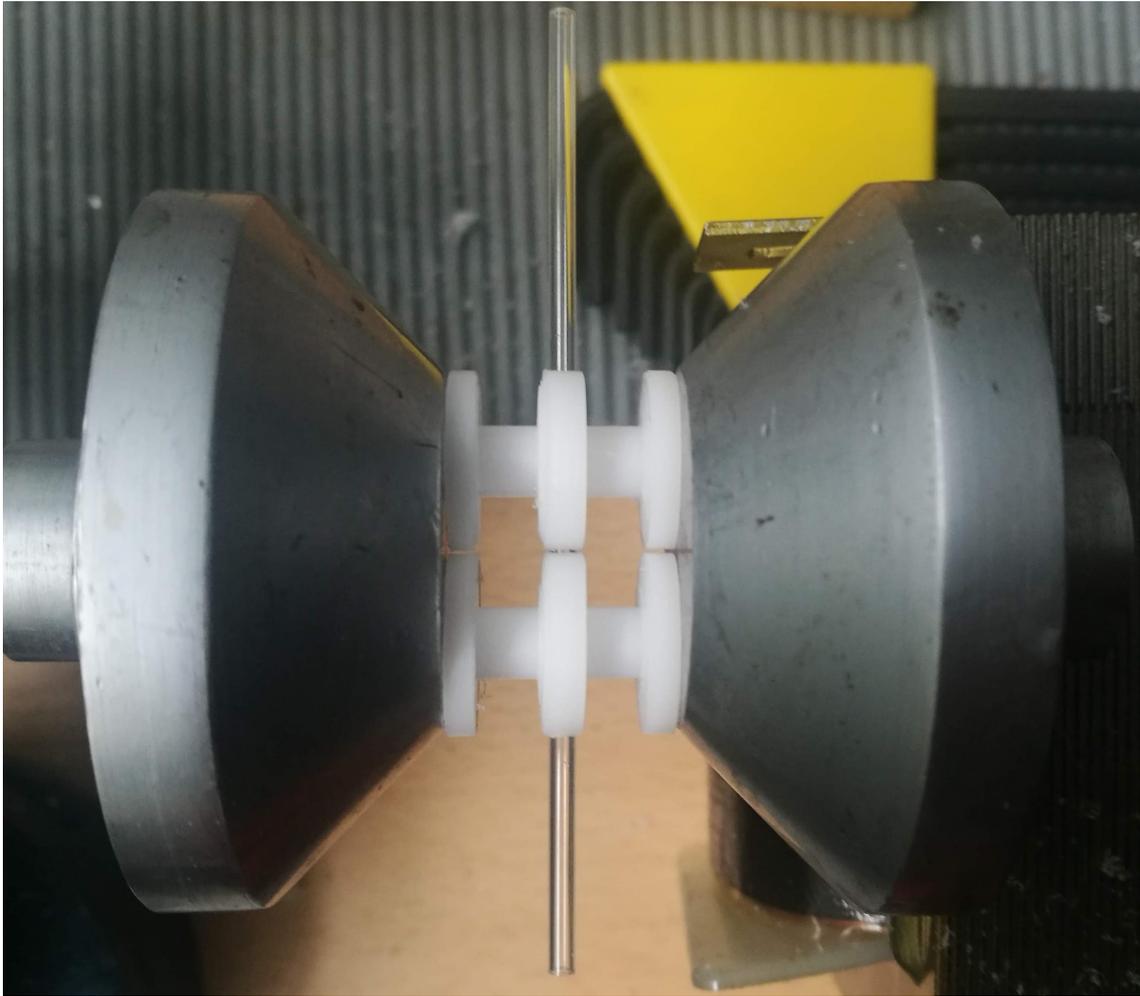


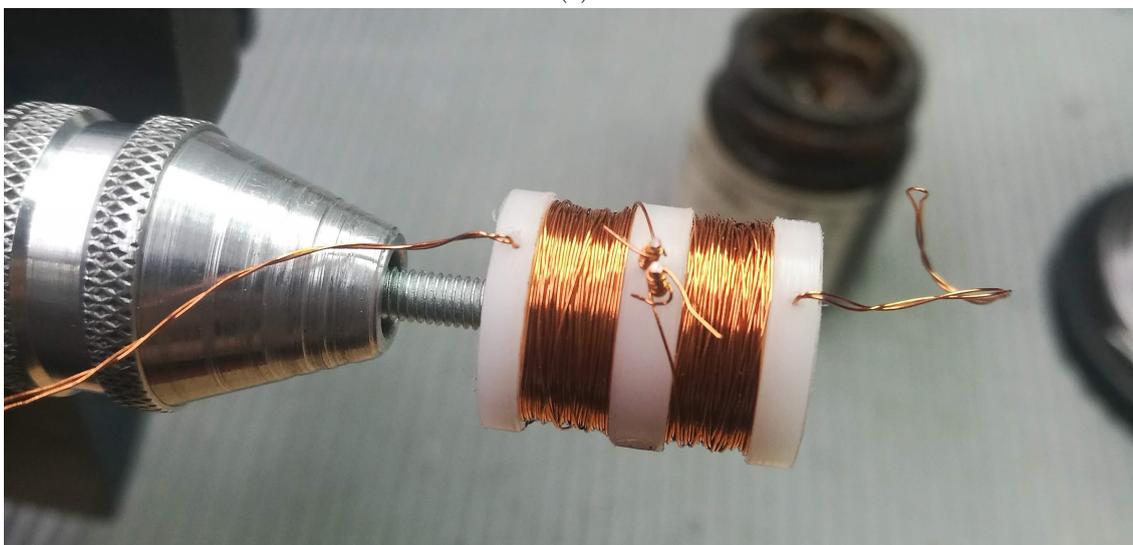
Figura 3.7: Carcasa del DCS construida entre las piezas polares con un tubo capilar atravesado.

3.2.2. Bobinado

El DCS ha sido bobinado con un cable de cobre de 0.15 mm de diámetro, para ello, se ha utilizado el orificio de 3 mm del eje para atornillarlo a una cortadora Dremel y hacer girar la carcasa para realizar el enrollado del cable. En este proceso, el alumno bobinó dos de las bobinas y otro de los tutores las otras dos.



(a)



(b)

Figura 3.8: Carcasa del DCS atornillada a una cortadora Dremel justo antes de empezar a bobinar (a) y carcasa del DCS ya bobinada por el alumno (b).

Obsérvese las incisiones minúsculas a un lado de la hendidura con un hilo de cobre de la figura 3.8a, dichas incisiones se realizaron para fijar los terminales y para pasar el cable por un lado para empezar a bobinar. En la figura 3.8b dichos terminales están a los lados y, en la parte central, han sido anclados a una varilla de aluminio insertada en las incisiones centrales.

3.2.3. Equilibrado

Finalmente, tras haber bobinado el DCS, hay que conectar las cuatro bobinas entre sí correctamente para obtener la señal conjunta de éstas. Este proceso se llama equilibrado y lo que busca es obtener la máxima señal posible y eliminar la influencia de cualquier fluctuación del campo uniforme generado por el electroimán. Esta fluctuación ha de ser homogénea, es decir, que afecte a las cuatro bobinas de la misma manera, por lo tanto, ha de ser una variación temporal del campo debido al ruido generado por la fuente de alimentación. Para esta distribución de cuatro bobinas,

la polarización idónea para conseguir esto es la siguiente [9, 15]:

1. El par de bobinas superior e inferior han de estar conectados entre sí en serie con la misma polarización.
2. El par de bobinas superior ha de tener la polarización contraria al par de bobinas inferior.

Estas condiciones aseguran que, ante una fluctuación homogénea, como el flujo entre el par de bobinas superior y el inferior es opuesto, el voltaje inducido resultante es nulo y que, cuando la muestra se acerca a un par de bobinas, se aleja de las otras dos, por lo tanto, sus variaciones de flujo tienen signos contrarios y, como sus flujos son opuestos, la variación total resulta ser la suma de ambas señales.

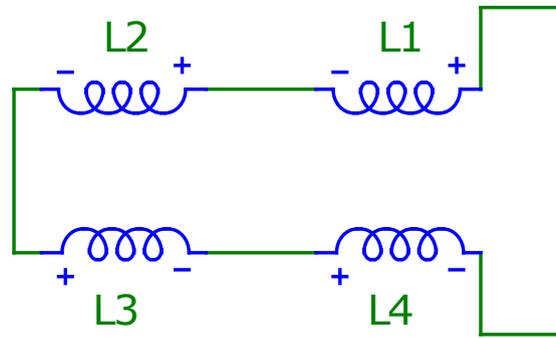


Figura 3.9: Esquema de las bobinas con sus conexiones y direcciones de enrollamiento.

En la figura 3.9 se observa que las bobinas están conectadas en serie y que las direcciones de enrollamiento del par superior son opuestas al del par inferior, esto garantiza las condiciones mencionadas anteriormente.

Para que el equilibrado esté bien hecho, hay que conseguir que el voltaje inducido por cada bobina sea el mismo. Para ello, se ha utilizado un montaje de bobinas de Helmholtz para generar un campo uniforme y se ha utilizado un generador de señales para hacer oscilar dicho campo. Uno a uno, se han medido los voltajes inducidos por cada bobina, se ha reducido un número de espiras determinado y se ha vuelto a medir el voltaje inducido que, en principio, es menor, obteniendo así una relación entre la reducción del voltaje inducido y la reducción del número de vueltas de cobre.

Durante este proceso, la fragilidad del enrollamiento de las bobinas ha dado ciertos problemas ya que dos fueron rebobinadas debido a que el enrollamiento se rompió en la doblez de uno de los terminales que se puede ver en la figura 3.8a.

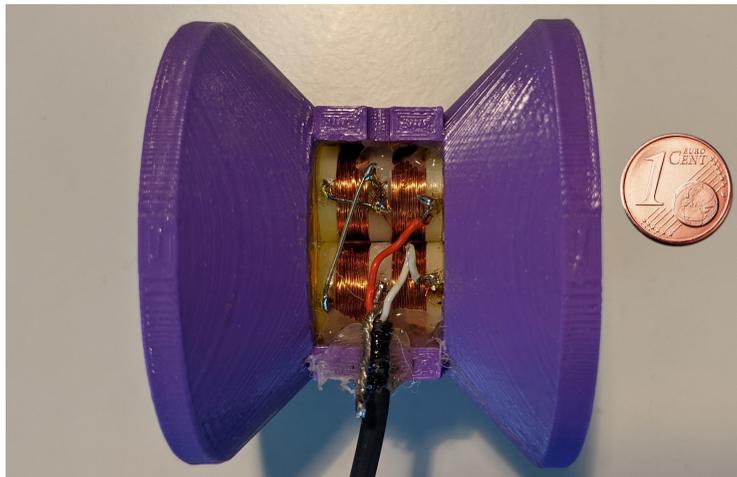
Finalmente, se consiguió equilibrar el sistema en su conjunto obteniendo una señal total prácticamente nula, de un 1% con respecto a la señal de una sola bobina. Debido al tamaño y a la complejidad de las conexiones, todo el proceso de equilibrado no fue realizado por el alumno debido a su falta de experiencia en técnicas de soldadura.

3.2.4. Colocación

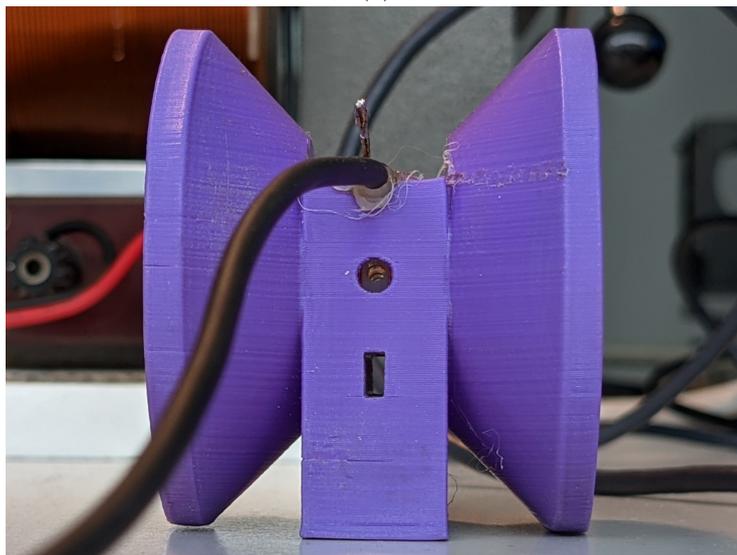
Tras haber realizado las conexiones del DCS correctamente, hay que colocarlo entre las piezas polares de tal manera que quede completamente fijo y haya espacio para colocar la sonda de efecto Hall y medir el campo magnético aplicado. Para ello, el grupo de investigación diseñó e imprimió un soporte en tres dimensiones amoldado perfectamente a las piezas polares del electroimán y al DCS. La colocación del DCS en el soporte fue realizada por los tutores. Finalmente, este va a ser el sistema que se va a encargar de detectar el flujo generado por la muestra.



(a)



(b)



(c)

Figura 3.10: Perfil (a), planta (b) y alzado (c) del montaje final del DCS tras haber finalizado todos los procesos de su construcción. Se ha insertado una moneda de un céntimo a escala en (b) para apreciar el tamaño del dispositivo.

3.2.5. Amplificación

Tras obtener la señal generada por el DCS y ver que apenas contenía ruido, se decidió utilizar un amplificador y mandar la señal directamente al DAQ para su procesado mediante la implementación de un Lock-In digital.

El amplificador utilizado presenta dos etapas de amplificación 20dB de ganancia cada uno, es decir, que tienen un factor de 10 sobre la señal, como se han puesto en serie, el factor de ganancia sobre la señal es de 100. Para implementar este sistema de amplificación al sistema se introdujo en una carcasa protectora con una toma de apantallamiento conectada al núcleo del electroimán y se prepararon las conexiones necesarias para garantizar su correcto funcionamiento.

Este amplificador requiere de una alimentación de 12 voltios que es suministrada por una batería externa, de esta manera, no se introduce ninguna interferencia de la red eléctrica y se garantiza que la señal del DCS es lo más limpia posible antes de ser medida por el DAQ.

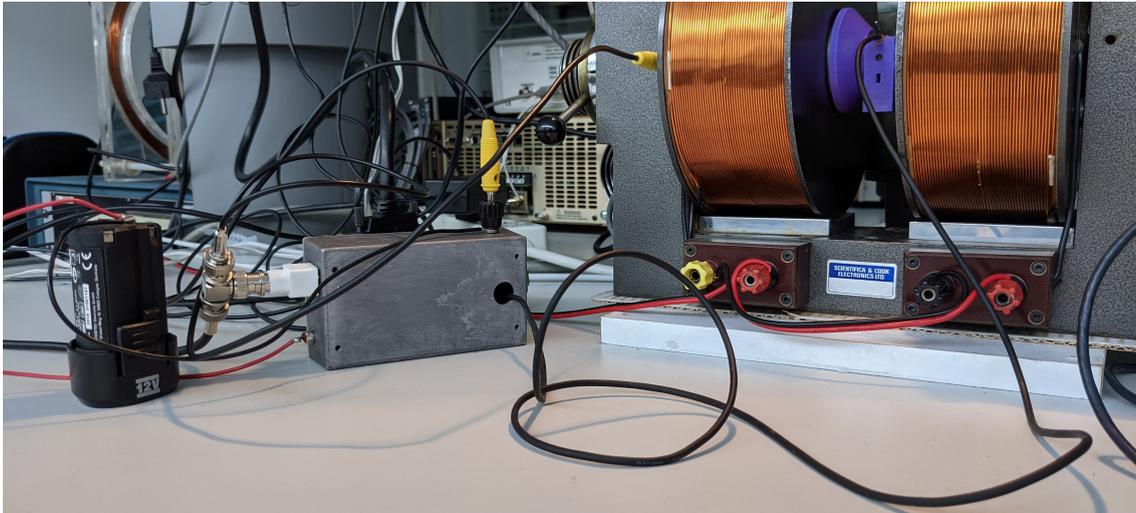


Figura 3.11: Amplificador (carcasa metálica) utilizado para aumentar la señal del DCS antes de ser detectada por el DAQ junto con una batería de 12 voltios, conectada mediante unas láminas de cobre.

3.3. Configuración del sistema de clavijas del DAQ

El DAQ, para relacionarse con los demás elementos del magnetómetro, ha usado los siguientes canales de entrada y salida:

3.3.1. Canales de entrada

Se han utilizado dos canales de entrada: el número dos para la señal de la bobina de detección del transductor, proveniente de la salida coaxial de la interfaz; y el número uno para la señal del DCS, previamente amplificada.

Tras observar que la señal de la bobina de detección presentaba un ruido considerable debido a la interferencia de los demás aparatos conectados a la instalación eléctrica, se conectó una capacidad de 200 nF en paralelo con el canal número 2 para filtrar el ruido de alta frecuencia, consiguiendo una señal más limpia.

3.3.2. Canales de salida

Se ha utilizado un canal de salida para transmitir la señal de vibración al transductor. Como en un principio se quiso implementar un sistema para controlar tanto la vibración como el punto

de equilibrio de la muestra, se hizo uso del otro canal para transmitir una corriente continua y hacer de Offset. Para ello, se utilizaron dos resistencias de gran valor para poner en paralelo con cada señal. De esta manera se consiguió que la impedancia de ambas señales fuera prácticamente resistiva y se pudieran sumar sus intensidades obteniendo el resultado deseado.

Se han utilizado resistencias con un valor de $R = 1k\Omega$, la principal desventaja es que la amplitud de la señal de vibración se ha reducido un 55 % con respecto al valor inicial. Un aspecto importante que había que tener en cuenta es que, al variar el Offset, la señal de la bobina detectora varía ya que la posición relativa del imán del transductor y ambas bobinas cambia; por lo tanto, fue necesario observar esa variación a distintas frecuencias para obtener unas curvas de calibración y ajustar la amplitud de la señal para que fuera constante sin importar el Offset aplicado. No obstante, a pesar de que se hizo un estudio, no se ha utilizado el Offset a la hora de realizar los experimentos. Aun así, se ha mantenido la conexión en paralelo de las resistencias ya que no ha sido necesario aumentar la amplitud de la señal de vibración.

3.3.3. Canal de disparo

Se ha utilizado una fuente de disparo para sincronizar la toma de medidas con la señal de la bobina de detección, la configuración del disparo y los demás detalles relativos a la adquisición de datos se encuentran en la sección 4.2 del capítulo 4.

Es necesario conocer qué clavijas hay que utilizar para conectar las señales de los distintos elementos a los canales correspondientes, la configuración de los pines utilizados es la siguiente [6]:

AIH101	1	35	AIL 101
AIH102	2	36	AIL 102
AIH103	3	37	AIL 103
AIH104	4	38	AIL 104
EXTA_TRIG	5	39	AI_GND
AO202	6	40	AO_GND
AO201	7	41	AO_GND

Figura 3.12: Configuración de las clavijas del DAQ, cada canal está asociado al número de clavija que está indicado en el clavijero [6].

En total, se han utilizado nueve clavijas, indicadas por su número, que son las siguientes:

- 1 y 35 para el canal de entrada 1.
- 2 y 36 para el canal de entrada 2.
- 5 para el canal del disparo externo.
- 39 para la referencia a tierra de los canales de entrada.
- 6 y 7 para los canales de salida 2 y 1, respectivamente.
- 41 para la referencia a tierra de los canales de salida.

El montaje final ha sido el siguiente:

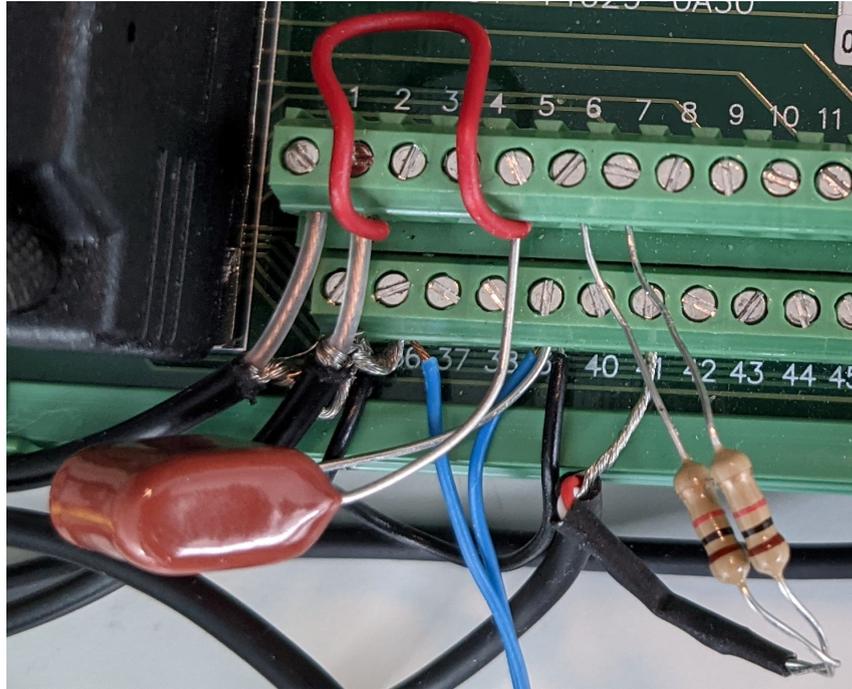


Figura 3.13: Conexiones realizadas en el clavijero para transmitir la señal de todos los canales del DAQ ya mencionados.

La preparación de las conexiones (inserción de recubrimientos de plásticos protectores y preparado de cables) de la figura 3.13 fue realizada por los tutores.

3.4. Preparación de la muestra

3.4.1. Tubo capilar

La muestra debe de estar ocupando el mínimo espacio posible y ha de estar compactada de tal modo que no pueda desplazarse por el tubo capilar mientras vibra. Para la preparación del tubo capilar se ha procedido como sigue: se ha utilizado cinta de teflón que se ha introducido en el tubo y se ha compactado para que funcione a modo de retén. Acto seguido, se ha introducido la muestra en polvo hundiendo el tubo capilar por el lado sin teflón en la muestra y depositándola sobre el tapón de teflón. Después de depositar la muestra, se ha pesado habiendo tarado previamente el tubo capilar con el teflón y, finalmente, se ha introducido otra cinta de teflón para taponar por el otro lado del tubo y compactar la muestra. Todo este procedimiento fue indicado al alumno que preparó las muestras.

3.4.2. Soporte

Para asegurar que la vibración del transductor se transmite completamente, se ha utilizado un soporte formado por un adaptador que se enrosca en el eje del transductor y una varilla de fibra de carbono que conecta el adaptador con el tubo capilar. Para dejar todo libre de deslizamientos, se ha fijado el tubo capilar con el soporte mediante un plástico termo-retráctil.



Figura 3.14: Muestra entubada y conectada al soporte.

En la figura 3.14 se observan los tapones de teflón y el borde de la varilla de fibra de carbono. Aunque en la imagen pueda parecer que hay tres tapones de teflón, resulta que el tapón de la derecha al introducirse en el tubo capilar ha ido arrastrando material magnético depositado en las paredes del tubo y ha quedado cubierto. Este detalle no se ha considerado problemático debido a la ínfima cantidad de material que supone.

3.4.3. Alineación

Tras haber preparado la muestra en su soporte y haberla conectado al transductor, es necesario alinear el eje del transductor con el eje del DCS para que la muestra vibre libremente. Haciendo uso del raíl sobre el que se desplaza el transductor y ajustando el soporte del DCS se ha podido realizar la alineación. Además, hay que posicionar la muestra en el punto medio del DCS donde se obtiene la máxima señal, para ello, se ha hecho uso del osciloscopio Agilent DSO-x 2002A para observar la señal del DCS en tiempo real mientras se ha realizado el proceso de alineación. Tras finalizar este proceso, se tiene garantizado que el instrumento está funcionando tal y como ha sido diseñado.

3.5. Resultado final del montaje experimental

Tras haber relacionado todos los elementos entre sí, el montaje final ha sido el siguiente

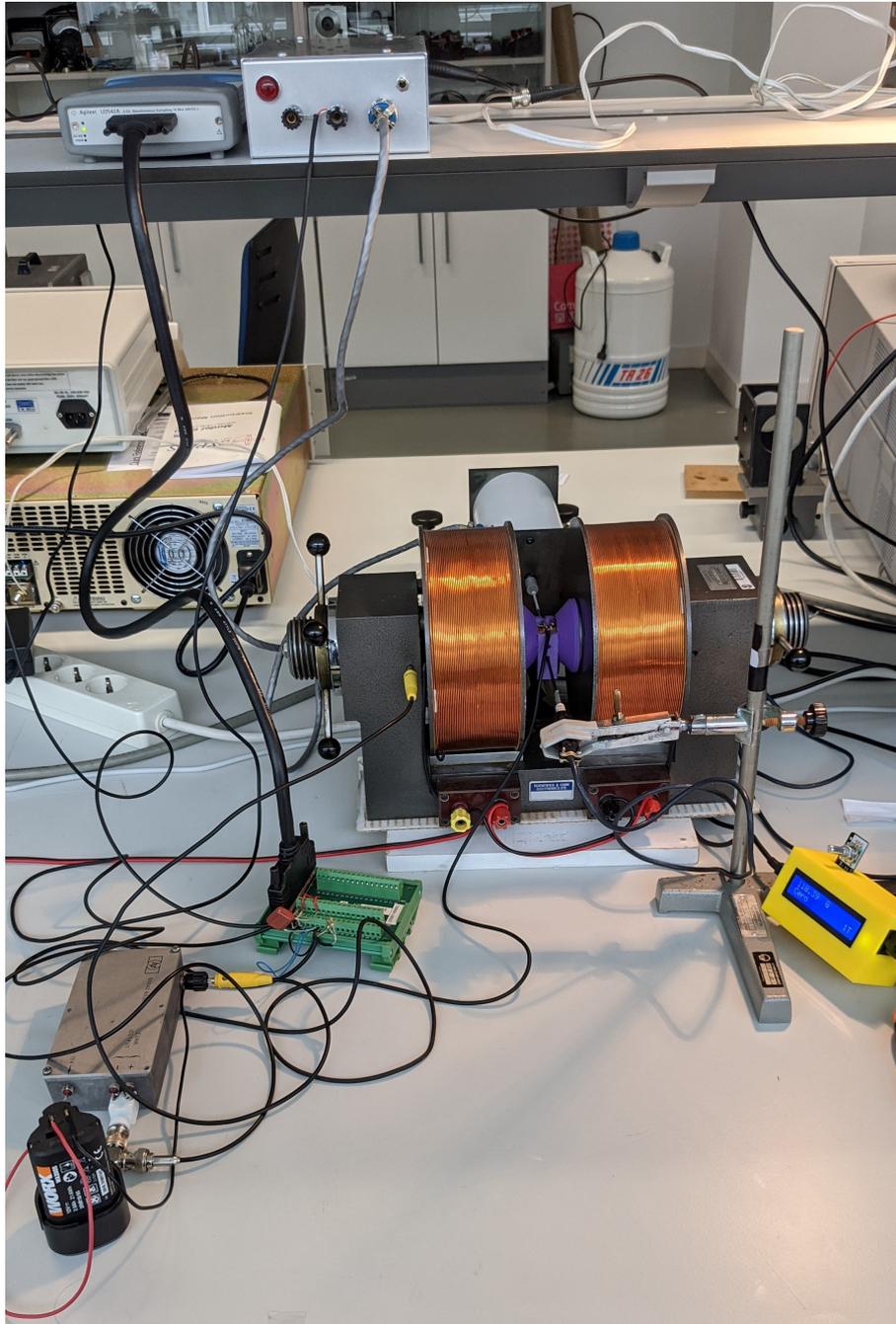


Figura 3.15: Magnetómetro de Muestra Vibrante construido en funcionamiento.

En la figura 3.15 se pueden ver los elementos ya explicados conectados entre sí. La reducción de las vibraciones mecánicas es un aspecto importante a tener en cuenta, por esta razón, la fuente de alimentación se encuentra en una superficie distinta para aislar del instrumento las vibraciones que genera estando en funcionamiento. Además, se ha elegido la dirección de vibración horizontal ya que en esta configuración se minimizan las vibraciones mecánicas debido a que, si se utilizara

una configuración vertical, las vibraciones serían superiores por la falta de dureza estructural de las baldas de la imagen.

Capítulo 4

Desarrollo de software

En este capítulo se expone todo lo relacionado con el software utilizado para controlar los elementos que conforman el magnetómetro. Para empezar, se describen los distintos controles que se han utilizado para cada elemento programable. A continuación, se describen los procesos de adquisición y filtrado de datos realizados para obtener la magnitud de la imanación de la muestra. Finalmente, se explican los tres programas utilizados para realizar las medidas de los ciclos de histéresis de las muestras, haciendo énfasis en el concepto de histéresis magnética y sus propiedades.

El desarrollo de software ha sido una parte fundamental de este trabajo ya que gracias a él se ha podido realizar toda la adquisición de datos para su estudio y procesado y se ha logrado la coordinación y sincronización de todos los elementos para realizar así los experimentos. Todo el software se ha programado usando el entorno de desarrollo gráfico enfocado a instrumentos Keysight VEE Pro [22], las capturas de los programas utilizados se pueden ver en el apéndice B.

4.1. Control de instrumentos

En total, hay tres elementos que son programables y controlables mediante software: la fuente de alimentación, el DAQ y el gaussímetro. Los parámetros controlados mediante software han sido los siguientes:

4.1.1. Gaussímetro

De estos tres, el gaussímetro es el que tiene el funcionamiento más sencillo debido a que está continuamente midiendo el campo magnético y solamente hay que pedirle que mande una medida y leerla. El principal inconveniente es que es muy fácil que se bloquee y hay que introducir al principio de cada programa una serie de comandos para que eso no ocurra, dichos comandos se pueden ver en la sección B.1.1 del apéndice.

4.1.2. Fuente de alimentación

El control de la fuente de alimentación ha sido sencillo también, solamente ha sido necesario indicar el modo de funcionamiento, el voltaje y corriente a suministrar y la medida del voltaje y corriente [23]. No obstante, ha habido una serie de detalles que se han tenido que tener en cuenta:

El primero es que se está trabajando con el modo voltaje, es decir, que hay que indicar el par de valores de tal manera que el valor de la corriente no limite al del voltaje para una resistencia determinada, un par de valores mal indicados provoca que la fuente no cumpla la orden recibida. Para ello, se ha indicado la intensidad máxima de la fuente, de ocho amperios y después el valor deseado del voltaje, siendo positivo o negativo en función del signo del valor indicado de tal manera que ambos valores tengan el mismo signo.

Otro aspecto a tener en cuenta en relación al modo de operación es que a la hora de tomar las medidas es necesario realizar un barrido de intensidades, que se traduce en un barrido en el campo magnético del electroimán. Por lo que hay que trabajar en un modo donde se indican valores de voltaje pero se trabaja con valores determinados de la corriente.

Para conseguir operar de esta manera se ha utilizado la resistencia, medida en la iteración anterior del barrido, para estimar el voltaje necesario para suministrar la corriente deseada, suponiendo que la resistencia haya permanecido constante desde que se ha medido hasta que se han aplicado los valores.

