



DEVELOPMENT OF AN AUTOMATED SUPERCONDUCTIVE ROCK MAGNETOMETER AND PERIPHERAL DEVICES.

N. Hernández^{1*}, P. Pedrazzini^{2,3}, V. Correa^{2,3}, M. Vazquez Mansilla^{3,4}, J. Luzuriaga³, M. Gomez Berisso^{2,3}, J. Guimpel^{2,3}, R. Trindade⁵, J. Nigro¹, R. Tomezzoli.^{3,6}

¹ LATE ANDES SA, Salta, Argentina.

² Laboratorio de Bajas Temperaturas, Instituto Balseiro, Centro Atómico Bariloche, CNEA, S. C. de Bariloche, Argentina.

³ Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET), Argentina.

⁴ Laboratorio de Resonancias Magnéticas, Centro Atómico Bariloche, CNEA, S. C. de Bariloche, Argentina.

⁵ Instituto de Astronomía, Geofísica e Ciencias Atmosféricas, Universidade de São Paulo, Brasil.

⁶ Instituto de Geociencias Básicas y Aplicadas de Buenos Aires (IGEBA).

*e-mail: hernandezn@lateandes.com

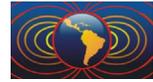
ABSTRACT

We present a new automated, liquid-He-free superconductive rock magnetometer (SRM) developed by a joint-venture project under the name CriAr, in which public research institutions (CONICET and CNEA) and LATE ANDES, a private-public company, were involved. The system is capable of performing fully automated measurements in 120 samples, with stepwise alternating field (AF) demagnetization peak fields of up to 160 mT in the current configuration. DC SQUID sensors in the prototype show noise levels less than $(1 \times 10^{-4}) \Phi_0$ (flux quanta), equivalent to 1×10^{-9} emu for the device. Three different ranges are automatically selected by the system depending on the remanent magnetization of the sample, allowing to measure samples in an extended range of five orders of magnitude. Three pairs of Helmholtz's coils were built to perform real-time Earth's magnetic field cancellation in the sample tray area. Resulting magnetic field is always less than 700 nT. CriAr magnetometer is controlled by an in-house-developed software that integrates the control of the automated sample handling system, data acquisition from SQUID sensors, graphic display of results, AF demagnetization control, He compressor and field cancelling system control and monitoring. The software also allows to export results for visualization in popular software commonly used for postprocessing. Know-how in superconductivity, cryogenics, vacuum techniques, magnetic shieldings from public research institutions was a key factor for the development of the system. The system is intended to provide services to the oil and gas industry and the scientific community. Release of a commercial product is also under analysis.

Keywords: superconductive rock magnetometer, automated system

RESUMEN

Presentamos un nuevo magnetómetro de rocas superconductor libre de He líquido, desarrollado bajo el nombre Proyecto CriAr, entre dos instituciones científico-tecnológicas (CNEA y CONICET) y LATE ANDES, una empresa privado-pública argentina. El sistema es capaz de realizar mediciones completamente automáticas de hasta 120 muestras aplicando pasos sucesivos de desmagnetización por campos alternos de hasta 160 mT en la configuración actual. Los sensores SQUID de tipo DC del prototipo presentan niveles de ruido en el orden de $(1 \times 10^{-4}) \Phi_0$ (cuantos de flujo), equivalentes a 1×10^{-9} emu. El sistema selecciona automáticamente entre 3 rangos diferentes de medición dependiendo de la intensidad de la magnetización de la muestra, permitiendo mediciones en un rango extendido que cubre 5 órdenes de magnitud. Tres pares de bobinas de Helmholtz fueron construidos para realizar la cancelación del campo magnético terrestre en tiempo real en la zona de movimiento del portamuestras, obteniéndose campos menores a 700 nT. El magnetómetro CriAr se controla por un software de desarrollo propio que integra el control del sistema de manipulación de muestras, adquisición de datos de los sensores SQUIDS, el desmagnetizador de campos alternos, compresor de He y el sistema de cancelación de campo magnético terrestre actual, además de proporcionar gráficos de resultados, que también pueden ser exportados a software de postprocesamiento



comúnmente utilizado. El know-how en sensores superconductores, criogenia, técnicas de vacío y blindajes magnéticos presente en las instituciones científicas públicas fue fundamental para el desarrollo del sistema, cuyo objetivo es proporcionar servicios a la industria de los hidrocarburos y a la comunidad científica. El lanzamiento de un producto comercial está siendo analizado.

