

01175

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO
FACULTAD DE INGENIERÍA

MEDICIÓN Y ESTABILIZACIÓN DEL CAMPO DE UN ELECTROIMÁN POR MEDIO DE
LA RESONANCIA NUCLEAR MAGNÉTICA

TESIS CON
FALLA DE CUBIEN

TESIS
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN INGENIERÍA ELÉCTRICA (ELECTRÓNICA)
PRESENTA
FIS. ALBERTO FUENTES MAYA

1992



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

MEDICIÓN Y ESTABILIZACIÓN DEL CAMPO DE UN ELECTROIMÁN POR MEDIO
DE LA RESONANCIA NUCLEAR MAGNÉTICA

INDICE

Introducción	1
Capítulo 1. Principios de operación de un magnetómetro	6
1.1 Campo general de la espectroscopía	6
1.2 El fenómeno de la resonancia nuclear magnética	7
1.3 Principio de operación del magnetómetro	8
1.4 Detección de la resonancia nuclear magnética	10
Capítulo 2. Diseño del magnetómetro de R.N.M.	13
2.1 Diseño de un magnetómetro mediante un circuito tanque	13
2.2 Diseño de un magnetómetro mediante un circuito puente	22
2.3 Módulos periféricos comunes a los magnetómetros	25
Capítulo 3. Medición precisa del campo magnético	28
3.1 Medición del campo magnético	28
3.2 Corrección diamagnética	28
3.3 Calibración de las sondas de R.N.M.	30
Capítulo 4. Homogeneización de campos magnéticos	34
4.1 Bobinas de homogeneización	34
4.2 Simetría de las corrientes de configuración	36
4.3 Diseño de bobinas rectangulares	38
4.4 Diseño de bobinas circulares	41

Capítulo 5. Estabilización de un electroimán controlado por efecto Hall	45
5.1 Estabilización del campo magnético por R.N.M.	45
Conclusiones	51
Bibliografía	54

INTRODUCCIÓN

Durante las últimas cinco décadas la medición de campos magnéticos ha tenido un considerable progreso. Los avances en la ciencia y en la tecnología han permitido desarrollar numerosas técnicas para su medición basadas en diversos fenómenos físicos. Las principales son, la que emplea el efecto Hall, la del efecto de magneto-resistividad, la de inducción magnética, la de bobinas vibratorias y la de resonancia nuclear magnética (R.N.M.). La precisión de estas técnicas en mediciones rutinarias está entre 2 y 0.01 %, siendo la de R.N.M. la de mayor precisión y unas 100 veces superior a las otras. En condiciones instrumentales especiales, sin embargo, la técnica de R.N.M. puede alcanzar una precisión superior a 1 ppm.

Desde su descubrimiento en 1947, realizado en forma simultánea e independiente por E. M. Purcell y R. V. Pound de la Universidad de Harvard y por F. Bloch de la Universidad de Stanford, el fenómeno de la R.N.M. fue reconocido como la base de una nueva técnica revolucionaria de medición y de control de campos magnéticos de precisión inigualable por las otras técnicas. Esto se debe, fundamentalmente, a la naturaleza resonante del fenómeno, que lo hace aparecer sólo en condiciones instrumentales especiales determinadas por la magnitud del campo magnético.

La R.N.M. es un fenómeno microscópico, que puede observarse sólo en núcleos atómicos que posean un momento dipolar magnético, como el del hidrógeno, o protón, que tiene un momento dipolar magnético de aproximadamente 1.4106×10^{-26} J/T. Colocado en un campo magnético externo este momento dipolar se puede orientar en

sólamente dos posibles direcciones, una paralela y otra antiparalela al campo. Se puede producir un cambio de orientación del momento magnético por medio de radiación electromagnética, pero ésta debe satisfacer la condición de Planck $\Delta E = h\nu$ que relaciona la frecuencia ν de la radiación con la diferencia de energía ΔE del dipolo magnético en las dos orientaciones y con la constante h , o constante de Planck. Como, por otra parte, la diferencia de energías es proporcional a la magnitud μ del momento dipolar magnético y a la magnitud H del campo, $\Delta E \propto \mu H$, resulta que la frecuencia ν debe ser proporcional al campo magnético H ; por ejemplo para protones $\nu = 2\mu H/h$. La absorción ocurre sólo si la frecuencia de la radiación toma el valor $2\mu H/h$ determinado por los núcleos atómicos empleados y por el campo magnético; a esto se debe, fundamentalmente, la naturaleza resonante del fenómeno de absorción de radiación electromagnética por núcleos atómicos colocados en un campo magnético externo. Esta condición se satisface instrumentalmente generando el campo de radiación electromagnética mediante circuitos electrónicos resonantes a la frecuencia determinada por los momentos dipolares y por el campo magnético. El núcleo atómico más empleado en R.N.M. es el del hidrógeno. En campos magnéticos típicos de laboratorio, 0.3 a 1 T, estos núcleos pueden absorber resonantemente ondas de radio en la banda de onda corta, de unos 10 MHz a 35 MHz de frecuencia.

El momento dipolar magnético del protón en un átomo de hidrógeno se encuentra rodeado por el electrón del propio átomo. En un campo magnético externo el electrón adquiere una circulación adicional y produce un campo magnético similar al de un pequeñísimo dipolo magnético opuesto al del protón. Este fenómeno,

llamado blindaje diamagnético, hace que el momento dipolar magnético efectivo del protón en un átomo de hidrógeno sea ligeramente menor que el del protón libre. Si el átomo de hidrógeno forma parte de una molécula, el protón se encuentra rodeado además por los electrones de los átomos vecinos. Esto, por una parte, cambia la magnitud del blindaje diamagnético y, por otra, introduce otros campos también pequeños pero de dirección opuesta al diamagnético que resultan de los momentos dipolares magnéticos de los electrones. La alteración total al momento dipolar magnético del protón depende ahora también de los átomos que rodean al del hidrógeno; es decir depende de la molécula de la que forma parte el átomo de hidrógeno; o sea, de su forma química. La frecuencia de la radiación para la R.N.M. de los núcleos de hidrógeno es ligeramente diferente para distintas moléculas y para distintos átomos de hidrógeno dentro de la misma molécula. El corrimiento en el valor de la frecuencia resonante, o el del campo magnético si el experimento se hace variando éste y manteniendo constante la frecuencia, se llama corrimiento químico. Su valor, típicamente, está entre 1 y 100 ppm.

El blindaje diamagnético y el corrimiento químico deben tenerse en cuenta al realizar mediciones del campo magnético por medio de la R.N.M., indicando claramente el compuesto químico empleado. Para mediciones de precisión es necesario además emplear compuestos con momentos magnéticos atómicos efectivos, conocidos con la precisión adecuada; o bien, calibrar el compuesto empleado midiendo previamente con él otros campos magnéticos conocidos.

El corrimiento químico en la R.N.M. es un importante recurso para el análisis químico no destructivo. Permite, por ejemplo,

distinguir entre alcohol metílico y etílico comparando las frecuencias a las que ocurren las resonancias magnéticas de los núcleos de sus respectivos átomos de hidrógeno. De esta manera se le emplea modernamente para el análisis químico, principalmente de compuestos hidrogenados o fluorados. Debido a lo inocuo de las ondas de radio para la materia viva, también se le emplea para estudiar procesos bioquímicos en células vivas. Uno de los usos mas espectaculares de la R.N.M., unida a una computadora, es en la generación de imágenes del interior de organismos vivos completos, incluso del cuerpo humano. Esta técnica de exploración clínica utiliza el corrimiento químico de los átomos de hidrógeno en las distintas moléculas que componen las células del cuerpo, como base de información para alimentar una computadora que genera imágenes de órganos en planos o líneas predeterminadas del cuerpo humano. A diferencia de los rayos X, esta técnica no entraña peligro alguno de daños por radiación.

En este trabajo se emplea la R.N.M. en su aplicación más directa; para medir un campo magnético y para estabilizarlo contra variaciones resultantes de cambios de temperatura ambiente. En general, en estos experimentos el espacio disponible en el imán es reducido y cualquier método debe tomar en cuenta esta restricción. El de la R.N.M. no presenta grandes problemas en este aspecto porque se pueden construir sondas de dimensiones milimétricas.

En este trabajo se presentan dos instrumentos para medir campos magnéticos por R.N.M.; uno de ellos detecta la resonancia por su efecto sobre un circuito tanque y el otro por su efecto sobre un puente de radiofrecuencias. Se describe también un método que emplea el fenómeno de la resonancia paramagnética electrónica

en el estado base del átomo de nitrógeno para calibrar las sondas de resonancia nuclear magnética y aumentar así la precisión de las mediciones del campo magnético. Este método aprovecha la precisión de un valor experimental del momento magnético [V. Beltrán L., 1989] del nitrógeno atómico en su estado base para medir el valor efectivo del momento magnético del protón, g'_p , en soluciones diluidas de sulfato de níquel a distintas concentraciones.

En el capítulo 1 se da una introducción al fenómeno de R.N.M. y a los principios de operación de un magnetómetro basado en el fenómeno de R.N.M. En el capítulo 2 se presenta el diseño del magnetómetro, describiendo sus características más relevantes. Se describe también el acoplamiento del magnetómetro a un espectrómetro de resonancia paramagnética electrónica (E.P.R.), modelo Varian E-112, para medir el campo magnético durante experimentos E.P.R. directamente en el graficador de la consola del espectrómetro, evitando así errores debidos a corrimientos relativos iniciales de la señal. En el capítulo 3 se describe la utilización del magnetómetro, así como las correcciones diamagnéticas necesarias cuando se usan muestras no esféricas. En el capítulo 4 se describe la homogeneización del campo magnético mediante un sistema de bobinas, presentando el diseño de las mismas para correcciones en muestras de R.N.M. En el capítulo 5 se presenta una aplicación del fenómeno de R.N.M. para la estabilización de un electroimán controlado por efecto Hall. Finalmente se presentan las conclusiones de los diferentes experimentos en que fué utilizado este aparato.

Capítulo 1

PRINCIPIOS DE OPERACIÓN DE UN MAGNETÓMETRO

CAMPO GENERAL DE LA ESPECTROSCOPIA.

El campo general de la espectroscopia está dividido en varias ramas, dependiendo de la energía involucrada en una transición típica entre diferentes niveles de energía. Considerando la relación $\Delta E = h\nu$ y dependiendo del valor de ν se tienen las siguientes categorías:

ν_{\min} (Hz)	ν_{\max} (Hz)	Espectroscopia
10^0	10^5	de audiodfrecuencias
10^6	10^8	de radiofrecuencias
10^9	10^{11}	de microondas
10^{12}	10^{14}	infrarroja
10^{15}	10^{19}	de rayos X
10^{19}	10^{22}	de rayos γ

La resonancia paramagnética electrónica (E.P.R.) se sitúa en la rama de la espectroscopia de microondas, la resonancia magnética nuclear (R.N.M.) en la de radiofrecuencias y la resonancia magnética láser (L.M.N.) en la de radiación infrarroja.

Si se consideran los fenómenos involucrados, la E.P.R. y la L.M.R. estudian la interacción de los momentos magnéticos electrónicos con un campo magnético y la R.N.M. estudia la interacción entre el campo magnético y los momentos magnéticos nucleares.

El fenómeno de la resonancia magnética, ya sea nuclear o electrónica, se puede emplear para medir campos magnéticos. El fenómeno de la R.N.M. proporciona un método para medirlos con precisión de 1/2 ppm.

EL FENÓMENO DE LA RESONANCIA NUCLEAR MAGNÉTICA.