El segundo detalle es que la fuente puede dar error si el valor introducido tiene un número excesivo de dígitos decimales, para evitarlo, se ha limitado el número de decimales de los valores de entrada a tres.

4.1.3. DAQ

De los tres instrumentos programables, el DAQ ha sido el que más parámetros se han tenido que controlar ya que es el que más funciones ha desempeñado, se desglosan los controles utilizados según el tipo de canal:

Canal de salida:

Para este canal se ha indicado el tipo de señal generada, de tipo sinusoidal, la amplitud de señal, de diez voltios; la frecuencia de la misma, de 72Hz y se ha indicado que emita la señal un número indefinido de ciclos. Los comandos utilizados se encuentran en la sección B.1.2 del apéndice.

Como el otro canal no se ha utilizado, únicamente se ha indicado la señal de vibración que, debido a la conexión en paralelo de las resistencias, ha devuelto una señal de, aproximadamente, cinco voltios de amplitud. A pesar de la reducción drástica de la amplitud no ha habido ningún problema a la hora de realizar las medidas.

Canales de entrada:

Los parámetros que se pueden controlar del canal de entrada son el rango del canal, que fija el valor V_{FSR} de la expresión (2.1), la frecuencia de muestreo y el número de puntos adquiridos. La configuración de estos parámetros se encuentra en la sección 4.2.

Canal de disparo:

Las opciones del tipo de disparo que se han indicado han sido: la fuente de disparo, fijada en la clavija 5, la condición del disparo, que ha sido una condición “AHIG” o “Above High Level”, es decir, que la medida no se realiza hasta que la señal no supera un umbral de voltaje definido, que ha sido de cero voltios. Por último, se ha indicado que la medida se realice instantáneamente después de que se satisfaga la condición de disparo (post-trigger).

Para resumir, el DAQ ha empezado a medir inmediatamente después de que la señal mandada a la clavija 5 superara los cero voltios.

4.2. Adquisición de datos

La adquisición de datos ha consistido en la obtención de un número entero de ciclos de la señal del DCS y del transductor, fijando los valores de la frecuencia de muestreo y de los puntos adquiridos de tal manera que el tiempo de adquisición sea un múltiplo del periodo de la señal de 72Hz.

Para empezar, el período de una oscilación de frecuencia f es $T = 1/f$, para N oscilaciones $T_N = N/f$; por otro lado, el tiempo de adquisición en términos de la frecuencia de muestreo y los puntos de adquisición es $t = P_{acq}/f_{mu}$ así que para obtener un número determinado de ciclos hay que igualar ambas expresiones:

$$\frac{N}{f} = \frac{P_{acq}}{f_{mu}} \quad (4.1)$$

Por lo tanto, la razón entre la frecuencia de muestreo y los puntos adquiridos ha de ser $N/72$ para obtener N ciclos de una señal de 72Hz. En este montaje, se ha utilizado una frecuencia de muestreo de 72kSa/s y se han tomado $N \cdot 1000$ puntos para obtener N ciclos. A mayor número de ciclos obtenidos, mayor tiempo de muestreo y, para una situación de magnetización estática, mayor calidad de la medida al hacer un estudio con más puntos. Comparándolo con el funcionamiento de un amplificador Lock-In, el tiempo de muestreo es equivalente a la constante de tiempo del amplificador.

Idealmente, habría que tomar 1800 ciclos para obtener un número entero de oscilaciones a 72Hz y a 50Hz y eliminar así cualquier ruido generado por la red, debido al gran tiempo de muestreo que implica, de alrededor de 5 minutos, es inviable utilizar tal cantidad de ciclos. Para elegir el valor de N se ha realizado un análisis que se encuentra en la sección 5.4 y se ha decidido tomar el valor $N = 10$.

A la hora de imanar la muestra, la señal sinusoidal del DCS aumentará o disminuirá su amplitud, pero, en principio, su fase no debe de cambiar ya que está vibrando continuamente. Lo mismo se puede decir de la señal del transductor, cuya fase y amplitud no dependen del estado de la muestra. Teniendo esta dos afirmaciones en cuenta, se ha decidido introducir un trigger con la configuración ya mencionada en 4.1.3 en la señal del transductor, invariable durante todo el experimento, por lo tanto, la señal del transductor se utiliza como señal de referencia sobre la que determinar la fase de la señal de la muestra.

De esta manera, se obtiene una medida donde la diferencia de fase entre ambas señales es constante y depende del estado de la muestra ya que, si la imanación cambia de sentido, la señal del DCS cambia de signo también y, por lo tanto, la diferencia de fase con la señal del transductor se desplaza 180° .

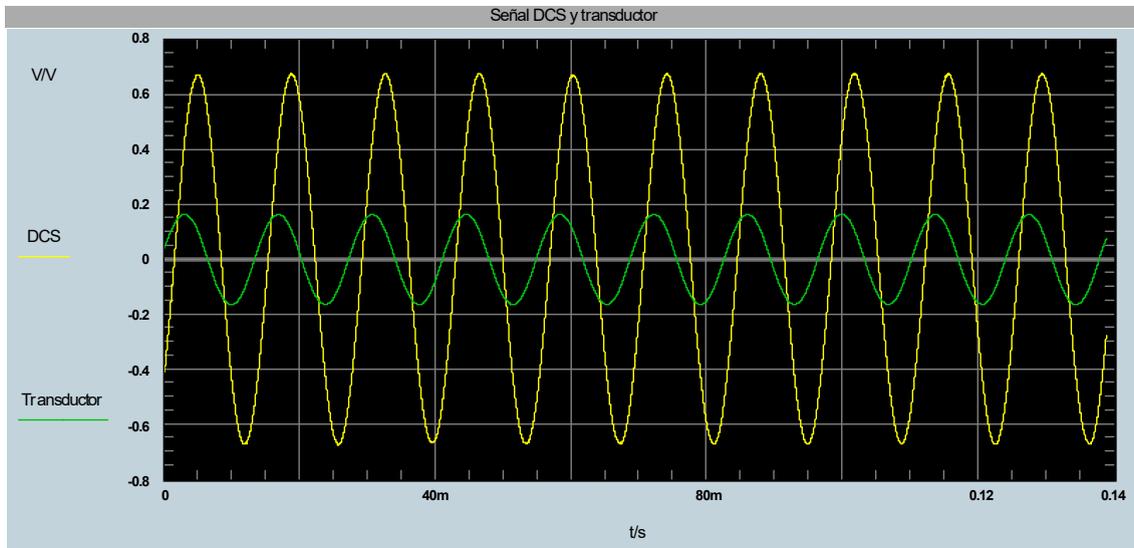


Figura 4.1: Resultado obtenido por el DAQ de diez ciclos de la señal del DCS, en amarillo, y la señal del transductor, en verde.

Al haber determinado las condiciones del disparo sobre la señal del transductor, se observa en la figura 4.1 que la señal se asemeja a una forma del tipo senoidal con fase nula. A partir de estas dos señales se va a realizar el procesado para obtener los valores de la imanación de la muestra.

Por último, el rango de medición ha sido seleccionado teniendo en cuenta la amplitud de la señal recibida para ajustar el menor rango posible sin que llegase a saturar el DAQ. Tras realizar la medida, el DAQ vuelca los datos al programa en un formato específico y hay que realizar una serie de operaciones de conversión para obtener la medida. Todos los detalles de la programación de esta sección se encuentran en la sección B.1.2 del apéndice.

4.3. Lock-In digital

Tras haber realizado la adquisición de los datos, éstos han seguido un procesado específico que, junto con la amplificación realizada antes de mandar los datos al DAQ, conforma las piezas fundamentales del Lock-In digital diseñado.

La principal diferencia con el funcionamiento de un lock-in tradicional es que se van a realizar dos multiplicaciones en vez de una para obtener la amplitud y la fase de ambas señales, para ilustrar el funcionamiento se presenta el siguiente ejemplo:

La señal tiene la siguiente forma:

$$V(t) = A \cos(\omega t + \phi) \quad (4.2)$$

Con $\omega = 2\pi f$, en un amplificador lock-in tradicional, se multiplica la señal de entrada por una señal $\cos(\omega t + \delta)$, en este caso, se va a multiplicar por una señal $\cos(\omega t)$ y $\sin(\omega t)$ generadas sintéticamente por VEE Pro. Siguiendo los mismos pasos explicados anteriormente en la sección 2.8 se obtienen dos resultados:

$$V_x = A \cos(\phi) \quad (4.3)$$

$$V_y = A \sin(\phi) \quad (4.4)$$

Que se corresponden a las proyecciones de un vector de módulo A y ángulo ϕ , cuyos valores son:

$$A = \sqrt{(V_x)^2 + (V_y)^2} \quad (4.5)$$

$$\phi = \arctan \frac{V_y}{V_x} \quad (4.6)$$

En la implementación del lock-in digital, se ha sustituido la fase 4, donde se utiliza un filtro pasa baja, por un promedio de la multiplicación para obtener los valores de V_x y V_y . La representación de este vector en el plano es el análogo del fasor de la señal original representado en el plano complejo.

El proceso completo es el siguiente:

1. La señal del DCS es amplificada antes de ser medida por el DAQ.
2. Tras la adquisición de las dos señales por el DAQ, se generan de manera sintética otras dos señales, una cosenoidal y otra senoidal.
3. Se multiplica cada una de las señales adquiridas por las dos señales sintéticas, teniendo así un producto cosenoidal y senoidal para cada señal.
4. Se promedia cada una de las multiplicaciones realizadas, así se obtienen las proyecciones de ambas señales.
5. Con las proyecciones obtenidas, se obtienen los valores del módulo y la fase de ambas señales.

6. Finalmente, se normaliza el módulo de la señal del DCS con la señal del transductor y se obtiene la diferencia de fase entre éstas.

El resultado final es un valor correspondiente al estado magnético de la muestra y a la diferencia de fase entre ésta y la señal de referencia que se puede utilizar para determinar el signo del valor de imanación. El código utilizado para implementar este sistema se encuentra en la sección B.3 del apéndice.

4.4. Programas de medición

Tras haber programado todas las herramientas para obtener el estado de imanación de la muestra, ya se pueden desarrollar los programas para estudiar sus propiedades magnéticas que en total han sido tres: uno para la toma de datos de manera continua, y otros dos para la realización de ciclos de histéresis con dos itinerarios de medida distintos.

4.4.1. Toma de datos continua

Este primer programa es el más sencillo de los tres y su finalidad es medir continuamente la imanación de la muestra y observar su variación al manipular de manera manual la fuente de alimentación. De esta manera, el experimentador puede hacerse una idea de los valores obtenidos de la señal para la muestra estudiada y realizar un análisis preliminar del comportamiento de la muestra, determinando los valores de intensidad y el rango de adquisición de datos.

Además, se ha implementado un módulo que permite calcular la desviación estándar de una medida tomada a campo constante durante un intervalo de doscientos segundos, para estudiar así la precisión de la medida y los efectos externos producidos por el entorno. Con los valores del valor medio y desviación estándar se puede estimar cuál puede ser el error de la medida tomada por el instrumento.

Este programa combina la comunicación con el DAQ y el gaussímetro para dar cuenta del estado de la muestra, su funcionamiento está representado en el siguiente diagrama de flujo:

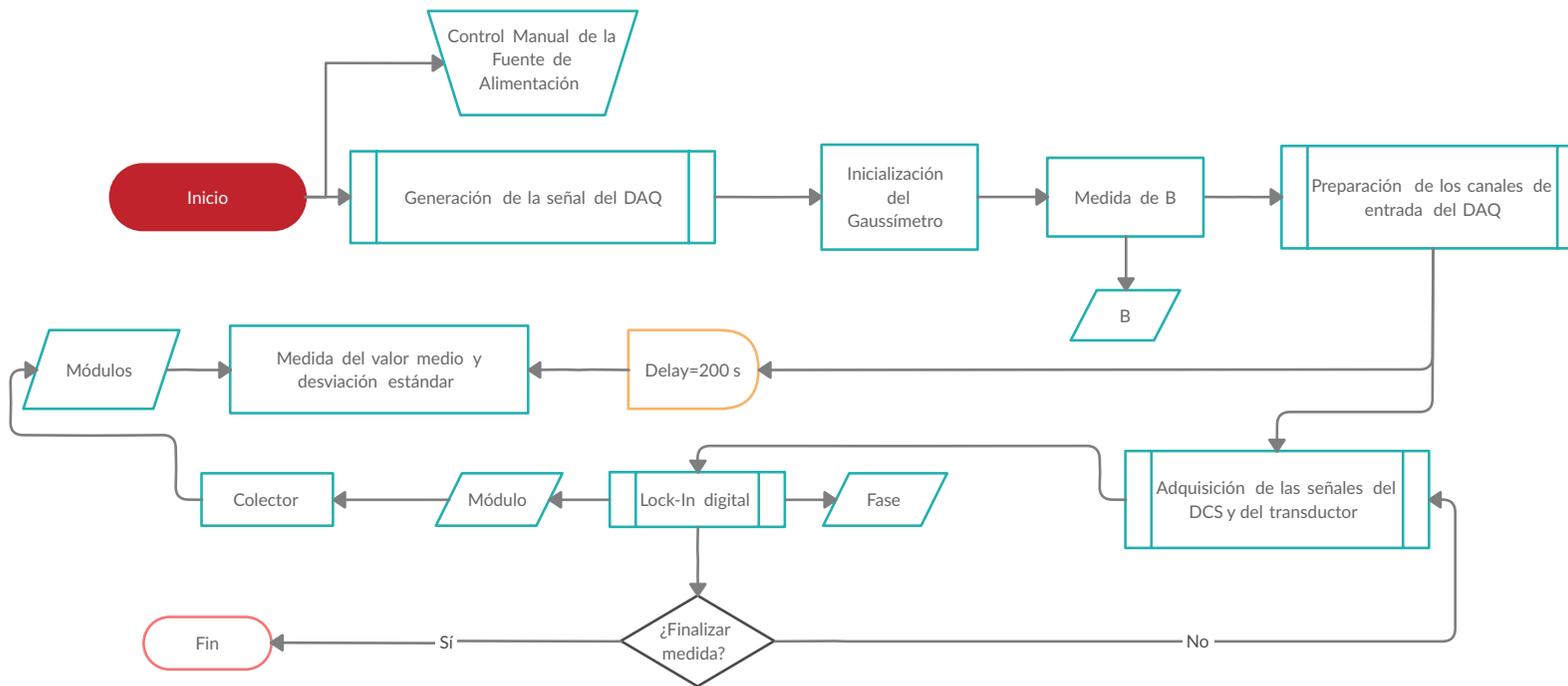


Figura 4.2: Diagrama de flujo del programa de medición continua.

4.4.2. Ciclos de histéresis

Histéresis magnética:

A la hora de estudiar las propiedades magnéticas de una muestra, lo más común es observar cómo responde al aplicar un campo magnético externo midiendo el campo magnético generado por dicha muestra directa o indirectamente. Las muestras estudiadas presentan un comportamiento del tipo ferromagnético, es decir, que el campo generado por éstas tiene la misma dirección y sentido que el campo aplicado y, además, presentan una característica especial, la histéresis. La histéresis es la dependencia del estado de un sistema de su tratamiento pasado, se podría decir que el material “recuerda” su estado anterior y su estado actual depende de su historia pasada. Esta característica permite que existan imanes permanentes que generan campo magnético en ausencia de un campo externo aplicado [24].

Como estas muestras presentan histéresis, la manera de estudiarlas es observar su imanación haciendo variar el campo aplicado de forma cíclica o, lo que es lo mismo, realizar un ciclo de histéresis.

Para realizar este ciclo, es necesario crear una lista de intensidades que sean leídas por la fuente de alimentación para alimentar al electroimán y generar el campo magnético deseado, esta lista constituye el itinerario de medida del instrumento. Sin embargo, antes de realizar el ciclo hay que acondicionar la muestra magnética para que “olvide” su estado anterior.

Acondicionamiento de la muestra:

El acondicionamiento de la muestra ha consistido en hacer oscilar el campo magnético desde la intensidad máxima del itinerario I_M hasta la intensidad máxima negativa $-I_M$ dos veces terminando siempre en la intensidad negativa. De esta manera, se puede conseguir borrar la historia que la muestra tuviera anteriormente, más adelante en el capítulo 5, se evaluará la validez de este proceso.

Sistema de medición variable:

En los ciclos de histéresis realizados se ha implementado un sistema de medición variable. Por lo general, un ciclo de histéresis está caracterizado por tener una zona de imanación donde ésta varía notablemente con el campo magnético aplicado, y una zona de saturación donde la imanación varía más lentamente.

Es inteligente pensar que, para la zona de campos bajos donde la imanación varía mucho, es necesario realizar un mayor número de medidas que en la zona de saturación donde la imanación apenas cambia, además, es recomendable reducir el tiempo de medida para intensidades altas ya que así se reduce el calentamiento de las bobinas que puede ocasionar problemas en la medida del instrumento.

Por estas razones, se han determinado dos rangos de medida: el rango “dinámico” centrado en el ciclo y limitado por la “Intensidad de saturación”, y el rango de “saturación”, que comprende las intensidades desde la intensidad de saturación hasta la intensidad máxima del ciclo I_M ; además, para cada zona se han determinado la cantidad de puntos a medir, pudiendo elegir una mayor cantidad de puntos en la zona más dinámica y una menor en las zonas de saturación, o viceversa. Para todos los ciclos de histéresis se han determinado los siguientes parámetros para generar el itinerario de medida: Intensidad máxima I_M que indica el límite del ciclo, intensidad de saturación I_{sat} que indica la separación entre los dos rangos de medida, los puntos de saturación P_{sat} que tomar en el intervalo $[I_{sat}, I_M]$ y $[-I_M, -I_{sat}]$ y los puntos dinámicos P_{din} que tomar en los intervalos $[0, I_{sat}]$ y $[-I_{sat}, 0]$. Indicando los valores de estas cuatro variables el sistema prepara la lista de

intensidades que recibirá la fuente de alimentación.

Es labor del experimentador el determinar cuáles son los valores que más se adecúan a las características del experimento.

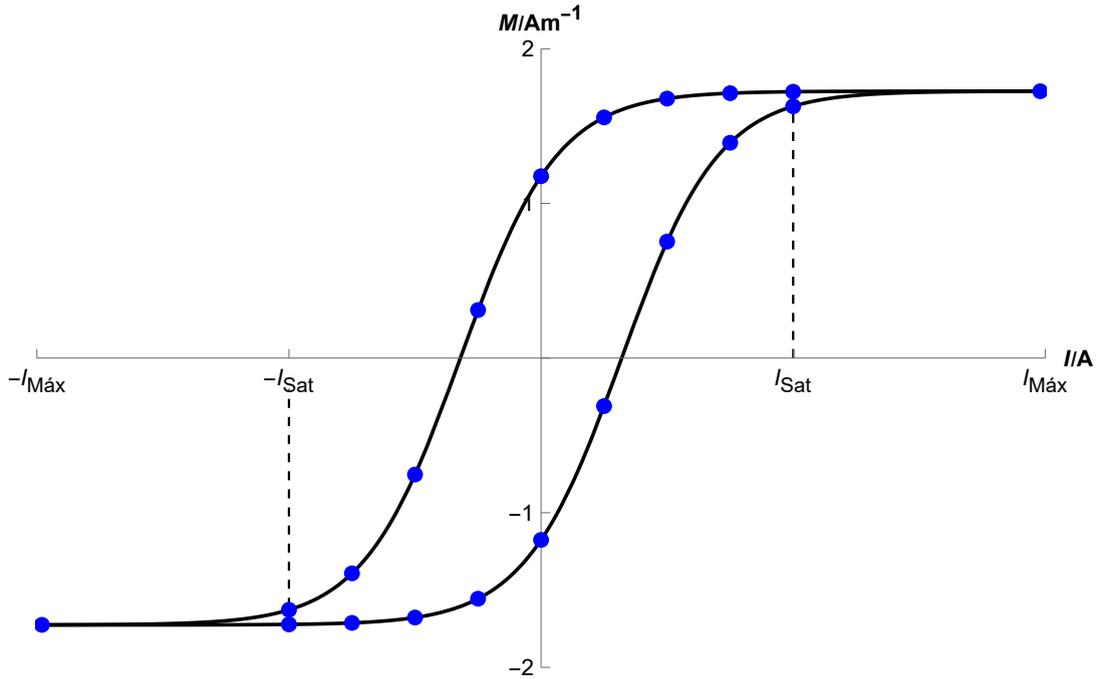


Figura 4.3: Esquema de las distintas zonas de medida definidas.

Nótese en la figura 4.3 la mayor densidad de puntos en el intervalo $[-I_{Sat}, I_{Sat}]$ que en el intervalo donde el ciclo ya está saturado.

Ciclo de histéresis con itinerario normal:

Este es el primer programa para realizar ciclos de histéresis y está caracterizado por tener el siguiente itinerario de medida.

El itinerario de medida normal es aquel en el que el barrido de intensidades se realiza de manera ordenada, sin saltos abruptos y, al finalizar el proceso total de la medida, solamente se ha realizado un ciclo de histéresis. El itinerario elegido parte de una intensidad nula hasta que llega a la intensidad máxima positiva, después, de la intensidad máxima positiva continúa hacia la intensidad negativa y, finalmente, de la intensidad máxima negativa vuelve a la intensidad nula y se cierra el ciclo.

El sistema de medición variable se encarga de modificar la distancia entre medidas según la zona en la que estén.

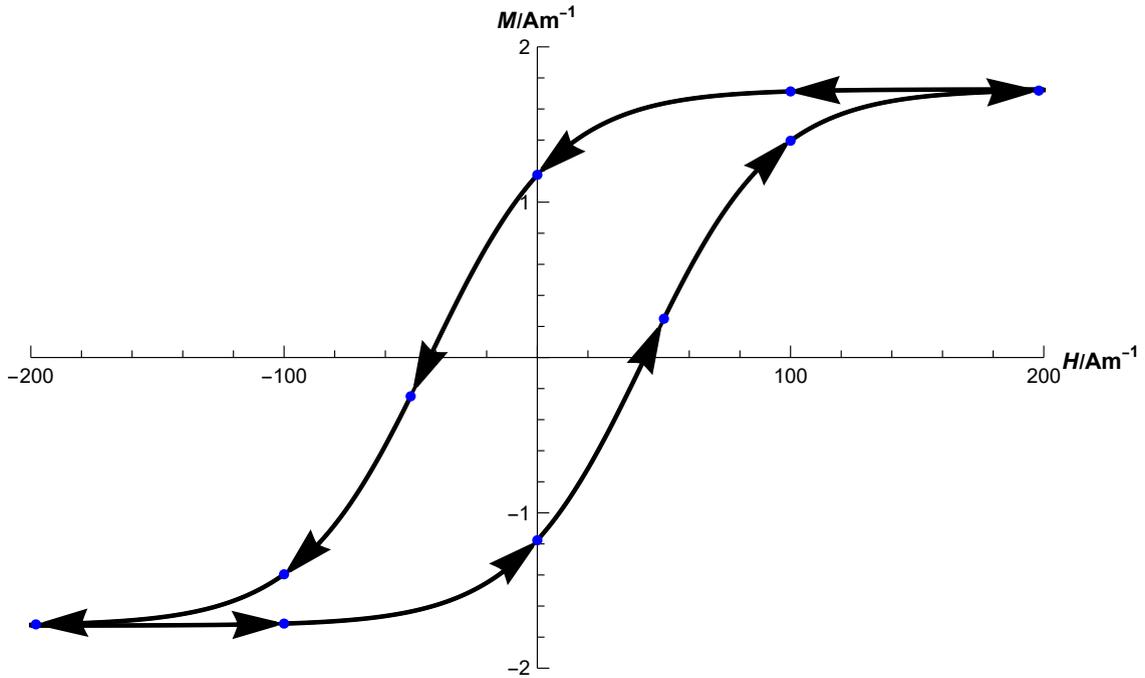


Figura 4.4: Esquema del itinerario de medida normal sobre un ciclo de histéresis.

Obsérvese en la figura 4.4 que las intensidades se recorren en orden y se realiza un único ciclo de histéresis en total. A diferencia del programa anterior, este se comunica con todos los instrumentos programables y está diseñado teniendo en cuenta todas las peculiaridades en el control de cada instrumento, su funcionamiento está descrito en el siguiente diagrama de flujo:

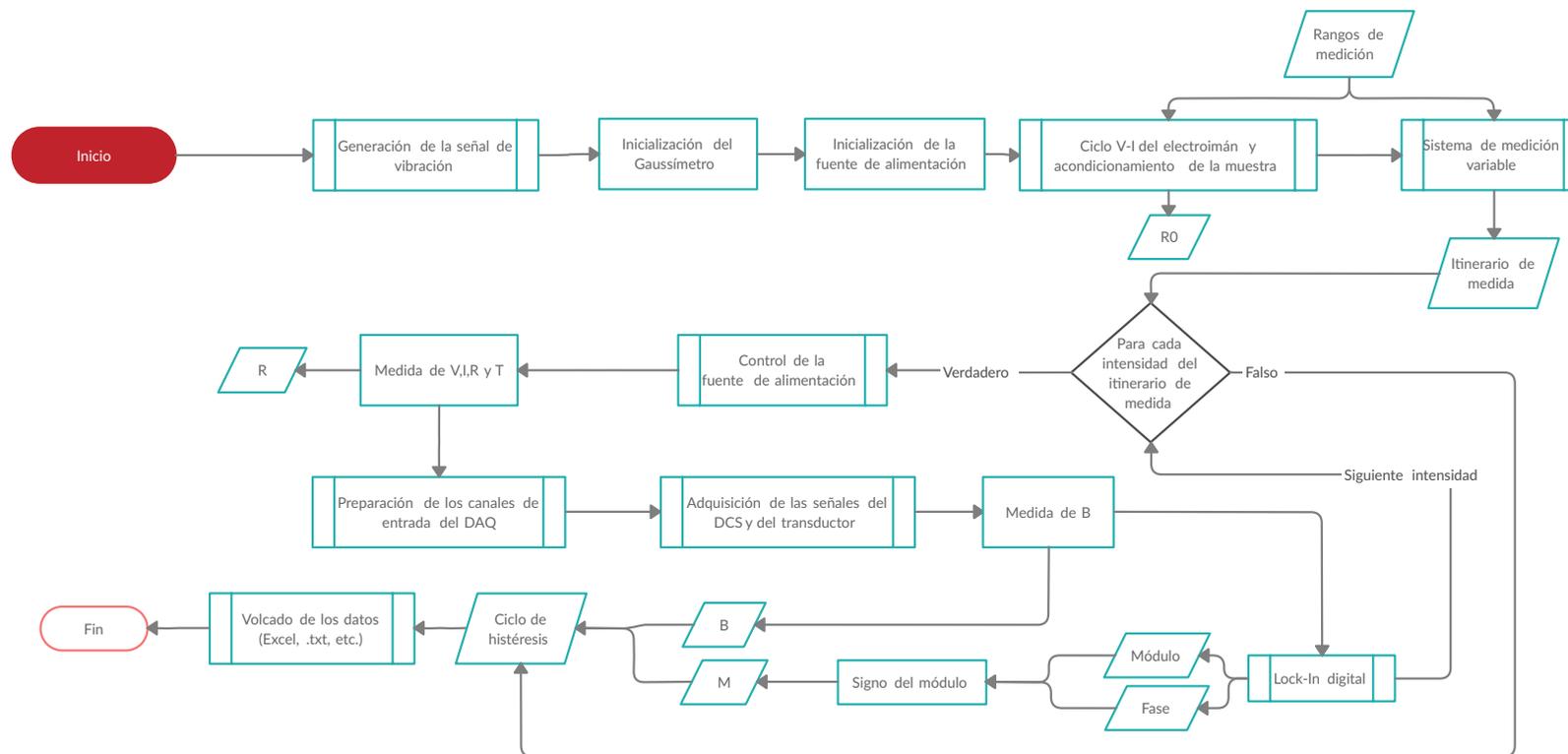


Figura 4.5: Diagrama de flujo del ciclo de histéresis con itinerario normal.

Ciclo de histéresis con itinerario cruzado:

Finalmente, este es el programa más complicado de todos debido al itinerario de medida utilizado, que es el siguiente:

El itinerario cruzado introduce una saturación previa a la medida del estado magnético de la muestra teniendo en cuenta su posición en el ciclo de histéresis. Por lo general, si el ciclo se recorre desde la intensidad máxima positiva hacia la intensidad máxima negativa, se dice que se recorre la rama superior, mientras que si se invierte el recorrido, se recorre la rama inferior. Por lo tanto, para un mismo valor de la intensidad se pueden obtener varios valores de imanación, es decir, que está multivaluada y el valor de esta imanación depende del tratamiento que haya recibido la muestra previamente.

Por lo tanto, para obtener la rama superior, se ha saturado la muestra a la intensidad máxima positiva y acto seguido se ha medido la muestra en la intensidad deseada. Para la rama inferior, se ha saturado la muestra a la intensidad máxima negativa y se ha medido para la intensidad deseada cambiada de signo, obteniendo así dos estados simétricos en ambas ramas. Lo que hace el itinerario cruzado es intercalar las medidas de la rama superior y la inferior de la siguiente manera:

1. Satura la muestra a I_M .
2. Mide la imanación a intensidad I .
3. Satura a $-I_M$.
4. Mide la imanación a intensidad $-I$.

Y así hasta medir en todas las intensidades deseadas, de esta forma, la muestra recorre un ciclo de histéresis para cada valor de la intensidad. Esta manera de medir resulta interesante ya que permite estudiar fenómenos de viscosidad magnética que provocan que la imanación de la muestra se vaya relajando conforme pasa el tiempo [25]. Como la muestra está todo el rato recorriendo el ciclo de histéresis, se relajará más o menos dependiendo del tiempo que pase entre la saturación y la medida, así se puede cuantificar el efecto de dicha relajación comparando un ciclo realizado con este itinerario a distintos tiempos de espera con otro realizado con el itinerario normal.