Palabras Clave: magnetómetro de rocas superconductor, sistema automatizado.

1. Introducción

El desarrollo de un magnetómetro superconductor para el estudio de muestras de paleomagnetismo presenta condiciones de diseño exigentes que usualmente colisionan entre sí. Por un lado es necesario diseñar un sistema de detección para señales extremadamente débiles (niveles de ruido del orden de 10^{-12} A.m², 1×10^{-9} emu) que funciona en la cercanía de un desmagnetizador de campos alternos (AF Degausser) con campos picos potenciales mayores a 150 mT. Asimismo, las mediciones de magnetización remanente se realizan en muestras a temperatura ambiente (295 K), mientras que el sistema de detección de señal debe enfriarse por debajo de la temperatura de transición a la superconductividad del material (9 K para sensores que incorporan Nb) y localizarse lo más próximo a la muestra posible para maximizar la intensidad de señal en la medición, dando lugar a gradientes térmicos del orden de 100 K/cm.

Los estudios de paleomagnetismo típicamente involucran la medición de cientos de especímenes, usualmente aplicando entre 10 y 20 pasos de desmagnetización parcial en cada uno. La automatización del sistema de medición resulta de gran interés práctico para disminuir la carga de trabajo en el operario, maximizar el factor de uso del equipamiento y minimizar la probabilidad de errores humanos en el proceso de medición.

Finalmente, la aplicación de técnicas de desmagnetización requieren de la anulación del campo magnético terrestre actual en las zonas de permanencia de los especímenes. Para esto se diseñaron y construyeron 3 pares de Helmholtz cuadrados, alimentados por una fuente de corriente DC de 3 canales comandada mediante el software desarrollado que implementa el algoritmo de cancelación de campo magnético terrestre (CMT) en tiempo real.

Para integración de todos los subsistemas para el funcionamiento en conjunto se desarrolló el software CriAr para el control integral del sistema criogénico, adquisición de datos y post-procesamiento, control del sistema de posicionamiento automático, control del desmagnetizador por campos alternos (AF Degausser) y sistema de cancelación del CMT.

En el presente trabajo se describen los aspectos generales el magnetómetro criogénico desarrollado en LATE ANDES. Se presentan asimismo resultados comparativos de muestras medidas por el magnetómetro CriAr y magnetómetros criogénicos fabricados por 2G Enterprises.

2. Arquitectura del sistema

La arquitectura del sistema de medición y periféricos se sintetiza en el esquema de la Figura 1.

El software CriAr controla de manera integral todos los subsistemas involucrados y proporciona la interfaz con el usuario para el control de todos los periféricos, mediciones y post-procesamiento de datos.

3. Integración de subsistemas

En la Figura 2 se presentan capturas de pantalla del software de control integral, adquisición de datos y post-procesamiento CriAr. La interfaz con el usuario fue diseñada teniendo en cuenta la geometría de la bandeja portamuestras de 120 especímenes. El usuario accede a cada casillero de la colección de muestras para cargar los datos de la misma, ver estado de etapas de desmagnetización, y acceder a los gráficos correspondientes a cada espécimen dentro de una colección dentro de un proyecto.