Una partícula de momento angular $\vec{M} = \hbar \vec{I}$, posee generalmente un momento magnético $\vec{\mu} = g \mu_0 \vec{I}$, donde $\hbar = \text{const. de Planck} / 2\pi$, $\mu_0 = eh / 2mc$ y $g = \text{factor espectroscópico, o factor } g$. Si esta partícula se encuentra en un campo magnético externo, \vec{H}_0 , su momento magnético es orientado por este campo, de manera que precesa sobre éste a la frecuencia angular $\omega = 2\pi\nu$, llamada frecuencia de Larmor [E.R. Andrew, 1969], dada por la siguiente ecuación:

$$\omega = \gamma \vec{H}_0, \quad \dots(1)$$

donde γ es la razón giromagnética de la partícula. Para protones $\gamma = 42.57707 \times 10^6 \text{ Hz T}^{-1}$.

La mecánica cuántica predice que las únicas orientaciones posibles de $\vec{\mu}$ y de \vec{I} son tales que las componentes de \vec{I} a lo largo de \vec{H}_0 están dadas por $m = \pm(I - K)$; donde

$$|\vec{I}|^2 = I(I+1)$$

$I = \text{número cuántico de espín, entero o semientero.}$

$K = \text{entero igual o menor que } I.$

Cada valor de m define una orientación diferente para \vec{I} y para $\vec{\mu}$. A cada una de estas orientaciones de $\vec{\mu}$ en el campo magnético corresponde un nivel de energía diferente. Para mediciones de campos magnéticos sólo consideramos electrones y protones. Como ambos tienen espín $I = 1/2$, sólo son posibles dos niveles de energía que difieren en $\Delta E = \gamma \hbar H_0$.

Un campo magnético pequeño H_1 , perpendicular al campo magnético principal H_0 y que oscile a la frecuencia de precesión de los momentos magnéticos de las partículas, puede cambiar su orientación en el campo externo produciendo así un intercambio de energía entre las partículas y el campo electromagnético. Este fenómeno es conocido como resonancia nuclear magnética (R.N.M.).

Este fenómeno puede utilizarse para medir campos magnéticos con gran precisión. El principio de medición consiste en medir la frecuencia a la cual ocurre la resonancia nuclear magnética y, con el valor de la razón giromagnética, el campo magnético se puede obtener mediante la ecuación (1). Un instrumento que utiliza este fenómeno se llama magnetómetro de resonancia nuclear magnética.

PRINCIPIO DE OPERACIÓN DEL MAGNETÓMETRO.

Las técnicas electrónicas empleadas para detectar la absorción de energía electromagnética en la resonancia nuclear magnética son adaptaciones de las de modulación, amplificación y detección de señales de audiofrecuencias transportadas por ondas electromagnéticas de radio.

Un magnetómetro de R.N.M. consiste, básicamente en un generador de radiofrecuencias que alimenta un circuito, generalmente resonante, sensible a la absorción de energía por una

sonda que forma parte de uno de sus elementos. Usualmente la muestra está colocada en el interior de una bobina de radiofrecuencias (figura 1.1). La absorción de energía por la muestra provoca una variación en la amplitud de la onda de radiofrecuencias que muestra la ocurrencia del fenómeno.

Superponiendo al campo magnético principal un pequeño campo variable a audiofrecuencias la condición de resonancia se alcanza con la misma frecuencia y la señal de R.N.M. aparece como una modulación de la amplitud de la onda de radio. La onda resultante es amplificada, demodulada, detectada y amplificada de la misma manera que la señal audible en una transmisión de radio (Fig 1.1). Para distinguir entre la resonancia y las interferencias, y para observarla continuamente, la señal de radiofrecuencia (RF) se modula con una señal de audiofrecuencia (AF). La señal resultante aparecerá estacionaria al observarse en un osciloscopio si se alimenta su barrido horizontal con la misma señal empleada para la modulación del campo magnético principal.

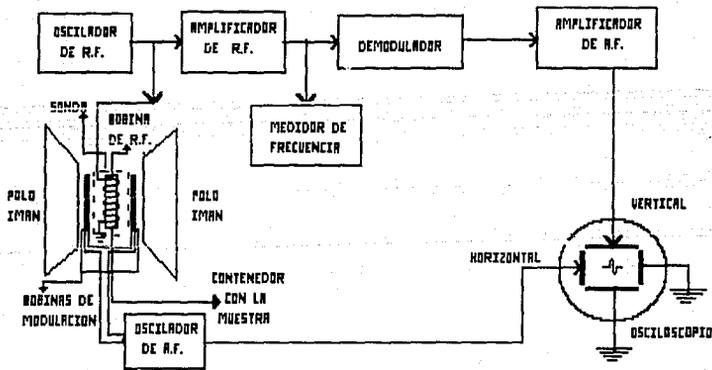


Figura 1.1 Diagrama a bloques del magnetómetro de R.N.M.

La operación de un magnetómetro de R.N.M. consiste, esencialmente, en ajustar las condiciones de resonancia necesarias para que ocurra la absorción de energía electromagnética en una muestra rica en núcleos atómicos, usualmente protones, colocada en un campo magnético externo \vec{H}_0 . La energía absorbida proviene de un campo de radiofrecuencias y la absorción ocurre a la frecuencia de precesión de los momentos magnéticos nucleares en un campo magnético externo, o precesión de Larmor. Para protones en campos magnéticos de 0.1 T a 1.0 T, esta frecuencia está en la banda de 10 MHz a 25 MHz.

DETECCIÓN DE R.N.M.

La detección de la R.N.M. se consigue, en este trabajo, de dos formas:

a).-Mediante un circuito tanque (LC) acoplado a un generador variable de radiofrecuencia de alta estabilidad. El acoplamiento se hace mediante un capacitor muy pequeño hecho con dos alambres trenzados. La capacitancia de este capacitor de acoplamiento es de aproximadamente 5 pF. El circuito tanque está compuesto de un capacitor variable y de una inductancia cilíndrica fija. La muestra se aloja en esta inductancia. La salida del circuito tanque es amplificada mediante un amplificador cascode que se encuentra comercialmente en forma de circuito integrado. La salida de este amplificador es demodulada y amplificada antes de ser observada en el osciloscopio. La figura (1.2) muestra un diagrama del magnetómetro.

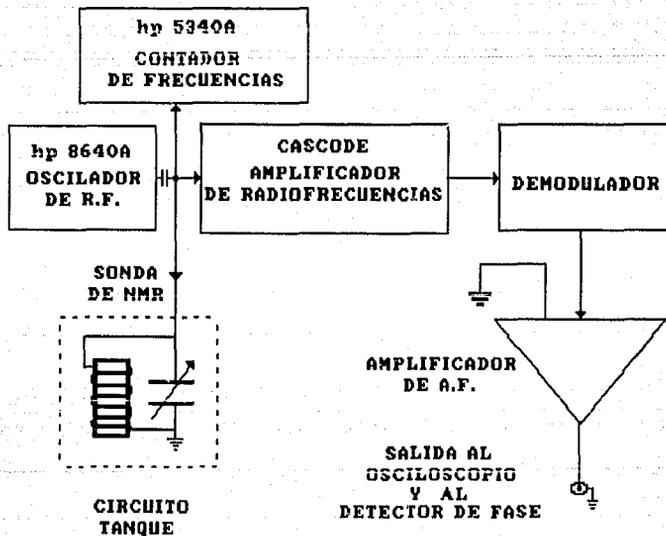


Figura 1.2 Diagrama del magnetómetro que emplea un circuito tanque en el detector de R.N.M.

b).-Mediante un puente capacitivo de radio-frecuencias acoplado a un generador variable de radiofrecuencia de alta estabilidad. El puente de radiofrecuencias se compone de 5 capacitores, 3 de ellos fijos y 2 variables, una resistencia fija y una inductancia en la que se aloja la sonda de R.N.M. La función del circuito puente es balancear las dos ramas del circuito para poder anular la señal de salida. Al ocurrir la R.N.M., la señal por una de sus ramas se altera desbalanceando el puente y produciendo una señal de salida

que se debe, toda, al fenómeno de R.N.M. La señal de salida del circuito puente es amplificada en dos etapas: la primera por medio de un amplificador Hewlett Packard modelo 8447A que tiene un ancho de banda de 0.1 MHz hasta 1300 MHz, con una ganancia de 25 dB. La segunda amplificación se lleva a cabo mediante el mismo circuito cascade del inciso a). La figura 1.3 muestra el diseño del magnetómetro.

En ambos magnetómetros se utilizan las mismas muestras o sondas de R.M.N.. Las muestras son soluciones acuosas de sulfato de níquel (NiSO_4).

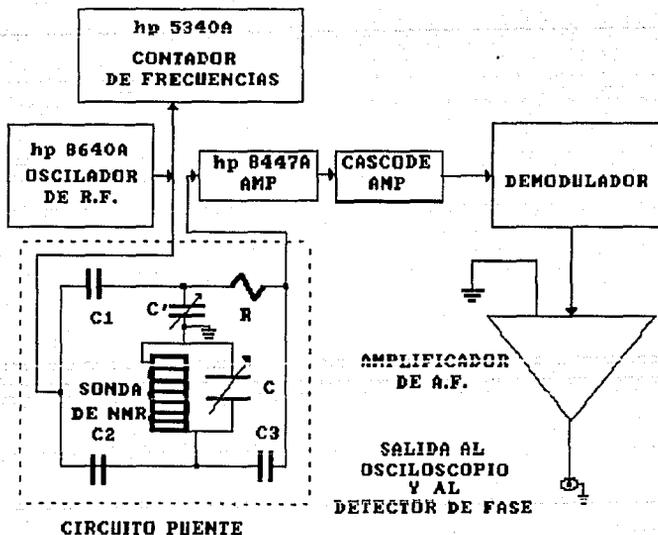


Figura 1.3 Diagrama del magnetómetro mediante un circuito puente

DISEÑO DEL MAGNETÓMETRO DE R.N.M.

DISEÑO DE UN MAGNETÓMETRO MEDIANTE UN CIRCUITO TANQUE.

El diagrama del circuito de un magnetómetro de R.N.M. que emplea un circuito tanque se muestra en la figura 2.1. El campo de RF necesario para producir la resonancia, se obtiene de un generador externo -Hewlett Packard (H.P.) modelo 8640A - acoplado capacitivamente al circuito tanque (L.C.) o circuito resonante. El generador externo barre de manera continua en un ancho de banda de 0.5 MHz a 256 MHz dando una salida máxima de 50 Watts. La utilización de este generador permite un amplio intervalo de medición de campo magnético. La estabilidad del oscilador es mejor que 10 ppm sobre 10 minutos y su nivel de voltaje de salida es ajustable. Esto es conveniente para hacer óptima la relación de señal a ruido del magnetómetro.

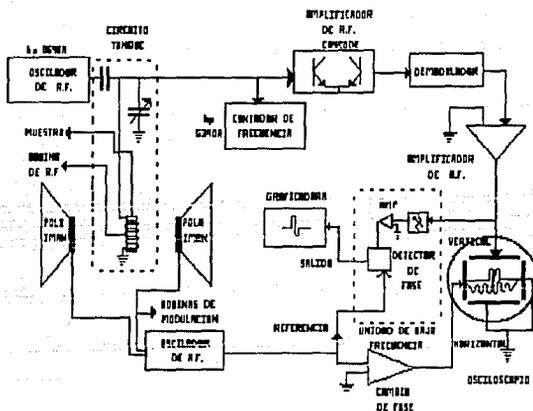


Figura 2.1 Diagrama a bloques del magnetómetro

El principal elemento del detector de la resonancia nuclear magnética en este magnetómetro es un circuito tanque. Este se compone de un capacitor variable y de una inductancia fija. El inductor de este circuito debe ser diseñado con cuidado, para alcanzar la máxima calidad posible; esto es, alcanzar el factor de calidad ($Q = \omega L / R_p$) más alto posible.