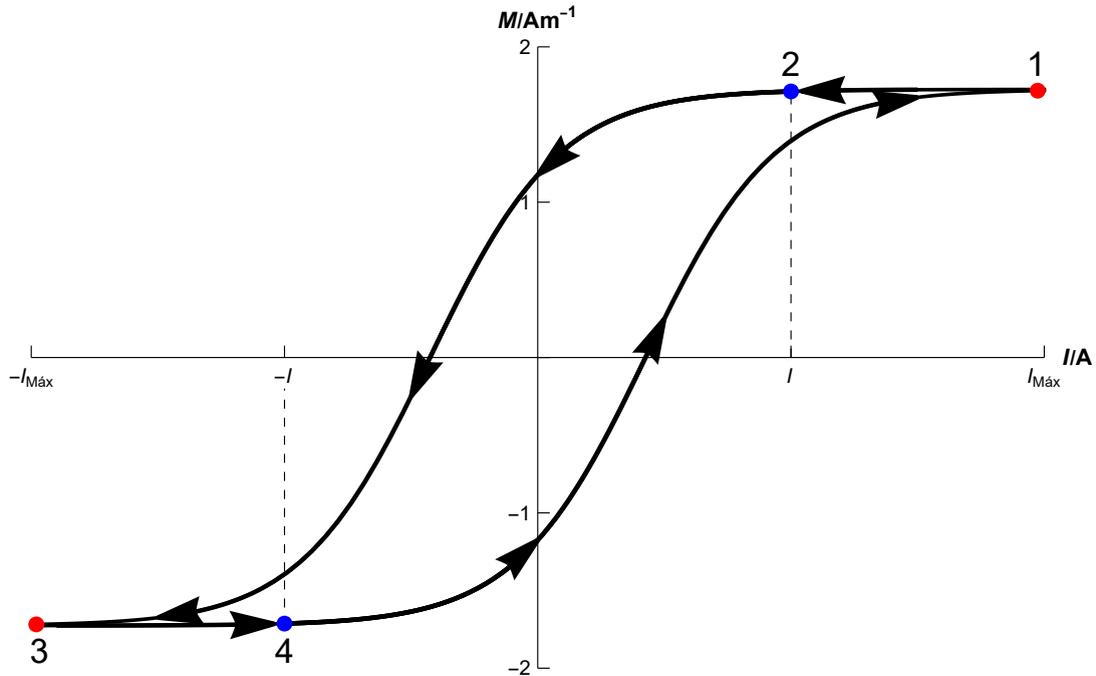


Figura 4.6: Esquema del itinerario de medida cruzado sobre un ciclo de histéresis correspondiente a un único valor de intensidad I , los puntos rojos se corresponden con la saturación de la muestra y los azules con la medida de su estado magnético.

Obsérvese en la figura 4.6 como para la medida de una única intensidad se realiza un ciclo de histéresis completo, de esta manera, la muestra se encuentra todo el rato recorriendo el ciclo de histéresis y es posible observar si existen fenómenos de relajación y cuantificarlos. Como el tiempo de espera es un factor importante en las características de la medida, se ha implementado un sistema para determinar el tiempo desde que la fuente aplica la intensidad deseada hasta que se realiza la medida. Como no es lo mismo hacer una variación desde $-I_M$ hasta I_M que no variar nada, los tiempos de espera han de ser distintos; entonces, se han definido un tiempo máximo y mínimo T_{Max} y T_{min} y se ha desarrollado una función que devuelve el tiempo de espera, dicha función se encuentra en la sección B.4.2 del apéndice.

La implementación de este itinerario implica diversos cambios con respecto al programa anterior al incluir el sistema de tiempos variable e intensidades donde no se va a realizar la medida de la imanación. Su funcionamiento está descrito en el siguiente diagrama de flujo:

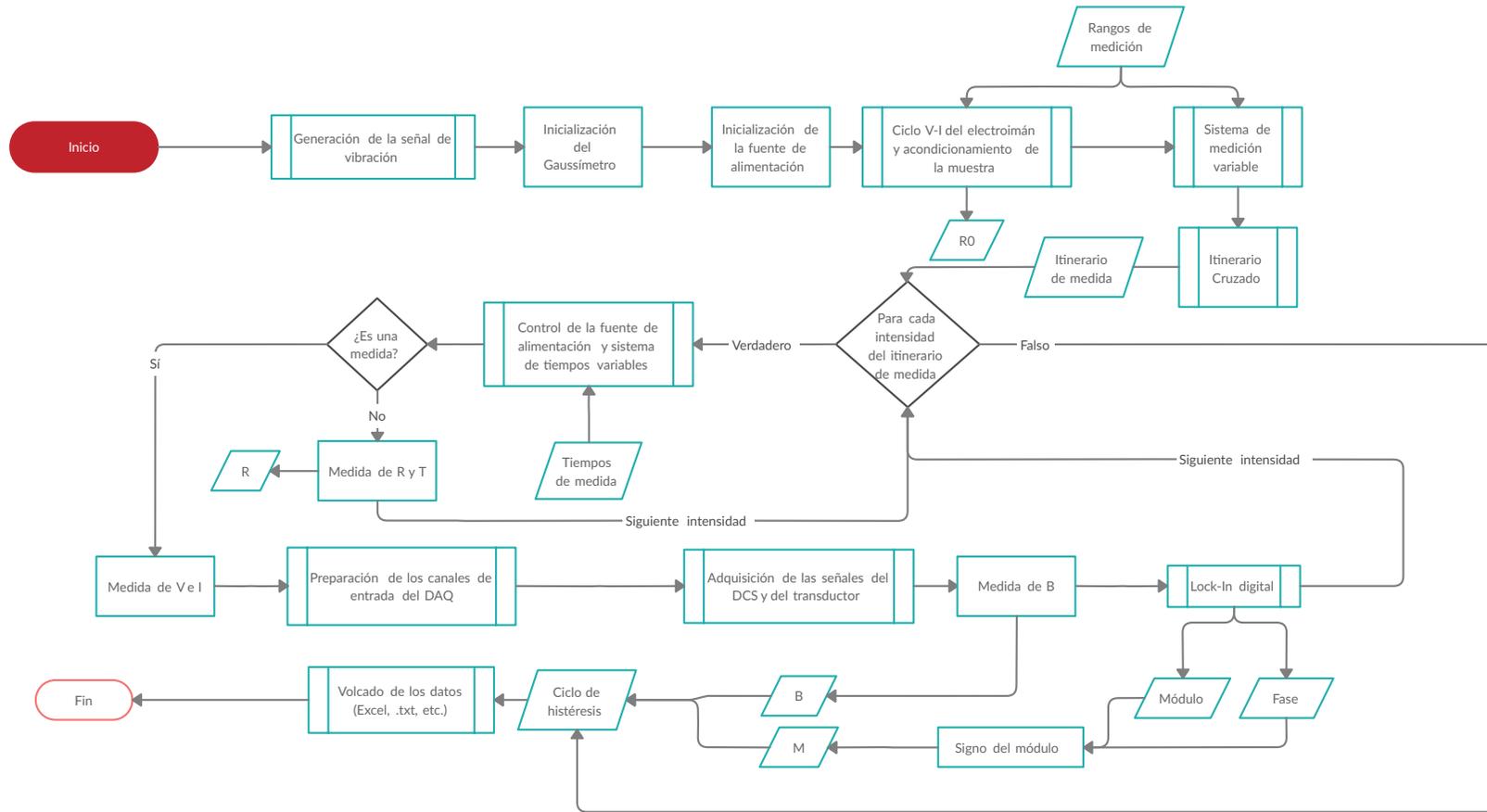


Figura 4.7: Diagrama de flujo del ciclo de histéresis con itinerario cruzado.

4.5. Calibración

Finalmente, para cualquier tipo de medida que se realice hay que darle un significado físico y una magnitud ya que las medidas resultantes no dejan de ser voltajes asociados a unas señales. El proceso que permite asociar un valor de la señal del instrumento con la magnitud física medida es el de calibración. Haciendo uso de la ecuación (2.5) se puede observar que el voltaje es proporcional al término $M \cdot V$, que da cuenta del momento dipolar magnético de la muestra por lo que, para una velocidad y sensibilidad constantes, las medidas obtenidas dan cuenta de dicho momento.

Conociendo la magnitud que realmente está midiendo el instrumento, se ha decidido realizar una calibración por comparación directa, que consiste en realizar una medida sobre una muestra patrón de alta pureza y muy bien conocida y comparar el resultado con el valor del patrón que ha sido medido con anterioridad y está tabulado. En este caso, se ha comparado la imanación de saturación de una muestra de magnetita en polvo de alta pureza con su valor tabulado [14]. Dicho valor está en $\frac{emu}{g}$, una unidad cgs de momento magnético específico cuya conversión al sistema internacional es: $1 \frac{emu}{g} = 1 \frac{A \cdot m^2}{kg}$. Esta unidad es idónea ya que es independiente de la cantidad de material utilizado y permite comparar las propiedades magnéticas de distintas muestras.

El proceso tomado para calibrar el instrumento ha sido el siguiente:

1. Preparar la muestra midiendo con precisión su masa.
2. Realizar un ciclo de histéresis lo suficientemente ancho para saturar la muestra completamente.
3. Dividir las medidas obtenidas entre la masa de la muestra y comparar el valor de saturación con el valor tabulado para obtener la constante de calibración.

Habiendo determinado todo el proceso para obtener el estado de imanación de la muestra, se puede empezar a realizar las medidas.

Capítulo 5

Resultados

En este capítulo se exponen los resultados obtenidos para evaluar la calidad del magnetómetro desarrollado. Para empezar, se realiza una caracterización del transductor y el electroimán y se realiza un análisis espectral de la señal del instrumento para un estado magnético fijo para elegir así el modo de operación de la fuente de alimentación. A continuación, se realiza un análisis estadístico de un conjunto de medidas con distintos ciclos de adquisición y se expone el proceso de calibración realizado. Finalmente, se estudian varias muestras suministradas por el grupo de investigación y fabricadas y construidas por otros alumnos, poniendo a prueba el magnetómetro para obtener así los límites de medición del instrumento y ver qué se puede medir y qué no para obtener el rango de operación del sistema construido.

5.1. Caracterización del transductor

Para analizar cómo opera el transductor a la frecuencia de trabajo, se ha realizado un estudio de la respuesta en frecuencia.

Para ello se ha realizado un barrido lineal de 5 a 205 Hz en veinte segundos y se han analizado tanto la señal de actuación como la de realimentación para observar los fenómenos de resonancia que hay presentes.

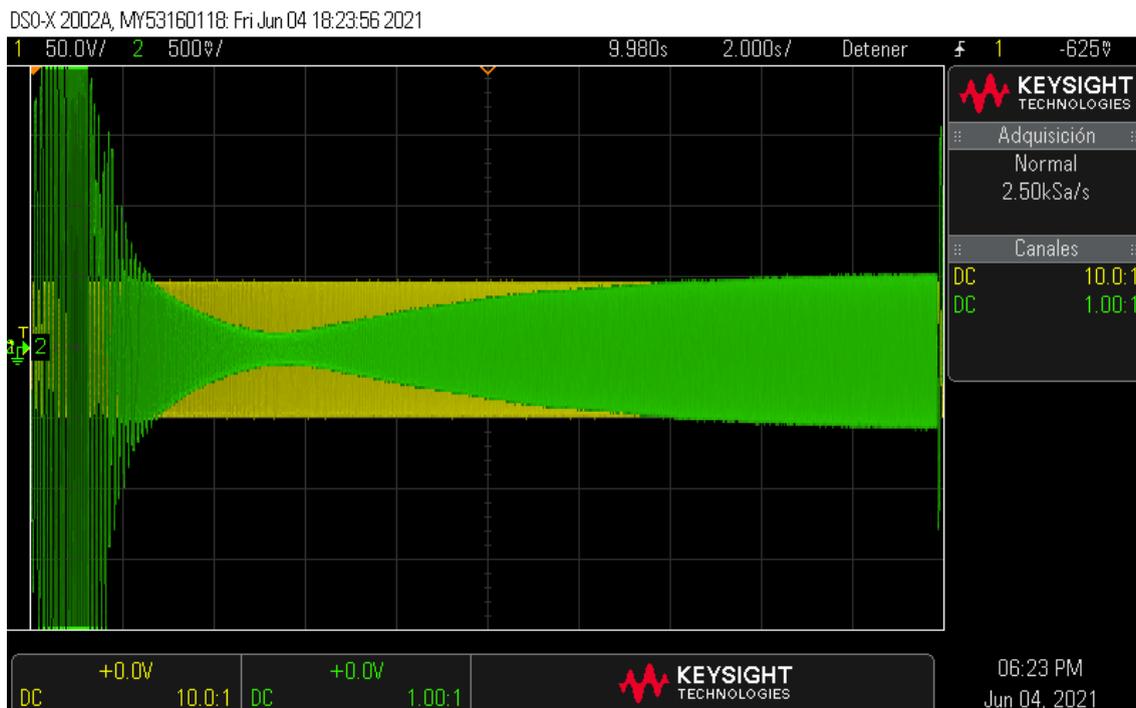


Figura 5.1: Respuesta en frecuencia del transductor realizado mediante un barrido en frecuencia, la señal de color amarillo se corresponde con la señal mandada a la bobina actuadora y la señal verde es la obtenida de la detectora; cada división equivale a 20 Hz. Esta imagen es una captura del osciloscopio Agilent DSO-x 2002A.

Se observa en la figura 5.1 un fenómeno de resonancia para frecuencias bajas, centrada en 11.7 Hz debido al sistema mecánico del transductor. Para frecuencias mayores, la amplitud de la señal de la bobina detectora disminuye para luego ir aumentando progresivamente, este comportamiento puede deberse a un fenómeno de inducción mutua entre la bobina actuadora y la detectora. Esto implica que tanto la amplitud como la fase de la señal del transductor varían con la frecuencia por lo que no se cumple que el desfase entre las señales de ambas bobinas sea de 90 grados. Para la frecuencia elegida, de 72 Hz, se puede desprestigiar la resonancia mecánica por tener una frecuencia de resonancia más baja.

5.2. Caracterización del electroimán

Para saber qué voltajes aplicar al electroimán hace falta conocer el valor de su resistencia y cuál es su ciclo de histéresis.

El ciclo V-I del electroimán se ha realizado utilizando el programa desarrollado para esta tarea que se encuentra en el apéndice B.

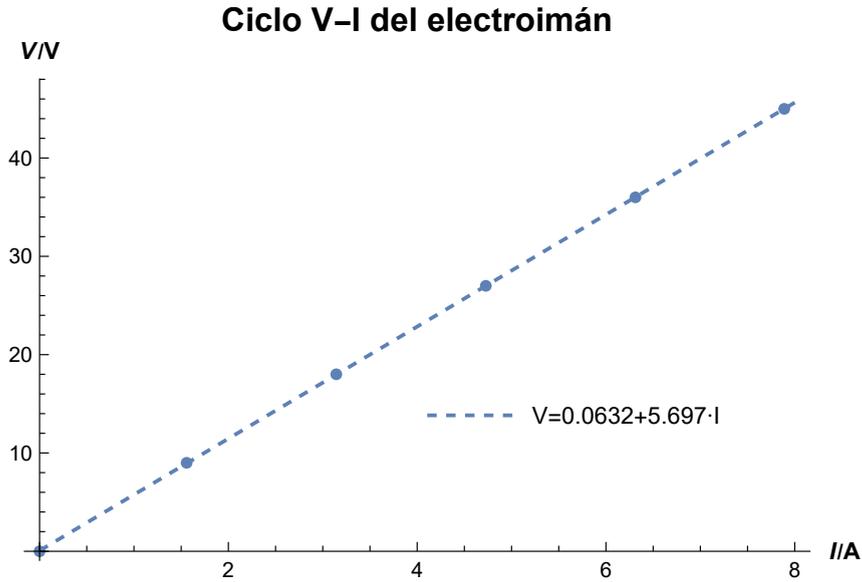


Figura 5.2: Resultados del ciclo V-I realizado sobre las bobinas del electroimán conectadas en paralelo para obtener la resistencia de la bobina. Según la ecuación del ajuste lineal, la resistencia sería $R_0 = 5,67\Omega$ con un coeficiente de correlación $r^2 = 0,99$.

Se observa en la figura 5.2 un comportamiento lineal propio de un arrollamiento de cobre, nótese que el alto valor de la resistencia obtenida da cuenta del alto número de arrollamientos que hay en el electroimán.

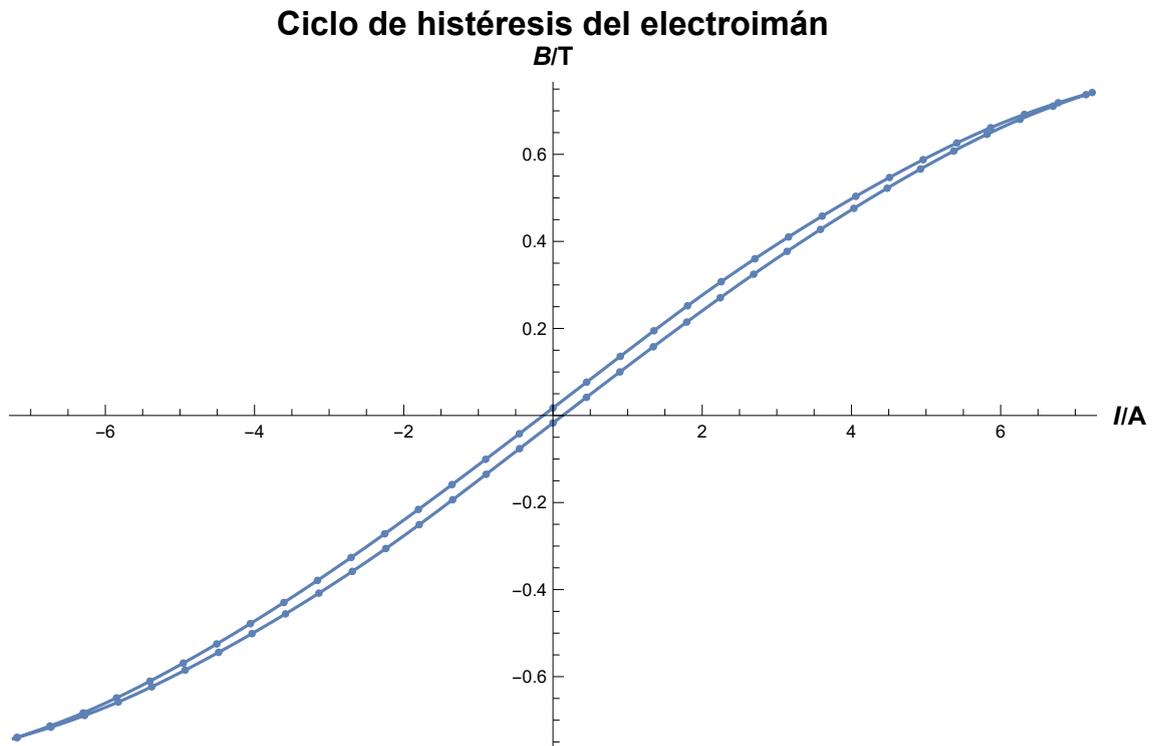


Figura 5.3: Ciclo de histéresis realizado sobre el electroimán con $I_M = 7 A$ y un total de 64 puntos uniformemente distribuidos. Se ha utilizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.

De la imagen 5.3 se obtiene un campo máximo de 0.74 teslas a 7.22 amperios. Es muy importante tener en cuenta este ciclo a la hora de realizar las medidas de los materiales magnéticos ya que el campo generado depende tanto de la intensidad aplicada como del ciclo de imanación que haya sufrido el electroimán.

5.3. Análisis espectral de la señal

Tras haber realizado todo el montaje experimental y haber programado los instrumentos para la adquisición de datos, se ha realizado un análisis espectral para observar posibles fuentes de ruido. Para ello se ha realizado una transformada de Fourier de la señal utilizando el osciloscopio Agilent DSO-x 2002A.

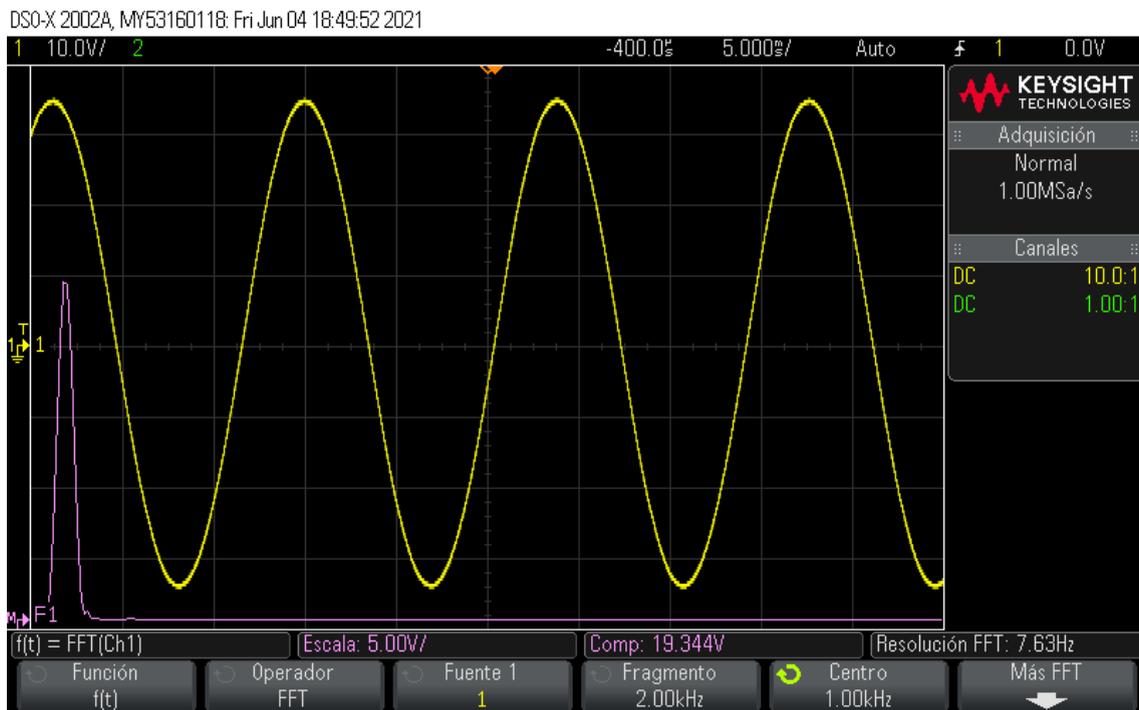
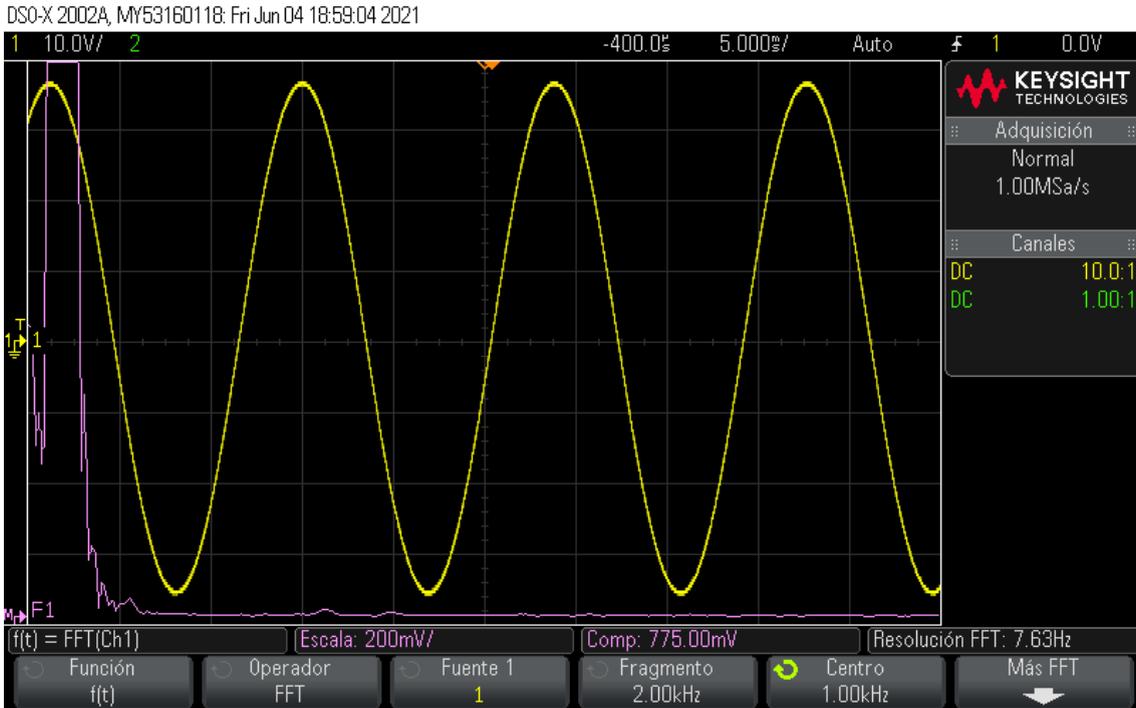
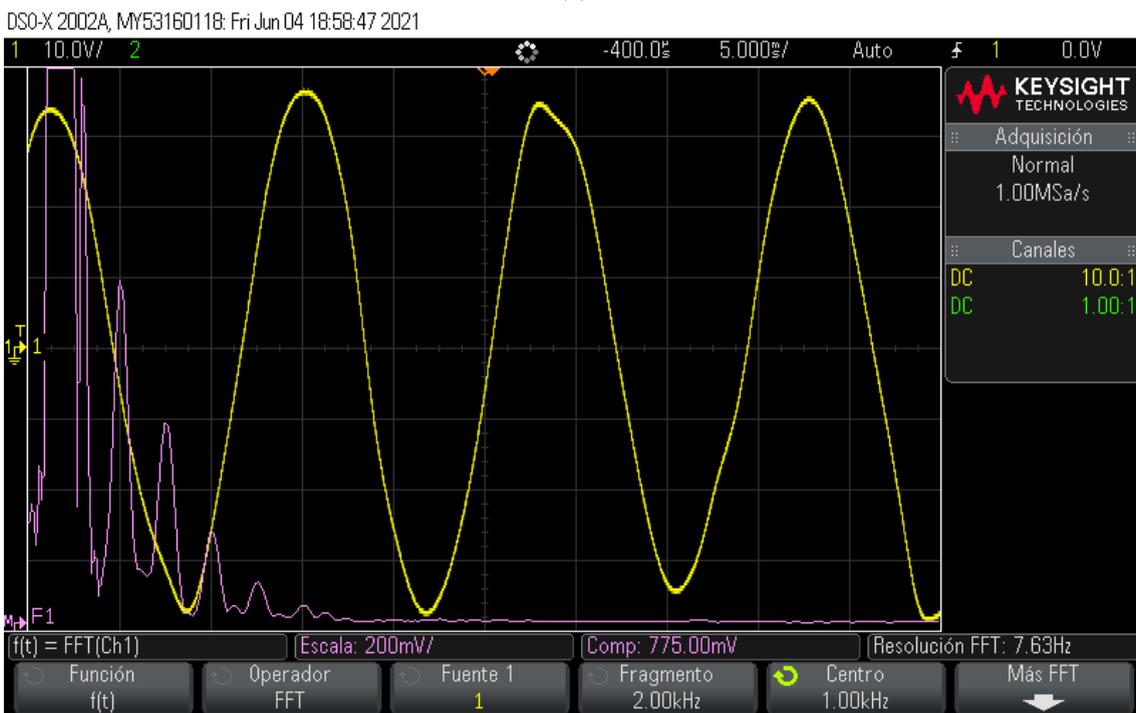


Figura 5.4: Captura de la pantalla del osciloscopio Agilent DSO-x 2002A con la señal del DCS después de amplificar (amarillo) y el espectro de dicha señal (morado). Cada división se corresponde con 100 Hz del espectro.

Se observa en la figura 5.4 que hay un gran pico predominante centrado en 72 Hz, la frecuencia de vibración del transductor, como la principal fuente de ruido es la fuente de alimentación, se ha realizado un espectro a mayor resolución de la señal operando con el modo corriente y el modo voltaje de la fuente.



(a)



(b)

Figura 5.5: Capturas de la pantalla del osciloscopio Agilent DSO-x 2002A con la señal del DCS en modo voltaje (a) y en modo corriente (b) (amarillo) y su espectro (morado). Cada división se corresponde con 200 Hz del espectro de las señales.

En la figura 5.5b se observa que, cuando la fuente trabaja en modo corriente, emite un ruido considerable con frecuencias centradas en armónicos de la red, esto puede ser debido al funciona-

miento interno de la fuente o a las interferencias que pueda causar con los demás elementos del montaje experimental. Por el contrario, en el modo voltaje, figura 5.5a, hay mucho menos ruido, por esta razón, se ha elegido trabajar con el modo voltaje. Nótese que el primer gran pico que se sale de escala es el correspondiente a la frecuencia de vibración, centrado en 72 Hz.

5.4. Análisis estadístico de las medidas

Antes de obtener ningún ciclo de histéresis hay que realizar un análisis de la dispersión y el ruido de las medidas realizadas con el magnetómetro. Para ello se ha hecho uso del programa de medición continua para realizar un estudio estadístico de un conjunto de medidas tomadas para un mismo estado magnético de la muestra. Como se indica en la sección 4.4.1, se han tomado medidas durante doscientos segundos y se ha obtenido el valor medio y la desviación estándar para dar cuenta del ruido existente a la hora de realizar una medición de la imanación de la muestra.

La desviación estándar de un conjunto de puntos da cuenta de la dispersión de éste y cómo dichos puntos están agrupados con respecto al valor medio, su definición es la siguiente [26]:

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2} \quad (5.1)$$

Cuanto menor sea este valor mayor es la precisión del instrumento, una manera de dar cuenta de esta precisión es mediante la desviación estándar relativa, definida como sigue:

$$RSD \% = \frac{\sigma}{\bar{x}} \cdot 100 \% \quad (5.2)$$

Para determinar el valor óptimo del número de ciclos adquiridos por medida, se han realizado varias pruebas con la fuente de alimentación apagada para medir la imanación remanente de una muestra de magnetita en polvo. Hay que tener en cuenta que el propio electroimán también presenta una remanencia tal y como se ve en la figura 5.3 por lo tanto el campo aplicado no es completamente nulo. En cada prueba se ha fijado un valor del número de ciclos adquiridos distinto, con el fin de discernir cuál de ellos es el más conveniente. Los valores utilizados han sido $N = 1, 5, 10$ y 20 .

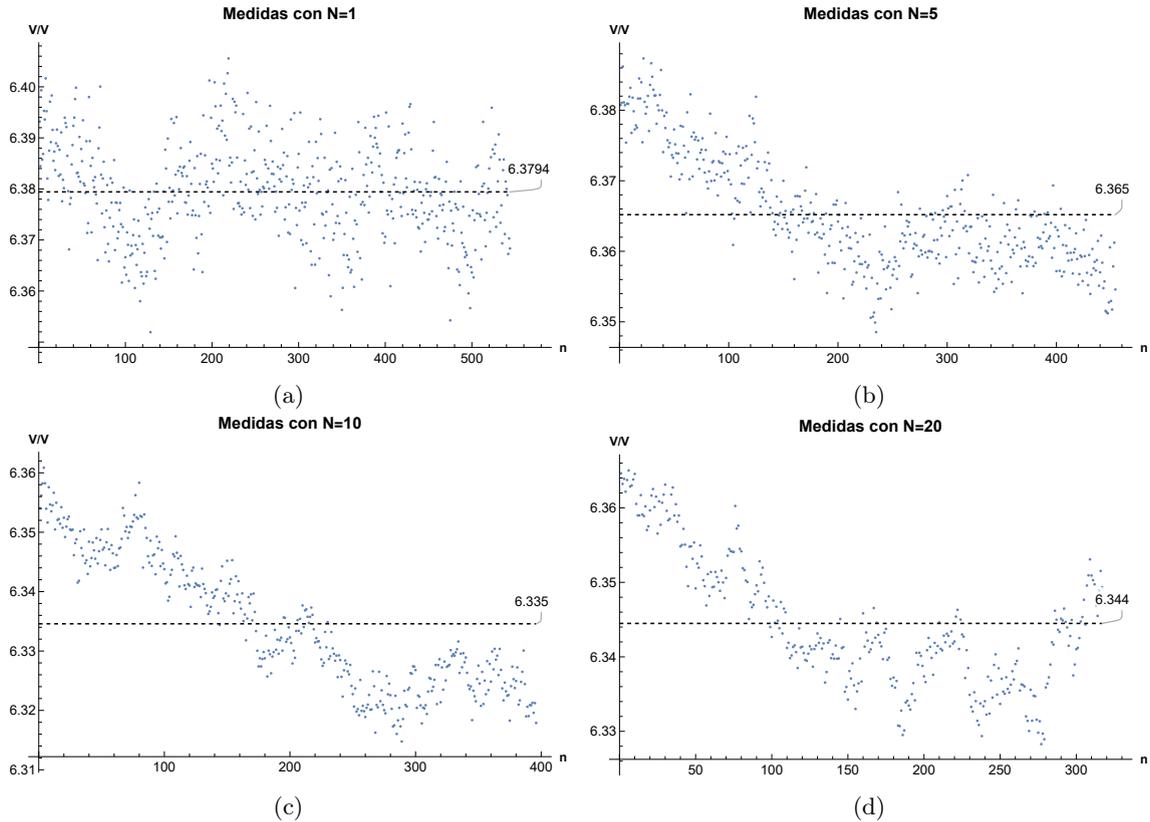


Figura 5.6: Medidas del momento magnético remanente de una muestra de magnetita en polvo obtenidas durante doscientos segundos adquiriendo un ciclo por medida (a), cinco (b), diez (c) y veinte (d).