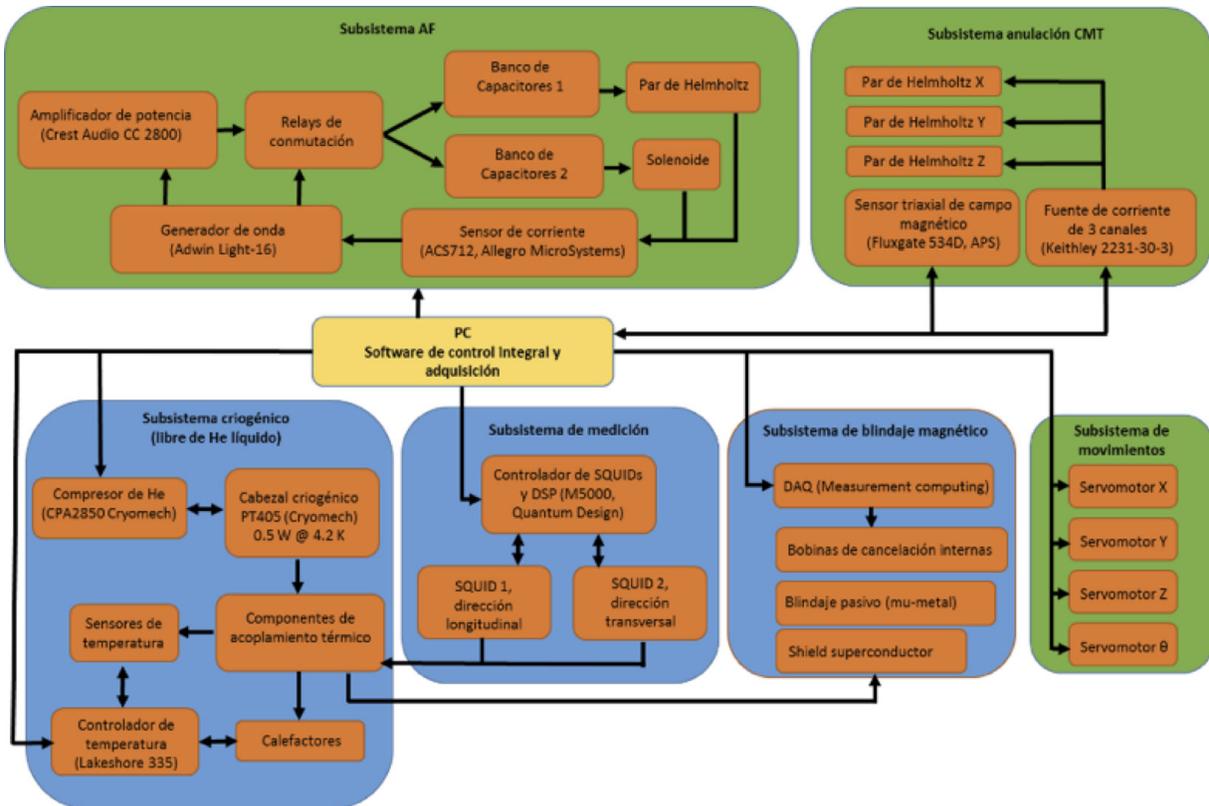


Figura 1. Esquema de la arquitectura del sistema de medición y periféricos.

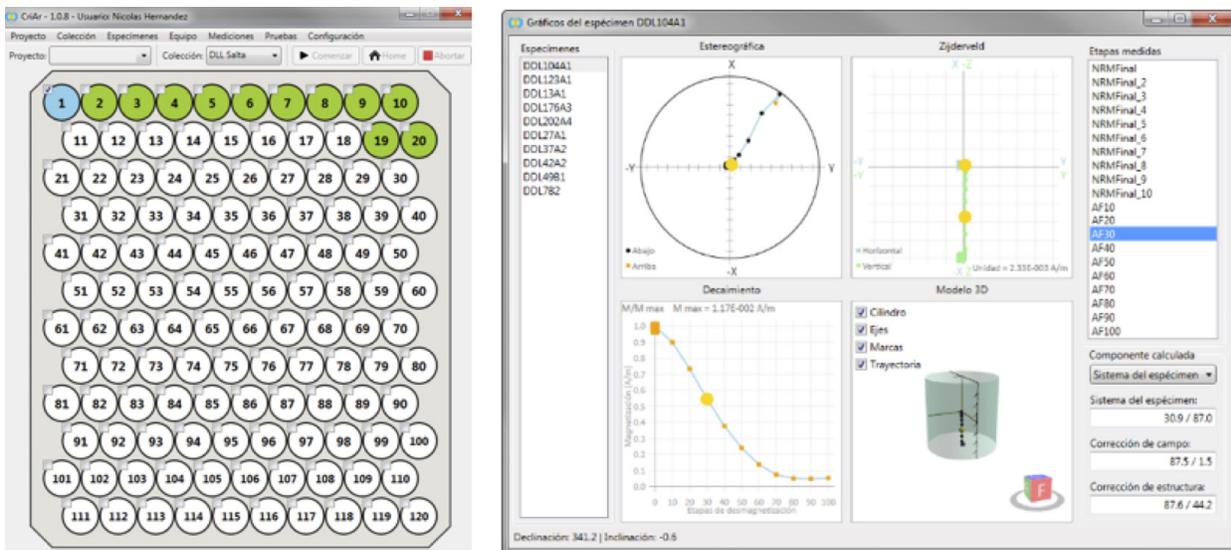
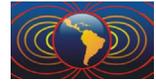


Figura 2. Capturas de pantalla de parte de la interfaz de usuario del software CriAr.