La inductancia fija se calcula de la siguiente manera:

El intervalo de frecuencia que se utiliza en el diseño es de 10 MHz a 30 MHz. La capacitancia en paralelo con la inductancia es 10 pF a 500 pF. Sea $C = 250$ pF y $f = 20$ MHz si sustituimos en la ecuación [Dale Pollack, 1937 y R. Velarde M., 1984]:

$$L = 1 / (\omega_0^2 C) \quad \dots(2.1)$$

donde $\omega_0 = 2 \pi f$.

Sustituyendo los valores se obtiene la inductancia $L = 0.37 \mu\text{H}$.

Teniendo el valor de la inductancia, se calcula el número de vueltas que se han de utilizar para su construcción. Este depende del diámetro y de la longitud. La ecuación 2.2 da el número de vueltas en función de estas dimensiones [Dale Pollack, 1937].

$$N = \sqrt{(10^8 * L * l) / (1.257 * S)} \quad \dots(2.2)$$

donde

l = longitud de la bobina en cm (longitud constante)

S = área de la sección de la espira en cm^2

La longitud y el diámetro de la bobina depende de la región del campo que se desee medir. En nuestro experimento ésta es un cilindro de 0.5 cm de diámetro y 2.54 cm de altura. La bobina se montó sobre un cilindro de polietileno. El devanado se hizo con 17 vueltas por pulgada por lo que $n=17$.

La muestra colocada en el interior de la bobina del circuito tanque (LC) es la sonda de resonancia nuclear magnética. Sus dimensiones se muestran en la figura 2.2.

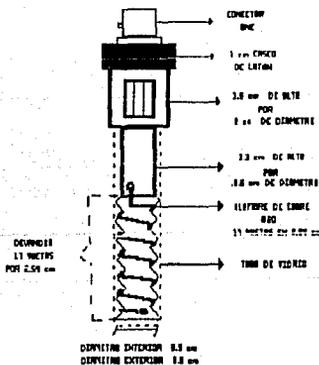


Figura 2.2 Sonda de resonancia magnética nuclear

La sonda, está formada por:

- Una bobina de RF devanada sobre un cilindro de polietileno, con alambre de cobre del # 20.
- Un tubo de vidrio, que encierra la bobina, conteniendo una muestra líquida rica en núcleos de hidrógeno (protones) [H_2O , glicerina, etc.].
- Una cubierta delgada de cobre que encierra toda la sonda como blindaje para protegerla de señales espurias.
- Una inductancia de $L = 0.4 \mu H$ y $Q = 100$

La sonda es conectada al magnetómetro mediante un cable coaxial de baja capacidad, y colocada en el campo magnético que se quiere medir. El circuito recibe corriente del generador de señales de radiofrecuencias. La tensión desarrollada en el circuito tanque es proporcional a la impedancia de éste y como la corriente es constante cualquier variación se debe a un cambio en la impedancia. Para obtener la absorción de energía en los núcleos de la muestra se ajusta la frecuencia ν del generador de señales hasta que la energía $h\nu$ de los fotones del campo de radiofrecuencia es igual a la separación ΔE de los niveles de energía magnética de los núcleos de la muestra.

En estas condiciones los núcleos en el nivel más bajo absorben energía, los del nivel más alto la emiten, pero como hay más de los primeros que de los segundos, ocurre una absorción neta de energía. En consecuencia la impedancia de la bobina disminuye ya que en resonancia la impedancia es sólo resistiva, y la señal de radiofrecuencia se atenúa. Modulando el campo en amplitud magnética por medio de unas bobinas adicionales de modulación se consigue una señal alterna de resonancia.

La amplitud de la señal de radiofrecuencia modulada en amplitud es de aproximadamente 10 milivoltios; por lo que es necesario amplificarla antes del proceso de demodulación. Para esto se emplea un amplificador de radiofrecuencia de banda ancha. Esto se hace con un amplificador tipo "cascode" el cual tiene características favorables a altas frecuencias. La configuración "cascode" consiste en un amplificador emisor común conectado a un amplificador base común.

La conexión cascode puede dar un nivel elevado de ganancia de tensión. La ecuación 2.3 da la ganancia de voltaje en función de los parámetros "Y" con una impedancia de carga Z_L .

$$A_v = \frac{-Y_f Z_L}{1 + Y_o Z_L} = \frac{-Y_f}{Y_o + Y_L} \quad \dots 2.3$$

Si suponemos que $Y_L > Y_o$, las variaciones de Y_L tendrán efecto despreciable sobre Y_i ; entonces la ganancia de tensión está dada sólo por:

$$A_v = - \frac{Y_f}{Y_L} \quad \dots 2.4$$

Sustituyendo valores para $A_v=30$ y para una $f=20$ MHz es obtenida Y_f de la figura 2.3 que muestra los parámetros Y en función de la frecuencia [H.C. Kiehn, 1975].

$$Y_L = 3.243 \times 10^{-3} - i 1.037 \times 10^{-3} \Omega^{-1} \quad \dots 2.5$$

La impedancia de carga a 20 MHz es:

$$Z_L = 279.75 + i 89.45 \quad \dots 2.6$$

lo que representa una resistencia de $\approx 280 \Omega$ en serie con una inductancia $L=0.71 \mu\text{H}$; ya que:

$$L = \frac{X_L}{Y_L} = 0.71 \mu\text{H}. \quad \dots 2.7$$

Teniendo la impedancia de carga se pueden encontrar los puntos de operación de los transistores del circuito cascode por un análisis común de la teoría de circuitos.

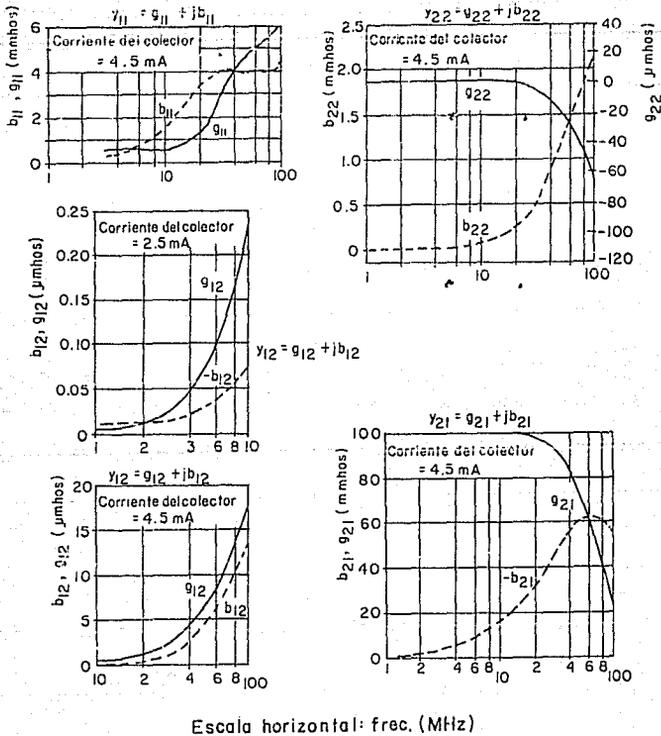


Figura 2.3. Curvas para los parámetros " Y " en función de la frecuencia, para el C.I. CA 3028B. en conexión " cascode "

[H.C. Kiehn, 1975]

Este amplificador se puede encontrar en forma de circuito integrado y está diseñado para trabajar en sistemas de

comunicaciones que operan a frecuencias hasta de 100 MHz. Tiene buena estabilidad, producto ganancia-anchura de banda grande y provee además un buen aislamiento entre la entrada y la salida, evitando los efectos de carga. En el intervalo de frecuencias que va de 10 MHz a 30 MHz se tiene una amplificación en voltaje de 30. La figura 2.4 muestra el diagrama del amplificador de R.F. utilizando un circuito integrado CA3028B.

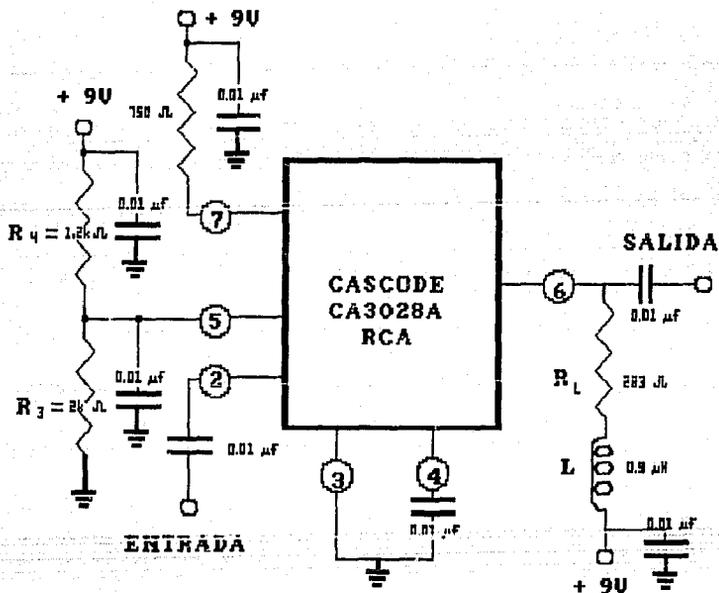


Figura 2.4 Amplificador de R.F tipo cascode

Una vez amplificada la señal de radiofrecuencias es necesario detectar, o demodular, dicha señal para recuperar la señal de

resonancia y presentarla en forma visual en un osciloscopio o en un graficador. Esto se consigue con un circuito detector de diodos.

El circuito detector debe pasar la señal de resonancia sin distorsión al amplificador de audio-frecuencia (AF) y además detectar la señal modulada en amplitud, proveniente del amplificador de RF sobre el ancho de banda de la portadora (10 MHz a 30 MHz). Un circuito que hace esta función es un detector pico-pico convencional, que se muestra en la figura 2.5. Este circuito se compone de dos partes, la primera es un fijador de nivel de voltaje directo para que el diodo D_2 opere sobre su región lineal y la señal no sufra distorsión. La segunda parte es un circuito detector que se emplea comúnmente para recuperar señales de modulación de amplitud.

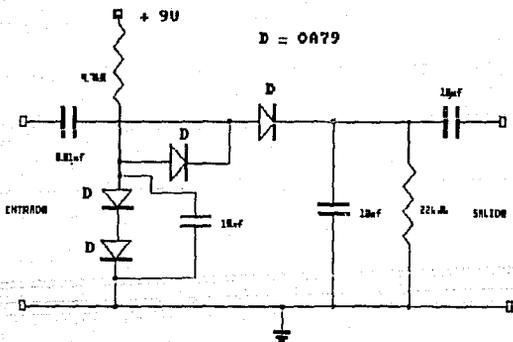


Figura 2.5 Circuito Demodulador

La señal de audiofrecuencias obtenida del demodulador es amplificada en un circuito basado en el amplificador operacional $\mu a741$. La figura 2.6 muestra la configuración utilizada de

amplificador operacional y la ecuación 2.8 da la ganancia del amplificador, que en nuestro diseño resulta de 1500 con $R_f=27\text{ M}\Omega$ y $R_i=18\text{ k}\Omega$.

$$\frac{V_o}{V_s} = \frac{R_f + R_i}{R_i} \quad \dots 2.8$$

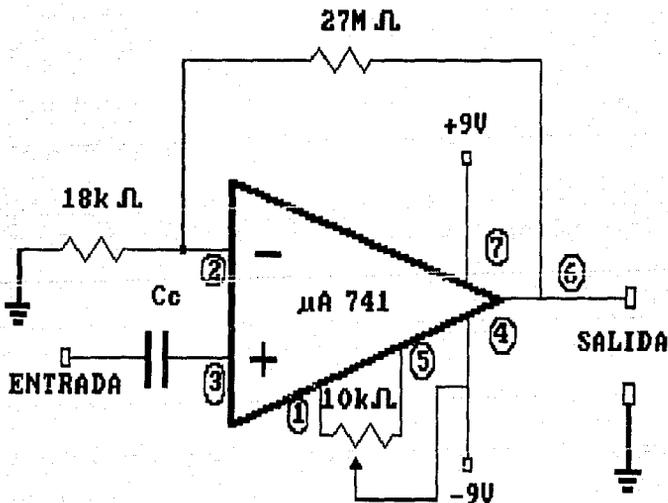


Figura 2.6 Amplificador de Audio-Frecuencias

Finalmente la salida del magnetómetro se conecta a dos módulos, el primero para su observación en pantalla y el otro para su trazado en la graficadora del E.P.R. Los módulos se detallan en la última sección de este capítulo.