Nótese que en la figura 5.6 la escala vertical está muy ampliada, este aspecto ya indica que la dispersión de las medidas es baja.

N	n ^o de muestras	\bar{V}/V	σ/mV	$RSD/\%$
1	544	6.379	9.35	0.117
5	454	6.365	8.00	0.102
10	396	6.335	11.08	0.153
20	317	6.344	8.80	0.113

Tabla 5.1: Parámetros estadísticos obtenidos de las medidas de la imanación remanente de magnetita en polvo con la fuente de alimentación apagada.

En la tabla 5.1 se observa que para un número de ciclos adquiridos menor la cantidad de muestras obtenidas es mayor debido a que el tiempo de adquisición de datos se reduce y que, bajo estas condiciones, el instrumento tiene una gran precisión al no superar en ningún caso el 0,2% o las dos partes por mil de desviación estándar relativa. Las diferencias de precisión entre las medidas pueden estar debidas a la interacción del instrumento con fuentes de ruido de frecuencia cercana al inverso del tiempo de adquisición que, al ser proporcional al periodo de la frecuencia de vibración, se tratan de frecuencias proporcionales a f_0/N . A la hora de escoger el número de ciclos por medida, hay que tener un compromiso entre la precisión y el tiempo de medida ya que para $N = 20$ el tiempo de medida es sensiblemente mayor que para $N = 1$. Además, hay que tener en cuenta que,

en principio, cuanto mayor sea el tiempo de adquisición, mejor es la calidad del filtrado realizado por el Lock-In digital.

De las gráficas de la figura 5.6 se deduce que, a medida que aumenta N , el ruido de alta frecuencia se reduce ya que el tiempo de adquisición aumenta pero aparece una deriva, es decir, un ruido de baja frecuencia. Teniendo en cuenta el mecanismo de operación del Lock-In digital, es más conveniente reducir el ruido de alta frecuencia ya que es el que no presenta correlación entre las medidas. Como este ruido es aproximadamente el mismo con $N = 10$ y $N = 20$, se ha elegido $N = 10$ por su bajo ruido de alta frecuencia y su bajo tiempo de adquisición comparado con $N = 20$ a pesar de presentar el mayor $RSD\%$ de los cuatro.

Habiendo escogido el valor de N se han tomado medidas de la imanación con la fuente de alimentación encendida y suministrando 5.5 A al electroimán, generando un campo magnético de $B = 0,6024T$.

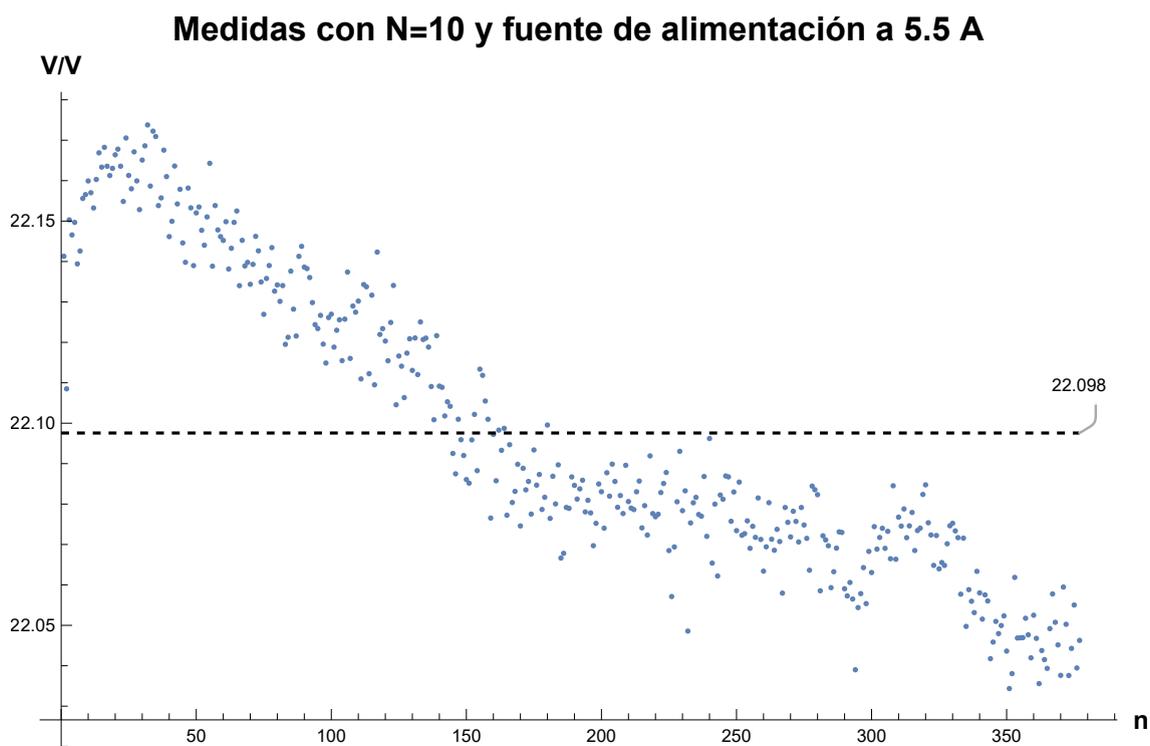


Figura 5.7: Valores obtenidos de la imanación tomando diez ciclos por medida con la fuente de alimentación encendida generando un campo magnético de $B = 0,6024T$.

En la figura 5.7 se han tomado un total de 377 medidas con una desviación estándar y desviación estándar relativa de $\sigma = 36,32mV$ y $RSD\% = 0,143\%$. Se observa que la forma de las muestras es parecida a la figura 5.6c con el mismo comportamiento descendente, además, cuando la fuente de alimentación está encendida, la desviación relativa es ligeramente menor con respecto a los valores tomados con la fuente de alimentación apagada. Es posible que la disminución sea debida al calentamiento del electroimán que provoca una disminución de la corriente a voltaje constante, no obstante, al no haber tomado el valor del campo magnético para cada medida no se ha podido llegar a esta conclusión.

5.5. Calibración

Tras haber realizado un análisis de la precisión del instrumento y haber elegido el número de ciclos por medida, se ha realizado un ciclo de histéresis de calibración. La muestra preparada ha sido una magnetita en polvo de una pureza del 99.99 % recién abierta, por lo que, apenas ha estado en una atmósfera que haya podido oxidarla y cambiar sus propiedades magnéticas. La cantidad de la muestra ha sido de 10.5 mg y los parámetros de la medida han sido: $I_M = 5 A$, $I_{sat} = 1 A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 15$ con un itinerario de medida normal.

Ciclo de histéresis de la magnetita patrón

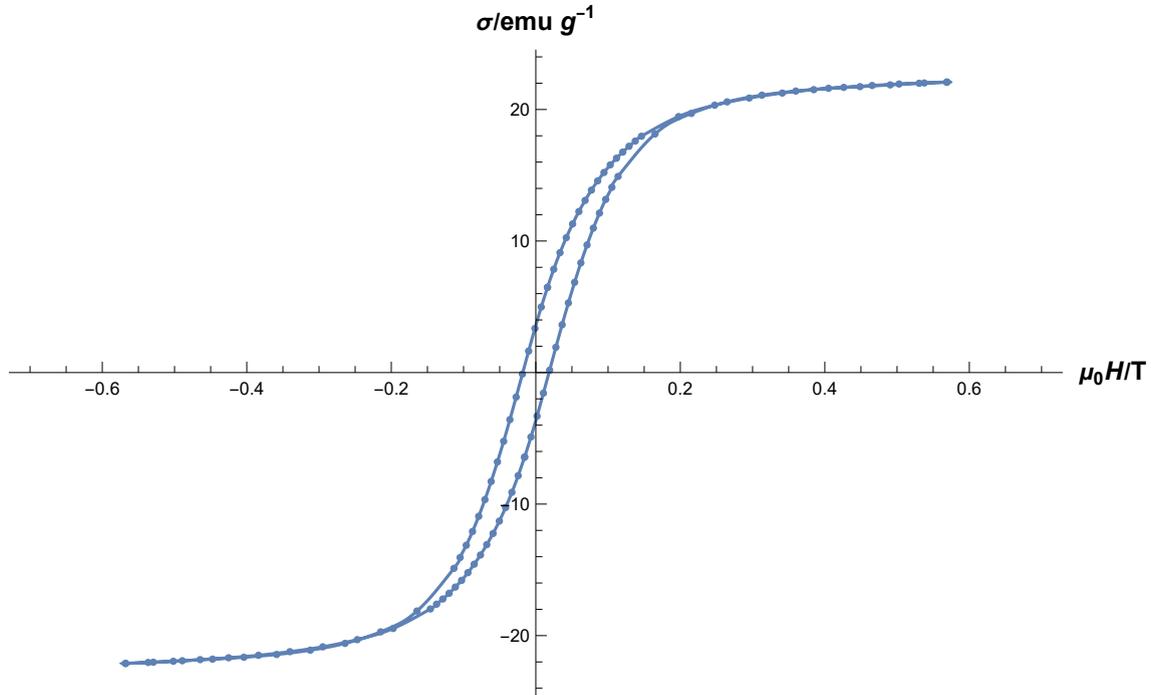


Figura 5.8: Ciclo de histéresis realizado sobre 10.5 miligramos de magnetita en polvo utilizada como muestra patrón. Los parámetros de medida han sido: $I_M = 5 A$, $I_{sat} = 1 A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 15$ y el itinerario ha sido del tipo normal. Se ha utilizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.

En la figura 5.8 se observa que el ciclo tiene un aspecto estándar y esperable para el material utilizado, nótese que hay un desfase entre los puntos de la rama superior y los de la rama inferior debido a la histéresis del electroimán.

Diagrama polar de la magnetita patrón

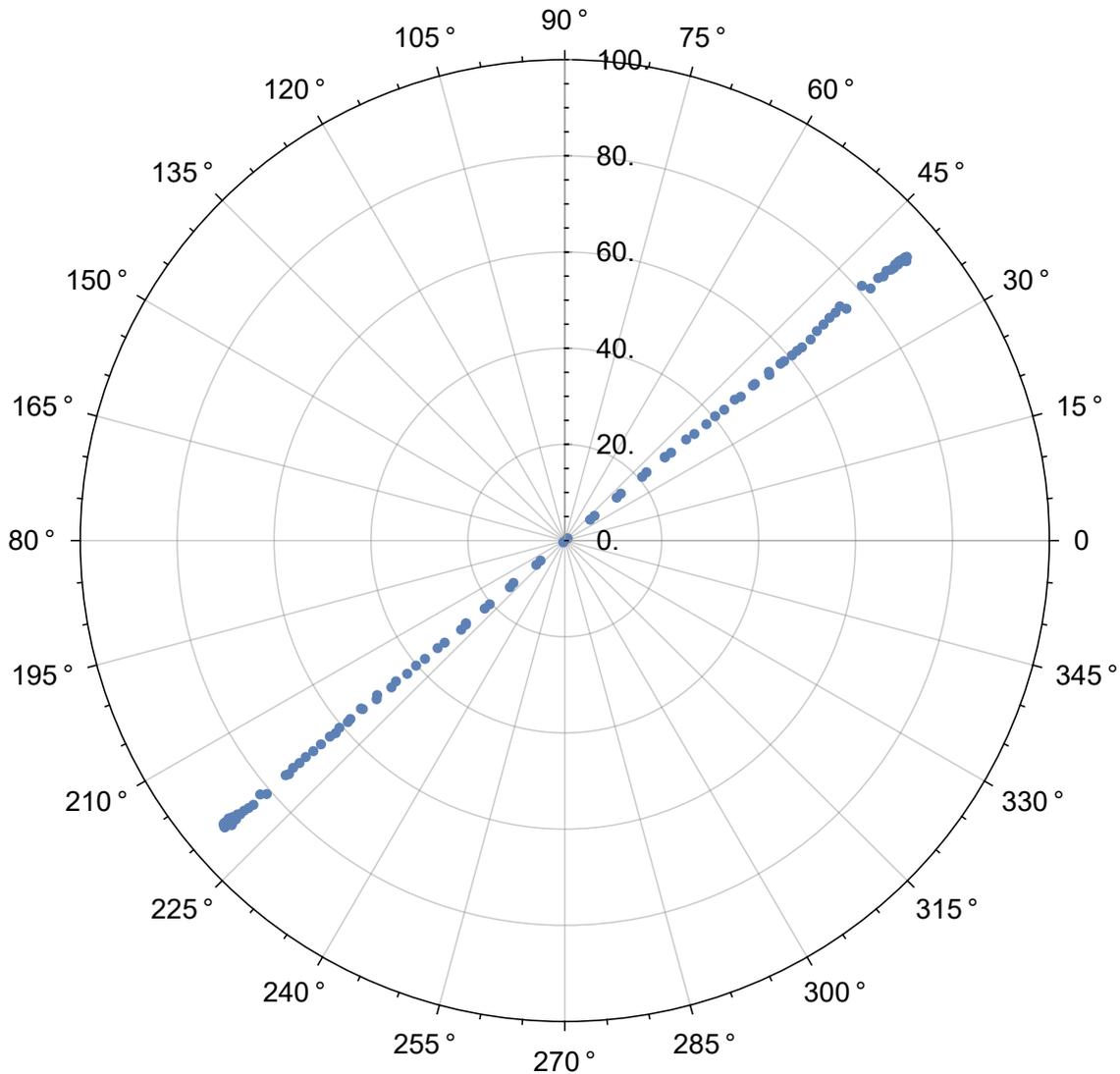


Figura 5.9: Diagrama polar donde se muestran el módulo y la fase de los puntos del ciclo de histéresis.

En la figura 5.9 se observa que la diferencia de fase entre la señal del DCS y la del transductor no es de 90° debido en parte a los fenómenos de inducción mutua y a la implementación de la capacidad en paralelo con las conexiones del DAQ. Nótese el cambio de fase de 180° al cambiar de signo la amplitud de la señal del DCS, realizando la proyección del estado magnético sobre el eje de abscisas, se ha determinado el signo del momento magnético.

Con el ciclo de histéresis realizado, se ha obtenido un valor del voltaje de saturación de $V_{sat} = 22,093V$ que se ha comparado, tras dividirse por la masa de la muestra, con el valor tabulado del momento magnético específico de saturación de la magnetita a temperatura ambiente $\sigma = 92 \frac{emu}{g}$ [14].

$$\frac{V_{sat}}{m} \cdot k = \sigma$$

$$2104,113 \cdot k = 92$$

$$k = \frac{92}{2104,113} = 4,372 \cdot 10^{-2} \frac{emu}{V}$$

La constante k es la constante de calibración por la que hay que multiplicar al cociente entre el voltaje obtenido y la masa de la muestra en gramos para obtener el momento magnético específico del material. Tras haber realizado la calibración ya se pueden realizar medidas de las propiedades magnéticas y compararlas con los resultados obtenidos en otros trabajos.

5.6. Estudio de las muestras magnéticas

Para poner a prueba el equipo de medición se han realizado diversos ciclos de histéresis a una colección de muestras seleccionadas por el grupo de investigación. Dichas muestras han sido fabricadas y estudiadas por otros alumnos para sus Trabajos de Fin de Grado. La comparación de los resultados obtenidos con los de los alumnos se encuentran en el apéndice C.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos.

5.6.1. Magnetita patrón

Tras haber realizado la calibración, el ciclo de histéresis de la magnetita patrón con las unidades de momento magnético específico es el siguiente:

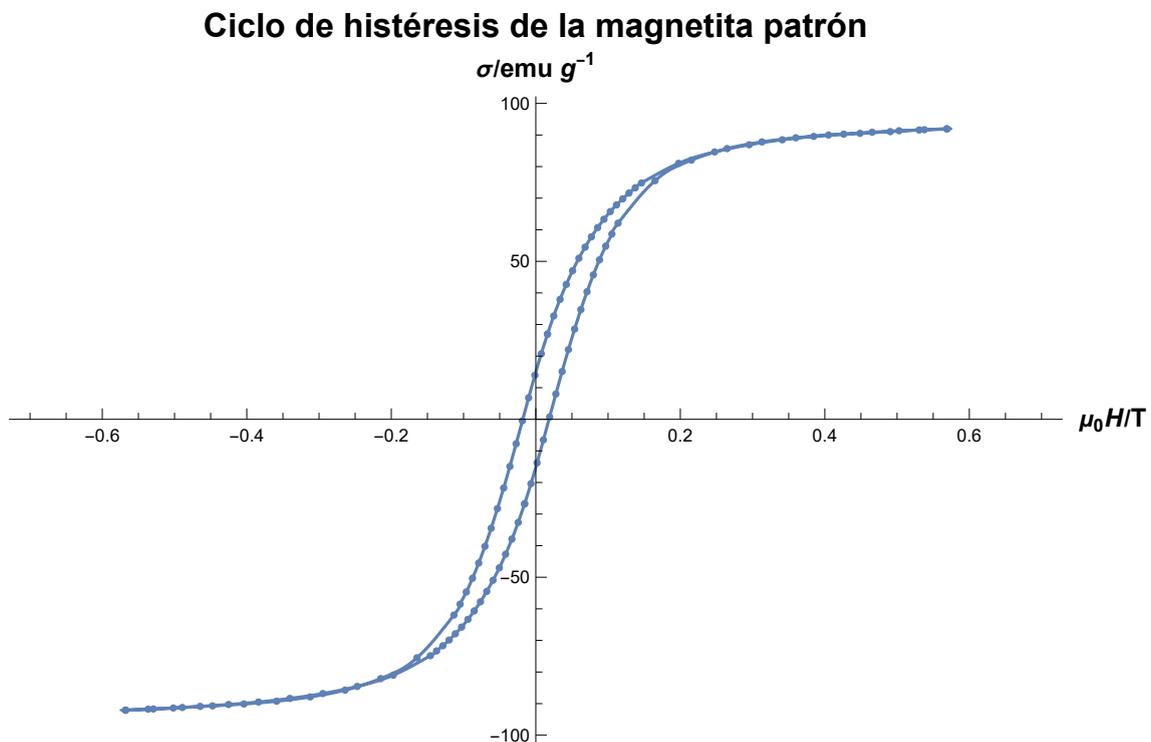


Figura 5.10: Ciclo de histéresis realizado sobre 10.5 miligramos de magnetita patrón tras la calibración. Se ha utilizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.

5.6.2. Ferrita hexagonal de Ba-Mg

Este material magnético se trata de una ferrita de Bario cuya fórmula química es $Ba_2Mg_2Fe_{12}O_{22}$ y tiene una estructura hexagonal en fase Y. Ha sido sinterizada a $1050^\circ C$ y medida utilizando un Histerígrafo diferencial inductivo AC de baja frecuencia por José María Carrascal Rojo [27]. El ciclo de histéresis obtenido con nuestro sistema ha sido el siguiente:

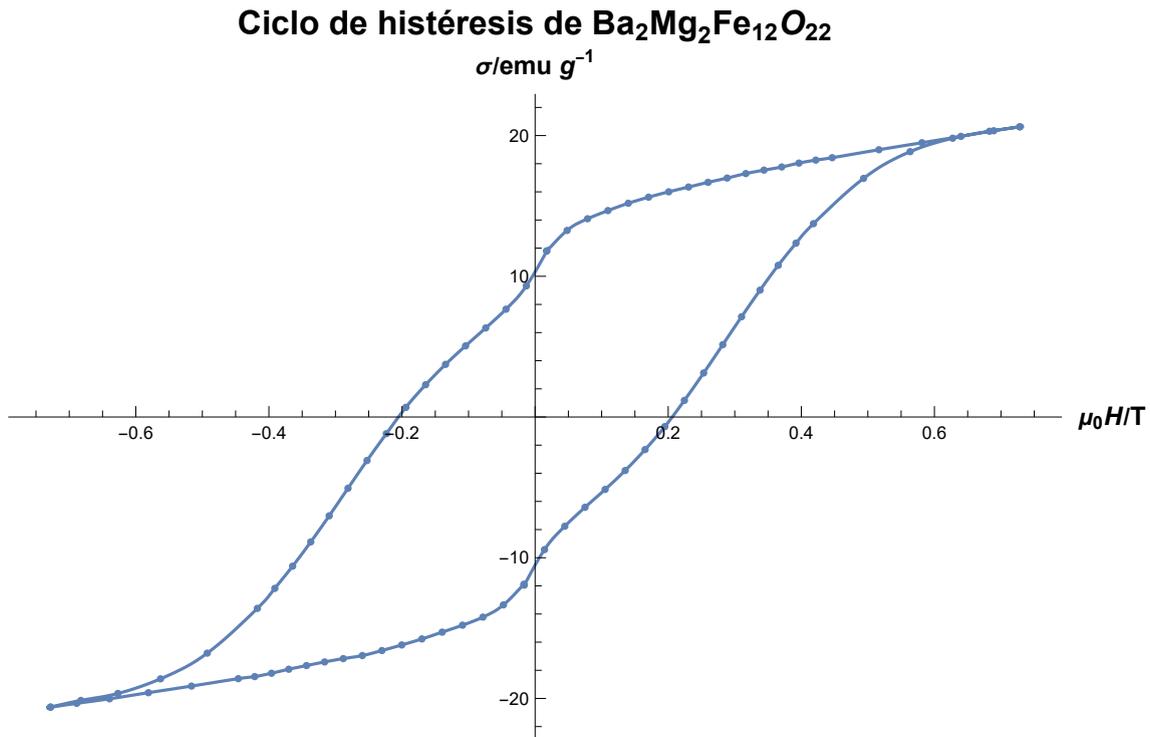


Figura 5.11: Ciclo de histéresis realizado sobre 8.9 miligramos de $Ba_2Mg_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida: $I_M = 7 A$, $I_{sat} = 3,5 A$, $P_{sat} = 5$, $P_{din} = 15$ con itinerario normal e interpolación de segundo orden.

En la figura 5.11 se pueden observar cambios en las pendientes de las ramas causados por los diversos cambios de fase magnética que ocurren durante el ciclo [27]. A la hora de realizar la comparación con las medias obtenidas por el otro método en la sección C.1 del apéndice, han aparecido unas diferencias que, en parte, son debidas a que el estado magnético de la muestra utilizando el otro método no es estacionario y pueden existir fenómenos dependientes del tiempo. Por esta razón, se ha decidido realizar un análisis de la viscosidad para ver dicha dependencia.

Análisis de la viscosidad

Para realizar este análisis, se han obtenido dos ciclos de histéresis con itinerario cruzado utilizando un tiempo máximo de espera de $T_{Max} = 4 s$ común para ambas medidas y un tiempo de espera mínimo de $T_{min} = 0,15 s$ y de $T_{min} = 2 s$, respectivamente. De esta manera, se pueden observar las diferencias entre los estados magnéticos al esperar tiempos diferentes y el estado magnético estacionario.

Ciclo de histéresis de $Ba_2Mg_2Fe_{12}O_{22}$

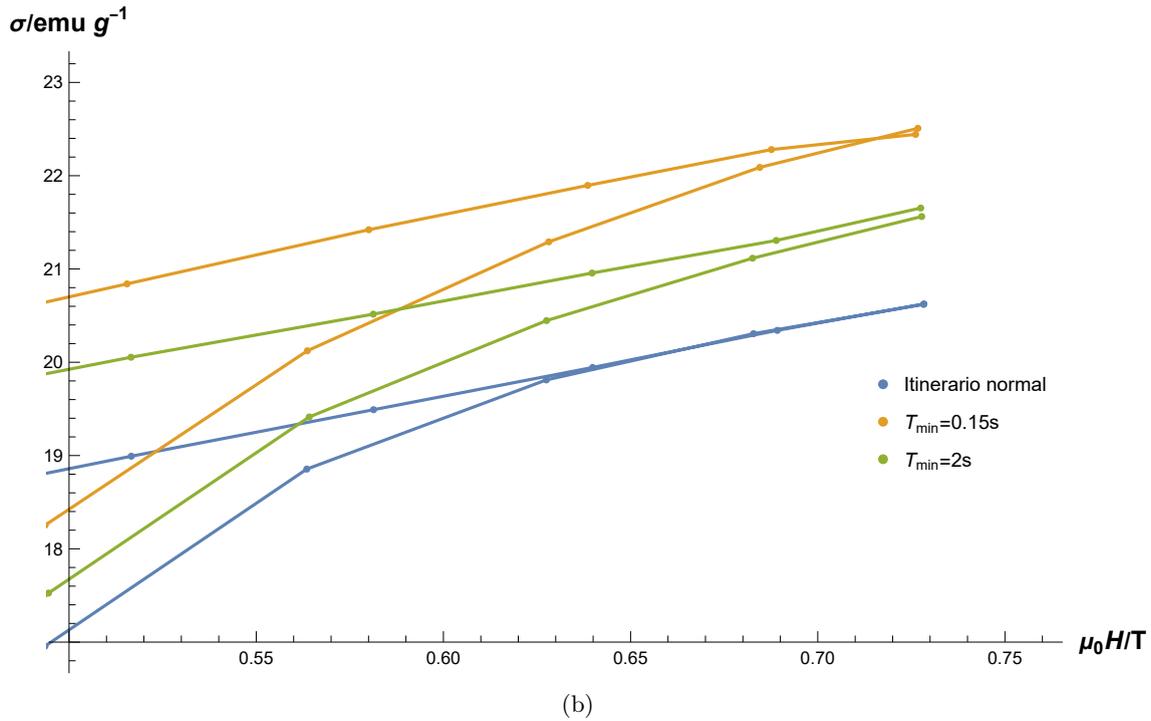
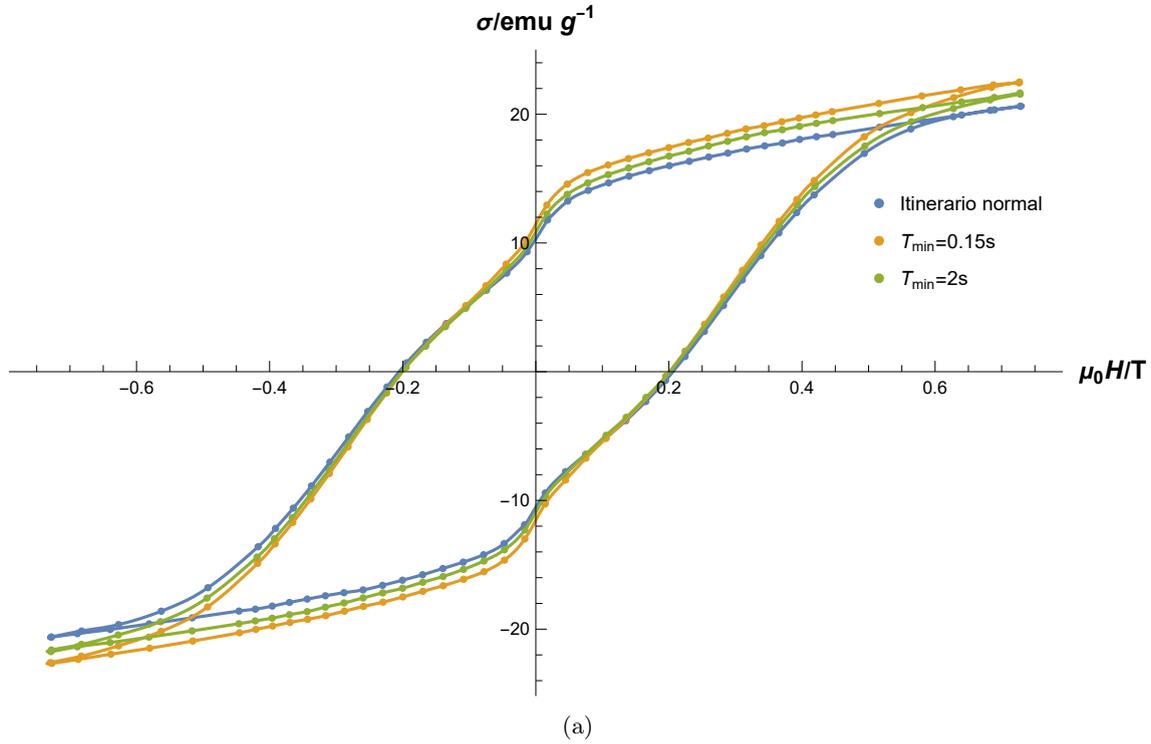


Figura 5.12: Ciclos de histéresis realizados sobre 8.9 miligramos de $Ba_2Mg_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida: $I_M = 7 A$, $I_{sat} = 3,5 A$, $P_{sat} = 5$, $P_{din} = 15$ utilizando ambos itinerarios de medida y una interpolación de segundo orden (a), y ampliación en detalle del extremo de ciclo con interpolación de primer orden (b).

En la figura 5.12 se observa que el momento magnético del ciclo realizado por itinerario normal

es menor en módulo que los realizados por itinerario cruzado, además, se observa que cuanto menor sea el tiempo de espera mayor es el momento magnético. Este comportamiento da cuenta de que existe una relajación de la muestra y que a medida que pasa el tiempo el momento magnético de la muestra va tendiendo al valor estacionario presente en el ciclo con itinerario normal. Una manera de cuantificar este fenómeno de relajación podría ser mediante el ajuste de los valores de saturación a una curva exponencial considerando que el valor de saturación del ciclo normal es el valor estacionario. En este caso no se ha realizado al haber obtenido tan pocos puntos pero, con el enfoque adecuado, el equipo de medición puede ser capaz de estudiar posibles fenómenos dinámicos de las muestras.

5.6.3. Familia de ferritas hexagonales de Ba-Zn con inserciones de Sr

En esta ocasión, se han obtenido los ciclos de histéresis de una familia de ferritas hexagonales de bario-zinc de fase Y con inserciones de estroncio. Su fórmula química es: $Ba_{2-x}Sr_xZn_2Fe_{12}O_{22}$. Estas muestras comparten la misma estructura que la muestra analizada anteriormente y fueron fabricadas y caracterizadas para otro Trabajo de Fin de Grado por Marcos Suazo López [28] utilizando el mismo histerígrafo inductivo. En total, se han medido tres muestras con proporciones de estroncio $x = 1,3; 1,5; 1,7$ todas sinterizadas a $1050^\circ C$.