4. Funcionamiento del sistema.

Una de las ventajas de la utilización de un criogenerador de tipo *pulse tube* libre de He líquido consiste en que no es necesario extraer calor del sistema para mantener la fase líquida de He en un reservorio, por lo que el sistema criogénico puede apagarse cuando no está siendo empleado. Esto prolonga considerablemente la vida útil del cabezal criogénico además de producir un ahorro de energía neto del equipo.



Al comenzar la puesta en marcha se lleva el sistema a vacío medio para el desacoplamiento térmico interno y se enciende el compresor para comenzar el enfriamiento.

Una vez alcanzada la temperatura de operación (3.2 K), se realiza la anulación de campo interno de manera automática por el software CriAr: el blindaje superconductor es calentado por sobre su temperatura de transición, se introduce un *fluxgate* triaxial y se energizan las bobinas de cancelación controladas por el software CriAr para cancelar el campo medido por el sensor. A continuación, se enfría el blindaje superconductor por debajo de su temperatura de transición nuevamente, completando el protocolo de encendido del magnetómetro.

Cuando se inicia una secuencia de medición, el software CriAr envía comandos para el posicionamiento en X e Y del espécimen sobre el tubo de cuarzo (*sample holder*). Una vez en posición, se eleva el tubo de cuarzo hasta la altura de la base del espécimen, para luego elevarlo a la zona de medición.

Un sensor SQUID es utilizado para obtener la señal vertical (Z), y el restante para obtener las transversales (X-Y) mediante la rotación del espécimen. Una vez obtenido el valor de Z, la muestra es rotada sucesivamente en ángulos $\Delta\theta$ hasta completar 360° . Las mediciones resultantes son ajustadas por una ecuación que tiene en cuenta la amplitud de la señal medida (el momento magnético en el plano), un valor constante (el momento inducido en la muestra y el tubo de cuarzo por el posible campo en la zona de medición, además de un *offset* inicial en el sensor) y una componente lineal que tiene en cuenta posible deriva (*drift*) de los SQUID, característica de los sensores de este tipo. Asimismo, la fase de la señal medida correspondiente al pico de señal representa la declinación de la muestra.

Una vez obtenidos los valores de las 3 componentes del vector de momento magnético, puede calcularse la magnetización volumétrica, inclinación y declinación del espécimen. El proceso de medición demora aproximadamente 70 segundos, y podría reducirse incorporando un tercer SQUID en un alojamiento adicional ya disponible, lo cual está planificado en la versión comercial.