DISEÑO DE UN MAGNETÓMETRO MEDIANTE UN CIRCUITO PUENTE CAPACITIVO

La figura 2.7 muestra el magnetómetro de R.N.M. que utiliza un circuito puente. Para producir el campo de radio-frecuencias se emplea el mismo generador de funciones H.P. modelo 8640A.

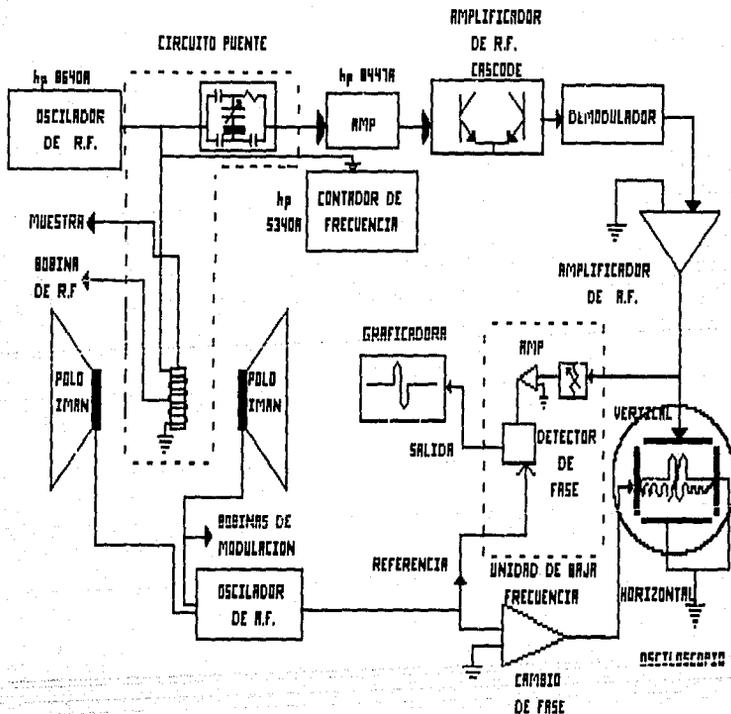


Figura 2.7. Magnetómetro de R.N.M. mediante un circuito puente capacitivo

El generador de RF entrega la energía necesaria al circuito puente, el circuito puente se muestra en la figura 2.8. La muestra

se coloca en el interior de la bobina de la misma manera que se hace para el magnetómetro basado en un circuito tanque, por lo que la sonda es la misma para los dos magnetómetros.

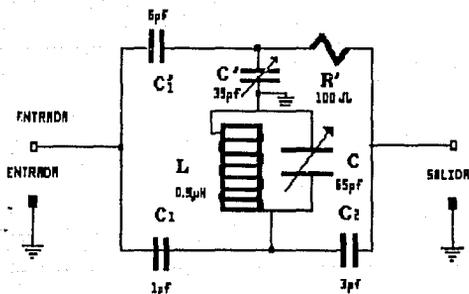


Figura 2.8 Circuito puente capacitivo

El circuito puente se puede ver como dos circuitos T en paralelo, donde la impedancia de transferencia debe ser la misma en los diferentes circuitos T. La figura 2.9 muestra el circuito equivalente con sus respectivas impedancias de transferencia [Tuttle W. N., 1940].

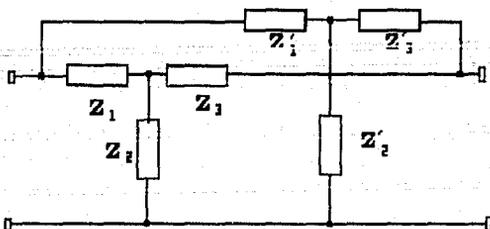


Figura 2.9 Circuito Equivalente

En operación normal el circuito es balanceado para dar transmisión nula a la salida del puente. Cada componente T de la red es independiente de la otra. La condición nula implica que las transmisiones de los dos circuitos T son iguales y opuestas en fase. La fórmula general para las condiciones de balance del puente se pueden encontrar aplicando la teoría de circuitos a la figura 2.9. Las condiciones para una radio frecuencia $f = \omega/2\pi$ son [E.R. Andrew, 1969 y Tuttle W. N., 1940]:

a) El balance resistivo hace iguales las amplitudes.

$$\omega^2 C_1 C_2 (1 + C'/C'_1) R' R_p = 1 \quad \dots 2.9$$

b) El balance reactivo hace opuestas las fases.

$$C + C_1 + C_2 (1 + C_1/C'_1) = 1/\omega^2 L' \quad \dots 2.10$$

En estas ecuaciones R_p es la resistencia en serie equivalente de la inductancia.

En resumen, la función del puente es anular la tensión de salida para una frecuencia fija. De esta forma, por efecto de la resonancia, la impedancia del puente variará y en consecuencia la fase y la amplitud serán desequilibradas en el puente observándose una señal de resonancia.

A la salida del puente se encuentra un pre-amplificador de banda ancha que mejora la relación de señal a ruido. Para esta etapa se utiliza un amplificador Hewlett-Packard modelo 8447A que tiene un ancho de banda 0.1 MHz a 1300 MHz con una ganancia de 25 dB. La amplitud de salida del pre-amplificador es del orden de 10 milivoltios, por lo que se requiere de una amplificación posterior, antes del proceso de demodulación. Para esto se emplea el mismo amplificador de R.F. tipo cascode de banda ancha, que se utilizó en el magnetómetro de circuito tanque. La entrada del

circuito amplificador cascode puede conmutarse de un magnetómetro a otro.

Para la etapa de demodulación se utiliza el mismo circuito demodulador del circuito tanque (fig. 2.5). La salida del magnetómetro es conectada a los módulos de graficación que se explican en la siguiente sección.

MODULOS PERIFÉRICOS COMUNES A LOS MAGNETÓMETROS.

Los módulos periféricos comunes a los dos magnetómetros son; el módulo de medición de frecuencia, el módulo de modulación y el módulo de graficación.

MÓDULO DE MEDICIÓN DE FRECUENCIAS.

La frecuencia de la señal de RF se mide antes de ser amplificada, rectificada y demodulada, con un contador de frecuencia H.P. modelo 5340A que tiene una precisión de 0.01 ppm.

MÓDULO DE MODULACIÓN.

El campo magnético se modula en audiofrecuencias con unas bobinas Helmholtz colocadas en las caras del imán, de manera que el campo magnético alterno producido se sobrepone al campo estacionario.

El módulo de baja frecuencia del sistema E.P.R. proporciona diferentes frecuencias de modulación y se puede variar la amplitud de la señal de modulación de tal forma que con las bobinas de Helmholtz se tenga la modulación de campo magnético adecuada para obtener la mejor señal de resonancia, puesto que la anchura de la línea es función de la modulación.

Este mismo generador se utiliza para observar continuamente la señal de resonancia en el amplificador horizontal externo de un osciloscopio. Se utiliza también como señal de referencia en un detector de fase.

MÓDULO DE GRAFICACIÓN.

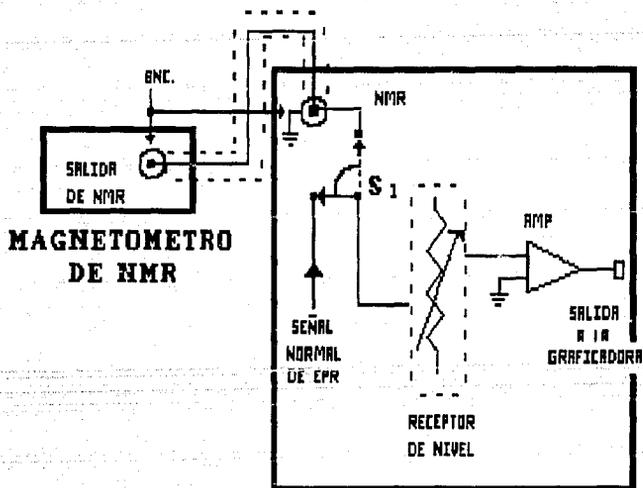
El módulo de observación se compone de dos partes. De un osciloscopio para su observación y de una graficadora para su trazado.

Para observar la señal de resonancia en un osciloscopio, se conecta la salida de los magnetómetros al amplificador vertical del osciloscopio. El amplificador horizontal del mismo se conecta al generador de audiofrecuencias (módulo de modulación), mediante un circuito integrador debido a que existe un defasamiento entre la corriente y la tensión, que aparece en los circuitos que utilizan inductancias.

La amplitud de la modulación es controlada por el módulo de baja frecuencia del espectrómetro E.P.R. Para amplitudes pequeñas la resonancia no se puede observar directamente en el osciloscopio, sino que se amplifica y se rectifica en otra etapa diferente, para graficarla posteriormente. Para esta parte se utiliza el detector de fase del módulo de baja frecuencia. La salida del detector de fase se lleva al graficador de la consola del espectrómetro E.P.R. [E-line E.P.R. Systems Manual, 1979]. La figura (2.10) muestra el diagrama del acoplamiento del magnetómetro con el módulo de baja frecuencia del espectrómetro E.P.R. De esta manera podemos trazar la línea de R.N.M. en el graficador de la consola del espectrómetro. Por último se mide la

frecuencia del oscilador de RF a la cual ocurre la resonancia, utilizando la calibración del valor efectivo del momento magnético del protón g'_p por el método que se verá más adelante que emplea el fenómeno de resonancia paramagnética electrónica y sustituyendo en la ecuación 1 se calcula el campo magnético.

El detector de fase es un amplificador de interrupción sincrónica cuyo principio de funcionamiento se basa en la utilización de un modulador para convertir la señal de entrada en una forma adecuada para el amplificador y un demodulador para recuperar la versión amplificada.



MODULO DE BAJA FRECUENCIA

Fig 2.10 Diagrama del acoplamiento con el módulo de baja frecuencia

MEDICIÓN PRECISA DEL CAMPO MAGNÉTICO

MEDICION DEL CAMPO MAGNÉTICO.

La R.N.M. se puede utilizar como método de medición de campos magnéticos. Para este propósito se coloca una muestra de protones en el campo magnético que se quiere medir. Como resultado de ésto aparecen dos niveles energéticos entre los cuales se pueden inducir transiciones por absorción de energía de radiofrecuencia. La magnitud del campo magnético se determina sustituyendo en la ecuación (1) del capítulo 1 el valor de la radiofrecuencia ν a la que ocurre la absorción, llamada frecuencia de resonancia, y la razón giromagnética del protón.

Existen factores que pueden alterar la medición del campo: la forma de la muestra y el tipo de muestra que se quiera utilizar, por lo que es importante describir la manera en que se corrigen estos factores.

CORRECCION DIAMAGNETICA.

Como se menciona en los capitulos anteriores la muestra se coloca en el interior de la bobina de un circuito tanque, formando la sonda de R.N.M. En experimentos de espectroscopía Zeeman la sonda es normalmente de forma cilíndrica. El valor promedio del campo en ese volumen se obtiene midiendo la frecuencia del generador de señales y utilizando:

$$h\nu = g'_p \mu_n H \quad \dots 3.1$$

g'_p es el factor g de los protones en el agua.

El factor g'_p no es igual al que tendrían los protones libres, porque los núcleos de la muestra R.N.M. se encuentran rodeados de electrones. En un campo externo H_0 , éstos circulan con una velocidad adicional proporcional a H_0 , creando un campo llamado de blindaje diamagnético H_1^d que no se puede cancelar, a menos que el núcleo esté aislado, lo cual es imposible.