Ferrita Ba-Zn con $x=1.3$ de Sr

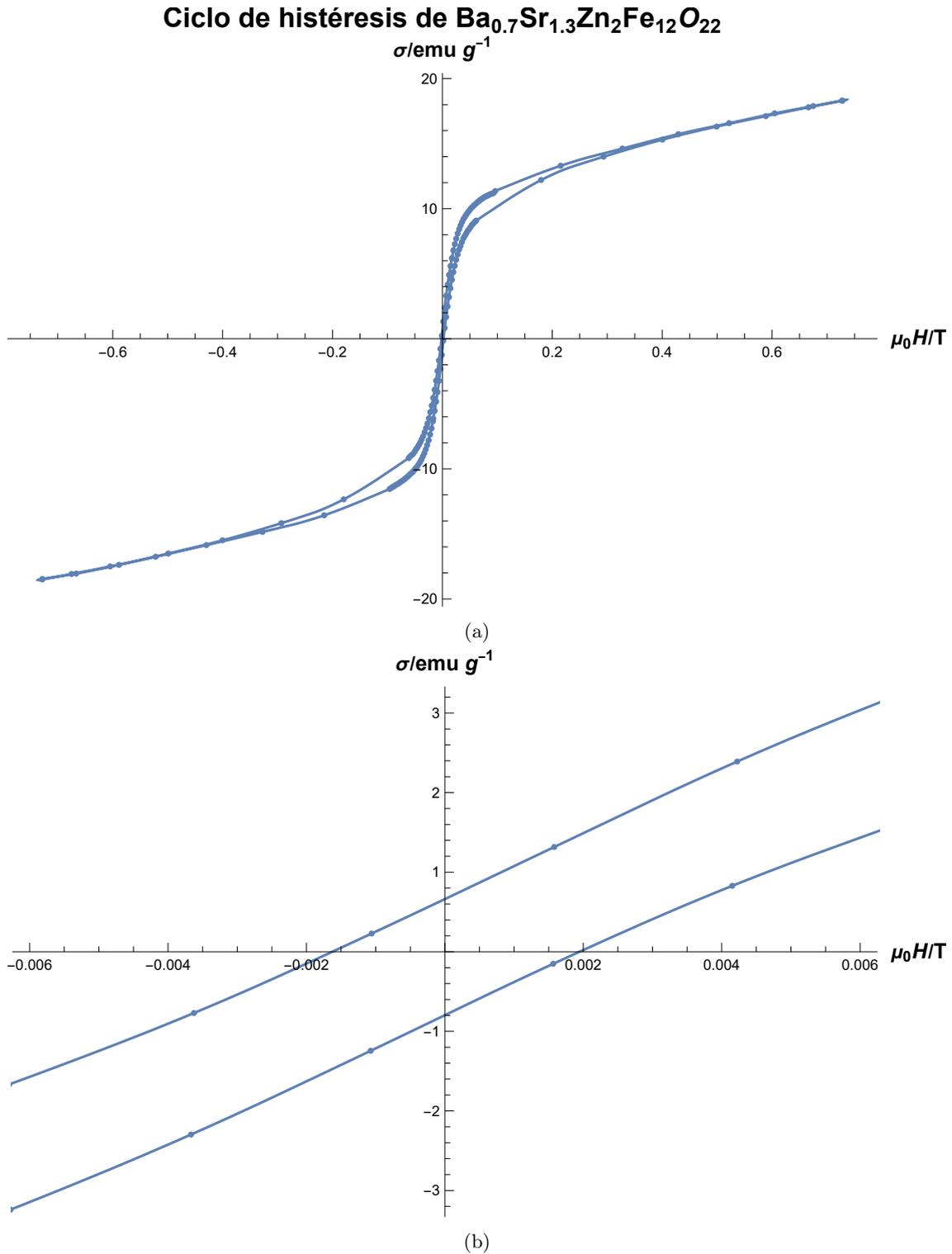


Figura 5.13: Ciclo de histéresis realizado sobre 9.4 miligramos de $Ba_{0.7}Sr_{1.3}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida a itinerario normal: $I_M = 7 A$, $I_{sat} = 0,6 A$, $P_{sat} = 7$, $P_{din} = 30$ (a) y ampliación en detalle del centro de ciclo (b). Se ha realizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.

Se observa en la figura 5.13a que esta muestra presenta un ancho de ciclo extremadamente bajo y una susceptibilidad magnética muy elevada. Por esta razón, se ha determinado una densidad de puntos tan alta para tener mayor resolución a campos bajos. En la figura 5.13b se observa como con la suficiente resolución se puede medir el ancho de ciclo que es de $0,0026T$ o 26 Gauss, entre cuatro y diez veces la intensidad del campo magnético terrestre.

Este material ha servido para estudiar el límite de precisión del instrumento para campos aplicados pequeños, en principio, al realizar un ciclo con $I_M = 7A$, se observa un pequeño decalaje entre los valores del campo coercitivo; si se realiza un ciclo con un I_M menor, cabe esperar que el ancho del ciclo sea menor y el decalaje mayor. Para observar este aspecto, se ha realizado varios ciclos de histéresis con los siguientes parámetros: $I_M = 1A$, $I_{sat} = 1A$, $P_{sat} = 0$, $P_{din} = 35$ con itinerario normal, es decir, una distribución de puntos constante con intensidad máxima de 1 A.

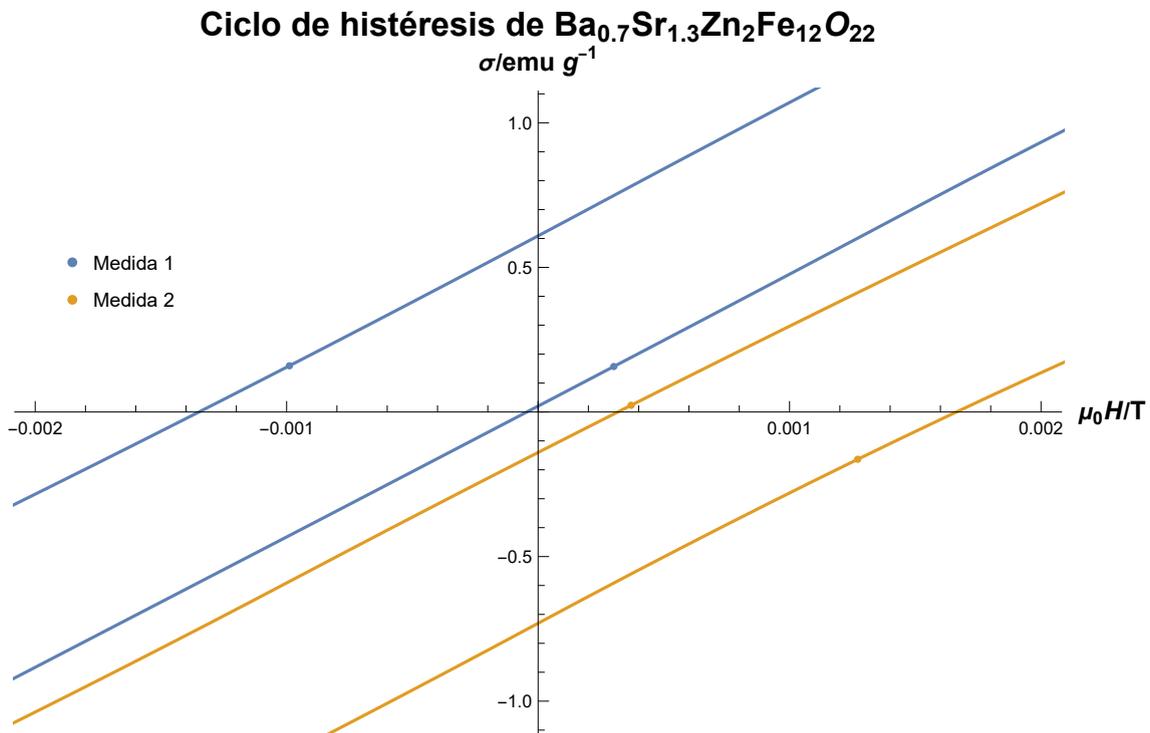


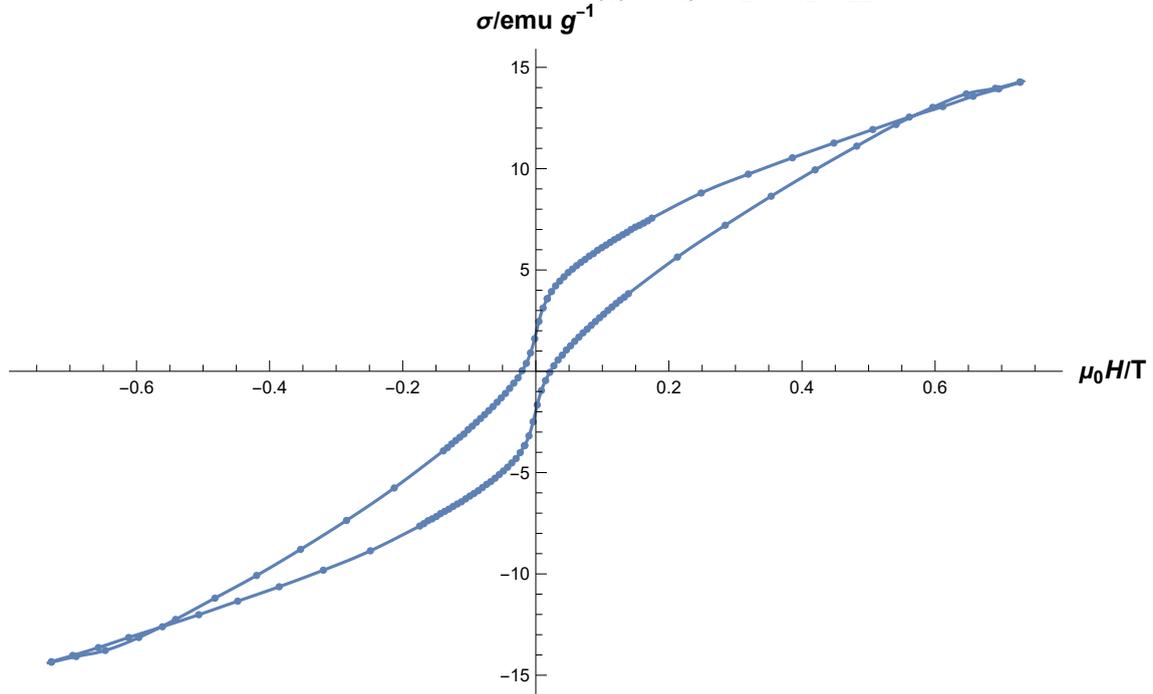
Figura 5.14: Ampliaciones en detalle del centro del ciclo de histéresis de $Ba_{0.7}Sr_{1.3}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con $I_M = 1A$, $I_{sat} = 1A$, $P_{sat} = 0$, $P_{din} = 35$ a itinerario normal para dos medidas realizadas bajo las mismas condiciones.

Se observa en la figura 5.14 que el decalaje en el campo magnético es mucho mayor, resultando imposible obtener un ciclo centrado. A pesar de eso, el ancho del ciclo permanece constante, arrojando un valor de 12-13 Gauss.

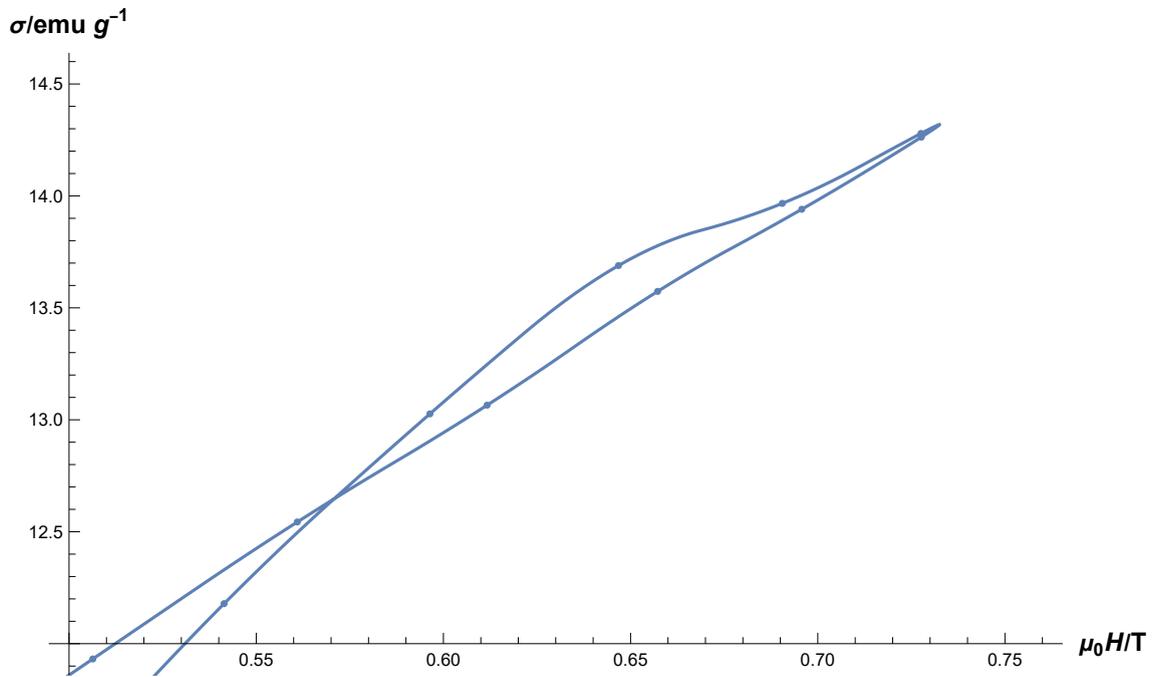
Los resultados anteriores arrojan un límite para la medida precisa del campo magnético aplicado, se piensa que la razón por la que se da con este límite es debido a la posición del gaussímetro en el montaje experimental. Como la sonda se encuentra un poco por debajo del DCS, para campos tan pequeños no se puede garantizar que el campo sea uniforme en la zona próxima a éste. Por lo tanto, se ha llegado al límite de funcionamiento del equipo de medición con respecto a los campos aplicados.

Ferrita Ba-Zn con x=1.5 de Sr

Ciclo de histéresis de $Ba_{0.5}Sr_{1.5}Zn_2Fe_{12}O_{22}$



(a)



(b)

Figura 5.15: Ciclo de histéresis realizado sobre 11.1 miligramos de $Ba_{0.5}Sr_{1.5}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida a itinerario normal: $I_M = 7 A$, $I_{sat} = 1,2 A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 25$ (a) y ampliación en detalle del extremo del ciclo (b). Se ha realizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.

En la figura 5.15b se observa que en los puntos próximos a los extremos del ciclo hay un lazo. En principio, este fenómeno no puede ocurrir para medidas de estados estacionarios de la muestra por lo que es posible que sea un fenómeno dinámico que ocurre a altas intensidades. Para comprobar si este fenómeno se produce solamente a altas intensidades, se ha realizado otro ciclo a itinerario normal con $I_M = 3,5 A$, $I_{sat} = 0,7 A$, $P_{sat} = 15$, $P_{din} = 20$.

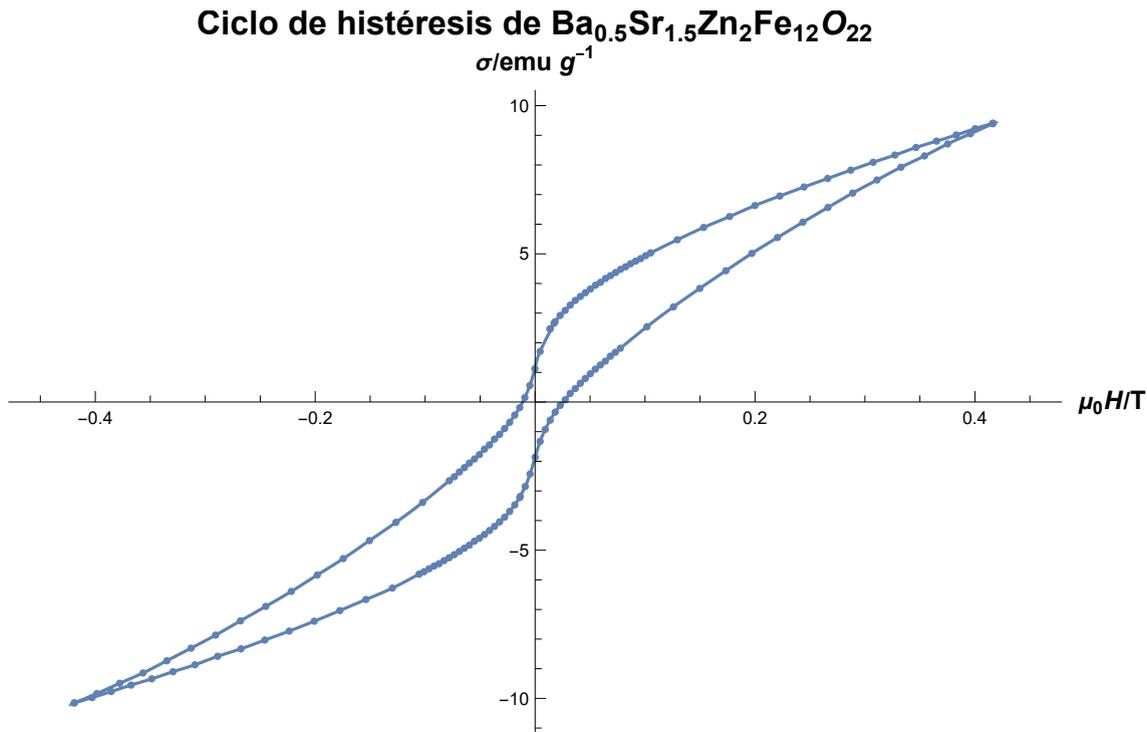
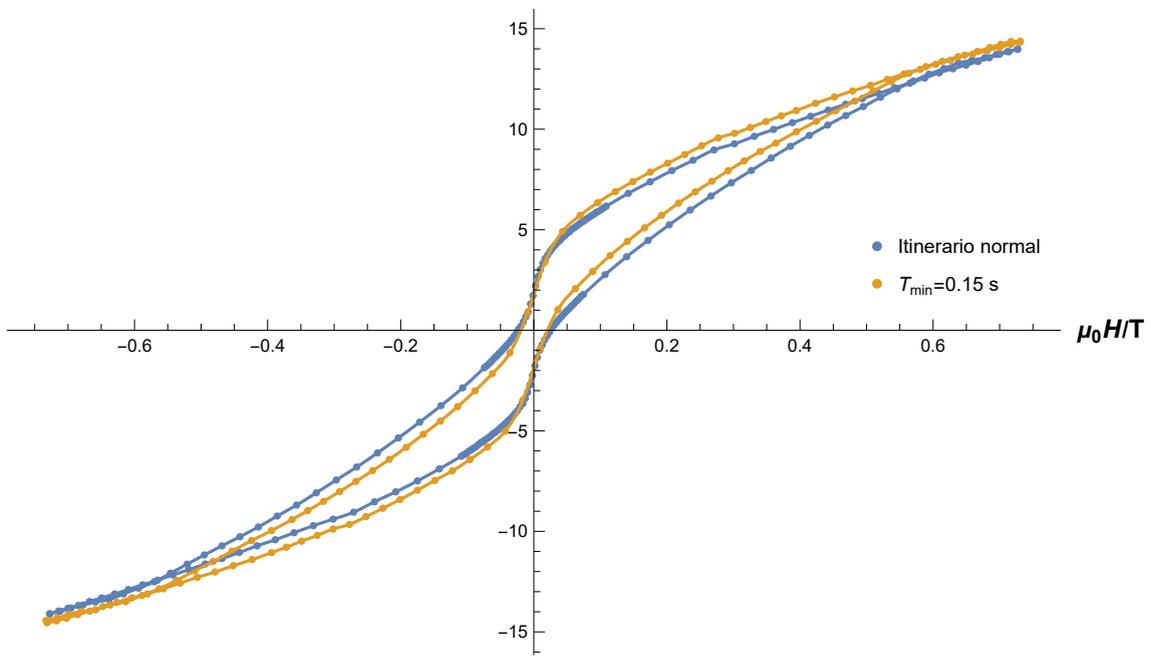


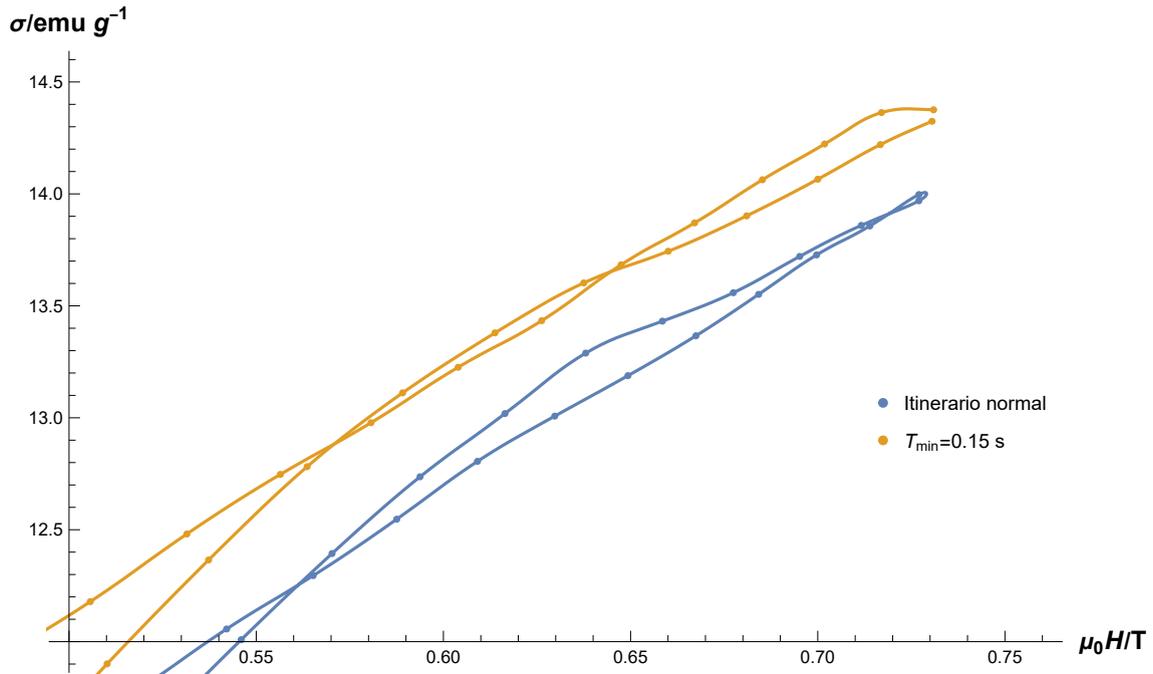
Figura 5.16: Ciclo de histéresis de $Ba_{0,5}Sr_{1,5}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con $I_M = 3,5 A$, $I_{sat} = 0,7 A$, $P_{sat} = 15$, $P_{din} = 20$ a itinerario normal e interpolación de segundo orden.

Se observa en la figura 5.16 que, al haber realizado un ciclo más estrecho no aparecen los lazos de la figura 5.15, dando a entender que es un fenómeno que ocurre solamente a altas intensidades. Al ver que el lazo solamente ocurre para intensidades altas, se ha realizado otro ciclo de histéresis a itinerario normal con $I_M = 7 A$, $I_{sat} = 0,7 A$, $P_{sat} = 25$, $P_{din} = 25$ aumentando la densidad de puntos de la zona de saturación para observar el fenómeno con mayor resolución. A su vez, como se sospecha que el fenómeno puede ser dinámico, se ha realizado otro ciclo de histéresis a itinerario cruzado con $I_M = 7 A$, $I_{sat} = 3 A$, $P_{sat} = 15$, $P_{din} = 15$ y tiempos de espera $T_{Max} = 4 s$ y $T_{min} = 0,15 s$.

Ciclo de histéresis de $Ba_{0.5}Sr_{1.5}Zn_2Fe_{12}O_{22}$



(a)



(b)

Figura 5.17: Ciclo de histéresis de $Ba_{0.5}Sr_{1.5}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ a itinerario normal y cruzado con $T_{Max} = 4 s$ y $T_{min} = 0,15 s$ (a) y ampliación en detalle del extremo de los ciclos (b). Se ha realizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.

En la figura 5.17a se observa el mismo comportamiento que en la figura 5.12a, en la ampliación a detalle de la figura 5.17b sigue apareciendo el lazo y se aprecia una reducción de su tamaño en

el ciclo cruzado a pesar de que no se haya eliminado.

Tras analizar estos resultados, se concluyó que este fenómeno no es estacionario y que puede ser debido a la dependencia de las propiedades magnéticas de la muestra con el campo aplicado, el tiempo y la temperatura. Esta última puede tener especial importancia ya que como los ciclos se han realizado con una gran densidad de puntos a intensidades altas, la disipación del electroimán ha sido considerable; habiendo alcanzado variaciones de temperatura de hasta 15°C con respecto a la temperatura ambiente, calentando al material en el proceso y modificando así sus propiedades. Por lo tanto, el hecho de no tener ningún sistema de refrigeración para el electroimán dificulta en gran medida la operación del instrumento a campos altos.

Ferrita Ba-Zn con $x=1.7$ de Sr

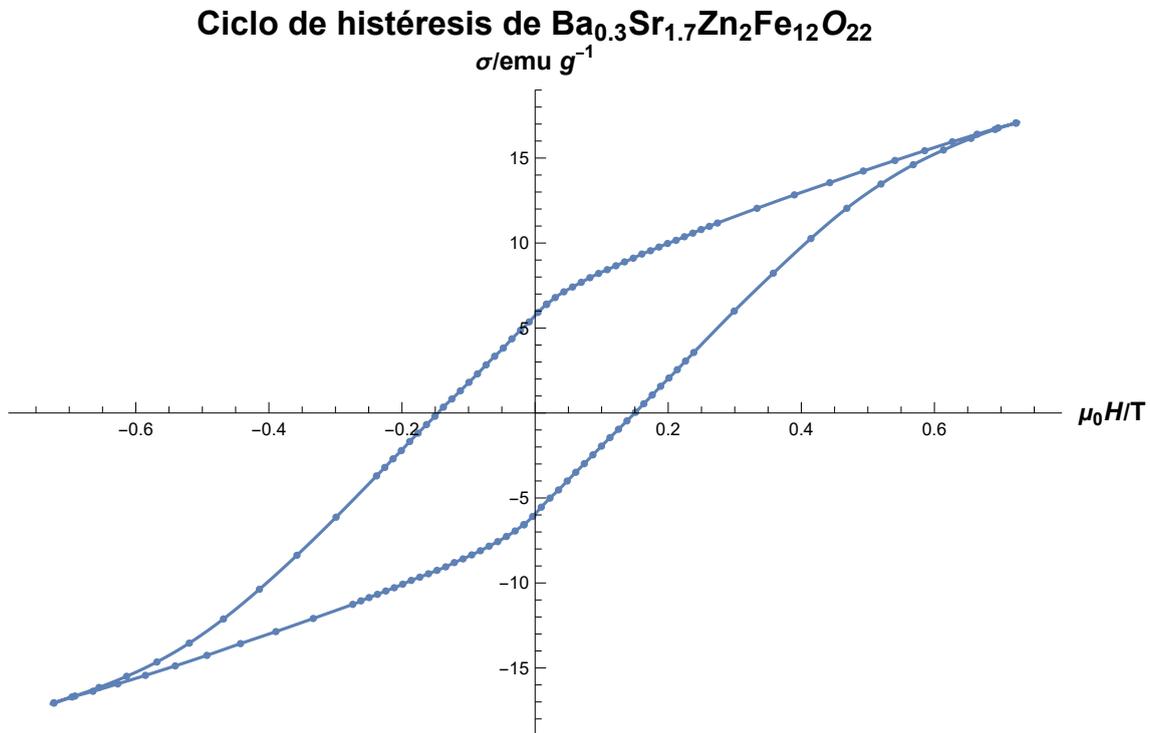


Figura 5.18: Ciclo de histéresis realizado sobre 10.2 miligramos de $\text{Ba}_{0.3}\text{Sr}_{1.7}\text{Zn}_2\text{Fe}_{12}\text{O}_{22}$ con $I_M = 7\text{ A}$, $I_{sat} = 2\text{ A}$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 20$ a itinerario normal e interpolación de segundo orden.

En la figura 5.18 se observa que este material presenta un ciclo bastante ancho sin tantas peculiaridades como los dos materiales anteriores.

A pesar de que este material no presenta ninguna peculiaridad que tenga que ser medida, se trata de un material especialmente duro con un ciclo muy ancho, y ese aspecto ha permitido darse cuenta de una falla existente en el diseño. El problema parte del siguiente ciclo de histéresis, con menor I_M que el anterior, que se realizó posteriormente.

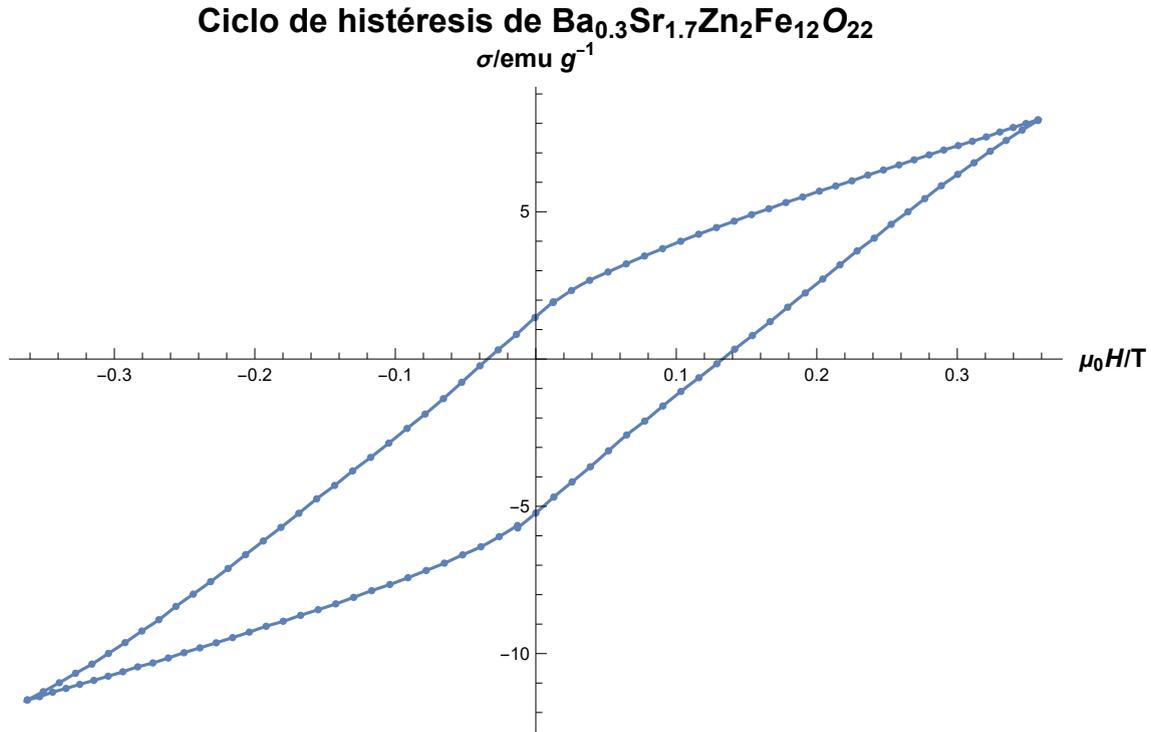


Figura 5.19: Ciclo de histéresis de $Ba_{0.3}Sr_{1.7}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con $I_M = 3A$, $I_{sat} = 2A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 20$ a itinerario normal e interpolación de segundo orden.