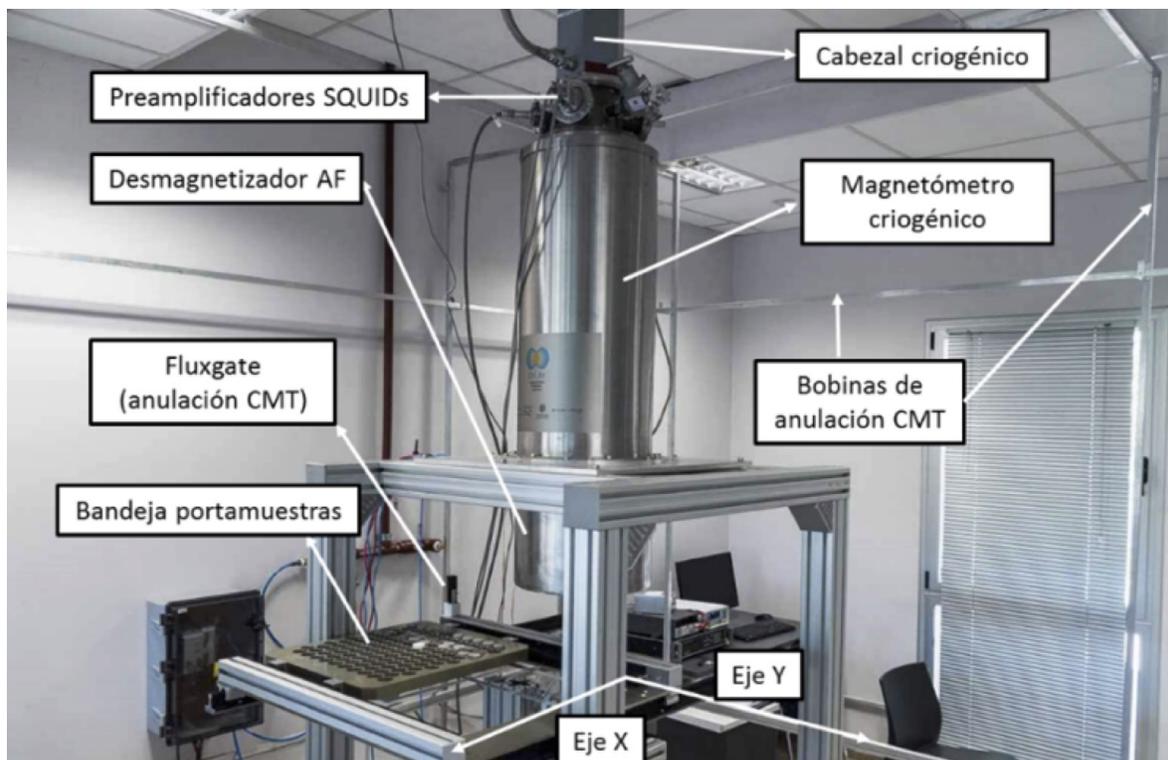


Figura 3. Fotografía del sistema integrado.



Si existen etapas subsiguientes de desmagnetización por campos magnéticos alternos (*AF-Degausser*), el sistema descenderá el espécimen hasta el centro de las bobinas de desmagnetización y comenzará la secuencia programada. Una vez en posición, el controlador en tiempo real Adwin light-16 cierra el relay de conmutación correspondiente al solenoide de desmagnetización (campo vertical) y genera una onda senoidal pura de 138 Hz cuyo perfil de crecimiento y decrecimiento puede ser seleccionado por el usuario de forma previa. El mismo procedimiento es repetido para generar idéntico campo en ambas direcciones transversales. El proceso de desmagnetización en 3 direcciones demora aproximadamente 60 segundos. Se planea reducir este tiempo a 20 segundos en la versión comercial.

Durante cada paso de desmagnetización, el sistema Adwin monitorea y controla a lazo cerrado el campo generado mediante un sensor de corriente basado en efecto Hall ACS 712. El campo generado en función de la corriente aplicada fue calibrado en ambas direcciones utilizando un gaussímetro LAKESHORE 410.

5. Calibración y mediciones comparativas con magnetómetros 2G enterprises

Para realizar la calibración se generaron señales de momento magnético controlado inyectando corriente a pequeñas bobinas de cobre en la zona de medición, tanto en la dirección vertical (Z) como transversales (X e Y) para corroborar los cálculos de respuesta del sistema diseñado y definir constantes de calibración propias del equipo

Se utilizaron valores de corriente de $0.1 \mu\text{A}$ a $200 \mu\text{A}$ en ambas direcciones. Para evitar perturbaciones en la señal producto de la pieza plástica que sostenía las bobinas, en lugar de generar señales continuas de corriente, se generaron ondas cuadradas de amplitudes y frecuencia conocida. A través de un algoritmo de adquisición que utiliza transformadas rápida de Fourier (*FFT*), se obtuvo la amplitud de las componentes de dicha frecuencia. El sistema es capaz de detectar señales en el orden de 10^{-8} emu (10^{-11} A.m²). En especímenes estándar de aproximadamente 10 cm^3 esto representa magnetizaciones de 10^{-6} A/m.

En las gráficas de la Figura 4 se presentan los resultados obtenidos para cada dirección.