Dependiendo de la forma de la muestra, también se crea un campo llamado diamagnético volumétrico H_2^d dado por [E.R. Andrew, 1969]:

$$H_2^d = [(4\pi/3 - k) \chi] H_0 \quad \dots(3.2)$$

Donde χ es la susceptibilidad magnética de la muestra y k es una constante cuyo valor depende de la forma de la muestra;

$$k = 4\pi/3 \quad , \text{ para muestras esféricas}$$

$$k = 2\pi \quad , \text{ para muestras cilíndricas}$$

En nuestro caso las muestras son cilíndricas de modo que H_2^d tiene la forma :

$$H_2^d = [(-2\pi/3) \chi] H_0 \quad \dots(3.3)$$

La susceptibilidad magnética del agua es $\chi < 0$, por lo que $H_2^d > 0$, y su valor se suma al de H_0 . H_2^d en una muestra cilíndrica de agua es ~ 1.5 ppm. Este campo se puede cancelar añadiendo una cantidad adecuada de iones paramagnéticos. Para estos $\chi > 0$, por lo que producen un campo opuesto a H_2^d . En general éstas sales

producen un campo $q_2 \chi H_0$ que no depende de la forma, de tal manera que el campo total producido es;

$$H_1^p = [(4\pi/3 - k) \chi + q_2 \chi] H_0 \quad \dots(3.4)$$

La contribución adicional $q_2 \chi H_0$, desaparece en soluciones de $NiSO_4$, porque para este compuesto $q_2 = 0$, debido a que su resonancia es isotrópica. Se puede entonces, utilizar $NiSO_4$ para cancelar el paramagnetismo volumétrico disolviéndolo en agua a la concentración adecuada. Se puede obtener la concentración utilizando la fórmula (3.5) [W. C. Dickinson, 1951] y utilizando el valor $\mu_{eff} = 3.26$ dado por Dickinson [W. C. Dickinson, 1951]

$$\mu_{eff} = (3 \chi k T / N \beta^2)^{1/2} \quad \dots(3.5)$$

donde

T = temperatura absoluta.

N = número de iones por c.c.

β = magnetón de Bohr.

CALIBRACIÓN DE LAS SONDAS DE R.N.M.

Para obtener la g'_p del agua, se comparan las líneas de R.N.M. con las de E.P.R. del $N(^4S_{3/2})$. Estas líneas son casi tan delgadas como las de R.N.M.

El sistema E.P.R., mostrado en la figura 3.1, está constituido principalmente por un klystrón, una guía de ondas, una cavidad E.P.R., un espectrómetro E.P.R., un generador de microondas, un electroimán, un tanque de gases, bombas de vacío, etcétera.

Su funcionamiento es el siguiente: el flujo de microondas generado por el klystrón se dirige a través de la guía de ondas al resonador o cavidad E.P.R. (cilíndrica) que contiene en su interior la muestra con que se mide el campo magnético. El detector convierte la señal de microondas a una de más baja frecuencia para que se pueda transmitir a través de los componentes electrónicos que amplifican la señal y la envían al graficador. La muestra es un flujo continuo de gases que primero pasa a través de una descarga eléctrica de microondas, después por la cavidad E.P.R. y finalmente es evacuada mediante las bombas de vacío.

Las líneas del $N(^4S_{3/2})$ se observan en un experimento de resonancia paramagnética electrónica realizado sobre el nitrógeno atómico producido por una descarga de microondas en N_2 gaseoso que fluye rápidamente por un tubo de cuarzo que atraviesa una cavidad de microondas resonante de banda X y colocada en un campo magnético. La figura 3.1 muestra el diagrama del sistema E.P.R.

Midiendo la frecuencia ν de microondas al centro de la línea $M_j = \pm 1/2$, $\Delta M_j = 0$ y la radiofrecuencia f en el centro de resonancia nuclear magnética, la relación de los factores g está dada por [V. Beltrán L., 1989]:

$$g_j(N: ^4S_{3/2}) / g_p = [\nu/f (1 - (10.45 / \nu)^2)] \dots (3.6)$$

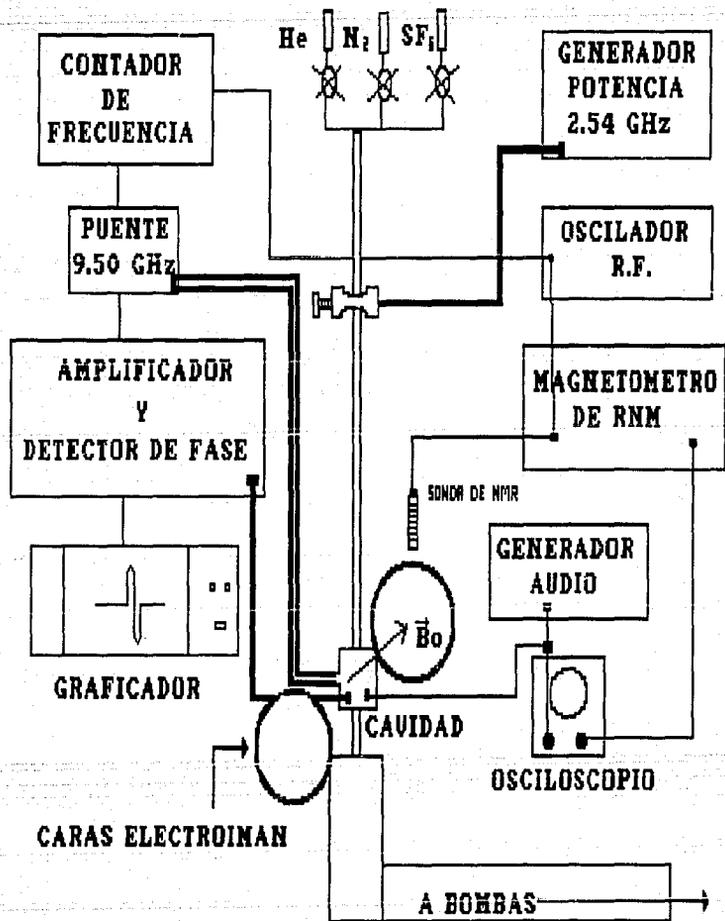


Figura 3.1. Diagrama del espectrómetro E.P.R.

Para obtener la concentración necesaria de N_1SO_4 que cancela el diamagnetismo volumétrico del agua, se utilizaron dos muestras a diferentes concentraciones, 0.165 M y 0.2 M. Midiendo la separación entre éstas debida a la diferencia de concentraciones, se puede calibrar la sonda de R.N.M. para la cual se cancela el diamagnetismo volumétrico. Se puede calibrar también solamente con la concentración de 0.165 M y mediante la ecuación 3.6 calcular en partes por millón la diferencia que existe entre el valor de g , del nitrógeno para esa concentración y calcular la concentración para obtener el valor de g , verdadero. La figura 3.2 muestra las líneas de E.P.R. del nitrógeno con las líneas de R.N.M. con diferentes concentraciones obtenidas en este experimento.

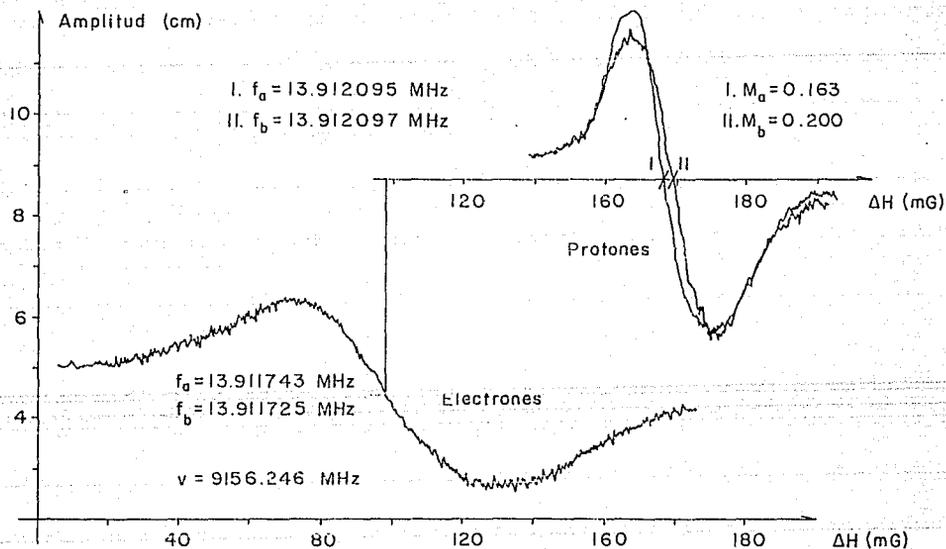


Figura 3.2 Experimento para calibrar las sondas de R.N.M.

Capítulo 4

HOMOGENEIZACIÓN DE CAMPOS MAGNÉTICOS

BOBINAS DE HOMOGENEIZACIÓN.

En la medición de campos magnéticos, los problemas de inhomogeneidad son la causa de errores en la exactitud del valor medido del campo magnético, así como de la deformación en las líneas de R.N.M. Este problema fue estudiado por Weston A. Anderson [Weston A. Anderson, 1961].

El presente capítulo describe la construcción de bobinas de homogeneización por corrientes eléctricas en un plano localizadas en las caras del imán alrededor de la sonda de R.N.M. [Weston A. Anderson, 1961 y J. R. Reitz, 1986].

Un diseño adecuado requiere que los planos donde circulan las corrientes que corrigen al campo sean independientes uno de otro, esto es, que tengan controles independientes. Esto se puede lograr si cada configuración de corriente produce campos muy cercanos a cada uno de los términos del desarrollo en armónicos esféricos del potencial magnético, dado por [Weston A. Anderson, 1961 y J. R. Reitz, 1986]:

$$\Phi = - \sum_{n=1}^{\infty} \sum_{m=0}^n r^n P_n^m (\cos \Theta) [A_n^m \cos m \phi + B_n^m \sin m \phi] \dots (4.1)$$

donde :

$$B = - \nabla \Phi \dots (4.2)$$

Tomando el sistema de referencia mostrado en la figura 4.1 la intensidad del campo magnético B_0 se encuentra en la dirección Z y denotando a B' como las variaciones del campo magnético en el volumen de la sonda, el campo total es $B=B_0+B'$. La variación de la frecuencia resonante de la sonda está determinado por la variación en el campo total $|B_0+B'|$ sobre la prueba es:

$$|B_0+B'| = [(B_0+B_z)^2 + B_x^2 + B_y^2]^{1/2} \quad \dots (4.3)$$

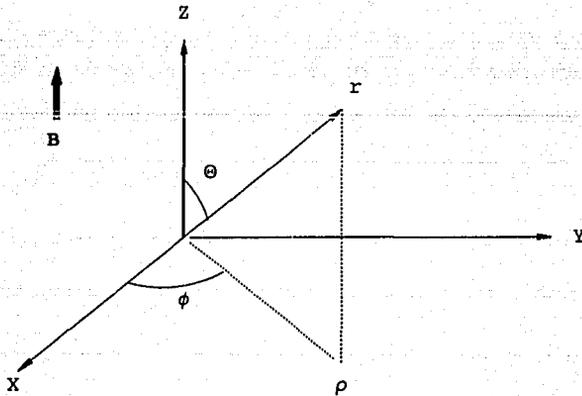


figura 4.1 Sistema de Referencia

En la práctica $B_0 \approx 10^4$ Gauss y $B' \approx 10^{-1}$ Gauss, de tal forma que si desarrollamos la ecuación (4.3) tenemos que:

$$|B_0+B'| = B_0 + B_z + (B_x^2 + B_y^2) / 2B_0 \quad \dots (4.4)$$

las componentes "x" y "y" de B contribuyen alrededor de 10^{-6} gauss del campo, por lo que se pueden despreciar. Las cantidades importantes y sus derivadas pueden ser fácilmente expresadas en términos del desarrollo en coordenadas esféricas [Weston A. Anderson, 1961; A. N. Tignonov, 1980 y G. Arfken, 1985]:

$$B_z = -\frac{\partial\Phi}{\partial r} \frac{\partial r}{\partial Z} + \frac{\partial\Phi}{\partial\theta} \frac{\partial\theta}{\partial Z} + \frac{\partial\Phi}{\partial\phi} \frac{\partial\phi}{\partial Z} \quad \dots(4.5)$$