Nótese que en la figura 5.19 el ciclo presenta una gran asimetría, siendo esta característica completamente anómala para un ciclo de histéresis de este tipo.

¿Por qué razón el ciclo de histéresis estrecho presenta dichas asimetrías? Para visualizar este fenómeno, se decidió realizar sendos ciclos de histéresis, aumentando la intensidad máxima y manteniendo la densidad de puntos constante en todo el itinerario hasta llegar a $I_M = 7A$ donde dicha asimetría no aparece. El resultado es el siguiente:

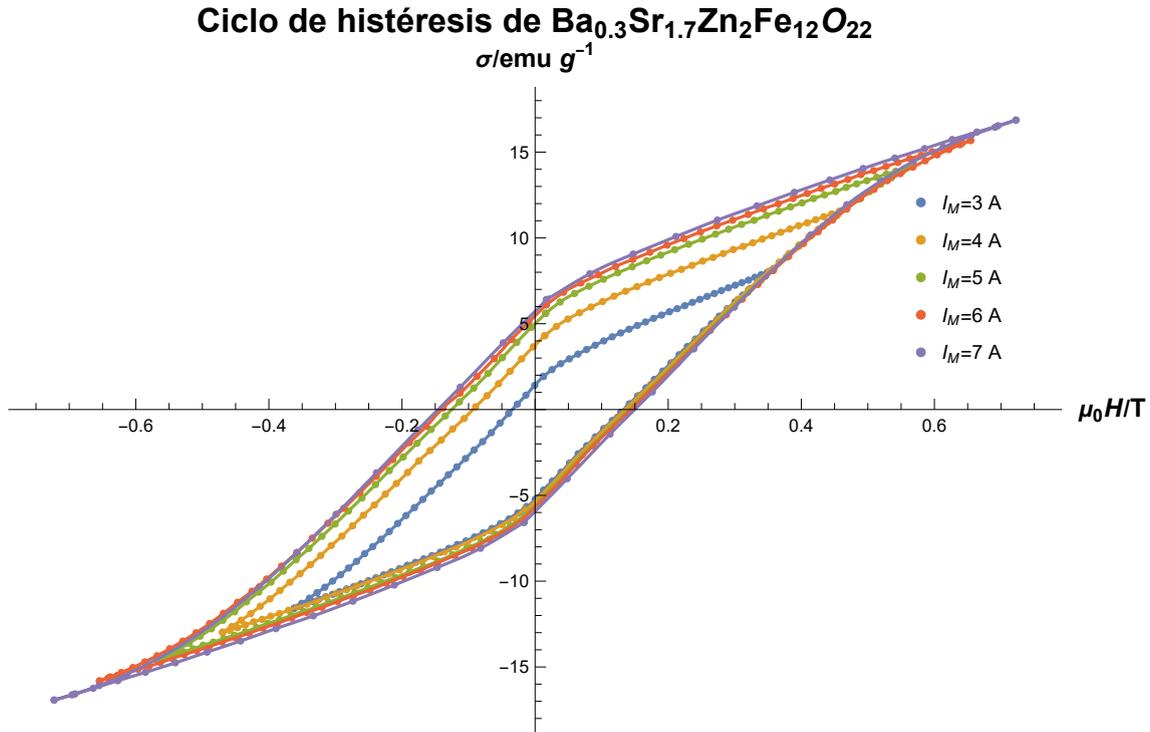


Figura 5.20: Ciclo de histéresis de $Ba_{0.3}Sr_{1.7}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ com distintos valores de I_M y la misma densidad de puntos.

Se observa en la figura 5.20 que las asimetrías van disminuyendo paulatinamente a medida que se aumenta el valor de I_M y que para todos los ciclos tanto la imanación remanente negativa como la rama inferior es la misma. Al ver estos resultados, se concluyó que este fenómeno no tenía que ver con ninguna peculiaridad exótica de la muestra sino con su histéresis. La explicación es la siguiente y parte del hecho de que se ha realizado un ciclo de histéresis con $I_M = 7$ A y, acto seguido, otro con $I_M = 3$ A. Al tratarse de un material tan duro, durante la fase de acondicionamiento de la muestra para el ciclo con menor I_M , no se ha conseguido “borrar la memoria” de la muestra, por lo que ésta se “acordaba” del ciclo anterior y por eso presentaba la misma imanación negativa con la que se finalizó el primer ciclo. Estas observaciones han permitido determinar que el método de acondicionamiento de la muestra es ineficaz para materiales duros con ciclos de histéresis anchos. Aunque más sutil, el mismo fenómeno se puede observar en la figura 5.16 ya que este ciclo se realizó bajo las mismas condiciones, es decir, con posterioridad al ciclo con mayor I_M .

Entonces, ¿qué se ha medido en los ciclos asimétricos?, en nuestra interpretación el fenómeno puede ser debido a que dentro del material coexisten dos comportamientos, uno duro asociado a las propiedades químicas y magnéticas referentes a su composición, estructura cristalina y método de fabricación; y otro blando, asociado a la granularidad de los dominios magnéticos presentes en el material a la hora de medirlo. La componente dura es la que aporta la imanación remanente y la rama inferior común en los ciclos asimétricos y, por otro lado, la interacción entre la muestra y el campo, donde actúan ambas componentes, da lugar a los ciclos obtenidos.

5.6.4. Vidrio y teflón del capilar

Por último, para poner a prueba al instrumento, se ha obtenido la señal de imanación del tubo capilar vacío con las inserciones de teflón. Como no hay ninguna muestra insertada, no se ha podido obtener la masa de la sección de vidrio imanada por lo que se presentan los valores del momento magnético del tubo capilar.



Figura 5.21: Tubo capilar vacío con inserciones de teflón preparado para su medida.

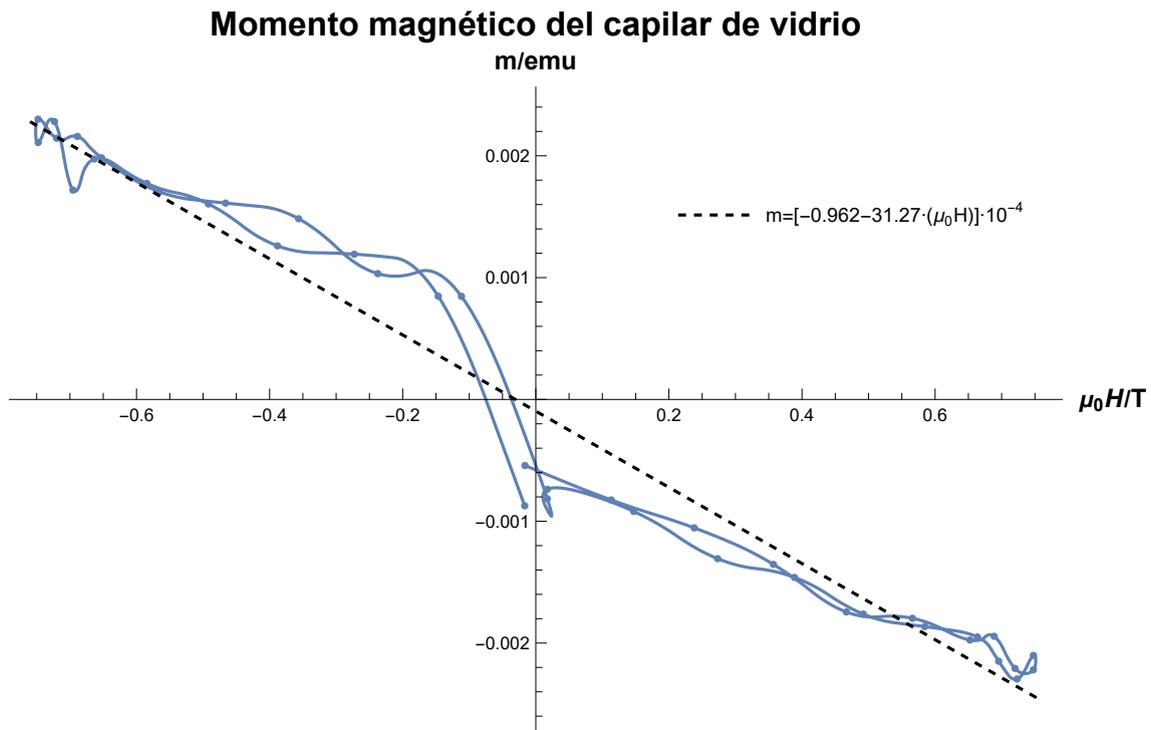


Figura 5.22: Medida del momento magnético del tubo capilar con las inserciones de teflón con $I_M = 7,5 A$, $I_{sat} = 6 A$, $P_{sat} = 3$, $P_{din} = 6$ a itinerario normal. Se ha realizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos y apreciar el ciclo de intensidades recorrido. La regresión lineal realizada devuelve un coeficiente de correlación de $r^2 = 0,963$.

Aunque con muchas interferencias, se ha podido observar el carácter diamagnético del vidrio del tubo capilar en la figura 5.22, lo cual es una muestra de lo que es capaz de medir el magnetómetro. Otro aspecto a destacar es que el Lock-In digital ha detectado la fase de la señal del DCS con gran precisión, como se puede ver en el siguiente diagrama polar.

Diagrama polar del capilar de vidrio

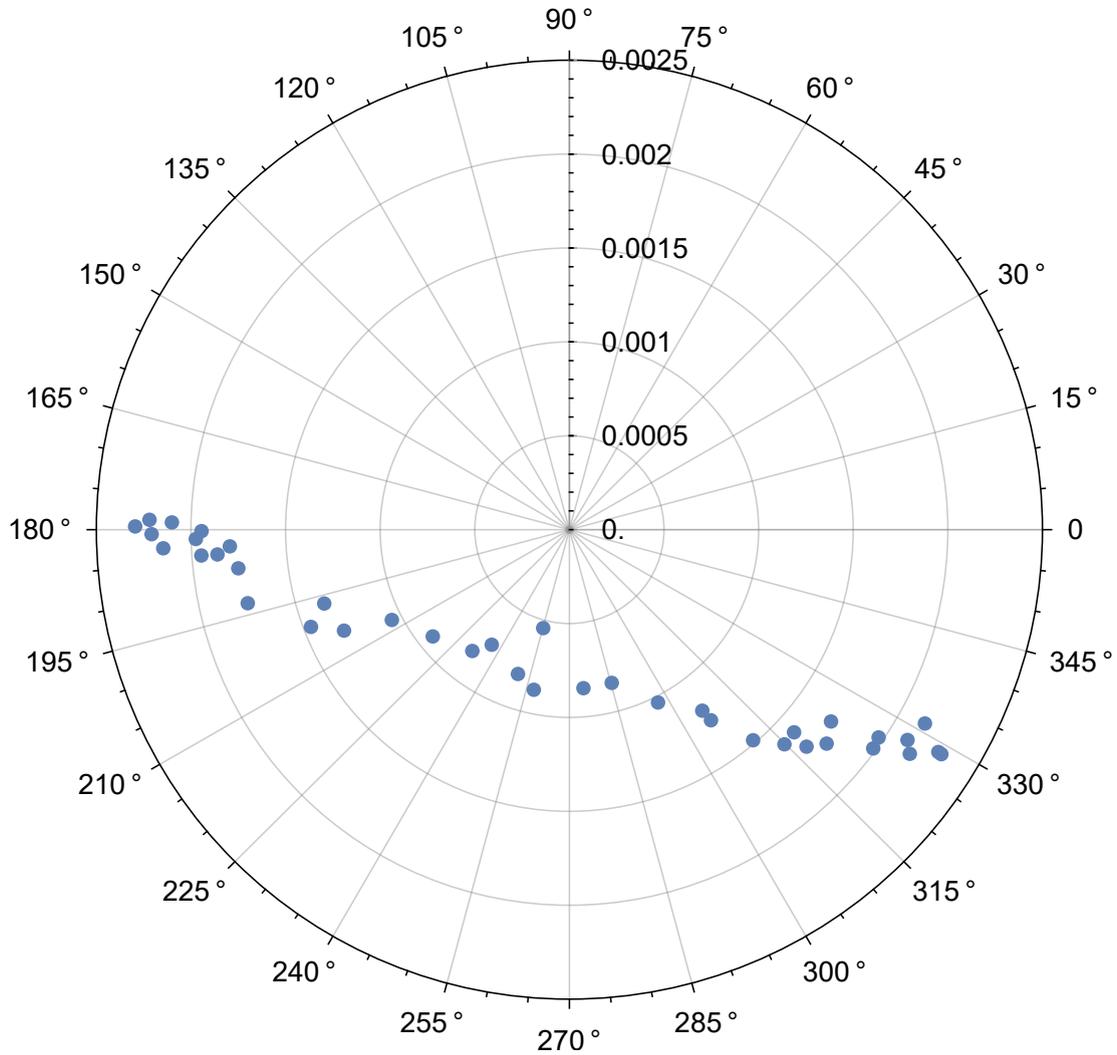


Figura 5.23: Diagrama polar de la fase de la señal del DCS obtenida por el Lock-In digital.

Se observa en la figura 5.23 que, a pesar de que la señal tiene una muy baja intensidad y muchas interferencias, se han obtenido las fases con una dispersión aceptable al encontrarse alineadas al igual que en la figura 5.9. Siendo esto una muestra de la calidad del Lock-In digital desarrollado.

Capítulo 6

Conclusiones

A modo de conclusión, se considera que el desarrollo del Magnetómetro de Muestra Vibrante ha sido exitoso y que este trabajo es una prueba de que reuniendo las herramientas bien elegidas y escogiendo una buena metodología de trabajo se puede construir un instrumento a coste muy reducido que puede arrojar resultados más que aceptables a un grupo de investigación. Durante el trabajo, el alumno se ha inmerso en el ámbito experimental donde ha aprendido desde técnicas de soldadura hasta programación de software de control en entornos gráficos así como las diferentes pautas a tomar para cumplir con los objetivos de un proyecto de esta envergadura y resolver los problemas que han aparecido durante el proceso; sin olvidar todo lo aprendido sobre la histéresis magnética y sus interesantes propiedades.

Pero el aspecto más importante del trabajo es, sin duda alguna, todo el desarrollo y construcción del sistema de bobinas de detección donde el alumno, desde cero, ha tenido que interiorizar los principios físicos que intervienen en el proceso de medida, plantear el problema del diseño insertando todas las ligaduras y condiciones de contorno específicas a su caso y obtener un diseño óptimo que satisficiera todas las condiciones impuestas por él mismo. Además, ha participado activamente en el proceso de bobinado y ha estado presente en todos los demás procesos en los que no ha participado, bien por falta de experiencia o bien por cumplir las medidas de seguridad. Por todo esto, el alumno se considera orgulloso de su obra que conforma el corazón del magnetómetro y, de todo el proyecto en su conjunto.

6.1. Líneas de desarrollo futuras

A modo de dejar marcadas las pautas para un trabajo futuro, se desglosan diversos aspectos que tienen margen de mejora:

En el aspecto mecánico:

- Sustituir el transductor por otro con una menor impedancia mecánica para que su amplitud no sea dependiente de su masa.
- Incluir un sistema de medición de la amplitud para conocer mejor cómo está vibrando la muestra.
- Mejorar el aislamiento para reducir vibraciones diseñando una estructura específica para el instrumento.

En el aspecto electromagnético:

- Incluir un sistema de refrigeración del electroimán para medir a altos campos durante mayor tiempo y evitar calentamientos.

En el aspecto del software:

- Implementar un algoritmo alternativo para encontrar la amplitud y la fase de una señal y comparar resultados con los del Lock-In digital.
- Implementar un sistema que modifique la posición de equilibrio de la muestra para alinearla automáticamente.
- Modificar el estudio estadístico para incluir la medida del campo magnético y estudiar los efectos del calentamiento del electroimán y su desimanación sobre los resultados.
- Modificar el proceso de acondicionamiento de la muestra para evitar problemas a la hora de medir materiales duros implementando un proceso anterior de desimanación total.
- Implementar un programa diseñado específicamente para el estudio de la viscosidad de muestras magnéticas.

Y, por último, en el aspecto del diseño:

- Cambiar el diseño del Magnetómetro de Muestra Vibrante para realizar medidas biaxiales y poder estudiar la anisotropía de las muestras.
- Implementar un estudio con la temperatura insertando algún módulo de enfriamiento y criostato.

Bibliografía

- [1] Slawomir Tumanski. *Handbook of Magnetic Measurements (Series in Sensors)*. CRC Press, 1 edition, 2011.
- [2] Simon Foner. Vibrating sample magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 27(7):548–548, 1956.
- [3] Wolfram Research, Inc. Mathematica, Version 12.3. Champaign, IL, 2021.
- [4] Ajenikoko Ganiyu and Ojerinde Adedapo. Effects of total harmonic distortion on power system equipment. *Journal of Innovative Systems Design and Engineering IISTE*, 6(5):114–120, 2015.
- [5] H Rosemary Taylor. *Data acquisition for sensor systems*, volume 5. Springer Science & Business Media, 1997.
- [6] Agilent Technologies. *Agilent U2500A Series USB Simultaneous Sampling Multifunction Data Acquisition Devices User's Guide*.
- [7] Mayo Clinic [Internet]. Mayo Foundation for Medical Education and Research. Hematocrit test: Overview. <http://www.mayoclinic.org/tests-procedures/hematocrit/home/ovc-20205459>, c1998–2017. Accedido 28-05-2021.
- [8] Simon Foner. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer. *Review of Scientific Instruments*, 30(7):548–557, 1959.
- [9] J. P. C. Bernardis. Design of a detection coil system for a biaxial vibrating sample magnetometer and some applications. *Review of Scientific Instruments*, 64(7):1918–1930, 1993.
- [10] H. J. Richter and H. Hibst. Vectorial magnetization of metal evaporated tapes. *Journal of Applied Physics*, 70(10):5512–5516, 1991.
- [11] H.J. Richter. On the construction of detection coils for a vectorial vibrating sample magnetometer. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 111(1):201 – 213, 1992.
- [12] N. Matsubara and F. Sai. Measurement of magnetization of an obliquely deposited film by using 3-dimensional vector vsm. *IEEE Transactions on Magnetics*, 27(6):4748–4750, Nov 1991.
- [13] E. O. Samwel, T. Bolhuis, and J. C. Lodder. An alternative approach to vector vibrating sample magnetometer detection coil setup. *Review of Scientific Instruments*, 69(9):3204–3209, 1998.
- [14] Freddy P. Guachun and Víctor J. Raposo. Diseño y calibración de un magnetómetro de muestra vibrante: caracterización de materiales magnéticos. *Momento*, (56):45–62, Jan. 2018.
- [15] V. Lopez-Dominguez, A. Quesada, J. C. Guzmán-Mínguez, L. Moreno, M. Lere, J. Spottorno, F. Giacomone, J. F. Fernández, A. Hernando, and M. A. García. A simple vibrating sample magnetometer for macroscopic samples. *Review of Scientific Instruments*, 89(3):034707, 2018.

- [16] J.P.C. Bernardis, G.J.P. van Engelen, and H.A.J. Cramer. An improved detection coil system for a biaxial vibrating sample magnetometer. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 123(1):141–146, 1993.
- [17] S R Hoon and S N M Willcock. The direct observation of magnetic images in electromagnet vibrating sample magnetometers. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, 21(5):480–487, may 1988.
- [18] John Mallinson. Magnetometer coils and reciprocity. *Journal of Applied Physics*, 37(6):2514–2515, 1966.
- [19] Manuel Gadella Urquiza. *Métodos matemáticos avanzados para ciencias e ingenierías*. Manuales y textos universitarios (Universidad de Valladolid). Ciencias ; 31. Universidad de Valladolid, Valladolid, 2000.
- [20] Edward Thomas Copson. *An introduction to the theory of functions of a complex variable*, volume 158. Oxford London, 1935.
- [21] John H. Scofield. Frequency-domain description of a lock-in amplifier. *American Journal of Physics*, 62(2):129–133, 1994.
- [22] Keysight Technologies, Inc. Keysight VEE Pro, Version 9.33.
- [23] Kepco. *Operator Manual BIT 4886 Digital Interface Card with GPIB and RS 232 capability*.
- [24] Nicola A Spaldin. *Magnetic materials: fundamentals and applications*. Cambridge university press, 2010.
- [25] SD Billings, LR Pasion, DW Oldenburg, and J Foley. The influence of magnetic viscosity on electromagnetic sensors. In *Proceedings of EUDEM-SCOT2, International Conference on Requirements and Technologies for the Detection, Removal and Neutralization of Landmines and UXO*, 2003.
- [26] Sante R Scuro. Introduction to error theory. *Visual Physics Laboratory, Texas A&M University, College Station, TX, 77843*, 2004.
- [27] José María Carrascal Rojo. Comunicación privada, May 2021.
- [28] Marcos Suazo López. Fabricación y caracterización de ferritas hexagonales: Fase Y con sustitución de Zn. 2021.

Índice de figuras

1.1.	Esquema del funcionamiento de un magnetómetro de Foner donde aparece la muestra magnética imanada en dos estados de vibración distintos.	6
2.1.	Diagrama de bloques del diseño del VSM.	9
2.2.	Transductor utilizado para hacer vibrar la muestra.	10
2.3.	Panel frontal de la fuente de alimentación.	11
2.4.	Electroimán utilizado junto con las piezas polares cónicas escogidas para concentrar el campo magnético en el espacio comprendido entre éstas.	12
2.5.	Pieza polar cónica de frente (a) y de perfil (b) utilizada para concentrar el campo en el espacio libre entre ellas. Tiene un diámetro interno de 25.95 mm.	12
2.6.	Sonda Hall (a), controlador del gaussímetro (b) y calibre de cero gauss (c).	13
2.7.	Aspecto externo del DAQ, en la parte frontal (a) se encuentra la conexión principal y en la parte posterior (b) la toma de corriente y la conexión Mini USB para comunicarse con el ordenador [6]. A pesar de tratarse de otro modelo, el aspecto externo es idéntico.	14
2.8.	Sistema de clavijas utilizado para mandar las señales a los canales de entrada del DAQ así como para recibir la señal desde los canales de salida.	15
2.9.	Tubo capilar con una muestra magnética en su interior, se muestra con calibre para apreciar la escala, la columna de material magnético nunca ha sido superior a 5mm.	16
2.10.	Esquema básico del diseño del DCS donde se pueden ver los principales elementos y direcciones definidas.	17
2.11.	Descripción del efecto que tienen las imágenes magnéticas en la sensibilidad del sistema [9].	19
2.12.	Sección transversal de una bobina con las dimensiones definidas.	21
2.13.	Sección transversal de la distribución de las cuatro bobinas	22
2.14.	Perfil (a) y planta (b) de $S_x(y, C_d)$	26
2.15.	Perfil (a) y planta (b) de $S_x(y, C_b)$	27
2.16.	Perfil (a) y planta (b) de $S_x(y, C_l)$	29
2.17.	Imagen del amplificador lock-in que se iba a utilizar en un principio.	32
3.1.	Diagrama de bloques del diseño del montaje experimental del VSM.	34
3.2.	Parte anterior de la conexión del transductor.	35
3.3.	Aspecto externo de la interfaz con las conexiones utilizadas. La conexión izquierda es la entrada de la señal de actuación y la conexión central es la de referencia a tierra.	36
3.4.	Planta (a) y perfil (b) de la interfaz con la carcasa quitada.	36
3.5.	Sensibilidad de la bobina del DCS construido junto con el punto asociado a la posición de su centro con respecto al centro del sistema.	38
3.6.	Sección transversal (a) y representación gráfica en perspectiva (b) de uno de los cilindros de teflón que forman la carcasa del DCS. Cada uno aloja dos bobinas en sus hendiduras y la carcasa en su totalidad consiste en ambos cilindros, uno encima del otro, con el eje de vibración alineado.	39
3.7.	Carcasa del DCS construida entre las piezas polares con un tubo capilar atravesado.	40

3.8. Carcasa del DCS atornillada a una cortadora Dremel justo antes de empezar a bobinar (a) y carcasa del DCS ya bobinada por el alumno (b).	41
3.9. Esquema de las bobinas con sus conexiones y direcciones de enrollamiento.	42
3.10. Perfil (a), planta (b) y alzado (c) del montaje final del DCS tras haber finalizado todos los procesos de su construcción. Se ha insertado una moneda de un céntimo a escala en (b) para apreciar el tamaño del dispositivo.	43
3.11. Amplificador (carcasa metálica) utilizado para aumentar la señal del DCS antes de ser detectada por el DAQ junto con una batería de 12 voltios, conectada mediante unas láminas de cobre.	44
3.12. Configuración de las clavijas del DAQ, cada canal está asociado al número de clavija que está indicado en el clavijero [6].	45
3.13. Conexiones realizadas en el clavijero para transmitir la señal de todos los canales del DAQ ya mencionados.	46
3.14. Muestra entubada y conectada al soporte.	47
3.15. Magnetómetro de Muestra Vibrante construido en funcionamiento.	48
4.1. Resultado obtenido por el DAQ de diez ciclos de la señal del DCS, en amarillo, y la señal del transductor, en verde.	52
4.2. Diagrama de flujo del programa de medición continua.	55
4.3. Esquema de las distintas zonas de medida definidas.	57
4.4. Esquema del itinerario de medida normal sobre un ciclo de histéresis.	58
4.5. Diagrama de flujo del ciclo de histéresis con itinerario normal.	59
4.6. Esquema del itinerario de medida cruzado sobre un ciclo de histéresis correspondiente a un único valor de intensidad I , los puntos rojos se corresponden con la saturación de la muestra y los azules con la medida de su estado magnético.	61
4.7. Diagrama de flujo del ciclo de histéresis con itinerario cruzado.	62
5.1. Respuesta en frecuencia del transductor realizado mediante un barrido en frecuencia, la señal de color amarillo se corresponde con la señal mandada a la bobina actuadora y la señal verde es la obtenida de la detectora; cada división equivale a 20 Hz. Esta imagen es una captura del osciloscopio Agilent DSO-x 2002A.	65
5.2. Resultados del ciclo V-I realizado sobre las bobinas del electroimán conectadas en paralelo para obtener la resistencia de la bobina. Según la ecuación del ajuste lineal, la resistencia sería $R_0 = 5,67\Omega$ con un coeficiente de correlación $r^2 = 0,99$	66
5.3. Ciclo de histéresis realizado sobre el electroimán con $I_M = 7A$ y un total de 64 puntos uniformemente distribuidos. Se ha utilizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.	66
5.4. Captura de la pantalla del osciloscopio Agilent DSO-x 2002A con la señal del DCS después de amplificar (amarillo) y el espectro de dicha señal (morado). Cada división se corresponde con 100 Hz del espectro.	67
5.5. Capturas de la pantalla del osciloscopio Agilent DSO-x 2002A con la señal del DCS en modo voltaje (a) y en modo corriente (b) (amarillo) y su espectro (morado). Cada división se corresponde con 200 Hz del espectro de las señales.	68
5.6. Medidas del momento magnético remanente de una muestra de magnetita en polvo obtenidas durante doscientos segundos adquiriendo un ciclo por medida (a), cinco (b), diez (c) y veinte (d).	70
5.7. Valores obtenidos de la imanación tomando diez ciclos por medida con la fuente de alimentación encendida generando un campo magnético de $B = 0,6024T$	71
5.8. Ciclo de histéresis realizado sobre 10.5 miligramos de magnetita en polvo utilizada como muestra patrón. Los parámetros de medida han sido: $I_M = 5A$, $I_{sat} = 1A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 15$ y el itinerario ha sido del tipo normal. Se ha utilizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.	72
5.9. Diagrama polar donde se muestran el módulo y la fase de los puntos del ciclo de histéresis.	73

5.10. Ciclo de histéresis realizado sobre 10.5 miligramos de magnetita patrón tras la calibración. Se ha utilizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.	74
5.11. Ciclo de histéresis realizado sobre 8.9 miligramos de $Ba_2Mg_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida: $I_M = 7A$, $I_{sat} = 3,5A$, $P_{sat} = 5$, $P_{din} = 15$ con itinerario normal e interpolación de segundo orden.	75
5.12. Ciclos de histéresis realizados sobre 8.9 miligramos de $Ba_2Mg_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida: $I_M = 7A$, $I_{sat} = 3,5A$, $P_{sat} = 5$, $P_{din} = 15$ utilizando ambos itinerarios de medida y una interpolación de segundo orden (a), y ampliación en detalle del extremo de ciclo con interpolación de primer orden (b).	76
5.13. Ciclo de histéresis realizado sobre 9.4 miligramos de $Ba_{0,7}Sr_{1,3}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida a itinerario normal: $I_M = 7A$, $I_{sat} = 0,6A$, $P_{sat} = 7$, $P_{din} = 30$ (a) y ampliación en detalle del centro de ciclo (b). Se ha realizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.	78
5.14. Ampliaciones en detalle del centro del ciclo de histéresis de $Ba_{0,7}Sr_{1,3}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con $I_M = 1A$, $I_{sat} = 1A$, $P_{sat} = 0$, $P_{din} = 35$ a itinerario normal para dos medidas realizadas bajo las mismas condiciones.	79
5.15. Ciclo de histéresis realizado sobre 11.1 miligramos de $Ba_{0,5}Sr_{1,5}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida a itinerario normal: $I_M = 7A$, $I_{sat} = 1,2A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 25$ (a) y ampliación en detalle del extremo del ciclo (b). Se ha realizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.	80
5.16. Ciclo de histéresis de $Ba_{0,5}Sr_{1,5}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con $I_M = 3,5A$, $I_{sat} = 0,7A$, $P_{sat} = 15$, $P_{din} = 20$ a itinerario normal e interpolación de segundo orden.	81
5.17. Ciclo de histéresis de $Ba_{0,5}Sr_{1,5}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ a itinerario normal y cruzado con $T_{Max} = 4s$ y $T_{min} = 0,15s$ (a) y ampliación en detalle del extremo de los ciclos (b). Se ha realizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos.	82
5.18. Ciclo de histéresis realizado sobre 10.2 miligramos de $Ba_{0,3}Sr_{1,7}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con $I_M = 7A$, $I_{sat} = 2A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 20$ a itinerario normal e interpolación de segundo orden.	83
5.19. Ciclo de histéresis de $Ba_{0,3}Sr_{1,7}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con $I_M = 3A$, $I_{sat} = 2A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 20$ a itinerario normal e interpolación de segundo orden.	84
5.20. Ciclo de histéresis de $Ba_{0,3}Sr_{1,7}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con distintos valores de I_M y la misma densidad de puntos.	85
5.21. Tubo capilar vacío con inserciones de teflón preparado para su medida.	86
5.22. Medida del momento magnético del tubo capilar con las inserciones de teflón con $I_M = 7,5A$, $I_{sat} = 6A$, $P_{sat} = 3$, $P_{din} = 6$ a itinerario normal. Se ha realizado una interpolación de segundo orden para unir los puntos y apreciar el ciclo de intensidades recorrido. La regresión lineal realizada devuelve un coeficiente de correlación de $r^2 = 0,963$	86
5.23. Diagrama polar de la fase de la señal del DCS obtenida por el Lock-In digital.	87
A.1. Definiciones de los parámetros tanto de las dimensiones de la bobina (a) como de las posiciones relativas del sistema de bobinas (b).	98
A.2. Definición de los coeficientes B_l	98
A.3. Expresiones utilizadas para generar la expresión desarrollada de la sensibilidad (a) y para definir la función a utilizar (b).	99
A.4. Descripción de la función Manipulate (a) y su funcionamiento mediante el uso de diales (b).	99
A.5. Función utilizada para encontrar el máximo de la sensibilidad (a) junto con la respuesta obtenida donde indica el valor de la sensibilidad y las coordenadas donde se encuentra dicho valor (b). Los valores mostrados ya son los valores del diseño óptimo junto con los parámetros anteriormente seleccionados.	100
A.6. Resultado obtenido tras introducir los parámetros óptimos seleccionados.	100