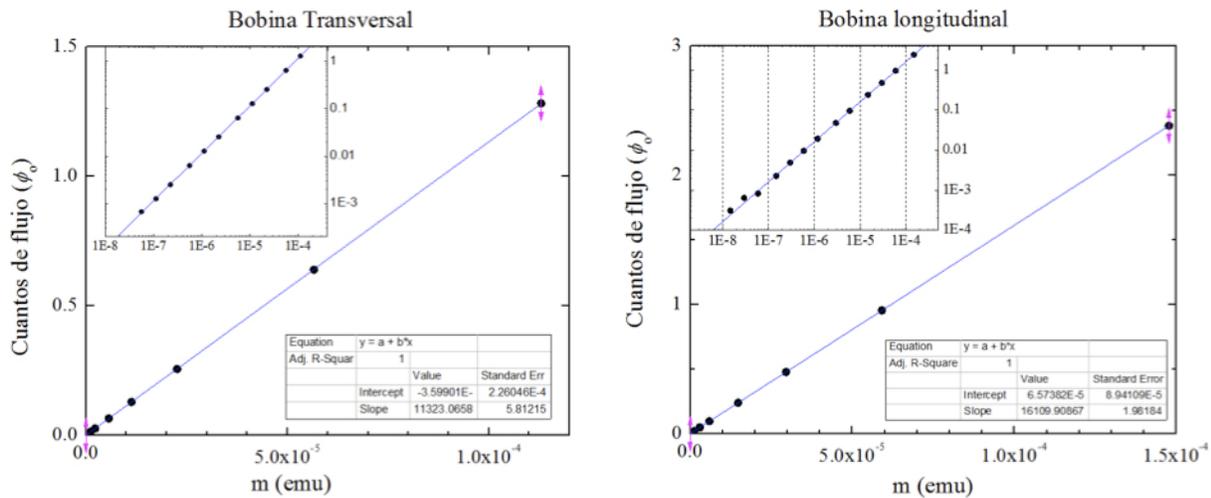


Figura 4. Curvas de calibración de sensores aplicando corrientes conocidas en bobinas de geometría conocidas.

Una vez calibrado el equipo, se realizaron mediciones sobre muestras reales de rocas. Se midieron 10 especímenes de rocas sedimentarias estables para realizar mediciones cruzadas entre el magnetómetro criogénico instalado en el departamento de Geofísica de la Universidad de Sao Paulo (2G Enterprises) y el magnetómetro CriAr. Por otra parte, se midieron muestras de rocas ígneas anteriormente medidas en el Instituto Valencio de la Universidad de Buenos Aires (2G Enterprises).



Los resultados para las mediciones en las direcciones X, Y y Z se presentan en la gráficas de las Figura 5, Figura 6 y Figura 7, respectivamente.

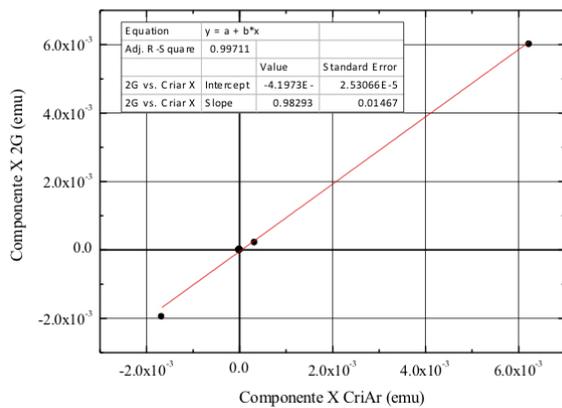


Figura 5. Gráfico de correlación entre mediciones en magnetómetros 2G y CriAr (dirección X).

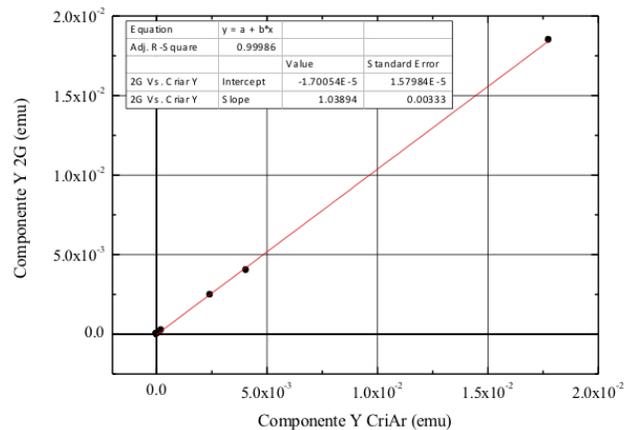


Figura 6. Gráfico de correlación entre mediciones en magnetómetros 2G y CriAr (dirección Y).