ó

$$B_z = -\cos\phi \frac{\partial\Phi}{\partial r} + \sin\phi \frac{\partial\Phi}{\partial r} \quad \dots(4.6)$$

Expresando los primeros términos de la desarrollo (4.6) en coordenadas rectangulares se obtiene [Weston A. Anderson, 1961]:

$$\begin{aligned} B_z = & A_1^0 + 2A_2^0 Z + 3A_2^1 X + 3B_2^1 Y + 3A_3^0 (2Z^2 - X^2 - Y^2)/2 + 12A_3^1 ZX + 12B_3^1 ZY \\ & + 15 A_3^2 (X^2 - Y^2) + 15 B_3^2 (2XY) + A_4^0 Z (8Z^2 - 15(X^2 + Y^2))/2 \\ & + 15A_4^1 X (4Z^2 - X^2 - Y^2)/2 + 15B_4^1 Y (4Z^2 - X^2 - Y^2) + 90A_4^2 Z (X^2 - Y^2) \\ & + 90B_4^2 Z (2XY) + 150A_4^3 X (X^2 - 3Y^2) + 105B_4^3 Y (3X^2 - Y^2) + \dots \quad \dots(4.7) \end{aligned}$$

Las bobinas de homogenización deben producir gradientes del campo que anulen cada uno de los términos de la ecuación (4.7), excepto el primero, que corresponde a un campo uniforme, estos gradientes se logran ya sea con bobinas rectangulares o circulares en ambas caras del imán.

SIMETRÍA DE LAS CORRIENTES DE CONFIGURACIÓN.

El campo magnético producido por corrientes en ambos polos

del imán pueden ser determinadas de la ley de Biot-Savart [J. R. Reitz, 1986]:

$$B_z = \iiint \frac{J(r') \times (r - r')}{|r - r'|^3} dv' \quad \dots (4.8)$$

donde:

J=Corriente por unidad de área

μ_0 =Permeabilidad del vacío

r=Coordenadas del campo

r'=Coordenadas de la fuente de corriente

dv'=Diferencial de volumen

Utilizando la geometría para la caras de un imán la distribución de corriente está contenida en los planos $z=\pm z_0$, cada uno sobre un polo del imán. La densidad de corriente puede entonces expresarse como $J(r)=J(x,y,z)\delta(z\pm z_0)$ donde δ es la función delta de Kronecker, en este caso la integral de volumen que define B se reduce a una integral vectorial doble, obteniéndose con esta configuración que B estará en la dirección del eje Z:

$$B_z(x,y,z) = \frac{\mu_0}{4\pi} \iint \frac{\{ J_x(X',Y',\pm Z)[Y-Y'] - J_y(X',Y',\pm Z)[X-X'] \} dXdY'}{([X-X']^2 + [Y-Y']^2 + [Z \mp Z']^2)^{3/2}} \quad \dots (4.9)$$

Si $J_x(X',Y',\pm Z)$ y $J_y(X',Y',\pm Z)$ son las densidades de corriente por unidad de longitud sobre las superficies en $Z' = \pm Z_0$, entonces la componente del campo en la dirección z (B_z) y sus gradientes ($\partial^n B_z / \partial Z^n$) se calculan con la ecuación 4.9 y por inspección de ésta se puede deducir que los gradientes con n impar se anulan en $Z=0$ y con n par se suman si J_x y J_y son iguales en ambos planos.

DISEÑO DE BOBINAS RECTANGULARES

La corrección de los gradientes se puede lograr utilizando bobinas rectangulares. Para diseñarlas debemos considerar filamentos de densidad de corriente constante, por ejemplo J_x , en el intervalo $Y_0 + \epsilon/2 \leq Y' \leq Y_0 - \epsilon/2$ y longitud $-X_0 \leq X' \leq +X_0$. Esta densidad de corriente produce el campo

$$B_z = \frac{\mu_0}{4\pi} \int_{Y_0 - \epsilon/2}^{Y_0 + \epsilon/2} dY' (Y - Y') \int_{-X_0}^{X_0} \frac{dX' J_x}{([X - X']^2 + [Y - Y']^2 + [Z - Z']^2)^{3/2}}$$

...4.10

La solución de la integral se puede expresar de manera simple desarrollándola en potencias de ϵ y conservando solo el término de primer orden. Si además tomamos el límite de $X \rightarrow \infty$ esta solución se reduce a la expresión conocida para el campo magnético producido por un alambre infinitamente largo con corriente $I_x = J_x \epsilon$.

$$B_z = \frac{\mu_0 I_x (Y - Y_0)}{2\pi [(Y - Y_0)^2 + (Z - Z_0)^2]} \quad \dots 4.11$$

Los gradientes se calculan a partir de la ecuación 4.11,

obteniendose los siguientes resultados para $X=Y=Z=0$ [Weston A. Anderson, 1961]:

$$\frac{\partial B_z}{\partial Y} = \frac{\mu_0 I_x}{2\pi Z_0^2} \frac{(1-\eta^2)}{(1+\eta^2)^2} \quad \dots 4.12$$

$$\frac{\partial B_z}{\partial Z} = \frac{\mu_0 I_x}{2\pi Z_0^2} \frac{-2\eta}{(1+\eta^2)^2} \quad \dots 4.13$$

$$\frac{\partial^2 B_z}{\partial Y^2} = \frac{\partial^2 B_z}{\partial Z^2} = \frac{\mu_0 I_x}{2\pi Z_0^3} \frac{2\eta(3-\eta^2)}{(1+\eta^2)^3} \quad \dots 4.14$$

$$\frac{\partial^2 B_z}{\partial Y \partial Z} = \frac{\mu_0 I_x}{2\pi Z_0^3} \frac{2(1-3\eta^2)}{(1+\eta^2)^3} \quad \dots 4.15$$

etc., donde $\eta = Y_0 / Z_0$.

Los gradientes para la dirección X son los mismos que en la dirección Y girando el sistema 90° , de tal forma que las correcciones en la dirección Y son válidas en la dirección X , pero el sistema de las bobinas estará rotado 90° .

Es importante decir que en este trabajo sólo se consideraran corrientes en los planos $Z = \pm Z_0$ ya que las bobinas se encuentran paralelas a éstos.

El término Λ_2^0 definido por el desarrollo de la ecuación 4.7 representa un gradiente de la forma $\frac{\partial B_z}{\partial Z}$. Para corregir este gradiente se usan bobinas en $\pm Z_0$, con corrientes en sentido opuesto en los planos como se muestra en la figura 4.2 Utilizando la ecuación 4.8 para ver los efectos de simetría para corrientes que circulan en sentido opuesto tenemos que los gradientes de la forma $\partial^n B_z / \partial Z^n$ con n par desaparecen en $X=Y=Z=0$ y sólo producirán gradiente con n impar. En nuestro diseño sólo queremos tener

unicamente $\frac{\partial B_z}{\partial Z}$ por lo que hacemos cero el gradiente $\partial^3 B_z / \partial Z^3$, el cual se obtiene calculando las parciales de la ecuación 4.11, de donde el gradiente resulta igual a cero para $\eta=1$. De esta manera, el primer gradiente no deseado es de la forma $\partial^5 B_z / \partial Z^5$. Sin embargo, si se hace un desarrollo de Taylor se puede ver que este gradiente contribuye en 2% al gradiente $\frac{\partial B_z}{\partial Z}$.

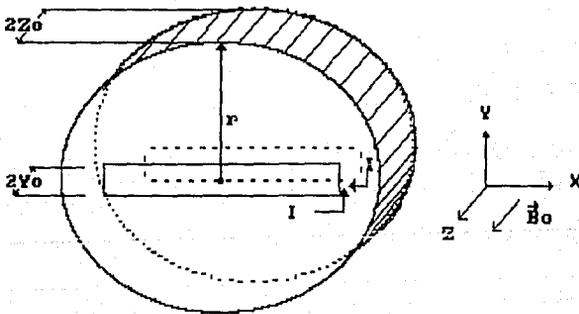


Figura 4.2 Bobinas rectangulares que producen gradiente de la forma $\frac{\partial B_z}{\partial Z}$

El término B_2^1 controla el gradiente $\frac{\partial B_z}{\partial Y}$. En este caso para corregir este gradiente se usan bobinas en $Z=\pm Z_0$ con corrientes idénticas en magnitud, dirección y $J_x(X, Y) = +J_x(X, -Y)$, como muestra la figura 4.3. Haciendo las consideraciones de simetría para corrientes de este tipo, el primer gradiente no deseado es $\partial^3 B_z / \partial Y^3$.

Para desaparecer este gradiente, se iguala a cero como en el caso anterior, obteniendo que los valores de $\eta^2 = 3 \pm 2\sqrt{2}$.

El término A_2^1 que corresponde al gradiente de la forma $\frac{\partial B_z}{\partial X}$ es

idéntico al descrito anteriormente, excepto que las bobinas rotan 90° sobre el eje Z.

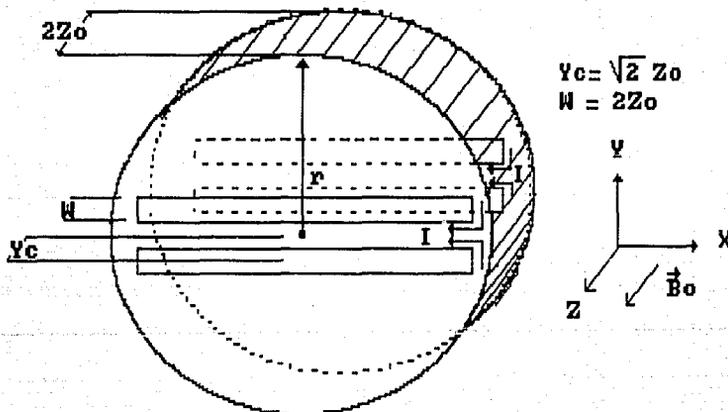


Figura 4.3. Bobinas rectangulares que producen gradientes de la forma $\frac{\partial B_z}{\partial Y}$

DISEÑO DE BOBINAS CIRCULARES.

El campo magnético debido a una corriente que fluye en una trayectoria circular se puede describir en coordenadas cilíndricas usando integrales elípticas completas. Si la trayectoria circular está localizada en el plano $Z=Z'$ y esta centrada en X', Y' , la

componente axial de campo está dada por la ecuación 4.16 [Weston A. Anderson, 1961].

$$B_z = \frac{\mu_0 I}{2\pi[(a+\rho)^2 + (Z-Z')^2]} \times \left[K + \frac{a^2 - \rho^2 - (Z-Z')^2}{(a+\rho)^2 + (Z-Z')^2} E \right] \quad \dots 4.16$$

donde a es el radio de la trayectoria, $\rho = [(X-X')^2 + (Y-Y')^2]^{1/2}$ es la distancia radial desde el centro de la trayectoria hasta el punto de la medición, K y E son las integrales elípticas completas con módulo $k^2 = 4a\rho / [(a+\rho)^2 + (Z-Z')^2]$.

El campo sobre el eje de una bobina circular está dado por:

$$B_z = \frac{\mu_0 I a^2}{2[(a+\rho)^2 + (Z-Z')^2]} \quad \dots 4.17$$

que resulta de la ecuación 4.16, al hacer $X=X'$ y $Y=Y'$.