B.1. Código implementado por los tutores utilizado para inicializar el gaussímetro (a) y para medir el campo aplicado (b).	101
B.2. Programa de control de la fuente de alimentación (a) y programa de medida para obtener el voltaje, la intensidad y la variación de temperatura (b).	102
B.3. Código utilizado para inicializar el canal de salida del DAQ (a) y el canal de entrada y de disparo (b).	103
B.4. Programa para adquirir los datos de las señales del DCS y del DAQ.	104
B.5. Programa para implementar el Lock-In digital.	104
B.6. Programa para la toma de datos continua.	105
B.7. Programa para realizar el ciclo V-I y obtener un valor inicial de la resistencia del electroimán y para acondicionar la muestra antes de realizar cualquier ciclo de histéresis.	106
B.8. Programa del sistema de medición variable que devuelve un array de intensidades para ser medidas por la fuente de alimentación.	106
B.9. Programa de control de la fuente de alimentación junto con la implementación del sistema de tiempos variable.	107
B.10. Programa para discernir si la intensidad del array es de medida o no.	108
B.11. Programa para la medida del ciclo de histéresis con itinerario normal.	109
B.12. Programa para la medida del ciclo de histéresis con itinerario cruzado.	110
B.13. Aspecto externo (a) e interno (b) del programa utilizado para exportar los datos obtenidos a una hoja de Excel.	111
C.1. Ciclo de histéresis realizado sobre 8.9 miligramos de $Ba_2Mg_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida: $I_M = 7A$, $I_{sat} = 3,5A$, $P_{sat} = 5$, $P_{din} = 15$ con itinerario normal e interpolación de segundo orden comparado con el ciclo realizado por el histerígrafo a 10 Hz.	113
C.2. Ciclo de histéresis realizado por el VSM sobre 9.4 miligramos de $Ba_{0,7}Sr_{1,3}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida a itinerario normal: $I_M = 7A$, $I_{sat} = 0,6A$, $P_{sat} = 7$, $P_{din} = 30$ e interpolación de segundo orden, junto con el ciclo realizado con el histerígrafo sobre la misma muestra (a) y ampliación en detalle del centro de ciclo (b).	115
C.3. Ciclo de histéresis realizado por el VSM sobre 11.1 miligramos de $Ba_{0,5}Sr_{1,5}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida a itinerario normal: $I_M = 7A$, $I_{sat} = 1,2A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 25$ e interpolación de segundo orden, junto con el ciclo realizado por el histerígrafo sobre la misma muestra.	116
C.4. Ciclo de histéresis realizado por el VSM sobre 10.2 miligramos de $Ba_{0,3}Sr_{1,7}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con $I_M = 7A$, $I_{sat} = 2A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 4$ a itinerario normal e interpolación de segundo orden, junto con el ciclo realizado por el histerígrafo sobre la misma muestra.	117

Índice de tablas

2.1. Valores de resolución y de mínimo incremento de voltaje según la cantidad de bits del conversor ADC para un $V_{FSR} = 1V$	14
3.1. Tabla donde se muestra el pin de la conexión por su letra, la función que desempeña, el color del cable utilizado para dicho pin y la conexión con el elemento de la fuente de alimentación.	35
5.1. Parámetros estadísticos obtenidos de las medidas de la imanación remanente de magnetita en polvo con la fuente de alimentación apagada.	70

Apéndices

Apéndice A

Código utilizado en Wolfram Mathematica

A continuación, se muestra el código utilizado en Wolfram Mathematica para encontrar el diseño óptimo de las bobinas del DCS:

<pre>cb; cd; cl; re = 0.5 Sqrt [(cl)^2 + (cd)^2]; a = 1/2 ((cd) - cb) (cl); n = (cd) - cb / (2 * 0.15) * (cl) / 0.15; alpha = (cd) / cb; beta = (cl) / cb;</pre>	<pre>sz = 0; sx; dx = cl + sx; dz = cd + sz; z = dz / 2; x = Sqrt [z^2 y^2 / (1 - y^2)]; r = Sqrt [x^2 + z^2];</pre>
(a)	(b)

Figura A.1: Definiciones de los parámetros tanto de las dimensiones de la bobina (a) como de las posiciones relativas del sistema de bobinas (b).

```
In[*]:= B1 = (cb / 2)^4 beta / 6 (alpha^3 - 1)  
B3 = - (cb / 2)^6 beta / 120 (9 (alpha^5 - 1) - 20 beta^2 (alpha^3 - 1))  
B5 = (cb / 2)^8 beta / 336 (15 (alpha^7 - 1) - 84 beta^2 (alpha^5 - 1) + 56 beta^4 (alpha^3 - 1))
```

Figura A.2: Definición de los coeficientes B_l .

En la figura A.4a se observan las opciones que tiene dicha función, en ellas se pueden indicar los valores máximos y mínimos de las variables manipulables así como el salto del dial para realizar variaciones más finas. Para encontrar el máximo se ha utilizado la función FindMaximum, donde hay que indicar la expresión y variable a utilizar así como un punto inicial donde empezar a buscar. Nótese el parecido entre la gráfica de la función y la figura 2.11, se observa que ambas tienen una simetría par asegurada por las propiedades de los polinomios de Legendre [19]. Por lo general, la representación de S_x con respecto de y está caracterizada por tener un gran valle (o cresta dependiendo de las dimensiones de la bobina) y dos crestas a los lados del origen. Por esta razón, en la función FindMaximum se ha escogido un valor cercano a 1 para que siempre encuentre el máximo de una cresta lateral y nunca el de la central.

In[]:= **FindMaximum**[Re[S[y, 12.975, cl, 5]], {y, 0.8}, {cl, 4}]
 [encuentra má...]parte real

(a)

Out[]:= {4.52416, {y → 0.492316, cl → 4.43772}}

(b)

Figura A.5: Función utilizada para encontrar el máximo de la sensibilidad (a) junto con la respuesta obtenida donde indica el valor de la sensibilidad y las coordenadas donde se encuentra dicho valor (b). Los valores mostrados ya son los valores del diseño óptimo junto con los parámetros anteriormente seleccionados.

Insertando los parámetros óptimos, la función Manipulate devuelve el siguiente resultado:

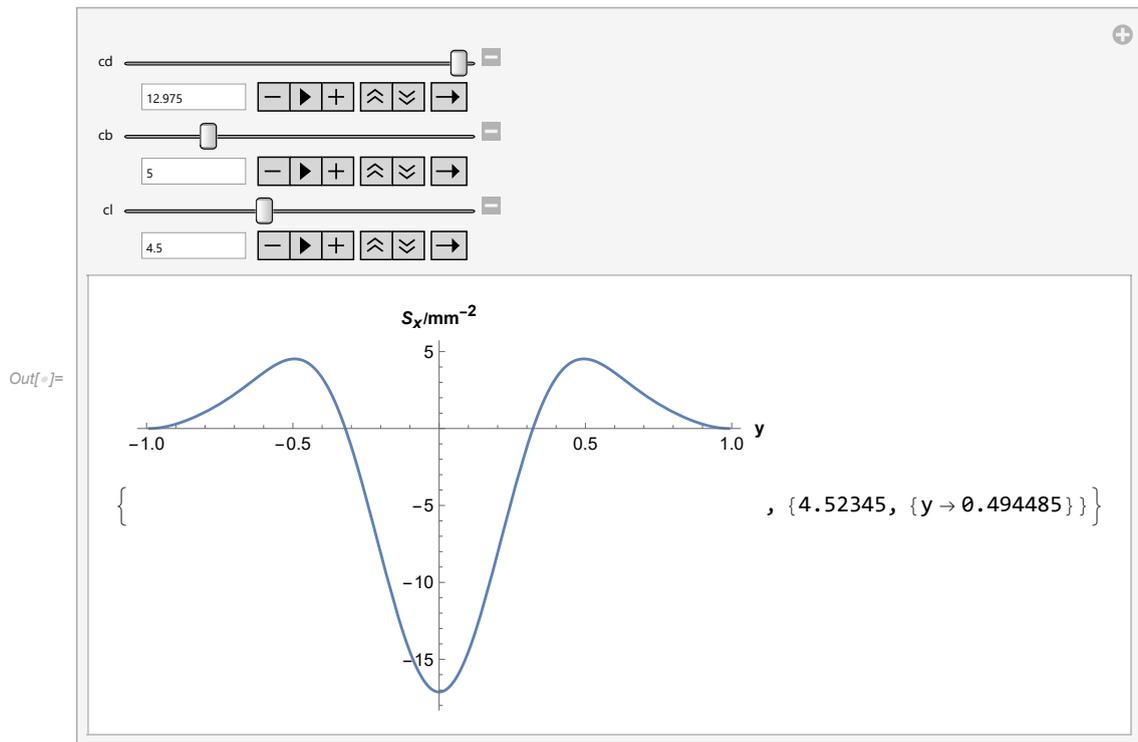


Figura A.6: Resultado obtenido tras introducir los parámetros óptimos seleccionados.

La reducción de la sensibilidad máxima de la figura A.6 con respecto al resultado mostrado en la figura A.5b no llega al 0.2% por lo que es completamente aceptable.

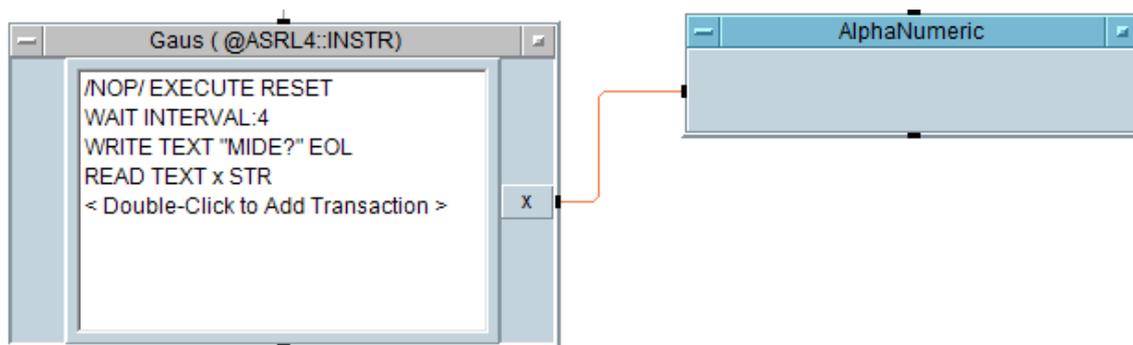
Apéndice B

Programas de VEE Pro

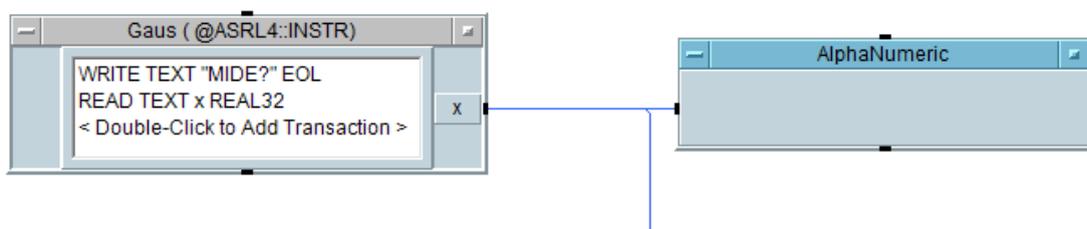
A continuación se presentan las capturas de los programas realizados en el entorno de programación gráfica VEE Pro.

B.1. Control de instrumentos

B.1.1. Gaussímetro



(a)



(b)

Figura B.1: Código implementado por los tutores utilizado para inicializar el gaussímetro (a) y para medir el campo aplicado (b).

B.1.2. Fuente de alimentación

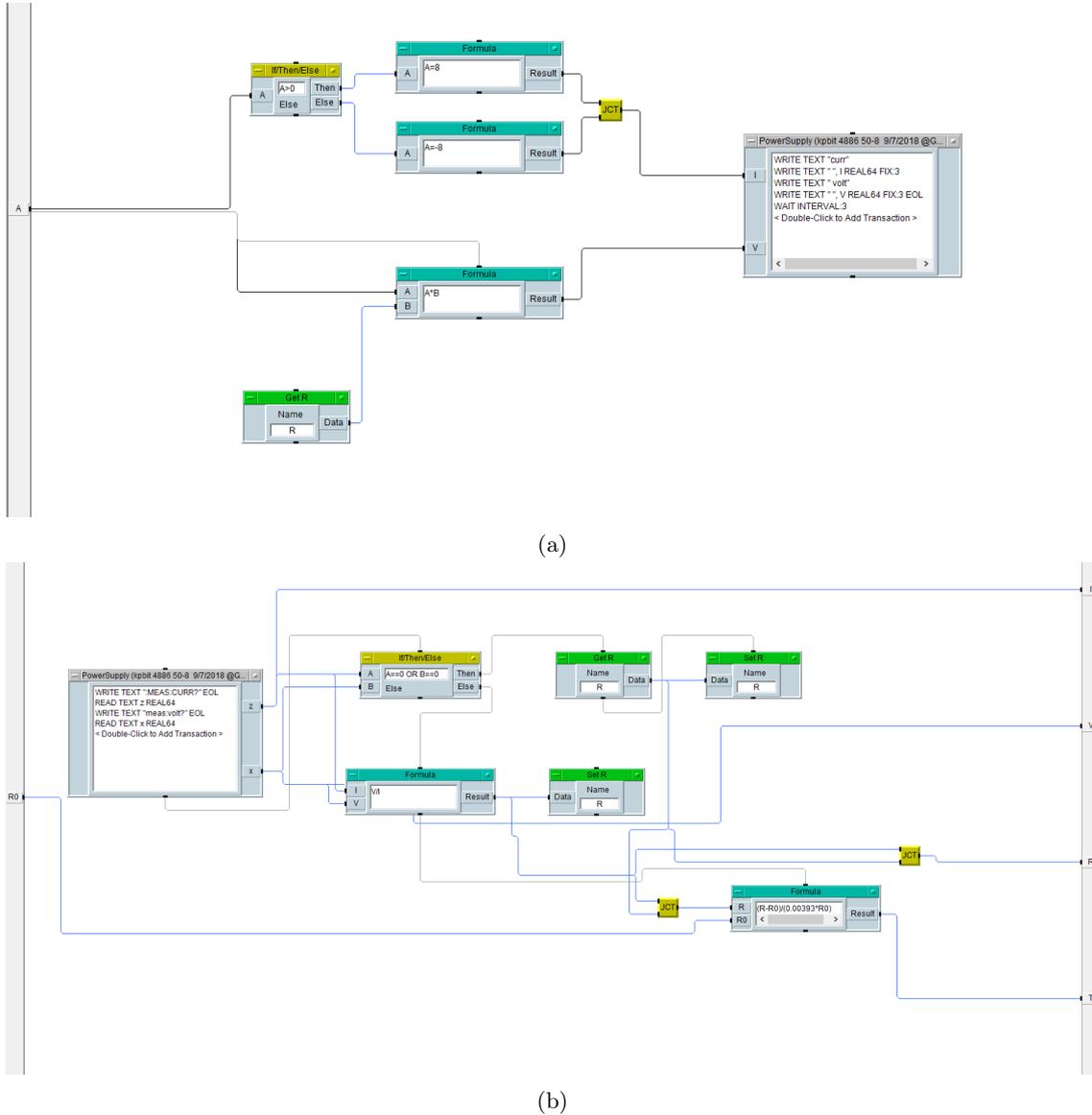


Figura B.2: Programa de control de la fuente de alimentación (a) y programa de medida para obtener el voltaje, la intensidad y la variación de temperatura (b).

Nótese en que la figura B.2a se hace uso de la resistencia, medida antes del ciclo o en la iteración anterior, que está alojada en una variable global. Para el cálculo de la variación de la temperatura se hace uso del coeficiente térmico del cobre que da cuenta de la variación de la temperatura a través de la variación de resistencia.

$$R = R_0(1 + \alpha \cdot \Delta T) \quad (B.1)$$

$$\Delta T = \frac{R - R_0}{R_0 \cdot \alpha} \quad (B.2)$$

DAQ

```

WRITE TEXT "**RST;*cls" EOL
WRITE TEXT "rout:enab on, (@201)" EOL
WRITE TEXT "rout:enab? (@201)" EOL
READ TEXT x REAL64
WRITE TEXT "appls:sin 10,0"
WRITE TEXT ",(@201)" EOL
WRITE TEXT "appls? (@201)" EOL
READ TEXT z STR
WRITE TEXT "outp:wav:iter 0" EOL
WRITE TEXT "outp:wav:freq 72" EOL
WRITE TEXT "outp:wav:freq?" EOL
READ TEXT y REAL64
WRITE TEXT "system:err?" EOL
READ TEXT f STR
WRITE TEXT "outp on" EOL
WRITE TEXT "rout:chan:rang 2.5, (@102)" EOL
WRITE TEXT "rout:chan:rang 1.5, (@101)" EOL
WRITE TEXT "rout:chan:rang? (@101)" EOL
READ TEXT d REAL64
WRITE TEXT "rout:chan:rang? (@102)" EOL
READ TEXT c REAL64
< Double-Click to Add Transaction >
    
```

(a)

```

WRITE TEXT "rout:enab on, (@101,102)" EOL
WRITE TEXT "acq:srat ", 72*1000 EOL
WRITE TEXT "acq:poin ", N*1000 EOL
WRITE TEXT "trig:sour exta" EOL
WRITE TEXT "trig:atrg:cond ahig" EOL
WRITE TEXT "trig:atrg:hthr 0" EOL
WRITE TEXT "trig:typ post" EOL
WRITE TEXT "acq:poin?" EOL
READ TEXT x REAL64
WRITE TEXT "acq:srat?" EOL
READ TEXT z REAL64
< Double-Click to Add Transaction >
    
```

(b)

Figura B.3: Código utilizado para inicializar el canal de salida del DAQ (a) y el canal de entrada y de disparo (b).

Nótese en la figura B.3b como la relación entre los puntos de adquisición y la frecuencia de muestreo cumple con la ecuación (4.1).

B.2. Adquisición de datos

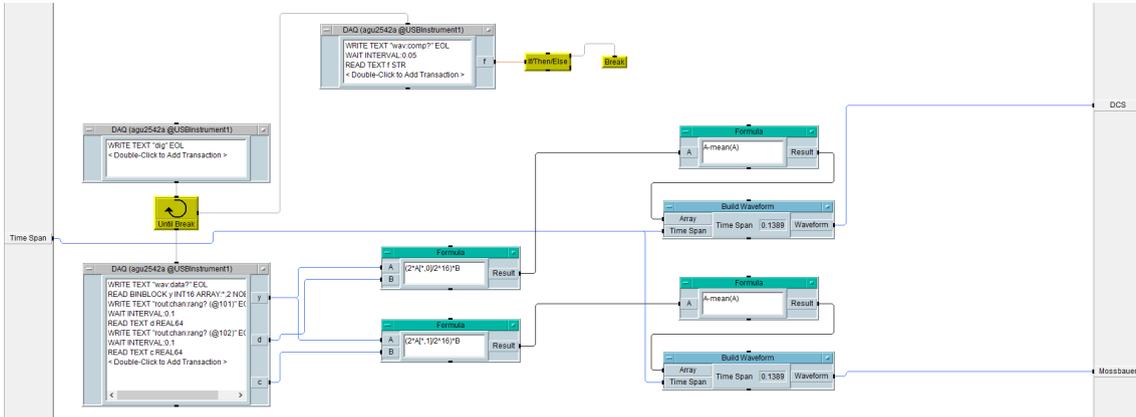


Figura B.4: Programa para adquirir los datos de las señales del DCS y del DAQ.

En la figura B.4 se observa que se realiza la conversión de bits a voltios mediante la ecuación (2.1) donde V_{FSR} es dos veces el valor del rango ya que el DAQ mide desde $-A$ voltios hasta $+A$ voltios siendo A el valor del rango, como el DAQ devuelve números comprendidos entre 0 y 2^{16} hay que restarle el valor medio de la conversión para obtener una señal que oscila respecto a cero voltios.

B.3. Lock-In digital

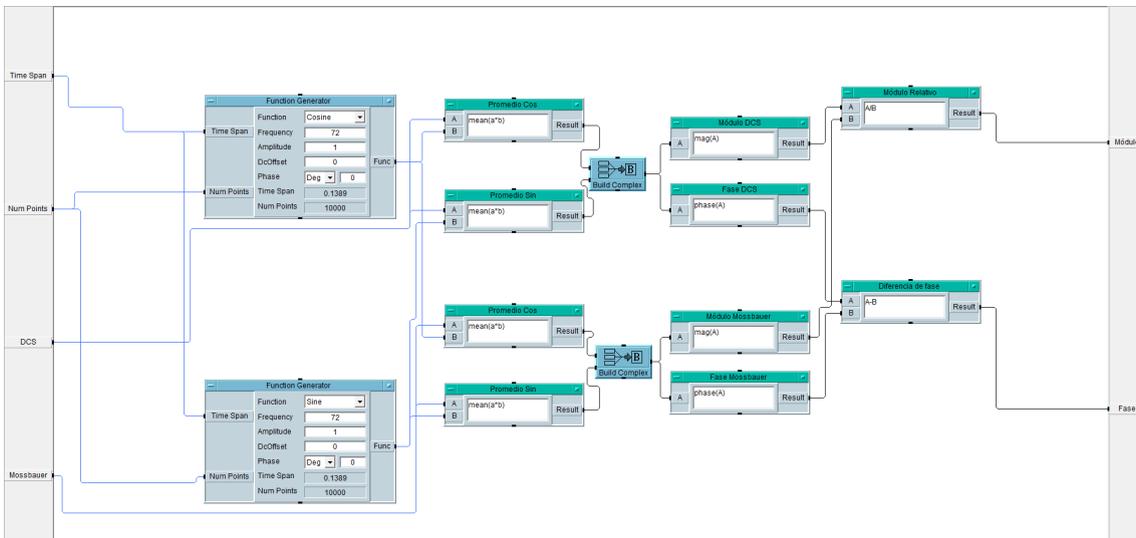


Figura B.5: Programa para implementar el Lock-In digital.

En la figura B.5 se observa todo el proceso explicado en la sección 4.3.

B.4. Programas de medición

B.4.1. Toma de datos continua

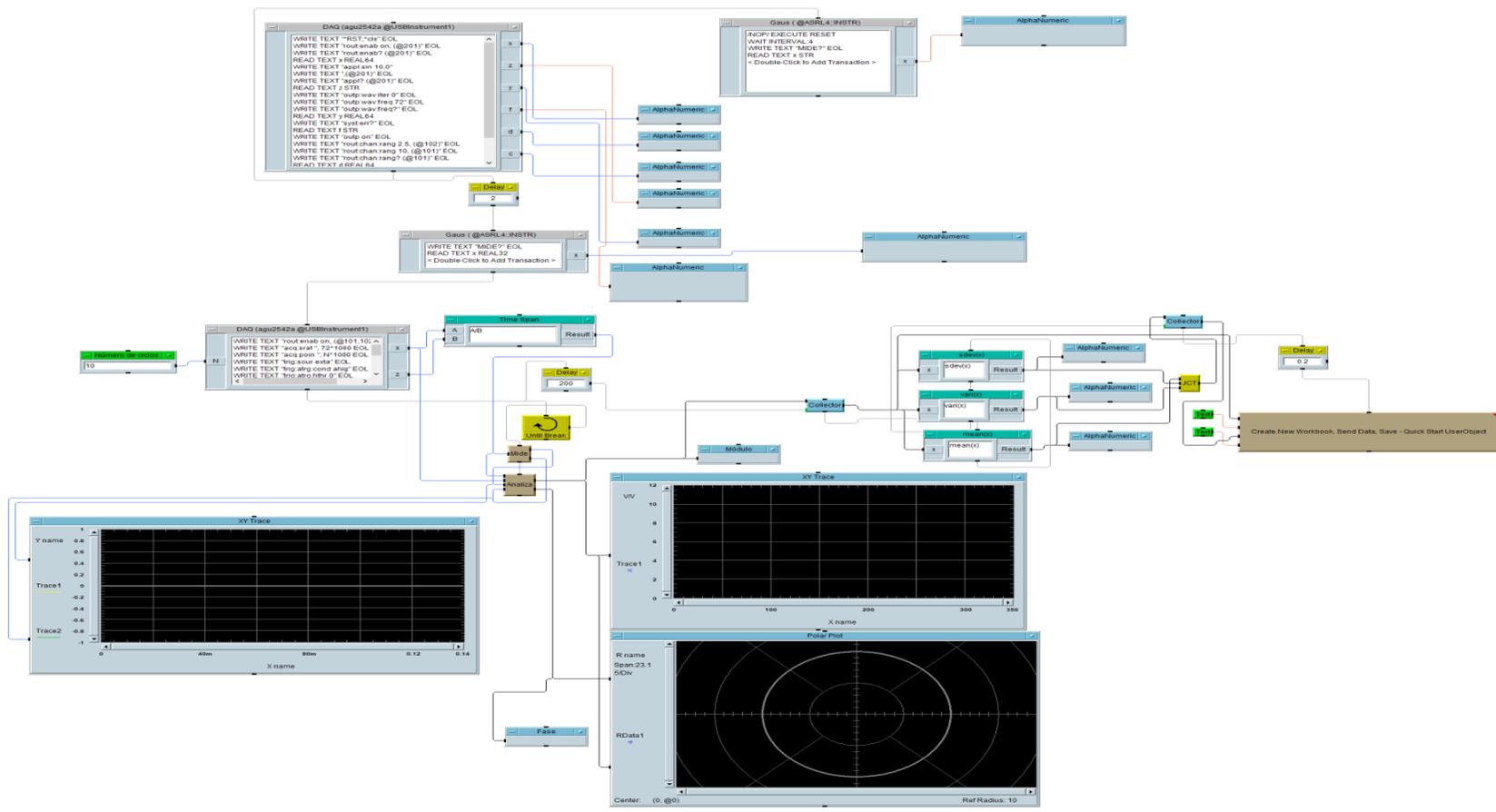


Figura B.6: Programa para la toma de datos continua.

B.4.2. Ciclos de histéresis

Acondicionamiento de la muestra

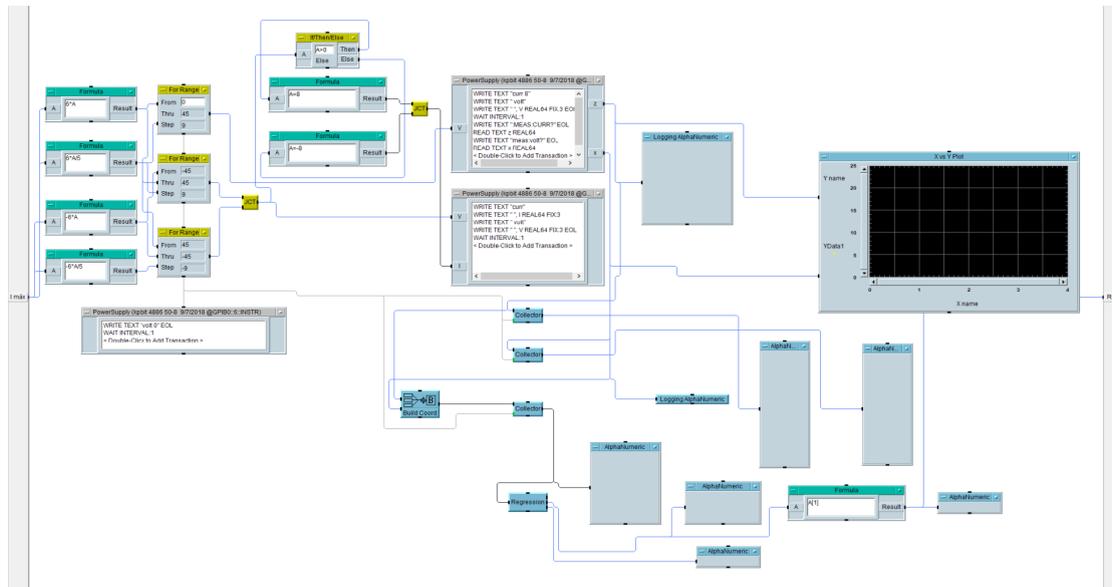


Figura B.7: Programa para realizar el ciclo V-I y obtener un valor inicial de la resistencia del electroimán y para acondicionar la muestra antes de realizar cualquier ciclo de histéresis.

Sistema de medición variable

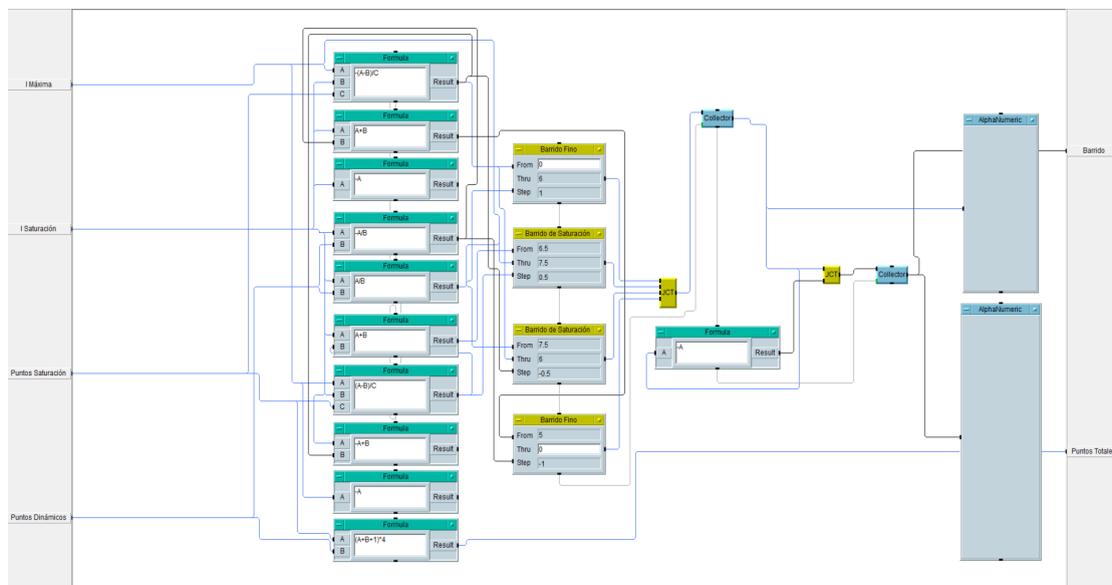


Figura B.8: Programa del sistema de medición variable que devuelve un array de intensidades para ser medidas por la fuente de alimentación.