La magnetización de las muestras de origen sedimentario fue generada mediante ARM en la dirección del eje de simetría de los especímenes (eje Z) en el Departamento de Geofísica de la Universidad de Sao Paulo, por lo que los valores resultantes en las 10 mediciones de las direcciones X e Y se encuentran cercanas al origen de coordenadas. En la Figura 7 se presenta una vista ampliada de los valores de menor intensidad en el gráfico de correlación en la dirección Z.

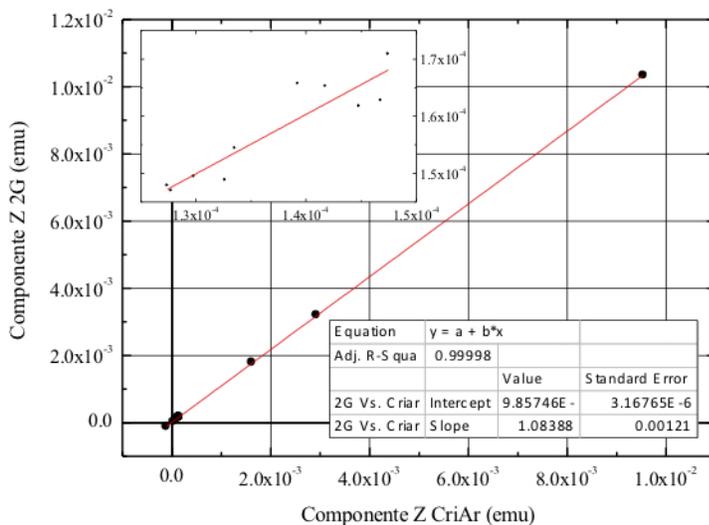


Figura 7. Gráfico de correlación entre mediciones en magnetómetros 2G y Criar (dirección Z).

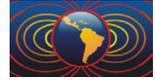
6. Conclusiones

El trabajo conjunto entre tres organizaciones de ciencia y técnica Argentinas hizo posible el desarrollo exitoso de un magnetómetro criogénico y dispositivos periféricos asociados en un período de 15 meses desde el inicio del proyecto CriAr a un costo inferior respecto al precio de venta del magnetómetro comercial disponible en el mercado.

Las prestaciones de límites de detección, tiempos de medición requeridos por espécimen, etc. del magnetómetro CriAr son comparables al del magnetómetro comercial disponible. Las mejoras previstas para la versión comercial (adición de un tercer SQUID,

aumento de frecuencia de onda de desmagnetización) permitirán reducir el tiempo requerido para realizar una medición por debajo de 1 minuto.

Los diagramas de correlación presentan mediciones consistentes entre los 3 equipos comparados. Dado el valor de la pendiente del gráfico de la Figura 7, se concluye que los magnetómetros 2G realizan mediciones en un 8% por exceso respecto al magnetómetro CriAr en la dirección Z. En mediciones de los



mismos especímenes en un magnetómetro de tipo spinner (JR6, AGICO) se observan discrepancias con el magnetómetro 2G de entre 5% y 10%.

El software de control desarrollado tiene prestaciones y características distintivas respecto al del magnetómetro comercial, incorporando un software de post-procesamiento que permite al usuario visualizar los resultados en simultáneo con la adquisición. El software permite realizar además el control y monitoreo de todos los subsistemas asociados.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Departamento de Geofísica de la Universidad de Sao Paulo (USP, Brasil), en especial a Janine Araujo do Carmo y Thiago Ribas Moncinhatto por su colaboración en las mediciones realizadas en su departamento y las discusiones metodológicas relacionadas.

Al Dr. Ernesto Cristallini, quien desarrolló la versión original del software de control y adquisición.

Al Dr. Leandro Gallo por las discusiones relacionadas a los diagramas de correlación y al interés en el desarrollo del proyecto.

A los técnicos de la División Física de Bajas Temperaturas del Centro Atómico Bariloche que contribuyeron con su experiencia a la construcción de piezas claves del magnetómetro.