Aquí Z' puede ser $\pm Z_0$. Las derivadas de la ecuación anterior se pueden calcular y evaluar en $Z=0$. Sustituyendo $\alpha = a/Z_0$, estas derivadas se pueden escribir, en $Z=0$ [Weston A. Anderson, 1961]

$$B_z = \frac{\mu_0 I}{2Z_0} \frac{\alpha^2}{(1+\alpha^2)^{3/2}} \quad \dots 4.18$$

$$\frac{\partial B_z}{\partial Z} = \frac{\mu_0 I}{2Z_0^2} \frac{3\alpha}{(1+\alpha^2)^{5/2}} \quad \dots 4.19$$

$$\frac{\partial^2 B_z}{\partial Z^2} = -2 \frac{\partial^2 B_z}{\partial \rho^2} = \frac{\mu_0 I^2}{2Z^3} \frac{3\alpha(4-\alpha^2)}{(1-\alpha^2)^{7/2}} \quad \dots 4.20$$

etcétera.

Consideremos primero el término A_2^0 de la ecuación 4.7, el cual corresponde al gradiente $\frac{\partial B_z}{\partial Z}$. Un par de corrientes circulares

centrados en el eje Z con $\alpha=2/\sqrt{3}$, eliminará el término cúbico el cual se puede obtener sacando las parciales de la ecuación 4.18 e igualandolo a cero se obtendrá el valor de α y producirá el gradiente deseado. De esa forma el primer término indeseable es de orden quinto, este gradiente contribuye sobre todo el volumen de la muestra en 1% de gradiente deseado.

El uso de bobinas circulares para producir gradientes lineales de la forma $\frac{\partial B_z}{\partial Y}$ y $\frac{\partial B_z}{\partial X}$ presenta un problema difícil debido a que se debe evaluar el campo y sus derivadas para un punto diferente del eje z de la ecuación 4.16. Sin embargo, si la configuración es la que se muestra en la fig 4.4, los parámetros necesarios para eliminar los gradientes cuadráticos de la forma :

$$\frac{\partial^2 B_z}{\partial Z^2} = -2 \frac{\partial^2 B_z}{\partial X^2} = -2 \frac{\partial^2 B_z}{\partial Y^2} \quad \dots 4.21$$

que corresponden a término A_3^0 de la ecuación 4.7 en $Z=0$ son más fáciles de producir con bobinas circulares. Estos parámetros se pueden calcular facilmente sacando la parcial $\frac{\partial^5 B_z}{\partial Z^5}$ e igualando a cero.

De esta manera se obtiene que $\alpha_1^2 = 6 + 2\sqrt{7}$ y $\alpha^2 = 6 - 2\sqrt{7}$ con una relación de corrientes igual a $I_1/I_2 = 1.2$.

En este trabajo se utilizaron bobinas cuadradas para corregir los gradientes lineales y bobinas circulares para los términos cuadráticos. La figura 4.5 muestra la línea de R.N.M. con el uso de bobinas de homogenización y sin el uso de las bobinas.

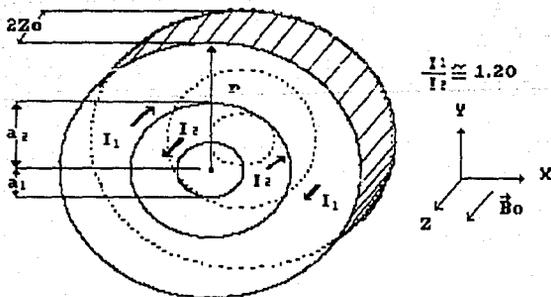


Figura 4.4. Bobinas circulares que producen gradientes de la forma $\frac{\partial^2 B_z}{\partial Y^2}$

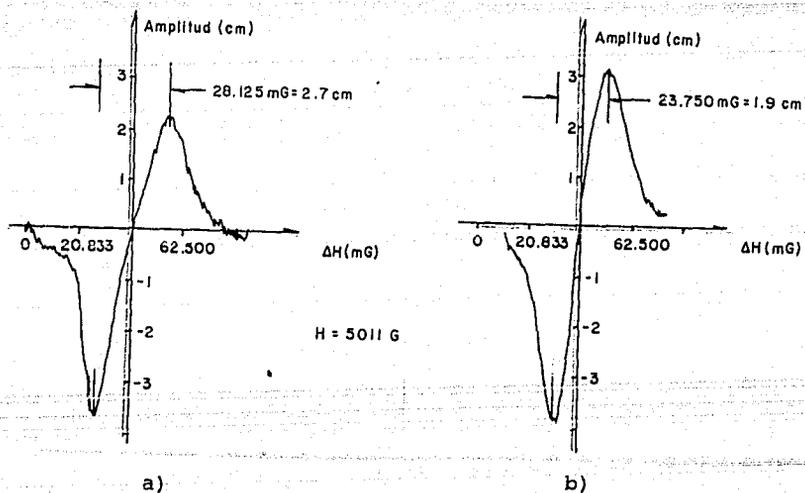


Figura 4.5 a) Línea de R.N.M. sin bobinas de homogeneización

y

b) Con bobinas de homogeneización

ESTABILIZACIÓN DEL ELECTROIMÁN CONTROLADO POR EFECTO HALL.

ESTABILIZACIÓN DEL CAMPO MAGNÉTICO POR R.N.M.

El campo magnético controlado por sonda Hall es estable después de 10 a 12 horas de encendido, bajo estas condiciones de estabilidad normalmente se efectúan los experimentos de precisión de espectroscopia Zeeman. La tensión Hall es proporcional a la temperatura absoluta, y esta es la causa principal de que el tiempo de estabilización sea tan largo; las variaciones térmicas que sufre la sonda Hall afectan el circuito de control del campo magnético. Este problema motivó a diseñar un circuito de control de campo magnético utilizando el fenómeno de R.N.M. Los parámetros de la R.N.M. no dependen de la temperatura, por esa razón el campo controlado por R.N.M. no produce alteraciones térmicas.

El circuito controlador del campo, mezcla la señal de corriente directa proveniente del magnetómetro de R.N.M., con la señal de regulación del campo, proveniente de la sonda Hall, convenientemente atenuada y en el sentido apropiado para que cancelen las variaciones que resultan de cambios térmicos en la sonda Hall.

El espectrómetro E.P.R. cuenta con un control de campo magnético por sonda Hall, el circuito de control se muestra en la figura 5.1. La descripción de este circuito de control es la siguiente: Un amplificador suministra una corriente constante a través de la resistencia R y la sonda Hall, de esta forma se

establece un voltaje de referencia en la resistencia R, para fijar el campo, la tensión de referencia genera un voltaje e_1 en el secundario del transformador T_1 . La tensión del campo de barrido e_2 se crea a través del transformador T_2 y de la resistencia variable R_s , este voltaje se suma a e_1 [E-line E.P.R. Systems Manual, 1979].

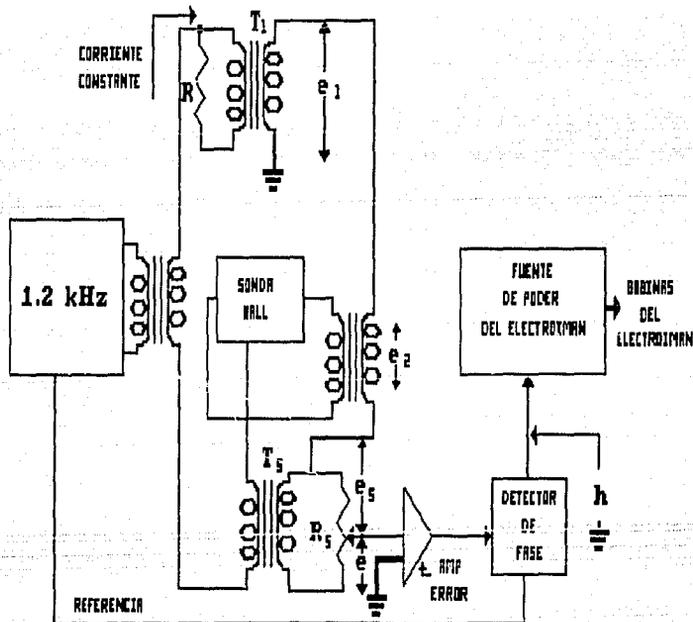


Figura 5.1 Circuito básico de control del campo magnético de un electroimán por medio de una sonda de efecto Hall.

La tensión resultante de e_1 y e_2 se suma algebraicamente al voltaje e_2 el cual es generado por el transformador de la sonda Hall y la diferencia de señales da como resultado un voltaje de error e , el cual es alimentado al amplificador de error. La salida del amplificador es detectada y rectificada en fase utilizando una referencia de 1.2 kHz en el detector de fase. La señal rectificada h , alimenta a la fuente del electroimán como una señal de control en una configuración de retroalimentación negativa. Debido a la alta ganancia del amplificador de error, la señal necesaria para controlar la fuente del electroimán es muy pequeña. Las variaciones térmicas de la tensión Hall se pueden reproducir como cambios proporcionales en el campo magnético.

Una variación térmica en la señal h puede ser compensada en un circuito que suma la señal h con una señal que sea independiente de la temperatura y la cual sea proporcional al cambio en el campo magnético inducido por esta variación térmica. Esta señal se obtiene de la salida del amplificador de fase el cual es alimentado por la línea de R.N.M. del magnetómetro descrito anteriormente, el magnetómetro está alimentado por la frecuencia del oscilador de R.F., como muestra la figura 5.2. Si ocurre un pequeño cambio de temperatura en la sonda Hall, esto inducirá un cambio proporcional en la tensión Hall y en consecuencia en el campo magnético, como respuesta de esta variación del campo el detector de fase del magnetómetro tendrá un valor cercano a cero produciendo un voltaje dc proporcional al cambio térmico en el campo magnético. Alimentando este voltaje en la entrada del circuito sumador que alimenta la fuente de poder del electroimán se tendrá un cambio opuesto al producido

originalmente en el campo magnético, este cambio corregirá la variación que sufrió el campo magnético y como consecuencia la salida del detector de fase del magnetómetro será cero. El campo magnético puede ser tan estable como la frecuencia del generador de R.F. obteniéndose la precisión de este instrumento, la cual es superior a 1 ppm.

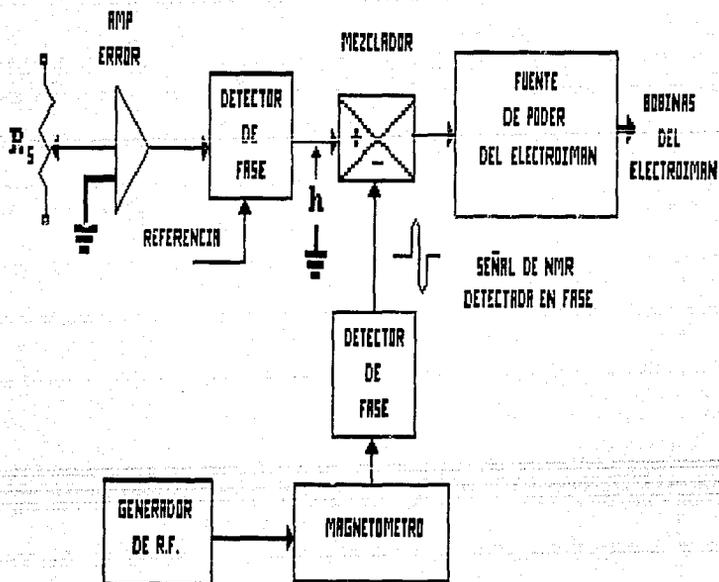


Figura 5. 2. Circuito básico para estabilizar un electroimán controlado por efecto Hall por medio de una señal de R.N.M.