Se observa en la figura B.8 todas las operaciones realizadas para insertar las intensidades con el espaciado deseado y sin repetir ninguna intensidad, como en los ciclos se parte del cero, inclusive,

el número de puntos total es $P_t = 4 \cdot (P_{sat} + P_{din} + 1)$ ya que el ciclo de intensidades es para la mitad de una de las ramas.

Sistema de tiempos variables

Para determinar los valores de T_{Max} y T_{min} , se ha desarrollado la siguiente función que depende de I_M , de la diferencia entre valor de la intensidad a aplicar y el valor anterior y varía linealmente desde T_{min} hasta T_{Max} , dicha función es la siguiente:

$$T_n = (T_{Max} - T_{min}) \left(\frac{|I(n) - I(n-1)|}{2I_M} \right) + T_{min} \quad (B.3)$$

Para la primera intensidad, se ha fijado un tiempo $T_0 = T_{Max}$.

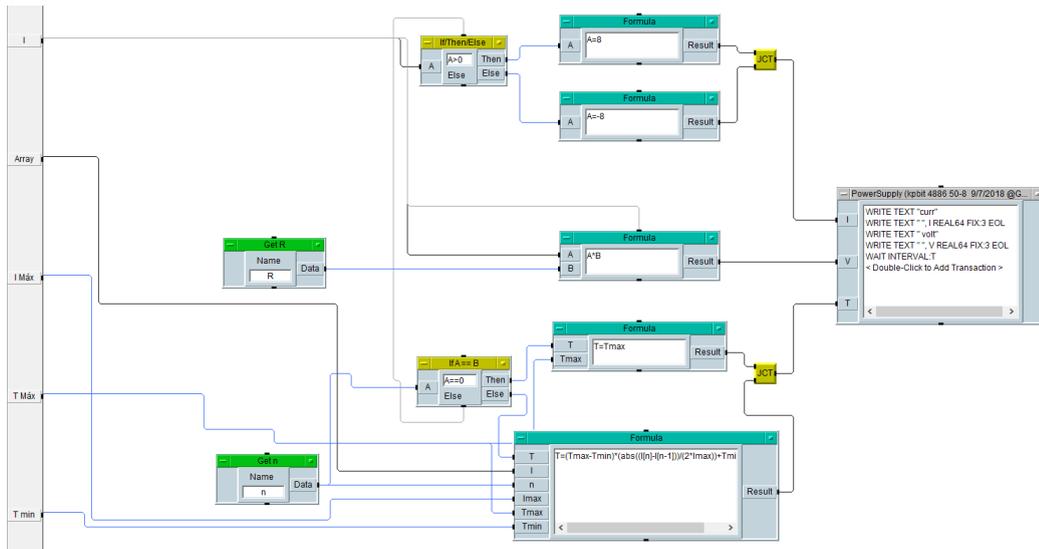


Figura B.9: Programa de control de la fuente de alimentación junto con la implementación del sistema de tiempos variable.

Para distinguir si la intensidad es de saturación o de medida se ha implementado un sistema que se fija en la posición del array de intensidades y, si esa posición es par, es una intensidad de saturación y no realiza la medida.

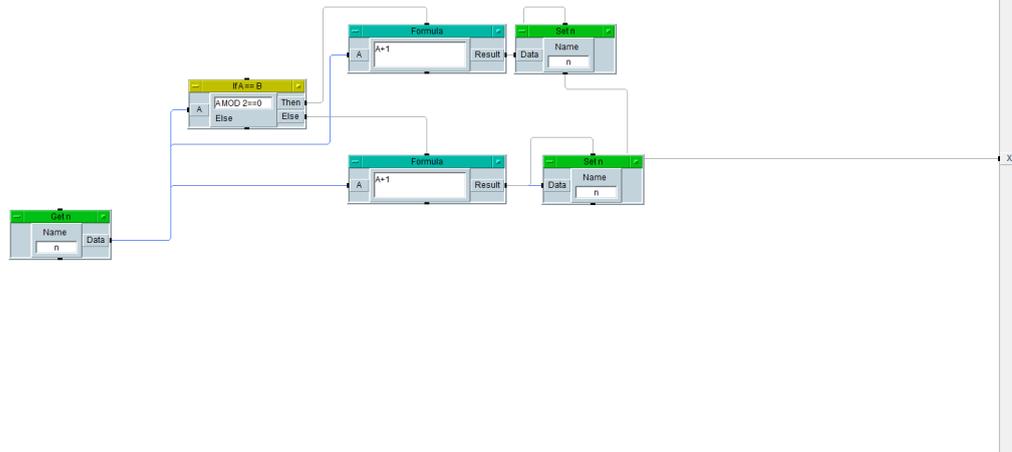


Figura B.10: Programa para discernir si la intensidad del array es de medida o no.

El proceso de la figura B.10 es el análogo a la segunda decisión del diagrama de flujo de la figura 4.7.

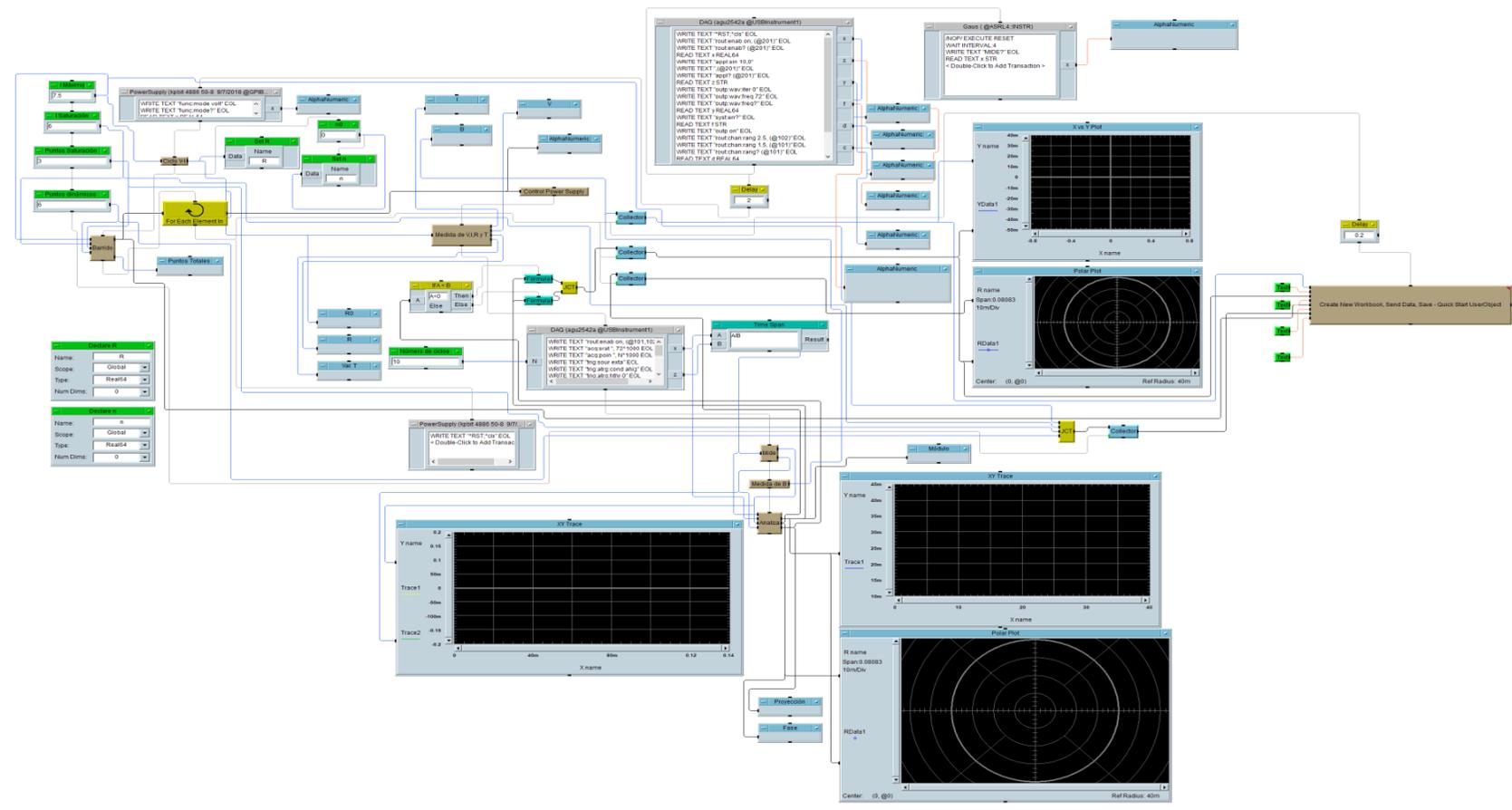


Figura B.11: Programa para la medida del ciclo de histéresis con itinerario normal.

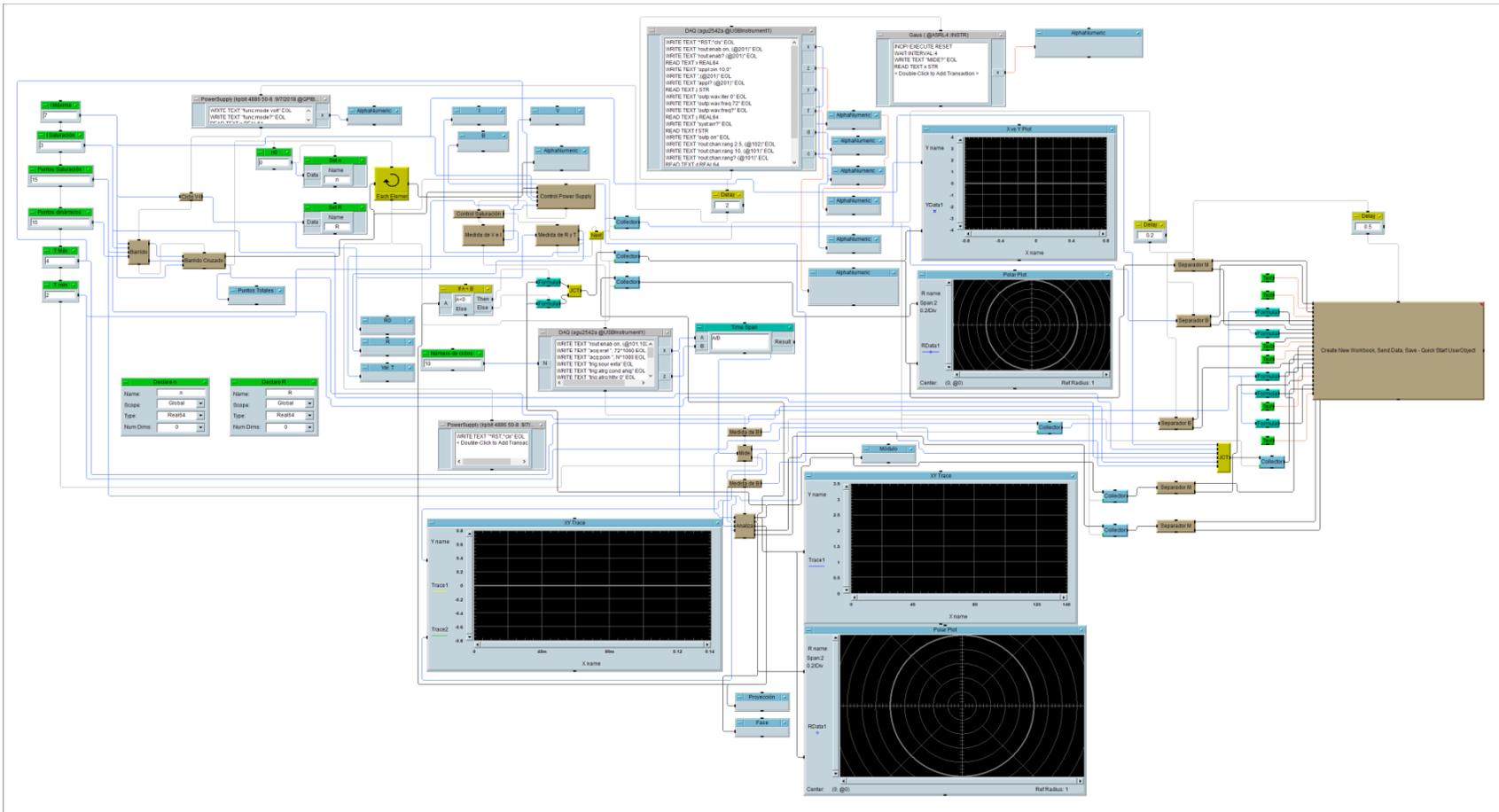
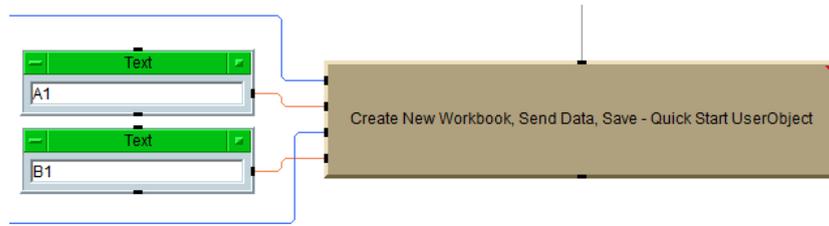


Figura B.12: Programa para la medida del ciclo de histéresis con itinerario cruzado.

B.4.3. Exportación de los datos

Para trabajar con los datos medidos, se ha implementado un programa predefinido por VEE Pro para exportar los datos a una hoja de Excel.



(a)



(b)

Figura B.13: Aspecto externo (a) e interno (b) del programa utilizado para exportar los datos obtenidos a una hoja de Excel.

Se observa en la figura B.13 que el programa obtiene el número de fila y columna y los datos como entrada para escribirlos en la columna deseada. Este módulo se puede observar en el costado izquierdo de las figuras B.6, B.11 y B.12 ya que es el último objeto en ejecutarse, dando por finalizado el programa.

Apéndice C

Comparación de los ciclos de histéresis entre los dos métodos de medida

En este apéndice se exponen las comparaciones de los ciclos de histéresis realizados en el capítulo 5 con los realizados por los dos alumnos utilizando el Histerígrafo inductivo diferencial AC de baja frecuencia. Ambos estudios se hicieron con una frecuencia de 10 Hz, es decir, que la muestra recorría diez ciclos de histéresis por segundo. Estas condiciones son radicalmente distintas a las del magnetómetro puesto que éste utiliza corriente continua y el estado de la muestra se considera estacionario (si se realiza mediante itinerario normal). Por lo tanto, estas comparaciones no sirven para evaluar la calidad del magnetómetro pero sí que pueden dar cuenta de las distintas respuestas que pueden tener los materiales magnéticos estudiados frente a dos estímulos muy distintos. Como el histerígrafo trabaja a corriente alterna, cabe esperar que las diferencias observadas sean fruto de los comportamientos dinámicos de las muestras. A raíz de esto, se decidió plantear el estudio de las viscosidades de algunos de estos materiales.

C.1. Ferrita hexagonal de Ba-Mg

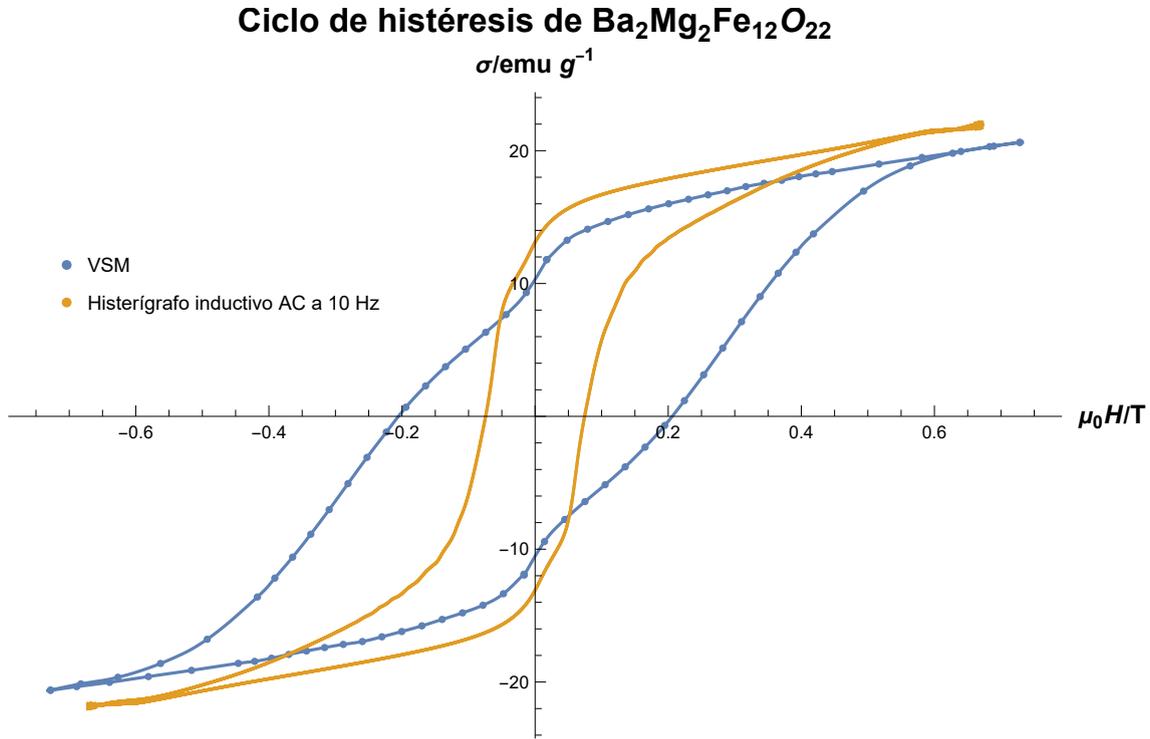


Figura C.1: Ciclo de histéresis realizado sobre 8.9 miligramos de $Ba_2Mg_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida: $I_M = 7A$, $I_{sat} = 3,5A$, $P_{sat} = 5$, $P_{din} = 15$ con itinerario normal e interpolación de segundo orden comparado con el ciclo realizado por el histerígrafo a 10 Hz.

En la figura C.1 se observan claras diferencias entre ambos ciclos, para empezar, el ciclo realizado por el histerígrafo es mucho más estrecho que el obtenido por el VSM y su imitación de saturación es mayor. Esto puede ser debido a las diferencias entre los funcionamiento de ambos instrumentos ya que en cada caso la muestra recibe un tratamiento completamente distinto. A raíz de estos resultados se decidió analizar la viscosidad del $Ba_2Mg_2Fe_{12}O_{22}$ a través del itinerario cruzado.

C.2. Familia de ferritas hexagonales de Ba-Zn con inserciones de Sr

Ferrita Ba-Zn con $x=1.3$ de Sr

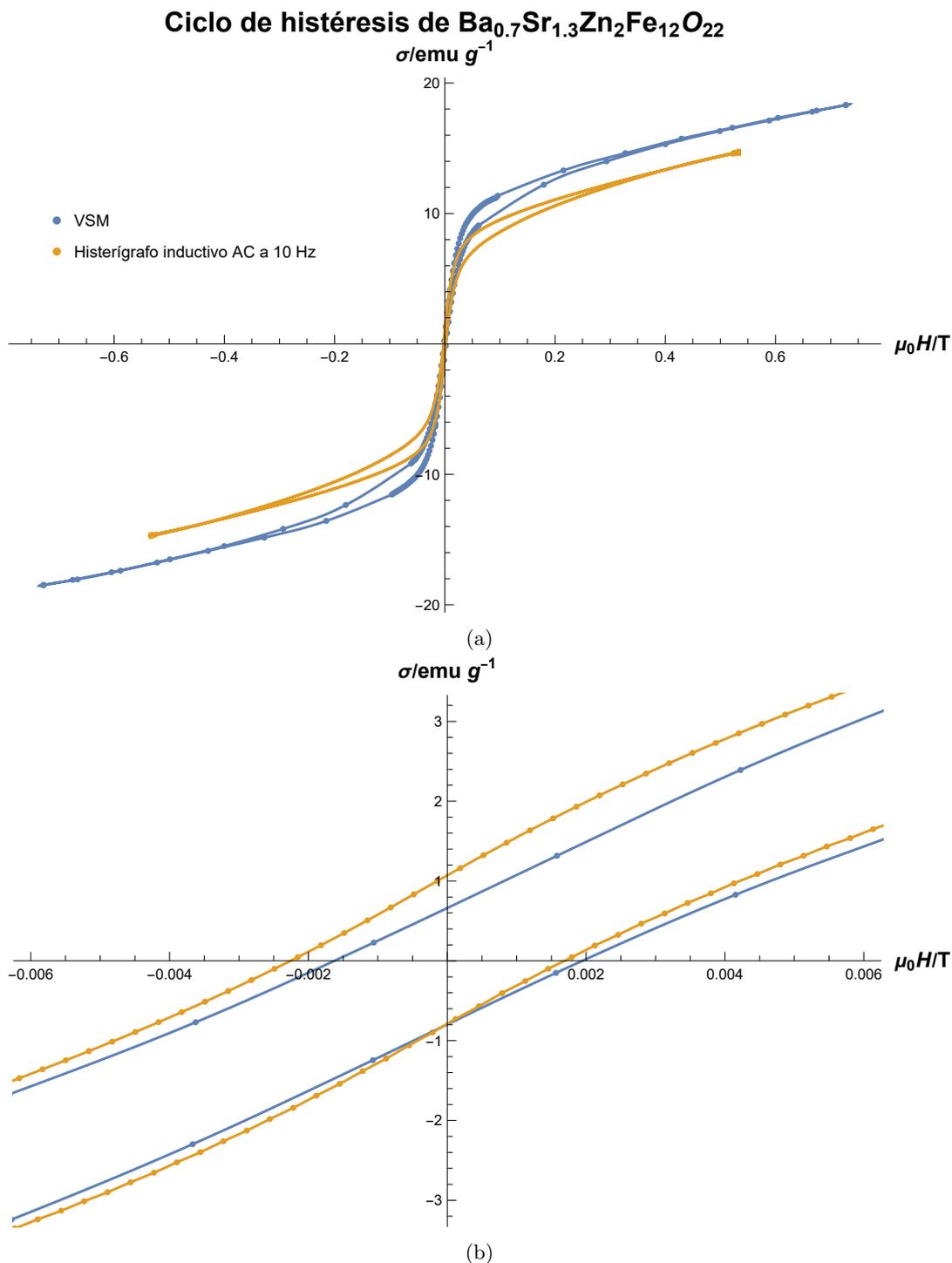


Figura C.2: Ciclo de histéresis realizado por el VSM sobre 9.4 miligramos de $Ba_{0.7}Sr_{1.3}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida a itinerario normal: $I_M = 7 A$, $I_{sat} = 0,6 A$, $P_{sat} = 7$, $P_{din} = 30$ e interpolación de segundo orden, junto con el ciclo realizado con el histerígrafo sobre la misma muestra (a) y ampliación en detalle del centro de ciclo (b).

En este caso, en la figura C.2 las diferencias son mucho menores que las de la figura C.1, esto puede ser debido a que la muestra de la ferrita con Ba-Mg es mucho más dura que la muestra con Ba-Zn y, por lo tanto, presentan una respuesta distinta ante campos variables. No obstante, la diferencia de imanaciones máximas tiene un comportamiento opuesto al de la figura C.1 donde el ciclo del histerígrafo es superior en momento magnético específico al ciclo del VSM, esto puede estar relacionado con la calibración.

Ferrita Ba-Zn con $x=1.5$ de Sr

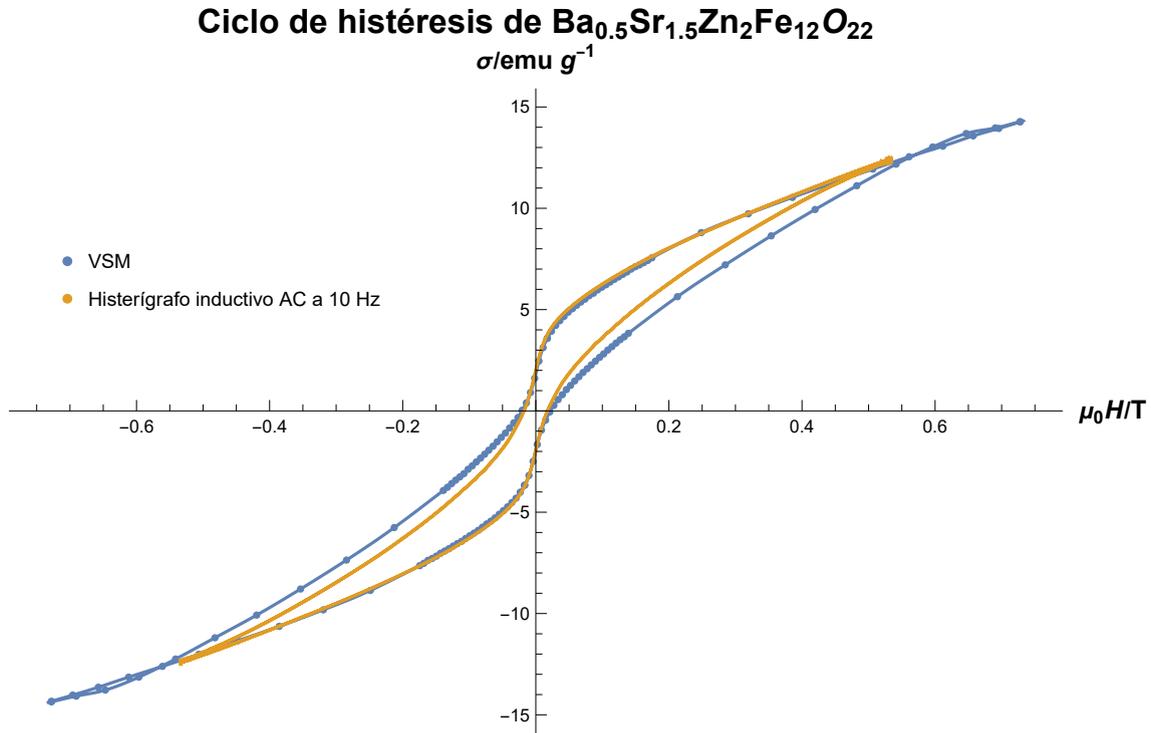


Figura C.3: Ciclo de histéresis realizado por el VSM sobre 11.1 miligramos de $Ba_{0.5}Sr_{1.5}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con los siguientes parámetros de medida a itinerario normal: $I_M = 7 A$, $I_{sat} = 1,2 A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 25$ e interpolación de segundo orden, junto con el ciclo realizado por el histerígrafo sobre la misma muestra.

Como en la figura C.3 el ciclo realizado por el histerígrafo no llega a la misma intensidad máxima que el realizado por el VSM, no se observa ningún tipo de lazo en el extremo del ciclo. El parecido entre ambos ciclos es también mayor que el de la figura C.1, esta vez coincidiendo en los valores de momento magnético específico.

Ferrita Ba-Zn con x=1.7 de Sr

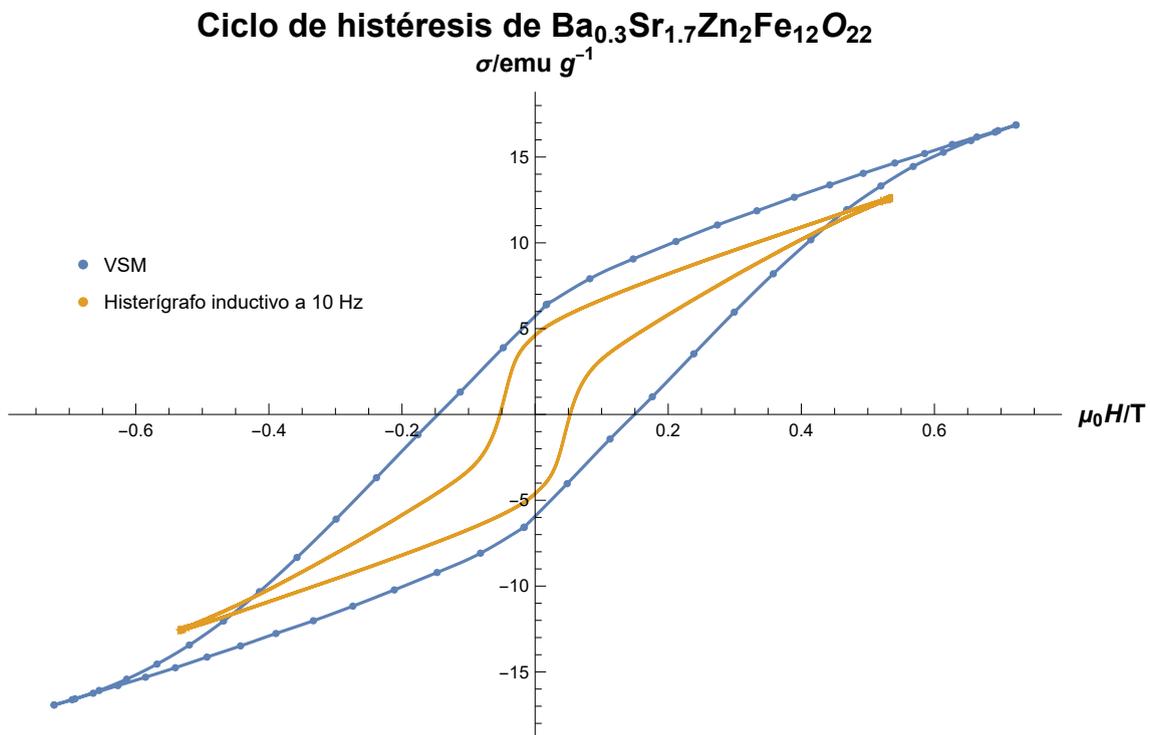


Figura C.4: Ciclo de histéresis realizado por el VSM sobre 10.2 miligramos de $Ba_{0.3}Sr_{1.7}Zn_2Fe_{12}O_{22}$ con $I_M = 7A$, $I_{sat} = 2A$, $P_{sat} = 10$, $P_{din} = 4$ a itinerario normal e interpolación de segundo orden, junto con el ciclo realizado por el histerigrafo sobre la misma muestra.

Obsérvese como el comportamiento entre la figura C.1 y la figura C.4 es muy parecido, esto puede ser debido a, como se comentó anteriormente, la dureza de estos dos materiales.

Al haber realizado la comparación de los resultados se puede formular la hipótesis de que una muestra magnética más dura que otra va a cambiar de manera más drástica que una muestra blanda ante un ciclo de histéresis dinámico.