La figura 5.3 muestra cuatro espectros consecutivos de la línea $M=1 \rightarrow 0$, 3P_2 de resonancia paramagnética electrónica del átomo de oxígeno en fase gaseosa con electroimán regulado únicamente por efecto Hall. El tiempo de barrido de cada espectro es de 4 minutos. Para los tres primeros la radiofrecuencia es de 9.201204 (1) GHz y para el cuarto espectro es de 9.201210 (1) GHz. El corrimiento térmico de la línea en la gráfica es del orden de 1.3 ppm.

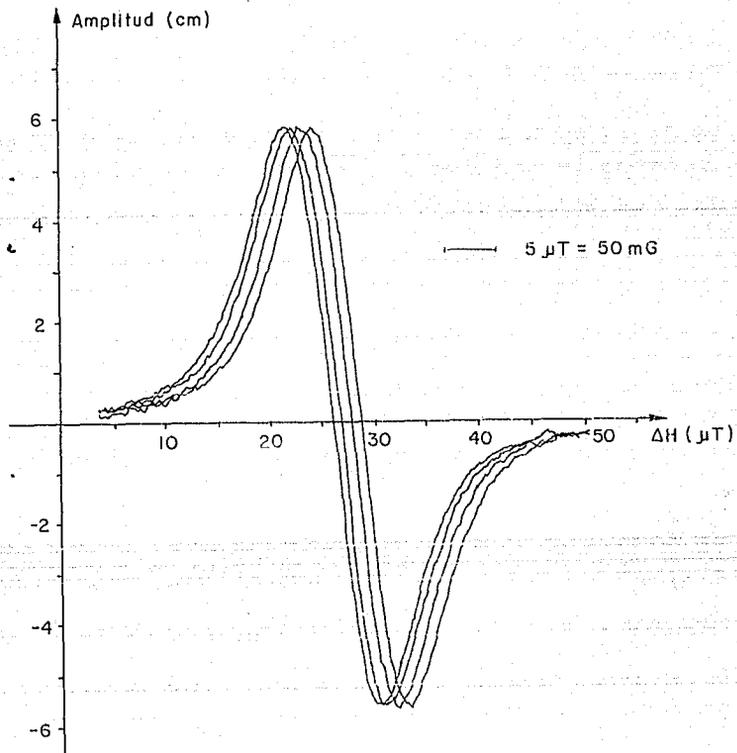


Figura 5.3 Espectros de E.P.R. del átomo de oxígeno en fase gaseosa con un electroimán regulado únicamente por efecto Hall.

La figura 5.4 muestra tres espectros consecutivos de la línea $M=1 \rightarrow 0$, 3P_2 de resonancia paramagnética electrónica del átomo de oxígeno en fase gaseosa con estabilización del electroimán controlado por efecto Hall por medio de R.N.M. El tiempo de barrido de cada espectro es de 4 minutos. El corrimiento térmico de las líneas en la gráfica es menor a 0.1 ppm. La radiofrecuencia es de 9.201225 (1) GHz en todos los espectros.

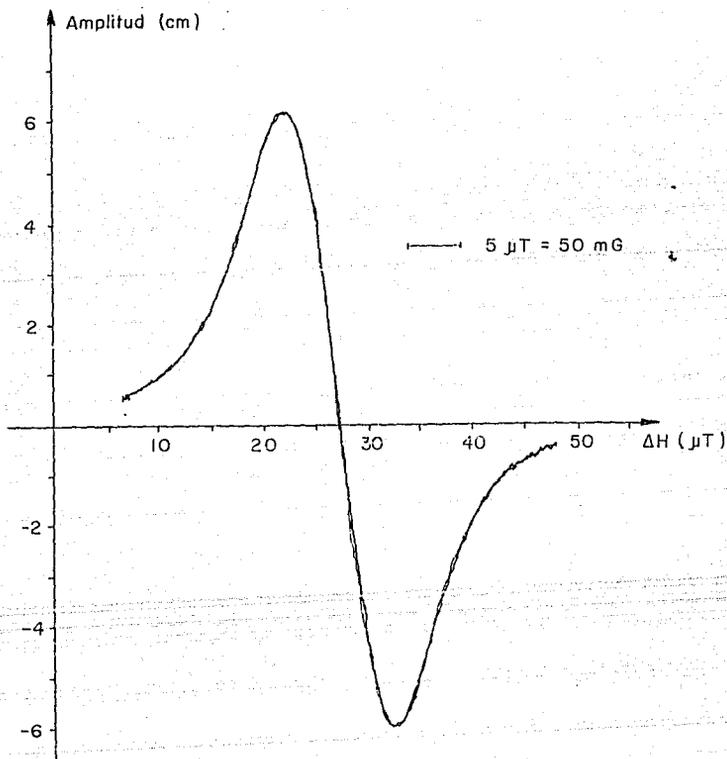


Figura 5.4 Espectros de E.P.R. del átomo de oxígeno en fase gaseosa con estabilización del electroimán controlado por efecto Hall por medio de R.N.M.

CONCLUSIONES

La selección de la técnica para controlar y estabilizar un electroimán depende principalmente del empleo que se le piense dar al campo magnético. La técnica que emplea el efecto Hall, por ejemplo, es muy útil para controlar electroimanes de uso general, por una parte porque la sonda Hall responde a cualquier valor del campo magnético y, por otra, porque vista como transductor, la sonda Hall tiene la extraordinaria conveniencia de producir como respuesta directa al campo una tensión eléctrica, la llamada tensión Hall, que además es estrictamente proporcional al campo si la sonda se alimenta con una corriente constante. Para estabilizar el campo, sin embargo, tiene el serio inconveniente de la fuerte dependencia de la tensión Hall en la temperatura; la tensión es inversamente proporcional a la temperatura absoluta T . Para aplicaciones que requieren buena estabilidad del campo es necesario controlar también la temperatura de la sonda Hall y esto hace que el control del campo no dependa, finalmente, del mismo campo que se desea controlar sino de una cantidad física diferente, la temperatura. Ésta, además, no es susceptible de ser controlada con la precisión que se alcanza con otras cantidades físicas, como la frecuencia o la corriente eléctrica; entre otras razones, por la inercia térmica que presentan prácticamente todos los cuerpos macroscópicos.

La técnica de la R.N.M., al depender de la operación de circuitos resonantes a radio frecuencias, es mas compleja instrumentalmente y menos versátil que la basada en el efecto Hall. Requiere de un medidor de frecuencias, su aplicación es

directa sólo en intervalos determinados por las bandas de operación de esos circuitos y pierde sensibilidad cuando el campo magnético disminuye. Tiene, sin embargo, la mayor precisión de todas las técnicas disponibles y, para propósitos de estabilizar el campo, tiene también la insuperable ventaja de que la frecuencia de resonancia es independiente de la temperatura y no depende más que de la propia cantidad física que la determina; el campo magnético. Si además la frecuencia de operación del magnetómetro empleado para estabilizar se obtiene de un estándar primario de frecuencias- un reloj de cesio, por ejemplo,- la medición final del campo, y de otras cantidades derivadas de éste, dependerá de constantes físicas absolutas basadas en unidades atómicas.

En este trabajo se han combinado las dos técnicas anteriores para estabilizar, con la precisión y la independencia térmica de la R.N.M., el campo magnético de un electroimán controlado con la versatilidad y facilidad de operación de la técnica basada en el efecto Hall. Con este sistema se podrán realizar mediciones de alta precisión en los intervalos seleccionados del campo magnético que se presentan de manera natural en experimentos de espectroscopía Zeeman de microondas. El trabajo es un ejemplo más de la importancia de la ingeniería electrónica en la investigación básica pues permitirá, en particular, hacer mediciones más precisas de parámetros atómicos y determinar con ellas nuevas propiedades estructurales de los átomos.

Las sondas fueron calibradas con la línea del nitrógeno para obtener la concentración necesaria de NiSO_4 que cancele el diamagnetismo volumétrico. La figura 3.2 muestra las líneas de

R.N.M. en sus diferentes concentraciones y muestra la línea E.P.R. del nitrógeno. Utilizando el valor de $g_j = 2.00213465$ [V. Beltrán L., 1989] y la ecuación 3.6 obtenemos que para una molaridad $M = 0.2$ de NiSO_4 se obtiene el valor g_j con una precisión de 0.2 ppm de donde se deduce que el diamagnetismo del agua se cancela con una molaridad de 0.2 de NiSO_4 .

Como resultado de la homogeneización del campo magnético por medio de las bobinas de homogeneización empleadas en este trabajo, se puede observar en la figura 4.5 que se corrige la forma de la línea en 2 ppm puesto que la diferencia de anchuras es de 0.8 cm que corresponde a 2 ppm con las condiciones dadas en la figura 4.5.

La estabilización del campo magnético por medio de sonda Hall (figura 5.3) nos da un corrimiento de 1.3 ppm, si se utiliza la R.N.M. como control del campo magnético el corrimiento térmico es de 0.1 ppm figura 5.4, por lo que la estabilización del campo magnético mejora en 1.1 ppm.

Esta mediciones se pueden mejorar si para el futuro se cuenta con un generador de señales que tenga una precisión mayor que 1 ppm, por ejemplo el HP 8640B el cual además tiene la opción de aumentar su precisión si se calibra con un estándar de Cesio, también se requiere de construir dos magnetómetros, uno para la medición del campo magnético y otro para la estabilización. Estos magnetómetros se deben de utilizar con controles independientes.

BIBLIOGRAFIA

1. V. Beltrán L., J. Rangel G., A. González-Nucamendi, J. Jiménez Mier, A. Fuentes-Maya, "Magnetic moments of atomic nitrogen in the S and D levels of its ground-state configuration", Phys. Review, A.43,4026 (1989).
2. E. R. Andrew, "Nuclear Magnetic Resonance", Cambridge University Press, Glasgow, (1969).
3. Dale Pollack, "The design of inductances for frequencies between 4 and 25 Megacycles", RCA.Review 2.2,184-201 (1937).4.
4. R. Velarde M. y V. Beltran L., "Magnetómetro de resonancia nuclear magnética", Rev. Mex. Fis., 31, 115 (1984).
5. Tuttle W.N., "The double-T bridge", Proc.Inst. Radio Engrs.,N.Y., 28, 23 (1940).
6. H.C. Kiehn, "Application of the RCA-CA 3028 and CA 3028B Integrated Circuits R.F. Amplifiers in the H.F. and V.H.F. Ranges",Linear Integrated Circuits Application Note ICAN-337, RCA Solid State Division, N.Y., 204-213.
7. E-line E.P.R. Systems Manual Model E-15, Technical Manual, Varian Analytical Instruments Division, Palo Alto, CA, 1979.
8. W.C. Dickinson, "The time average magnetic field at the nucleus in nuclear magnetic resonance experiments", Phys.Rev, 81, 717 (1951).
9. Weston A. Anderson, "Electrical current shims for correcting magnetic fields", Rev.Sci.Instr., 32, 241 (1961).

10. J.R. Reitz, F.J. Milford y R.W. Christy, "Fundamentos de la Teoría Electromagnética", Addison Wesley I., tercera edición, N.Y., (1986).
11. A.N.Tijonov A.A.Samarsky, "Ecuaciones de la Física Matemática", Segunda edición, Mir, Moscú, (1980).
12. G.Arffen, "Mathematical Methods for Physicists", Academic Press Inc., tercera edición, N.Y. (1985).
13. Jacob M.y C.H. Halkias, "Electrónica Integrada", Hispano Europea. Tercera edición, Madrid, (1980).
14. D.L. Shilling y Belove, "Electronic Circuits : discrete and integrated", Mc-Graw Hill, E.E.E. series, N.Y, (1968).
15. F.C.Fitchen, "Circuitos Integrados y Sistemas", Reverté S.A., Barcelona, (1975).
16. Marcel J.E. Golay, Rev. Sci. Instr., 29, 313 (1958).
17. R.P. Feymann et al., "Lectures on Physics", vol III, Fondo Educativo Interamericano S.A., Bogotá (1971).